



SU VE SAĞLIK

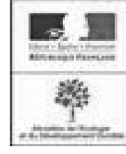
**“Halk Sağlığının Korunmasına Yönelik Su Alanındaki
Mevzuatın Uyumlaştırılması ve Uygulanmasında
Sağlık Bakanlığının Güçlendirilmesi” Eşleştirme Projesi**

TR 04-IB-EN- 04

*Twining Project for Strengthening the Ministry of Health to
Harmonise and Implement Legislation in the Field of Water for
Public Health Protection*

**“Doğal Mineralli Sulardan Numune Alımı,
Taşınması ve Analizlerine İlişkin El Kitabı”**

Ankara
2008



SU VE SAĞLIK

**“Doğal Mineralli Sulardan Numune Alımı,
Taşınması ve Analizlerine İlişkin El Kitabı”**

**Ankara
2008**

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	XIII
1. BÖLÜM	1
GİRİŞ	1
1. Sudan Kaynaklanan Riskler	1
2. Mineralli sular için dikkate alınması gereken riskler	2
2. BÖLÜM.....	5
NUMUNE ALIMI	5
1. NUMUNE ALIMININ ÖNEMİ	5
1.1. Numune alımı	5
1.2. Sonuç	6
2. MİKROBİYOLOJİDE NUMUNE OLUŞTURMA	6
2.1. Neden iyi bir numune alma işlemi yapılmalı?	6
2.2. İyi Bir Numunenin Önemi	7
2.3. Su Numuneleri Alım İşlemlerine İlişkin Tavsiyeler	7
2.3.1. Numune Alan Kişi	7
2.3.2. Numune Alma.....	7
2.3.3. Numunelerin Taşınması.....	9
2.3.4. Şişelerin Laboratuvarda Teslim Alınması	10
2.3.5. Numunelerin laboratuvarda işlenmesi.....	10
3. BÖLÜM.....	11
MİKROBİYOLOJİK ANALİZ	11
1. SUDA YAŞAYAN PATOJENLERE İLİŞKİN BİLGİLER.....	11
2. 22°C ve 37°C'de üreyebilen mikroorganizmaların sayımı; Agarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)	12
2.1. Amaç.....	12
2.2. Kapsam	12
2.3. Standartlar.....	12
2.4. Prensipten.....	12
2.5. Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi	13
2.6. Analizin Maliyeti	15
3. FEKAL KİRLİLİK GÖSTERGESİ OLAN BAKTERİLERİN ARAŞTIRILMASI	15
3.1. <i>Escherichia coli</i> ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı – Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)	15
3.1.1. Amaç.....	15
3.1.2. Kapsam	15
3.1.3. Standartlar.....	16
3.1.4. Prensipten.....	16
3.1.5. Kalite uygulaması : Yöntemin İşleyişi	16
3.1.6. Analizin maliyeti	21
3.2. Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899-2).....	21
3.2.1. Amaç.....	21
3.2.2. Kapsam	21

3.2.3.	Standartlar.....	21
3.2.4.	Prensip.....	21
3.2.5.	Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi	22
3.2.6.	Analizin maliyeti	24
3.3.	Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (<i>Clostridia</i>) sporlarının araştırılması ve sayımı - Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461-2)	24
3.3.1.	Amaç.....	24
3.3.2.	Kapsam	25
3.3.3.	Standartlar.....	25
3.3.4.	Prensip.....	25
3.3.5.	Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi	26
3.3.6.	Analizin maliyeti	28
4.	Patojen Etken Araştırması	29
4.1.	<i>Salmonella</i> araştırması (TS ISO 6340)	29
4.1.1.	Amaç.....	29
4.1.2.	Kapsam	29
4.1.3.	Standartlar.....	29
4.1.4.	Prensip.....	29
4.1.5.	Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi	30
4.1.6.	Analizin maliyeti	35
4.2.	Membran filtreleme yöntemi ile <i>Pseudomonas aeruginosa</i> tayini ve sayımı (TS EN 12780)	35
4.2.1.	Amaç.....	35
4.2.2.	Kapsam	35
4.2.3.	Standartlar.....	36
4.2.4.	Prensip.....	36
4.2.5.	Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi	36
4.2.6.	Analizin maliyeti	40
4.	BÖLÜM	41
	KİMYA ANALİZLERİ.....	41
	Alt Bölüm 1.....	41
	GENEL PARAMETRELER ANALİZİ	41
1.1.	Çözünmüş Florür, Klorür, Nitrit, Ortofosfat, Bromür, Nitrat ve Sülfat İyonlarının Sıvı İyon Kromatografisi İle Tayini (TS ISO 10304-1: Az Kirlenmiş Sular İçin Metot).....	41
1.1.1.	Amaç.....	41
1.1.2.	Kapsam	41
1.1.3.	Standartlar	41
1.1.4.	Prensip	41
1.1.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	43
1.1.6.	Analiz Maliyeti.....	45
1.2.	Amonyum Tayini.....	45
1.2.1.	Amaç.....	45
1.2.2.	Kapsam	45
1.2.3.	Standartlar.....	45
1.2.4.	Prensip.....	45
1.2.5.	Kalite İşlemi:YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	46

1.2.6.	Analiz Maliyeti	48
1.3.	Nitrit Tayini	48
1.3.1.	Amaç	48
1.3.2.	Kapsam	49
1.3.3.	Standartlar	49
1.3.4.	Prensip	49
1.3.5.	Kalite İşlemi:YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	50
1.3.6.	Analiz Maliyeti	52
1.4.	İyon Kromatografi ile Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} Ba^{2+} Tayini	52
1.4.1.	Amaç	52
1.4.2.	Kapsam	52
1.4.3.	Standartlar	52
1.4.5.	Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	54
1.4.6.	Analiz Maliyeti	55
1.5.	Klorür Tayini	55
1.5.1.	Amaç	56
1.5.2.	Kapsam	56
1.5.3.	Standartlar	56
1.5.5.	Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ	57
1.4.6.	Analiz Maliyeti	59
1.6.	Suda Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini	59
1.6.1.	Amaç	59
1.6.2.	Kapsam	59
1.6.3.	Standartlar	60
1.6.4.	Prensip	60
1.6.5.	Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ	61
1.6.6.	Analiz Maliyeti	66
1.7.	Sularda Bulunan Permanganat İndeksi	66
1.7.1.	Amaç	66
1.7.2.	Kapsam	66
1.7.3.	Standartlar	66
1.7.4.	Prensip	66
1.7.5.	Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ	67
1.7.6.	Analiz Maliyeti	69
1.8.	Sudaki Toplam Alkalinit ve Bileşenleri İçin Uygulanan Potansiyometrik Yöntem	69
1.8.1.	Amaç	69
1.8.2.	Kapsam	69
1.8.3.	Standartlar	69
1.8.4.	Prensip	69
1.8.5.	Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ	71
1.8.6.	Analiz Maliyeti	74
1.9.	Ca^{++} , Mg^{++} , Na^+ , K^+ Katyonların Tayin Edilmesi için Diğer Metotlar	74
1.10.	Bulanıklık Saptaması	75
1.10.1.	Amaç	75
1.10.2.	Kapsam	75

1.10.3. Standartlar	76
1.10.4 Prensip	76
1.10.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	76
1.10.6 Analiz Maliyeti	78
1.11. İletkenliğin Saptanması.....	78
1.11.1. Amaç.....	78
1.11.2. Kapsam	78
1.11.3. Standartlar	78
1.11.4 Prensip.....	78
1.11.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	80
1.11.6. Analiz Maliyeti	82
1.12. pH Tayini.....	82
1.12.1. Amaç	82
1.12.2. Kapsam	82
1.12.3. Standart.....	82
1.12.4. Prensip	82
1.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	83
1.12.6. Analiz Maliyeti.....	85
1.13. Ortofosfat Tayini (EN 1189)	85
1.13.1. Amaç	85
1.13.2. Kapsam.....	85
1.13.3. Standartlar	85
1.13.4. Prensip	85
1.13.6 Analiz Maliyeti.....	89
1.14. Silis	89
1.14.1 Analiz Maliyeti	90
1. 15. Serbest Karbondioksit Tayini.....	90
1.15.1. Prensip	90
1.16. Ozon Tayini.....	90
1.17. Analizlerin Doğrulanması	91
ALT BÖLÜM 2.....	95
INORGANİK KİMYASAL ANALİZLER	95
2.1. GİRİŞ	95
2.1.1. Metal Analizinin Genel Koşulları	95
2.1.2. Metal analizinden önce numunenin ön işlemi	95
2.1.3. Siyanür Analizi İçin Numunelerin Ön İşlemi	96
2.1.4. Dezenfeksiyon Alt Ürünlerini Uzaklaştırmak İçin Numuneye Uygulanan Ön İşlemler	96
2.2. METALİK ELEMENTLERİN ANALİZİ İÇİN YÖNTEMLER	97
2.2.1. Dört Atom Emilimli Spektrometresi.....	97
2.2.2. Alevde Atomik Emilim Spektrometrisi	98
2.2.3. Hidrür Çözeltilerde Soğuk Buhar Üretimi.....	99
2.2.4. Atomik Floresan Spektrometresi	99
2.2.5. ICP Spektrometresi	99
2.2.5.1. ICP: EN ISO 11885	99
2.2.5.2. ICP MS: EN ISO 17294-1	101
2.2.5.3. Spektrofotometrik Analiz Yöntemleri	102

2.3. Al: ALÜMİNYUM	103
2.3.1. Amaç	103
2.3.2. Kapsam.....	103
2.3.3. Standartlar	103
2.3.4. Prensiip	103
Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması:	104
Analiz 104	
Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi	104
2.3.5. Kalite işlemi: Yöntem İŞLEYİŞİ	104
2.3.6. Analiz Maliyeti	106
2.4. Sb: ANTİMON	106
2.4.1. Amaç.....	106
2.4.2. Kapsam	106
2.4.3. Standartlar	107
2.4.4. Prensiip	107
2.4.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	107
2.4.6. Analiz Maliyeti	109
2.5. As: ARSENİK	109
2.5.1. Amaç	109
2.5.2. Kapsam.....	110
2.5.3. Standartlar	110
2.5.4. Prensiip	110
2.5.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	111
2.5.6. Analiz Maliyeti	113
2.6. Ba: BARYUM	113
2.6.1. Amaç.....	113
2.6.2. Amaç	113
2.6.3. Standartlar	113
2.6.4. Prensiip	113
2.6.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	114
2.6.6. Analiz Maliyeti	116
2.7. B: BOR	116
2.7.1. Amaç	116
2.7.2. Kapsam.....	116
2.7.3. Standartlar	116
2.7.4. Prensiip	116
2.7.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	117
2.7.6. Analiz Maliyeti.....	119
2.8. Cd: KADMIYUM	119
2.8.1. Amaç	119
2.8.2. Kapsam.....	119
2.8.3. Standartlar	119
2.8.4. Prensiip	120
2.8.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	120
2.8.6. Analiz Maliyeti	122
2.9. Cr: KROM	122
2.9.1. Amaç.....	122

2.9.2. Kapsam.....	122
2.9.3. Standartlar	122
2.9.4. Prensiip	123
2.9.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ.....	123
2.9.6. Analiz Maliyeti	125
2.10. Cu: BAKIR	125
2.10.1. Amaç	125
2.10.2. Kapsam	126
2.10.3. Standartlar.....	126
2.10.4. Prensiip	126
2.10.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	127
2.10.6. Analiz Maliyeti.....	128
2.11. Fe: Demir	129
2.11.1. Amaç	129
2.11.2. Kapsam	129
2.11.3. Standartlar	129
2.11.4. Prensiip	129
2.11.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	130
2.11.6. Analiz Maliyeti.....	132
2.12. Mn: MANGAN	132
2.12.1. Amaç.....	132
2.12.2. Kapsam	132
2.12.3. Standartlar	132
2.12.4. Prensiip.....	132
2.12.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	133
2.12.6. Analiz Maliyeti	135
2.13. Civa Tayini.....	135
2.13.1. Amaç.....	135
2.13.2. Kapsam	135
2.13.3. Standartlar.....	135
2.13.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	138
2.13.6. Analiz Maliyeti	139
2.14. Ni: NİKEL.....	139
2.14.1. Amaç	139
2.14.2. Kapsam	140
2.14.3. Standartlar.....	140
2.14.4. Prensiip.....	140
2.14.4. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	141
2.14.6. Analiz Maliyeti	143
2.15. Pb: KURŐUN.....	143
2.15.1. Amaç.....	143
2.15.2. Kapsam	143
2.15.3. Standartlar	144
2.15.4. Prensiip.....	144
2.15.5. Kalite iřlemi: YÖNTEMİN İŐLEYİŐİ	144
2.15.6. Analiz Maliyeti	146
2.16. Se: SELENYUM.....	146

2.16.1. Amaç	146
2.16.2. Kapsam	146
2.16.3. Standartlar	147
2.16.4. Prensipler	147
2.16.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	147
2.16.6. Analiz Maliyeti	149
2.17. Zn: ÇİNKO	149
2.17.1. Amaç	149
2.17.2. Kapsam	149
2.17.3. Standartlar	150
2.17.4. Prensipler	150
2.16.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	150
2.17.6. Analiz Maliyeti	152
2.18. CN: TOPLAM SİYANÜR	152
2.18.1. Amaç	152
2.18.2. Kapsam	153
2.18.3. Standartlar	153
2.18.4. Prensipler	153
2.18.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	155
2.18.6. Analiz Maliyeti	156
2.19. $\text{BrO}_3^- / \text{ClO}_2^{3-}$: BROMAT VE KLORİT	156
2.19.1. Amaç	156
2.19.2. Kapsam	157
2.19.3. Standartlar	158
2.19.4. Prensipler	158
2.19.5. Kalite Yöntemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ	159
2.19.6. Analiz Maliyeti	161
2.20. F: FLORÜR TAYİNİ	161
2.20.1. Amaç	161
2.20.2. Kapsam	161
2.20.3. Standartlar	161
2.20.4. Prensipler	161
2.20.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ	162
2.20.6. Analiz Maliyeti	164
ALT BÖLÜM 3	165
ORGANİK KİMYA ANALİZLERİ	165
3.1. PESTİSİT KALINTILARINA İLİŞKİN GENEL DEĞERLENDİRMELER	165
3.2. BENZEN	165
3.2.1. Amaç	166
3.2.2. Kapsam	166
3.2.3. Standartlar	166
3.2.4. Prensipler	166
3.2.5. Yöntemin İşleyişi	168
3.2.6. Analiz Maliyeti	170
3.3. BENZEN	170
3.3.1. Amaç	170
3.3.2. Kapsam	171

3.3.3.	Standartlar.....	171
3.3.4.	Prensip.....	171
3.3.5.	Yöntemin İşleyişi.....	172
3.3.6.	Analiz Maliyeti.....	174
3.4.	YÜKSEK DERECEDE UÇUCU HALOJENLİ HİDROKARBONLARIN TAYİNİ.....	174
	(Gaz kromatografisi metodu ISO 10301 / TS 9266: Headspace Gaz Kromatografisi Metodu).....	174
3.4.1.	Amaç.....	174
3.4.2.	Kapsam.....	174
3.4.3.	Standartlar.....	175
3.4.4.	Prensip.....	175
3.4.5.	Yöntemin İşleyişi.....	177
3.4.6.	Analiz Maliyeti.....	180
3.5.	HİDROKARBON TAYİNİ.....	180
3.5.1.	Amaç.....	180
3.5.2.	Kapsam.....	180
3.5.3.	Standartlar.....	180
3.5.4.	Prensip.....	180
3.5.5.	Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ.....	182
3.5.6.	Analiz Maliyeti.....	184
3.6.	ORGANOKLORLU PESTİSİTLER.....	184
3.6.1.	Amaç.....	184
3.6.2.	Kapsam.....	184
3.6.3.	Standartlar.....	184
3.6.4.	Prensip.....	184
3.6.5.	Yöntemin İşleyişi.....	186
3.6.6.	Analiz Maliyeti.....	188
3.7.	ORGANOFOSFORLU PESTİSİTLER.....	188
3.7.1.	Amaç.....	188
3.7.2.	Kapsam.....	188
3.7.3.	Standartlar.....	188
3.7.4.	Prensip.....	188
3.7.5.	Yöntemin İşleyişi.....	190
3.7.6.	Analiz Maliyeti.....	192
3.8.	BENTAZONLAR VE HİDROKSİBENZONİTRİLLERİ İÇEREN SEÇİLMİŞ FENOKSİALKANOİK HERBİSİTLERİN KATI FAZ ÖZÜTLEME VE TÜREVLENDİRİLMESİNDEN SONRA GAZ KROMATOĞRAFİSİ VE KÜTLE SPEKTROMETRESİ KULLANILARAK TAYİNİ.....	192
3.8.1.	Amaç.....	192
3.8.2.	Kapsam.....	193
3.8.3.	Standartlar.....	193
3.8.4.	Prensip.....	193
3.8.5.	Yöntemin İşleyişi.....	194
3.8.6.	Analiz Maliyeti.....	196
3.9.	KATI – SIVI EKSTRAKSİYON İŞLEMİNİN UYGULANDIĞI UV DEDEKTÖRLÜ YÜKSEK PERFORMANS SIVI KROMATOĞRAFİK METOT.....	196
3.9.1.	Amaç.....	196

3.9.2.	Kapsam	197
3.9.3.	Standartlar	197
3.9.4.	Prensip	197
3.9.5.	Yöntemin İşleyişi	198
3.9.6.	Analiz Maliyeti	200
3.10.	POLİSİKLİK AROMATİK HİDROKARBON	200
3.10.1.	Amaç	200
3.10.3.	Standartlar	201
3.10.4.	Prensip	201
3.10.5.	Yöntemin İşleyişi	202
3.10.6.	Analiz Maliyeti	204
5.	BÖLÜM	205
	KALİTE UYGULAMASI / AKREDİTASYON	205
1.	NEDEN	205
2.	ÖNEM	205
3.	TS EN ISO 17025 STANDARDININ ŞARTLARI	208
3.1.	Yönetime İlişkin Şartlar	208
3.2.	Teknik Şartlar	212
3.2.1.	Yerleşim ve Çevre Şartları	213
3.2.2.	Cihazlara İlişkin Tavsiyeler	213
3.2.3.	Kullanılan Malzeme ve Reaktiflere İlişkin Tavsiyeler	216
3.2.4.	Yöntem (Metod) Talimatları	217
4.	KALİTE GÜVENCESİNİN MALİYETİ	218
	BİBLİOGRAFYA	229

ÖNSÖZ

Halk Sağlığının Korunması Amacıyla Su Alanındaki Mevzuatın Uyumlaştırılması ve Uygulanması İçin Sağlık Bakanlığı'nın Güçlendirilmesi

Su ve Sağlıkla İlgili 3 AB Direktifinin Uygulanması

TR 04-IB-EN- 04

Bu Proje Avrupa Birliği Katılım Öncesi Ekonomik Programı Tarafından Finanse Edilmiştir.

Projenin Özeti

Eşleştirme Projesi

Eşleştirme projeleri ortak Avrupa mevzuatının tümü olan, "Topluluk Müktesabati"nin yürütülmesi için gerekli olan kurumların yapılanmasında aday ülkelere yardımcı olan araçlardır. Eşleştirme projeleri yoluyla Avrupa Komisyonu, Avrupa Birliği Üye Ülkelerinden gelen uzun dönem bir uzman (Yerleşik Eşleştirme Danışmanı -RTA-) ile kısa dönem uzmanların (STE) kendi uzmanlık ve deneyimlerini, faydalanıcı ülkelerin kurumları ile paylaşarak bu ülkelerin çeşitli konulardaki spesifik Avrupa mevzuatlarını düzgün bir şekilde uygulamalarına yardımcı olunduğu projelerin finansmanı için fon sağlar.

Projenin Amacı

Projenin ana amacı Avrupa Birliğine katılım aşamasında İçme Suyu, Yüzme Suyu ve Mineralli Sular konusunda Türkiye'nin hazırlanmasıdır. Bununla birlikte, Türk Hükümetinin çevre ve halk sağlığı alanındaki yasal, kurumsal, teknik ve yatırım konularındaki mevcut kapasitesinin uyumlaştırılma aşamasında güçlendirilmesini de kapsamaktadır.

Katılım sürecinde, AB Çevre Mevzuatına uyumu sağlama Türkiye'nin karşılaşılabileceği en büyük zorluktan biri olacaktır. Türkiye'nin rolü ve sorumlulukları 2003'deki Katılım ortaklığında, son olarak gözden geçirilen 23 Ocak 2006 Konsey kararı prensiplerinde, önceliklerinde ve Türkiye için Katılım ortaklığı(2006/35/EC) koşulları kapsamında ana kilometre taşları olarak dizilmişlerdir.

Proje süresinde Fransız uzmanlar Türk uzmanlar ile birlikte; Avrupa Birliği müktesabati doğrultusunda ulusal mevzuat taslağının hazırlanması, stratejilerin geliştirilmesi, Avrupa Birliğinin eski (76/160/EEC) ve yeni (2006/7/EC) Yüzme Suları Direktifi, İçme Suları Direktifi (98/83/EC) ve Mineralli Sular Direktifi (80/777/EEC) çerçevesinde öngörmekte olduğu gerekliliklere uyulmasını sağlayıcı faaliyet planlarının, programların uygulanması, yönetmelik, rapor, rehber kitap ve el kitapçıklarının hazırlanması alanlarında çalışmışlardır.

Proje süresince, yukarıda bahsedilen geçen hedeflere ulaşmak için, Eşleştirme Projesi boyunca uluslararası uzmanlık yardımının alındığı çok yönlü bir yaklaşım benimsenmiştir.

Sonuç olarak bu proje, Türkiye'nin AB pazarında daha uygun İnsan Sağlığı Korunması ve çevrenin Su ve Sağlık alanında daha fonksiyonel olmasını yönlendirecektir.

Projeyle elde edilmek istenen temel sonuç ise; Su ve Sağlık alanında İnsan Sağlığı ve Çevrenin daha iyi bir şekilde korunmasının sağlanması ve Türkiye'nin genişlemekte olan AB pazarına daha iyi uyum sağlayarak çalışmalarını yürütmesidir.

Eşleştirme Projesi Ortakları

Türk Tarafı Ortakları: Sağlık Bakanlığı, Temel Sağlık Hizmetleri Genel Müdürlüğü, Çevre Sağlığı Daire Başkanlığı

Fransız Tarafı Ortakları: Ekoloji ve Sürdürülebilir Kalkınma Bakanlığı, Sağlık ve Dayanışma Bakanlığı, Paris'teki Uluslararası Su Ofisi

3 Direktif

Yüzme Suyu Direktifi 76/160/EEC ve 2006/7/EC

Yüzme sularının kaliteleri ile ilgili olan bu direktiflerin (76/160/EEC ve 2006/7/EC) amacı, insan sağlığının yüzme sularının ve rekreasyonel amaçlı olarak kullanılan suların kontamine olması sonucu ortaya çıkabilecek yan etkilerden korunmasının sağlanmasıdır.

İçme Suyu Direktifi 98/83/EC

İnsani tüketim amaçlı suların kalitesi ile ilgili olan bu direktifin (98/83/EC) amacı insani tüketim amaçlı suların "sağlıklı ve temiz" olduklarının güvence altına alınması böylelikle insan sağlığının söz konusu sularda oluşabilecek kontaminasyonların yan etkilerinden korunabilmesidir. Kamu su dağıtım şebekelerinden verilmekte olan sular ile şişelenmiş sularda uygulanan bir direktiftir.

Mineralli Sular Direktifi 80/777/EEC

Doğal mineralli suların işletimi ve pazarlanması ile ilgili olan bu direktifin amacı (80/777/EC) söz konusu suların pazarda "doğal mineralli su" olarak satılabilmesi için uyması gereken kalite standartları ve ilgili diğer koşulların tanımlanmasıdır. Bu standart ve koşullara göre doğal mineralli sular 98/83/EC direktifindeki tanım içerisine girmese dahi halk sağlığı korunmalıdır.

Mevcut Dökümanın Özeti

Mevcut döküman kaynakların izlenmesi, numune alımı, Mineralli Su numunelerinin analizine ilişkin Türk protokollerinin değerlendirilmesi amacıyla Fransız Kısa Dönem Uzmanları ile Türk tarafı uzmanlarının yapmış oldukları grup çalışmalarının bir ürünüdür.

5 bölümden oluşmaktadır:

İlk bölüm suyla taşınan riskleri,

İkinci bölüm numune alımına ilişkin tavsiyeleri,

Üçüncü bölüm mikrobiyoloji analiz protokollerini,

Dördüncü bölüm kimya analiz protokollerini,

Beşinci bölüm kalite yönetimini kapsamaktadır.

Dökümanın hazırlanmasındaki temel amaç; Sağlık Bakanlığı'na bağlı tüm laboratuvarların benimsedikleri yaklaşımların ve elde ettikleri sonuçların karşılaştırılabilir olması amacıyla ortak bir dökümandan faydalanmalarını ve böylelikle uymaları gereken Normları benimsemelerini sağlamaktır.

Bu döküman hazırlanırken, özellikle metnin gözden geçirilmesi aşamasında eşleştirme projesi ekibine yardımcı olan uzmanlar şunlardır:

Fransız Uzmanlar;

Ms Benedicte WELTE (Eau de Paris), MM Andre-François BOSCHET (RTA), Pr Alain COUTE (MHN Paris, Doğal Tarih Müzesi) Benoit GASSILLOUD (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı), Bernard HUGUES (Nice Laboratuvarı), Roger JEANNOT (BRGM, Coğrafi İzleme Ajansı), Antoine MONTIEL (Eau de Paris), Jean-Francois MUNOZ (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı), Georges Popoff (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı), Christophe ROSIN (AFSSA Fransız Gıda Güvenliği Ajansı).

Türk Uzmanları;

Serdar Alp SUBAŞI (Bil.Uzm.Gıda Müh.), Selma YILDIZ (Kimya Yük.Müh.), Meral YENİOVA (Dr.Kimya Yük.Müh.), Selçuk BODRUMLU (Mikrobiyoloji Uzm.) Umut BERBEROĞLU (Mikrobiyoloji Uzm.), Yurdanur ŞENTÜRK (Mikrobiyoloji Uzm.), Sibel ATBAŞ (Bil.Uzm.Kimy.), Tahsin ÇANLI (Dr.Zir.Yük.Müh.) Pınar ÜNAL (Bil.Uzm.Gıda Müh.), Oya POYRAZOĞLU (Zir.Yük.Müh.), Ayşenur ÇULHA (Bil.Uzm.Kimy.), Sevil BAŞPINAR (Dr.Zir.Yük.Müh.).

Söz konusu döküman eşleştirme projesi boyunca hazırlanmış olan 8 dökümandan biridir. Diğer dökümanlar ise şunlardır:

Yüzme Suları alanında: Yüzme Suları Rehber Kitapçığı (Aktivite başlığı; A14, B16, D14) ve Yüzme Sularından numune alımı, saklanması, taşınması ve analizine ilişkin el kitapçığı (Aktivite başlığı; C15).

İçme Suları alanında: İçme Suları Rehber Kitapçığı (Aktivite başlığı; A24), İçme Sularından numune alımı, saklanması, taşınması ve analizine ilişkin el kitapçığı (Aktivite başlığı; C25), Bilgilendirme El Kitabı (Aktivite başlığı; B26), Kalite kazalarının yönetimi rehber kitapçığı (Aktivite başlığı; D23).

Mineralli Sular alanında: Su kaynağının izlenmesi, su kaynağından numune alımı ve analiz metodlarına ilişkin rehber kitapçık (Aktivite başlığı; A34), Şişeleme ve etiketleme yükümlülüklerine ilişkin rehber kitapçık (Aktivite başlığı; A35).

Mevcut metin eşleştirme projesi ekibi tarafından Aralık 2007'de hazırlanmıştır. Bu metnin içeriği Avrupa Birliği'nin resmi pozisyonunu temsil etmez.

1. BÖLÜM

GİRİŞ

Her kullanıma uygun su yoktur. Her kullanıma yönelik olarak uyulması gereken ayrı kriterler veya standartlar mevcuttur.

Bu sebepten dolayı uygulanacak olan standartlar doğrudan söz konusu suyun kullanım alanına bağlı olarak değişmektedir.

Bu standartlar uygulanırken dikkat edilmesi gereken nokta, kullanılan suyun doğrudan ya da dolaylı olarak insan sağlığı açısından herhangi bir risk teşkil etmemesi ve çeşitli hastalıklara yol açmamasıdır.

Bu alandaki yeni yükümlülükler 1992 yılı direktiflerinin oluşturulmasıyla birlikte Dünya Sağlık Örgütü tarafından son derece büyük bir dikkatle göz önünde bulundurulmaya başlanmıştır.

- *Şişelenmiş mineral suları ve kaynak suları;*

Kullanımları içme ve istisnai olarak yiyeceklerin yıkanmasını kapsamaktadır. Sadece suyun yutulması riskleri dikkate alınmalıdır. Buna karşın, bu sular şişelerde satıldıkları için, stoklama esnasında kalitelerinin bozulmaması gerekir: bakteri üremesi, sabit olmayan element karışımı gibi. Bu sebepten dolayı, sabit olmayan elementlerin eliminasyonunu sağladıkları için, sadece filtreleme işlemlerine izin verilmektedir.

1. Sudan Kaynaklanan Riskler

Bu tür riskler, sudan kaynaklanması söz konusu olabilecek bir tehlikeyle karşı karşıya kalma olasılığından gelmektedir; tehlikenin insan üzerindeki etkisi ne kadar büyük olursa risk de o kadar büyük olur: son derece ağır hastalıkların oluşması, iyileştirilmesi zor hastalıkların oluşması, ciddi travmalara sebebiyet vermesi söz konusu olabilir.

Riskler şunlar olabilir:

- Fiziksel riskler: Sıcaklık, radyasyona maruz kalma...
- Kimyasal riskler: toksik mineraller, organik maddeler, toksinler...
- Mikrobiyolojik riskler: patojenler: virüsler, bakteriler, parazitler ...

Tüm bu risklerle ilgili olarak dikkate alınması gereken nokta risklerin önemlerine göre bir sıralamaya sokulmalarıdır, böylelikle konuya rahatça odaklanılarak gerek su kalitesinin yöne-

timinin daha iyi bir şekilde yapılması sağlanabilir gerekse de su kalitesi açısından tehdit oluşturabilecek kritik öğeler saptanabilir..

Dolayısıyla riskleri aşağıdaki şekilde sıralayabiliriz:

✓ **Kısa vadeli riskler** sadece tek bir “bardak” lık miktara denk gelen ölçüde su yutulması veya suyla tek bir defa temas edilmesinden kaynaklanan risklerdir.

Dolayısıyla, bu risklere karşı korumanın 24/24 saat ve 365/365 gün aralıksız sürdürülmesi gerektiğinin hatırlatılması gerekli değildir.

✓ **Orta vadeli riskler**, aylarca, hatta bir yıl veya daha uzun süre defalarca suyun tüketilmesini veya suyla teması gerektirmektedir.

✓ **Uzun vadeli riskler** ise, çok uzun süreler suyun tüketilmesini gerektirmektedir.

2. Mineralli sular için dikkate alınması gereken riskler

Mineralli sular bir taraftan, insan aktivitelerinden dolayı her türlü kontaminasyondan muaf, doğal olarak korunan, doğal saflık; fiziko-kimyasal kompozisyon açısından sabit sularken diğer bir taraftan aralarında Türkiye'nin de olduğu ülkelere göre, mineralli ve/veya gazlı sulardır.

Örneğin Fransa'da mineralizasyonu veya karbon gazı ihtivası ile hiç bir bağlantı olmaksızın, bir yeraltı suyunun mineralli su olarak kabul edilebilir olmadığını belirten Tıp Akademisi'dir. Bu sebepten dolayı, Fransa'da çok az mineralli normal sular, mineralli su olabilmektedirler.

Şişelenmiş mineralli sular ve şişelenmiş kaynak suları, başka çeşit kullanımların da önerilebildiği termal tesisler hariç, ki bu durumda temas ve/veya inhalasyon riskleri de dikkate alınabilir, sadece içmeye yöneliktir. Spesifik olarak mineralli sular için bir direktif mevcuttur, aynı şey insani tüketim amaçlı olan kaynak suları için geçerli değildir. Kaynak suları doğadan içilebilen ve doğal olarak korunan yeraltı suları olmalıdırlar. Sofralarda kullanılan sular ise, işleme tabi tutularak içilebilir hale getirilen şişelenmiş sulardır.

Mineralli sular ve kaynak sularıyla ilgili olarak, bunlar suyun kalitesinin sağlanması için yaklaşım ve analiz açısından aynı şekilde tespit edilmektedirler.

- **Kısa vadeli risk** ya mikrobiyolojik riskleri ya kimyasal riskleri ya da fiziki riskleri içermektedir.

Yerinde tüketilebilen sıcak suyun derecesi hariç, fiziki risklerle ilgili olarak, bunlar sadece uzun vadeli riskleri teşkil etmektedirler.

Kısa vadeli kimyasal riskler çok nadirdir ve çok özel vakaları kapsamaktadırlar.

Bunlar istemli şişe kontaminasyonlarıdır, böyle bir vakaya İtalya'da rastlanmıştır.

Mikrobiyolojik kökenli kısa vadeli risk mutlak suretle en önemlisi ve en endişe verici olan risktir. Bu risk 24/24 saat ve 365/365 gün kontrol altında olmalıdır.

Mineral suları ve kaynak suları ile ilgili olarak, bu sular doğal yolla korunmalıdır ve her türlü mikrobiyolojik kontaminasyondan arındırılmalıdır.

Buna karşın eğer şişeleme aşamasında veya şişelerin kendilerinde gerçekleştirilen bu kontroller bir kontaminasyon olduğunu gösteriyor ise, bu durum ya kaynağın kontamine olduğunu ve derhal sınıflandırma dışı tutulmaları gerektiğini ya da, ki bu en sık karşılaşılan durumlardır, kontaminasyonların kaynağının taşıma, stoklama veya şişeleme makinesinin veya şişelerin veya tıplarının olduğunu göstermektedir. Bu son vakada sorgulanması gerekenler bakım ve muhafaza yöntemleridir. 2005 Eylül tarihli ISO 22000 referans belgesi gereği HACCP (Tehlike Analizi ve Kritik Kontrol Noktaları) yaklaşımı iyi bir kalite yönetimi aracıdır.

Mikrobiyolojik düzeyde, gözlemlenmesi gerekenler fekal kontaminasyon göstergeleridir. Analizlerin gerçekleştirildiği hacimler 250 ml'dir, oysa ki halk dağıtım suları için hacimler sadece 100 ml'dir.

Kurulumların iyi bakım göstergeleri bir taraftan aerob ortamda üreyebilen jermeler diğer bir taraftan da *P.aeruginosa*'lardır;

Suyun duş ve banyo olasılığı ile birlikte termal amaçlı kullanılması halinde, bu durumda özellikle *Legionella*'lar olmak üzere başka mikroorganizmalar araştırılabilmektedir.

- **Orta vadeli risk:** mikrobiyolojik riskle ilgili olmayıp, özellikle bazı toksik kimyasalları kapsamaktadır.

Bunlar florür, nitrat ve nitrit iyonları ile kurşundur. Bu elementler özellikle küçük yaştaki çocukları ilgilendirmektedir. Mineral suları için, sadece florür iyonları dikkate alınmaktadır. Avrupa Birliği kısa bir süre önce florür iyonlarının tutulması için aktive selektif absorpsiyon işlemlerine izin vermiştir.

- **Uzun vadeli risk** uzun yıllar boyunca suyun yutulmasını gerektirmektedir.

Bunlar ya radyoaktif elementler gibi fiziki riskler, ya da mineral veya organik kimyasal toksinlerdir: Ör. zehirli metaller, pestisitler, aromatik (polisiklik) hidrokarbonlar, halojenli organo çözücülerdir.

Mineral sularda, sadece doğal bulunan elementler tolere edilmektedir, aksi takdirde su doğal bir saf su olarak kabul edilememektedir. Bu saflık kavramı gözden geçirilmelidir çünkü analiz sistemleri gün geçtikçe daha etkin ve tayin sınırları daha düşük oldukları için, git gide daha az « saf » suya sahip olma riskiyle karşı karşıya kalınabilir.

Uzun vadeli riskler, izin verilen bazı su işlemlerinden kaynaklanan toksik maddelerden kaynaklanmaktadır. Özellikle oksit indirgeme işlemleri; Avrupa düzeyinde suyun ozonlamadan veya dezenfeksiyon işlemlerinden kaynaklanabilecek bromat, kloroform ve bromoformlar için standartlar belirlenmiştir.

Orta ve uzun vadeli riskler için, parametrelerin izlenme sıklığı çok yüksek değildir. Kısa vadeli uygun olmayan su tüketimi önemli bir risk teşkil etmez. Riski oluşturan düzenli tüketimdir. Orta vadeli risk için, ayda bir veya iki ayda bir izleme sıklığı yeterli olduğu halde uzun vadeli riskler için yılda bir veya iki yılda bir izlenebilirlik yeterlidir.

Şişelenmiş mineralli veya kaynak suları taşınabilir olmalıdır. Taşıma esnasında bu sular bozulmamalıdır. Suda sonradan bakteri ürememeli ve çökelti oluşmamalıdır. Bu sebepten dolayı kararlı olmayan demir, mangan, kükürt ve arsenik gibi elementlerin uzaklaştırılmasına izin verilmiştir.

Ayrıca organik bileşenlerden oluşan materyaller suda organik madde kirliliği oluşturmayacak şekilde üye devletler tarafından seçilmelidir.

Mikrobiyolojik riskle ilgili olarak, bu risk gelecekte git gide daha önemli ve birincil risk olacaktır.

Gerçekten de:

- ❖ İnsanların sağlık düzeyi büyük ölçüde iyileşme gösterdi ve bu iyileşme devam etmekte;
- ❖ Aynı şey gıda hijyeni ve genel hijyen için geçerlidir;
- ❖ Kişiler gün geçtikçe daha az doğal yolla bağışıklık kazanmakta;
- ❖ İnsanlar git gide daha uzun yaşıyor, bağışıklılık yaşla azalıyor

Yeni patojenler tanımlanmıştır: kimyasal biosit işlemlerine hiçbir şekilde duyarlı olmayan *Cryptosporidium*, *Helicobacter pylori*.

Legionella'lar duş esnasında solunum yoluyla içe çekilen çok küçük su damlacıklarından bulaşmaktadır.

Legionella'lar suyun durağan olduğu ve 40 ile 50 °C sıcaklıkta olan sıcak su şebekelerinde gelişmektedirler.

2. BÖLÜM

NUMUNE ALIMINI

1. NUMUNE ALIMININ ÖNEMİ

Bir kalite sisteminin güvenilirliği sistemdeki en zayıf halkaya bağlıdır. Suyun kalitesinin sağlanması açısından bu en zayıf halkayı numune alımları oluşturmaktadır.

Gerçekten de en iyi ekipmanların kullanıldığı laboratuvar metotları da dahil olmak üzere, numune alımları sırasında yapılan hataları düzeltebilecek bir laboratuvar metodu mevcut değildir.

Numune alımları sırasında yapılan hatalar, analiz hatalarının %80ini açıklamaktadır ; bu hatalı sonuçlar yanlış yorumlamalara yol açmaktadır.

Su analizi kendi başına bir işlemin sonu değildir, yalnızca karar verilmesine yardımcı olan bir araçtır. Analiz sonrası verilen kararlar hatalı ise, bu hatalar sağlık, ekonomik ve medyatik bağlamda bir çok ciddi sonuç doğurabilir.

Dolayısıyla analizlerin ne amaçla talep edildiklerinin bilinmesi zorunludur.

Numune alımları sırasında bir çok parametre göz önünde bulundurulmalıdır, bunlar :

- Numune alım yeri ;
- Numune alım saati ;
- Numune alım biçimi ;
- Alanda yapılan hazırlık çalışmaları ;
- Alanda yapılan analizler ;
- Seçilen şişenin tipi ;
- Numune olarak alınan su miktarı ;
- Laboratuvara gönderilmeden önce numunelerin saklanma koşulları ;
- Laboratuvara gönderilmeden önce numunelerin saklanma süresi.

1.1. Numune alımı

Bir numune alımı ;

- Herhangi biri tarafından yapılamaz ;
- Herhangi bir zamanda yapılamaz ;
- Herhangi bir şişe kullanılamaz ;
- herhangi bir miktarda alınamaz.

Bir numune ;

- Herhangi bir yerde saklanamaz ;
- Herhangi bir şekilde saklanamaz ;
- Herhangi bir süre boyunca saklanamaz.

1.2. Sonuç

Numune alım işleminin düzgün yapılması daha sonraki aşamalarda yapılacak kalite analizleri için son derece önemlidir.

Numune alımından sorumlu kişiler laboratuvar teknisyenleri düzeyinde bir teknik bilgiye sahip olmalıdır.

Numune alımından sorumlu kişiler analizlerin hangi amaçlarla talep edildiğini ve analizler sırasında hangi parametrelere bakılacağını bilmelidirler.

Bu bilgiler olmaksızın yapılan işlemlerde çeşitli hataların oluşması muhtemeldir.

2. MİKROBİYOLOJİDE NUMUNE OLUŞTURMA

2.1. Neden iyi bir numune alma işlemi yapılmalı?

Kalite Güvencesi kapsamında olan bir laboratuvar, analizlerinin kalitesini sağlamak için, numunelerin doğru alınmasını sağlamalıdır.

Kötü koşullarda elde edilmiş bir numune üzerinde « iyi bir analizin » yapılması hiçbir işe yaramamaktadır.

Analiz sonuçlarını etkileyen çok sayıda etken bulunmaktadır: şişenin yapısı, laboratuvara taşınma koşulları ve süreleri, vb.

Laboratuvar ancak şişeleri kendi sağlamış ise şişeleme uygunluğu konusunda taahhütte bulunabilir.

Steril olan cam veya plastik şişenin yapısı ve hacmi gerçekleştirilecek analizlere uyarlanmalıdır (numune: virüs 100 l).

Su zaman içerisinde ve dış koşullara bağlı olarak gelişebilen bir ortamdır: ısı, güneş, stoklama.

Bazı tür numuneler incelemeye başlamadan önce soğuk ortamda muhafaza edilmelidir, bazıları ise daha ileride meydana gelebilecek bir üremenin engellenmesi amacıyla reaktif ilave edilmesini gerektirmektedir.

2.2. İyi Bir Numunenin Önemi

Su numunesi alınması laboratuvarında su numunesi üzerinde sonradan gerçekleştirilecek bütün incelemelerin geçerliliğini ve güvenilirliğini koşullandıran temel bir eylemdir.

Alınan numune suyun kalitesi hakkında alınan zaman itibariyle bir fikir sağlamaktadır.

Aynı numune alma noktası için, zaman içerisinde çok sayıda numuneler alınmış ise, bu suyun kalitesindeki gelişimi öğrenebiliriz: Geçmişle ilgili sonuçlar, olası mikrobiyolojik zehirlenme risklerinin tespit edilmesini sağlamaktadır.

Bazı parametreler çok özel numune alma yöntemleri gerektirmektedir: *Cryptosporidium* ve *Giardia* araştırması 50 ile 100 litre arasındaki hacimler ile çalışılmasını gerektirmektedir ve genelde alanda kullanılan filtre kartuşları ile filtrelenmektedir.

2.3. Su Numuneleri Alım İşlemlerine İlişkin Tavsiyeler

2.3.1. Numune Alan Kişi

Numuneyi alan kişinin elleri temiz olmalıdır. Numunenin herhangi bir şekilde kontamine olmaması için ellerini ya cilt dezenfektanı ya da dezenfekte edici bir havlu ile temizleyip dezenfekte etmelidir.

Numuneyi alan kişi, numune alma işlemi esnasında, özel bir kıyafet ile numune alma alanında bulunabilecek kişiler arasından ayırt edilebilmelidir

2.3.2. Numune Alma

Numune alma işlemlerinin izlenebilirliği

Elde edilen bütün numune şişeleri alınır alınmaz açıkça tanımlanmalıdır.

Numuneyi alan kişi işlemlerin izlenebilirliğini sağlayan ve en azından aşağıdakiler konusunda bilgilendiren bir numune fişi doldurmalıdır:

- Numune alma işleminin tarih ve saati
- Numune Alan Kişinin kimlik Bilgileri
- Numune alınan yerin kesin ve açık bir şekilde tanımlanması
- Numune alınan noktanın kesin ve açık bir şekilde tanımlanması
- Numunenin alındığı yer musluk mu yoksa sürekli akan bir su mu ?
- Numune alınan noktanın dezenfekte edilmesi (alev, alkol)
- Numune başına alınan numune şişesi adedi
- Yerde ölçümler için kullanılan aletlerin referansları (pH, klor)
- Yerde ölçümlerin sonuçları
- « Organoleptik » sonuçların belirlenmesi (normal veya anormal, yorumları ile beraber)

Numune Alınan Noktanın Dezenfekte Edilmesi

Numune alınan noktayı temizlemek, filtreleri ve eğer mevcut ise fiskiyeleri kaldırmak gerekmektedir. Daha sonra numune alınan noktanın dezenfekte edilmesi gerekmekte olup önerilen yöntem de alev tutulması veya dezenfekte edici bezler kullanılmasıdır (fotoselli musluk halinde veya plastik kuğu boynu olan musluklarda geçerlidir). Aleve tutulmuş ise bu işlemi takiben musluğu açmak ve en az 30 saniye akıtarak soğutmak gerekmektedir. Dezenfeksiyon işleminden kalanları temizlemek için yine suyu akıtmak gerekmektedir. Daha sonra suyun akışını engellemeden numune alma işlemini gerçekleştirilir.

Numune fişinin üzerine aleve tutarak mı yoksa dezenfekte edici bezleri kullanılarak mı işlem yapıldığının mutlaka belirtilmesi gerekmektedir.

Numune Alınan Yer

* Üretimde

Üretimdeki kontrol noktaları sabit noktalardır ve sağlık kuruluşları ve idarecilerin ortak tespitleri doğrultusunda belirlenirler. Numune alma noktası genelde suyun sürekli aktığı ve bir borunun veya musluğun bulunduğu bir noktadır.

Numune alan kişinin işini kolaylaştırmak için, her numune alma noktasında kullanımı için bir tanımlama fişinin bulundurulması tercih edilmelidir.

Üretimden şişelemeye kadar her aşamadan numune alınmalıdır.

* Kaynakta

Kaynaktaki kontrol noktaları, sağlık kuruluşları ve idarecilerin yerel özellikler dikkate alınarak ortak tespitleri doğrultusunda oluşturulan sabit belirli noktalardır. Numune alma noktası genelde suyun sürekli aktığı ve bir borunun veya musluğun bulunduğu bir noktadır.

Numuneyi alan kişinin işini kolaylaştırması amacıyla, her bir numune alma noktasında kullanım için bir tanımlama fişinin bulundurulması tercih edilmelidir.

* Şişelenmiş Su Stoklarında

Stoklama süresinin 12 saatten az olduğu şişeler için inceleme yapılmalıdır. Numune alınan diğer şişeler içinde şişeleme zamanı ve tarihinin belirtilmiş olması gerekmektedir.

Yerinde Ölçümler

Numune alma fişine yerinde yapılan ölçümlere ilişkin sonuçlara yer verilmeli ve gözlemleri de içermelidir:

- Isı, pH değeri ve iletkenlik

- Serbest klor ve toplam klor
- Organoleptik niteliksel değerlendirme
- Kaynaktaki debi veya kaynaklar için kazılar

Numune Alma Yöntemleri

* Sürekli Akan Bir Sudan Numune Alımı

Suyun içerisinden sürekli aktığı borular kontaminasyona karşı daha hassastır. Bu nedenden dolayı dış yüzeyi temizlemek için aleve tutma ile dezenfekte etme yöntemi tercih edilir.

Numune steril bir şişeye taşırmadan alınır – sodyum tiosülfat içerebilir veya içermeyebilir (saf su, işlenmiş su).

Şişenin hacminin onda birine denk gelecek şekilde hava hacmi bırakılmalıdır.

Şişenin ağzına veya içine parmakların değmemesine özen gösterilmelidir.

* Musluktan Numune Alma

Bazı musluk türleri numune alımlarında teknik sorun teşkil etmektedir:

Kuğu boynu şeklindeki plastik musluklar aleve tutma ile dezenfekte işleminin yapılmasına olanak tanımamaktadır.

Köpükleştiriciler ve fiskiyeleler çıkarıldıktan sonra musluk dezenfekte edilir, en az 30 saniye olmak üzere tazyikli su akıtılır ve böylece borular çalkalanmış olur.

Numune steril bir şişeye alınır ve taşırılmamaya dikkat edilir. Şişenin hacminin onda birine denk gelecek şekilde hava bırakılmalıdır. Şişenin ağzına veya içine parmakların değmemesine özen gösterilmelidir.

2.3.3. Numunelerin Taşınması

Şişelerin mümkün olan en kısa sürede laboratuvara götürülmesi gerekmektedir.

İncelemeyi yapacak olan kurum ile taşımayı gerçekleştirecek kurum arasında azami taşıma süresi üzerinde mutabakatın sağlanmış olması gerekir. Numunenin numune alınması ile inceleme arasındaki azami saklama süresi uygulanmakta olan inceleme standartlarına uygun olmalıdır.

Eğer taşıma süresi 4 saatten az ise ısıyı 5°C +/- 3°C 'de muhafaza edebilecek izotermik bir kapta şişeler taşınmalıdır.

Eğer taşıma süresi 4 saatten fazla ise, numunenin izotermik kap yerine buzdolabına konulması gerekir.

Eğer taşıma süresi 8 saatten fazla ise, kabın sıcaklık kontrolünün yapılması gerekir.

2.3.4. Şişelerin Laboratuvarda Teslim Alınması

Laboratuvara getirilen numunelerin, laboratuvarın kabul edilebilirlik kriterlerine göre denetlenmesi (şişelerin iyi durumda oldukları, dış görünüşlerinin tatminkar olduğu, alınmış su miktarlarının analizleri yapmaya yeterli düzeyde olduğu, su numunesi sıcaklığının uygun olduğu, vsr...) ve böylelikle bu kriterlere göre laboratuvar tarafından teslim alınmaya uygun olduklarının saptanması gerekmektedir.

Şişeler kabul edilebilirlik kriterlerine uygun değilse, laboratuvar numuneleri teslim almayı kabul etmez, bu durumda laboratuvar numuneyi alan kurum ile temasa geçerek kurumu durumdan haberdar etmelidir.

2.3.5. Numunelerin laboratuvarda işlenmesi

İncelemelerin, numunenin alındığı gün, azami 24 saat içerisinde ve en kısa sürede başlatılması gerekmektedir. Bu şartlarda, akabinde numuneler karanlık ortamda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ derecede stoklanır.

3. BÖLÜM

MİKROBİYOLOJİK ANALİZ

1. SUDA YAŞAYAN PATOJENLERE İLİŞKİN BİLGİLER

Özellikle ılıman bölgelerde normalde suda bulunan patojenler yoktur, bunların neredeyse tamamı su tarafından taşınarak gelen patojenlerdir.

Patojenler üzerindeki araştırmalar 1880'den bu yana çok büyük ilerleme göstermiştir. Bu tarih suya bağlı hastalıkların çoğunun mikrobiyolojik orijinli olmalarından şüphelenilmeye başlandığı tarihtir.

1800'lerin sonuna, 1900'lerin başına doğru suya bağlı epidemilerde patojenlerin özellikle suda aranmasına karar verilmiştir; tifo, kolera, vb.

Kısa bir sürenin ardından ise aşağıdakilere karar verilmiştir:

- Analitik cevaplar çok uzun sürede elde edildiği için, suya bağlı risklerin yönetimine ve önleyici tedbirlerin alınmasına uygunsuzdu,
- Analiz edilen suların az miktarda oluşu, bu bakterilerin sularda seyrek oluşu ve su kütlelerindeki dağılımlarının homojen olmayışından dolayı bir analiz sonucundan suyun toplam kütlesi için bir anlam çıkarmak mümkün olmuyordu,
- Patojenin insan vücudu içerisinde çoğalması mümkün olduğundan sıfır risk elde etmek için kabul edilebilir mevcut patojen seviyesini belirlemek mümkün değildi.

20. yüzyılın başından itibaren patojenleri suda aramak yerine suda olmadıklarını tespit etmek için dolaylı yolların kullanılmasına karar verilmiştir.

Bu dolaylı yol birçok hipoteze dayandırılmıştı. Bunlar:

1. Suyu aktarılan patojenler sindirim sisteminde kendi kendilerine çoğalan patojenlerdir. Bu yüzden bu patojenlerin orijini suyla taşınan sıcakkanlı hayvan dışkılarından başkası olamaz. Bu patojenler ılıman bölgelerde doğal ortamlarda çoğalmazlar.
2. Suyun içindeki fekal maddelerde bulunan bakteriler fekal kontaminasyonun kanıtı olarak düşünülebilir

Bu yüzden suların mikrobiyolojik bakımdan kalitesini değerlendirmek için suyla aktarılan patojenleri araştırmak yerine sadece fekal kontaminasyonu kanıtlayan bakterilerin mevcudiyetini araştırma önerisi yapılmıştır (*Escherichia coli* ve *bağırsak* enterokokları (Fekal Strepto-

koklar). Bu arařtırmalar suların iki kategoriye ayrılmasını mümkün kılmıřtır: kontamine su ve kontamine olmayan su.

Sulardaki bu iki parametrenin arařtırılması yüzme sularının bakteriyolojik kalitesi aısından iyi bir gvence oluřturur.

2. 22°C ve 37°C’de reyebilen mikroorganizmaların sayımı; Agarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)

2.1. Ama

Yapıları ne olursa olsun sular, ok miktarda topraktan ve bitkilerden genel olarak evreden gelen mikroorganizmaları ihtiva etmektedir.

Bu mikroorganizmaların sayımı suyun kalitesinin deęerlendirilmesi ve gzlemi iin faydalı bilgiler saęlamaktadır.

Kolonilerin sayılması yeraltı su kaynaklarının btnlęnn ve su iřleme yntemlerinin etkinlięinin deęerlendirilmesi iin faydalıdır. Daęıtım sistemlerinin temizlięine iliřkin bilgi vermektedir.

2.2. Kapsam

Koloni sayımının bařlıca nemi, sık ve uzun vadeli bir gzetim ile beklenen sayılara kıyasla ortaya ıkan sapmaların tespiti’ne dayanmaktadır.

Elde edilen sayıdaki her trl ani artıř ciddi bir kirlenmenin bir ilk uyarısını oluřturabilmekte ve arařtırmaların yapılmasını gerektirebilmektedir.

2.3. Standartlar

22°C ve 37°C’de reyebilen mikroorganizmaların sayımı; Agarlı Besiyerine Ekimle Koloni Sayımı (TS EN ISO 6222)

2.4. Prensip

-Sulandırılmamıř bir numune veya bu numunenin eřitli seyreltmeleri, Petri kutusunda seęici olmayan agarlı besiyeri ile karıřtırılarak ekilir;

-Ekimi yapılan petriyerler 68saat \pm 4saat boyunca 22°C \pm 2°C sıcaklıkta veya 22 \pm 2 saat boyunca 36°C \pm 2°C sıcaklıkta inkbe edilir

2.5. Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazılım.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Her çeşit su	<u>Referans standart</u> TS EN ISO 6222 (Şubat 2002)
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensip (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Sayım için Agar

- Maya Ekstraktlı Agar

5 İşlem şekli

Agarın dökülmesi esnasında zaman kaybetmemek için, agar gündüz erkenden kaynar su banyosunda eritilir ve daha sonra yaklaşık 30 dakika boyunca ortam sıcaklığında soğutulur. Kullanıma kadar $45^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ 'de ki su banyosunda bekletilir.

Eğer seyreltmelerin yapılması gerekli ise, bu işlem hazırlanan talimata uygun şekilde hiç beklemezsizin steril tuzlu peptonlu su içerisinde yapılır.

Ekim

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Numunenin veya seyreltmelerin 1'er ml'si 90 mm çaplı Petri kaplarına konulur;
- Maya Ekstraktlı Agar'dan yaklaşık 15-20 ml her Petri kabına eklenir (numunenin veya seyreltmelerin petrilere konulmasından agarın dökülmesine kadar geçen zaman 15 dakikayı aşmamalıdır)
- Petri kapları dikkatli bir şekilde sağa-sola ve aşağı-yukarı hareketlerle çalkalanır ve soğumaya bırakılır.

Açıklama: Şişelenmiş sular olduğunda, ekim için 2 petri kabı kullanılır.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanan petrilere ters çevrilir;
- Petrilere, $22^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 'de 68saat± 4saat veya $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 22 ± 2 saat boyunca inkübe edilir.

Kolonilerin sayımı

İnkübasyondan sonra petrilere incelenmektedir. İnceleme yapılmaması halinde en fazla 48 saat boyunca $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta muhafaza edilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller konuyla ilgili hazırlanan talimatta açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, dolayısıyla sonuç Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (CFU) sayısı olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki şekilde yazılır.

22°C 72saatte veya 36°C 24 saatte üreyebilen n CFU/ml.

aerobik mikroorganizmalar

➤ n = 0	0 CFU/ml
➤ 1 < n < 300	n CFU/ml
➤ n > 300	300 CFU/ml
Birleşmeyen koloniler	
➤ n > 1000	>1000 CFU /ml
birleşen koloniler	

Eğer 2 petri ekilmiş ise (şişelenmiş sular için), 2 petri üzerinde bulunan koloni sayısının ortalaması alınmaktadır. Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılmaktadır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltmeler) laboratuvarında hazırlanan belgelerde belirtilmektedir.

8 Standarta kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
36°C'de 44±4 saat inkübasyon	36°C'de 22±2 saat inkübasyon	İlgili yönetmelikte öngörülen şartları sağlamak için

2.6 Analizin Maliyeti

3,90 - 17,20 € arası

3. FEKAL KİRLİLİK GÖSTERGESİ OLAN BAKTERİLERİN ARAŞTIRILMASI

3.1. *Escherichia coli* ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı – Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)

3.1.1. Amaç

E.coli her zaman fekal kökenli olan yegane bakteridir. Bu bağlamda, bir fekal kirlenmeyi gösteren spesifik gösterge organizması olarak kabul edilmektedir. Su içerisinde *E.coli* tanısının yapılması enterik patojen organizmaların olası varlıklarını yansıttığı şeklinde algılanmalıdır.

3.1.2. Kapsam

E.coli'ler işlenmemiş doğal su içerisinde üç aya kadar yaşayabilirler. Klor karşı çok hassastırlar. Litre başına 0,2 oranında serbest klor konsantrasyonu ile inaktif olurlar. Klorklama ile

inaktif hale dönüşmemiş bakteriler dağıtım şebekesi içerisinde hiç üremeden birkaç gün yaşayabilirler.

3.1.3. Standartlar

Escherichia coli ve koliform bakterilerin araştırılması ve sayımı

Bölüm 1: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 9308-1)

3.1.4. Prensip

- Su numunesinin belirli bir hacmi membran filtreden geçirilir; membran filtre bir seçici besiyerine konulur;
- $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ ve $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 21saat \pm 3saat ve 44saat \pm 4saat inkübe edilir;
- Laktoz Pozitif olarak tanımlanmış olan tipik koloniler okunur ve sayılır;
- Koliform veya *Escherichia coli* olarak doğrulanmış tipik koloniler sayılır.

Koliform bakteriler :

21saat \pm 3saat ve 44saat \pm 4saat içerisinde $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta seçici kültür ortamında laktozdan asit oluşturan, aerob ve oksidaz negatif bakterilerdir.

Escherichia coli :

$44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 21saat \pm 3saat ve 44saat \pm 4saat içerisinde triptofandan indol oluşturan koliform bakterilerdir.

3.1.5. Kalite uygulaması : Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik: Okuma => Ekimi yapılacak tipik kolonilerin yapısına ilişkin kesin bilgiler.

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS EN ISO 9308–1 (Nisan 2004) - Standart deney -
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	

<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/100ml veya CFU/250ml
--------------------------------------	---

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensip (yukarı bkz.)

4 Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Tergitol TTC laktozlu agar:

Doğrulayıcı kültür ortamı ve reaktifler

- Seçici olmayan agar: (Tryptofan Soy Agar (TSA) gibi)
- Tryptofan buyyonu:
- Oksidaz reaktifi
- Kovacs reaktifi

5 İşlem şekli

Filtreleme

- İncelenecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvar içerisinde hazırlanan Talimat doğrultusunda numunenin 250 ml'si (numunenin yapısına göre) membran filtreden geçirilir ve membran filtre TTC-Tergitol laktozlu agar besiyeri üzerine yerleştirilir;
- İşlem, istenmeyen üremenin engellenmesi amacıyla 44°C'de inkübe edilecek diğer petri için ikinci kere tekrarlanır.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petrilere biri 21saat \pm 3saat boyunca 36°C \pm 2°C sıcaklıkta inkübe edilir. Deneyin hassasiyetini arttırmak için süre 44saat \pm 4saate uzatılıp ikinci okuma işlemi gerçekleştirilir.
- Diğer petri 21saat \pm 3saat boyunca 44°C \pm 1°C sıcaklıkta inkübe edilir. Süre 44saat \pm 4saate uzatılıp ikinci okuma işlemi gerçekleştirilir.

Okuma

Genellikle koliformlar, membranın altından görülebilen sarı bir hale içerisinde sarı veya turuncu renkte koloniler oluştururlar. *Escherichia coli* ve *Enterobacter aerogenes* kolonileri, en sarı renkteki kolonilerdir. Bazı koliform bakteriler yeşilimtrak veya pembe koloniler de oluşturabilmektedir.

Az bile olsa, sarı bir halenin olması, doğrulaması yapılacak şüpheli kolonileri işaret etmektedir.

Ancak, her ne kadar ikincil bir gösterge oluşturuyor olsa da, doğrulaması yapılacak kolonilerin rengi dikkate alınmalıdır. Böylece, sarı bir halenin olması halinde, doğrulanacak koloniler öncelikli olarak sarı (ortasında pas olan veya olmayan) ve kırmızı-turuncu kolonilerdir; daha az temsil edilen yeşilimtrak veya pembe koloniler de doğrulanmalıdır.

Doğrulama ve sayım

- Aşağıdaki durumlar hariç, ileri ekimler öncelikli olarak 36°C \pm 2°C sıcaklıkta inkübe edilmiş petrilere yapılmaktadır:
 - * Eğer 44°C \pm 1°C sıcaklıkta inkübe edilmiş petri üzerinde daha fazla sayıda tipik koloni var ise: bu durumda, 36°C \pm 2°C ve 44°C \pm 1°C sıcaklıkta inkübe edilmiş petrilere tipik kolonileri doğrulanır,
 - * Eğer 36°C sıcaklıkta inkübe edilmiş petri istenmeyen flora ile istila edilmiş ise (100 – 150'den fazla karakteristik olmayan koloni): bu durumda, sadece 44°C sıcaklıktaki petride bulunan koloniler doğrulanır
- İleri ekimler 44saat \pm 4saatlik inkübasyondan sonra yapılmaktadır. Eğer 21saat \pm 3saat inkübasyondan sonra membranlar çok sayıda tipik olmayan koloni içeriyor ise, ekimler bu safhada yapılmaktadır.
- İleri ekimler mutlaka ortaya çıkarılmış bütün tipik koloniler üzerinde yapılmamaktadır.

Ekimi yapılacak kolonilerin sayısı aşağıdaki şekilde belirlenmektedir:

Eğer N tipik koloni sayısı ise, X aşılacak koloni sayısıdır:

Eğer	$1 \leq N \leq 10$	$X = N$
	$10 < N$	$X = 10$

Eğer tipik koloniler izole halde değil ise, TTC-Tergitol laktozlu agardan başka TTC-Tergitol laktozlu agara pasaj ile yeniden bir izolasyon işlemi gerçekleştirilmektedir.

İleri ekimler TPS'de bakterilerin süspansiyon haline getirilmesiyle gerçekleştirilmektedir.

Ekimi yapılan her koloni üzerinde gerçekleştirilen identifikasyon testleri aşağıdakilerdir:

*** Oksidaz**

- TSA üzerine ekim yapılır ve 21saat \pm 2saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- İki-üç damla taze hazırlanmış oksidaz reaktifi bir süzgeç kağıdı üzerine damlatılır.

Cam, tahta, plastik veya platin (nikel krom olmayan) öze ile TSA'da oluşan koloninin bir kısmı hazırlanan süzgeç kağıdı üzerine sürülür.

30 sn içerisinde koyu mavi-mor rengin oluşması pozitif reaksiyon olarak kabul edilir. Koliform bakteriler oksidaz negatiftir: Kağıt üzerinde renklenme gerçekleşmez.

*** İndol üretimi**

- Triptofan buyyonu tüpüne ekim yapılır ve 21saat \pm 3saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- 0,2-0,3 ml Kovacs reaktifi konarak indol üretimi kontrol edilir.

Buyyonun yüzeyinde kırmızı rengin oluşumu indol üretimini doğrular.

Bu durumda, bir koliformun ve *Escherichia coli*'nin identifikasyonu aşağıdaki şekilde yapılmaktadır:

Oksidaz	+	-	
İndol	/	-	+
Sonuçlar	0	Koliform	<i>E. coli</i>

Açıklama:

24 veya 48 saatlik kültürden sonra, membran çok sayıda şüpheli koloni içeriyor ise ve/veya koliformlara ilişkin yapılan araştırmalarda engel teşkil edebilecek başka koloniler içerir ise, numune aşağıdaki değerlendirmelere göre ikinci kere kültüre alınmaktadır:

S = şüpheli koloniler

A = diğer koloniler

24 saat veya 48 saatlik kültürden sonra petrilerin yapısı	Numunenin tekrar kültüre alınması - Yöntemler
A > 300 ve S > 10	Seyreltme ve membran filtreleme
A < 100 ve S > 100	Seyreltme ve membran filtreleme

Ancak numunenin alındığı zaman ile tekrar kültüre alındığı zaman arasında geçen süre 30 saati aşmıyor ise sonuçlara akreditasyon kapsamında cevap verilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller « Membran filtreleme için kullanılan talimatında açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve sayı, Koloni Üreten Üniteler veya Koloni Oluşturan Üniteler (CFU) olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır:

Toplam koliform	n CFU/ 250ml
<i>Escherichia coli</i>	n CFU/ 250ml
➤ n = 0	0 CFU/ 250ml
➤ 1 < n < 100	n CFU/ 250ml
➤ n > 100	100 CFU/250ml veya seyreltme sonuçları

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının toplam seyreltme oranının tersi ile çarpılması gerekmektedir.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanmış belgeler üzerinde belirtilmektedir.

8. Standarta kıyasla farklılık

Standartın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C arası inkübasyon	44°C ± 1°C arası inkübasyon	Kullanılan programın spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi

3.1.6. Analizin maliyeti

9,00-42,10 € arası

3.2. Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899–2)

3.2.1. Amaç

Enterokokların su içerisindeki dayanıklılıkları diğer gösterge organizmalara kıyasla daha yüksektir. Özellikle dezenfektan ajanlara karşı dirençlerinden dolayı, suyun işlenmesindeki etkinliğin değerlendirilmesinde ayrıcalıklı gösterge organizmalardır.

Ayrıca, kurutmaya karşı olan dirençleri enterokokları kurutma gerektiren şebekelerin onarılması esnasındaki kontrol için gösterge organizma yapmaktadır

3.2.2. Kapsam

Genellikle, enterokoklar dağıtım şebekesinde üremediklerinden dolayı, tayinleri yakın bir zamanda meydana gelmiş olan fekal bir kirlenmeyi göstermektedir.

Enterokokların araştırılmasının önemi, *E.coli*'lerden farklı olarak, zor çevresel koşullara daha dayanıklı olmalarından ve su içerisinde daha uzun yaşamalarından ileri gelmektedir.

3.2.3. Standartlar

Bağırsak enterokoklarının araştırılması ve sayımı Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS EN ISO 7899–2)

3.2.4. Prensip

Filtreleme, inkübasyon ve sayım

Bağırsak enterokokların sayımı 250ml'lik suyun membran filtre aracılığıyla filtrelenmesine dayanmaktadır. Membran filtre, Gram-negatif bakterilerin çoğalmasını engelleyen sodyum azit ve bağırsak enterokokları tarafından kırmızı formazan'a indirgenen renksiz bir boya olan 2,3,5-trifeniltetrazolyum klorür ihtiva eden katı seçici bir kültür ortamı üzerine yerleştirilir. Tipik koloniler koloninin ortasında veya tamamında kahverengi-kırmızı veya pembe bir renkle ortaya çıkarlar.

Doğrulama

Tipik kolonilerin gözlenmesi halinde membran filtrenin, üzerindeki bütün koloniler ile birlikte 44°C sıcaklıkta önceden ısıtılmış safra eskulin azid ağara transfer edilerek bir doğrulama yapılması gerekmektedir. Bağırsak enterokokları bu besiyerinde eskulini iki saat içerisinde hidroliz ederler. Son ürün olan 6,7-dihidroksikumarin demir iyonlarıyla birleşerek, ortamda yayılan kahverengi-siyah bir bileşen ortaya çıkarır.

Bağırsak enterokokları:

Slanetz-Bartley ve safra eskulin azid agar besiyerinde 44°C’de 2,3,5-trifenil-tetrazolyum klorürü formazana indirgeyebilen ve eskulini hidroliz edebilen bakterilerdir.

3.2.5. Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS EN ISO 7899-2 (Nisan 2002)
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında: ≤ 10°C sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı (<25°C) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda 5°C ± 3°C	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/100ml veya CFU/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensip (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kütuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Slanetz - Bartley Agar (Azid besiyeri, Na Azid besiyeri vb.)

Doğrulayıcı kültür ortamı

- Safra Eskülin Azid Agar:

5 İşlem Şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvarda hazırlanan kullanma talimatı doğrultusunda numunenin 250ml'sinin membran filtreleme işlemi yapılır ve membran filtre bir Slanetz - Bartley agar petrisi üzerine yerleştirilir.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriyer 44saat \pm 4saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma

- Merkezi veya etrafı kırmızı, kahverengi veya pembe renkte olan bütün bombeli koloniler muhtemel enterokok olarak kabul edilir.

Doğrulama ve sayım

- Eğer tipik koloniler var ise, pens yardımı ile membran filtre ters çevrilmeden Safra Eskülin Azid Agar (1 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta önceden ısıtılmış) üzerine transfer edilir. ve 2 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;

Çevreleyen ortamda siyah bir hale'ye sahip bütün tipik kolonilerin pozitif olduğu kabul edilir ve bunlar bağırsak enterokokları olarak sayılır.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller "Membran filtrelemenin genel metodu" adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs)

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve sayı Koloni Üreten Üniteler veya Koloni Oluşturan Üniteler (CFU) olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır

Enterokoklar	n CFU/ 250ml
n = 0	0 CFU/ 250ml
1 < n < 100	n CFU/ 250ml
n > 100	100 CFU/ 250ml
	veya seyreltmelerin sonuçları

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılması gerekmektedir.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanmış belgeler üzerinde belirtilmektedir

8 - Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C arası inkübasyon	44°C ± 1°C arası inkübasyon	Kullanılan programa spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi

3.2.6 Analizin maliyeti

9,00 ile 33,40 € arası

3.3. Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (*Clostridia*) sporlarının araştırılması ve sayımı - Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461-2)

Veya

Clostridium perfringens (98/83/CE Direktifi Ek III)

3.3.1. Amaç

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri sporları ortamda oldukça yaygındır. Fekal ve hayvansal maddelerde ve aynı zamanda kullanılan sularda ve toprakta mevcuttur. *E.coli*'lerden farklı olarak, sporlar suda daha uzun yaşar çünkü kimyasal ve fiziki faktörlerin etkilerine karşı vejetatif şekillerden daha dayanıklıdır.

Bu yöntem suların yüzey sularından gelmesi veya onların etkisi altında kalmaları halinde uygulanmaktadır.

3.3.2. Kapsam

Bu araştırma ender veya aralıklı kirlenmeye ilişkin göstergeler sağlamaktadır. Sporlar suların işlenmesi için standart oranlardaki klorlamaya karşı bile dirençli olabilmektedir ve dolayısıyla kontrol edilmeleri gerekmektedir.

3.3.3. Standartlar

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri (*Clostridia*) sporlarının araştırılması ve sayımı

Bölüm 2: Membran filtreleme yöntemi (TS 8020 EN 26461-2 Eylül 1997)

Veya

Clostridium perfringens (İnsani tüketim amaçlı suların kalitesine ilişkin 3 Kasım 1998 tarihli 98/83/CE Direktifi Ek III).

3.3.4. Prensip

TS 8020 ISO 26461-2 Yöntemi

- Numune uygun sıcaklıkta ($75^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 15 dakika) tutularak bakterilerin vejetatif şekilleri yok edilir;
- Belirli bir miktar su numunesi $0,2\mu\text{m}$ poroziteli membran filtreden geçirilir ve membran filtre; seçici besiyerine (sodyum sülfid ve demir tuzları içeren) konulur;
- $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$. sıcaklıkta 20saat \pm 4saat ve 44saat \pm 4saat boyunca inkübe edilir;
- Tanımlanan tipik koloniler okunur ve sayılır

Sülfid indirgeyen anaerobik bakteri sporları:

Anaerob ortamda $36^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 20saat \pm 4saat ve 44saat \pm 4saatte çoğalarak besiyerindeki sülfidi sülfüre redükte ederek tipik koloniler oluşturan ve demir sitratlı besiyerinde koloninin etrafında demir sülfür vasıtasıyla siyah renk oluşturan, bakterilerin dirençli şekilleridir.

Direktif'in öngördüğü yöntem:

- 100 ml su membran filtreden geçirilir;
- *C.perfringens* besiyerine membran filtre konulur (98/83/CE Direktifi Ek III) ;
- 21 saat \pm 3 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta anaerob ortamda inkübe edilir;
- 20-30 saniye boyunca amonyum hidroksit buharına maruz bırakıldıktan sonra pembe veya kırmızı renge dönüşen opak sarı kolonilerin sayımı yapılır.

3.3.5. Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazılım.

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS 8020 EN 26461-2 Eylül 1997
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk altı saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/100ml veya CFU/50ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensip (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- Sülfid-Demir Agar
- Triptoz sülfid Agar (Alternatif besiyeri)

5 İşlem Şekli

Vejetatif şekillerin yok edilmesi:

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Numunenin 50ml'si steril bir şekilde alınır (yapısına göre) ve 20x20 mm'lik steril tüplere konulur (50ml filtreleme için, 25 ml'lik 2 tüp kullanılır) ;
- Tüpler 15 dakika boyunca 75°C ± 5°C sıcaklıktaki bir Benmariye yerleştirilir (su banyosunun sıcaklığının sıcaklık merkezine bağlı bir sonda ile kontrol edilir), daha sonra yaklaşık 55°C sıcaklıkta soğuk su akımında soğutulur.

Açıklama:

Paralel olarak musluk suyu içeren 25ml'lik bir tüp hazırlanır. Tüpün içerisine bir termometre yerleştirilir. Termometrenin 75°C dereceyi göstermesiyle birlikte, 15 dakikalık ısıtma işlemi başlatılır.

Filtreleme

- Laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatı doğrultusunda tüplerin içerikleri steril 0,2µm poroziteli membran filtreden geçirilir (Benmari'den geçirilip soğutulduktan sonra) ve membran filtre altta hiçbir hava kabarcığı kalmayacak şekilde ters çevrilerek seçici besiyeri (Demir Sülfid Agar) üzerine yerleştirilir.
- 50°C de tutulan erimiş Demir Sülfid Agar ile membranın üzeri tamamen kaplanır

Açıklama: Standardın önerdiği şekilde boş petriye konulan membran filtrenin üzerine besiyeri dökülmesi işlemi membranın kalkması gibi dezavantajlara sahip olduğundan yukarıdaki yöntem önerilmiştir. İşlem boş petri kabına filtrenin konulması ile de gerçekleştirilebilir.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriler anaerob jara yerleştirilerek 37°C ± 1°C sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma ve Sayım

- 20saat ± 4saat ve 44saat ± 4saat'ten sonra incelenir;
- Siyah hale ile çevrili bütün siyah kolonilerin bir sülfid indirgeyen anaerob bakteri sporundan kaynaklandığı kabul edilir.

Açıklama:

20saat ± 4saat sonra ilk okuma işleminin yapılması gerekmektedir; çok sayıda koloninin bulunması halinde, hallerin yayılması membranda tek tip siyah rengin oluşmasına yol açar.

bilmektedir ve 48'inci saat itibariyle herhangi bir sayımın yapılması imkânsız hale gelmektedir.

Buna karşın, eğer ilk okumada düşük miktarda koloni var ise ve eğer koloniler küçük ise, sonraki 24 saat içerisinde yeni koloni oluşumları meydana gelebilmektedir.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller “Membran filtrelemenin genel metodu” adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs).

7 Hesaplama, sonuçların ifade edilmesi

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, sayı koloni üreten birimler veya Koloni Oluşturan Birimler (CFU) olarak ifade edilmektedir.

Sonuç aşağıdaki gibi yazılır:

Sülfiti indirgeyen anaerob bakteri sporları	n CFU / 50ml
➤ n = 0	0 CFU/50ml
➤ $1 < n < 100$	n CFU/50ml
➤ n > 100	100 CFU/50ml

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısının seyreltme oranının tersi ile çarpılır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltme, ekim) laboratuvarında hazırlanan belgelerde belirtilmektedir

8 Standarda kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
Membranın boş bir Petri kutusuna konulması.	1 mm besiyeri içeren bir Petri kabı içerisine membranın konulması.	besiyeri katılması esnasında membranın yukarı çıkmasını engeller.

3.3.6. Analizin maliyeti

8,70-10,60 € arası

4. Patojen Etken Araştırması

4.1. *Salmonella* araştırması (TS ISO 6340)

4.1.1. Amaç

Her ne kadar virülansları ve patojeniteleri aşırı değişken olsa da, *Salmonella*'lar genellikle patojen olarak kabul edilir.

Salmonella'ların doğal konakları insanlar, büyük baş hayvanlar, kuşlar da dahil olmak üzere evcil ve yabani hayvanlardır.

İnsanlar ve hayvanlar asemptomatik taşıyıcı olarak dışkıları ile etrafa *salmonella* saçabilmektedir..

Dolayısıyla, onların çevrede ve özellikle su içerisinde bulunmaları mümkündür.

4.1.2. Kapsam

Salmonella'lar suda bulunduğu için, varlıklarının veya yokluklarının kontrol edilmesi uygun olur. Sudaki *Salmonella*'ların araştırılması bir konsantrasyon aşaması gerektirmektedir çünkü mukozalı çevre içerisinde değişime uğrayabilmektedirler. *E.coli* genellikle *Salmonella*'nın varlığını düşündürmek için iyi bir göstergedir.

4.1.3 Standartlar

Salmonella araştırması (TS ISO 6340)

4.1.4. Prensipte

Lağım suları hariç, sulardaki *Salmonella* araştırması 4 aşama gerektirmektedir :

1. Seçici olmayan sıvı ortamda ön zenginleştirme

- Numune (> 10 ml) membran filtreden geçirilir ve membran filtre tek kuvvet steril tamponlanmış peptonlu su içerisinde 16-20 saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir;

2. Seçici sıvı besiyerinde zenginleştirme

- Ön-zenginleştirme ortamından alınan kültür zenginleştirme buyyonuna transfer edilir;
- 18-24 saat boyunca 42°C ± 1°C sıcaklıkta inkübe edilir (birinci inkübasyon);
- Fazladan 18-24 saat boyunca inkübasyon sürdürülür (ikinci inkübasyon).

3. İzole etme ve identifikasyon

- Birinci inkübasyon ve gerekiyorsa ikinci inkübasyonun ardından, zenginleştirmeden kaynaklanan kültürle, iki katı seçici besiyerine ekim yapılır;
- 24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir.

4. Doğrulama

- Katı seçici besiyerinde oluşan şüpheli *Salmonella* kolonileri pasajlanır ve uygun biokimyasal ve serolojik deneyler aracılığıyla doğrulanır.

Açıklama:

Ayrıca uygulama esnasında analiz koşullarının geçerliliğinin sağlanması amacıyla, kullanılan katı ve sıvı kültür ortamlarının güvenilirliğinin kontrol edilmesi ve teyit edilmesi için (özellikle fertilité), önemli ölçüde istenmeyen flora olduğunda dahil (ön-zenginleştirme buyyonunun 50 ml'si içerisinde yaklaşık 1.10^8 E. coli), bir kalitatif kontrol uygulanacaktır (kullanılan ortamların ve reaktiflerin lotları).

Salmonella

Seçici katı besiyerinde 2-4 mm çaplı koloniler oluşturan, Gram (-) oksidaz (-), spor oluşturmayan, çubuk şeklinde fakültatif anaerob bakterilerdir.

Salmonella'ların biokimyasal özellikler aşağıdaki şekilde tanımlanmaktadır:

İki şekerli demir agarda *Salmonella*'lar H_2S üreten, laktöz negatif, glukoz pozitif bakterilerdir. Ayrıca, *Salmonella*'lar L-Lizini dekarboksilaz enzimi ile hidrolize edebilmektedirler.

Serolojik özellikler aşağıdaki şekilde tanımlanmaktadır:

Nutrient agarda izole edilmiş saf koloniler uygun serumlarla test edildiklerinde aglütinasyon oluşturmaktadır.

4.1.5. Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik : Basitleştirilmiş yazılım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Ham lağım suları hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS ISO 6340 (Nisan 1999)
---	---

<p><u>Gerçekleştirme süresi</u> 24 saat içerisinde mümkün olduğunca çabuk analiz edilir Numune alımından sonra en fazla 24 saat</p>	<p><u>Muhafaza</u> 5°C ± 3°C</p>
<p><u>Tespit Sınırı</u></p>	<p><u>Sonuçların ifade edilmesi</u> Yok / Analiz edilen hacim Var / Analiz edilen hacim</p>

2. Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3. Prensip (yukarıya bkz.)

4. Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Referans materyal

- Referans suş (*Salmonella typhimurium*)

Seyreltici

- Tuz çözeltisi (%0,85'lik)

Seçici olmayan sıvı kültür ortamı

- Tek kuvvet tamponlanmış peptonlu su

Seçici sıvı kültür ortamı

- Malaşit Yeşili/magnezyum klorür (Modifiye edilmiş Rappaport-Vassiliadis) besiyeri

Seçici katı kültür ortamları

- Brilliant yeşili/fenol kırmızısı laktoz agar (Edel ve Kampelmacher'e göre):

EK

- Ksiloz Lizin Deoksikolat Agar: XLD
- Bizmut Sülfid Agar (Wilson ve Blair'e göre)

Katı besiyerlerinden en az ikisi kullanılır.

Doğrulayıcı kültür ortamları

- Nutrient agar
- Kligler Iron agar
- Üre agar (Christensen'e göre)
- L-Lizin dekarboksilaz besiyeri (Falkow'a göre)
- O Antijenlerine karşı üretilmiş anti-Salmonella serumları

5. İşlem Şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojen hale getirilir;
- Laboratuvarda hazırlanan Kullanım Talimatı doğrultusunda 0,45 µm poroziteli selüloz ester membran üzerinde 1L ile 5L arası numune filtre edilir;
- Ardından membran filtre 50 ml'lik tek kuvvet tamponlanmış peptonlu su içerisine yerleştirilir;
- Hafifçe çalkalanır.

Ön zenginleştirme

- Bu şekilde ekimin ardından 36°C ± 2°C sıcaklıkta 16-20 saat boyunca inkübe edilir.

Zenginleştirme

- Bir pipet aracılığıyla ön-zenginleştirmenin 0,1 ml'si 150 mmX16 mm boyutunda bir tüp içerisindeki 10 ml Rappaport-Vassiliadis buyyonuna transfer edilir;

Açıklama:

Rappaport-Vassiliadis buyyonu, ön-zenginleştirme buyyonundan ekim öncesi 42°C ± 1°C sıcaklıkta bir inkübatör içerisinde en az ½ saat inkübe edilmelidir.

Ayrıca, ekim ile 42°C ± 1°C'lik inkübatöre geri koyma arasında geçen süre mümkün olduğu kadar kısa olmalıdır;

- 18-24 saatlik inkübasyondan sonra birinci ekim gerçekleştirilerek 42-48 saat boyunca 42°C ± 1°C sıcaklıkta inkübasyon devam ettirilir ve akabinde 48 saat sonra ikinci ekim yapılır.

İzolasyon

Kullanımdan hemen önce, agarlı petriyerler 30 dakikalık kurutma süresi aşılmadan bir inkübatör içerisinde kurutulur.

- Zenginleştirmenin ardından, 18-24 saat sonra EK agar besiyeri, XLD agar besiyeri ve Bizmut Sülfid Agar (kullanımı tercihe bağlı) Petrilere bir öze ile birinci ekimler gerçekleştirilir. 20-24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- Zenginleştirme safhasının inkübasyon döneminin bitiminde (48 saat) işlem tekrarlanır.

İdentifikasyon

- Tercihen ilk 24 saatlik zenginleştirme safhasının bitiminde gerçekleştirilen ekimler kullanılır. 48 saatlik zenginleştirme safhasının bitiminde gerçekleştirilen ekimler sadece ilk ekimler üzerinde karakteristik koloni olmaması halinde kullanılır. Zenginleştirmeden sonra gerçekleştirilen bütün ekimler analiz sonuna kadar soğukta muhafaza edilir;
- Karakteristik *Salmonella* kolonilerinin varlığının araştırılması için 20-24 saatlik inkübasyondan sonra EK, XLD ve Bizmut Sülfid agar (48 Saat) petrilere incelenir:
 - EK besiyerinde, *Salmonella* kolonileri kırmızı veya açık pembe ve kırmızı kenarlıdır.
 - XLD besiyerinde, *Salmonella* kolonileri siyah merkezli renksiz ama pembe-kırmızı görünümlüdür.
 - Bizmut Sülfid agar besiyerinde, *Salmonella* kolonileri parlak metalik çevreli siyah renktedir.

Açıklama:

Kolonilerin yapısına ilişkin ayrıntılı bir tanım için ilgili besiyerinin teknik belgelerine bakılır. Karakteristik veya şüpheli olan her koloni doğrulamaya alınır.

Gerçekten, *Salmonella* kolonilerinin tanınması büyük ölçüde deneyime bağlıdır ve görünüm bazen bir türden diğerine farklılık arz edebilir.

Doğrulama

İzolasyon

Kullanımdan hemen önce, agarlı petrilere 30 dakikalık kurutma süresi aşılmadan bir inkübatör içerisinde kurutulur.

- ✓ Eğer XLD veya EK kolonileri istenmeyen flora kolonileriyle temas halindeyse, nutrient agar üzerinde nihai izolasyon gerçekleştirilmeden önce, orijinal seçici besiyerinde bir izolasyon gerçekleştirilir.
- ✓ Doğrulama için, karakteristik veya şüpheli kolonilerin tamamı (veya en az 5) her bir XLD agar EK agar veya Bizmut Sülfid agar petrilere alınır.
- ✓ Seçilen koloni (veya koloniler) steril Distile su içerisinde süspanse hale getirilir. Bu süspansiyondan Nutrient agara ekim yapılır ve $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 18-24 saat inkübe edilir.

- Aynı zamanda, aynı süspansiyondan bir Kligler agara ekim yapılır ve 24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir.

❖ Biyokimyasal Doğrulama

Tanımlanacak kültürün Nütrient Agardaki tek kolonileri biyokimyasal deney besiyerlerine ekim için kullanılır. Tanımlanacak her kültür için bu işlem tekrarlanır.

Kligler Agar (İki Şekerli Demir Agar): Tipik *Salmonella* kültürleri, gaz oluşumuyla birlikte kırmızı bir üst kısım ve siyahlaşmayla birlikte sarı bir dip kısma sahiptirler.

Üre Agar: Nütrient Agar üzerinde çok iyi izole edilmiş bir koloni Üre agar tüpü içerisine ekilir ve, 24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta, inkübe edilir.

Üreaz negatif olan *Salmonella*'lar üre agarda alkalinizasyona yol açmaz ve rengi değiştirmez (giderek kiraz kırmızısına dönüşen gül pembesi renk oluşmaz).

L-Lizin Dekarboksilaz Besiyeri: Nütrient Agar üzerinde çok iyi izole edilmiş bir koloni besiyerine ekilir ve besiyeri steril sıvı parafin veya yağ ile örtülür. 24 saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta, inkübe edilir. Tipik *Salmonella* kolonileri menekşe renk oluşturur.

❖ Serolojik Doğrulama

- Biyokimyasal sonuçlar *Salmonella* şüphesine yol açar ise, serolojik doğrulama testleri gerçekleştirilir:
- Otoaglutinasyon oluşturan suşların tespiti
 - İyice temizlenmiş bir cam lamı üzerine bir damla tuzlu su konulur ve bunun içerisine homojen ve bulanık bir süspansiyon elde edecek şekilde test edilecek koloninin bir bölümü dağıtılır;
 - Lam 30-60 saniye boyunca aşağı yukarı sallanır.;
 - Tercihen siyah bir zemin üzerinde büyüteçle gözlem yapılır.

Eğer bakteriler büyük kümeler şeklinde biraraya gelmişler ise, suşun otoaglutinasyon yaptığına karar verilir ve daha ileri serolojik deneylere tabi tutulmaz.

- Somatik O antijen'lerinin tespiti için otoaglutinasyon yapmadığı bilinen tek koloni bir damla anti-O Serumuna içerisine yayılır ve lam 30-60 sn boyunca aşağı yukarı çevrilir. Aglutinasyon pozitif reaksiyonu göstermektedir.
- Polivalan ve monovalan serumlar sırayla kullanılır

❖ Serotipin kesin doğrulaması

Salmonella oldukları veya olabilecekleri kabul edilen suşlar kesin doğrulama için bir referans laboratuvarına gönderilebilmektedirler. Suşlar gönderilirken, beraberinde yapılanlarla ilgili bütün bilgiler de yer almalıdır::

H.S Hıfzısıhha Merkezi Başkanlığı,
Salgın Hastalıklar Araştırma Müdürlüğü
Ulusal Entero-Patojenler Referans
Laboratuvarı,
Cemal Gürsel Cad.
Sıhhiye/ANKARA

6. Sonuçların ifade edilmesi

İncelenen numunedeki Salmonella varlığı veya yokluğu analiz raporunda bildirilecektir.

Talep üzerine brüt sonuçların tebliğ edilmesi olanağı da aşağıdaki cümleyle ilgili analiz raporlarında belirtilecektir:

« Salmonella'ların araştırılması için gerçekleştirilen biyokimyasal reaksiyonların ve deneylerin sonuçları talep üzerine sağlanmaktadır»

7. Standarda kıyasla farklılık

Standardın Talimatı	Laboratuvarında gerçekleştirilen	Doğrulama
44°C ± 0.5°C'de inkübasyon	42°C ± 1°C'de inkübasyon	Kullanılan programın spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda ± 0.5°C oranında kesinlik elde edilmesini sağlamayan inkübasyon malzemesi

4.1.6. Analizin maliyeti

33,90 - 61,50 € arası

4.2. Membran filtreleme yöntemi ile *Pseudomonas aeruginosa* tayini ve sayımı (TS EN 12780)

4.2.1. Amaç

Pseudomonas aeruginosa insan için fırsatçı patojen bir organizmadır. Suda, nemli topraklarda veya bitkilerin yüzeyinde saprofit konumunda yaşamaktadır. Besin maddelerinin çok düşük düzeyde bulunduğu sular içerisinde bile üreyebilmektedir.

4.2.2. Kapsam

Halk Sağlığı açısından, bütün suların *Pseudomonas aeruginosa*'dan arınmış olmaları gerekmektedir. Bu bakterinin suda bulunması uygun bir dezenfeksiyon işlemiyle engellenmelidir.

Pseudomonas aeruginosa çevrede genelde varolan bir organizma olmasından dolayı, *E.coli*, varlığını veya yokluğunu ortaya çıkaracak doğru gösterge değildir.

4.2.3. Standartlar

Membran filtreleme yöntemi ile *Pseudomonas aeruginosa* tayini ve sayımı (TS EN 12780)

4.2.4. Prensip

- Su numunesinin belirli bir hacmi membran filtreden geçirilir ve membran filtre seçici besiyerine konulur;
- 44saat \pm 4saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir;
- Tanımlanan tipik koloniler okunur ve doğrulanır;
- Doğrulanmış tipik koloniler sayılır.

Pseudomonas aeruginosa :

Cetrimit ihtiva eden seçici besiyerinde gelişen, ve piyosiyanın üreten, (360 \pm 20) nm UV ışın altında floresan veren, oksidaz pozitif ve asetamitten amonyak üretebilen bakterilerdir.

4.2.5 Kalite uygulaması: Yöntemin İşleyişi

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazılım

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Süspansiyon halindeki maddelerin veya istenmeyen floranın çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	<u>Referans standart</u> TS EN 12780 (Nisan 2004)
<u>Muhafaza</u> Steril cam veya polietilen numune şişeleri (dezenfekte edilmiş su için Na tiosülfatlı)	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> 24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma esnasında : $\leq 10^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta buzdolabı veya buz akülü izoterm kap İlk 6 saat tolerans: ortam sıcaklığı ($<25^{\circ}\text{C}$) Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tespit Sınırı</u> 1 CFU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> CFU/250ml

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK VE ÖNLEMLER</u>	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA UYULMASI
<u>ATIKLAR</u>	BU KULLANIMA AYRILMIŞ ATIK KUTULARINA ATILMALARI

3 Prensip (yukarıya bkz.)

4 Materyal, kültür ortamı

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Seyreltici

- Tuzlu peptonlu su: TPS

Seçici kültür ortamı

- CN Agar (Cetrimet Agar alternatif)

Doğrulayıcı kültür ortamları

- Nutrient Agar
- King B besiyeri
- Asetamit Buyyon
- Oksidaz Reaktifi
- Nessler Reaktifi

5 İşlem şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numune çalkalanarak homojenleştirilir;
- Laboratuvarda Kullanım Talimat doğrultusunda numunenin 250 ml'si 0,45µm por çaplı steril selüloz ester membran filtreden geçirilir ve membran filtre bir CN Agar petrisi üzerine konulur.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış petriler 44saat ± 4saat boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir.

Okuma

- Membranlar 22saat ± 2saat sonra koloni gelişimi açısından incelenir;

- Mavi-yeşil pigmentasyona (piyosiyenin) sahip bütün koloniler doğrulanmış *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir;
- UV ışın altında membranlar incelenir (uzun süre maruz bırakmadan):
 - Piyosiyenin üretmeyen ve floresan oluşturan koloniler olası *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir ve asetamit buyyon kullanılarak doğrulama yapılır;
 - Kahverengi-kırmızı pigmentasyona sahip ve floresan oluşturmayan diğer bütün koloniler olası *Pseudomonas aeruginosa* olarak kabul edilir ve Oksidaz deneyi, asetamit buyyon ve King B besiyeri kullanılarak doğrulama yapılır

Doğrulama ve sayım

Ekimler ortaya çıkarılan bütün şüpheli koloniler üzerinde yapılmamaktadır. Ekilecek koloni sayısı aşağıda belirten şekilde belirlenmektedir:

Eğer N şüpheli koloni sayısı ise, X ekilecek koloni sayısıdır (her çeşit koloni için):

Eğer	$1 \leq N \leq 5$	$X = N$
	$5 < N \leq 25$	$X = 5$
	$25 < N$	$X = \sqrt{N}$ üst tam sayıya yuvarlayarak

Ekimler TPS'de bakterilerin süspansiyon haline getirilmesiyle gerçekleştirilir.

➤ **Oksidaz**

Bütün seçilen kolonilerin Nutrient agar üzerine ekimi yapılır ve $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta 22saat \pm 2saat boyunca inkübe edilir.

Oksidaz Reaktifi kullanılarak oksidazın araştırılması:

- 2-3 damla taze hazırlanmış Oksidaz reaktifi bir süzgeç kağıdı üzerine damlatılır
- Nutrient agarda oluşan kolonilerin bir kısmı platin, plastik veya cam öze ile kağıt üzerine yayılır;
- 10 sn içerisinde koyu mavi-mor rengin oluşması pozitif reaksiyon olduğunu göstermektedir.

➤ **Amonyak üretimi**

Nutrient agarda izole edilen koloni asetamit buyyon içeren bir tüpe ekilir ve 22saat \pm 2saat boyunca $36^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta inkübe edilir.

Amonyak üretiminin araştırılması:

- Asetamit buyyon tüpü üzerine 1-2 damla Nessler reaktifi eklenir

- Yoğunluğa göre, sarıdan tuğla kırmızısı rengine kadar değişen bir rengin meydana gelmesi amonyak üretimini gösterir (5 dakikayı aşan sarı renk oluşumu dikkate alınmamaktadır).

➤ **King B'de floresan oluşumu**

Kahverengi-kırmızı renkli ve oksidaz pozitif kültürler Nutrient agardan King B besiyerine ekilir ve en fazla 5 gün boyunca 36°C ± 2°C sıcaklıkta inkübe edilir

Floresan oluşumunun araştırılması:

- UV ışınlar altında gelişim günlük incelenir.
- 5 gün içerisinde ortaya çıkan bütün floresanlar pozitif olarak kaydedilir

CN Agar üzerinde gelişen kolonilerin doğrulaması ve sayımı için özet tablo.

CN agardaki koloniler	Asetamitten amonyak üretimi	Oksidaz üretimi	King B üzerinde floresan oluşumu	<i>P. aeruginosa</i> olarak doğrulama
Mavi-yeşil	TE	TE	TE	EVET
Fluoresan (mavi-yeşil olmayan)	+	TE	TE	EVET
Kahverengi-kırmızı	+	+	+	EVET
Diğer çeşitler	TE	TE	TE	HAYIR

TE : test edilmemiş

6 Kontrol

Uygulanan kontroller “Membran filtrelemenin genel metodu” adlı laboratuvar tarafından hazırlanan kullanma talimatında açıklanmaktadır (Membran filtrenin sterilite kontrolü, kullanılan besiyeri kontrolü vs)

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir, dolayısıyla sonuç Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (CFU) sayısı olarak ifade edilebilmektedir.

Sonuç aşağıdaki şekilde yazılır.

Pseudomonas aeruginosa

n CFU / 250ml

➤ n = 0

0 CFU/250ml

➤ $1 < n < 100$

n CFU/250ml

➤ $n > 100$

100 CFU/250ml

veya seyreltme sonuçları

$n = P + F(cF/nF) + R(cR/nR)$ olduğunda:

P mavi-yeşil koloni sayısı

F floresan veren koloni sayısı

R kahverengi-kızıl koloni sayısı

nF amonyak üretimi için incelenmiş floresan veren koloni sayısı

cF amonyak üretimi için doğrulanmış floresan veren koloni sayısı

nR King B besiyerinde floresan üretimi için incelenen amonyak pozitif ve oksidaz pozitif kahverengi-kızıl koloni sayısı

cR King B besiyerinde floresan verdiği doğrulanmış amonyak pozitif ve oksidaz pozitif kahverengi-kızıl koloni sayısı

Eğer seyreltmeler yapılmış ise, elde edilen n sayısı seyreltme oranının tersi ile çarpılır.

Sonuçlar (okumalar, seyreltmeler, ekimler) laboratuvar tarafından hazırlanan belgelerde belirtilmektedir

8 Standarta kıyasla farklılık

Standardın talimatı	Laboratuvarda gerçekleştirilen	Doğrulama
YOK	YOK	YOK

4.2.6 Analizin maliyeti

13,90 - 30,50 € arası

4. BÖLÜM

KİMYA ANALİZLERİ

Alt Bölüm 1

GENEL PARAMETRELER ANALİZİ

1.1. Çözünmüş Florür, Klorür, Nitrit, Ortofosfat, Bromür, Nitrat ve Sülfat İyonlarının Sıvı İyon Kromatografisi İle Tayini (TS ISO 10304-1: Az Kirlenmiş Sular İçin Metot)

1.1.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler suların jeokimyasal açıdan tanımlanmasına ve bazı zirai ya da evsel kirliliklerin kaynağını araştırılmasına yardımcı olmaktadır. Miktarı yüksek bu anyonların araştırılması suların kimyasal yapılarına ilişkin bilgilerin toplanmasını ve insani tüketim amaçlı suların içilebilirlikleri açısından standartlara uygunluğunu denetlenmesini amaçlamaktadır.

1.1.2. Kapsam

Halk sağlığı açısından bu anyonların kullanım sularında var olması sakınca teşkil etmemektedir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki iyonlardan florür için 1.5 mg/L, nitrat için 50 mg/L, nitrit için 0.1 mg/L, sülfat için 250 mg/L değerlerini aşmamalıdır.

Bu iyonlar ile ilgili araştırmalar, zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçların neden olduğu sulardaki jeokimyasal kaynağı ve özellikle nitratların neden olduğu enfeksiyon kaynaklarını belirlemeye ve bu bileşenleri imha ederek ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

1.1.3. Standartlar

Çözünmüş florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının sıvı iyon kromatografisi ile tayini (TS ISO 10304-1: Az kirlenmiş sular için metot)

1.1.4. Prensipte

İyonların ayrımı sıvı kromatografi yöntemi ile ayırma kolonları kullanılarak yapılır. Durgun faz olarak düşük kapasiteli anyon değiştirici ve eluent olarak zayıf monobazik ve dibazik asitlerin tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Tespit işlemi yaygın olarak kullanılan iletkenlik dedektörü ile yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplı ya da deiyonize suyla çalkalanmış PTFE (politetrafloroetilen) kaplı şişelere alınır.

Numune analize kadar 4 °C - 6 °C'ye soğutulmuş kapalı bir alanda ışıktan uzak olarak bekletilir. Numune laboratuvara geldikten sonra membran filtreden (göz açıklığı 0.45 µm) süzülerek anyonların partikül madde üzerinde adsorpsiyonu veya bakteriyel gelişme nedeniyle anyonların dönüşümü önlenir. Membran kullanıldığında numunenin kirlenme riskini önlemek için numune süzüntüsünün ilk kısmı atılır. Eğer nitrit tayini yapılacak ise şişeler tamamen doldurulur.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması :

Florür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat, klorür ve sülfat iyonlarının tayini için 1000 mg/L ana stok çözeltisinden florür, nitrit, ortofosfat ve bromür iyonları için 0.1 mg/L – 1 mg/L aralığında, nitrat, klorür ve sülfat iyonları için 1 mg/L – 10 mg/L aralığında kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri 1000 mg/L ana stok çözeltiden başlanarak hazırlanır.

İçerisinde kör, kalibrasyon çözeltilerinin, kontrol çözeltilerinin , analizi yapılacak numunelerin ve her 10 numune için kontrol noktalarını içeren ölçümlerin yapıldığı bir analiz serisi hazırlanır. Her anyonun miktar tayini için hazırlanan standart serinin konsantrasyonlarına karşılık gelen okumalardan anyonların miktarı belirlenir.

Analiz

- Standartların ve numunelerin enjekte edilmesi
- İyon kromatografisi ile iyonların ayrıştırılması
- İletkenlik dedektörü ile tarama
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: kalibrasyon, kör, kontrol noktaları, numune

Bileşenlerin tanımlanması

- İyonlar kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

1.1.5. Kalite işlemleri: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yer altı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan florür, klorür, nitrit, ortofosfat, bromür, nitrat ve sülfat iyonlarının tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> -ISO 10304-1, TS EN ISO 10304-1 <u>Diğer yöntemler:</u> -Nitrat/ nitrit: EN ISO 13365 (sürekli akış) -Nitrat: ISO 7890-3 (Spektrometrik yöntem) -Sülfat: ISO 22743 (sürekli akış) -Klorür: EN ISO 15682 (sürekli akış)
<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişeler kullanılır. -0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	<u>Analizden önce muhafaza süresi</u> -Numune alınımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılır. -4° C – 6 °C arasındaki sıcaklıkta muhafaza edilir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤ 10°C'deki soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 5°C ± 3°C veya 4°C-6°C arasındaki sıcaklıktaki soğuk odada muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.05 ile 0.1 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ: Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.

ATIKLAR : Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3. Amaç (bkz. yukarı)

4. Materyal ve Reaktifler

Araç ve gereçler

- Pipetler, mikropipetler, etüv, desikatör, balon joje, 0.45 µm' lik membran filtre, polietilen ve PTFE'den yapılmış numune alma şişeleri
- İlekenlik dedektörlü iyon kromatografi cihazı
- Ayırma kolonu, önkolon

Reaktifler

- 0.1 µS / cm altında iletkenliğe sahip deiyonize su
- Gaz: helyum
- 1000 mg/L florür, klorür, bromür, nitrit, nitrat, sülfat, ortofosfat içeren ana standart çözeltiler
- Genellikle potasyum karbonat/ potasyumbikarbonat çözeltileri

5. Uygulama

Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre ile süzülür.

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

İçerisinde kör, kalibrasyon çözeltilerinin, kontrol çözeltilerinin , analizi yapılacak numunelerin ve her 10 numune için kontrol noktalarını içeren ölçümlerin yapıldığı bir analiz serisi hazırlanır.

Çalışma aralığına uygun 5 ile 10 tane kalibrasyon çözeltisi, stok çözeltilerden veya karışık standart çözeltiler kullanılarak hazırlanır. Her numune için uygun kalibrasyon eğrisi çizilerek ölçüm yapılır.

6. Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır. Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü yapılır.(numaralandırma kontrolü)
- Kolonda iyon ayrımı denetlenir.
- İyonlar kolonda alıkonma zamanına göre tanımlanır.

7 . Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.1.6. Analiz Maliyeti

30 € ile 60 € arasında

1.2. Amonyum Tayini

(ISO 7150 – 1: Spektrofotometrik mavi indofenol yöntemi)

1.2.1. Amaç

Bu kimyasal parametrenin araştırılması tarımsal ya da evsel atıkların kaynağının belirlenmesini sağlar.

1.2.2. Kapsam

Amonyum iyonunun insani tüketim amaçlı sularda bulunması söz konusu suların kalitesinin bozulduğunun göstergesidir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki amonyum miktarı 0.1 mg/L değerini aşmamalıdır.

Bu iyonun araştırılması ile; insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan atık su ve diğer sulardaki tarımsal kökenli kirlenmelerin saptanmasına ve kirlilikleri ortadan kaldırılarak suların korunmasına olanak sağlanmaktadır.

1.2.3. Standartlar

(ISO 7150-1 : Spektrofotometrik mavi indofenol yöntemi ile amonyum tayini)

1.2.4. Prensip

Amonyum iyonları alkali ortamda, nitroprussid katalizörlüğünde fenol ve hipoklorit ile etkileşimiyle oluşan indofenol bileşiği ile belirlenir.

Amonyum iyonu konsantrasyonuna bağlı olarak meydana gelen renklenme 630 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçülür.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen şişelere veya deiyonize sudan geçirilmiş PTFE şişelere alınır.

Numuneler taşıma sırasında 4 °C - 6 °C' de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan korunmalıdır.

Numuneler, 5 °C civarında bir sıcaklıkta muhafaza edilerek numune alımından sonra mümkün olan en kısa süre içerisinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon yöntemi: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- 1 g/L NH₄⁺ stok çözeltisi
- 100 mg/L NH₄⁺ ve 10 mg/L NH₄⁺ ara çözeltiler

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri deiyonize su kullanılarak 1g/L NH₄⁺ stok çözeltisinden hazırlanır.

Okuma işlemi 0.1 mg/L ve 1 mg/L aralığında NH₄⁺ için 10 mm'lik kuvars küvvet ile, 0.01 mg/L ve 0.2 mg/L aralığında NH₄⁺ için 50 mm'lik kuvars küvvet kullanılır.

Analiz

- Standart kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler (örnek alımı: 20 mL);
- Fenol çözeltilerine, nitroprussiyat ve kompleks oluşturucu çözeltilerin her birine 1 mL reaktif ilave edilir.
- Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler 630 nm'de spektrofotometre ile ölçülür.
- Analiz kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol noktaları, numune okuma şeklinde gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L NH₄⁺ olarak ifade edilir.

1.2.5. Kalite İşlemi:YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartları</u>
İnsani tüketim amaçlı sularda ve deniz sularında amonyum tayinine uygulanır. Bulanık ve renkli sulara uygulanamaz.	- ISO 7150-1 - Diğer yöntem: EN ISO 14911 (iyon kromatografisi); EN ISO 11732

<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir. -Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	<u>Muhafaza koşulları</u> -Numune alındıktan sonra mümkün olan en kısa sürede analiz edilmelidir. -4° C – 6 °C’de muhafaza edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10’’de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5°C ± 3° veya soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.002 mg/L-0.005mg/L NO ₂	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/ L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri, analiz çözeltileri ve reaktifler özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Amaç (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- Spektrofotometre , pipet, mikropipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre, polietilen ve PTFE kaplı numune alma şişeleri.

Reaktifler

- Deiyonize su
- 1 g/L, 100 mg/L ve 10 mg/L NH₄⁺ standart çözeltileri
- Alkali çözelti (renkli): 800 mL su + 20 g sodyumhidroksit + 380 g trisodyum sitrat + 4 g dikloroizosiyamik asit; 1 litreye tamamlanır ve yaklaşık 4 °C’ de saklanır.
- Fenol ve nitroprussid çözelti: 35 g fenol ve 0.4 g sodyum nitroprussid 1 litreye Deiyonize su ile tamamlanır, yaklaşık 4 °C’ de kahverengi cam şişede muhafaza edilir.

5. Uygulama

- Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.
- 20 mL örnek alınır.

- 1 mL fenol ve nitroprussid çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır.
- 1 mL alkaliçözelti ilave edilir, çalkalanır ve 6 saat boyunca karanlıkta etkileşime bırakılır.
- Sıfır ayarı yapıldıktan sonra 630 nm'de spektrofotometre ile okuma yapılır.

Analitik aralığın, standart ve kontrol çözeltilerinin, referans çözeltilerin , analiz edilecek numunelerin ve 10 numunede bir kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6.Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olduğu kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi kullanılır.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini kalibrasyon eğrisine göre yapılır.

Sonuçlar mg/L NH₄⁺ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.2.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.3. Nitrit Tayini

(ISO 26 777:Moleküler emme spektrofotometrik yöntemi)

1.3.1. Amaç

Bu kimyasal parametre ile tarımsal ya da evsel kirliliklerin araştırılması amaçlanmaktadır.

1.3.2. Kapsam

Halk sađlığı aısından, nitrit iyonunun insani tüketime amaçlı sularda bulunması su kalitesinin bozulduđunun bir göstergesidir. İnsani tüketim amaçlı sularda nitrit miktarı 0.1 mg/L deđerini aşmamalıdır.

Bu iyonun araştırılması ile; insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan atık su ve diđer sulardaki tarımsal kökenli kirlenmelerin saptanmasına ve kirlilikleri ortadan kaldırılarak suların korunmasına olanak sağlanmaktadır.

1.3.3. Standartlar

Nitrit Tayini (ISO 26 777 moleküler emme spektrometrik yöntem)

1.3.4. Prensipler

Ortofosforik asit ile pH'ı 1.9'a ayarlanmış ortamda 4-amino-benzen sülfonamid ortamda bulunan nitrit iyonu ile diazonyum tuzu oluşturur. Oluşan diazonyum tuzu 1-(N-naftil)-1,2-diklordiaminoetanhidrat ile pembe renkli bir çözeltide verir. Renklenmeye bađlı olan nitrit iyonlarının miktarı 540 nm'lik dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçülür.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler deiyonize sudan geçirilmiş cam ya da polietilen kaplı şişelere alınır.

Taşıma sırasında, 2 °C - 5 °C de sođutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak muhafaza edilmelidir.

Numuneler alındıktan sonra, mümkün olan en kısa sürede en fazla 24 saat içerisinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve dođrulama

- Kalibrasyon: 0.005 mg/L – 0,25 mg/L N aralığında
- 100 mg/L N olan stok çözelti
- 1mg/L N olan ara stok çözelti

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri, 1mg/L N stok çözeltilerden hazırlanır.

Kalibrasyon çözeltileri, 0.005 mg/L ve 0.25 mg/L N aralığında 50 mm'lik kuvarstaki kuvvetlerde okunur.

Analiz

- Standart kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler (örnek alımı: 40 mL),

- 1mL renkli reaktif çözeltisinin ilavesi,
- Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler 540 nm'dalga boyunda spektrofotometre ile ölçülür,
- Kalibrasyon çözeltileri, kör, kontrol noktaları, numune.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L N ya da mg/L NO₂ olarak ifade edilir.

1.3.5. Kalite İşlemi:YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan nitritlerin tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 26 777
<u>Muhafaza</u> - Cam veya polietilen şişede muhafaza edilir. - Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzme yapılır.	<u>Muhafaza koşulları</u> -Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılmalıdır. -2-5C ⁰ 'de en fazla 24 saat muhafaza edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır).
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10°C' de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 5°C ± 3°C veya 2 °C-5°C arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.002 mg/L N ya da 0.005 mg/L NO ₂	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L N ya da mg/L NO ₂

2. Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3. Amaç (Bkz. yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

- Spektrofotometre , pipet, mikropipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre, cam veya polietilen numune alma şişeleri

Reaktifler

- Deiyonize su
- Ortofosforik asit
- Renkli reaktif: 40 ± 0.5 g amino-4 benzensülfonamid + 100 ± 1 ml ortofosforik asit + 500 ± 50 mL deiyonize suda çözülür. 2 g n-naftil-1-diklorhidrat, diamino-1,2 etan, elde edilen solüsyonda çözündürülür ve deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır ve yaklaşık 4 °C'de saklanır.
- 100 mg/L ve 1 mg/L N kalibrasyon çözeltileri.

5 Uygulama

-Numuneler göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.

-40 mL örnek alınır.

-1 mL renkli reaktif çözeltisinden ilave edilir ve çalkalanır.

pH'ın 1.9 ± 0.1 olduğu kontrol edilir. 50mL'ye tamamlanır ve en az 20 dakika renklenmenin gerçekleşmesi için beklenir. Sıfır ayarı yapıldıktan sonra 540 nm dalga boyunda spektrofotometre ile ölçüm alınır.

Analitik aralığın, standart ve kontrol çözeltilerinin, referans çözeltilerinin , analiz edilecek numunelerin ve 10 numunede bir kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi okutulur.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini kalibrasyon eğrisine göre yapılır.

Sonuçlar mg/L N yada mg/L NO₂ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.3.6 Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.4. İyon Kromatografi ile Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ Ba²⁺ Tayini

(EN ISO 14911 iyon ayrışım iyon dozu: Su ve atık sularda uygulanabilen yöntem)

1.4.1. Amaç

Bu katyonların tayini ile Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺ ve K⁺ içeren sular, jeokimyasal ve fizikokimyasal açıdan nitelendirilmektedir.

Bu araştırmalar su içerisindeki kimyasal bileşikler ve insani kullanım amaçlı suların standartlara uygun olup olmadığı kontrol edilir.

1.4.2. Kapsam

Halk sağlığı açısından, kullanım sularında bu tür katyonların bulunması bir risk teşkil etmemektedir. İnsani kullanım amaçlı sularda Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺ ve K⁺ mg/L birimleri ile ifade edilir.

Bu bileşenler ile ilgili araştırmalar, sularda bu iyonların kaynağını belirlemeyi amaçlamaktadır.

1.4.3. Standartlar

İyon Kromatografi ile Li⁺, Na⁺, NH₄⁺, K⁺, Mn²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺, Sr²⁺ ve Ba²⁺ iyonlarının tayini : Su ve atık sularda uygulanabilen yöntem)

1.4.4. Prensip

İyonların ayırımı sıvı kromatografi yöntemiyle ayırma kolonları kullanılarak yapılır. Durgun faz olarak düşük kapasiteli katyon değiştirici ve eluent olarak monobazik ve dibazik asitleri tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Tespit işlemi yaygın olarak kullanılan iletkenlik dedektörü ile yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen şişelere alınır.

Göz açıklığı 0.45 µm olan filtrelerden süzülen numunenin pH'ı 3 ± 0.5 olacak şekilde nitrik asit ile asitlendirilir.

Numuneler nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6°C arasında soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir. Numuneler en kısa sürede analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Stok çözelti
- Analizi yapılan katyonlar: 0,1-1 mg/L K^+ , Mg^{++} , Na^+ ve NH_4^+ ; 0,2-2 mg/L Ca^{++}
- 1 g/L ana stok çözeltiden K^+ , Na^+ , NH_4^+ kalibrasyon çözeltileri hazırlanır. 0.001 mol/L HNO_3 ile asitlendirilmiş 1 g/L ana stok çözeltisinden Ca^{++} , Mg^+ çözeltileri hazırlanır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri ana stok çözeltiden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Kalibrasyon çözeltisi, kör, kontrol çözeltileri ve numuneler
- İyon kromatografisi ile iyonların ayrılması
- İyonların tespiti iletkenlik dedektörü ile yapılır.
- Analitik ayırımı gerçekleştirme: standartlar, kontrol noktaları, numune, değerlendirme

Bileşenleri tanımlama

- İyonlar kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir

1.4.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, atık ve insani tüketim amaçlı sularında Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} ve Ba^{2+} katyonların tayininde kullanılır.	Referans standardı - EN ISO 14911
Muhafaza - PTFE veya polietilen şişeler kullanılır. - 0.45 μm diyaframda filtreden süzülür. - pH 3.0 ± 0.5 olacak şekilde nitrik asit ile asitlendirme yapılır.	Analizden önceki muhafaza süresi - $4^\circ\text{C} - 6^\circ\text{C}$ 'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm koynetrnırlarla veya $\leq 10^\circ\text{C}$ 'ye soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar $4^\circ\text{C} - 6^\circ\text{C}$ 'ki soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.1 ile 0.5 mg/L arasında	Sonuçların ifade edilmesi mg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipte (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

-Pipetler, mikro pipetler, etüv, desikatör, ölçülü balon, 0.45 μm göz açıklığı olan filtreleme cihazı, polietilen ve PTFE numune alma şişeleri

- İletkenlik dedektörlü iyonik kromatografi cihazı
- Ayırma kolonu, ön kolon

Reaktifler

- 0.1 µS / cm' lik deiyonize su
- Gaz: helyum
- 1 g/L'lik standart çözeltiler Ca²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺, NH₄⁺
- 0.02 mol/L sülfonikmetan asit çözeltisi eluent olarak kullanılır.

5 Uygulama

Numuneler göz açıklığı olan 0.45 µm filtreden süzülür.

Kromatografik sistemin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığı: Kalibrasyon çözeltileri, analiz edilecek numuneler, 10 numunedan sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

6 Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analizi yapılır.
- Numunenin çalışma aralığı belirlenir; numunenin belirlenen standart aralığında olup olmadığı kontrol edilir.
- Standart aralığında bir kontrol çözeltisi okutulur.
- Korelasyon katsayısının kontrolü yapılır.
- Numune alımı için kullanılan şişelerin serilerinin kontrolü (numaralandırma kontrolü) yapılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Gerektirdikleri	Laboratuvar Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.4.6. Analiz Maliyeti

30 € ile 60 € arasında

1.5. Klorür Tayini

(ISO 9297: Klorür Tayini-Kromat indikatörü yanında gümüş nitrat ile titrasyon: Mohr Yöntemi)

1.5.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler suların jeokimyasal ve hidrojeolojik olarak nitelendirmesini amaçlamaktadır.

Klorür'ün araştırmasıyla su içerisindeki kimyasal bileşikler ve insani tüketim amaçlı suların standartlara uygun olup olmadığı belirlenmektedir.

1.5.2. Kapsam

Halk Sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sularda klorür iyonunun bulunması, bu sulara tuzlu suların karıştığını göstermektedir. İnsani tüketim amaçlı sulardaki klorür miktarı 250 mg/L'yi aşmamalıdır. Bu iyonların araştırılması, ham sulardaki veya insani tüketim amaçlı suların sanayi kökenini, tuzlu su karışması sonucu oluşan ya da jeokimyasal olarak değerlendirilen kontaminasyonların saptanmasını sağlamaktadır.

1.5.3. Standartlar

Klorür Tayini (ISO 9297: Kromat indikatörü yanında gümüş nitrat ile titrasyon: Mohr Yöntemi)

1.5.4. Prensip

Klorür iyonları gümüş iyonları ile reaksiyona girerek gümüş klorür katısı oluşur. Bu reaksiyona göre klorür iyonlarının miktarı belirlenir. Gümüş iyonlarının fazlası eklenir ve bu iyonların fazlası kromat iyonları ile kahverengi kırmızı karışımı gümüş kromat bileşimini oluşturur.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler deiyonize sudan geçirilmiş PTFE ya da polietilen kaplı şişelere alınır.

Nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6°C arasında soğutulmuş bir kapta, ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir. Bunlar göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- 1 g/L Cl⁻ ana stok çözeltisinde kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.
- Kalibrasyon aralığı: 5 mg/L – 400 mg/L

Titrasyon

0.02 mol/L klorür kalibrasyon çözeltisinden 100 mL alınır.

1 mL potasyum kromat çözeltisi eklenir ve 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisiyle kırmızı kahve rengi olana kadar titre edilir.

Analiz

100 mL numune alınır.

1 mL potasyum kromat solüsyonu eklenir ve 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisiyle kırmızı kahve rengi olana kadar titre edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L Cl⁻ olarak ifade edilir.

1.5.5. Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ

0. Düzeltme

Düzeltme: Basitleştirilmiş yazı.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu yöntem, tatlı sulardaki klorür'ün tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9297
<u>Muhafaza</u> -Numune polietilen ya da PTFE kaplı şişelere alınır. -Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülür.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'ki soğuk odada tutulmalıdır.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 5 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L Cl

2 Güvenlik

<u>ÖNLEMLER VE GÜVENLİK</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensipte (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

25 mL büret, pipet, etüv, desikatör, balon joje, göz açıklığı 0.45 µm' lik membran filtre, polietilen ve PTFE kaplı numune alma şişeleri.

Reaktifler

- Deiyonize su
- 1 g/L Cl stok çözelti
- 0.02 mol/L gümüş nitrat çözeltisi: Kurutulmuş gümüş nitrattan 3.3974 g tartılarak deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.
- 0.02 mol/L klor ve sodyum çözeltisi: Kurutulmuş sodyum klorürden 1.1688 g tartılarak deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.
- 100 g/L potasyum kromat çözeltisi: 100 mL su içine 10g potasyum kromat ilave edilir.
- 0.1 mol/L Nitrik asit
- 0.1 mol/L sodyum hidroksit çözeltisi

5. Uygulama

Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtre ile süzülür.

Analitik aralığı: kalibrasyon çözeltileri, kör analiz, analiz edilecek numuneler, 10 numuneden sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Numunelerin pH'nın 5 ile 9 arasında olduğu kontrol edilmelidir.

1 mL potasyum kromat indikatör çözeltisi eklenir.

Çözelti kırmızı kahve renk gözlenene kadar gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilir.

Sodyum klorür çözeltisi kontrol olarak kullanılır.

Deiyonize su ile bir kör analiz yapılır.

6 Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analizi
- Çözeltinin kontrolü

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar tayini elde edilen titrasyon sonuçlarından yola çıkılarak, aşağıda belirtilmiş olan formüllerin kullanılmasıyla yapılır:

Klorür konsantrasyonu= $(V_s - V_b) \cdot c \cdot f / V_a$

V_s : Numune için harcanan gümüş nitrat çözeltisinin hacmi

V_b : Kör için harcanan gümüş nitrat çözeltisinin hacmi

c : mol/L şeklinde ifade edilen gümüş nitrat çözeltisinin bağıl konsantrasyonunun sodyum klorür çözeltisi ile belirtilmesi

f : Çevirme faktörü: 35453 mg/mol

V_a : Numunenin hacmi (100 ml)

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.4.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 8 € arasında

1.6. Suda Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini

(TS 8195 EN 1484 Standardı: Su Kalitesi-Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözünmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini)

1.6.1. Amaç

Toplam organik karbon (TOK), suda bulunan çözünmemiş organik madde ve çözünmüş karbon içeriğinin ölçüsüdür.

Bu maddeler yerel atık sulardan kaynaklanabilmektedir.

1.6.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sularda organik karbon bulunması bu suların organik maddelerle kontamine olduğunu göstermektedir. Organik karbon araştırmaları organik kontaminasyon kaynaklarının ortaya çıkarılmasına olanak tanımakta ve ham sular veya insani tüketim amaçlı suların nitelendirilmesine katkıda bulunmaktadır.

1.6.3. Standartlar

Sulardaki toplam organik karbon maddeleri ile çözülmüş organik karbon maddelerin saptanmasına dayanır.

(TS 8195 EN 1484 Standardı:Su Kalitesi-Toplam Organik Karbon (TOK) ve Çözülmüş Organik Karbon (ÇOK) Tayini)

1.6.4. Prensipler

Numune 97°C'lik reaktöre enjekte edilir. Toplam organik karbon tayininden önce inorganik karbonları uzaklaştırmak için (karbonat, bikarbonat) numune asitlendirilir (fosforik asit ile) ve karbon dioksitsiz ve organik bileşik ihtiva etmeyen bir gaz geçirilerek inorganik karbonlar uzaklaştırılır: Organik maddelerin fazlası taşıyıcı azot gazı ile CO₂'ye dönüşür.

Daha sonra kuvvetli bir oksidan karışımı (sodyum persülfat/sodyum periodat) 97°C'deki reaktörde bulunan asitlendirilmiş numuneye ilave edilir: sıvı fazdan gaz fazına çıkarılmayan organik karbon CO₂'ye dönüştürülür.

Numune inert azot gazı ile temizlenir, CO₂ ile reaksiyona giren buharlaşmış gazlar sonucu organik karbon oksidasyonu gerçekleşir. Bu maddeler bir tüp üzerinde kurutulur ve kızıl ötesi bir analizöre yönlendirilir.

Atıl gazlar (azot) numuneye ilave edilir, geçiş gazı oksidasyon ile CO₂'den elde edilen organik karbon maddeleri, bir borudan geçirilerek kurutulur ve buradan da analizatöre yönlendirilerek gönderilir.

NCOP ölçülen organik karbondur.

Tanımlar

- **Toplam Karbon (TK)** = Suda bulunan elementel karbon, organik ve inorganik bileşiklerdeki karbonun toplamıdır.

- **Toplam Organik Karbon (TOK)** = Sudaki organik karbonun, çözülmüş veya askıda katı hallerinin toplamıdır. Toplam organik karbon içerisinde siyanat, elementel karbon ve tiyosiyanat da bulunabilir.

- **Çözülmüş İnorganik Karbon (TİK)** = Su içerisindeki elementel halindeki karbon , toplam karbondioksit, siyanür, siyanat ve tiyosiyanat karbonların toplamıdır.

- **Çözülmüş Organik karbon (ÇOK)** = Göz açıklığı 0.45 µm olan membran filtreden süzülen organik karbonların tamamıdır. Siyanat ile tiyosiyanat da bu değer içinde bulunabilir.

- **Uçucu Organik Karbon (UOK):** Gaz fazına dönüştürülebilen organik karbonlardır .

- **Uçucu Olmayan Organik Karbonlar (UOOK):** Gaz fazına dönüştürülemeyen organik karbonlardır.

Numune alma ve hazırlanması

Su numuneleri cam kaplara tamamen dolu olacak şekilde alınır ve biyolojik aktiviteden şüphelenilir ise sülfirik asit ile pH 2'ye ayarlanır. Numune karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.

Filtrasyon işlemi numune alımından sonra yapılmamış ise çözünmüş organik karbon tayininden önce çözünmemiş organik maddelerden arındırmak için göz açıklığı 0.45µm olan membran filtreden süzülür.(Filtrasyondan önce birkaç ml'lik numune ile filtre yıkanır.)

Kalibrasyon ve doğrulama

- Ölçüm aralığı: 0.5 mg/L – 10 mg/L
- 1 g/L TOK ana stok çözelti

Analiz

- Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması
- Numunelerin hazırlanması
- TOK- metrenin kalibrasyonu
- Numune analizi
- Kalite kontrolleri: kör analiz, çözelti kontrolü

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L C olarak ifade edilir

1.6.5. Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Metod, tatlı sulardaki organik karbonların tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9963-1
<u>Muhafaza</u> - Numuneler cam şişelere tamamen dolu olacak şekilde alınır (su numunesi pH'ı 2'olacak şekilde sülfirik asitle asitlendirilir) Numuneler karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C'de muhafaza edilerek en kısa sürede analiz edilmelidir. -Kör reaktif hazırlanmalıdır.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm koynetrnırlarla veya ≤10°C'ye soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Analize kadar laboratuvara gelir gelmez: 4°C - 6°C soğuk odada	

Ölçüm sınırı 0.5 mg/L	Sonuçların ifade edilmesi mg/L C
---------------------------------	--

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Araç ve gereçler:

- Karbon analizatör örn: 1010 OI-ANALYTICAL
- Oto-sampler, örn: 1051 OI-ANALYTICAL,
- WinTOC bilgisayar yazılımı örn: versiyonu 4.1.

0.1 mg hassasiyette terazi. (Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması için)

0.01 g'lik hassasiyette terazi (Oksidasyon reaktif çözeltilerinin hazırlanması için)

Reaktifler

"Analiz sırasında" saflık derecesi yüksek reaktifler kullanılmalıdır.

Reaktifler, kalibrasyon çözeltileri hazırlanırken ve seyreltmeler yapılırken deiyonize su kullanılmalıdır.

- azot kalitesi N50
- sodyum persülfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$
- sodyum periyodat NaIO_4
- % 85'lik ortofosforik asit
- potasyum hidrojenftalat $\text{C}_8\text{H}_5\text{O}_4\text{K}$

• Bakır fitalosiyenin tetrasülfonik asit (tetrasodyum tuzu, $\text{C}_{32}\text{H}_{12}\text{CuN}_8\text{S}_4\text{Na}_4$): 100mL balon jöjeye bu maddeden 0.0256g tartılır ve 70 mL'e deiyonize suda çözünür, son hacim deiyonize su ile 100mL'e tamamlanır.

DİKKAT: BU REAKTİF TOKSİKTİR

Bu çözelti 100 mg/L organik karbon (teorik değer) ihtiva eder.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de 2 hafta saklanır.

- **Persulfatlı oksidasyon reaktifi ve meta periyodat hazırlanması**

185 gram sodyum persulfat $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$ ve 15 gram sodyum metaperiyodat NaIO_4 tartılır.

Bu kimyasallar 1 litrelik balon joje içerisine konur ve taze deiyonize su ile hacim 1 litreye tamamlanır.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de 1 yıl saklanır.

- **Ortofosforik asit ile asitlendirme reaktifinin hazırlanması**

1 litrelik ölçekli balon joje içerisine 500mL'e deiyonize su konur. Üzerine %85'lik ortofosforik asit çözeltisinden 50 mL'e yavaşça ilave edilir ve son hacim deiyonize su ile 1 litreye tamamlanır.

Açığa çıkacak ısıya dikkat edilmeli ve çözeltinin etrafa sıçramamasına önem verilmelidir.

Bu çözelti maksimum $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de 1 yıl saklanır.

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri potasyum hidrojen fitalattan hazırlanmaktadır.

Çözeltilerin hazırlanmasında kullanılacak deiyonize su taze olmalıdır.

1000 mg/L' lik ana stok çözeltisi:

Yaklaşık 2,130 gram potasyum hidrojenfitalat (105°C 'de 1 saat kurutulur) tartılır.

Bu madde 1L'lik balon joje içerisine konur ve üzerine 500 mL deiyonize su ilave edilerek karışım homojen hale gelene kadar iyice karıştırılır. Daha sonra deiyonize su son hacim 1L'ye tamamlanır.

Bu çözelti maksimum. $4 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de 6 hafta saklanır.

10, 20 ve 100 mg/L kalibrasyon çözeltileri:

Aşağıdaki tabloda belli özgül hacimde kalibrasyon çözeltileri hazırlanması için 100 mL'lik balon jojeye alınması gereken hacimler verilmiştir

Kalibrasyon Çözeltilerinin Özgül Hacimleri($\text{mg}\cdot\text{L}^{-1}$ Karbon)	Ana Stok Çözeltilerinin Hacmi (mL)
10	1
20	2
100	10

20mg/L ve 100mg/L lik çözeltiler 4°C (± 2)' lik soğutucuda maksimum bir hafta saklanabilir.

2 mg/L Kalibrasyon çözeltileri:

100 mg/L'lık çözeltiden seyreltme ile 2 mg/L çözelti hazırlanır. (100 ml'lik balon jöje ye 100mg/L çözeltiden 2 ml ilave edilir ve saf su ile hacim 100 ml'ye tamamlanır. Bu şekilde 1/50'lik seyreltme yapılmış olur.

0,5 mg/L Kalibrasyon çözeltisi:

10 mg/L'lık çözeltiden seyreltme ile 0.5 mg/L çözelti hazırlanır. (100 ml'lik balon jöje ye 10 mg/L çözeltiden 5 ml ilave edilir ve saf su ile hacim 100 ml'ye tamamlanır. Bu şekilde 1/20'lik seyreltme yapılmış olur.

10 mg/L Bakır fitalosiyenin çözeltisi :

100 mg/L'lık bakır fitalosiyenin çözeltisinden 5ml'lik çözelti 50 ml'lik bir balon jöjeye konur ve deiyonize su ile tamamlanır.

10 mg/L'den düşük konsantrasyondaki bu çözeltiler her gün yeniden hazırlanmalıdır.

5. Uygulama

Bkz. <<COT Analizörü kullanım Prosedür>>

Partiküllü su numunelerinin analizleri için spesifik yöntemler kullanılmalıdır.

Partikülsüz su numunelerinin analizi için genel yöntemler kullanılmalıdır.

Analitik serinin kalibrasyonu:

Kalibrasyon çözeltileri ile çizilen grafik numunenin ölçüm aralığına giriyorsa ölçüm bu grafiğe göre yapılır.

Aşağıda verilen noktalar dikkate alınarak kalibrasyon yapılır :

- Kalibrasyon serisinden 0.5 mg/L'de iki ölçüm, 20mg/L'de organik karbon çözeltisinde iki ölçüm alınır.
- 100mg/L'de organik karbon çözeltisinde iki ölçüm alınır ve selülozun miktarı belirlenir.

Kalibrasyon serisindeki her bir nokta için 1000 mg/L ana stok çözeltisinden iki bağımsız kalibrasyon çözeltisi hazırlanır.

Analizi yapılacak numunelere aşağıdaki işlemler uygulanmalıdır:

- 2 kör (deiyonize su ile): Sistemin kirli olup olmadığı kontrol edilir .
- Kalibrasyon serisi oluşturulur.
- Sülfirik asitle asitlendirilmiş su numuneleri hazırlanır.
- 10 mg/L'lık bakır fitalosiyenin çözeltisi (teorik değer) hazırlanır

- Numune miktarı fazla ise, her 10 numunede bir kalibrasyon grafiği çizilir.

Her bir numune için 2 ölçüm alınarak sonuçların ortalamaları alınır.

Kalibrasyonun yapılmadığı analitik seriler

2 kalibrasyon serisinden analiz edilen numunelerin kapsamı:

- 2 kör (saf su ile): Sistemin kirli olup olmadığı kontrol edilir ve sistem bir kez sudan geçirilir.
- iki alan noktası (son ölçümün kontrolü):
- 0,5 te ve 20 mg/L iki ölçüm alınır.
- 100 mg/L iki ölçüm alınır.

Sonuçlarda en fazla %10'dan sapma kabul edilir. Sapma halinde ölçüm yeniden yapılmalıdır.

Büyük serilerde, her on numune bir kalibrasyon grafiği çizilir.

Numuneler için 2 tekrarın ardından ortalama belirlenir.

Kontrol standartları 0,5; 2; 20 ve 100 mg/L'dir.

Partiküllü su numunelerinin analizi (TOK Analizi)

TOK analizi filtre edilemeyen numunelerde yapılır.

Cihazın içerisine enjeksiyon yapılması esnasında, şişenin içerisindeki numune miktarıslı bir çubukla karıştırılmalıdır. Numunenin homojen hale getirilmesi için numune cihaza verirken uygun hızda karıştırılmalıdır. (bknz. cihaz üzerindeki komutlar)

Numune analizi için partiküllü su numunelerinin analiz metodunu (COT metre) kullanınız.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör kontrolü
- Her bir kalibrasyon sırasında, 10mg/L'lik bir karbon bakır fitalosiyenin çözeltisi analiz edilir. (teorik değer). Elde edilen sonuçlar kontrol kartına işlenir.
- Kontrol çözeltisi

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar litrede 1 mg/L karbon şeklinde ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
-------------------------	-------------------------------------	-----------

1.6.6. Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arası

1.7. Sulara Bulunan Permanganat İndeksi

(Standart NF EN ISO 8467: Permanganat indeksi yönetmeliği)

1.7.1. Amaç

Bu kimyasal parametre, organik kontaminasyon veya indirgen madde varlığının göstergesi olan organik maddelerin veya sudaki oksijen tüketen indirgen maddelerin varlıklarının belirlenmesini sağlamaktadır. Organik maddeler, evsel veya sanayi kökenli atık sulardan kaynaklanan indirgen madde varlığının göstergesidir.

1.7.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sulardaki organik karbon mevcudiyeti bu suların organik maddelerle kontamine olduğunun bir göstergesidir. Organik karbon araştırmaları organik kontaminasyon kaynaklarının saptanmasını ve insani tüketim amaçlı sularının üretiminde kullanılan suların ya da içme sularının nitelendirilmesini sağlamaktadır.

1.7.3. Standartlar

Sudaki Permanganat İndeksinin Tayini

(Standart NF EN ISO 8467: Su analizi. Sudaki permanganat indeksinin Tayini)

1.7.4. Prensip

Su numuneleri sıcaklığı 96°C ile 98 °C arasında olan asidik ortamda permanganat çözeltisi ile reaksiyona sokulur. Organik ve indirgen maddelerin sudaki oksijeni tüketim miktarları titrimetrik metod ile belirlenir.

Numune alma ve hazırlanması

Analizler H₂SO₄ ile asitlendirilmiş ham su ile yapılır. Numuneler analize kadar –20°C’ de dondurulur.

Kalibrasyon ve dođrulama

- Kalibrasyon aralıđı: 0.5 mg/L– 10 mg/L: Bu aralık numune seyreltilerek arttırılabilir.
- 1mg/L rezorsinol kalibrasyon çözeltisi

Analiz

Analiz, standartlara göre yapılır.

Kör analiz ve seyreltmeler için deiyonize su kullanılır.

Analizden önceki akşam numuneler derin dondurucudan çıkarılarak analize kadar çözülmeleri sağlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L O₂ olarak ifade edilir

1.7.5. Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu metod, tatlı sulardaki permanganat ile oksitlenebilen maddelerin tayininde kullanılmaktadır.	<u>Referans standardı</u> - EN ISO 8467
<u>Muhafaza</u> Numuneler tamamen doldurularak cam şişelere konmalıdır.(su numunesi pH'ı 2'den az sülfirik asitle asitlendirilmelidir.) Numuneler karanlık bir yerde 4°C'de muhafaza edilmelidir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C depolama sonrasında en kısa zaman içerisinde analizler yapılmalıdır. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Ulaşım süresi boyunca: ≤ 10°C sođutulmuş sođuk akümülatörlü eşsıcaklıkta araba ya da konteynırla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C - 6°C'ki sođuk odada tutulmalıdır.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.5 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> Permanganat indeksi: mg/L O ₂

2 Güvenlik

<u>ÖNLEMLER VE GÜVENLİK</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
------------------------------------	---

ATIKLAR	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.
----------------	--

3 Prensiip (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Laboratuvarın sürekli olarak kullandığı malzemeler

- 0,1 mg'lık hassasiyette terazi
- Kronometre
- Deney sırasında numuneleri 96°C ile 98°C'e arasında ısıtılmasını sağlayan termostatlı su banyosu.
- 0,02 ml oranlamayı sağlayabilen 10 mL'lik büret,
- KMnO₄ indeksi analizi için deney tüpleri (Tüplerin parmanganat ile yıkanması, 0,1 mL aralığı aşılmadıkça uygun görülmez)

Reaktifler

- Kimyasal reaktifler saf veya safa yakın olmalıdır.
- Deiyonize su referans kör ve seyrelmelerde kullanılmaktadır.
- Potasyum permanganat çözeltisi ticari olarak 20 mmol/L'dir. Bu çözeltiden 2 mmol/L'lik çözelti hazırlanmaktadır. Çözelti 6 ay saklanabilir.
- Diğer reaktifler ve çözeltinin hazırlanması: Analiz standardına göre yapılmaktadır.

5. Uygulama

ISO 8467 standardına dayanak yapılıır:

- Numuneler, kontrol çözeltileri ve kör çözeltileri hazırlanılır.
- Analizler ISO 8467 standardına göre gerçekleştirilir.
- Sonuçlar ISO 8467 standardına göre değerlendirilir.

6. Kontrol

Her numune serisinde, çeşme suyuna 1mg/L rezorsin analiz edilir. Kontroller iki defa tekrarlanmalıdır. KMnO₄ indeksi rezorsin solüsyonunda 1.63 ile 2.04 (karşılaştırınız, standart ile) olmalıdır. Kör analiz değeri 0.1 mL'yi aşmamalıdır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Permanganat indeksi sonuçları mg/L O₂ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.7.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 10 € arasında

1.8. Sudaki Toplam Alkalinit ve Bileşenleri İçin Uygulanan Potansiyometrik Yöntem

(Standart EN ISO 9963-1 Bölüm 1: Toplam alkalinit ve bileşenler yönetmeliği)

1.8.1. Amaç

Bu kimyasal parametreler, suları jeokimyasal açıdan nitelendirmeye ve hidrojeolojik etütlerle desteklemeye amaçlanmaktadır.

Alkalinit: Doğal sulara bulunan HCO_3^- ve CO_3^{2-} at iyonlarını nötrale eden H^+ iyonlarının miktarıdır.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 4,5 olan metil kırmızısı indikatörü ile belirlenir.: Suda bulunan HCO_3^- , CO_3^{2-} ve OH^- iyonları belirlenmektedir.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 8,3 olan fenolfitalin: Alkalinit genel olarak hidroksit ve karbonat iyonlarının yarısıdır.

1.8.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımında, insani tüketim amaçlı sularında karbonat ve bikarbonat iyonlarının herhangi bir riski olup olmadığı araştırılmaktadır. Bu iyonların araştırılması ile, insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan suların jeokimyasal açıdan nitelendirmesini amaçlanmaktadır.

1.8.3. Standartlar

Sudaki Toplam alkalinit ve bileşenler için uygulanan potansiyometre yöntemi (Standart EN ISO 9963-1)

Bölüm 1: (Toplam alkalinit ve bileşenler yönetmeliği)

1.8.4. Prensipte

Numune, dönüm noktaları pH'ları 8,3 ve 4,5 olan bir asit çözeltisi ile asitlendirilir. Numunenin 8,3 ve 4,5 dönüm noktalarında saptanmış bulunan değerlerde asitlendirilmiş çözelti

yardımları ile kalibrasyon yapılır. Bikarbonat, karbonat ve hidroksitlerin dönüm noktaları titrasyon veya potansiyometrik yöntem ile belirlenir. pH'ı 8.3'te olan dönüm noktasında karbonat konsantrasyonu belirlenir. pH 8,3 dönüm noktasında CO₂ ve CO₃²⁻ eşdeğerlik derişimleri birbirine eşittir. Bu dönüm noktasında yaklaşık tüm hidroksitler ve CO₃²⁻'in yarısının miktarı belirlenir. pH=4,5 dönüm noktasında hidrojen ve bikarbonat eşdeğerlik noktalarının konsantrasyonları eşittir. Böylece numunelerin toplam alkalinit tayini gerçekleştirilir.

Tanımlar:

Alkalinit: Doğal sulara bulunan HCO₃⁻ ve CO₃²⁻ iyonlarını nötrale eden H⁺ iyonlarının miktarıdır.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 4,5 olan metil kırmızısı indikatörü ile belirlenir. Suda bulunan HCO₃⁻, CO₃²⁻ ve OH⁻ iyonları belirlenmektedir.

Alkalinit dönüm noktası pH'ı 8.3 olan fenolftalin indikatörü ile belirlenir. Alkalinit genel olarak hidroksit ve karbonat iyonlarının yarısıdır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler tamamen doldurulan polietilen şişelere alınır.

Numuneler karanlık bir yerde 4 °C muhafaza edilmektedir.

Numuneler 4 °C-6°C'ye soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak tutularak taşınmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon aralığı: 5 mg/L – 400 mg/L
- 1 g/L Cl⁻ ana stok çözeltisi

Adlandırma

Gümüş nitrat solüsyonunun adlandırılması, klor ölçekli solüsyon aracılığıyla gerçekleşir.

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Adlandırma
- Numunelerin Analizi

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L Cl⁻ olarak ifade edilir.

1.8.5. Kalite İşlemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ

o Değişikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> -Metod tatlı sulardaki alkanitlerin tayininde kullanılmaktadır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9963-1
<u>Muhafaza</u> - Polietilen veya PTFE şişelerde muhafaza edilir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 4° C – 6 °C depolama sonrasında en kısa zaman içerisinde analizler yapılmalıdır. -Kör reaktif hazırlanmalıdır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyon kontrolü yapılmalıdır. (Kör kontrolü yapılmalıdır)
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^{\circ}$ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C - 6°C'ki soğuk odada tutulmalıdır.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 5 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L HCO_3^- , CO_3^{--} ve OH^-

2 Güvenlik

<u>ÖNLEMLER VE GÜVENLİK</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromotografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiptir (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Titrimetre, 20 ml oranlı veya bu oranı sağlayabilen 20 mL' lik büret.

- Referans pH elektrodu veya renkli indikatör
- Mikropipetler
- Titrimetre için polietilen şişeler
- 0.1mg ile aynı veya eş değer ölçü

Reaktifler

- N/10 (0.1 mol/L) hidroklorik asit

25 mL sodyum karbonat çözeltisi (1 litre suda 2.65 g ± 0.20 g, başka bir ifade ile 0.025 mol/L çözeltisi) polietilen titrimetre şişesine ilave edilir ve üzerine 25 mL su ilave edilir.

Numuneye 20 mL'lik büret ile 0,1 mol/L'e HCl çözeltisinden pH 4.5 oluncaya kadar asit ilave edilir.

pH 4.5'ı ayarlamak için eklenen 0.1 mol/L'e HCl'in V_2 hacmini (**M değeri**) not ediniz.

TA-TAC'ın belirlenmesinde N/100 hidroklorik asit kullanmak gerektirdiği zaman, asidin konsantrasyonunu belirlemek için 50 mL'ye tamamlanmış 2,5mL standart çözeltisi alınır.

- N/100 hidroklorik asit çözeltisi (0.01 mol/L): N/10'luk HCl'in çözeltisi 1/10'a seyreltilmektedir.

Gerçek konsantrasyonu aşağıdaki gibi belirlenir:

$$c(\text{HCl}, 0.1 \text{ veya } 0.01) = m \times V_1 / 53 \times (V_2 - V_3)$$

m: Standart çözeltinin hazırlanması için tartılan sodyum karbonatın gram olarak kütlesidir. (2.65 g ± 0.20 g).

V_1 : Standart sodyum karbonat çözeltisinin mL olarak hacmidir.

V_2 : HCl, 0.1 veya 0.01 mol/L çözeltisinin mL olarak hacmidir.

V_3 : Kör analiz sırasında tüketilen 0.1 veya 0.01 mol/L hidroklorik asit çözeltisinin hacmidir.

Kör analizi

DL 25'in polietilen şişesine 50 mL deiyonize su alınır.

pH'ı 4.5 oluncaya kadar hidroklorik asit çözeltisi ilave edilir.

Bu amaçla ilave edilen HCl çözeltisinin hacmi (V_3)(M değeri) not edilir.

TA-TAC'ın belirlenmesinde N/100 hidroklorik asit kullanmayı gerektirdiği zaman, kör değerini yukarıda anlatıldığı gibi belirleyiniz.

- RADIOMETER COPENHAGEN (COFRAC bağlantılı çözelti) markalı pH tampon çözeltileri
- Yeni alınmış deiyonize su
- renkli gösterge:

pH 4.5'de dönüm noktası: 100 mL etanol çözeltisi > % 90 etanol çözeltisinde metil kırmızısı (0.015 g ± 0.002 g) – bromokresol yeşili (0.2 g ± 0.005 g)

pH 8.3'de dönüm noktası: 100 mL etanol çözeltisi > % 90 etanol çözeltisinde fenolftalein (1 g ± 0.1 g)

5. Uygulama

Potansiyometrik metot:

- pH'ı 4 olan tampon çözeltisi ile titratör üzerine yerleştirilir Elektrod önceden ayarlanır.
- Kalibrasyon: Cihaz tarafından verilen sinyallere göre, pH'ı 4 olan tampon çözeltisi ardından da pH 7 olan çözelti okutulur.

Ölçüm: Titratörün polietilen şişesine (=V₄), 50 mL kadar numune alınır (veya yeterli hacimde). Gerektiğinde, deiyonize su ile 50 mL'ye seyreltilir.

Otomatik titraji başlatılır.

Her iki denkliğin V₅ (P) ardından V₆ (M).hacimleri not edilir.

Titrimetrik metot:

- Bir polietilen şişesine, 50 mL veya yeterli hacimde numune alınır (V₄). Gerektiğinde, deiyonize su ile 50 mL'de tamamlanır. 0.1 mL fenolftalein çözeltisi ilave edilir. Eğer pembe renk gözlenmiyor ise alkalinit bileşikleri numunede yoktur sonucuna varılır. Pembe renk gözleniyor ise, HCl çözeltisi ile pembe renk kaybolana kadar titrasyona devam edilir. Harcanan HCl asit çözeltisinin hacmi (V₅) not edilir.
- Toplam alkalinite'nin belirlenmesi: 0.1 mL bromokresol yeşil metil kırmızısı çözeltisi eklenir. Dönüm noktasında gri'li (V₆) yeşil-mavi renk gözlenene kadar HCl çözeltisi ile titre edilir.

6. Kontrol

Gerçekleştirilen kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kör analiz
- Asit çözeltilerinin kontrolü
- Kontrol çözeltileri

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Nicelleme, aşağıda verilen formül kullanılarak yapılmaktadır.

TA veya komposit alkalinite hesabı

pH 8.3'de saptanabilir bileşimli alkalinite mmol/L olarak $TA = c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

Fransız derece olarak $TA = 5 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

CO₃ mg/L olarak $TA = 30 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_5 \cdot 1000 / V_4$

$c(\text{HCl})$ = Kullanılan hidroklorik asitin litre başına mol olarak ifade edilen gerçek konsantrasyonu

7.2. TAC veya toplam alkalinite hesabı

pH 4.5'de saptanabilir bileşimli alkalinite mmol/L olarak $TAC = c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

Fransız derece olarak $TAC = 5 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

HCO₃⁻ mg/L olarak $TAC = 61 \cdot c(\text{HCl}) \cdot V_6 \cdot 1000 / V_4$

$c(\text{HCl})$ = Kullanılan hidroklorik asitin litre başına mol olarak ifade edilen gerçek konsantrasyonu

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	Laboratuvarın yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.8.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 8 € arasında

1.9. Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Na⁺, K⁺ Katyonların Tayin Edilmesi için Diğer Metotlar

Ca⁺⁺, Mg⁺⁺, Na⁺, K⁺ katyonları aynı anda iyon kromatografisi ile tayin edilebileceği gibi aşağıda verilen diğer metotlar ile de analiz edilebilmektedir.

Ca⁺⁺, Mg⁺⁺

- EN ISO 7980 Standardı "Su Kalitesi – Kalsiyum ve Magnezyum oranı – Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresi Metodu": Konsantrasyonu 0,1 mg/L ile 100 mg/L arasında olan yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu ölçüm aralığı, numunelerin seyreltilmesi ile genişletilebilir.
- EN ISO 11885 Standardı: Bu metod, 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığındaki konsantrasyonlar için, atomik emisyon tekniğini kullanılır ve yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu ölçüm aralığı, numunelerin seyreltilmesi ile genişletilebilir.

- ISO 6058 “Su Kalitesi- Kalsiyum ve Magnezyum Oranı- “EDTA ile Titrimetrik metod” ve ISO 6059 “Su Kalitesi- Kalsiyum ve Magnezyum oranı- “EDTA ile Titrimetrik Metod”. Bu metotlar ile, 5-500 mg/L aralığındaki Ca⁺⁺ ve Mg⁺⁺ konsantrasyonları belirlenir.
- Na⁺, K⁺:
 - ISO 9964-3 ve ISO 9964-1/2 Standartları: Bu metotta alev emisyon spektrometresini ve atomik absorpsiyon spektrometresi kullanır ve 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.
 - ISO 11 885 Standardı: Bu metotta, plazma iyonizasyon kaynağı ile birlikte atomik emisyon spektrometresi kullanır ve 0,1 mg/L ile 1000 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.
 - ISO 17294 Standardı: Bu metod, kütle spektrometresinde plazma iyonizasyon kaynağını kullanır ve 0,1 mg/L ile 2 mg/L aralığında yüzey sularına, yer altı sularına ve kullanma sularına uygulanır. Bu aralık, numunelerin seyreltilmesi ile daha da genişletilebilir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, polietilen şişelere alınır.

Numuneler, göz açıklığı 0,45 µm olan filtre ile süzülür. Numune pH=3±0,5 olacak şekilde nitrik asit ile asitlendirilir.

Nakliye sırasında, ışıktan uzak bir yerde, 4 ile 6 °C’de soğutulmuş olarak taşınmalıdır.

Numune en kısa zamanda analiz edilmelidir.

1.10. Bulanıklık Saptaması

(Standart ISO 7027: Bulanıklık Saptaması)

1.10.1. Amaç

Bu parametre süspansiyon halindeki maddelerle oluşan kontaminasyonların ortaya çıkarılmasını sağlamaktadır.

1.10.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından, insani tüketim amaçlı sularda büyük miktarda bir bulanıklık gözlenmesi, bu suların yağmur suları veya atık sular ile kontamine olduğunu göstermektedir. Bu parametrenin saptanması insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan suların görünüşlerinin hızlı bir şekilde nitelendirilmesine olanak sağlamaktadır.

1.10.3. Standartlar

Bulanıklık Saptaması (Standart: ISO 7027: Bulanıklık Saptaması)

1.10.4 Prensip

Bulanıklık, suda dağılan ışığın yoğunluğuna (az düzeyde bulanıklık olması hali) veya suyun içinden geçen ışığın zayıflığına göre ölçülür (çok yoğun sular).

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplı ya da cam şişelere alınır.

Numuneler 4 °C'de ışıktan uzak tutularak saklanmalıdır.

Nakil süresi boyunca, numuneler 4 °C ile 6 °C' de soğutulmuş bir kaptaki, ışıktan korunarak muhafaza edilmelidir. Numuneler maksimum 24 saat içinde analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon aralığı: 0.5 – 40 FNU

Formazin ana stok çözeltisi: 400 FNU

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Kalibrasyon
- Numunelerin analizi

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar FNU olarak ifade edilir.

1.10.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartı</u>
Bu yöntem, tatlı sularda bulanıklık tayininde kullanılır.	ISO 7027

<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	<u>Muhafaza Koşulları</u> - Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılmalıdır. - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya $\leq 10^{\circ}$ de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C ile 6°C arasında soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.2 FNU	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> FNU birimi

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

Prensip (bkz. yukarı)

Materyal, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

Türbidimetre cihazı, ölçekli şişeler

Reaktifler

- Deiyonize su
- Formazin ana stok çözeltisi: 4000 FNU
- Formazinin kalibrasyon çözeltileri: 0.5 – 40 FNU

5. Uygulama

Kalibrasyon çözeltileri ve numuneler cihazlar üzerinde belirtilen talimatlara göre yapılır.

6. Kontrol

Yapılmakta olan kontroller aşağıda belirtilmektedir:

- Kör analizi
- Çözelti kontrolü

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar FNU olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.10.6 Analiz Maliyeti

3 € ile 6 € arasında

1.11. İletkenliğin Saptanması

(Standart EN 27888: İletkenliğin Saptanması)

1.11.1. Amaç

Bu kimyasal parametre suların mineral içeriğinin değerlendirilmesinde kullanılmaktadır.

1.11.2. Kapsam

Halk sağlığı bakımından suların iletkenliğinin yüksek olması, doğal olarak çözünmüş tuz bulunmasını (örn : tuz halinde mineral gibi) ve yüksek miktarda tuz içeren sularla içme sularının kontaminasyon olduğunun göstergesidir. Bu parametrenin saptanması insani tüketim amaçlı su üretiminde kullanılan suların ve içme sularının mineral içeriğinin belirlenmesini sağlamaktadır.

1.11.3. Standartlar

İletkenlik Tayini (Standart EN 27888: İletkenlik Tayini)

1.11.4 Prensip

Sıvı çözeltilerin iletkenliği 25°C'de iletkenlik özelliğine sahip kondüktimetre ile belirlenmektedir.

Suların iletkenliği suda bulunan iyonların iletkenliği göz önünde bulundurularak aşağıdaki faktörlere göre belirlenmektedir:

- iyonların konsantrasyonu
- iyonların cinsi
- çözelti sıcaklığı
- çözeltinin viskozitesi

Laboratuvarda kullanılan kondüktimetre, sıcaklığın otomatik düzeltilmesini sağlayacak özellikte olmalıdır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplara ya da cam şişelere alınır.

Numuneler 4 °C'de ışıktan uzak tutularak muhafaza edilmelidir.

Numuneler taşıma süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş ışıktan uzak kapalı bir alanda muhafaza edilmelidir.

Numunelerin muhafaza süresi maksimum 24 saattir.

Kalibrasyon ve doğrulama

20 µS - 2000 µS arasında ölçüm yapılır.

Kalibrasyon çözeltileri:

0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisi: 7.456 g potasyum klorit (105°C'de, 2 saat kurutulur) suda çözülerek son hacmi 1000mL'ye tamamlanır. Suyun teorik iletkenliği 25 °C' de 18900 µS/cm'dir.

Çözelti 1 yıl muhafaza edilebilmektedir.

Analiz

- Numunelerin hazırlanması
- Kalibrasyon
- Numunelerin analizi

20 µS/cm üzerindeki iletkenlik

Cihazın sabit hücreninin 0.609 cm⁻¹ e ayarlanmış olup olmadığı kontrol edilir. (manuel ayarlama). Kondüktimetrenin referans sıcaklığı 25°C' ye ayarlanır.

0,1 mol/L KCl çözeltisine çalkalamadan iletkenlik probu daldırılır.

µS/cm olarak okunan iletkenlik ve sıcaklık kaydedilir.

İletkenlik probunu çıkarılıp dikkatlice kurulanır.

Aynı şekilde 0.001 mol/L KCl çözeltisine daldırılarak yukarıdaki işlemler uygulanır.

Her bir numune yaklaşık 25mL'lik plastik tüplere konur. 0.1-0.001 mol/L potasyum klorür çözeltisi ile en az 20°C'deki su banyosunda 30 dakika ısıtılır.

Numuneleri su banyosundan çıkardıktan sonra mümkün olan en kısa zamanda analiz edilir.

Her bir kalibrasyon serisinde cihazın otomatik sıcaklık değişikliğine bağlı olarak okunan iletkenlik dikkate alınır.

20 µS/cm' den düşük olan iletkenlik

Sabit hücre manuel olarak 0.1 cm⁻¹'e ayarlanır.

Küvette iletkenliği ölçülen çözelti konur ve iletkenlik sabitlendiğindeki değer okunur.

Düşük iletkenlik özelliğine sahip numunelerin atmosferle teması en aza indirilir.

1.11.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım.

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu yöntem, tatlı suların iletkenliğini belirlemede kullanılır.	<u>Referans standardı</u> EN 27888
<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	<u>Muhafaza koşulları</u> - Numune alımından sonra mümkün olan en kısa sürede analiz yapılmalıdır. 4° C – 6 °C'de muhafaza edilmelidir. - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'de soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 25 °C'de 2 µS/cm	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> 25 °C'de µS/cm

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR:</u>	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Prensip (bkz. Yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

-Kondüktimetre

-20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ üzeri iletkenler için iletkenlik probu

-20 $\mu\text{S}/\text{cm}$ altındaki iletkenler için iletkenlik probu (örn. Deiyonize su)

-Plastik tüp

-Cam malzemeler

-0.1 mg hassasiyete terazi

Reaktifler

-Deiyonize su

Kullanılacak kalibrasyon çözeltileri: 0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisi: 7.456 g potasyum klorit (105°C 'de, 2 saat kurutulurak, desikatöre konulur) suda çözülerek son hacmi 1000 mL'ye tamamlanır. Suyun teorik iletkenliği 25°C ' de 18900 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir.

Çözelti 1 yıl muhafaza edilir.

0.01 mol/L potasyum klorür çözeltisi : 0,1 mol/L potasyum klorit çözeltisinden 5 mL alınır ve 50 mL'lik balon jodede seyreltilir. 25°C 'de teorik iletkenliği : 1410 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir.

0,001 mol/L potasyum klorür çözeltisi: 0,01 mol/L'lik çözelti atmosferle teması en aza indirmek için taze alınmış deiyonize su ile 1/10'a seyreltilir. Bu çözeltinin 25°C 'de teorik iletkenliği 1410 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'dir. Bu çözeltiler her analiz için hazırlanır.

5. Uygulama

Kalibrasyon ve ölçümler cihazların üzerinde belirtilmiş olan talimatlara göre yapılmalıdır.

6. Kontrol

Yapılmakta olan kalite kontrolü aşağıda verilmiştir:

- Kontrol için, 0.01 mol/L ve 0,001 mol/L potasyum klorür çözeltileri numune olarak okutulur ve kontrol kartlarına not edilir.
- Her 10 ile 20 numunede bir potasyum klorür kontrol çözeltileri okutulur.

- Deiyonize suyun iletkenliđi 0.1 $\mu\text{S}/\text{cm}$ 'den dűşűk olmalıdır.

7. Hesaplama ve sonuđların ifade edilmesi

Sonuđlar 25 °C' de $\mu\text{S}/\text{cm}$ olarak ifade edilir.

8. Standartlara gűre ayırım

Standardın ngűrdűkleri	Laboratuvar Yaptđđ Deđiřiklikler	Dođrulama
	Yok	

1.11.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 6 € arasında

1.12. pH Tayini

(Standart ISO 10523: Su kalitesi, pH cam elektroduyla elektrometrik metod)

1.12.1. Amaç

Bu parametrenin incelenmesinin amacı, suyun asidik, bazik veya nűtr zelliđinin saptanmasıdır.

1.12.2. Kapsam

Halk sađlıđı bakımından, suların pH'nın yűksek olması (pH 8,5), dűřűk alkalik (Karbonat veya hidrokisit ierikli) veya asidik (bikarbonat ieriđi dűřűk, serbest karbondioksit ieriđi) sularla (pH 6.5'ten dűřűk) ilgilenmektedir.

1.12.3. Standart

pH Yűnetmeliđi (Standart ISO 10523: Suyun kalitesi. Cam elektrodlu pH iin elektrometrik standart)

1.12.4. Prensip

pH, pH cam elektrodu ile NFT90-008 standardına gűre lűm yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler polietilen kaplı řiřelere alınmalıdır.

Numuneler laboratuvara geldikten sonra en kısa zamanda analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve dođrulama

Kalibrasyon çözeltilerinden 25 mL alınarak pH'ı 4-9 aralığında hazırlanır.

pH metre, sıcaklığı 20 °C'e olan pH 4, 7 ve 9 standartları ile kalibre edilir.

Numunelerin pH 20 °C'de okunmalıdır.

Analiz

-Numunelerin hazırlanması

-pH metre, sıcaklığı 20 °C'e olan pH 4, 7 ve 9 standartları ile kalibre edilir.

-25 mL'e numune alınarak 20 °C'de pH ölçülür.

pH değeri 11' den yüksek olan numuneler için;

Numunelerin pH değeri 11 den yüksek olduğu durumlarda aşağıdaki işlemler uygulanır:

- pH 12 olan tampon çözeltisi numune gibi okutulur. 0,1'lik fark olabilir. Aksi halde pH 7, 9 ve 12 tampon çözeltileri ile ölçüm tekrarlanır.
- Numune serisinde, ölçümlerin pH 7, 9 ve 12 tampon çözeltileri ile yapılması önemlidir.

1.12.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

o. Deđişiklikler

Deđişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu yöntem, pH değeri 4 ve 12 olan tatlı suların tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı</u> - ISO 10523
<u>Muhafaza</u> - Polietilen ya da PTFE kaplı şişelerde muhafaza edilir.	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> 4° C – 6 °C'de muhafaza edilmelidir. - Muhafaza süresi maksimum 24 saattir
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'de soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
<u>Ölçüm sınırı</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> 20 °C'de pH biriminde

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler

- pH/ iyonmetre
- referans elektrot
- sıcaklık probu
- magnetik karıştırıcı
- Magnetik tartı
- Plastik borular

Reaktifler

-Deiyonize su

-20°C' de pH değeri 4, 7, 9 ve 12 olan tampon çözeltiler.

5. Uygulama

pH kalibrasyon çözeltileri standartlara göre hazırlanır.

Her analizden önce pH metre 25 mL'lik pH 4, 7, 9 ve 12 olan dört tampon çözelti ile kalibre edilir.

25 mL numune alınır.

Numunenin pH'ı $20 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de ölçülür.

6. Kontrol

- Çözeltiden 10- 20 analiz yapılır.
- Deiyonize suyun iletkenliği 0.1 pH birim değerinden düşük olmalıdır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar 20°C ' de pH olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	Laboratuvar yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.12.6. Analiz Maliyeti

3 € ile 6 € arasında

1.13. Ortofosfat Tayini (EN 1189)

1.13.1. Amaç

Bu inceleme ile tarım, sanayi gibi alanlardan veya evlerden çıkan ortofosfat ve hava kirletici bazı iyon indikatörlerinden olan ortofosfat araştırılmaktadır.

Bu araştırma ile insani tüketim amaçlı suların içilebilirlikleri açısından standartlara uygunluğunun denetlenmesini amaçlamaktadır.

1.13.2. Kapsam

Başka indikatörlere bağlı ortofosfat ölçümü ile (DCO, NTK, MES, ...) atık suların ve içme suyu üretimi için kullanılan suların, enfeksiyon kaynakları belirlenir.

1.13.3. Standartlar

Ortofosfat Tayini (EN 1189)

1.13.4. Prensip

Ortofosfatlar, amonyum molibdat ile fosfomolibdik bir kompleks oluşturur ve spektrofotometrik metot ile incelenir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler, nakil süresi boyunca, 4 °C ile 6 °C'de soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ortofosfat miktarı, 0.05 mg/L – 2mg/L konsantrasyon aralığında çizilen kalibrasyon grafiğine göre belirlenir.

Analiz

Reaktiflerin hazırlanması :

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6) : 10 g askorbik asit 100 mL deiyonize suda çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8) :

A Çözeltisi : 6.5 g NH₄ tetrahidrat heptamolibdat 50 mL deiyonize suda çözülür.

B Çözeltisi : 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu 50 mL deiyonize suda çözülür.

1/2 seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'e A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu solüsyon 2 ay kararlıdır.

- Sodyum tiyosülfat : 100 mL deiyonize su içerisine 1,20 g sodyum pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g anhidrat karbonat (muhafaza aşamasında) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta boyunca kararlıdır.
- Asit Molibdat II : bkz. Standart 3.1.8 paragrafı

- 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır, mavi renk oluşuncaya kadar 10-30 dakika arasında karanlıkta bekletilir ve 880 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçüm alınır.

Kullanım esnasında hazırlanan kalibrasyon eğrisi, bir PO₄³⁻ 1g/L ana stok standart çözeltiden 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L konsantrasyonda kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Not 1:

Arsenik varlığında : 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10 -30 dakika arasında bekletilir ve spektrofotometrede okuma yapılır. Aynı koşullarda bir kalibrasyon grafiği çizilir. Numunelerde büyük miktarlarda As (V) nadiren bulunur. Arsenik miktarı talep edildiğinde veya zehirlenme durumunda arsenik tayini yapılır.

Not 2 :

Eğer numune renkli veya bozulmuş ise: 5 mL numuneye ve bu etkiyi ortadan kaldıracak 375 µL reaktif ilave edilir. (NF EN 1189 standart 3-1-9).

Absorbans ölçülür : Numuneler ölçülen absorbanslarına göre değerlendirilir

1.13.5 Kalite işlemi: Yöntem İŞLEYİŞİ

o Düzeltme

Düzeltme : basitleştirilmiş yazı

1 Yöntem

Uygulama alanı Bu metot, 0,1 mg/L'den yüksek PO ₄ ³⁻ içeren suların ortofosfat tayininde kullanılır.	Referans standardı -EN 1189
Muhafaza -Polietilen veya camdan şişelerde muhafaza edilir.	Analizden önceki muhafaza süresi - 4-6°C'de muhafaza edilerek en kısa zamanda analiz edilmelidir. - Kör analiz yapılır.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤10° de soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilinceye kadar 4°C-6°C'de soğuk odada muhafaza edilmelidir.	
Ölçüm sınırı 0.1 mg/L PO ₄	Sonuçların ifade edilmesi mg/L PO ₄

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon çözeltileri ve kromatografi ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiy (Bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

- 0.1 mg'lik hassasiyette terazi
- 100mL balon joje
- 100mL'lik şişe
- Spektrofotometre
- 10,50 mm kuars küvvet

Reaktifler

Tüm reaktifler seyreltmeye uygun olmalıdır.

Reaktiflerin hazırlanması :

Askorbik asit (NF EN 1189 standardının 3-1-6) : 10 g askorbik asit 100 mL deiyonize suda çözülür. Asit molibdat I (NF EN 1189 standardının 3-1-8) :

A Çözeltisi : 6.5 g NH₄ tetrahidrat heptamolibdat 50 mL deiyonize suda çözülür.

B Çözeltisi : 0,175 g Sb hemihidrat ve K tortusu 50 mL deiyonize suda çözülür.

1/2'ye seyreltilmiş 150 mL H₂SO₄'e A çözeltisi ilave edilir, ardından B çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

Bu solüsyon 2 ay kararlıdır.

- Sodyum tiyosülfat : 100 mL deiyonize su içerisine 1,20 g sodyum pentahidrat tiyosülfat çözülür ve 0,05g anhidrat karbonat (muhafaza aşamasında) ilave edilir. Bu çözelti en az 4 hafta kararlıdır.
- Asit Molibdat II : bkz. Standart 3.1.8 paragrafı
- 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır, mavi renk oluşuncaya kadar 10-30 dakika arasında karanlıkta bekletilir ve 880 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçüm alınır.
- Kullanım esnasında hazırlanan kalibrasyon eğrisi, bir PO₄³⁻ 1g/L ana stok standart çözeltiden 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L konsantrasyonda kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

5 Uygulama

- 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit çözeltisi ve 250µL asit molibdat çözeltisi ilave edilir ve çalkalanır, mavi renk oluşuncaya kadar 10-30 dakika arasında karanlıkta bekletilir ve 880 nm dalga boyunda spektrofotometrik olarak ölçüm alınır.
- PO₄³⁻ 1g/L ana stok standart çözeltiden 0; 0,1; 0,2; 0,5; 1 ve 2 mg/L konsantrasyonda kalibrasyon çözeltileri hazırlanır.

Not 1:

Arsenik varlığında : 5 mL numuneye, 125µL askorbik asit ve 125µL tiyosülfat ilave edilir, 10 dakika beklenir ve 250µL asit molibdat II ilave edilir, çalkalanır ve 10 -30 dakika arasında bekletilir ve spektrofotometrede okuma yapılır. Aynı koşullarda bir kalibrasyon grafiği çizilir. Numunelerde büyük miktarlarda As (V) nadiren bulunur. Arsenik miktarı talep edildiğinde veya zehirlenme durumunda arsenik tayini yapılır.

Not 2 :

Eğer numune renkli veya bozulmuş ise: 5 mL numuneye ve bu etkiyi ortadan kaldıracak şekilde 375 µL reaktif ilave edilir. (NF EN 1189 standart 3-1-9).

6. Kontrol

0,02 mg/L PO₄ kontrol çözeltisi kullanılır.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L PO₄ olarak ifade edilir

8. Standartlara göre ayırım

Standardın öngördükleri	Laboratuvar yaptığı değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

1.13.6 Analiz Maliyeti

8 € ile 15 € arasında

1.14. Silis

Silis tayini için iki metot kullanılır.

-**EN ISO 16264** : Fotometrik yöntem (FIA ve CFA) ile silikat tayini”

FIA metodu : Numune bir enjeksiyon vanası ile bir su vektörü akıntısına enjekte edilir. Numuneye heptamolibdat asit çözeltisi ilave edilir ve numunedeki fosfat ve silikatlarla reaksiyonu sonunda fosfomolibdik asit ve silikomolibdat oluşur. Silikomolibdat, kalay (II) klorür çözeltisi ile etkileşmesi sonunda molibden mavisi oluşur. Sonuç, mg/L'e SiO₂ olarak ifade edilir.

Kalibrasyon alanı 0.2 mg/L ve 20 mg/L arasındadır.

CFA metodu : Numune bir enjeksiyon vanası ile bir su vektörü akıntısına enjekte edilir. Numuneye heptamolibdat asit çözeltisi ilave edilir ve numunedeki fosfat ve silikatlarla reaksiyonu sonunda fosfomolibdik asit ve silikomolibdat oluşur. Silikomolibdat, bir askorbik asit yardımıyla molibden mavisi haline gelir. Sonuç, mg/L'e SiO₂ olarak ifade edilir.

Kalibrasyon alanı 0.2 mg/L ve 20 mg/L arasındadır.

-**EN ISO 11885** : Plazma emisyon spektrometresi ile silisyum tayini

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler plastik şişelere konular ve göz açıklığı 0.45 µm'lik membran filtre ile süzülür. Numuneler 5°C ± 2°C'de muhafaza edilir ve 24 saat içerisinde analiz edilmelidir.

1.14.1 Analiz Maliyeti

10 € ile 20 € arasında

1. 15. Serbest Karbondioksit Tayini

1.15.1. Prensip

Suda bulunan serbest karbonik anhidrit konsantrasyonu 0,025N NaOH çözeltisi ile nötralize edilir. Bazın fazlası belirli bir derişimdeki asit çözeltisi ile uzaklaştırılır.

Reaktifler

-0,025N NaOH çözeltisi

-66 g sodyum ve potasyum tartarat

-%1'lik fenolftalein çözeltisi

-0,1N HCl

Analiz

500 mL'lik erlene 10 mL numune alınır ve 0,025N NaOH çözeltisi ile nütürleştirilir. Eğer CO₂ oranı 40 mg/L'den fazla ise 0,025N NaOH çözeltisinden biraz daha eklenir. Üzerine birkaç damla %1'lik fenolftalein çözeltisi ilave edilir. Erlenin kapağı kapatılarak iyice çalkalanır. 0,1 N HCl çözeltisi ile dönüm noktasına kadar titre edilir. Harcanan 0,1 N HCl çözeltisinin hacmi (V₁) kaydedilir.

CO₂ içermeyen deiyonize su ile kör analiz yapılır. Harcanan 0,1 N HCl çözeltisinin hacmi (V₂) kaydedilir.

Sonuçların Hesaplanması :

$$A= V_1- V_2$$

Serbest CO₂ miktarı 190 mL su için 1.0526×22 mg/L O₂'dir.

1.16. Ozon Tayini

Titrimetrik Metodlar (c > 1mg/L)

Ozon ile buharlaştırılan oksijen, potasyum iyodür çözeltisinden serbest iyodu açığa çıkarır. Bu iyot, nişasta indikatörü kullanılarak sodyum arsenit çözeltisi ile titre edilir.

DPD Metodu

Ozonun varlığında, klorun dozlanması sırasında klor ve ozon pH 6,2-6,5 aralığında DPD (dietil-p-fenilendiamin) açığa çıkar ve Cl varlığı durumunda, amonyaklı ferrosülfat çözeltisi ile kırmızı renk oluşuncaya kadar titre edilir.

Glisin ile ozon tahribatı sonrası ayrı olarak klor dozajı yapılır. Klor aminokloroasetik asite dönüşür ve klor amin ile tepkimeye girer ve klor miktarı belirlenir. Ozon+klor miktarı belirlenir ve aradaki farktan ozon miktarı belirlenir.

1.17. Analizlerin Doğrulanması

Analizlerin doğrulanmasında kullanılan metotlarda suda bulunan konsantrasyonu yüksek elementler mg/L olarak ifade edilmektedir. Bu metotlar, büyük bir hatanın mevcut olup olmadığını veya toplam iyonların elektrik yükünün en az %5'ine denk gelecek şekilde ise bu hata ihmal edilir. Aynı zamanda bu metotlar suyun çeşidinden yola çıkılarak bir su şeması oluşturulmasını sağlamaktadır. Bu metotlar ile miliekivalant miktardaki iyonların tayinindeki analitik hatayı saptamak zordur. Örneğin demir, mangan, bakır, kurşun ve flor iyonlarının mikrogram düzeyindeki ihmal veya hataları belirlemek zordur.

Demir ve az miktarda mangan varlığı özellikle asitlendirilmemiş numunelerin laboratuvarında muhafazası sırasında kendini renkli bir bulanıklık ile belli eder. Bu da analist tarafından gözden kaçmayacak bir doğrulama değeri olarak değerlendirilir.

2 mg/L altında çözülmüş oksijen içeren numunelerde demir de varsa doğrulama işlemi yapılabilir. Oksijen oranı belirlenerek numunenin hava alıp almadığı kontrol edilebilir.

Buna göre hava almayan numunede nitrit oranı serbest klora eşit olduğu halde hava alan numunede eşit değildir.

Analizlerin Doğrulanması

Sudaki mevcut anyonların veya toplamının %2'i fazlası katyonların elektrik yükleri toplamına eşit olmalıdır. %3 gibi bir fark varsa analiz doğru olup olmadığını kontrol edilir.

Mineralerin iletkenliği 200 µS/cm'den düşük olan sularda %5'lik bir fark tolere edilir. % hata aşağıda verilen formül ile hesaplanır.

$$\% \text{ Hata} = (S \text{ anyonlar} - S \text{ katyonlar}) / (S \text{ anyonlar} + S \text{ katyonlar}) / 2 \times 100.$$

Genelde, anyonların veya katyonların toplamı 6 meq/L'yi geçmediğinden, anyonların litrede miliekivalan miktarı ile katyonların litrede miliekivalan miktarı arasındaki fark 0,3 meq/L'yi geçmemelidir. Belirtilen miktarların dışındaki fark bir hatanın olduğunu ortaya koyacaktır. Ancak iyonik dengenin tam olması analiz doğruluğunu da garanti etmemektedir.

Diğer doğrulamalar ise şu şekilde yapılabilir:

Analiz üzerinden yapılan doğrulamada su buharlaştırılır ve çökelti farklı derecelere ısıtılır. Bikarbonatın varlığı, CO₂'in kaybı ve CaCO₃ oluşumundan anlaşılır. Depo önce ısıtılır ve 110 °C'de kuru ekstre elde edilir. 110 °C'de Ca(SO₄) 2H₂O, 128 °C'de Ca(SO₄), 1/2H₂O ve 165 °C'de kalsiyum sülfat anhidrit ve 180 °C'de CaSO₄ ve ortaya çıkar.

Bu doğrulamalar sırasında suyun kristalizasyon suyu biçiminde tutulması ve uçucu bileşenlerin uzaklaşması güçlüklereden neden olur.

180 °C'de muhafaza için anyonların ve katyonların toplamını mg/L cinsinden yapmak ve bundan uzaklaşan bikarbonattan CO₂'lerini çıkarmak ve 31'i litrede miliekivalent bikarbonat sayısı ile çarpmak gerekmektedir.

Bu doğrulama, bikarbonat –CaCO₃ içeren sulara uygulanır. Buna, suda bulunan silisyum ilave edilmelidir. Normal olarak, toplam ile 180 °C ölçülen kütle arasındaki fark, %5'ten fazla olmamalıdır. 110 °C'de elde edilen kütle için, doğrulama daha karmaşıktır. 110 °C ile 180 °C arasındaki kütle kaybı dikkate alınmalıdır. İdeali, sıcaklığa duyarlı bir terazi kullanmaktır, bu teknik, su analizi laboratuvarlarında yaygın bir şekilde kullanılmamaktadır. Bununla birlikte, bu teknik bazı bileşenlerin miktarını tam olarak belirlemeye ve dolayısıyla bunların analizlerini doğrulamaya imkan sağlar.

Anyonların toplamı ya da sadece katyonlar için sertlik tayininde hızlı bir metod da mevcuttur.

Prensip, farklı iyonların teorik iletkenliği ile ölçülen iletkenlikleri karşılaştırmaya dayanır.

İyonlar arasındaki etkileşimlerden dolayı her iyonun iletkenliği lineer olarak değişmez ve teorik iletkenlik ile uyuşmaz.

Seyreltik çözeltilerde farklı iyonlardan ileri gelen akım geçişleri, otomatik olarak belirlenir. Elektrik taşıması analiz sularında gözlenmez. Mineral miktarları yüksek olan sularda durum farklıdır. Farklı iyonların etkileşimlerinden dolayı, akım geçişleri daha hassastır. Mesela, 500 mg/L kuru ekstreya sahip tek değerlikli iyonlar için, geçiş, teorik geçişin ancak %90'ı oranında, iki değerlikli iyonlar için bu geçiş, teorik geçişin yaklaşık %65'i düzeyinde olacaktır. Doğrulama formülleri için, farklı iyonların faaliyet katsayılarını tanımak gerekmektedir.

Amerikan Metodu

Metod, 25 °C'de 90 ile 120 µS/cm'lik iletkenliği belirlemeyi kapsamaktadır. Su numunesi CO₂'i uzaklaştırılmış ve soğutulmuş deiyonize su ile seyreltilir. Daha sonra, aşağıda verilen tabloya göre, her bir iyon için iletkenlik faktörlerini kullanmak mümkündür.

Bu seyreltmelerle, her bir iyonun etkileşim katsayısı dikkate alınır.

Bu metod, pH'ı 6'nın altında ve 9'un üzerinde olan sulara uygulanmaz, bunun nedeni de H⁺ ve OH⁻ iyonlarının hareketliliğinin, sularda normal olarak bulunan iyonlardan çok farklı olmasıdır.

İYONLAR	20 °C'de $\mu\text{S/cm}$ cinsinden iletkenlik meq/L	20 °C'de $\mu\text{S/cm}$ iletkenlik
HCO_3^-	43,6	0,715
Ca^{++}	52,0	2,60
CO_3^-	84,6	2,82
Cl^-	75,9	2,14
Mg^{++}	46,6	3,82
NO_3^-	71,0	1,15
K^+	72,0	1,84
Na^+	48,9	2,13
SO_4^-	73,9	1,54

Laboratuvar istatistik metodu

Binlerce analiz hakkında bir istatistiksel eğri oluşturulmuş ve 20 °C'de direnç ile anyonların toplamı arasında veya meq'deki katyonların toplamı arasında çok iyi bir korelasyon olduğu belirlenmiştir.

Logaritmik veriler olarak, aşağıdaki ilişkiyi elde ederiz.

$\log \text{meq} = -1,02 \log \text{direnç} + 14125$.

110 °C'de kuru ekstat ile 20 °C'de direnç arasında ilişkiler de vardır: DOROS ve CHEWSKI formülü.

$M \text{ (mg/L)} = 6888 / \text{Direnç}$.

Richard ve Nguyen Vancu bu kuralın hatalara neden olduğunu göstermekte, göz önünde tutulan dirençlere göre, aşamalarla birlikte nümeratörü değiştirmeyi önermektedirler.

$R < 100 \text{ Ohm cm}$ için $K = 850432$

$100 < R < 300 \text{ Ohm cm}$ için $K = 758544$

$300 < R < 1200 \text{ Ohm cm}$ için $K = 756500$

$1200 < R < 3000 \text{ Ohm cm}$ için $K = 715920$

$3000 < R < 20000 \text{ Ohm cm}$ için $K = 747658$

$R > 20000 \text{ Ohm cm}$ için $K = 1365079$

Bu sistemde, bir eğri ile bertaraf edilebilecek süresizlikler elde edilir:

$$K = f^{\circ}$$

ALT BÖLÜM 2

İNORGANİK KİMYASAL ANALİZLER

2.1. GİRİŞ

2.1.1. Metal Analizinin Genel Koşulları

Mikrokirletcilerin mineral kalıntı durumundaki analizi sırasında ve işleme tabi tutulmadan önce bazı tedbirlerin alınmasını gereklidir. Bu tedbirler arasında gerekli olanlar:

- Analiz sürecinin izlenmesi numune hazırlıkları ve görün analizi yapılarak gerçekleştirilmelidir.
- Laboratuvar cam malzemelerinin temizliğine ilişkin asit ile yıkama ve deiyonize su ile durulama gibi çok sıkı bir protokolün uygulanması gerekmektedir.
- Atmosferden bulaşmalara karşı korunmalı bir şekilde çalışılması ve etrafın temiz tutulmasına dikkat edilmelidir. “Temiz laboratuvar” demek laboratuvardaki havanın filtrelenmesi ve numunelerin farklı kaynaklı bulaşıcılara karşı korunmasını gerektirmektedir. Bazı durumlarda hava düşük basınçta laminar hava akımı ile temizlenir.
- Çapraz bulaşıcılığın önüne geçilmesi ve risk alınmaması için bir kullanımlık örnek alma şişelerinin kullanılması tercih edilmelidir.

2.1.2. Metal analizinden önce numunenin ön işlemi

Asidifikasyon

Ağır metallerin çoğunu sabitlemek için genellikle HNO_3 ile asidifikasyon işlemi yapılmaktadır. Asit oranı bir standarttan diğerine farklılık göstermektedir (%0.5 veya %1). Esasen $\text{pH} < 2$ ile şişenin çeperinde oluşabilecek herhangi bir emilim riski yok edilir. Bu asidifikasyon işleminin alanda gerçekleştirilmesi tercih edilmektedir. Ancak ulaşım esnasında araçta asitten kaynaklanabilecek kazaların engellenebilmesi için bu işlem laboratuvarda da gerçekleştirilir. Hidrür şeklinde analiz edilecek elementler hidroklorik asit ile stabilize edilmektedir.

Cıvayı sabitleştirmek için nitrik asitli ortamda numuneye potasyum dikromat çözeltisi ilave edilir. Numunede fazla potasyum dikromat çözeltisinin bulunması sarı portakal renginden anlaşılır. Gerekli ise, potasyum dikromat çözeltisinin fazlası ilave edilir.

Mevzuat toplam element analizi ile ilgilenmektedir. Eğer çözülmüş bir element analiz edilecek ise asidifikasyon işleminden önce göz açıklığı $0.45 \mu\text{m}$ olan filtreden numune süzülür.

Mineralizasyon

Numunelerin mineralizasyon süreci şebeke sularına uygulanmaz. Bu süreç bulaşma ihtimalini doğurabilir ve ölçüm limitlerini artırabilir. Bu yüzden, Fransa'daki Sağlık Bakanlığı bu mineralizasyon sürecini içlebilen yüzey suları için bile gerekli kılmamaktadır. Tamamen metal terimi metal asit-eriyen bir durumda asimile edilebilir.

Eğer mineralizasyon süreci düşünülüyorsa EN ISO 11885 standardına ve özel mineralizasyon standartları olan EN ISO 15587 -1 ve - 2 göz önüne alınmalıdır. Bu durumda aşağıdaki hususlar çok önemlidir:

- Asitten kaynaklanan matris etkisinin bulunup bulunmadığı kontrol edilmelidir.
- Kör analiz yapılmalı ve bu ön işlem esnasında bulaşıcılığın yok edilmesi gerekir.
- Bu ön işlemin ölçümüne ilişkin yöntemin karakterize edilmesi gerekir.

2.1.3. Siyanür Analizi İçin Numunelerin Ön İşlemi

Siyanürün, sabitleştirme işlemi sodyum ilavesi ile gerçekleştirilmektedir. Böylece hidrojen siyanür kaybı engellenmiş olur.

Numune alımından hemen sonra eğer gerekli ise membran filtreleme ile parçacıklardan arındırılmalıdır (> 0.1 mm).

Su numunelerinin pH'ı sodyum hidroksit çözeltisi ile 12'ye ayarlanır. Bu işlem sırasında sodyum hidroksit çözeltisinin neden olabileceği seyreltmenin az olmasına dikkat edilmelidir. Diğer mineral mikrokirleticilerden farklı olarak analizin çok hızlı bir şekilde yapılması gerekir. Numune alımından sonra en geç 3 gün içerisinde numune analiz edilmelidir.

2.1.4. Dezenfeksiyon Alt Ürünlerini Uzaklaştırmak İçin Numuneye Uygulanan Ön İşlemler

Dezenfeksiyon alt ürünlerinin numunedan uzaklaştırılması numunenin kalıntı oksidasyondan arındırılmasından ibarettir. Bu amaçla numuneye genellikle dietilen-amin ilave edilmektedir. Bu kimyasal maddenin iki rolü vardır:

Numune şişesinde daha sonra bir değişim olmaması için kalıntı oksidasyondan arındırma işlemi gerçekleştirilir.

Demir gibi diğer elementlerin klorit ile klorat oluşturmasını engellemek için numune arındırma işlemine tabi tutulur.

Kloritlerin ve kloratların analizi gibi özel durumlarda numunelerin önceden gazlarının alınması tavsiye edilmektedir. Böylece numunede bulunma olasılığı olan klor dioksit uzaklaştırılmış olur.

Numunenin ışıktan bozunmasını engellemek için ışıktan uzak, karanlıkta muhafaza edilmesi gerekmektedir.

2.2. METALİK ELEMENTLERİN ANALİZİ İÇİN YÖNTEMLER

2.2.1. Dört Atom Emilimli Spektrometresi

Uygulama Alanı

Kalıntı şeklinde olan metallerin analizi için, bu yöntem yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntem $\mu\text{g/L}$ seviyelerinde ölçüm alınmasına olanak tanınmakta ve yüzey sularında, yeraltı sularında ve içme sularında bulunan Ag, Al, As, Cd, Co, Cr, Cu, Fe, Mn, Mo, Ni, Pb, Sb, Se, Tl, V ve Zn gibi elementlerin analizine olanak tanımaktadır. Yöntemin her element için tespit limiti numune matrisine, kullanılan alete, atomizör tipine ve kimyasal değiştiricilere bağlıdır.

Prensip

Su numunelerinin sabitleme işlemi asit ilavesi ile yapılmaktadır. Numune filtrelenmekte ve muhafazası asit ilavesi veya indirgenme reaktifi ile gerçekleştirilmektedir. Numune çözelti halinde atomik emilim spektrometresinin grafit fırınına enjekte edilir. Fırın elektrik ile ısıtılır. Numune kurutulur, yüksek sıcaklığa kadar ısıtılır ve sıcaklık derecesinin artırılması ile elementler atomize edilir.

Atomik emilim spektrometresi ışık dalgalarının serbest atomlar tarafından emilim kapasitesine bağlıdır. Bir ışık kaynağı bir veya birden fazla elemente özgü ışığı yayar.

Işık süzmesi grafit atom fırınında oluşan atom bulutundan geçtiğinde, belli elementin veya elementlerin atomları tarafından seçici olarak emilmektedir. Işık yoğunluğunun azalması dalga boyuna göre bir dedektör ile ölçülmektedir. Numunede bulunan elementin tayini kalibrasyon bileşenlerinin emilimi ile kıyaslanarak belirlenmektedir. Eğer gerekli ise, analiz öncesi numunelere matris değiştirici bir değişken ilave edilerek veya dozajlı ilaveler tekniği yapılarak kalibrasyon gerçekleştirilir.

Girişimler veya birbirine geçmeler

Bazı numuneler, özellikle atık suların ve sedimentlerin indirgenme ürünleri sonuçları büyük miktarda etkileyecek şekilde parçacık veya madde içerebilmektedir. Yüksek klorür miktarı düşük oranlı sonuçlara yol açabilmektedir. Çünkü birden fazla element değişikliğe uğrar ve ısıtılma esnasında element kaybına yol açabilmektedir. Matrisin yan etkileri, sıcaklığın kısmi olarak veya tamamen en uygun hale getirilmesi, tüplerin ve ısı kılıflı platformların kullanımı, kimyasal değiştiricilerin kullanımı ve dozajlı ilave yönteminin uygulanması ve doğru arka fon gürültüsü kullanılması ile aşılabilmektedir.

Analitik Süreç

Kimyasal Değiştiriciler

Kimyasal değiştiricilerin kullanımı numunedeki spektral olan veya olmayan karışımları aşmak için bir yöntemdir (Matris etkisi). Dozajlı element eklemeyen önce, son bir spektral karışımın varlığını tespit etmek mümkündür. Spektral olmayan bir oluşumu tespit etmek

her zaman mümkündür. Bu da numune ölçülerek ve dozajlı element eklemeksizin ve referans bir kalibreyle birikim oranı karşılaştırılır. Aynı işlem kimyasal bir değiştirici ekleyerek tekrarlanır ve değişimin etkin bir biçimde gerçekleştiğinden emin olunur.

Kimyasal değiştiricinin amacı yüksek derecede ısı seviyesini yakalamak ve atomizasyondan önce temel kütle elementlerini yok etmektir. Pd'un $Mg(NO_3)_2$ ile bileşiği "genel" bir değiştirici olarak kabul edilir ve bir çok element için kullanılmaktadır. Pd'un azaltıcı bir ajan ile kullanılması, örneğin sorbik asit bazen Pd/ $Mg(NO_3)_2$ 'un yerine kullanılmaktadır. Arka fon gürültüsü $Mg(NO_3)_2$ ile yükselme eğilimindedir. Diğer değiştiriciler de kullanılmaktadır. Kimyasal değiştiricilerden Ni bileşikleri tayini yapılacak elementleri içerdikleri için fırına bulaştırabilirler. Bu yüzden tercih edilmezler. EN ISO 15586 standardında belli elementler için kullanılacak kimyasal değiştiricilere yer verilmektedir. Aynı şekilde sonuç verdiği tespit edilmiş başka kimyasal değiştiriciler kullanılabilir. Kimyasal değiştiricilerin kullanılması durumunda, numuneleri kontrol etmek için, reaktif kör, kör çözeltileri, kalibrasyon çözeltileri ve kalibrasyon körü kullanılır.

Bazı aletlerde seyreltme otomatik olarak gerçekleştirilir.

Başta üretici tarafından tavsiye edilen sıcaklık ve sürelerin kullanılması gerekmektedir. Atomizasyon esnasında argon akışını kesmek, arka fon gürültüsünü doğru bir şekilde kullanılmak, başka dalga boyları (farklı seviyelerde hassas) kullanılmak mümkündür. Örneğin, cıva için 2170 nm dalga boyu kullanılabilir. Bu aralıkta hassasiyet 283,3 nm dalga boyuna göre iki defa daha fazladır. Her durumda gürültü daha önemli ve müdahale riski daha büyüktür. Bu durumda yüksek tayin derecesi için, Zn için 307,6 nm ve 271,9 nm veya Fe için 305,9 nm hassasiyeti düşük dalga boyu kullanılır. Değerlendirme için pikler ile yapılmaktadır. Kalibrasyon kör kalibrasyonla yapılmalı ve uygun konsantrasyona ulaşılabilmesi için 3 ile 5 arasında kalibrasyon çözeltileri kullanılmalıdır. Kalibrasyon eğrisinin lineerliği çoğu zaman sınırlıdır. Spektrel olmayan müdahaleleri en aza indirmek için kimyasal değiştirici kullanılmadığı zaman veya matrisin etkilerini yok edilmediği zaman kalibrasyon eğrisi lineer ise dozajlı ilave etme tekniği kullanılır. Dozajlı ilave etme tekniği özellikli olmayan dip emilimdeki gibi spektral müdahalelerin düzeltilmesinde sağlar ve bir faktörün sinyalini üçten fazla değiştirmedeği takdirde müdahale olarak kullanılmalıdır.

2.2.2. Alevde Atomik Emilim Spektrometrisi

Alevde Atomik Emilim Spektrometrisi numunedeki miktarı fazla olan elementlerin analizinde kullanılmaktadır. Elementlerin tayin miktarları kullanılan aletin özelliklerine göre değişebilmekte ancak genelde 50 ile 100 $\mu g/L$ aralığında olmaktadır. Dolayısı ile bu yöntem şebeke sularının tayininde kullanılmaz. Yönetmenlik değeri 4 katından fazla olan elementlerin tayininde kullanılır.

Prensip atom emilimli fırın ile aynıdır. ancak bulutlanma veya buğulanma alev ile olmaktadır. Isı enerjisi, asetilen-hava veya azot diazotmonooksit-asetilen ile sağlanan serbest atom ortamındaki çözeltide kimyasal bileşenlerin ayrıştırılması için gereklidir .

2.2.3. Hidrür Çözeltide Soğuk Buhar Üretimi

Bu atomik emilim yöntemleri $\mu\text{g/L}$ 'den daha düşük ölçüm limitlerde çok iyi analitik performansların yakalanmasına olanak tanımaktadır.

Bu analizler esnasında, emilim veya tersi reaksiyonun bulunduğu kabın kenarlarında bazı reaksiyon değişimi riskleri bulunmaktadır.

2.2.4. Atomik Floresan Spektrometresi

Atomik floresan sırasında, temel haldeki atomlar ışık kaynağındaki fotonlar tarafından uyarılır.; atomik emilim sonucu oluşan sinyali ölçmek yerine temel hale dönerken yaydıkları floresans ışımının şiddeti atomik floresan spektrometresi ile ölçülür.

Kullanılan lamba detektörün floresan sinyalini ölçmemesi için optik sistem çizgisinde yer almamaktadır. Bu yöntem çok hassas olup civa, arsenik ve selenyum gibi elementlere uygulanabilmektedir.

2.2.5. ICP Spektrometresi

ICP Spektrometresinde iletkenlik frekansı yüksek olan inert gazların plazması ağır metallerin tayininde kullanılır.

Bu tekniklerin başarısı çeşitli niteliklerden kaynaklanmaktadır.

Yüksek sıcaklık (5000°K) boşaltma iletinin etkili olarak gerçekleştirilmesini sağlamaktadır

İnert gazın kullanılması: Kimyasal olarak devinimsiz argon ve yüksek iyonizasyon enerjisi çok sayıda element üzerinde birden fazla temel dozaj yapılmasını sağlamaktadır.

Bu analizler eşzamanlı konumda gerçekleştirilebilir bu da aletin verimliliğini artırmakta ve önceden belirlenmiş bir programda metallerin sistematik araştırmasını sağlamaktadır.

Fiziksel ve kimyasal seviyede matris etkisi aynı ölçüm limitlerinde grafit fırınlı atomik emilim spektrometresi ile karşılaştırıldığına etkisi çok düşüktür.

2.2.5.1. ICP: EN ISO 11885

Uygulama alanı

Bu yöntem yüzeysel sularında ve şebeke sularında 33 tane elementin aynı anda tayininde kullanılmaktadır. Şebeke sularının koşulları uygun olmadığı için ölçüm limitleri bir elementten diğerine göre değişmektedir. Bu durumda ultrason bulutlanması gibi yöntemler kullanılabilir.

Prensip

Bu yöntem optik spektroskopik tekniği ile atomik emisyon şiddetinin ölçülmesidir. Numune püskürtülerek elde edilen aerosol, uyarılmanın meydana geldiği plazma içine gönderilir. ICP cihazı tarafından karakteristik atomik emisyon çizgi spektrumu üretilir. Spektrum bir spektrofotometre yardımıyla dalga boylarına ayrılır ve çizgilerin şiddeti dedektör yardımıyla izlenir. Dedektörden alınan sinyaller bir bilgisayar sistemi yardımıyla alınır ve kontrol edilir. Eser element tayininde farklı zemin etkileri için zemin düzeltme tekniği kullanılır

Optik ICP'de Bozucu Etkiler

Eser elementlerin tayininde hatalara sebep olacak bozucu etkiler aşağıda özetlenmiştir:

- ✓ Spektral bozucu etkiler
- ✓ Spektral çizginin diğer elemente ait spektral bant altında kalmasıdır. Bu etkiler, ham verilerin bilgisayar programları ile düzeltilmesiyle giderilebilir.
- ✓ Spektral çizginin geri kazanılmayacak şekilde, moleküler bantların altında kalmasıdır. Bu etkiler alternatif bir dalga boyunun seçilmesi ile giderilebilir.

Kullanılan cihazın dalga boyu tarama özeliği varsa, bu spektral bozucu etkilerin tespit edilmesinde kullanılmaktadır.

Zemin (Background) etkileri

- ✓ Sürekli veya birbirini tamamlayan girişimler sebebiyle zemin sinyalinin artması
- ✓ Yüksek derişimlerdeki elementlerin emisyon bantlarının yanındaki yan bantlar sebebiyle zemin sinyalinin artması

Zemin girişimleri genellikle tayin edilecek elementlerin spektral hattından zemin düzeltme işlemi yapılarak düzeltilebilir.

Analiz

ICP analizi sırasında aletin performansını ölçmek ve kalibrasyon çözeltilerini denetlemek için birden fazla kalibrasyon ve kontrol çözeltileri kullanılmaktadır. Hedef üzerinde % 5'lik hata ile okunan kontrol çözeltileri analitik bir serinin onaylanması için yeterlidir. Analiz esnasında, EN ISO 11885'e standardına bağlı kalınır. Kalıntı halindeki borun tayini için PMP (polimetilpenten)'den üretilmiş minik şişeler tercih edilmelidir.

Analiz sırasında yöntemin onayı sırasında kabul edilmiş olan ölçüm limitlerine dikkat edilmelidir.

Kör kontrol amacı ile kullanılmaktadır

Analiz süreci boyunca kirlilik riskine karşı kör analiz yapılmalıdır.

Element derişimi yüksek bir numune okutulduktan sonra diğer numuneleri etkilememesi için cihaz temizlenir.

Standart ilave metodu veya mükerrer dozajlı numunelere başvurma sonuçlarının güvenilirliğini garanti etmektedir.

Analitik süreç sırasında önemi olan kalibrasyon çözeltilerinin ve numunelerin aynı miktarda asit içermesidir.

2.2.5.2. ICP MS: EN ISO 17294-1

Prensip

Metod, matris etkisi ve karşılaşılan girişimlere bağlıdır. İçme suyu ve az kirlenmiş sularda, ölçüm limiti 0,1 µg/L ve 1,0 µg/L aralığında olup pek çok elementin tayininde kullanılır.

Birden fazla elementin tayini için, iletkenli plazmalı kütle spektrometresi ile 62 elementin tayini için aşağıda belirtilenleri içerir:

- ✓ Yüksek frekansta iletken plazma da analiz edilecek olan çözeltinin tanıtılması (örneğin: lastik ile bulutlandırma) ve bu durumda plazma tarafından kaynaklanan enerji transfer süreci elementlerin atomizasyonu, iyonizasyonu, desolvasyonu, atomizasyon ve elementlerin iyonizasyonuna neden olmaktadır;
- ✓ İyonların plazmadan boşlukta iyonik optikli diferansiyel pompa ile bir ara bölme ile çıkartılması ve kütle yüklem ilişkilerinin ayrılması temeline dayanan yöntem kütle spektrometresi ile gerçekleştirilir. (Örneğin: dört kutuplu spektrometre);
- ✓ Kütle ayrıştırma kısmı iyonların tanıtılması (Örneğin: dört kutuplu spektrometre) ve genelde sürekli dinod elektronlar kullanılarak tespit edilmeli ve daha sonra iyonik bilgi işlemci vasıtası ile işlenir;
- ✓ Kalibrasyona uygun çözelti ile kalibrasyon sonrası miktar ölçümü yapılır. Sinyalin yoğunluğu ve kütle yoğunluğu arasındaki ilişki genelde 1'den 5 ölçeğine kadar lineerdir.

İnterferanslar

Bazı uç durumlarda, izobar ve izobar olmayan interferanslar oluşabilmektedir. Bu konudaki en önemli girişimler kesişen kütleler ve bunun neticesinde numune matrisi tarafından oluşturulan fiziki müdahalelerdir. Daha kapsamlı bilgi edinmek için, ISO 17294-1'e başvurabilirsiniz. Tespit işlemi için aynı elementin birden fazla ve değişik izotoplarının saptanmasında fayda vardır. Sonuçlar benzer olmalıdır. Eğer durum böyle değil ise veya belli bir element için aralıksız hiçbir izotop ölçümlenemiyorsa, matematiksel bir düzeltme işlemi yapılması gerekir. Referans element tekniği ile küçük ölçekli türevlerin veya yoğunluk değişimleri düzeltilmesi gerekir. Genelde fizik aralıkları ve spektral aralıkları aşmak için çözülmüş maddenin kütle yoğunluğu (tuz içeriği açısından) 2 g/L'yi geçmemesi gerekir.

Soğuk bir plazma kullanılması bazı interferansların oluşmasını engellemekte ancak plazmadaki en ufak önlenemeyen bir sabitlenmede göz önünde bulundurulmalıdır. Aynı şekilde, bazı reaktörlü aletler (Örneğin DRC ICP-MS) bazı interferansların yönetimini sağlamaktadır. İzobar elementlerin interferanslar kütle/yük oranı aynı olan farklı elementlerin izotoplarından kaynaklanmakta ve kullanılan kütle spektrometresi çözümülemesi yetersiz kalmaktadır (Örneğin 114 C ve 114 S). İzobar elementlerden kaynaklanan aralıklar, aralığa sebep veren elementin etkisi göz önünde bulundurularak ölçülebilir. Bu durumda düzeltme için kullanıla-

çok olan izotoplar aralıksız olarak belirlenmeli ve yeterli güvenlik seviyesi olmalıdır. Cihazın yazılımı genelde düzeltme önermektedir. Poliatomik iyonlar plazmanın gazlı kompozanları, reaktifler ve numunenin matrisinin uyumundan oluşmaktadır (Örneğin: Göreceli Kütlenin Aralığı, 75 A'dan 40 Ar³⁵C¹ ve 40Ca³⁵C¹). Bu aralık birden fazla element için önemli bir özellik sergilemektedir (Örneğin: Cr, Se, V).

Analistin aletin türüne göre bu aralığın önemini sürekli kontrol etmesi tavsiye edilir. Matematiksel düzeltmeler söz konusu ise akılda tutulması gereken nokta, aralığın genişliği plazmanın ayarına (Örneğin: oksitlenme oluşum hızı) ve aralığa sebep olan elementin kütle yoğunluğuna bağlı olup genelde numune çözeltisinde değişken bir kompozittir.

Analiz

Bu süreç ICP optiğine yakındır. Dikkat edilmesi gerekenler:

Matris etkilerinin sınırlandırılabilmesi için iç kalibrasyon kaçınılmazdır. Y sistemi sayesinde sıraya eklenebilir.

Matrisin çözeltisi çok önemlidir. Bu çözelti spektral aralıklara çok iyi hakim olduğunun göstergesidir.

Demir, krom, selenyum gibi bazı elementler için, reaksiyon-çarpma odasına sahip bir ICP-MS'e başvurma izobarik aralıklara hakim olmak açısından ve aşırı değerlendirmeler açısından son derece önemlidir.

ICP-MS yöntemi birden fazla elementin tayininde kullanılır. Tayin hassasiyeti birden fazla parametreye bağlıdır (bulutlandırıcının akıntısı, yüksek frekans jeneratörünün gücü, mercekle tansiyonu, merceğin tansiyon türü). Cihazların optimum ayarlamaları tüm elementler için aynı anda yapılamamaktadır.

2.2.5.3. Spektrofotometrik Analiz Yöntemleri

Bu yöntemler manuel olarak spektrofotometriye uyarlanabilir ancak incelemelerin çoğu renkli ve otomasyona uygun olup sürekli akım tekniğine uygundur. Otomatikleşmiş bir yöntemdir ve sıraya reaktifler eklenmektedir. Yöntemin en avantajlı analitik yanı oldukça hızlıdır ve yüksek oluşudur. Mineral mikro kirlenmelerin analizi için spektrofotometrik analiz yöntemlerinin kullanılması birden çok nedenden dolayı tavsiye edilmemektedir:

- ✓ Mevzuatın gerekli kıldığı seviyelere ulaşmak için yeterince hassas olmamalarıdır.
- ✓ Tayin edilecek element miktarı fazla olan numunenin ön mineralizasyona tabi tutulmadan elementin toplam tayininin yapılamaması
- ✓ Kontrolü çok zor birden fazla aralığın bulunmasıdır

2.3. Al: ALÜMİNYUM

2.3.1. Amaç

Kaynak seviyesinde:

Alüminyum temelinde jeolojik kaynaklı olup (kayaların doğal değişimi, yeryüzü suları) suda alüminyuma üç şekilde rastlanabilmektedir: çözünmeyen, kolloidal ve çözünen (siliko-alüminatlara denk gelmekte), hidroksitler (organik veya karmaşık mineral formları).

Kaynak Sularının Üretilmesi Aşamasında:

Alüminyum tuzları (önceden polimerize edilmiş alüminyum sülfat) kimyasal reaktif olarak suların işlenmesi aşamasında pıhtılaşma evresinde kullanılmaktadır. Bu tuzlar suda belli bir pH'ta bulunur. Bu pH değeri sağlanamaz ise suda çözünmektedirler. İşleme alınan sularda alüminyum fazlalığı suların kalitesinin azalmasına neden olmakta ve flokülasyon sonrası olgular ile kanalizasyon depolanmasının oluşması için elverişli ortam sağlamaktadır.

2.3.2. Kapsam

Alüminyum insan için gerekli temel bir oligo-element değildir. İnsandaki etkileri kronik zehirlenme şeklindedir. Bazı vakalarda, örneğin mesleğinin icrası esnasında maruz kalmış veya hemodializde olanların, alüminyuma kronik olarak maruz kalınması halinde ensefalopati, psikomotor bozukluklar, osteomalasi şeklinde kemik dokusu zarar görür ve hematopoietik sistemi etkilenir. Örneğin: hipokrom anemi, günümüzde Alzheimer hastalığı şeklinde kendini gösterir.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200 µg/L

DSÖ Kılavuz değeri: 100 veya 200 µg/L

Kanada Sağlık : 100 veya 200 µg/L

ABD: 50 'den 200 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: yok

2.3.3. Standartlar

Bakınız alt-bölüm IV.2.2.

2.3.4. Prensip

Bakınız alt-bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt-bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Uygulama sahasında ölçüm sınırına kadar kalibrasyon yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması:

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki alüminyum konsantrasyonunu da içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek ve en az beş tane hazırlanır.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Al

2.3.5. Kalite işlemi: Yöntem İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan alüminyumun tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586/ N ISO 12020
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standarttan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soğuk akümülatörlü izoterm konteynirlerle veya ≤ 10°C'deki soğutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 5°C ± 3°C sıcaklıktaki soğuk odada muhafaza edilir	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemine göre 1-10 µg/L arasında	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

Güvenlik

GÜVENLİK	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensi (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktif

Malzeme

Aletler

- Alevli ve grafit fırınlı Atomik Emilim Spektrometresi (Dalga boyu: 309.3 nm)
- Spektrometre ICP/AES:

Dalga boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
308,215	Mn, V, Fe
396,152	Mo, Cu
167,08	Fe

- Spektrometre ICP/MS (tavsiye edilen İzotop: **[27]**)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Al ana stok çözelti
- Al ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Ölçüm kalibrasyon eğrisi üzerinden yapılmaktadır.

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilmektedir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.3.6. Analiz Maliyeti

5 € ile 15 € arası

2.4. Sb: ANTIMON

2.4.1. Amaç

Sulu ortamda antimon genellikle $Sb(OH)_6^-$ şeklinde çözülmüş kompleks olarak bulunmaktadır.

Kaynak seviyesinde:

Antimona yeryüzü kabuğunda nadir olarak rastlanmaktadır. En sık rastlanılan hali doğal antimon sülfür (SbS_2) olup sülfürlü minerallerle bağlantılıdır. Genellikle galen ve pirit, taşa ve hidrotermal damarlarda kuvars ile ilişkilendirilmektedir. Antimon mineral sülfür açısından zengin olan yeraltı sularında bulunabilmektedir. Yarı iletkenlerin, plastiklerin, kimyasal ürünlerinin üretiminde kullanılmaktadır.

Halk suyu dağıtım ağı seviyesinde:

Kurşunsuz antimon, bazı sodyumlarda bulunur (Sb/Sn).

2.4.2. Kapsam

Antimon arseniğe çok benzemekte ancak zehirlilik oranı daha düşüktür

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 5 µg/L

DSÖ Kılavuz değeri: 5 µg/L

Kanada Sağlık: 6 µg/L

ABD: 6 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 5 µg/L

2.4.3. Standartlar

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

2.4.4. Prensip

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki antimon konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Sb

2.4.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans standartlar</u>
Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan antimonun tayininde kullanılır.	- EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 - ISO CD 23914-2

<p><u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda deęiştii halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir. Bu durumda hidrürler yöntemi kullanılabilir. Antimon hidroliz olma eğilimindedir, ilave bir numune hazırlanır: 100 mL su içine 1,0 mL hidroklorik asit ilave edilir ve pH<1 olacak şekilde asitlendirilir.</p>	<p><u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.</p>
<p><u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler soęuk akümülatörlü izoterm konteynırlarla veya ≤ 10°C'deki soęutulmuş araçlarla taşınmalıdır. Laboratuvara getirildikten sonra analiz edilene kadar 5°C ± 3°C sıcaklıktaki soęuk odada muhafaza edilir.</p>	
<p><u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 0.2 - 10 µg/L</p>	<p><u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L</p>

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensi (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

Alevli ve grafit fırınlı atomik emilim Spektrometresi ve hidrür yöntemi (Dalga Boyu: 217.6 nm)

Spektrometre ICP/AES:

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
206,833	Cr, Mg, Co Mn
217,581	

Spektrometre ICP/MS:

(Tavsiye edilen İzotoplar: [121, 123])

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya Ni nitrat
- 1g/L Sb ana stok çözelti
- Sb ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılıır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune işlemlerinde kullanılan her yeni şişenin ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Ölçüm kalibrasyon eğrisi üzerinden yapılmaktadır.

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.4.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15€ arasında

2.5. As: ARSENİK

2.5.1. Amaç

Suda bulunan arseniğin %90'ı organik olmayan haldedir.

- İyi oksijenlendirilmiş sularda, arsenik (V) ($H_2AsO_4^-$ ve $HAsO_3^-$) olarak bulunmaktadır.
- Seyreltik ortamlarda, arsenik (III) (H_3AsO_4) olarak bulunmaktadır.
- pH oranındaki bir artış suda çözülmüş arsenik miktarını arttırabilmektedir.

Metilleştirilmiş MMAA (arsinik metilasit) türler ve DMAA (arsinik dimetilasit) suda yer alabilmektedir.

2.5.2. Kapsam

Yeraltı sularında, bazı alüvyon veya sülfür açısından zengin araziler hariç miktarı düşüktür. Arsenik sulu ortamlarda yaygın olarak bulunmaktadır.

Arsenik ve bileşenleri sanayide alaşım imalatı, mikroelektronik, tekstil veya zirai alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

Kalsman CIRC: grup 1

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

OMS Kılavuz değeri: 10 µg/L

Kanada Sağlık: 25 µg/L

ABD: 10 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

2.5.3. Standartlar

Bakınız Alt Bölüm IV.2.2.

2.5.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki arsenik konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L As

2.5.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan arsenik tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 - EN ISO 11969
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir. Bu durumda hidrürler yöntemi kullanılabilir. Arsenik hidroliz olma eğilimindedir, ilave bir numune hazırlanır: 100 mL su içine 1,0 mL hidroklorik asit ilave edilir ve pH<1 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Taşıma sırasında ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap kullanılır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5° ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 0.1 -10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensipte (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Aletler

Alevli ve grafit fırınlı atomik emilim spektrometresi ve hidrür yöntemler (Dalga Boyu: 193.7 nm)

Spektrometre ICP/AES

Dalga boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
- 193,696	Fe, Al
- 197,197	Fe, Al
- 189,042	Al

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar: [75] Aralıklar yaratanlar: ArCl, CaCl)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya Ni nitrat
- 1g/L As ana stok çözeltisi
- As ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.5.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.6. Ba: BARYUM

2.6.1. Amaç

Suda bulunan baryum genellikle jeolojik kökenlidir. Suda az miktarda bulunması az çözünmesinden kaynaklanmaktadır. Doğal olarak suda baryum bulunamaz. Baryum 1 mg/L seviyesinde sülfat olarak değil, karbonat olarak rastlanır.

2.6.2. Amaç

Avrupa Birliği Sınır Değeri: yok

DSÖ Kılavuz Değeri: 700 µg/L

ABD: 2000 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 1 mg/L

2.6.3. Standartlar

Alt Bölüm IV.2.2'e bakınız .

2.6.4. Prensiptir

Alt Bölüm IV.2.22'e bakınız.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız Alt Bölüm IV.2.1 .

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki baryum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Ba

2.6.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan baryumun tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemlere göre 0.2 - 10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme ve Reaktifler

Malzeme

Aletler

Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
233,527	Fe, V
455,403	
493,409	
313,042	V
234,861	Fe
313,107	

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar: [135,138]) aralık yaratanlar

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- 1g/L Ba ana stok çözeltisi
- Ba ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.6.6. Analiz Maliyeti

5 € 'den 15 € arasında

2.7. B: BOR

2.7.1. Amaç

Dağıtım sularında önemli miktarlarda bora nadiren rastlanmaktadır. Bu element kalıntı sularda organik veya "lessiviel" desteklerin yer aldığı ortamlarda daha fazla bulunmaktadır. Deniz suyu yaklaşık 5 mg/L bor içermektedir. Tatlı suda bu miktar 0.5 mg/L'den daha düşüktür.

2.7.2. Kapsam

Avrupa Birliği sınır değeri: 1mg/L

OMS Kılavuz değeri : 0.3 mg/L

ABD: /

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: beklenmekte

2.7.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.7.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bor konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L B

2.7.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan bor tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - ISO 9390
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemlere göre 10 -25 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzeme ve reaktifler

Malzemeler

Aletler

Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
208,959	Al, Mo
249,678	Fe, Cr
247,773	Fe

Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar: [10, 11])

Temel Aralık Yaratanlar 11 BH

Spektrofotometre

Kolorimetrik yöntem "azometin H": Standart ISO 9390.

- Düşük asidik ortamda bulunan bor, azometin H ile miktarına bağlı olarak sarımtırak bir renk vermektedir. Spektrofotometre ile bor miktarı belirlenir. Bu yöntem bor miktarı fazla olan sularda kullanılmaz.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Azometin H
- 1g/L B ana stok çözeltisi
- B ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.

- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.7.6. Analiz Maliyeti

5 € -15 € arasında

2.8. Cd: KADMİYUM

2.8.1. Amaç

Kadmiyum tuzları asitlik derecesi düşük (pH'ı düşük) bir ortamda az çözülür.

Az miktarı bile zehirleyicidir. Sınai kirliliğin olduğu durumlar hariç (özellikle de galvanoplastik) doğal sularda çok az miktarda bulunur. Şebeke sularında, galvanizli borulara bağlı olarak bulunabilmekte veya plastik malzemenin çözülmesinden dolayı da bulunabilmektedir.

2.8.2. Kapsam

Az miktarı bile zehirleyicidir. Şebeke sularında galvanizli borulara bağlı olarak bulunabilmekte veya plastik malzemenin çözülmesinden kaynaklanmaktadır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: $5\mu\text{g/L}$

DSÖ Kılavuz Değeri: $3\mu\text{g/L}$

ABD: $5\mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $3\mu\text{g/L}$

2.8.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.8.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki kadminyum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cd

2.8.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan kadminyum tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 / EN ISO 5961
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm limiti</u> Yöntemlere göre 0,1 - 5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 228.8 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:	Aralık Yaratan Elementler
214,438	Fe
226,502	Fe
228,802	As,Co

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar: [111, 114])

Temel aralık yaratanlar [114]: Sn

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ veya NH₄H₂PO₄
- 1g/L Cd ana stok çözeltisi
- Cd ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir

- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Cd olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.8.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.9. Cr: KROM

2.9.1. Amaç

İnsani tüketim amaçlı sularda kroma sık rastlanmaz. Krom atık sularda ve atık su filtreleme istasyonlarında bulunur.

Krom, üç değerlikli ve klorlu suda veya havalandırılmış suda altı değerlikli olarak bulunmaktadır. Şebeke sularında miktarı nadiren $10 \mu\text{g/L}$ 'yi geçmektedir.

Krom amfoter bir element olduğu için birden fazla şekilde bulunmaktadır. Doğal suların pH derecesi düşük olduğundan katyon halinde bulunur. Kromun varlığı galvonoplastik atıklarla bağlantılıdır.

2.9.2. Kapsam

Krom üç değerlikli temel bir oligo elementtir. Altı değerlikli kromun suda çözünürlüğü fazla olduğu için daha fazla bulunur ve zehirleyici etkisi büyüktür.

Avrupa Direktifi: $50 \mu\text{g/L}$

ABD: $100 \mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $50 \mu\text{g/L}$

2.9.3. Standartlar

Alt bölüme bakınız IV.2.2.

2.9.4. Prensip

Alt bölüme bakınız IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki krom konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cr

2.9.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan krom tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586 – EN 1233
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 1 -10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir iş- leme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzemeler ve reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 357.9 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:	Bozucu Etki Yaratan Elementler
205,552	Fe, Mo
267,716	Mn, V
283,563	Fe, Mo
284,325	Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen İzotoplar: [52, 53])

- **Temel Aralıklar**

52 ArC, ArO, ClOH

- 53ClO, ArOH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Mg(NO₃)₂
- 1g/L Cr ana stok çözeltisi
- Cr ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Cr olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.9.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.10. Cu: BAKIR

2.10.1. Amaç

Kaynak Aşamasında

Doğal Kaynak: Bakır yerküre kabuğunu oluşturan elementler arasında olup (30 'dan 100 mg/kg) mineralleri şeklinde bulunur. Suda bakır klorür (CuCl_2), bakır hidroksit ($\text{Cu}(\text{OH})_2$), bakır sülfat (CuSO_4) veya bakır karbonat (CuCO_3) olarak bulunur.

Antropik Kaynak: Bakır pek çok sanayi dalında, elektrik tel üretiminde veya metalik alaşım (pirinç ve bronz) olarak kullanılmaktadır. Pirinç-bronz alaşımı, petrol rafinerisinde mercaptanın yok edilmesinde, ahşabın korunmasında ve zirai alanda kullanılır (ilaçlamalar, hayvanlar için ilaçlarda).

Dağıtım Ağı Aşamasında

Bakır, tesisat işlerinde (boru, ekleme, musluk) kullanılan farklı alaşımların bileşeninde (pirinç ve bronz) bulunmaktadır.

Bakır su dağıtımını sağlayan boruların paslanma durumunu sürekli kontrol edilmesini sağlamaktadır. Paslanma reaksiyonları sırasında, suda Cu^{2+} iyonları serbest kalmaktadır. Bu

iyonların hidroksitleri ve sülfürlerinin oluşumu ile suyun tadı ve görüntüsü değişmektedir (mavimsi renk, metalik tat).

2.10.2. Kapsam

Bakır tuzlarının çoğu suda çözüldüğü halde doğal sulardaki miktarı genellikle 1 mg/L'den azdır.

Bakır insan metabolizması için temel bir oligo elementtir. Sudaki kötü tadı 1 veya 2 mg/L'dan itibaren hissedilmektedir.

***Avrupa Birliği Sınır Değeri:** 5µg/L*

***DSÖ Kılavuz Değer:** 3 µg/L*

***ABD:** 5 µg/L*

***Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri:** 3 µg/L*

2.10.3. Standartlar

Bakınız alt Bölüm IV.2.2.

2.10.4. Prensipler

Bakınız alt Bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bakır konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Cu

2.10.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan bakır tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
Ölçüm limiti Yönteme göre 1-10 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarıya bakınız)

4 Malzeme ve reaktifler

4.1 Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 324.7 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu:

324,754

327,396

Bozucu Etki Yaratan Elementler

Ti, Fe,

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar: [63, 65])

- **Temel Aralık Yaratanlar**

63	ArNa MgCl, POO
65	ArNa, SOOH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Cu ana stok çözeltisi
- Cu ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Cu olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.10.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.11. Fe: Demir

2.11.1. Amaç

Demirin havalandırılmış sulara miktarı ender olarak yüksektir. Buna karşın yeraltı sularında (özellikle de tutucu tabakalarda), uygun çözünürlük koşullarında miktarı yüksek demire rastlamak mümkündür. Suda (Fe^{++}) veya (Fe^{+++}) koloidal formda, karmaşık organik mineraller veya hidroksit şeklinde bulunmaktadır. Demir genelde magnezyum ile bağlantılıdır ve bu elementin bulunduğu ortamda bulunma olasılığı fazladır. Musluk suyundaki varlığı koagülasyon etkisi, pH seviyesinin iyi kontrol edilmemesi veya işleme sürecindeki bir aksaklığa işaret eder. İçme suyundaki miktarı genellikle 0.3 mg/L'nin altındadır.

2.11.2. Kapsam

Demir, insan vücudunun işlevi için gerekli bir element olup ona bağlı zehirlenmelere nadir olarak rastlanmaktadır. 0.3 hatta 0.1 mg/L üzerindeki demir varlığı renk, leke, tat bakımından tüketici açısından olumsuzluklar yaratır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200 µg/L

DSÖ kılavuz sınır değeri: 300 µg/L

ABD: 300 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: bulunmamaktadır.

2.11.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.11.4. Prensipler

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki demir konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Fe

2.11.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1. Yöntem

<u>Uygulama Alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan demir tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 3 - 5µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzemeler, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafite fırın, alev modunda atomik emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 248.3 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga boyu

259,940
238,20

Bozucu Etki Yaratan Elementler

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen iztop (normalize edilmemiş: [56])

- **Temel Aralık YarATICILAR**

56 ArO, CaO

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Mg(NO₃)₂
- 1g/L Fe ana stok çözeltisi
- Fe ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır
- Ölçüm sinyali kontrol edilir
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Fe olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.11.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.12. Mn: MANGAN

2.12.1. Amaç

Mangan sularında:

- ✓ Çözünmüş halde (Mn^{++} , genelde karbonat veya bikarbonat şeklinde)
- ✓ Partikül
- ✓ Toplam mangan olarak bulunmaktadır.

Çözünürlük, pH seviyesine, çözünmüş oksijene ve karmaşık ajanların varlığına bağlıdır. Bu elementin yüzey sularındaki miktarı 0.05 mg/L ve yeraltı sularında 1 mg/L'ye ulaşabilmekte ve demir ile birlikte bulunmaktadır.

2.12.2. Kapsam

Mangan insan vücudu için temel bir element olan bir oligo elementtir. Mangan zehirlenmelerine çok ender rastlanır. Suda 0.15mg/L'dan yüksek miktarda mangan bulunması tüketici açısından rahatsız edici etkiler yaratabilir (siyah katman 0.05 mg/L'den itibaren, lekelere, kötü tat).

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 50 µg/L

DSÖ Kılavuz değeri: 100 µg/L

ABD: 50 µg/L

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 500 µg/L

2.12.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.12.4. Prensipler

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki mangan konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Mn

2.11.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan mangan tayininde kullanılır.	<u>Referans standartları</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'de soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3''de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm Sınırı</u> Yöntemlere göre 1.5-5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR</u>	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzemeler ve Reaktifler

Malzemeler

Cihazlar

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometresi (Dalga Boyu: 279.5 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
257,610	Fe, Mo, Cr
293,306	Al, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen izotoplar (normalize edilmemiş: [55])

- **Temel Aralık yaratanlar**
- 55 NaS, ArOH, ArNH

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Mn ana stok çözeltisi
- Mn ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz sekansı hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Mn olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.12.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.13. Civa Tayini

2.13.1. Amaç

Sulardaki varlığı $0.1\mu\text{g/L}$ seviyesindedir ve yüzey sularında $0.1'$ den $1\mu\text{g/L}$ 'ye kadar civa bulunabilmektedir. Civa ve bileşikleri insan için zehirleyicidir (özellikle de civanın bakteriler ile değişikliğe uğramasından kaynaklanan metil-civa). Bu element sulak ortamda organizmalarda ve besin zinciri boyunca birikir.

2.13.2. Kapsam

Bu metot, sularda bulunan civanın tayinini kapsar.

Avrupa Birliği Değeri: $1\mu\text{g/L}$

DSÖ Kılavuz değeri: $1\mu\text{g/L}$

ABD: $2\mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: $1\mu\text{g/L}$

2.13.3. Standartlar

Civanın uçuculuğu ve diğer elemeler ile etkileşmesinden dolayı bir çok önlem alınmasını gerektirmektedir. Günümüzde kullanılan çalışma yöntemleri ile kesin ve güvenilir sonuçlar ve analitik değerlendirmeler için numunenin muhafaza koşulları (reaktiflerden arındırma, malzemenin temizlenmesi, numunelendirme) önemlidir. Civa bileşiklerinin tamamen ayrışması için belli bir süre gerekmektedir. Az miktarda civa içeren numunelerde güvenilir sonuçlar elde etmek için kullanılan reaktiflerin azami saflık derecesinde olmaları çok önemlidir.

Soğuk Buhar ile Atomik Emilim Spektrometresi

EN 1483.

Ölçüm Sınırı: 0.1 µg/L

Dalga Boyu: 253.7 nm

Bu yöntem, standart EN 12338'ye uygun olarak amalgam ile zenginleştirilmiş olarak kullanılabilir. Bu yöntem ile çok düşük miktarlarda yani 0.01 µg/L seviyesinde ölçüm yapılabilir. Bir ya da iki değerlikli civa; kalay klorür (SnCl₂) veya asidik ortamda sodyum tetrahidroborat (NaBH₄) reaktifi ile metalik civa formuna indirgenir. Kapalı bir kaptaki toplanan civa oda sıcaklığındaki bir gaz akımı ile atomik absorpsiyon spektrofotometresinin absorpsiyon ölçme hücreğine gönderilir ve 253.7 nm dalga boyunda absorpsiyon ölçülür. Deney çözeltisinin absorpsiyon değeri ile civa miktarları bilinen kalibrasyon çözeltilerinin absorpsiyonları karşılaştırılarak numunenin civa konsantrasyonu ölçülür.

İnterferanslar

Plastik malzemelerden civa buharı yayılabildiği için malzeme seçiminde bu durum göz önünde bulundurulmalıdır. Uçucu organik maddeler UV'de absorplandığı için civa ile karıştırılabilmeyebilir. Bu yüzden organik maddeleri indirgemek için potasyum permanganat/potasyum peroksodisülfat kullanılır. Ultrasonik yöntem ile organik maddeleri indirgemek için otoklav veya mikrodalga kullanılır. Yükseltgen fazlası amonyum hidroksi klorür ile indirgenir.

Floresan Atomik Spektrometresi

EN 13506 ve ISO 17582.

Ölçüm Sınırı: 0.01 µg/L

Dalga Boyu: 253.7 nm

Prensip

Deney numunesi brom çözeltisi ile indirgenir. Analizden önce askorbik asit ilave edilerek brom fazlası ortamdaki uzaklaştırılır. Numunede bulunan civa (II) kalay (II) klorür tarafından civa buharına indirgenir ve argon akımı ile çözeltiden sürüklenir. Numunedeki nem sürekli gaz akımı ile uzaklaştırılır. Civa buharları floresan atomik spektrometre ile tespit edilir.

İnterferanslar

Floresan hücrelerinde su veya aerosol buharı ve çözünmüş gazlar atomik floresan sinyalinin zayıflamasına ve yok olmasına neden olur.

Çözünmüş gazlar indirgenme evresinde su buharı ise gaz vektöründen hidroskopik katman aracılığı ile uzaklaştırılır. Civa ile etkileşen sülfür, iyodür ve bromür anyonları beklenen

sinyalin zayıflamasına neden olur. Bunun yanında altın, gümüş ve platin gibi soy metaller civa buharı ile amalgam oluşturarak sinyalin zayıflamasına neden olur.

Floresan atomik spektrometre yöntemi ile uçucu organik maddeler interferansa yol açmazlar.

Prensip

- **Soğuk Buhar ile Atomik Emilim Spektrometresi**

İndirgen olarak kalay klorür ve sodyum tetra borat kullanılır. Bir ve iki değerlikli civa asitli ortamda element haline indirgenir. Çözelti halinde olan civa gaz akımı ile ölçüm hücresine taşınır.

- **Floresan Atomik Spektrometresi**

Deney numunesi brom çözeltisi ile indirgenir. Brom çözeltisi civanın çözücüsü olarak bilinmektedir (tüm organik civa türevleri).

Analizden önce , brom fazlası askorbik asit ile ortamdan uzaklaştırılır. (bakınız A.2).

Numunede bulunan civa (II), kalay(II)klorür tarafından civa buharına indirgenir ve argon akımı ile çözülden sürüklenir. Numunedeki nem sürekli gaz akımı ile uzaklaştırılır. Civa buharları floresan atomik spektrometresi ile tespit edilir.

Numune alma ve hazırlanması

Bakınız alt bölüm IV.2.1.

Civa analizi yapılmadan önce numune nitrik asitli ortamda hazırlanan potasyum dikromat çözeltisi ile sabitlenir. Numuneye potasyum dikromat çözeltisinin fazlası ilave edilir. Numunede potasyum dikromat çözeltisinin göstergesi olan sarı turuncu renk belirsiz ise biraz daha ilave edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon eğrisi numunedeki civa konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözülden seyreltilerek en az beş noktada çizilir.

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Hg olarak ifade edilir

2.13.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

Uygulama Alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insani tüketim amaçlı sularda bulunan cıvanın tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN 1483 - EN 13506 - ISO 17582
Muhafaza Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1 dir. Numuneler pH<2 olacak şekilde asitlendirilir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
Ölçüm Sınırı Yöntemlere göre 0,01-0,1 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemle imha edilmelidir.

3 Prensipten (bkz. Yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Atomik soğuk buhar emilimi spektrometresi (Dalga Boyu: 253.7 nm.)
- Floresan atomik spektrometresi (Dalga Boyu: 253.7 nm.)

Reaktifler

- Deiyonize su
- Nitrik asit (Analitik saflıkta)
- Potasyum dikromat

- Brom
- Askorbik Asit
- Kalay (II) klorür
- 1g/L Hg ana stok çözeltisi
- Hg ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- ✓ Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- ✓ Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune ama işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Hg olarak ifade edilir

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.13.6. Analiz Maliyeti

5 €-15 € arasında

2.14. Ni: NİKEL

2.14.1. Amaç

Suda nikel çözünebilir tuzlar halinde bulunur (klorür, nitrat, sülfat ve daha az ölçüde, karbonat (NiCO_3) ve hidroksitler (Ni(OH)_2).

Bulaşma kaynakları

Kaynak Seviyesinde:

Doğal Kaynak: Nikel doğada yeryüzünün kayalık yerlerinde sıklıkla rastlanılan bir element olup miktarı genelde 1 µg/L' den azdır. Bazı bazaltik volkanik (Yeni Kaledonya) ve mineralize damarlara yakın bölgelerde miktarı daha yüksektir.

Antropik Kaynak: Nikel maden çıkarma, demirli olmayan metallerin değişimi, maddelerin geri dönüşümü, cam, seramik, mücevher ve tıbbi protez üretimi gibi pek çok endüstri alanında kullanılmaktadır.

Dağıtım Kanalları Seviyesinde:

Nikel farklı tesisat parçalarının bileşeninde yer almaktadır (boru, ekleme, musluk).

Nikel sindirim ve deri için alerjik olabilmektedir.

2.14.2. Kapsam

Nikel farklı tesisat parçalarında kullanılmaktadır (borular, bağlantılar, musluklar).

Nikel sindirim ve deri için alerjik olabilmektedir.

***Avrupa Birliği Sınır Değeri:** 20µg/L*

***DSÖ Kılavuz Sınırı:** 20 µg/L*

***Kanada Sağlık:** hazırlıkta*

***ABD:** /*

***Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri:** 20 µg/L*

2.14.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.14.4. Prensipler

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki nikel konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Ni

2.14.4. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda nikel tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar: soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 1-10 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR:	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensiip (yukarı bakınız)

4 Reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometre: (Dalga Boyu: 232.0 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu	Bozucu Etki Yaratan Elementler
231,604	Al, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye edilen İzotoplar [58, 60])

Temel Aralık Yaratanlar

[58]	Fe, CaO, CaN, NaCl, MgS
60	CaO, CaOH, MgCl, NaCl

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücü: Mg(NO₃)₂
- 1g/L Ni ana stok çözeltisi
- Ni ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Ni olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.14.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.15. Pb: KURŞUN

2.15.1. Amaç

Kurşunun sulu ortamda bulunma olasılığı bir çok faktöre bağlıdır. Bunlar pH, sıcaklık, alkalilik özellik ve kanalizasyonlardaki suyun durgunluk süresidir. Sulu ortamda, kurşun iyon veya kompleks şeklinde bulunur.

Kaynak Seviyesinde:

Yeraltı sularındaki miktarları, pH seviyesinin asidik olduğu maden bölgeleri hariç son derece düşük seviyededir. “**Sedimentli**” bölgelerde de kurşun tutulmaktadır.

Kurşunun benzinden kaldırılmasından sonra yağmur sularında bulunma olasılığı çok azalmıştır. Kurşunu kullanan sanayiler en önemli atık üretenler arasında olup, genelde bu atıklar ince toz halinde olduğu için kurşunun çözünmesi kolay olmamaktadır.

Dağıtım Ağı Seviyesinde:

Kurşunun çözünmesi kanalizasyon, kaynak veya ağın bağlantı yerlerinde olabilmektedir. Bazı plastikler, kalay kaynakları kurşunun yayılmasından sorumlu olabilmektedir. Kurşunun miktarı, pH, sıcaklık ve TAC gibi fiziksel ve kimyasal parametrelere bağlıdır.

Kurşun zehirli bir element olup vücutta birikir. CIRC’ye göre ‘2b’e sınıflandırılmıştır.

2.15.2. Kapsam

Kurşunun çözünmesi kanalizasyon, kaynak veya ağın bağlantı yerlerinde olur. Bazı plastikler, kalay kaynakları kurşunun yayılmasını sağlar. Kurşunun miktarı, pH, sıcaklık ve TAC gibi fiziksel ve kimyasal parametrelere bağlıdır.

Kurşun zehirli bir element olup vücutta birikir. CIRC’ye göre ‘2b’e sınıflandırılmıştır.

Avrupa Birliđi Sınır Deđeri: 10 µg/L

DSÖ Kılavuz Deđeri: 10 µg/L

Kanada Sađlık: 10 µg/L

USA: 15 µg/L

Dođal Mineral Kaynak Suları İin Avrupa Birliđi Sınır Deđeri: 10 µg/L

2.15.3. Standartlar

Bakınız alt blm IV.2.2.

2.15.4. Prensip

Bakınız alt blm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt blme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve dođrulama

lm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve dođrulama yapılır.

Kalibrasyon eđrisinin hazırlanması

Kalibrasyon zltileri numunedeki kurşun konsantrasyonunu de iine alacak Őekilde stok zltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eđrisi izilir .

Analiz

Analizler belli yntemler kullanılarak uygun aletler ile gerekleřtirilir.

Hesaplama ve sonuların ifade edilmesi

µg/L Pb

2.15.5. Kalite iřlemi: YNTEMİN İŐLEYİŐİ

1 Yntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartlar</u>
Yntem, yeraltı ve insani tketim amalı sularda kurşun tayininde kullanılır.	- EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586

<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm Sınırı</u> Yöntemlere göre 0,1-1 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

<u>GÜVENLİK ÖNLEMLERİ</u>	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
<u>ATIKLAR</u>	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, alev modunda atomik emilim spektrometre (Dalga Boyu: 283.3 nm)

- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu

220,353

283,306

Bozucu Etki Yaratan Elementler

Al, Co, Ti

- Spektrometre ICP/MS

- **Tavsiye edilen izotoplar [206, 207, 208])**

Reaktifler

- Deiyonize su

- Analitik saflıkta nitrik asit

- Matris Dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂ + NH₄H₂PO₄

- 1g/L Pb ana stok çözeltisi

- Pb ara standart çözeltisi

- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Pb olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.15.6. Analiz Maliyeti

5 € -15 € arasında

2.16. Se: SELENYUM

2.16.1. Amaç

Genelde sularda selenat (SeO_4^{2-}) veya selenit (SeO_3^-) şeklinde bulunmaktadır. Sular $10 \mu\text{g/L}$ düzeyinde selenyum içermektedir. Yüzey sularında selenyum varlığının kaynağı toprağın yıkanmasıdır.

2.16.2. Kapsam

Avrupa Birliği Sınır Değeri: $10 \mu\text{g/L}$

DSÖ Kılavuz Değer: $10 \mu\text{g/L}$

Kanada Sağlık: $10 \mu\text{g/L}$

ABD: $50 \mu\text{g/L}$

Doğal Mineral Kaynak Suları İçin Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10 µg/L

2.16.3. Standartlar

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

2.16.4. Prensip

Bakınız alt bölüm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt bölüme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki selenyum konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir .

Analiz

Analizler belli yöntemler kullanılarak uygun aletler ile gerçekleştirilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

µg/L Se

2.16.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda selenyum tayininde kullanılır.	<u>Referans standartlar</u> - EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586
<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standartan standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1'dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz Öncesi Muhafaza Süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.

Muhafaza sıcaklığı

Numuneler $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır.

Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada $5^{\circ}\text{C} \pm 3''$ 'de muhafaza edilir.

Ölçüm sınırı

Yöntemlere göre 1-5 $\mu\text{g/L}$

Sonuçların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltileri ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)**4 Malzeme, reaktifler**

Malzemeler

Aletler

- Grafit fırın, hidrür alev modunda atomik emilimli Spektrometre (Dalga Boyu: 196.0 nm)

- Spektrometre ICP/AES

Dalga Boyu

196,026

203,985

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen İzotoplar [77, 78, 82])

Temel Aralıklar

77 CaCl, ArCl, ArArH

78 ArAr, CaCl[82]

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücüsü: Pd + $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ veya Ni (Nitrat şeklinde)
- 1g/L Se ana stok çözeltisi
- Se ara standart çözeltisi

- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltilisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ Se olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.16.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arası

2.17. Zn: ÇİNKO

2.17.1. Amaç

Doğal sularda çinko miktarı genellikle düşük olup partiküllü maddeler tarafından emilimi ile miktarı daha da azalmaktadır. Su tesisatındaki galvanizli borularda bulunan çinkonun çözülmesi ile miktarı 0.01 ve 1 mg/L aralığında değişmektedir. Çinko bir oligo element olup insan için gereklidir. İçme suyunda bulunan çinko insanlar için zehirli değildir. Çinko miktarı yüksek olan suların tadı kötüdür.

2.17.2. Kapsam

Çinko bir oligo element olup insan için gereklidir. İçme suyunda bulunan çinko insanlar için zehirli değildir. Çinko miktarı yüksek olan suların tadı kötüdür.

Avrupa Birliği Sınır Değer: "sular sert olmamalıdır"

DSÖ Kılavuz Deęeri: -

ABD: 5 mg/L

Doęal Mineral Kaynak Suları İin Avrupa Birlięi Sınır Deęeri: -

2.17.3. Standartlar

Bakınız alt blm IV.2.2.

2.17.4. Prensip

Bakınız alt blm IV.2.2.

Numune alma ve hazırlanması

Alt blme bakınız IV.2.1.

Kalibrasyon ve doęrulama

lm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doęrulama yapılır.

Kalibrasyon eęrisinin hazırlanması

Kalibrasyon zelteleri numunedeki inko konsantrasyonunu de iine Őekilde stok zeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beŐ noktada kalibrasyon eęrisi izilir .

Analiz

Analizler belli yntemler kullanılarak uygun aletler ile gerekleŐtirilir.

Hesaplama ve sonuların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L Zn}$

2.16.5. Kalite iŐlemi: YNTEMİN İŐLEYİŐİ

1 Yntem

<u>Uygulama Alanı</u>	<u>Referans standartlar</u>
Yntem, yeraltı ve insani tketim amalı sularda inko tayininde kullanılır.	- EN ISO 11885 - EN ISO 17294-1 - EN ISO 15586

<u>Muhafaza</u> Numuneler PE şişelere alındıktan sonra analitik saflıktaki nitrik asit ile asitlendirilerek muhafaza edilir. Nitrik asitin asitliği standart standarda değiştiği halde genellikle %0.5 veya %1dir. Numuneler pH < 2 olacak şekilde asitlendirilir.	<u>Analiz Öncesi Muhafaza Süresi</u> -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3' de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> Yöntemlere göre 1-5 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayırışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzeme

Aletler

- Grafit fırın, hidrür alev modunda atomik emilim Spektrometresi (Dalga Boyu 213.9 nm)
- Spektrometre ICP/AES

Dalga boyu:

Bozucu Etki Yaratan Elementler

206,191

Cr

213,856

Cu, Ni, Fe

- Spektrometre ICP/MS

(Tavsiye Edilen izotoplar [64, 66, 68])

Temel Aralık Yaratanlar

64 Ni, AlCl, SS, SOO, CaO

66 PCI, SS, FeC, SOO

68 FeN, PCI, ArS, FeC, SS, ArNN, SOO

Reaktifler

- Deiyonize su
- Analitik saflıkta nitrik asit
- Matris Dönüştürücü: Pd + Mg(NO₃)₂ veya Mg(NO₃)₂
- 1g/L Zn ana stok çözeltisi
- Zn ara standart çözeltisi
- Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L Zn olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.17.6. Analiz Maliyeti

5 € - 15 € arasında

2.18. CN: TOPLAM SİYANÜR

2.18.1. Amaç

Doğal sularda siyanür miktarı genellikle çok düşüktür (< 100 µg/L). Siyanür sınai ve zirai atıklarda bulunmaktadır. Suyun pH'ına göre hidrojen siyanürden ayrılan siyanür iyonlarının miktarı değişmektedir.

Siyanürün en zehirli şekli hidrojen siyanürdür . Siyanür miktarı pH'a, sıcaklığa ve suyun iyonik gücüne göre değişmektedir. Siyanürün zehirleyici etkisi pH'nin azalması ile artmaktadır. Klor, peroksit veya ozon gibi oksidanların ilave edilmesi siyanürün oksidasyonuna yol açmakta ve siyanat oluşumu ile zehirleyici etkisi 1000 kat azalmaktadır. Azot ve anhidrit ile tam bir oksidasyon gerçekleşir.

2.18.2. Kapsam

Siyanürün zehirleyici etkisi pH'nin azalması ile artmaktadır. Klor, peroksit veya ozon gibi oksidanların ilave edilmesi siyanürün oksidasyonuna yol açmakta ve siyanat oluşumu ile zehirleyici etkisi 1000 kat azalmaktadır. Azot ve anhidrid de oksidasyona neden olmaktadır.

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 50µg/L

DSÖ Kılavuz Değeri: 70 µg/L

ABD: 200 µg/L

Mineral Doğal kaynak suları (16 Mayıs 2003 Yönergesi): 70 µg/L

EMN için Avrupa Birliği Sınır Değeri: 70 µg/L

2.18.3. Standartlar

ISO 6703-1 göre renk değişimine göre siyanür tayini yapılır.

Bu yöntem EN ISO 14403 göre sürekli akım ile otomatikleştirilir.

Ölçüm Limiti: 3 – 10 µg/L arasındadır.

2.18.4. Prensip

Bakır (II) sülfat, kalay (II) klorür siyanür kompleksleri sülfürik asit varlığında çözünmesi ve geri soğutucu altında ısıtma ile oluşan hidrojen siyanür akım gazı ile sürüklenir ve serbest kalan asit, sodyum hidroksit çözeltisinde toplanır.

Numuneye kloramin T, piridin-fenil-1 reaktifi ve metil-3 pirazolone eklenmesi ile oluşan karışım 620 nm dalga boyunda spektrofotometrede ölçülür.

Ölçüm yöntemi:

Serbest siyanürler: Serbest kalan siyanürler iyon halindeki siyanür, metalik siyanür ile bağlantılı toplam siyanür ve toplam organik siyanürlerdir. Kompleks kobalt ve tiyosinat formundaki siyanürler istisna teşkil etmektedir.

Karmaşık siyanürler pH 3,8'de UV ışınlarının etkisinde ayrışır. UV-B (312 nm) lambası 290 nm'den az dalga boyu olan UV ışınlarının filtrelenmesi için borosilikat bobini içerir. Bu şekilde tiyosiyanat'ın dönüşümü engellenir. Daha büyük dalga boyu olan UV lambası (351 nm) ise en

az 20 nm'de ışık yayan kuars veya politetraflororetilden (PTFE) yapılmış bir bobin içerir. pH 3,8'de hidrojen siyanür oluşur ve 125 °C'de distilasyon veya 30 °C'de hidrofob bir yüzeyden yayılan gaz ile ayrıştırılır. Hidrojen siyanürün miktarı spektrofotometrede ölçülmektedir. Siyanürün kloramin-T ile reaksiyonu sonucunda oluşan siyanoklorür piridin-4-karbonik asit ve dimetil-1,3-barbütirik asidi ile verdiği kırmızımsı renk spektrofotometre ile ölçülür. UV lambası serbest siyanürün tespiti sırasında söndürülmelidir. pH 3,8'de olan numunedeki hidrojen siyanürünü ayrıştırılmak için numuneye çinko sülfat çözeltisi ilave edilerek seyreltilir. Bunun amacı çinko siyano-ferrat karmaşık yapısı halindeki tüm demir siyanürleri çöktürmektir. Çöktürme işlemi numune seyreltilerek yapılır.

İnterferanslar

Klor gibi oksidanlar siyanürlerin çoğunu ayrıştırır. Oksidanları uzaklaştırmak için askorbik asit ilave edilerek nötralizasyon işlemi gerçekleştirilir.

Hidrojen siyanürün ayrıştırılmasında hat üzerinde seyreltme düzeneğinin kullanımı esnasında, 10 g/L'dan fazla tuz bulunuyorsa bu seyreltme bobinin tıkanmasına neden olabilir.

Numunede bulunan partiküller dolaşım tüplerinin tıkanmasına neden olur. Bu durumun şebeke sularında gerçekleşme riski oldukça düşüktür.

Tiyosiyanatın bozucu etkisi azdır.

Numune alma ve hazırlanması

Hidrojen siyanürün uzaklaşması riskine karşı siyanürü sabitlemek için sodyum ilave edilir.

Numune alımından hemen sonra gerekir ise filtreleme ile (> 0.1 mm) numune büyük partiküllerden arındırılmalıdır.

Su numunelerinin pH'ı sodyum hidroksit çözeltisi ile 12'ye ayarlanılır. Bu işlem sırasında sodyum hidroksit çözeltisinin neden olabileceği seyreltmenin az olmasına dikkat edilmelidir. Diğer mineral mikrokirleticilerden farklı olarak analizin çok hızlı bir şekilde yapılması gerekir. Numune alımından sonra en geç 3 gün içerisinde numune analiz edilmelidir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki siyanür konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltilerden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

İnceleme esnasında tiyosiyanat çözeltisinden (normalde <1 %) ve demir-siyanürden alınan sonuçların kontrol edilmesi önemlidir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L CN olarak ifade edilir.

2.18.5. Kalite işlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı ve insani tüketim amaçlı sularda siyanürün tayininde kullanılır	Referans standartları - ISO 6703-1 EN ISO 14403
Muhafaza Siyanürler sodyum ile sabitlenir. Bu şekilde her tür hidrojen siyanür kaybı engellenmiş olur.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami 1 ay 5°C±3°C -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınmaktadır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3''de muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırlaması 3 -10 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzeme, reaktifler

Malzemeler

Aletler

- Moleküler emilim spektrometresi (**Dalga Boyu: 620 nm**)
- UV lambası ile donatılmış sürekli akım inceleme aleti

Reaktifler

- Deiyonize su
- Sodyum hidroksit (Analitik saflıkta)
- Bakır (II)sülfat
- Kalay (II) klorür
- Çinko sülfat

- Sülfürik asit
- Kloramin - T
- Piridin asit-4-karbonik
- Dimetil asit-1,3-barbitürik
- Piridin-fenil-1 metil-3 pirazolon reaktifi
- Sodyum veya potasyum siyanür
- 1 g/L CN çözeltisi
- CN⁻ ara standart çözeltisi
- CN⁻ Kalibrasyon çözeltileri

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar µg/L CN⁻ olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.18.6. Analiz Maliyeti

10 € 'dan 20 € arasında

2.19. BrO₃⁻ / ClO₂³⁻: BROMAT VE KLORİT

2.19.1. Amaç

Kloritler

İnsani tüketim amaçlı sularda, klorit miktarı oksidasyon öncesi dezenfeksiyon veya ozonlama aşamalarındaki klordioksit oranına bağlıdır. Klordioksit'den kaynaklanan klorit iyonları-

nın oluşumu ortalama 30 ile 60 dakika arasında gerçekleşmektedir. % 50-70'i tepkimeye giren klordioksitten klorit iyonları oluşmaktadır. Hümik maddeler açısından zengin sularda tepkimeye giren klordioksit oranı % 80 olur. Bu değer halk sağlığı mevzuatında 200 µg/L'e denk gelmektedir.

Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ) 1994 yılında bu değerini 0,2 mg/L kabul etmiştir. Dezenfektan olarak klordioksitin kullanımı mevcut limitinin aşılmasına neden olduğu halde dezenfektasyon işlemini engelleyecek bir unsur olarak değerlendirilmemelidir." (DSÖ, 1996).

Klordioksit'in işleme alınması esnasında oksit - azaltımı reaksiyonları meydana gelmekte ve klorit iyonları (50%), klorür iyonları (40%) ve klorat iyonları (10%) meydana delmektedir.

Bromatlar

İçme suyunun ozon ve ozon hidrojen peroksid karışımı ile dezenfeksiyonu bromat oluşumuna yol açar.

Bromatın varlığı suyun çamaşır suyu ile klorlanmasında kaynaklanır.

Bromatlar son derece zehirleyici ve kanserojendir (CIRC'nin grup 2B).

2.19.2. Kapsam

Kloritlerin sudaki varlığı, oksidasyon öncesi klordioksitten veya insani tüketim amaçlı suların dezenfeksiyon işleminden kaynaklanmaktadır.

İçme suyunun ozon ve ozon hidrojen peroksid karışımı ile dezenfeksiyonu bromat oluşumuna yol açabilir.

Literatürde birden fazla kılavuz ve referans değeri bulunmasına rağmen içme suyu yönergelerinin güncellenmesi kapsamında Dünya Sağlık Örgütü (DSÖ) tarafından kloritler için 700 µg/L'e değeri önerilmiştir.

Kloritler

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 200µg/L

DSÖ değeri: 700µg/L

Kanada Sağlık: /

ABD: 800-1000 µg/L

Bromatlar

Avrupa Birliği Sınır Değeri: 10µg/L

DSÖ kılavuz değeri: 25 µg/L (geçici)

ABD:10 µg/L

Doğal Kaynak Suları Avrupa Birliği Sınır Değeri: 3 µg/L

2.19.3. Standartlar

İyon Kromatografi: EN ISO 10304-4 ve EN ISO 15061

2.19.4. Prensip

İyon Kromatografisinde ayrışım kolonu ile klorat, klorür ve klorit anyonlarının ayrıştırılması mümkündür. Durgun faz olarak düşük kapasiteli anyon değiştirici ve eluent olarak zayıf monobazik ve dibazik asitlerin tuzlarının sulu çözeltileri kullanılır. Anyonlar iletkenlik (CD), ultraviyole (UV) ve amperimetrik (AD) detektörler ile tespit edilir. İletkenlik detektörü kullanıldığı zaman, eluentlerin iletkenliği düşük olmalıdır. Bu nedenle bu dedektör kullanıldığında eluentlerin iletkenliğini azaltmak ve numunenin asit türlerini değiştirmek için katyon değiştirici gibi post kolon reaktörler kullanılır.

İnterferanslar

Numunede bulunan organik asitler ve iyonların kolonda ayrışmasını benzer özellikteki iyonlar engeller.

Numune alma ve hazırlanması

Numune alma ve koruma işlemleri ISO 5667-1, ISO 5667-2 ve ISO 5667-3'e göre yapılır.

Numune alma için temiz polietilen kaplar kullanılır. Numune alımından sonra ortamda bulunan herhangi bir ozonun hemen uzaklaştırılmasıyla daha fazla bromat oluşumu engellenir. Örneğin 1 L numuneye 50 mg etilendiamin ilave edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

Ölçüm limitinden itibaren uygulama sahasında kalibrasyon ve doğrulama yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki bromat ve klorit konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve en az beş noktada kalibrasyon eğrisi çizilir.

Analiz

Analiz sırasında kolonların performanslarının izlenmesi ve çözünürlüğün kontrolü önemlidir.

Kolonun önceki analizden kirlenmiş olabileceği riskine karşı eluent geçirilerek kolon temizlenir. Kolonun temizlenip temizlenmediği kontrol çözeltileri ile kontrol edilir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

$\mu\text{g/L BrO}_3^-$ ve $\mu\text{g/L ClO}_2^{3-}$

2.19.5. Kalite Yöntemi: Yöntemin İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, insani tüketim amaçlı sularda ve havuz sularında klorat, klorür, klorit ve bromat anyonlarının tayininde kullanılır.	Referans standartlar - EN ISO 10304-4 - EN ISO 15061
Muhafaza Numune dezenfekte edilmeden önce oksidan kalıntılarında arındırılması gerekir. Bu amaçla, etilen diamin ilave edilir. Bu muhafaza ajanının iki görevi vardır: ✓ Oksidan kalıntılardan arındırmak ve ilerde oluşabilecek oksidasyonu engellemektir. ✓ Demir gibi elementlerin kloritlerle kelat oluşumunu engellemektir. Klorit ve kloratların tayininden önce numunede olabilecek klordioksidin uzaklaştırılması gerekir. Numuneler renkli cam şişelerde veya polietilen şişelerde ışıktan uzak karanlık bir yerde muhafaza edilmelidir.	Analiz öncesi muhafaza süresi -Azami analiz süresi: $5^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$ 'de 14 gündür. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
Muhafaza sıcaklığı Numuneler $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}$ 'de muhafaza edilir.	
Ölçüm sınırı Kloritler: $50 \mu\text{g/L}$ Bromatlar: $5 \mu\text{g/L}$ Kloratlar: $30 \mu\text{g/L}$	Sonuçların ifade edilmesi $\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromotografik ayrışım reaktifleri özel bir işleme imha edilmelidir.

3 Prensipten (yukarı bakınız)

4 Malzemeler, Reaktifler

Malzemeler:

Aletler

- İletkenlik detektörü (CD), UV detektörü (UV) ve amperimetrik dedektör (AD), ayırma kolonlarıdır.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Sülfirik asit
- Nitrik asit
- Sodyum karbonat
- Etilen diamin
- Potasyum bromat
- Sodyum klorit
- Potasyum klorat
- 1 g/L Bromat ana standart çözeltisi
- 1 g/L Klorit ana standart çözeltisi
- 1 g/L Klorat ana standart çözeltisi

5 Uygulama

- Numuneler, kör ve kontrol çözeltileri hazırlanır.
- Her 10 numunede bir kontrol çözeltisi okutulacak şekilde bir analiz serisi hazırlanır.

6 Kontrol

Uygulanan kalite kontrolleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kör analiz yapılır.
- Ölçüm sinyali kontrol edilir.
- Kalibrasyon eğrisinde bağımsız bir çözelti ile bir kontrol noktası belirlenir.
- Kalibrasyon eğrisinin eğiminin kontrolü: korelasyon katsayısı
- Numune alma işlemlerinde kullanılan her yeni şişe ön kontrolden geçirilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.19.6. Analiz Maliyeti

30 € -70 € arasında

2.20. F: FLORÜR TAYİNİ

Elektrokimyasal yöntem (ISO 10359-1)

2.20.1. Amaç

Sularda bulunan florür miktarı reaksiyonlar aracılığıyla zemin ve kayalıklar arasında veya antropik katılımlarla kontrol edilir.

Florür miktarı belli olan suların kullanımı dış sağlığı bakımından olumlu etkiler sağlar. Ancak florür miktarı fazla olan suların kullanımı tehlikeli bir hastalığa ve sakatlığa neden olan florsa hastalığına neden olur.

2.20.2. Kapsam

İnsanlarda florürün eksikliği veya fazlalığı iyileştirilmesi mümkün olmayan sağlık etkileri nedeniyle Dünya Sağlık Örgütü tarafından florür değeri 1,5 mg/L' ye düşürülmüştür.

2.20.3. Standartlar

Florür Tayini: Elektrokimyasal yöntem (ISO 10359-1)

2.20.4. Prensip

Florür iyonları standartlara göre, florür iyonu elektrodu ile referans elektrod kullanılarak ölçüm yapılır.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler alındığı yerde veya analizden önce filtrelendir. Numune alım şişesi plastik olmalıdır.

Uygulama

0,1 mg/L-10 mg/L aralığında kalibrasyon eğrisi çizilir.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri numunedeki florür konsantrasyonunu de içine alacak şekilde stok çözeltiden seyreltilerek hazırlanır ve 0,1 mg/L-10 mg/L aralığında en az üç noktada kalibrasyon yapılır.

Analiz

1 g/L standart florür çözeltisinden deiyonize su ile seyreltilerek 0,1 mg/L-10 mg/L standart kalibrasyon çözeltileri hazırlanır. 10 mL numuneye 1 mL TISAB III eklenir ve pH- kağıdı ile pH değerinin 5- 8 aralığında olup olmadığı kontrol edilir. İyonmetre ile ölçüm yapılır. Florür miktarı doğrudan mg/L olarak okunur.

Sıcaklık farkının 5°C'yi aşmamasına (bunun için numune 20°C'de termostat içinde bekletilir) dikkat edilir.

Florür miktarı 0.5 mg/L' den düşük ise numunelerde elektrodun duyarlılığı azdır. Bu nedenle sabit bir değer gözlenene kadar beklenir.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi:

Sonuçlar mg/L F olarak ifade edilir.

2.20.5. Kalite İşlemi: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, florür miktarı düşük olan insani tüketim amaçlı sularda ve havuz sularında florür anyonlarının tayininde kullanılır.	<u>Referans standardı:</u> - ISO 10359-1
<u>Muhafaza</u> Numuneler 5°C±3°C'de polietilen kaplı şişelerde karanlıkta muhafaza edilir.	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u> -Azami analiz süresi: 5°C±3°C'de 15 gündür. -Kör hazırlanır. -Periyodik olarak şişenin kontaminasyonu kör ile kontrol edilir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş araç veya soğuk depolamalı izotermik kap ile taşınır. Laboratuvara geldiği andan analize kadar soğuk odada 5°C ± 3°'de muhafaza edilir.	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.05 mg/L F	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/L F

2. Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiip (bkz. yukarı)

4 Materyal, reaktifler

Materyal

Araç ve gereçler:

Florür seçici elektrod içeren iyonmetre

Reaktifler

Ticari olarak florürün 1g/L ana standart çözeltisi satılır ve maksimum 1 yıl kararlıdır.

Kullanılacak deiyonize su belli sıcaklıkta olmalıdır.

TISAB III (Toplam iyon şiddetini ayarlayan tampon)

Kontrol çözeltileri : 0,525 mg/L F

5 Uygulama

1 g/L standart florür çözeltisinden deiyonize su ile seyreltilerek 0,1 mg/L-10 mg/L aralığında kalibrasyon standart çözeltileri hazırlanır. 10 mL numuneye 1 mL TISAB III eklenir ve pH- kağıdı ile pH değerinin 5-8 aralığında olup olmadığı kontrol edilir. İyonmetre ile ölçüm yapılır. Florür miktarı mg/L olarak doğrudan okunur.

Sıcaklık farkının 5°C'yi aşmamasına (bunun için numune 20°C'de termostat içinde bekletilir) dikkat edilir.

Florür miktarı 0.5 mg/L' den düşük ise numunelerde elektrodun duyarlılığı azdır. Bu nedenle sabit bir değer gözlenene kadar beklenir.

6 Kontrol

0.1 mg/L - 10 mg/L florür konsantrasyon aralığında iyonmetre 3 standart çözelti ile kalibre edilir. Kalibrasyon sonunda iyonmetrenin mV değeri 25 °C' de 54-60 mV aralığında olmalıdır.

0,1 ve 0,5 mg/L florür içeren iki numunenin kalibrasyon aralığı 0.1-1 mg/L arasında olmalıdır.

Her serinin analizinden önce 0.525 mg/L F⁻ kontrol çözeltisi okutulmalıdır. Okunan değer kontrol kartlarına not edilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8 Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

2.20.6. Analiz Maliyeti

10 €- 15 € arasında

ALT BÖLÜM 3

ORGANİK KİMYA ANALİZLERİ

3.1. PESTİSİT KALINTILARINA İLİŞKİN GENEL DEĞERLENDİRMELER

Türkiye’de kullanılan birçok aktif madde insani tüketim amaçlı sular için tehlike arz etmektedir.

Her farklı havza için ve bu aktif maddelerin kullanım dozajına, aynı zamanda fiziko kimyasal toksisite özelliklerine göre bir envanter yapılmalıdır. Daha sonra bu envantere göre denetim ve kontrol mekanizmalarında yer alması sağlanmalıdır.

Zirai ilaç gruplarının sulardaki analizleri için aşağıdaki geçerli standart yöntemler kullanılmaktadır:

- EN ISO 6468
- EN ISO 10695
- EN ISO 11369
- EN ISO 15913
- EN 12918

Bu metodları diğer metodlarla karşılaştırılarak valide edip en uygun metodla sonuca ulaşılabilir.

Glifosat, glüfosinat, aminotriyasol, dikuat ve parakuat gibi bazı maddelerin uluslar arası ISO metodları bulunmamaktadır.

ISO Standartları ile örtüşmeyen maddeler için diğer teknik bilgileri, ihtiyaç halinde ifade edilecektir.

3.2. BENZEN

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap bağlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve diğer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.2.1. Amaç

Benzenik türevlere ait çok sayıda organik madde yerüstü ve yeraltı sularında saptanmıştır.

Yeraltı sularında benzen ya da türevlerinin neden olduğu kontaminasyonların birçoğu boru hatlarında, solvent ya da stok tanklarındaki sızmalara, dağılmalara, aktarmanın neden olduğu geçişlere ya da sanayi atıklarının stoklanması gibi olaylara bağlıdır. Sanayi ve evsel atıklar aynı zamanda kontaminasyon kaynağı oluşturmaktadır. Genellikle, zayıf konsantrasyonlu BTEX ler, metil terbütül eter (MTBE) gibi yüksek konsantrasyonlu diğer kontaminasyonlarla birlikte bulunurlar.

Bu araştırma mineralli sulara yönelik bu bileşimlerin yokluğunu denetlemeyi amaçlar.

Benzen, kimya sanayide çok fazla kullanılan bir solvent çeşididir ve ilaçların, plastiklerin, sentetik kauçukların ya da boyaların kimyasal sentezleri için önemli olan bir tetikleyicidir. Benzen, ham petrolden oluşan doğal bir maddedir, ancak petrolde var olan diğer organik bileşenlerden başlanarak sentez edilir.

3.2.2. Kapsam

Halk Sağlığı planı üzerinde, benzen kanserojen bir maddedir, BTEX lerin en zehirlisidir. İnsani kullanım amaçlı sulardaki benzen oranı 1 µg/L değerini aşmamalıdır.

Toluen, etilbenzen ve xilen izomerler daha az zehirlidirler. Karsinojen özelliklerine dair hiç bir kanıt ortaya çıkmamıştır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sulardaki kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.2.3. Standartlar

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap bağlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve diğer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.2.4. Prensip

Belirlenen bir miktar, akabinde emilimi olan uçucu bileşenlerinin ayrıştırmak için inert gazın belirlenen bir miktarıyla tahliyesi edilir. Piegeaj aşağıdaki şekillerde yapılabilir:

- Uçucu maddeler kolonda tutulur sonra ısı uygulanarak bu maddelerin uygun dedektör ile izlenerek tayini gerçekleştirilir.

Gaz tahliye etme süreci tamamlanır tamamlanmaz piège, gaz evreli bir kromotografi kolonuna doğru, yerini daha sonra taşıyıcı gazın aldığı uçucu bileşenlerini desorber etmek için ısıtılır. Kromotograf kolonundaki aktarma hat içinde ya da hat dışında yapılan bir montajda oluşabilir. İnce uzun bir enjeksiyon bandı elde etmek için, piégeage, adsorbant maddeyle kaplı bir piège içinde olduğu zaman ya da analitik sistemin hassaslığı izin verirse, aktarma yaklaşık 20:1 değerindeki bir oranla ayarlanmış bir ayrıştırıcı aracılığıyla devreye girdiğinde kolon kısmının ısıtılması sisteminin kullanılması tavsiye edilir.

Bileşenler gaz kromotografiyle, ısının programlanmasıyla ve kütle spektrometre yardımıyla bulunanlarla sonunda ayrılırlar. Veriler, standartlarla karşılaştırmaya olanak sağlamak için toptan süpürme şeklinde ya da yeterli sayıdaki belirli parçalar üzerinde bir araya getirilmelidir. Miktar tayini, her analit için seçilen özellik belirleyici parçalar yardımı ile gerçekleştirilir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler PTFE kaplı silikon su geçirmez contalı vidalanmış tıpalı kaplara alınır.
- Otomatik numune alıcılarla gaz tahliyesi ve piégeage sistemleri için, otomatik numune alıcının fabrikası tarafından tavsiye edilen numune kapları kullanılır.
- Numuneler serbest klor ya da başka güçlü bir oksidant içeriyorsa sodyum tiyosülfat ilave edilir.
- Numunelerin muhafaza edilmesi için sodyum bisülfat yardımı ile pH derecesi 2'ye düşürülür.

b- Kalibrasyon ve doğrulama

- Ölçüm yöntemi: işaretli standartları ya da aynı kimya ailesinden olan fakat analiz edilmiş numunelerde taranmaya uygun olmayan maddeleri içeren iç standart sıvı ilave edilmesiyle 0.001 mg/L – 0.005 mg/L aralığında
- Aseton, metanol, dimetilsülfoksit ya da dimetilformamitteki ana solüsyonlar
- Maddeler: Aşağıdakileri içeren 48 bileşen: Benzen, toluen, o-xylen, m-xylen, p-xylen, etilbenzen
- Aşağıdaki bileşenler arasından seçilecek standartlar: Benzen-d₆, toluen-d₈, 1,4-diklorobutan

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Ölçüm alanı aşağıdaki solventlerden birinin, suda çözülebilenler, içerisindeki 1g/L ana solüsyondan başlanarak hazırlanır: Aseton, metanol, dimetilformamit

d- Analiz

- Kör çözelti, reaktifler ve kalibrasyon çözeltileri 10 ml'lik şişelerde olmalı ve her on numunede bir kalibrasyon çözeltilerinden biri kontrol amaçlı okutulmalıdır.

e- Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

İç veya dış standart yöntemine dayanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulduktan sonra kantifikasyon yapılır.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.2.5. Yöntemin İşleyişi

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> 1 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, benzenin, toluenin, etilbenzenin, xylene izomerlerin, naftalenin belirlenmesine ve halojen solventlere uygulanabilir.	<u>Referans standardı</u> ISO 15680 Head-space ile mümkün diğer yöntemler: - ISO 11423-1 - ISO 10301
<u>Muhafaza</u> Sıkıştırma kapaklı küçük numune alma şişesi ya da PTFE kaplı su geçirmez kapaklı 250 ml'lik kahverengi cam şişe. - Sodyum tiosülfat ilavesi Yaklaşık 2 değerinde bir pH'a vardırılmak için sodyum bisülfat ilave edilmesi	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 1 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda 5 güne kadar saklanır - Reaktif açıklık ön görülür
<u>Muhafaza ısı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 1 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: PTFE kaplı silikon su geçirmez contalı vidalanmış tıpalı numune kapları, pipetler, emici kolonlar

- Gaz tahliyesi ve kolon gereçleri
- Dedektörlü gaz kromatografi: Alev iyonizasyonlu dedektör, fotoiyonizasyonlu dedektör, elektron yakalayan dedektör ya da kütle spektrometri
- İnce kapiller kolonlar: Örneğin DB624, uzunluk: 60 metre, çap: 0,32 mm, film kalınlığı: 1.8 µm

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hidrojen, hava
- Kalibrasyon için kullanılan standart maddeler
- İç standartlar
- Standartların hazırlanmasında kullanılan çözücü solventler: Dimetilsülfoksit ya da dimetilformamit veya aseton ya da metanol

5. Uygulama

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- saha kontrolü
- reaktiflerin kontrolü
- en alt miktar tayin sınırında cihazın doğru çalışabildiğinden emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon serisinden ayrı içeriği bilinen bir solüsyon ile okumalar kontrol edilir.
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin denetlenmesi: Stabilite, korelasyon katsayısı

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/l değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.2.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 €

3.3. BENZEN

Benzen ve bazı türevlerinin tayini (ISO 11423-1: Üst gaz fazı kullanılarak gaz kromatografik metod)

3.3.1. Amaç

Benzenik türevlere ait çok sayıda organik madde yerüstü ve yeraltı sularında saptanmıştır.

Yeraltı sularında benzen ya da türevlerinin neden olduğu kontaminasyonların birçoğu boru hatlarındaki kaçaqlara, solvent ya da stok tanklarındaki sızmalara, dağılmalara, aktarmanın neden olduğu geçişlere ya da sanayi atıklarının stoklanması gibi olaylara bağlıdır. Sanayi ve evsel atıklar aynı zamanda kontaminasyon kaynağı oluşturmaktadır. Genellikle, zayıf konsantrasyonlu BTEX ler, metilterbütiler (MTBE) gibi yüksek konsantrasyonlu diğer kontaminasyonlarla birlikte bulunurlar.

Bu araştırma, mineralli sularda bu bileşimlerin yokluğunu denetlemeyi amaçlamaktadır.

Benzen, kimya sanayide çok fazla kullanılan bir solvent çeşididir ve ilaçların, plastiklerin, sentetik kauçukların ya da boyaların kimyasal sentezleri için önemli olan bir tetikleyicidir. Benzen, ham petrolden oluşan doğal bir maddedir, ancak petrolde var olan diğer organik bileşenlerden başlanarak sentez edilir.

3.3.2. Kapsam

Halk Saęlıęı planı üzerinde, benzen kanserojen bir maddedir, BTEX lerin en zehirlisidir. İnsani kullanım amaçlı sulardaki benzen oranı 1 µg/L deęerini aşmamalıdır.

Toluen, etilbenzen ve ksilen izomerler daha az zehirlidirler. Karsinojen özelliklerine dair hiç bir kanıt ortaya çıkmamıştır.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sulardaki kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirlilięin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.3.3. Standartlar

Benzen ve bazı türevlerinin tayini (ISO 11423-1: Üst gaz fazı kullanılarak gaz kromatografik metod)

Belli miktardaki monosiklik aromatik hidrokarbürlerin purge and trap baęlı gaz kromatografi ile dozajının belirlenmesi, naftalen ve dięer klorlu bileşenlerin ısı uygulaması ile gaz fazının ayrıştırılması.

(ISO 15680: Tasfiye ve ayırma ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.3.4.Prensip

Filtre edilmemiş su örneęinin belirlenen bir miktarı gaz geçirmeyen aksam ile kapatılmış vialde ısıtılarak gaz ve sıvı fazlar arasında denge saęlandıktan sonra gaz halinin bir bölümü gaz evreli bir kromatografa geçirilir. Benzen ve türevlerinin ayrılması farklı poleritede durgun fazları olan iki kapiler kolona enjeksiyon (aynı aynda iki kolona, aynı numuneden enjeksiyon) ve uygun dedektör yardımıyla belirlenirler. Bir kütle spektrometrenin kullanılması bu yöntem bir alternatiftir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler hem PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 250 ml'lik kahverengi küçük konik şişelere hem de PTFE septumlu oturtulmuş kapak sistemli 10 ml'lik küçük şişelere (vial) alınır.
- Bir miktar Potasyum karbonat eklenmesi su/gaz kısmı paylaşımını iyileştirmek için tavsiye edilir.

b- Kalibrasyon ve doęrulama

- Kalibrasyon yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- Aseton, metanol ya da dimetilformamitteki ana stok çözeltiler
- Maddeler: Benzen, toluen, o-xilen, m-xilen, p-xilen, etilbenzen

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltilerinin hazırlanması: 1 g/L'lik ana stok çözelti kullanılarak aseton, metanol veya dimetilformamit solvanlarından birisi kullanılarak hazırlanmalı.

d- Analiz

- Numune alımı ya direk 250 ml'lik şişeye ya da 10 ml'lik şişelere (vial) alınır yapılr. Cihaza verilirken 10 ml'lik vialler kullanılır.
- On numunede bir kontrol noktası okutulur.

e- Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alikonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörlerde olduğu gibi klasik tarayıcılardaki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alikonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Nicelendirme iç ya da dış modunda yapılan ölçüm eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.3.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Bu metod benzen, toluen, etil benzen ve ksilenlerin su ve atık su numunelerinde 2 µg/L'den daha büyük derişimlerinin tayinine ait bir metodu kapsar.	<u>Referans standartı</u> - ISO 11423-1 - Diğer yöntem: Purge and trap ISO 15680
<u>Muhafaza</u> Sıkıştırma kapak sitemli küçük numune alma şişesi ya da PTFE kaplı su geçirmez kapaklı 250 ml'lik kahverengi cam konik şişe. - Postasyum karbonat ilavesi (7 -8 g)	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 2 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda - Açık hava numune alımı

Muhafaza ısısı	
Nakil süresi boyunca: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ 'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır	
Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}$ soğuk oda	
Ölçüm sınırı	Sonuçların ifade edilmesi
2 $\mu\text{g/L}$	$\mu\text{g/L}$

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3 Prensiy (bkz yukarı)

4 Materyal, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: 250 ml konik şişeler, manyetik karıştırıcı, pipetler, 10 ml sıkıştırma kapaklı numune alma şişeleri:

- Termostat mekanizmalı otomatik headspace dozaj sistemi ya da gaz geçirmez ısıtılabilir 2.5 ml ya da 5 ml toplam kapasiteli enjeksiyon şırınga
- Dedektörlü gaz kromatografi: Alev iyonizasyonlu dedektörü, fotoiyonizasyon dedektörlü ya da kütle spektrometri
- İnce kapiller kolonlar: Örneğin DB5, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 μm ila 1 μm
- 50 μl ve 100 μl enjeksiyon şırıngaları

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hava
- Kalibrasyon standart maddeleri
- Standartların hazırlanmasında kullanılan solventler: Dimetilformamit, aseton ya da metanol

5 Uygulama

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

7 Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.3.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 €

3.4. YÜKSEK DERECEDE UÇUCU HALOJENLİ HİDROKARBONLARIN TAYİNİ

(Gaz kromatografisi metodu ISO 10301 / TS 9266: Headspace Gaz Kromatografisi Metodu)

3.4.1.Amaç

Yüzey ve yer altı sularında birçok halojenli uçucu hidrokarbon türü organik bileşik bulunmuştur. Su kaynaklarının bazılarında bulunan halojenlihidrokarbonlar sanayi alanında kullanılmakta,kimileri ise evsel atıklardan kaynaklanmakta ya da suların klorlanması sırasında ortaya çıkabilmektedirler..

Bu maddeler insanların çevredeki farklı aktivitelerine bağlı olarak ortaya çıkarlar.(atık sular, deşarjlar,, su depolarındaki kaçaklar, hava yolu gibi...) Bu analiz, mineralli sularda halojenli uçucu bileşiklerin olmadığından emin olunması amacıyla yapılır.

3.4.2. Kapsam

Bu bileşenlerden bazıları, muhtemel kanserojen maddeler olarak sınıflandırılırlar: Bromodiklorometan, karbon tetraklorür, kloroform, 1,2-dikloroetan, 1,3- dikloropropen, diklorometan ve tetrakloroetilen. Bunlar, sürekli oluşan bazı maddelerdir.

Avrupa yasalarınca, içme sularında; trihametanlar (kloroform + bromoform + dibromoklorometan + bromodiklorometan = 100 µg/L), 1,2- dikloroetan (3 µg/L) ve tetrakloroetilen ve trikloroetilen (10 µg/L) olarak belirlenmiştir.

Bu bileşenler için yapılan araştırma, sularda bulunabilecek zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kirlerin kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.4.3. Standartlar

Yüksek derecede uçucu halojenli hidrokarbonların tayini

(ISO 10301: gaz kromatografi yöntemi)

3.4.4. Prensip

- Birinci yöntem: Sıvı / sıvı ekstraksiyon ve gaz evreli kromatografi ile analizi

Yüksek derecede halojene edilmiş uçucu hidrokarbonlar organik bir çözücüde çözülür. Daha sonra solüsyon, elektron yakalayan bir dedektör ya da uygun başka bir dedektör yardımı ile gaz kromatografi ile analiz edilir.

- İkinci yöntem: headspaceli gaz kromatografi yöntemi

Numuneler, alınan numunenin miktarı / hava miktarı bilgisi verilmiş mühürlü şişelere alınır. Şişe ısıları, belirlenen denge koşullarında kalması için termostatlı bir sistem içerisinde 50°C ve 80 °C arasında muhafaza edilmelidir.

Numune alma şişelerinde suyla dengeli bulunan gaz kromatografisiyle yapılan analiz, elektron yakalayan bir dedektör ya da uygun başka bir dedektör kullanılarak gerçekleştirilir.

a- Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Sıvı- sıvı ekstraksiyon yöntemi

- Herhangi bir hava boşluğu bırakmadan, politetrafluoroetilen (PTFE) septum donatımlı cam şişeler doldurulmalıdır.
- Oksidan ajan bulunması halinde fazladan bir sodyum tiosulfat ilave edilir

Headspace yöntemi

- Numuneler PTFE septumlu sıkıştırma kapak sistemli 15 ml cam şişelere alınır. Doldurma seviyesi işaretlenmelidir ve tüm şişeler için aynı olmalıdır. Tavsiye edilen en düşük miktar 10 ml dir.
- Her nokta için iki numune alınır.
- Oksidan ajan bulunması halinde fazladan bir sodyum tiosulfat ilave edilir

- Erimiş karbon dioksitli zengin gaz suları olması halinde, sodyum karbonat ilave edilir.

b- Kalibrasyon ve Doğrulama

Aşağıda verilen bilgiler genel ölçüm aralığını yansıtmaktadır. Dolayısıyla her iki yöntem arasında tayin sınırı açısından bir seçim yapılırken daha detaylı bilgi için TS 9266 / ISO 10301'e bakılmalıdır.

Sıvı- sıvı ekstraksiyonu yöntemi

- Ölçüm yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- aseton, pentan ya da heksandaki 0.5 g/L değerindeki stok çözeltiler

Headspace yöntemi

- Ölçüm yöntemi: 0.001 mg/L –0.5 mg/L aralığında
- Aseton, metanol ya da dimetilformamitteki stok çözeltiler
- Referans maddeleri: Diklorometan, kloroform, karbon tetraklorür, dikloro-1,1 etan, dikloro-1,2 etan, trikloro-1,1,1 etan, trikloro-1,1,2 etan, dikloro-1,1 etilen, cis-dikloro-1,2 etilen, trans-dikloro-1,2 etilen, trikloroetilen, tetrakloroetilen, dikloro-1,2 propan, dikloro-1,3 propan, cis+trans-dikloro-1,3 propilen, dibromometan, tribromometan, dibromo-1,2 etan, bromoklorometan, bromodiklorometan, dibromoklorometan, trifluoro-1,1,3 etan.

c- Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı aşağıdaki solventlerden birinin içerisindeki yaklaşık 1g/L stok çözeltiden başlanarak hazırlanır: Headspace yöntemi için aseton, metanol ya da dimetilformamit, sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi için pentan, heksan ya da aseton.

d- Analiz

- Analitik seri oluşturulurken headspace yöntemi kullanılacaksa 10 ml'lik numune alım şişeleri numune alımından sonra doğrudan alanda kapatılır ya da sıvı – sıvı ekstraksiyon metodu uygulanacaksa numuneler ekstraksiyonda kullanılacak organik solvanın içerisine ilave edilir.
- Her bir on numuneden sonra hazırlanan kalibrasyon çözeltilerinden birisi (kontrol noktası) okutulur.

e- Bileşenleri tanımlama

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektördeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle de doğrulanır.
- Bileşenler, kütle spektrometri ile tarama yapılması halinde alıkonma zamanı ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

İç veya dış standart yöntemine dayanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulduktan sonra kantifikasyon yapılır.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.4.5 Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım (analiz sırasında yapılan ölçümlere yönelik notlar silinmeyen kalemle ve el yazısı ile yapılır. Değişiklik üzerine çizgi çizilip doğrusu yazılır bunun kimin tarafından ve hangi tarihte yapıldığı da yazılmalıdır)

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> 0,1– 100 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tamamı. Yöntem, halojenli hidrokarbonların belirlenmesinde uygulanabilir. İç bir standardın kullanılması tavsiye edilir	<u>Referans standartı</u> - ISO 10301 Diğer yöntemler: - ISO 15680 (Tasfiye ve ayırma) - ISO 11423-1 (hareketsiz headspace)
<u>Muhafaza</u> - PTFE kaplı su geçirmez tıpalı oturtulmuş kapak sistemli küçük numune alma şişesi ya da oturtulmuş cam tıpalı cam şişeler - Headspace yöntemi için karbon dioksit varlığı halinde potasyum karbonat ilavesi - Kalıntı oksidan varlığı halinde sodyum tiosülfat ilavesi - Headspace yöntemi için her analiz için 2 numune alınır.	<u>Analizden önceki saklama süresi</u> - 5°C±3°C de 2 gün - Su geçirmez şişede 5°C±3°C'de dışarıda - Açık hava numune alımı ön görülür - Kör çalışması yapılmalıdır
<u>Muhafaza ısısı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırda laboratuvarında analiz edilinceye kadar : 5°C ± 3° soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> Elektron yakalayıcı dedektör ile bulunan bileşenlere göre 0.1 µg/L' den 100 µg/L' ye.	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar seçmeli bir ayırma işlemi amacına uygun olmalıdırlar.

3 Prensiptir (bkz. yukarı)

4 Materyal, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: Manyetik karıştırıcı, pipetler, tutma maşası, sıkıştırma kapaklı 10 ml numune alma şişeleri ya da oturtulmuş tıpalı numune alma şişeleri:

- Termostat mekanizmalı otomatik headspace dozaj sistemi ya da gaz geçirmez ısıtılabilir 2.5 ml ya da 5 ml saymalı kapasiteli enjeksiyon şırınga
- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı dedektör ya da kütle spektrometresi
- İnce boru kolonları: Örneğin DB5, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm ila 1 µm
- 50 µl ve 100 µl enjeksiyon şırıngaları

Reaktifler

- Saf su (Halojenli solventleri içermediğinden emin olunmalıdır)
- Gaz: Azot, helyum
- Standart maddeler
- Kalibrasyon standartlarının hazırlanmasında kullanılan solventler: Dimetilformamit ya da aseton ya da metanol

5 Uygulama

Sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi:

Ekstraksiyon solventi sıkıştırma kapaklı ya da rodajlı cam şişenin içerisindeki numuneye konabilir.

Cihaz şartları uygun hale getirilir.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

Headspace yöntemi:

Cihaz şartları sağlanır.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6 Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Kontaminasyon mevcudiyetinden emin olunan bir ortamda numune alımı yapılırken, alanda ikinci bir numune daha alınarak kör analizler yapılır böylelikle daha sonra suda saptanabilecek kirleticilerin çevresel koşullardan değil suyun kendisinden kaynaklandığından emin olunmalıdır.
- Şişelerin ve laboratuvar ortamının kontamine olmadığından emin olunmalıdır.
- Ekstraksiyonda kullanılan solventlerin kontamine olmadığından emin olunmalıdır.
- En alt miktar tayin sınırında cihazın doğru çalışabildiğinden emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon serisinden ayrı içeriği bilinen bir solüsyon ile okumalar kontrol edilir.
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin denetlenmesi: Stabilite, korelasyon katsayısı

Çıkış zamanlarına göre bileşenler saptanır ve farklı özellikteki ikinci bir kolon üzerinde enjeksiyon yapılarak elektron yakalayıcı dedektör aracılığıyla bileşenlerin çıkış zamanları tekrardan kolon üzerinde teyit edilir.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturularak kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8 Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.4.6. Analiz Maliyeti

50 € ila 120 € ya

3.5. HİDROKARBON TAYİNİ

Hidrokarbonların belirlenmesi (ISO 9377-2: Hidrokarbonların tayini - Bölüm 2: Solventli ayırışım yöntemi ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.5.1 Amaç

Hidrokarbonların tayini kromatografik alıkonma zamanına göre C10-C40 aralığında düz zincirli ya da dallara ayrılmış alkanları göz önünde bulunduran bir yöntemi içerir. Bu yöntemle, yeraltı suları, yerüstü suları ve dağıtım sularına bulaşmış olan petroler belirlenmektedir. Hidrokarbonların neden olduğu su kirlenmesi çeşitli kaynaklara bağlıdır: Depolama, yük taşıma tanklarındaki sızıntılar, yeraltı ve yerüstü suları kirlenmelerinin birçoğu, boru hatlarındaki sızmalar, hidrokarbon ya da yakıt maddeleri depolama tanklarından, sanayi atıklarının depolanmasından ya da boşaltılmasından kaynaklanmaktadır. Sanayi ve evsel atıklar da kirlilik kaynağı oluşturmaktadır.

3.5.2. Kapsam

Bu bileşenler için yapılan araştırmalar, zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçların neden olduğu kirliliklerin sulardaki kaynağını belirlemeyi ve bu bileşenleri yok etmeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

98 /83/CE numaralı yönergede bu parametre ile ilgili bir değer bulunmamaktadır.

3.5.3. Standartlar

Hidrokarbonların belirlenmesi (ISO 9377-2: Hidrokarbon tayini - Bölüm 2: Solventli ayırışım yöntemi ve gaz evreli kromatografi yöntemi)

3.5.4. Prensiptir

Su numunesinde bulunan hidrokarbonlar hekzan, pentan ya da kaynama noktası 36 °C ve 69 °C arasında olan hidrokarbon karışımı ile ayırıştırılır. Ayırımı sağlayan maddeler florasil üzerinde arıtımla ayırıştırılır. Hidrokarbonlar, alev iyonlaştırıcı dedektör bulunduran gaz kromatografi cihazının kolon kısmına enjekte edilir. Nicelendirme, n-dekan ve n-tetrakontan arasındaki yüksekliklerinin toplam yüzölçümünün hesaplanmasıyla ve özellikle iki yağ mineralini içeren iç standartlı katkıyla gerçekleştirilir.

Numune alma ve hazırlanması

Numuneler PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik şişelere ya da rodajlı 1L'lik kahverengi cam şişelere alınır. Hidroklorik asitle pH≤2'nin altında oluncaya kadar numune asitlendirilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C-3°C arasındaki sıcaklıklarda soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır. Muhafaza süresi en fazla dört gündür.

Kalibrasyon ve doğrulama

Kalibrasyon

- Kalibrasyon aralığı: 0.2 mg/mL – 1.0 mg/mL
- Ekstraksiyon için kullanılan solventteki ana stok çözelti (hekzan, pentan ya da kaynama noktası 36 °C ve 69 °C'e arasında olan hidrokarbon karışımı)
- Ekstraksiyon solventi: C10 ve C40 n-alkanları içeren solventler
- Standart maddeler: Standartta belirtilmiş olan iki çeşit mineral yağının karışımı (dizel yakıt + yağlacı yağ)
- n-alkan standart karışımı: C10 - C40 arasında olan n-alkanlar

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözeltileri ana stok çözeltilerden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Asitleme ile numunenin ön işlemi, magnezyum sülfat ilavesi ve numune alım şişesindeki solventle ekstraksiyon işlemi yapılır.
- Solvent geri alınır.
- Ekstre edilmiş maddenin arıtılması ve arıtımı yapılan ekstre edilmiş maddenin konsantre edilmesidir.
- Alev iyonlaştırıcı dedektör içeren gaz kromatografisi ile tayin yapılır
- Analitik seri hazırlanır: Standartlar, kör analizler, kontrol noktaları, numuneler

Bileşenlerin tanımlanması

- C10 ve C40 arasında bulunan n-alkanlar belirlenen analitik koşullarda kolonda alıkonma sürelerine göre tanımlanır.

Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

3.5.5. Kalite işlemleri: YÖNTEMİN İŞLEYİŞİ

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> Yöntem, içme sularına, yer altı sularına ve hidrokarbon değeri 0.1 mg/L olan yüzey sularının tayininde kullanılır. Yöntem, karbon sayısı n-C10-C40 arasında olan hidrokarbonların belirlenmesine kullanılır. Mineral yağlarda hidrokarbonların belirlenmesinde kullanılmaz.	<u>Referans standardı</u> - ISO 9377-2
<u>Muhafaza</u> - PTFE'den yapılmış su geçirmez tıpalı ya da rodajlı 1 litrelik kahverengi cam numune şişelerine alınır.	<u>Muhafaza süresi</u> - Hidroklorik asit ilave edildikten 5°C±3°C'de 1 gün veya en fazla 4 gün kararlıdır. - Kör analiz ile izleme yapılır. - Şişelerden bir bulaşma olup olmadığı izlenmelidir.
<u>Muhafaza sıcaklığı</u> Numuneler ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırla taşınır. Laboratuvara getirildikten analize kadar 5°C ± 3° soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.1 mg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> mg/ L

2 Güvenlik

GÜVENLİK ÖNLEMLERİ	Standart çözeltiler ve reaktifler hazırlanırken eldiven takılmalıdır.
ATIKLAR	Kalibrasyon sıvıları ve kromatografik ayrışım reaktifleri özel bir işlemlerle imha edilmelidir.

3 Prensiplere (bkz. yukarı)

4 Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Dönerek çalışan buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemleri , yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, aktarma için ayırma hunileri, arıtma kolonları, su geçirmez tıpalı PTFE kaplı numune şişeleri ya da rodajlı kapaklı numune şişeleri:

- Alev iyonlaşmalı dedektör bulunduran gaz kromatografi cihazı

- İnce kolon: Uzunluk: 15 - 30 m, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.1 ile 0.25 µm
- C20/C40 arasında alınan sinyallerin ayrılmasını engelleyen enjektör kullanılır.

Reaktifler

- Deiyonize su
- Gaz: Helyum, hidrojen, hava
- Standart maddeler
- Ayrışım solventleri: Hekzan, pentan, petrol eteri
- Ayrışımın verimini kontrol etme amaçlı su ile karışabilen solventler: aseton
- Arıtma için ayrıştırıcılar: Florosil, stearil ,stearat

5 Uygulama

PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik şişelerde ya da rodajlı 1L'lik kahverengi cam şişelerde bulunan ayrışım solventi ile (hekzan, pentan, petrol eteri) ayrıştırma işlemi gerçekleştirilir.

Florosil bir kolon üzerinde ayrışım çözeltilerinin uzaklaştırılması sağlanır.

Ayrışan maddeler 1 mL' ye kadar konsantre edilir.

Kromatografi sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığı: kalibrasyon çözeltileri, analiz edilecek numuneler, 10 numunedan sonra kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için kalibrasyon eğrisi çizilir ve nicelendirme yapılır.

6 Kontrol

- Kör analiz yapılır.
- Ekstraksiyon geri kazanım kontrolü yapılır.
- Florosilin etkililiğini denetlenir.
- Çalışma aralığı belirlenir.
- Kontaminasyon mevcudiyetinden emin olunan bir ortamda numune alımı yapılırken, alanda ikinci bir numune daha alınarak kör analizler yapılır. Böylelikle daha sonra suda saptanabilecek kirleticilerin çevresel koşullardan değil suyun kendisinden kaynaklandığından emin olunmalıdır.
- Kalibrasyon eğrisi kontrol edilmelidir : Stabilite, korelasyon katsayısı
- Numune alımından önce kullanılacak şişelerin temizlikleri denetlenir.

Yukardaki kriterlere uyulması halinde karbon sayısı n-C10/n-C40 olan bileşen var sayılır.

7 Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Sonuçlar mg/L olarak ifade edilir.

8. Standartlara göre ayırım

Standardın Öngördükleri	Laboratuvarın Yaptığı Değişiklikler	Doğrulama
	Yok	

3.5.6. Analiz Maliyeti

50 € ile 100 € arasında

3.6. ORGANOKLORLU PESTİSİTLER

(ISO 6468: Sıvı – sıvı ekstraksiyon işleminden sonra gaz kromatografi metodu)

3.6.1. Amaç

Organoklorlu pestisitler zararlı ot ve haşere ilaçlarından, zirai atıklar veya zirai atıkların boşaltılması nedeniyle sularda tespit edilebilirler. Bu aktif maddeler toksisiteleleri sebebiyle yasaklanmadan önce zararlı haşerelerle mücadele için onlarca yıl yaygın şekilde kullanılmışlardır. Zararlı ot ve haşere ilaç gruplarının bazıları biyo-akümülatiftirler ve çevre sağlığı için oldukça stabilize dirler, çok az miktarda suda eriyebilir özelliktedirler, zehirli ve bazıları kanserojen niteliğe sahiptirler ve mineralli suyun kalitesinin denetimini gerekli kılar.

3.6.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesinde bu maddeler, biyo akümülatif ve kalıcıdır. Bu maddelerin toksisite özelliklerinden dolayı Avrupa Birliği insani tüketim amaçlı sular için kabul edilebilir maksimum konsantrasyon değerlerini belirlemiştir. Doğal Mineralli Sular Hakkındaki Yönetmeliğe göre pestisit ve benzeri maddeler için ihtiva edebilecekleri üst sınır değeri toplam 0.0001 mg/L'dir.

Bu maddelerin araştırılması sularda bulunan olası kontaminasyon kaynaklarını tespit ederek önleyici ve koruyucu bir takım tedbirlerin alınmasını sağlamaktır.

3.6.3. Standartlar

(ISO 6468: Sıvı – sıvı ekstraksiyon işleminden sonra gaz kromatografi metodu)

3.6.4. Prensi p

Bir miktar su (1 litre), su ile karışmayan ekstraksiyon solventiyle (heksan, petrol eteri ya da heptan) bir ayırma hunisi içine aktararak etkileşime bırakılır. Suda var olan muhtemel pestisitler organik faza taşınır.

Organik faz ayrılır, sonra buharlaştırılarak temizlenir, iç içe geçmiş maddeleri elemek için elektron yakalayan dedektörlü gaz kromatografi yardımıyla analiz yapılır.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

- Numuneler PTFE tıpalı su geçirmez kahverengi cam şişelerle alınır.

Organohalojen az uçucu maddeler organik bir solvent içine tranfer edildiğinde epeyce stabilize edilirler.

Kurutulan solvent ayrışmaların $4\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ derecede soğutulmuş kapalı bir bölümde, muhafaza edilmesi uygun görülmüştür.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon çözelti aralığı: $5\text{ }\mu\text{g/L} - 200\text{ }\mu\text{g/L}$ aralığında
- Ana stok çözelti hazırlama solventleri: Aseton, pentan, heksan ya da izooktan
- Maddeler: HCH izomerler, DDT izomerler, DDE izomerler, aldrin, dieldrin, endrin, heptaklor, epoksit heptaklor, endosülfan, klorobenzen ve PCB

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Stok çözeltilerden asetonla seyreltilerek en az beş ara standart çözelti hazırlanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulur.

Analiz

- Numunenin, ayırma hunisindeki ekstraksiyon solventi ile ekstraksiyonunun yapılması
- Ekstarkte edilmiş maddelerin toplanması
- Döner buharlaştırıcı (evaporatör) yardımı ile ekstraktın konsantre edilmesi, saflaştırılması
- Gaz kromatografi analizi
- Ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizde doğrulanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir

3.6.5. Yöntemin İşleyişi

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

Uygulama alanı 10 ng/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, organoklore haşere ilaçları, poliklorobifenillerin ve klorobenzenlerin belirlenmesine uygulanabilir.	Referans standardı - ISO 6468
Muhafaza - Sıkıştırma kapaklı cam ya da PTFE vida tıpalı kaplamalı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Sodyum tiosülfat ilavesi	Analizden önceki saklama süresi - 5°C±3°C de 2 gün - Numunenin alımından sonra 48 saat içerisinde - Alıntıları 5°C±3°C'de saklamak - Kör çalışması
Muhafaza ısısı Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Analize kadar laboratuvara getirilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
Ölçüm sınırı Bileşenlere göre 5 ila 10 ng/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/Lya da ng/L

2 Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar

3. Prensipten (bkz. yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Malzeme

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, ayırma hunisi, arıtma kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma kapaklı numune şişeleri

- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı dedektörlü ya da kütle spektrometrelisi
- Kapiller kolonlar: , DB5, DB-1, DB 1701, uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventler: Hekzan ya da petrol eteri ya da heptan
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı: Aseton, metanol, dimetilformamit ile hazırlanan çözeltiler suyla karıştırılabilir (geri kazanım)
- Koruyucu madde: Dekan ya da dodekan
- Temizleme reaktifleri: Gümüş alümin/nitrat, silikajel

5.Uygulama

Sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemi:

Ekstraksiyon işlemi numune ile birlikte ekstraksiyon solventinin ayırma hunisine ya da hassas kesimli tıpalı cam şişeye aktarılması ile yapılır.

Buharlaştırılır. Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- kör kontrolü
- ekstraksiyon verimi kontrolü
- alt ölçüm sınırının kontrolü
- standartlardan farklı bir çözelti ile okumalarının kontrolü
- kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: stabilite ve koralasyon kat sayısı

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisi yardımıyla yapılır.

Sonuçlar µg/L deęerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan deęişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doęrulama
	Yok	

3.6.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.7. ORGANOFOSFORLU PESTİSİTLER

EN 12918: Diklormetan ekstraksiyonu ve gaz kromatografik analiz ile sudaki paratyon, paratyon-metil ve dięer bazı organofosforlu bileşiklerin tayini

ISO 10695 : Gaz Kromatograf yöntemi

3.7.1. Amaç

Kullanılan aktif maddelerin geniş bir kapsamda olması ve önemli kuantatiflerden dolayı çevreye yayılması, bunun özellikle insani kullanım amaçlı sularda , kullanım sularının üretimi amaçlı sularda ve mineralli sularda ortaya çıkması nedeniyle bu konuda yasal bir anlaşma yapılması gerekmiştir. Kullanılan miktarları ve tarım arazileri üzerindeki atılma biçimleri, fiziki-kimyasal özellikleri nedeniyle, yerüstü ve yeraltı sularında bu maddelerin ortaya çıkmasına olanak sağlamaktadır. Organoazotlu ve organofosforlu bileşenlerin mineralli sularda var olup olmadığını denetlemeyi hedeflemektedir.

3.7.2. Kapsam

Halk Saęlığı koruma planı çerçevesinde, bu bileşenlerin kullanma sularında bulunmaması beklenir. Doğal Mineralli Sular Hakkındaki Yönetmelięe göre pestisit ve benzeri maddeler için ihtiva edebilecekleri üst sınır deęeri toplam 0.0001 mg/L'dir.

3.7.3. Standartlar

EN 12918: Diklormetan ekstraksiyonu ve gaz kromatografik analiz ile sudaki paratyon, paratyon-metil ve dięer bazı organofosforlu bileşiklerin tayini

ISO 10695 : Gaz Kromatograf yöntemi

3.7.4. Prensip

ISO 10695 Sıvı- katı ekstraksiyon ve ISO 12918 sıvı - sıvı ekstraksiyon

ISO 12918 Sıvı - sıvı ekstraksiyon

Bir miktar su (1 litre), su ile karışmayan ekstraksiyon solventiyle (heksan, petrol eteri ya da heptan) bir ayırma hunisi içine aktararak etkileşime bırakılır. Suda var olan muhtemel pestisitler organik faza taşınır.

Organik faz ayrılır, sonra buharlaştırıldıktan uygun solvente alınır. Alev fotometrili dedektör veya fosfor özellikli termiyonik dedektörlü ya da atomik emisyon veya kütle spektrometrelili gaz kromatografi cihazı ile analiz edilir.

ISO 10695 Sıvı- katı ekstraksiyon

Bir miktar su (0.5 litre) C18 SPE kolon üzerine ayrıştırılır. Suda var olan pestisitler adsorbent evreye alınır.

Pestisitler bir solvent (etil asetat) yardımıyla ayrıştırılır. Bu solvent buharlaştırılır. Uygun başka bir solvente alındıktan sonra alev fotometrili dedektör veya fosfor özellikli termiyonik dedektörlü ya da atomik emisyon veya kütle spektrometrelili gaz kromatografi cihazı ile analiz edilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam şişelerle alınır. Kararlılık denemeleri aksini göstermiyorsa, numuneler bir gün içerisinde ekstrakte edilmelidir. Çünkü, bazı organofosforlu bileşikler sulu ortamda hızlıca parçalanabilir.

Numuneler taşıma esnasında karanlıkta muhafaza edilmeli ve bulaşmadan sakındırılmıdır. Depolamanın gerekli olduğu durumlarda numune 5 °C +/- 3°C'da muhafaza edilmelidir.

pH 3.5- 4.5 aralığında ayarlanır bu aralıkta tutmak için numune almadan hemen sonra hidroklorik asit veya sodyumhidroksit ilave edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon çözülme aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- Yaklaşık 0.5 g/L değerinde olan asetondaki ana stok çözeltiler
- Yaklaşık 100 mg/L değerinde olan asetondaki standart ara çözeltiler
- Maddeler: Etil paratyon, metil paratyon, diazinon, diklorvos, ...

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Stok çözeltilerden asetonla seyreltilerek en az beş ara standart çözelti hazırlanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulur.

Analiz

- Numunenin ayırma hunisinde diklorometan yardımıyla ekstraksiyonunun yapılması
- Ekstrakte edilmiş maddelerin toplanması

- Evaporatör yardımı ile ekstraktın konsantre edilmesi, saflaştırılması
- Gaz kromatografi analizi
- Analitik ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları elektron yakalayan dedektörde olduğu gibi klasik dedektörlerdeki ikinci kolon üzerinde yapılan bir analizle sağlanır.
- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

3.7.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

<u>Uygulama alanı</u> 0.01 µg/L değerine kadar en yüksek konsantrasyonlarda kalıntı bırakan suları kapsayan su çeşitlerinin tümü. Yöntem, organofosforlu pestisitlerin ve triazinlerin belirlenmesine uygulanabilir.	<u>Referans standardı</u> - EN 12918 - ISO 10695
<u>Muhafaza</u> - Sıkıştırma kapaklı cam ya da PTFE kaplı vida kapaklı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Bakiye klorun bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 5°C±3°C de 1 gün - Kör çalışması yapılmalı
<u>Muhafaza ısısı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° C soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.010 µg/L ya da 10 ng/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L ya da ng/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLELER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensiptir (bkz. yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar (evaporatörler) ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, aktarıma için ayırma hunileri, arıtma kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune şişeleri :

- Dedektörlü gaz kromatografi: Elektron yakalayıcı ya da kütle spektrometre
- Kapiller kolonlar: DB-1, DB 1701 uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: Azot, helyum, hava, hidrojen
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventleri: Diklorometan ya da etil asetat
- SPE kolon; C18 aşılınmış 0.5 – 1 g silisli
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı aseton, metanol ya da dimetilformamit ile hazırlanan solventler suyla karıştırılabilir (geri kazanım)
- Koruyucu madde: izooktan
- Temizleme reaktifleri

5. Uygulama

Sıvı sıvı ekstraksiyonda numuneye birlikte ekstraksiyon solventinin ayırma hunisine aktarılması ile yapılır. Sıvı katı ekstraksiyonda ise numune C18 katı adsorbent evreden geçirilmesiyle yapılır.

Solvent buharlaştırılır

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon verimi kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Standartlardan farklı bir çözeltiyle okumaların kontrolü
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilite ve koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

Çift tarama durumunda, en düşük sonuç seçilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.7.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.8. BENTAZONLAR VE HİDROKSİBENZONİTRİLLERİ İÇEREN SEÇİLMİŞ FENOKSİALKANOİK HERBİSİTLERİN KATI FAZ ÖZÜTLEME VE TÜREVLENDİRİLMESİNDEN SONRA GAZ KROMATOĞRAFİSİ VE KÜTLE SPEKTROMETRESİ KULLANILARAK TAYİNİ

(ISO 15 913: Gaz Kromotograf Yöntemi)

3.8.1. Amaç

Bir yandan zararlı otları imhasında güncel olarak kullanılan fenoksialkanoik ilaçların düşük fiyatlı ve etkili olması nedeniyle seçilmesi, diğer yandan da bu metabolitlerin toksit maddelerinin (2,4-diklorofenol; 4-klor-2-metilfenol) suda yüksek oranda erime özelliğine sahip olması nedeniyle insani kullanım amaçlı suların ya da kullanım sularının toksitlenmeleri

ve bu ilaçların bazılarının üretimine yönelik denetimiyle görevli mercileri bu konuyu denetim programlarına almaya yöneltmiştir.

Asitli bir özelliğe sahip olan zararlı ot ve haşereleri imha eden ilaçlar üzerinde yapılan bu araştırma mineralli sularda, bu bileşenlerin varlığı ya da yokluğunu denetlemeyi amaçlamaktadır.

3.8.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesine göre, kullanım sularında bu tür bileşenlerin tespit edilmemesi gerekmektedir. Doğal Mineralli Sular Hakkındaki Yönetmeliğe göre pestisit ve benzeri maddeler için ihtiva edebilecekleri üst sınır değeri toplam 0.0001 mg/L'dir.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sularında, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri alarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.8.3. Standartlar

Bentazonlar Ve Hidroksibenzonitrilleri İçeren Seçilmiş Fenoksialkanoik Herbisitlerin Katı Faz Özütleme Ve Türevlendirilmesinden Sonra Gaz Kromatografisi Ve Kütle Spektrometresi Kullanılarak Tayini

(ISO 15 913: Gaz Kromatograf Yöntemi)

3.8.4. Prensip

Maddeler asitlendirildikten sonra, adsorbe edici madde, örneğin (RP²) –C18 malzemesi) katı fazı üzerinde zenginleştirilir, çözücü ile elde edilir, diazometanla metillenir ve daha sonra kütle spektrometresi dedektörü kullanılarak gaz kromatografiyle tayin edilir. Bazı durumlarda maddeler oktanik esterler gibi kendi esterleri olarak bulunabilir.

Numune alma işlemi ve numunelerin hazırlanması

Numune alma için iyice temizlenmiş, tercihen kahverengi, tabanı düz cam balonlar kullanılır. Şişeler incelenecek su ile tamamen doldurulur. Numuneler toplandıktan sonra mümkün olan en kısa sürede işleme alınıp analiz edilir. Bekletilmesi gerekiyorsa numune üç günden daha uzun olmamak koşulu ile 5°C ± 3° C da karanlıkta muhafaza edilir.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon çözülme aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- asetonadaki ana stok çözelti metil ester ve serbest asit şeklinde yaklaşık 0.5 g/L değerindedir
- Maddeler: 2,4-D, mekoprop, diklorprop, MCPA, MCPB, 2,4,5-T, bentazon, bromoksinil, fenotrop, asit 4-(2,4-diklorofenoksi) butanoik

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı aseton içerisindeki ana stok çözeltilerden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön incelemesi ve her SPE kolonun ekstraksiyon için şartlandırılması
- Analiz edilecek numunelerin SPE kolondan geçirilmesi
- Ekstraktın konsantre edilmesi, kurumaya yakın buharlaştırılması
- Diazometan ile türevlendirme
- Metilleştirilmiş esterlerin gaz kromatografi yöntemiyle analiz edilmesi
- Analitik sıralamanın gerçekleştirilmesi: standartlar, kör, kontrol noktalar ve numunelerin okutulması

Bileşenin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

3.8.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

Uygulama alanı Yöntem, yeraltı sularında ve insani kullanım amaçlı sularda bulunan zararlı otları imha için kullanılan fenoksialkanoik ilaçların miktarının belirlenmesinde uygulanır	Referans standardı - ISO 15913
Muhafaza - PTFE tıpalı su geçirmez kahverengi cam 1 litrelik küçük numune alım şişesi. - Bakiye klorun bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	Analizden önceki muhafaza süresi - 5°C±3°C de en fazla 3 gün - Blank (kör) çalışması yapılmalı
Muhafaza ısı Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynırda Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° C soğuk oda	
Ölçüm sınırı 0.02 µg/L 0.05 µg/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensi (bkz. yukarıda)

4. Materyal, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar (evaporatörler) ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, pipetler, SPE ayrıştırıcı kartuşlar, distilasyon cihazı, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune şişeleri

- Dedektörlü gaz kromatografi: kütle spektrometrelili
- Kapiller kolonları: , DB-1, DB 1701 uzunluk: 30 metre, çap: 0.25 mm, film kalınlığı: 0.25 µm
- Enjeksiyon şırıngası

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum
- Metil ester biçiminde ve serbest asit şeklinde standart maddeler (kalibrasyon çözeltileri)
- Elue etmek için çözücüler: örneğin; aseton
- Türevlendirme reaktifleri
- Katı faz adsorplama malzemesi C18 0.5 – 1 g silisli
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı aseton ile hazırlanan solventler su ile karıştırılabilir

5. Uygulama

C18 katı evresi üzerinden asitleştirilmiş numuneyi ayrıştırma işlemi, asetonlu su geçirilerek yapılır.

Solvent nerdeyse kuruyuncaya kadar buharlaştırılır

Bu ayrışım üzerinde yer değiştirme reaksiyonu (türevlendirme) gerçekleştirilir

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır.

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- ekstraksiyon verimi kontrolü
- yer değiştirme (türevlendirme) reaksiyonu etkisinin kontrolü
- ölçüm sınırının kontrolü
- standartlardan farklı bir çözelti ile okumalarının kontrolü
- kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: stabilite ve koralasyon katsayısı
- kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü
- aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayısı: Bileşenlerin alıkonma süreleri ve kütle spektrumlarına (3 teşhis iyonu) göre belirlenirler.

7 - Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı iç ya da dış standart modu kullanılarak oluşturulan kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

8 – Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
----------------------------	--------------------	-----------

3.8.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.9. KATI – SIVI EKSTRAKSİYON İŞLEMİNİN UYGULANDIĞI UV DEDEKTÖRLÜ YÜKSEK PERFORMANS SIVI KROMATOĞRAFİK METOT

(ISO 11369: Katı – sıvı ekstraksiyon işleminin uygulandığı UV dedektörlü yüksek performans sıvı kromatografik metodu)

3.9.1. Amaç

Kullanılan aktif maddelerin büyük çoğunluğu ve kullanıma sunulan önemli miktarların çevrede ortaya çıkmalarına, özellikle insani kullanım amaçlı sularda ve kullanım sularının üretimi amaçlı sularda ortaya çıkmalarına neden olmuştur. Fiziko-kimyasal özellikleri, kullanılan miktarları ve tarım arazileri üzerine atılma biçimleri, yerüstü ve yeraltı sularında var oluşlarını gösteren olaylar bütününe meydana getirir.

Özellikle triazin, fenilüre, karbamat, kloroasetanilit, v.b. ailelerine ait bitki ve böcek öldürücüler için yapılan bu araştırma bu bileşenlerin ya da temel bozunma ürünlerinin (metabolitleri) (örneğin: DEA, DIA, ...) insani kullanım amaçlı sularda ve mineralli sularda var olup olmadığını denetlemeyi hedeflemektedir. Katı- sıvı ekstraksiyon metodu bazı zirai mücadele ilaçlarını ve temel bozunma ürünlerinin tespit edilmesini sağlar.

3.9.2. Kapsam

Halk sağlığı koruma planı çerçevesinde, kullanım sularında bu tür bileşenlerin tespit edilmemesi gerekmektedir. Doğal Mineralli Sular Hakkındaki Yönetmeliğe göre pestisit ve benzeri maddeler için ihtiva edebilecekleri üst sınır değeri toplam 0.0001 mg/L'dir.

Bu bileşenler için yapılan araştırma sularda, zararlı ot ve haşere imha eden ilaçların neden olduğu kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.9.3. Standartlar

(ISO 11369: Katı – sıvı ekstraksiyon işleminin uygulandığı UV dedektörlü yüksek performans sıvı kromatografik metodu)

3.9.4. Prensiptir

Su numunesindeki zirai mücadele ilaçları, RP – C18 maddesinde katı sıvı ekstraksiyonla ekstrakte edilir, çözücü ile elue edilerek ayrılır ve HPLC sisteminde UV dedeksiyonla kantitatif olarak tayin edilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler ya PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam şişelere ya da rodajlı kapaklı kahverengi cam şişelere alınır. Zirai mücadele ilaçları su numunesinden numune alınır alınmaz ekstrakte edilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C +/- 3°C değerlerinde soğutulmuş kapalı bir bölümde, ışıktan uzak olarak muhafaza edilmesi uygun görülmüştür.

Kalibrasyon ve doğrulama

- kalibrasyon çözelti aralığı: 0.01 mg/L – 1 mg/L aralığında
- metanoldeki yaklaşık 0.5 g/L değerinde olan ana stok çözelti
- Elisyon işleminde kullanılan çözeltiler (su: asetonitril; su: metanol)
- Reaktifler (triazin, fenilüre, kloroasetanilit, karbamat v.b. aileleri) Atrazin, simazin, diuron, izoproturon, klortoluron, metolaklor, ...

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon alanı, metanol içerisindeki ana stok çözüldüden başlanarak hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön hazırlığı ve SPE ekstraksiyonu
- Ekstraktın konsantre edilmesi
- Sıvı evreli kromatografi analizi
- Analitik ölçümün gerçekleştirilmesi: standartların, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler ve doğrulukları referans maddesinin tayfıyla saptanan maddelerin ultra viole tayfı aracılığıyla sağlanır.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

3.9.5. Yöntemin İşleyişi

0. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

Uygulama alanı Konsantrasyonu 0.02 µg/L yi aşan yer altı ve insani tüketim amaçlı sular için. Metod, triazinlerin, fenilurelerin, kloroasetaninilitlerin ve bazı metabolitlerin belirlenmesine uygulanabilir.	Referans standardı - ISO 11369
Muhafaza - PTFE kaplı su geçirmez tıpalı 1 litrelik kahverengi camlı küçük numune alım şişesi. - Tortulu klor bulunması halinde sodyum tiosülfat eklenmesi	Analizden önceki saklama süresi - 5°C±3°C de 1 gün - Blank (kör) çalışmaları yapılmalı
Muhafaza ısısı Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynir Laboratuvarda analiz edilinceye kadar: 5°C ± 3° soğuk oda	
Ölçüm sınırı 0.010 µg/Lya da 10 ng/L	Sonuçların ifade edilmesi µg/L ya da ng/L

2. Güvenlik

ÖNLEMLER VE GÜVENLİK	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
RETLELER:	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensiptir (bkz. yukarı)

4. Malzeme, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tümü, yüksek hızda manyetik karıştırıcı, propilen ya da ayrıştırma maddesi dolu cam kartuşlar, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune alma şişeleri ya da sıkıştırma tıpalı numune alma şişeleri:

- UV tarayıcı ya da kütle spektrometrelili sıvı evreli kromatografi
- Kromatograf kolonu: C18 oktadesil gruplarıyla aşılınmış silis, parçacık boyutu : 3-5 µm (250 mm x 4 mm)
- Enjeksiyon halkası: 10 ila 100 µL

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum: yüksek saflıkta, HPLC çözücülerinin gazının giderilmesi için
- Standart maddeler
- Elüsyon solventleri: Metanol, asetonitril
- SPE kolonlar; C18 aşılınmış 0.5 – 1 g silis
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı Aseton, metanol, dimetilformamit ile hazırlanan solventler suyla karıştırılabilir. (geri kazanım)

5. Uygulama

Su numunesi C18 kartuşundan geçirilir ve uygun solventle yapılan elüsyon işleminden sonra toplanan eluat buharlaştırılır. Kalıntı HPLC mobil fazının başlangıç bileşiminde çözülür.

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar tayini yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon veriminin kontrolü
- SPE ekstraksiyon kartuşunun kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Kalibrasyon aralığından farklı bir çözelti ile kontrol noktasının belirlenmesi
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilite, koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemenin temizliğinin kontrolü
- Aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayılır: Alıkonma zamanı ve UV spektrosu.

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

Miktar hesabı, dış standart modu kullanılarak hazırlanmış kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar µg/L ya da ng/L değerinde ifade edilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama
	Yok	

3.9.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

3.10. POLİSİKLIK AROMATİK HİDROKARBON

(ISO 17993: Sıvı – sıvı ekstraksiyondan sonra florasan dedektörlü HPLC ile sudaki 15 polisiklik aromatik hidrokarbonun (PAH) tayini)

3.10.1. Amaç

Polisiklik aromatik hidrokarbonlar, birçok birleşik aromatik çekirdekleri olan hidrokarbon bileşenleri grubundan oluşur. 2 ila 8 çekirdekten oluşan ve homosiklik türevleri ve heterosiklik türevleri içeren, azot, oksijen ya da kükürt atomları içeren yaklaşık 1896 yapısı vardır. Homosiklikler arasında bu bileşenlerin 16'sı USEPA tarafından öncelikliler olarak belirlenmişlerdir.

Çevredeki insan kaynaklı atık maddelerinden, fosil yakıtlarının tamamlanmamış yanmasından, artıkların yanarak kül olmasından, kok kömür ocaklarındaki ya da alüminyum birleştirme işlemlerinde kullanılan sanayi işlemlerinden kaynaklanmaktadır. PAH'ların % 35'i motorlu taşıtlardan çıkan maddelerden oluşmaktadır. Diğer muhtemel kaynaklar ise karbon-

lu maddeler ve yağların yanması ile yapılan çalışmalardır. Orman yangınları, volkanik hareketler ve toprak kaymaları PAH oluşturan doğal kaynaklardır. Doğal Mineralli Sular Hakkındaki Yönetmeliğe göre polisiklik aromatik hidrokarbonlar için ihtiva edebilecekleri üst sınır değeri toplam 0.0002 mg/L'dir.

3.10.2. Kapsam

Halk Sağlığı koruma planı çerçevesine göre benzo(a)pren ve PAH'ların bir çoğu IARC (Uluslararası Kanser Araştırma Ajansı) tarafından kanserojen ajanlar olarak sınıflandırılmıştır. Bu bileşenler için yapılan araştırma sularda, bulunan kontaminasyon kaynaklarını belirlemeyi ve bu bileşenleri elemeyi ya da koruma önlemleri olarak kirliliğin önüne geçmeyi amaçlamaktadır.

3.10.3. Standartlar

ISO 17993: Sıvı – sıvı ekstraksiyondan sonra florasan dedektörlü HPLC ile sudaki 15 polisiklik aromatik hidrokarbonun (PAH) tayini

3.10.4. Prensi

- Su nitelikli numunelerdeki PAH lar bir solvent, hekzan yardımı ile ekstrakte edilir. Ekstrak buharlaşma ile yoğunlaştırılır ve HPLC ile analiz için uygun olan bir solventin içine alınır.

Gerekirse, ve daha karışık matris kirli numune ayrışımı silis jeli üzerinde kromatografi ile arıtılır.

PAHlar, uygun bir kolon yardımıyla HPLC ile gradyen elüsyon kullanılarak ayrılır. Tanımlama ve ölçüm; uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanmasıyla floresan ile tarama yapma yoluyla gerçekleştirilir.

Numune alımı ve numunelerin hazırlanması

Numuneler ya PTFE kaplı su geçirmez tıpalı kahverengi cam şişelere ya da sıkıştırma kapaklı kahverengi cam şişelere alınır.

PAH lar için, ekstraksiyonun 24 saat içerisinde yapılması tavsiye edilir. Eğer bu mümkün değil ise, 25 ml hekzan katılır ve karıştırılır. Böylelikle, süre 72 saate kadar uzatılmış olur.

Bakiye klorun var olması halinde, sodyum tiosulfat ilave edilir.

Nakil süresi boyunca, 5 °C +/- 3°C değerlerinde soğutulmuş kapalı bir alanda, ışıktan uzak olarak korunmalıdır.

Kalibrasyon ve doğrulama

- Kalibrasyon çözelti aralığı: 0,005 mg/L – 0,1 mg/L aralığında

- Asetonitril içerisindeki ana stok çözelti
- Reaktifler: 16 referans PAH

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması

Kalibrasyon çözelti aralığı ana stoktan başlanarak asetonitril içerisinde hazırlanır.

Analiz

- Numunenin ön hazırlığı ve numune alım şişeleri içerisindeki hekzan ile ekstraksiyonun yapılması
- Ekstrakte edilmiş maddelerin toplanması
- Evaporatör yardımı ile ekstraktın konsantre edilmesi, saflaştırılması ve asetonitril içerisinde alımı
- Yüksek performanslı sıvı kromatografi analizi
- Analitik ölçümü gerçekleştirme: standartlar, kör, kontrol noktaları ve numunelerin okutulması

Bileşenlerin tanımlanması

- Bileşenler alıkonma zamanlarına göre belirlenirler. Tanımlama uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanması ve florans ile tarama yapma yoluyla gerçekleştirilir.

Sonuçların özeti ve ifadeleri

Sonuçlar µg/L değerinde ifade edilir.

3.10.5. Yöntemin İşleyişi

o. Değişiklikler

Değişiklik: Basitleştirilmiş yazım

1. Yöntem

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standartı</u>
Yöntem, içme sularına, yer altı sularına ve 0.005 µg/L'den yüksek kütleli konsantrasyonlu yüzeydeki sulara uygulanır. Yöntem, floresans özelliğe sahip 16 PAH'ın belirlenmesine uygulanabilir.	- ISO 17993

<u>Muhafaza</u> - sıkıştırılmalı kapaklı cam ya da PTFE kaplı vida kapaklı 1 litrelik kahverengi cam şişeler. - Bakiye klor bulunması halinde sodyum tiosülfat ilavesi	<u>Analizden önceki muhafaza süresi</u> - 5°C±3°C'de 1 gün, 20 ml hekzan eklendikten sonra 3 güne çıkabilen bir toleransla - Kör çalışması
<u>Muhafaza ısısı</u> Nakil süresi boyunca: ≤ 10°C'ye soğutulmuş soğuk akümülatörlü eşit sıcaklıkta araba ya da konteynır Laboratuvarında analize alınincaya kadar: 5°C ± 3°C soğuk oda	
<u>Ölçüm sınırı</u> 0.01 µg/L	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u> µg/L

2. Güvenlik

<u>ÖNLEMLER VE GÜVENLİK</u>	Solventler ve standartlar üzerinde işlem yapılırken eldiven takılmalı ve önlük giyilmelidir.
<u>RETLER:</u>	Standartlar, solventler ve standart solüsyonlar amacına uygun olmalıdırlar.

3. Prensipten (bkz. yukarı)

4. Materyal, reaktifler

Araç ve gereçler

Özellikle: dönerek işleyen buharlaştırıcılar ya da ayarlanmış buharlaştırma sistemlerinin tamamı, yüksek hızda manyetik karıştırıcılar, pipetler, ayırma hunisi, temizleme kolonları, teflon yüzü bir conta takılı vidayla tıpalı numune şişeleri ya da sıkıştırma kapaklı numune şişeleri :

- Mobil fazın akışını programlamaya yarayan pompa ile yüksek performansta sıvı kromatografi (HPLC): uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanması ile floresanlı dedektör
- HPLC kolonu: C18 PAH, uzunluk: 250 mm, çap: 3 mm
- Enjeksiyon halkası: 5 ila 50 µl

Reaktifler

- Saf su
- Gaz: helyum; HPLC'de kullanılan çözücülerin gazının giderilmesi için
- Standart maddeler
- Ekstraksiyon solventleri: hekzan
- Mobil faz: asetonitril
- Ekstraksiyon verimini kontrol etme amaçlı: aseton ile hazırlanan standartlar su ile karıştırılabilir (geri kazanım)
- Temizleme reaktifleri: Silis jeli

5. Uygulama

Numune PTFE kaplı tıpalı kahverengi cam şişede ya da ayırma hunisi içerisinde ekstraksiyon solventi (hekzan) ile ekstrakte edilir.

Silis jeli ile yapılan bir temizlemeden sonra solvent (hekzan) buharlaştırılır.

Kromatograf sisteminin kullanım koşulları sağlanır

Analitik aralığın, standart solüsyonların, ekstraksiyon verimi kontrol noktasının, kontrol solüsyonları ölçüleri, analiz edilecek numunelerde, 10 numunenin tamamından kontrol noktasını kapsayan analitik bir seri hazırlanır.

Her bileşen için iç ya da dış standart modu kullanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir ve miktar ölçümü yapılır.

6. Kontrol

Geçerli olan kalite kontrolleri aşağıdakilerdir:

- Blank (kör) kontrolü
- Ekstraksiyon veriminin kontrolü
- Ölçüm sınırının kontrolü
- Standartlardan farklı bir çözelti ile okumaların kontrolü
- Kalibrasyon doğrusunun eğiminin kontrolü: Stabilitate ve koralasyon katsayısı
- Kullanılacak cam malzemelerin temizliğinin kontrolü
- aşağıdaki kriterlere uyulması halinde bileşen var sayılır: Alıkonma zamanı ve özel uyarı ve yayım dalgalarının uzunluğunun programlanmasıyla floresan ile tarama

7. Hesaplama ve sonuçların ifade edilmesi

miktar tayini iç ya da dış standart modu kullanılarak hazırlanmış kalibrasyon eğrisinden başlanarak gerçekleştirilir.

Sonuçlar $\mu\text{g/L}$ değerinde ifade edilir.

8. Norm üzerinde yapılan değişiklikler

Standardın gerektirdikleri	Laboratuvar yapımı	Doğrulama

3.10.6. Analiz Maliyeti

80 € ila 120 €

5. BÖLÜM

KALİTE UYGULAMASI / AKREDİTASYON

TS EN ISO 17025 referans standardı uyarınca akreditasyon uygulamasının oluşturulması ve geliştirilmesi

1. NEDEN

1998 tarihli İçme Suları ile ilgili Avrupa Direktifi, her üye devletteki laboratuvarların, zaman zaman Sağlık Bakanlığı tarafından kabul edilmiş bağımsız bir kuruluş tarafından kontrol edilen bir kalite yönetim ve kalite gözetim sistemine sahip olmalarını öngörmektedir.

Fransa’da, Sağlık Bakanlığı sağlık kontrolü analizleri gerçekleştiren laboratuvarların akredite olmaları gerektiğine karar vermiştir.

Akreditasyon, laboratuvarların bazı analizleri gerçekleştirmelerindeki yeterliliklerinin bağımsız harici bir kuruluş tarafından tanınmasıdır.

Fransa’da, COFRAC tanınmış bağımsız bir akreditasyon kuruluşu olup Türkiye’deki dengi “European Accreditation” a da (Avrupa Akreditasyon Birliği) üye olan TÜRKAK’tır.

Bu kuruluşlar devletten bağımsızdır ancak diğer Avrupa kuruluşları ile bu kuruluşların Avrupa çapında tanınmaları için Avrupa Akreditasyon Birliği’ne üye olmaları gerekir.

2. ÖNEM

Akreditasyon uygulamasının gerçekleştirilmesi, laboratuvarın müşterileri nezdinde yetkinliklerinin ve yeterliliklerinin kabul görmesini sağlamaktadır. Bu uygulama laboratuvar sonuçlarının kalitesinin (güvenilirliğinin) sağlanmasında yararlıdır.

Bu uygulama bir kalite yönetimini beraberinde getirmektedir; öncelikli olarak organizasyonel açıdan yönetime ilişkin şartlar ve özellikle laboratuvar tarafından verilen sonuçların güvenilirliğini sağlayan teknik şartları da içermektedir. Akreditasyonun önemi : laboratuvarın etkinliğinin artırılması, personelin sorumluluklarının ve motivasyonunun artırılması ama aynı zamanda diğer ulusal veya uluslararası laboratuvarlar nezdinde tanınmasıdır.

1. Numune alımı (nereden, hangi saatte, hangi şartlarda);

-Ön hazırlık (Asitlendime, filtrasyon, alkalileştirme, redüksiyon)

-Muhafaza (Zaman, sıcaklık,ışık)

2. Analizde hata kaynakları;

-Numunenin hazırlanması (Solüsyon ekleme,kosantrasyon, mineralizasyon)

-Analiz (Metot seçimi,sinyallerin ölçümü,kalibrasyon)

3. Değerlendirme Kaynakları;

-Değerlendirme (İstatistiksel çalışma, grafikleme, korelasyon)

-Sonuçlar (Hesaplamalar)

Dolayısıyla laboratuvarın numunenin, doğru ve hatasız bir sonuç verene kadar bütün döngüsüne hakim olması şarttır. Bunun için, örnekleme ve numune alma işlemlerine hakim olunması gerekmektedir. Laboratuvar teslim aldığı numunenin bütün tarihçesini ve tabi tutulduğu numune alma koşullarını bilmelidir.

Fransa'da, numuneleri çoğunlukla laboratuvar almaktadır ancak bazı bölgelerde, numune alma işlemlerini bağımsız kuruluşlar yapmaktadır ve bunlar da akredite kuruluşlardır. Akredite olmuş bir kuruluş güven sağlar ve kendi hatalarını kendisi bulabilir.

Bu konuda uluslararası düzeyde referans standart, EN ISO 17025 standardıdır (Ülkemizde de TS tarafından yayınlanmıştır):

« Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının

Yeterliliği için Genel Şartlar”

Bu standart iki şartı kapsamaktadır:

- Yönetim şartları,
- Teknik şartlar.

Kalite güvencesini ve global akreditasyonun oluşturulması için, laboratuvar kendine şu soruları sormalıdır:

- Organizasyonum etkin mi?
- Yerleşim, çevre koşulları ve mekanlar tatmin edici mi?
- Personel yetkin mi?
- Numunelerin teslim alınması, muhafazası ve numunelerin hazırlanması işlemlerine hakim olunuyor mu?
- Kullanılan cihaz, materyaller ve reaktifler yeterli mi?

- Kullanılan yöntemler uygun ve geçerli,onaylanmış (valide) yöntemler mi?
- Sonuçlar ne şekilde yorumlanıyor ve nasıl iletiliyor?

3. TS EN ISO 17025 STANDARDININ ŞARTLARI

3.1. Yönetime İlişkin Şartlar

Bu şartlar **ISO 9001 referans standardı** gereği kalite yönetim sistemiyle ilgilidir.

Birinci hedef kendi kendimize – planla, yap, kaydet ve sapmalar veya uygunsuzluklar tespit edildiğinde harekete geç – şeklinde düşünerek **«yaptığını yaz ve yazdığını yap»**tır.

Bu süreçler sürekli iyileşme sürecine dayanmaktadır.

Akreditasyonun şartlarından biri de laboratuvarın tarafsızlığını kanıtlaması ve müşterileriyle olası çıkar çatışması içinde olmadığını ortaya koymasındır.

Kalite yönetim sisteminin en uygun şekilde yürütülmesi için, laboratuvara bir kalite sorumlusu atanmalıdır. Bu kişinin başlıca sorumlulukları şunlardır:

- ✓ Kalite sisteminin genel organizasyonunu yapmak,
- ✓ İzleme, organizasyon ve yazılmış çeşitli dökümanları yayımlamak,
- ✓ Sistemin gelişimi hakkında yönetime bilgi vermek,
- ✓ Kalite yönetim sistemi konusunda çalışanları eğitmek,
- ✓ TS EN ISO 17025 gereklilikleri doğrultusunda yasal düzenlemeleri izlemek,
- ✓ Gerekliliklerin laboratuvarında uygulanıp uygulanmadıklarını kontrol etmek

Laboratuvarın kalite sorumlusu, kalite yönetim sisteminin oluşturulmasında önemlidir. Çok çalışkan olmalı, yönetim ve bütün personelle iletişim kurabilmelidir , aynı zamanda laboratuvarın organizasyonunu da çok iyi bilmeli ve yapılan değişiklikleri her an izleyebilmelidir.

Dökümanların yapılandırılması , Kurum ve Kalite Sorumlusu tarafından hazırlanan genel dökümanlardan (Prosedürler ve Kalite El Kitabı), uygulayıcılar tarafından hazırlanan çok daha ayrıntılı dökümanlara doğru giden bir döküman piramidi şeklinde organize edilmektedir.

Kalite el kitabının yazımı ve kalite yönetimi sisteminin organizasyonu süresince, çok sayıda dökümanın hazırlanması gerekmektedir (kaliteyle ilgili el kitabında geçen dökümanların listesine bkz.):

Dört çeşit döküman hazırlanmalıdır:

1. **«Yöntem»** içerikli dökümanlar: örneğin; personelin belirli bir yöntemle bir parametreyi inceleyebilecek niteliğe sahip olup olmadığı. Yöntem hakkında bilgi vermeye yönelik olan bazı sorular üzerinde düşünülmelidir: kim, ne yapar, neden, hangi malzemeyle, kayıt nasıl yapılır?

2. **“Metodoloji”** tarzındaki dökümanlar: örneğin; incelemenin gerçekleştirilmesi talimatı veya analiz talimatı;
3. **“Kayıt”** dökümanları; gerçekleştirilen işlemlerin izlenebilirliği hakkında,
4. **Basit kayıt** dökümanları.

Dökümanların yönetimi çok önemlidir. Sistemin ve organizasyonun iyi çalışması amaçlanmalıdır. Her doküman kodlanmalı, dolaşımı belirlenmeli ve imzalanmalıdır. Belgelerin alıcılarının da listede yer alması gerekmektedir.

En genel kapsamlı belge **Kalite El Kitabı**'dır. Kalite el kitabı, incelemelerin kalitesinin sağlanmasına yönelik olarak ve laboratuvarların genel ekipmanlar için almış oldukları tedbirler hakkında bilgi verir. Çifte amacı vardır: laboratuvarın genel organizasyonunu tanımlamak, yönetimin genel işleyiş kurallarını sıralamak ve organizasyona ilişkin net bir görüntü sunmaktır.

Kalite el kitabı genelde 10 bölümden oluşmaktadır (ek 5):

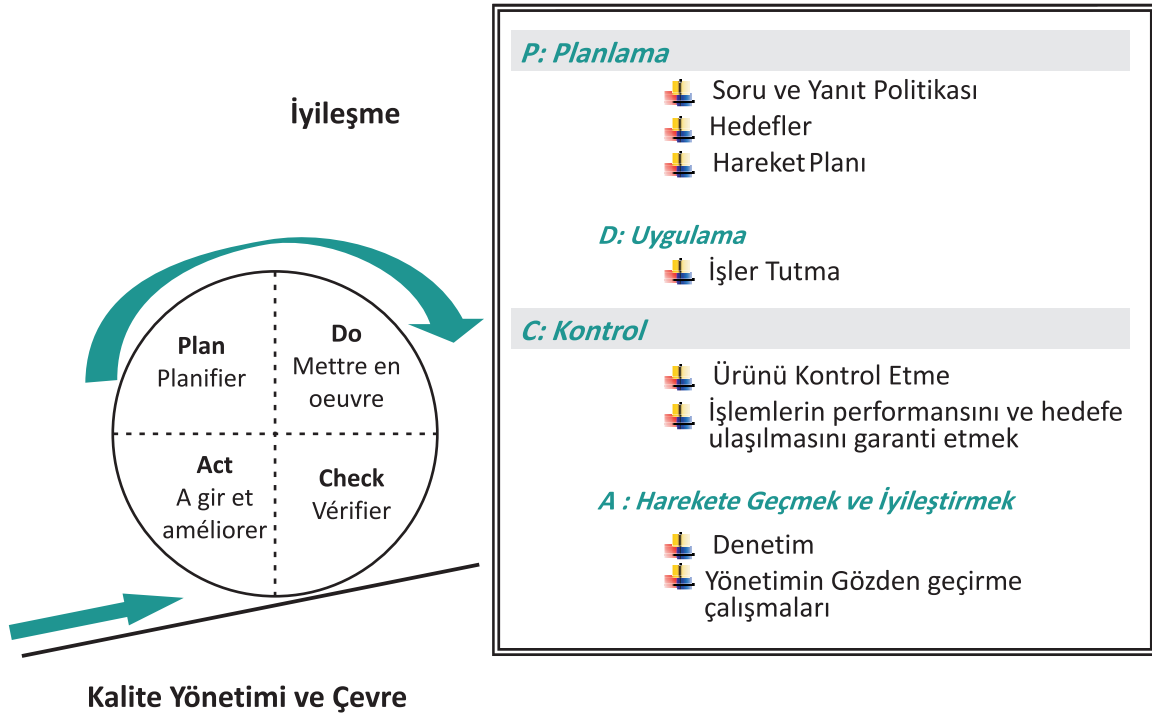
İlk 4 bölüm planlamaya ilişkindir.

Takip eden bölümler personel, satın alma ve malzemeye ilişkindir.

Sonraki 4 bölüm laboratuvarda numunenin işlenmesi ve yerleşik yöntemler ile ilgilidir.

Son bölümler ise uygunsuzlukların giderilmesine, denetim yöntemlerine ve yönetimin kontrolüne ayrılmıştır.

Çizimde gösterildiği gibi, Kalite el kitabı “Demming” Çemberine göre organize edilmektedir.



Çizim : Demming Çemberi

Bölüm 1'de laboratuvarın tanıtımı yer almakta olup, organizasyon şemasını, çalışanların görev tanımlarını ve kalite el kitabının yapısını ve uygulama alanlarını tanımlamaktadır.

Bu bölümde yönetimin onayıyla yayınlanan laboratuvarın kalite politikasının beyanatının olması gerekmektedir. Yönetimin doğru mesleki uygulamaların mevcudiyetini ve müşterilerine sunduğu deneylerin kalitesine ilişkin taahhüdünü içermelidir. Laboratuvar yönetiminin sağladığı hizmet ile ilgili olarak, kalibrasyon ve diğer aktiviteleri uygulayan personelin, yönetimin kalite politikasına uyma bilinci ile hareket ettiğini ve yönetimin TS EN ISO 17025 standardına uyacağını içeren bir beyanat olmalıdır.

Bölüm 2, laboratuvarın müşterilerine yönelik taahhüdünü tanımlamaktadır. Bu belge laboratuvarın taahhütlerine ilişkin kontrat olarak kabul edilmelidir. Su inceleme laboratuvarlarının onaylama referansına göre düzenlenmelidir. Örneğin, Fransa'da bu programlar 100-1, 100-2 ve 100-3 inceleme yöntemlerini ve özel şartları tanımlamaktadır.

Bu dökümanda, numunelerin incelemeye alınmasına ve sonuçların verilmesine ilişkin kavramlar yer almalıdır. Bu döküman çok önemlidir, çünkü sağlık kontrolü için burada müşteri devlettir ve inceleme kriterlerini, hangi sıklıkla yapılması gerektiğini, inceleme yöntemlerini ve en önemlisi numunelere ilişkin uyulması gereken şartları çok net bir şekilde belirtmiştir.

Numunenin alınmasına ilişkin bir yöntem olmalı ve burada numune alımının şartları ve koşulları yer almalıdır. Laboratuvar tarafından sağlanan numune kabı ve numune alma yöntemi hakkında bilgiye de burada yer verilmelidir. Bu nokta son derece önemlidir çünkü kontrat laboratuvar ve müşterisi için kabul edilebilir olmalıdır. Laboratuvarın numune alma işlemine ilişkin gerekli tedbirleri almış olması çok önemlidir, özellikle kullanılacak şişeleme türü, taşıma süreleri ile ilgili sınırlamalar kendisinin iyi bir inceleme sonucu almasını sağlar. Bu noktalar son derece önemli olup detaylandırılmalı ve numune alma işlemini gerçekleştiren kişiler ile belirlenmelidir.

Bölüm 4 personele ilişkindir. Personel belirli bir niteliklere sahip olmalı ve kalite el kitabında personelin niteliğinin belirlenmesine ilişkin yöntemler tanımlanmış olmalıdır. Farklı görevler için detaylı bir tanımın yapılması gereklidir.

Her personel görevlerinin tam listesini, sorumluluklarını ve niteliklerini bilmelidir. Her personel için yeterlilikler, eğitim ve sorumluluk derecelerinin belirlenmesi gerekmektedir. Yetkinlikler kişilerin yeteneklerine göre belirlenmeli ve her süreç için yetkilendirilmiş olan personelin listesinin bilinmesi gerekmektedir (numunelerin alımı, farklı analitik tekniklerin uygulanması, yıkama, sonuçların toplanması ve onaylanması, malzeme ve reaktiflerin siparişi, imza sirkülerinin yayımlanması gibi)

Yetkinlik ile hiyerarşi arasında bağlantı yoktur, çünkü yönetimde yer alan kişiler personelin gerçekleştirdiği tüm işlemleri bilmeli ve böylelikle hataları tespit edebilmeli ve laboratuvarında aynı iş için birden fazla yetkilendirilmiş personelin olması, laboratuvarın normal bir işleyiş içerisinde olabilmesini temin eder.

Laboratuvara alınan her yeni personel yetkin olmalı ve yetkin kılma yönteminin de yazılı olarak düzenlenmiş olması gerekir: göreve alınan kişinin adı, kendisini kimin eğiteceği ve yetkinlik programının belirlenmesi (örneğin: incelemenin yetkilendirilmiş birisi ile ikili olarak

yapılması), yetkinlik çalışmasında alınacak kararlara esas teşkil edecek kriterler kayıt edilme-
lidir.

Farklı yetkinlik işlemlerinin kayıtlarının tutulması, eğitimi gerçekleştiren ve yetkin kılınan
kişi tarafından imzalanması gerekmektedir.

Laboratuvar personeli sürekli olarak eğitilmeli ve becerilerinin tekrar gözden geçirilmesi
ve laboratuvarlar arasında deneylere katılması kesinlikle şarttır.

Laboratuvarlar arası karşılaştırma testlerinin ulusal düzeyde organize edilmesi gerekir. Bu
deneyler bağımsız bir kuruluş tarafından gerçekleştirilmelidir. Laboratuvarlara numunelerin
gönderilmesi ve sonuçların değerlendirileceği istatistikî sonuçların iletimliyle de bu kuruluş
sorumludur.

Takip eden bölümler satın alma ile ilgilidir. Tedarikçilerin seçimi ile ilgili yöntemler ta-
nımlanmış olmalıdır. Teknik özelliklerin belirtilmesi ve özellikle de bazı malzemelere ilişkin
koşullar (tüpler, teraziler...) ve reaktiflerin saflık dereceleri açık ve ayrıntılı şekilde belirtilme-
lidir. Malzemeleri sağlayan tedarikçiler de değerlendirilmelidir.

Satın alımları kimin gerçekleştirdiği, hangi kriterleri dikkate alarak alımı gerçekleştirdiği,
malzemeleri kimin karşıladığı ve kimin stok yönetiminden sorumlu olduğu ve reaktif takibini
yapıp almaya karar verdiği prosedürde belirtilmelidir.

Bu bölümde numune alımlarına ilişkin şişelemeye de değinilmelidir.

Bölüm 8 ise, numune alımı ve inceleme yöntemi ile ilgilidir. Su incelemelerini gerçekleştiren
laboratuvarın onaylanmış (Akreditasyon Kurumu tarafından) programı mutlaka olmalı ve
uygulanacak olan yöntemlere ilişkin teknik inceleme şartlarını, yapılması gereken sağlık kont-
rollerinin kriterleri belirtmelidir.

Örneğin Fransa’da, konu ile ilgili detaylı iki programa yer verilmiştir:

1. Fiziksel - kimyasal analizler ile ilgili 100–1 sayılı program,
2. Suların biyolojik ve mikrobiyolojik analizi ile ilgili 100–2 sayılı program ve sulak ortam-
ların biyolojik incelemesi ile ilgili 100–3 sayılı program (Bkz. “Kaynakça”).

Bu şartlar son derece önemlidir ve laboratuvar seviyesinde ve uygulamaları gereken
normlara bir eşik getirmektedir. Örneğin, kurumda standardizasyona ilişkin yönergenin ya-
yımlanmasını takip eden 9 ay içinde standardize olan tüm yöntemlere uygulanmalıdır.
Laboratuvarın kalite sorumlusunun normlara ilişkin gelişimleri takip etmesi gerekir.

Kalite el kitabının 9’uncu bölümü uygunsuzlukların tespiti ve bunlara yönelik önleyici ve
düzeltici yöntemler ile ilgilidir. Bu bölümde, uygunsuzluk veya müşterinin iade talebi (örne-
ğin: analiz süresine uyulmaması, sonuçlara itiraz edilmesi) teriminin tanımlanması gerekir.
Prosedürde, hangi koşullarda uygunsuzluk talebi yapılması gerektiği, talebi kimin yapacağı ve
kayıt edeceği, talebi kimin kabul edeceği, söz konusu uygunsuzluğa ilişkin alınabilecek önleyici
ve düzeltici faaliyetlere değinilmelidir.

Laboratuvar içerisinde gelişmelere ilişkin bazı göstergelerin yer alması gerekmektedir. Bu göstergeler örneğin; iade talebi adedi, uygunsuzluk adedi, arızalanan makine sayısı, vb. olabilir.

Son bölüm, denetim ve yönetim ile ilgilidir. Yönetimin gözden geçirilmesi yıllık olarak yapılmalı ve kalite yönetim sorumlusu ile laboratuvar yöneticileri tarafından gerçekleştirilmelidir. Yönetime yeni eğilimlere yönelmeyi ve uygulanmakta olan yöntemlerde iyileştirme olanlığının olup olmadığını değerlendirilmesine ve kurallara ne derecede uyulduğuna bakılmasına olanak tanımaktadır.

İç denetimler kalite sisteminin sağlıklı çalıştığının kontrol edilmesi ve hazırlanmış olan dökümanlara ne ölçüde uyulduğunun tespiti için son derece önemlidir. Prosedürde, kimin denetimi yapacağı, nasıl yapılacağı, hangi dökümanlara dayanması gerektiği ve denetim esnasında yapılması gereken işlemler (uygunsuzlukların tespiti vb.) belirlenmelidir.

Önleyici faaliyetler iyileştirme için gerekli olup, uygunsuz işlemlerin tekrarlanmamasını hedeflemektedir (ister teknik düzeyde, ister kalite yönetimine ilişkin olsun). Tüm bu yöntemler için kayıtlar yapılmalıdır (numune ve kimyasal madde kimlik bilgileri, stoklama, muhafaza ile imha teknikleri ve kalite yönetimi).

Kalite yönetimine ilişkin kayıtlar denetçi raporlarını, yönetim incelemelerini ve gerekli önlem girişimlerini içermektedir.

Laboratuvar, gözlem ve ölçümlere ilişkin kayıtların asıllarını saklamalıdır. Teknik gözlemler için, kalibrasyonların, personelin, kalibrasyon cihazlarının kayıtları sayılabilir. Bu kayıtların üzerinde numune alma işinden sorumlu olan kişinin adı ve soyadı, incelemeyi yapan kişinin adı ve soyadı, kalibrasyondan sorumlu kişinin adı ve soyadı ve analizlerin gözlem ve denetiminden sorumlu kişinin adı ve soyadı yer almalıdır.

Son olarak, kalite el kitabında, sonuçların raporlanmasına ilişkin yöntemler de olmalıdır.

Raporlama aşağıda belirtilenleri içermelidir:

- Laboratuvarın ismi ve adresi,
- Müşterinin isim ve adresi,
- Kullanılan yönteme atıfta bulunulma,
- Numunenin tanımı,
- Numune alım tarihi,
- İncelemelerin yapıldığı tarih ve yer,
- Ölçüm belirsizliği ile birlikte sonuçlar,
- Raporu imzalayan kişinin isim ve unvanı.

3.2. Teknik Şartlar

İlgili öneriler:

3.2.1. Yerleşim ve Çevre Şartları

Laboratuvar yaptığı işin özelliğine göre uygun fiziki ortama sahip olmalıdır: odalar belirli aktivitelere atıf edilmelidir.

Mikrobiyoloji analizlerinde, bulaşmayı engellemek için özellik arz eden tedbirler alınmalıdır:

- Mikrobiyolojik ekim faaliyetinin yapıldığı odaların temiz suyun tütsülenmesinin yapıldığı odalardan ayrılması,
- Laboratuvarın düzenlemesiyle çapraz bulaşmalar kontrol altına alınmalı, temiz suların tütsülenmelerinin kullanılmış sulardan ayrıştırılması,
- Normların ve standartların doğru uygulanmasına çevre koşullarının engel teşkil etmemesi gerekir.

Kimyasal analizlerde çapraz kontaminasyonların engellenmesi için önlem alınması gerekmektedir (dozajlar ve çözelti ayarlamasının iki farklı odada yapılması). Numunelerin kaydı için bir oda tahsis edilmiş olması gerekir.

Laboratuvarda her oda tanımlı, girişleri sınırlandırılmış olmalı ve bu uygulamalar kurallara tabi olmalıdır. Elektrik kaynakları ve oda ısısı ile ilgili olarak özellik arz eden tedbirlerin alınmış olması gerekir. Enerji kaynaklarının güvenilir olması da son derece önemli bir husustur ve sıcaklığın sabit tutulması için akım kesintisiz olmalıdır. Örneğin, etüvler için arıza halinde bunun kaydedilmesi ve inceleme sırasında göz önünde bulundurulması gerekir. Aynı şekilde laboratuvar sıcaklık değişimleri önemli boyutta olmamalıdır.

- Temizlik koşulları: bir talimatla tanımlanmalı ve anlatılmalıdır. Laboratuvar, malzeme ve aletlerin temizliği teknik personelin sorumluluğunda gerçekleştirilmeli;
- Özellikle mikrobiyolojide iç kalite kontrollerinin tesis edilmiş olması gerekmektedir. Söz konusu kontroller laboratuvar hava ve yüzeylerinin kontrolünü de kapsamalıdır.

3.2.2. Cihazlara İlişkin Tavsiyeler

Tüm ölçüm cihazlarının etiketi olmalı ve tanımlanabilir olmalıdır. Laboratuvarda kullanılan malzeme gerçekleştirilecek olan çeşitli incelemelere uyarlanabilir olmalıdır. Laboratuvarda tam bir cihaz ve ekipman listesi bulunmalı ve net bir şekilde nerede bulduklarına da yer vermelidir. Her cihaz ve ekipman üzerinde, son kalibrasyon tarihi yer almalı ve bir sonraki kalibrasyon tarihi de belirtilmelidir.

Eğer cihazlar birden fazla parça içeriyor ise her parçanın ayrı bir numarasının bulunması gerekir. Cihazlar 4 ayrı süreçte onaylanmalıdır:

- I. Cihazın teknik özelliklerinin kontrolü, laboratuvarın teknik özellik arz eden kontrollerine uyup uymadığı kontrol edilmeli,
- II. Kurulum sırasında niteliğinin ve kurulum parametrelerinin onayı,
- III. Operasyonel açıdan niteliğinin ve doğru işlediğinin kontrolü,
- IV. Performans niteliğinin laboratuvar kullanım koşullarında kontrol edilmesi gerekir.

Her cihazın bir dosyasının bulunması ve içeriğinde de en az iki kayıttan oluşan bilgilerin yer alması gerekmektedir:

- Cihazın tanıtımını ve anlatımını içeren kart (*Ek1*), cihaz ismini, tedarikçisini, alım tarihini, içerecek şekilde...
- Cihazın takip kartı (*Ek2*), cihazın geçirmiş olduğu tüm bakım ve onarım tarihçesini içerir şekilde,
- Her cihaz için tedbir olarak bakım planı olmalı,
- Laboratuvar cihaz listesinin yapılması ve sorumlusunun atanmış olması,
- Cihazın iyi çalışır olduğuna ilişkin göstergeler seçilmeli, tespit edilmeli ve kayıt edilmelidir,
- Cihazların periyodik kontrolünün yapılması gerekir,
- Kontrollerin kayıtları tutulmalı ve saklanmalı,
- Eğer bir incelemenin gerçekleştirilebilmesi için laboratuvarında birden fazla cihaz varsa kayıta hangi cihazın kullanıldığının belirtilmesi gerekir. (örneğin, spektrofotometre , terazi...)

Bazı cihazlar metrolojik aktivitelerin tesis edilmesini gerektirmektedir. Bu aktivite ısı, hacim ve ölçüm cihazlarının kontrolü için şarttır.

“Metroloji” terimi yunanca “**metron**” kelimesinden gelmekte olup, ölçüm bilimi anlamına gelmektedir. Temelinde bu kelime fiziksel ölçümler için kullanılmaktaydı ve buna bağlı olarak çeşitli referans standartlar benimsenmişti (hacim, uzunluk...).

Daha sonra bu ifade kimyasal fiziğe (iyonik güç, sürekli denge), kimyaya (sıvı veya gaz haldeki maddelerin katı haldeki türlerinin bileşikleri) ve biyolojiye de (bakterilerin sayımı) yayılmıştır.

Fiziki bir ölçümün izlenebilirliği (1) ve kimyasal ölçümü (2): (1) Birincisi için basit olaylar zincirine bağlıdır, (2) ikincisi için daha karmaşık olaylara bağlıdır.

Niceliksel ölçümlerde kullanılan bir cihazın performansını ve sürekli kontrolünü belirlemek için metroloji kullanılan bir süreçtir (hacimlerin, ısının belirlenmesi).

Her ölçüm belirsizliğini de belirtmelidir.

Uluslararası tanımlar aşağıdaki şekildedir:

“Kesinlilik, bir ölçümün ölçme kapasitesini ölçer ve tam bir değer verir.

Belirsizlik, beklenen sonuç ile elde edilen sonuç arasındaki farktır.

Bu da güvenilirlik sapmasına tekabül etmektedir.

Tolerans, belirli bir test için kabul edilebilir sapmanın ölçülmesidir.”

Metrolojinin 10 koşulu aşağıda belirtilmiştir:

1. Ölçüm cihazlarının tespit edilmesi,
2. Bir kontrol kartının düzenlenmesi,
3. Kalibrasyon için asgari koşulların belirlenmesi,
4. Kalibrasyonun sürelerinin belirlenmesi,
5. Ulusal ve uluslararası kalibrasyon referans standartlarının belirlenmesi,
6. Çevresel koşulların belirlenmesi,
7. Cihaz ve ekipmanın kalibrasyonu (sonuçlar kontrol kartlarında),
8. Cihaz ve ekipmanın kapasitesinin garanti edilmesi,
9. Cihaz ve ekipmanın korunması ve yeniden ayar yapılmasından kaçınılması,
10. Cihaz ve ekipmanın kullanım dışı olacağı durumların belirlenmesi.

Kalibrasyon gerektiren veya kontrol gerektiren her bir cihaz için, kalibrasyonun kalibre materyal ile yapıldığı durumlarda ölçüm yapılmakta, kontroller için liste yapılmakta ve elde edilen sonuç beklenen sonuçla karşılaştırılmaktadır.

Eğer sonuç beklenen doğrultuda ise, cihaz yeniden kullanıma dahil edilir ve sonuç kontrol raporu ile cihazın dosyasında yer almalıdır.

Eğer sonuç beklenenden farklı ise, cihaz kullanım dışına alınır ve yeniden kalibre edilir ve ya onarıma gönderilir. Sorumlu kişi tarafından alınan karar kayıt edilmeli ve cihazın dosyasında saklanmalıdır. Bu durumda cihazın üzerine kullanım dışı olduğunu belli edecek bir etiket yapıştırılmalı ve uygun çalışmadığı böylece belirtilmelidir.

Metroloji sorumlusu her laboratuvarda belirlenmiş olmalı ve fiziki ölçümlere ilişkin kontrol talimatlarını vermeli (hacim, ısı, yoğunluk) ve cihazların izlenebilirliği açısından belli bir sistem ve sürecin tesisini sağlamalıdır (belirsizliklerin izlenebilirliği, cihazların kontrol kartı).

Metrolojik kalibrelere bağlı cihazlar için, kalibrasyon sertifikaları ve kontrol raporları cihazın en iyi seviyede olduğuna emin olmaya yarar.

Isı

Isıların kaydının sürekli olarak ve özellikle de etüvlerde yapılması gerekmektedir. Isı ile ilgili kesinlik belirtilmeli ve iç kalite kontrolü ve durumun kontrol altında olduğunun kanıtlanması (kayıt tutularak ve saklanarak) gerekir.

Isı kontrolünde kullanılan termometrelerin kalibrasyonu, ulusal veya uluslararası kalibrelere bağlı bir referans ile yapılmış olmalıdır.

Etüvlerdeki ısının homojenliği kayıt altına alınmalıdır. Isı kontrolü gereken titizlik ile yapılmalı ve yöntemlerinin açıklanması gerekmektedir (kim, ne, ne zaman, nasıl).

Mikrobiyolojide otoklavlar için kontroller günlük yapılmalıdır (örneğin: steril özelliğin kontrolü, basınç ve ısının kontrolü). Yılda bir kez dışarıdan bağımsız bir kuruluş tarafından kontrol yapılmalıdır.

Kütle

Teraziler kontrol edilmeli, ulusal ve uluslararası sertifikalı referans kalibre maddelerle kullanım değerlerine göre kalibre edilmelidir.

Birden fazla kontrol gerçekleştirilmelidir:

- Uluslararası sertifikalı kalibreler ile kalibrasyonun kontrolüne yönelik yıllık iç ve dış denetimler yapılır.
- Terazinin doğru çalıştığına ilişkin günlük iç kontrol yapılmalı ve kontroller kartlarda kayıt altına alınmalıdır (Ek 3).

Hacimler

Kalite el kitabında, camların özelliklerine genel olarak değinilmelidir.

Ancak, üç ayda bir mikropipetlerin kontrolü yapılmalıdır (10 tekrar). Aynı şekilde, otomatik sulandırma kullanılıyor ise, yapılan sulandırma sık sık ve düzenli olarak kontrol edilmelidir.

3.2.3. Kullanılan Malzeme ve Reaktiflere İlişkin Tavsiyeler

Reaktiflerin kalitesinin ve laboratuvar malzemelerinin iyi yönetilmesi büyük önem taşımaktadır.

Saflık önerileri satın alma özellik şartlarında belirtilmektedir ancak herhangi bir riski bertaraf etmek amacıyla, yıkama ve şişelemeye ilişkin özel tedbirlerin alınması gerekmektedir.

Şişelerin hangi yöntemle yıkandıkları incelenecek olan parametrelere göre yıkama esaslarına tabi tutulmalıdır ve bu işlem ayrıntılı bir şekilde açıklanmalıdır.

Söz konusu kontroller tüm süreç üzerinde gerçekleştirilmelidir:

- Şişelerin ve mikrobiyolojide kullanılan malzemenin sterilizasyon durumları kontrol edilmelidir,
- Kimyasal incelemeler için reaktifler, cam malzeme ve şişeler kontrol edilmelidir.

Laboratuvarın şişelerin yönetime önem vermesi gerekir. Şişelerin etkin ve en iyi şekilde yönetilmesi numune alma işleminde oluşabilecek hatalara engel olabilmektedir.

Reaktifler ve sarf malzemeleri için laboratuvarında yetkili ve sorumlu birisinin olması gerekir ve bu kişinin siparişleri idare etmesi, sevkiyatı kabul etmesi ve anılan reaktiflerin saklama sürelerini yönetmesi gerekmektedir.

Muhafaza süreleri ve ortamları da belirtilerek reaktiflerin bir listesi düzenlenmelidir.

Özellikle mikrobiyolojide, kültür ortamlarının seçimi ve hazırlanması için başka kontrollerin de yapılması gerekmektedir.

Özet olarak, reaktifler, kültür ortamları ve şişelemeye ilişkin iki tip kontrol gerçekleştirilmektedir:

- Kontaminasyon yokluğu için şahit (kör) kullanımı (steril, mikro kirleticiler),
- Özellikle mikrobiyolojide kültür ortamlarının hazırlanmasının ve seçilmesinin kontrolü

Kimyasal incelemeler için, kontrol kartları süreçte olan incelemenin işleyişinin iyi çalışırılığının kontrolünü sağlamaktadır.

3.2.4. Yöntem (Metod) Talimatları

Laboratuvardaki inceleme yöntemlerine ilişkin bir liste olmalıdır. Suyun sağlık açısından kontrolü için, Avrupa Direktifi son derece açıktır: Standartlaştırılmış yöntemler uygulanmaktadır.

Genelde iki tip yöntem kullanılmaktadır:

- Bir elementi inceleyen yöntemler. Bu parametreler için, farklı yöntemler kullanılabilir ve bu durumda yöntemlerin aynı sonuca vardırması gerekir;
- Bir indeksin belirlenmesine yönelik yöntemler (örneğin, tüm klasik mikrobiyoloji yöntemleri), bu durumda yöntemin kesin protokolü izlenmelidir.

TS EN ISO 17025 standardı validasyonu, laboratuvarlarda kullanılan yöntemler açısından en az aşağıdaki nedenlerden dolayı gerekli kılmaktadır:

- ❖ Doğrusallık,
- ❖ Tekrarlanabilirlik,
- ❖ Yeniden üretilebilirlik,
- ❖ Miktarla ilişkin sınırların belirlenmesi ve tespiti,
- ❖ Belirsizliğin tespiti.

Fransız XP T 90–210 ve XP T 90–220 standartları (Bkz. kaynakça), yöntemlerin nitelik açısından nasıl değerlendirilebileceklerini ve nicelik için tayin sınırlarını belirlemektedir.

Proje uluslararası standartlara göre olacak ise, ISO 13530 “*Suyun kalitesi – Analitik İnceleme ve Kontrol Direktifleri*”, belirsizliğin nasıl değerlendirileceğine ilişkin bilgi vermektedir.

Laboratuvarlar arasındaki karşılaştırma deneylerine katılım, belirsizliğin tespit edilmesinde ve hesaplamaların yapılmasında yardımcı olmaktadır. NIST (Ulusal Standart ve Teknoloji Enstitüsü), BCR (Topluluk Referans Bürosu) tarafından sertifikalı kalibrelerin kullanımı da doğruluğu saptama ve yöntemleri onaylamakta kullanılabilir.

Her yöntem (metod) için, sorumlu bir kişinin tespit edilmesi ve yönteme (metoda) ilişkin basitleştirilmiş talimatın yetkilendirilmiş olan bu kişi tarafından yazılması gerekmektedir (Ek 4) (Bkz. Basitleştirilmiş talimat örneği).

Talimatta yöntemin (metodun) prensibi, kapsamı, kullanılan malzeme ve kimyasallar, uygulama, hesaplamalar, ölçüm birimleri, kalite kontrolleri ve yıkama için alınması gereken önlemler belirtilmelidir.

Bu süreçte uygulanan yöntemin özelliği ve yöntemlerin toplamda nasıl yönetileceği tarif edilmelidir (kim basitleşmiş talimatı yazacak, yöntemin özelliği nedir ve kim talimatı onaylayacak).

4. KALİTE GÜVENCESİNİN MALİYETİ

Kalite güvencesinin sağlanması laboratuvara % 20 ek maliyet getirmektedir.

Kalite güvencesinin yarattığı maliyet artışında aşağıdakiler göz önünde bulundurulmalıdır:

- ✓ Personel eğitim masrafları,
- ✓ Belgelerin yazımına ayrılan zaman,
- ✓ **Kalibrasyon** maliyetleri ve ulusal veya uluslararası kalibreler ile belgelendirme,
- ✓ Çevre şartlarında ve donanımlarda değişiklik,
- ✓ Ulusal ve uluslararası standartların satın alınması,
- ✓ Akreditasyonun maliyeti (denetim, denetçiler).

Sonuç olarak akreditasyon bir laboratuvarın sonuçlarını garanti etmektedir.

Laboratuvar numune alımı ve numune taşınmasına ilişkin kriterleri belirlemelidir. Bunun için, yıkama ve numune alma koşullarına ilişkin kalitenin yönetimi için bir sistem geliştirilmiş olmalı ve işlemlerin izlenebilirliğinin çok iyi olması gerekmektedir. İşini planlayabilmek amacıyla, numune alan kişiler ile sözleşme düzenlemelidir.

Malzeme ve cihazların tanım kartlarının bulunması ve bakım onarım bilgilerinin de eksiksiz olarak belirtilmesi gerekmektedir. Paralel bir şekilde, laboratuvarın uluslararası düzeyde kabul görmüş yöntemleri (metodları) kullanması da çok önemlidir.

Akreditasyon çok uzun bir süreçtir, ancak alındıktan sonra laboratuvarın daha iyi çalışmasına ve iyiyeye gitmesini sağlar. Personelin sorumluluk almasını teşvik eden bir sistemdir.

Düzenlenecek Dökümanların Listesi

Kalite El Kitabı

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
0	XXX-M-00-00	Kalite el kitabı özeti Kısaltmalar, tanımlar Kalite el kitabı yayınlarının listesi Organizasyonel talimatlar
4	XXX-M-04-01 XXX-M-04-02 XXX-M-04-03 XXX-M-04-04 XXX-M-04-05 XXX-M-04-06 XXX-M-04-07 XXX-M-04-08 XXX-M-04-09 XXX-M-04-10 XXX-M-04-11 XXX-M-04-12 XXX-M-04-13 XXX-M-04-14	Laboratuvarın organizasyonu Laboratuvarın teşkilat şeması Kalite politikası ve yönetimin taahhüdü Kalite sistemi Dökümanların hazırlanması ve kontrolü Sözleşme ve müşteriler nezdinde taahhüt Materyal ve malzemelerin alımlarının öngörülmesi ve organize edilmesi Uygunsuzluk şikâyetleri Düzeltilici faaliyetler Önleyici faaliyetler Kayıtların kontrol altında tutulması İç denetimler Yönetimin gözden geçirme çalışmaları
5	XXX-M-05-00 XXX-M-05-01 XXX-M-05-02 XXX-M-05-03 XXX-M-05-04 XXX-M-05-05 XXX-M-05-06 XXX-M-05-07 XXX-M-05-08	Teknik talimatlar Personel – İnsan kaynakları Kurulumlar ve ortam koşulları Kalibrasyon yöntemleri ve yöntemlerin doğrulanması (validasyon) Cihaz ve ekipmanlar Ölçümün izlenebilirliği Numunelerin teslim alınmasına ve numune alma işlemlerine ilişkin koşullar Deneysel sonuçların kalite güvencesi Sonuçlara ilişkin rapor

Düzenlenecek Dökümanların Listesi

Prosedürler

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
2	XXX-P-02-01	Personel yönetim prosedürü
4	XXX-P-04-01 XXX-P-04-02 XXX-P-04-03 XXX-P-04-04 XXX-P-04-05 XXX-P-04-06 XXX-P-04-07	Düzeltilici ve önleyici faaliyetler prosedürü Kalite kayıtlarının kontrolü prosedürü İç denetim prosedürü Kalite sistemi yapısını tanımlayan prosedür Yönetimi gözden geçirme prosedürü Müşteri memnuniyeti ölçme prosedürü Döküman hazırlama ve kontrol prosedürü
5	XXX-P-05-01 XXX-P-05-02 XXX-P-05-03 XXX-P-05-04 XXX-P-05-05 XXX-P-05-06 XXX-P-05-07 XXX-P-05-08 XXX-P-05-09 XXX-P-05-10 XXX-P-05-11	Personelin eğitimi ve niteliği prosedürü İade kayıtlarına ilişkin yöntem ve işleyiş Sonuç raporu formatının tanımlanması prosedürü Yöntemlerin karakterizasyonu prosedürü Standart kapsamında yer almayan yöntemlerin validasyonu prosedürü Belirsizliklerin hesaplanması prosedürü Cihaz ve ekipmanların bakımı prosedürü Materyallerin ve sarf maddelerin yönetimi prosedürü Steril özelliğın kontrol edilmesi prosedürü Yıkama koşullarının kontrol edilmesi prosedürü Numune kabul prosedürü

Düzenlenecek Dökümanların Listesi (ayrıntılı bir liste değildir)

Talimatlar

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
4	XXX-I-04-01	Personel nitelik talimatı
5	XXX-I-05-01	Terazi kontrol talimatı
	XXX-I-05-02	Derece kontrol talimatı
	XXX-I-05-03	Cam malzeme temizleme talimatı
	XXX-I-05-04	Tezgah temizleme talimatı
	XXX-I-05-05	Numune alma şişeleri temizleme talimatı

Düzenlenecek Dökümanların Listesi (ayrıntılı bir liste değildir)

Kayıtlar

Bölüm	Döküman kodu	Döküman adı
4	XXX-E-04-01	İç denetim raporu
	XXX-E-04-02	Uygunsuzluk kayıtları
	XXX-E-04-03	Düzeltilici faaliyetlerin kayıtları
	XXX-E-04-04	Personel görev tanımı
	XXX-E-04-05	Eğitim kayıtları
	XXX-E-04-06	Eğitim planı
	XXX-E-04-07	Personel nitelik kayıtları
	XXX-E-05-01	Derecelerin kontrolü
5	XXX-E-05-02	Temizleme prosedürleri ile ilgili kayıtlar
	XXX-E-05-03	Cihaz bakım kayıtları
	XXX-E-05-04	Kontrol kartlarının kayıtları
	XXX-E-05-05	Numune kabul kayıtları

Ek 1

Cihaz Kartı Örneđi

	CİHAZ KARTI	N°
	CİHAZ ADI	Rev.
		Sayfa 1/1
MARKA :		
MODEL :		
SERİ NUMARASI		
TEDARİKÇİ ADI	TEDARİKÇİ ADRESİ	
SATIN ALMA TARİHİ	SERVİSE GİRİŞ TARİHİ	
Garanti Süresi		
YEREL :		
SORUMLU :		YEDEK
Şirket adı		
Adres :		
Dosya		
S.A.V.(Videonik Ses Frekans Sistemleri):		
MALZEMENİN ÖZELLİKLERİ		
Ölçüleri :	- Genişlik:	- YükseklikYükseklik
	- Derinlik:	
Kaynak :		
Ağırlık	İtiyaçlar:	
ÖZELLİKLER		
Birim	Ölçekler	
Ölçü Hücresi:		
Gözlem		

Ek 3

Günlük Terazi Kontrolünün Sağlanması

<u>Terazinin Günlük Takibi</u>	<u>Referans:</u>
	Sürüm No: _____ Sayfa: _____
	<u>TALİMAT</u>
Amaç:	
	KULLANIM_ÖNCESİ TERAZİNİN GÜNLÜK KONTROLÜ
UYGULAYICILAR:	
	GÜNÜN İLK KULLANICISI
BELGE VE/VEYA BİLGİ VEYA GEREKLİ MALZEME	
<u>Gerekli Bilgi veya Belge listesi:</u>	<u>Hangi belgeyle birlikte:</u>
* Terazinin Kullanım Şekli	* Terazi Yanında
* Kontrol Kartı	* Terazi Yanında
* Kütle Kontrolü	* Terazi Yanında
UYULMASI GEREKEN KOŞULLAR VE/VEYA KISITLAMALAR	
* Kullanım Öncesi, en az 30 dakika boyunca kaynağa bağlanması	
* Terazinin yataylığının kontrol edilmesi (su terazisinin)	
* Oda ısısının 15°C dereceden fazla olması	
İLETİLMESİ GEREKEN BELGELER VEYA BİLGİLER	
<u>Sorunlar:</u>	<u>Uyulması Gereken Davranış</u>
* Uymayan Değer	Terazinin üzerine "HS" (Uyumlaştırılmış Sistem" ibaresi taşıyan kırmızı bir etiket yapıştırılması
	Metroloji Yetkilisine Bilgi Verilmesi

İlgili Belgeler:	Terazi Kontrol Kartı
Tarihçe:	
Rev	Kimlik değişikliği yapılması
Rev	
Hazırlayan:Tarih:	Kontrol:Tarih: Onay:Tarih

EK 4

Basitleştirilmiş Talimatlı: mikrobiyoloji analiz yöntemi

Bağırsak enterokokları araştırılması ve sayımı. Membran filtreleme metodu.

o Değişiklikler

Değişiklik: basitleştirilmiş yazım

1 Yöntem

LQ
Ölçümü
0,40
0,40
0,40
0,47
0,48
0,46
0,41
0,50
0,41
0,48

<u>Uygulama alanı</u>	<u>Referans standart</u>
Askıda maddelerin veya partiküllerin çok miktarda olduğu sular hariç bütün su çeşitleri	NF EN ISO 7899-2 (Ağustos 2000)
<u>Muhafaza</u>	<u>Analiz öncesi muhafaza süresi</u>
Cam veya polietilen numune alma şişeleri	24 saat Şişelenmiş sular için 12 saat
<u>Muhafaza ısısı</u>	
Taşıma esnasında: $\leq 10^{\circ}\text{C}$ ısıda soğutulmuş araba veya soğuk akümülatörlü izoterm akümülatör	
İlk 6 saat tolerans: ortam ısısı ($<25^{\circ}\text{C}$)	
Laboratuvara getirilmesinden analize kadar: soğuk oda $5^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$	
<u>Tayin limiti</u>	<u>Sonuçların ifade edilmesi</u>
0 UFC	UFC/100ml veya UFC/250ml

2 Güvenlik

GÜVENLİK VE ÖNLEMLER	İYİ LABORATUVAR UYGULAMALARINA (GLP) UYULMASI
ATIKLAR	Bu amaçla kullanıma ayrılmış çöp kutularına atılmaları

3 İlke (Metodun/Yöntemin Prensibi)

Daha sonra sodyum azotür ve 2,3,5-trifeniltetrazolyum klorürü ihtiva eden katı selektif ortam üzerine yerleştirilen membran filtreleme ile suyun filtrelenmesi (100/ml)

Tipik koloniler ya ortada veya koloninin tamamında kahverengi-kırmızı veya pembe bir renkle bombeleşmiştir.

Konfirmasyon 44°C ısıda önceden ısıtılmış safra, eskulin ve azotür jelozu üzerindeki bütün koloniler ile birlikte membran transferinin yapılmasıyla gerçekleştirilir.

4 Materyal, kültür ortamları

Materyal

- Mikrobiyoloji laboratuvarında sıklıkla kullanılan malzeme (steril pipetler, Petri kutuları, inkübatörler...)

Dilüsyon sağlayıcı

- Tuzlu peptone su: EPS (MR 15-00)

Selektif kültür ortamı

- Enterokoklar için jeloz: Slanetz ve Bartley (MR 25-00)

Konfirmatif kültür ortamı

- İki yönlü olarak eskulin ve azotüre bağlı jeloz: BEA (MR 04-00).

5 İşlem şekli

Filtreleme

- Analiz edilecek numunenin ardışık çevirme hareketleriyle homojenleştirilmesi;
- Membran filtre kullanma talimatı INS/LC/502 doğrultusunda numunenin 20 ve 25ml arasında membran filtreleme işleminin yapılması (numunenin yapısına göre) ve membranın bir Slanetz ve Bartley jeloz kutusunun üzerine yerleştirilmesi.

İnkübasyon

- Bu şekilde hazırlanmış kutular ters çevrilip 44saat ± 4saat boyunca 36°C ± 2°C ısıda inkübatöre yerleştirilmektedir.

Okuma

- Merkezde veya etrafında kırmızı, kahverengi veya pembe renkte olan bütün bombeli kolonilerin varsayılan enterokoklar olarak kabul edilmesi.

Konfirmasyon ve sayım

- Eğer tipik koloniler var ise, ikili olarak eskulin ve azotüre bağlı jeloz kutusunun üzerine penslerle tutturularak membranın çevrilmeden transfer edilmesi (1 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ısıda önceden ısıtılmış) ve 2 saat boyunca $44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ısıya konulur;
- Çevreleyen ortamda siyah bir halo'ya sahip bütün tipik kolonilerin pozitif tepkime gösterdiklerinin kabul edilmesi ve bunların bağırsak enterokokları olarak sayılması.

6 Kontrol

Uygulanan kontroller "Membran filtrelemenin genel metodu" INS/LC/502 kullanma talimatında açıklanmıştır.

7 Hesaplama

Her koloninin tek bir mikroorganizmadan oluştuğu kabul edilmektedir ve Koloni Üreten Ünitelerin veya Koloni Oluşturan Ünitelerin (UFC) sayısı olarak ifade edilir.

Sonuç aşağıdaki gibi ifade edilmektedir:

Enterokoklar	n UFC/ 250ml
n = 0	0 UFC/ 250ml
$1 < n < 100$	n UFC/ 250ml
n > 100	100 UFC/ 250ml veya dilüsyonların sonuçları

Eğer dilüsyonlar yapılmış ise, elde edilen n sayısının dilüsyon oranının tersi ile çarpılması.

Sonuçlar (okumalar, dilüsyonlar, aşılama) E/LC/500, E/LC/502 veya E/LC/508 sayılı formlarda bildirilmektedir.

8 Referans standart metoda kıyasla farklılık

Referans standart metodun şartı	Laboratuvar gerçekleştirilmesi	Doğrulama
$44^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ arası inkübasyon	$44^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ arası inkübasyon	Program 100.2 spesifik gereklilik toleransı doğrultusunda $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ oranında kesinlik elde edilmesini sağlayan inkübasyon malzemesi.

EK 5: Kalite El Kitabı İeriđi

P
L
A
N
L
A

U
Y
G
U
L
A

K
O
N
T
R
O
L

Ö
N
L
E
M
A
L

- 1- Genel (laboratuvar tanıtımı, terimler, kısaltmalar, kitabın kullanımı, amacı ve uygulama alanları)
- 2- Kalite politikası, hedef ve genel organizasyon şeması
- 3- Kalite sistemi dökümanlarının yönetimi
- 4- Personel
- 5- Yerleşim ve binalar
- 6- Alet – Ekipman
- 7- Reaktifler ve sarf malzemeleri
- 8- Analiz talimatları
- 9- Uygunsuzluklar, düzeltici ve önleyici faaliyetler
- 10- İç kontrol (i tetkik)

BİBLİOGRAFYA

Öncelikle, mevzuat ve uluslararası standardizasyona ilişkin arařtırmaların yapılması gerekmektedir.

TSE'nin (Türk Standartlar Enstitüsü) referans laboratuvarını standardizasyon çalışması ile ilgili olarak düzenli bir şekilde haberdar etmesi gerekmektedir. Eğer mümkün ise referans laboratuvar, TSE çalışma grubuna dahil edilmelidir.

Sağlık Bakanlığı ve TÜRKAK ile yapılacak düzenli bir iletişim alışverişinin gerçekleştirilmesi tavsiye edilmektedir. Diğer taraftan, Türkiye'de kullanılan zirai ilaçlar hakkında bilgi edinmek için, örneğin Tarım Bakanlığı ile iletişim halinde olunmasının faydalı olacağı düşünülmektedir.

Literatür çalışmalarının aşağıda belirtilen alanlarda yapılması gerekmektedir:

- Yeni analitik yöntemler hakkında
- İçme veya ham su için gerekli parametreler hakkında (estrogenler, endokrin bölücüler, ilaçlar , ...)

1. Mevzuat Dökümanları

- Avrupa 98/83/CE Direktifi: 3'üncü1998 Tarihli Komite Yönergeleri
- 75 440 Sayılı Avrupa Direktifi: Yüzey Suyun Kalitesinin Gereklikleri İle İlgili Olarak Korulmuş Durumdaki İçme Suyunun Alımı
- Ulusal Kanunu Tanımlayan Avrupa Birliğinin 98/83 EC Sayılı Yönergesine İlişkin 20 Aralık 2001 Tarihli Ve 2001 -1220, Fransız Yönergesi
- Analitik Yöntemlere Ve Performanslarına İlişkin, 17 Eylül 2003 Tarihli Fransa'nın Kararı.
- İçme Suyu Ve Ham Suyun Kalitesinin Denetiminden Sorumlu Laboratuvarın Koşullarına İlişkin 24 Ocak 2005 Tarihli Anlaşma.

2. Tavsiye Edilen Standartlar

2.1. Kalite Güvencesi

- ISO 17025: Deney Ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar
- Program 100- 1 Ve 100- 2 COFRAC (Fransız Akreditasyon Kurumu)
- XP ENV 13 530: Su Kalitesi – Su Kontrol İncelemesine Yönelik Kılavuz
- XP T 90 210: Metod Validasyonuna İlişkin Protokol (Fransız Standardize Metodu)
- XPT 90 220: Ölçüm Belirsizliğine İlişkin Protokol (Fransız Standardize Metodu)
- ISO 8466- Suyun Kalitesi – Kalibrasyon Ve Analitik Yöntemlerin Değerlendirilmesi Ve Performans Özelliklerinin Tahmini
- ISO 5725: Ölçüm Yöntemlerinin Ve Sonuçlarının Güvenilirliği
- Program 100 -1 COFRAC: Suda Fizikokimyasal Parametrelerin Analizi İçin Teknik Şartlar

- Program 100 -2 COFRAC: Suda Mikrobiyolojik Parametrelerin Analizi İçin Teknik Şartlar

2.2. Numune

- ISO 5667 -1: Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 1: Su Kalitesi Numunesi: Bölüm 1, Numune Alma Teknikleri Ve Numune Alma Şekilleri Hakkında Kılavuz.
- ISO 5667- 3 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 3: Su Numunelerinin Alınması Ve Saklanmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 4 Su Kalitesi – Bölüm 4: Doğal Ve Yapma Göllerden Numune Alınmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 5 Su Kalitesi – Numune Alma -- Bölüm 5: Boru Dağıtım Sisteminden Veya İşlem Alanlarından Numune Alınmasına İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 6 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 6: Akarsu Ve Derelerden Numune Almaya İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 11 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 11: Yerdeki Sularından Numune Almaya İlişkin Kılavuz
- ISO 5667- 14 Su Kalitesi – Numune Alma – Bölüm 14: Çevresel Su Numunesi Almak Ve İşleme Koymak Hakkında Çevresel Garanti Sağlama
- AFNOR FD T 90 520: Su Kalitesi – Kamu Sağlık Mevzuatına Uygunluk Açısından Teknik Numune Alma.
- Akarsudan Numune Alma – Dereden Numune Alma: Yüzey Suyunun Kalitesi. Teknik Kılavuz

2.3. Analitik Yöntemler

Mikrobiyoloji

- **TS EN ISO 19458: Su Kalitesi**– Mikrobiyolojik İnceleme İçin Numune Alımı
- **TS EN ISO 6222 Su Kalitesi** – Kültürü Yapılabilen Mikroorganizmaların Sayılması – Agarlı Besiyerine Ekim İle Koloni Sayımı
- **TS EN ISO 9308–1 Su Kalitesi** - Escherichia Coli Ve Koliform Bakterilerin Araştırılması Ve Sayımı – Bölüm 1: Membran Filtreleme Yöntemi
- **TS EN ISO 9308–3 Su Kalitesi** - Yüzey Ve Atık Sularda Escherichia Coli Ve Koliform Bakterilerin Tespit Edilme Ve Sayımı-Bölüm 3:Sıvı Ortama Ekim İle Küçültme Yöntemi (En Muhtemel Sayı)
- **TS EN ISO 7899–1 Su Kalitesi** - Yüzey Ve Atık Sularında Bağırsak Enterokoklarının Tespiti Ve Sayımı- Bölüm 1: Sıvı Besiyerine Ekim Yolu İle Küçültme Yöntem (En Muhtemel Sayı)
- **TS EN ISO 7899–2 Su Kalitesi** - Bağırsak Enterokoklarının Araştırılması Ve Sayımı - Bölüm 2: Membran Filtreleme Yöntemi.
- **TS 8020 ISO 26461–2 Su Kalitesi** - Sülfiti İndirgeyen Anaerob Bakteri (Clostridia) Sporlarının Araştırılması Ve Sayımı - Bölüm 2: Membran Filtreleme Yöntemi
- **TS EN 12780 Su Kalitesi** Membran Filtreleme Yöntemi İle Pseudomonas Aeruginosa Tayini Ve Sayımı
- **XP T 90 412 Su Kalitesi** - Membran Filtreleme Metodu İle Patojen *Staphylococci'nin* Araştırılması Ve Sayımı

- **NF T 90 455 Su Kalitesi** - Konsantrasyon Ve Sayım Metodu İle *Cryptosporidium* Ookistleri Ve *Giardia* Kistleri Tayini Ve Sayımı.
- **XP T 90 451 Suyun Test Edilmesi** - Cam Yünü Üzerinde Konsantrasyon Ve Hücreyel Kültürle Enterovirüslerin Tayin Yöntemi

Inorganik Kimyasal Parametreler

- **ISO 5813 Su Kalitesi**– İyodimetrik Metod İle Çözünmüş Oksijen Tayini
- **ISO 5814 Su Kalitesi**– Elektrokimyasal Metod İle Çözünmüş Oksijen Tayini
- **EN 27888 Suyun Kalitesi** - Elektrik İletkenliğinin Tayini
- **NF EN 1899–1 2 Su Kalitesi**– Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı,“N” Gün Sonra (Bodn)
- **ISO 5961 Su Kalitesi**– Atomik Emisyon Spektrometri İle Kadmiyum Tayini
- **ISO 6058 Su Kalitesi**– EDTA Titrimetrik Metod ile Kalsiyum Tayini
- **ISO 6059 Su Kalitesi** – EDTA Titrimetrik Metod İle Toplam Kalsiyum Ve Magnezyum Tayini
- **ISO 6060 Su Kalitesi**– Kimyasal Oksijen İhtiyacının Belirlenmesi
- **ISO 6332 Su Kalitesi** – Spektrometrik Metod İle 1,10-Fenatrolin Kullanılarak Demir Tayini
- **ISO 6703–1 Su Kalitesi**–: Toplam Siyanür Tayini (Bölüm 1)
- **ISO 6777 Su Kalitesi**— Moleküler Absorpsiyon Spektrometrik Metod İle Nitrit Tayini
- **ISO 6878 Su Kalitesi**–Amonyum Molibdat Spektrometrik Metod İle Fosfat Tayini
- **ISO 7027 Su Kalitesi**– Bulanıklık Tayini
- **ISO 7150–1 Su Kalitesi**–Manuel Spektrometrik Metod İle Amonyumun Tayini (Bölüm 1)
- **ISO 7393–2 Su Kalitesi** – Serbest Klor Ve Toplam Klorun (Rutin Kontroller İçin) N,N-Dietil–1,4-Fenilendiamin Kullanılarak Kolorimetrik Metod İle Belirlenmesi (Bölüm 2)
- **ISO 7887 Su Kalitesi**– Rengin İncelenmesi Ve Belirlenmesi
- **ISO 7888 Su Kalitesi**– Elektrik İletkenliğinin Tayini
- **ISO 7980 Su Kalitesi**—Atomik Absorpsiyon Spektrometri İle Kalsiyum Ve Magnezyum Tayini
- **ISO 8288 Su Kalitesi** – Alev Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Kobalt, Nikel, Bakır, Çinko, Kadyum Ve Kurşun Tayini
- **ISO 8467 Su Kalitesi** - Permanganat İndeksinin Belirlenmesi
- **ISO 9174 Su Kalitesi**– Spektrometrik Metod İle Krom Belirlenmesi
- **ISO 9297 Su Kalitesi**–Kromat İndikatörlüğünde Gümüş Nitrat Titrasyonu İle Klor Tayini” (Mohr's Metodu)
- **ISO 9390 Su Kalitesi** - Azometin-H Kullanılarak Spektrometrik Metod İle Bromat Tayini
- **ISO 9963–1 Su Kalitesi**– Alkalinite Tayini- Bölüm 1: Toplam Alkalinite Ve Bileşiklerinin Tayini
- **ISO 9964–1 Su Kalitesi**– Sodyum Ve Potasyum Tayini- Bölüm 1: Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Sodyum Tayini
- **ISO 9964–2 Su Kalitesi** - Sodyum Ve Potasyum Tayini – Bölüm 2: Atomik Absorpsiyon Spektrofotometrisi İle Potasyum Tayini
- **ISO 9964–3 Su Kalitesi** - Sodyum Ve Potasyum Tayini – Bölüm 3: Alev Emisyon Spektrometrisi İle Sodyum Ve Potasyum Tayini

- **ISO 9965 Su Kalitesi** – Selenyumun Tayini – Atomik Absorpsiyon Spektrometrik Yöntem (Hidrür Tekniği)
- **ISO 10304-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Az Kirlenmiş Sular İçin Metot: Çözülmüş Flor, Klor, Nitrit, Ortofosfat, Bromat, Nitrat Ve Sülfat İyonlarının Sıvı İyon Kromatografisi İle Tayini
- **ISO 10304-4 Su Kalitesi** – Bölüm 4: Az Kirlenmiş Sularda Klor, Klorat Ve Klorid Tayini İçin Metot: Sıvı İyon Kromatografisi İle Çözülmüş Anyonların Tayini
- **ISO 10359-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Az Kirlenmiş Ve İçilebilir Sularda Florür Tayini İçin Elektrokimyasal Metot
- **ISO 10523 Su Kalitesi** – Ph Tayini
- **ISO 11732 Su Kalitesi** – Spektrometri Ve Akış Analizörü Metodu İle (CFA Ve FIA) Amonyum Nitrojenin Tayini
- **ISO 11885 Su Kalitesi** – İndüktif Olarak Eşleştirilmiş Optik Emisyon Spektrometrisi (ICP-OES) İle 33 Elementin Tayini
- **ISO 11923 Su Kalitesi** – Cam Ve Doku Filtreleri İle Askıdaki Katıların Tayini
- **ISO 11969 Su Kalitesi** – Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle (Hidrür Tekniği) Arsenik Tayini
- **ISO 12020 Su Kalitesi** – Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle Alüminyum Tayini
- **ISO 13395 Su Kalitesi** – Akış Analizörü (CFA Ve FIA) Ve Spektrometrik Metot İle Nitrit, Nitrojen Ve Nitrat Ve Toplamlarının Tayini
- **ISO 14403 Su Kalitesi** – Toplam Siyanür Ve Serbest Siyanürün Sürekli Akım Analizleri İle Belirlenmesi
- **ISO 14911 Su Kalitesi** – İyon Kromatografisi Kullanarak Çözülmüş Li^+ , Na^+ , NH_4^+ , K^+ , Mn^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} , Sr^{2+} Ların Tayini – Su Ve Atık Su İçin Metot İle Çözülmüş Bromat Tayini
- **ISO 15586 Su Kalitesi** – Atomik Absorpsiyon Ve Grafit Fırınlı Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi İle İz Elementlerin Belirlenmesi
- **ISO 15681-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Akım Enjeksiyon Analizi (FIA), Akım Analizi (FIA Ve CFA) Metodu İle Ortofosfat Ve Toplam Fosfat Tayini
- **ISO 15681-2 Su Kalitesi** – Akış Analizörü İle (FIA Ve CFA) Ortofosfat Ve Toplam Fosfat Tayini - Bölüm 2: Sürekli Akım Analiz Metodu (CFA)
- **ISO 15682 Su Kalitesi** – Fotometrik Veya Potansiyometrik Ve Akış Analizörü (CFA Ve FIA) İle Klorit Tayini
- **ISO 16264 Su Kalitesi** – Akış Analizörü (FIA Ve CFA) Ve Fotometrik Metot İle Çözülebilir Silikat Tayini
- **ISO 17294 Su Kalitesi** – İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektroskopisi (ICP-MS) Uygulanması
- **ISO 17852 Su Kalitesi** – Atomik Floresan Spektrometrisi İle Civa Tayini
- **ISO 22743 Su Kalitesi** – Sürekli Akış Analizörü İle (CFA) Sülfat Tayini
- **ISO CD 23914 – 2: Su Kalitesi** – Hidrit- Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi (HG AAS) İle Antimon Tayini
- **NF EN 25663** – Selenyum İle Mineralizasyon Sonra Metot İle Kjeldahl Azotu Tayini
- **NF EN 1622- Su Kalitesi** – Sınır Koku Seviyesinin Sayısal Tespiti (TON) Ve Sınır Tat Seviyesinin Sayısal İfadesi (TFN)

Organik Kimyasal Parametreler

- **ISO 6439 Su Kalitesi** – Distilasyon Sonrasında Amino-Antipirin Spectrometri Metodu İle Fenol Endeksinin Tayini
- **ISO 6468 Su Kalitesi** – Likit Ekstraksiyonu Ve Gaz Kromatografisi Metodu İle Bazı Organoklorin İlaçlamanın, Poliklorinellenmiş Bifenillerin Ve Klorobenzenlerin Tayini
- **ISO 7875-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Mavi Endeks Metilenin (MBAS) Ölçümü İle Aniyonik Sürfaktan Tayini
- **ISO 8245 Su Kalitesi** – Toplam Organik Karbon (TOC) Ve Çözünmüş Organik Karbon Seviyesinin Tayini
- **ISO 9377-2 Su Kalitesi** – Bölüm 2: Gaz Kromatografisi Ve Çözücü Kullanılarak Gerçekleştirilen Metot İle Hidrokarbon Yağ Endeksinin Tayini
- **ISO 10301 Su Kalitesi** – Gaz Kromatograf Metodu İle Yüksek Seviyede Uçucu Holojen Hidro Karbonların Tayini
- **ISO 10695 Su Kalitesi** - Gaz Kromatograf Metodu İle Seçilmiş Bazı Organik Nitrojen Ve Fosfor Bileşenlerinin Tayini
- **ISO 11369 Su Kalitesi** - Yüksek Düzeyde Likit Kromatograf Kullanan Ve UV Detektörü Metodu İle Seçilmiş Bazı Bitkisel Ajanların Tayini
- **ISO 11423-1 Su Kalitesi** – Bölüm 1: Kafa- Alanlı Gaz Kromatografisi İle Benzen Ve Türevlerinin Tayini
- **ISO 11423-2 Su Kalitesi** – Bölüm 2: Ekstraksiyon Ve Gaz Kromatografisi Metodu İle Benzen Ve Türevlerinin Tayini
- **ISO 15680 Su Kalitesi** - Gaz Kromatografisi Ve Termal Temizleme Ve Hapsetme Metodu İle Bazı Tek Dönemli Aromatik Hidrokarbonların, Naftalinin Ve Çeşitli Klorinli Bileşimlerin Tayini.
- **ISO 15913 Su Kalitesi** – Katı Ekstraksiyonu Ve Türevleştirmeden Sonar Gaz-Kromatograf Ve Spektrometri Metodu İle Bazı Fenoksi-Alkanoik Herbisitlerin, Betazon Ve Hidroksi-Benzo-Nitriller Dahil Edilerek Tayin Edilmesi
- **ISO 17993 Su Kalitesi** – Likit Ekstraksiyon Ve Floresan İle PLC Tespitinden Sonra 15 Polikrillik Aromatic Hidrokarbon (PAH) Tayini
- **ISO 20179 Su Kalitesi** – Mikrosistin Tayini – Katı Ekstraksiyonu Metodu (SPE) Ve Ultraviolet (UV) Yüksek Performanslı Sıvı Kromatograf (HPLC)
- **EN 12918: Su Kalitesi**: Diklormetan Ekstraksiyonu Ve Gaz Kromatograf Analizi İle Paratyon, Paratyon Metil Ve Bazı Organofosfor Bileşiklerinin Tayini
- **EN 14207: Su Kalitesi** – Epikloridin Tayini

II – Kaynakçanın İşlenmesi

1 Oluşum Aşamasında

- Oluşum sırasında, kullanılan her bir yöntem için, ISO kaynaklarının referansları ve mevcut ise Türkçe yazılar saklanacaktır.

Aynı şekilde, konu olan her alan hakkında (numune alma, taşıma, kalite metodu ...), ilintili olan ve danışılmasının gerekli olacak belgelerin belirtilmesi gerekmektedir.

2 El Kitabı Aşamasında

- Düşünülen sektör her ne olursa olsun (biyoloji, mikrobiyoloji, organik kimya, inorganik kimya, ...), dört bölümden oluşan el kitabında tüm kaynakça referanslarına yer verilmektedir.

- Bölüm 1: Numune Alma ve Taşıma

- Bölüm 2: Mikrobiyolojik Yöntemler

- **Kısım 1: Klasik Parametreler**

(*E.coli*, enterokok, *C.perfringens*, *P.aeruginosa*, patojen stafilokoklar, 22° C ve 36° C ısıda canlanan anaerobik tohumlar ...)

- **Kısım 2: Yeni: Parametreler**

(*Cryptosporidium – giardia*, protozoerler, kabuklular...)

- **Kısım 3: Diğer Parametreler**

(*legionella* ve virüs)

- Bölüm 3: Kimyasal Yöntemler

- Kısım 1: Genel Parametreler

(...)

- Kısım 2: Organik Olmayan (İnorganik) Parametreler

(...)

- Kısım 3: Organik Parametreler

(...)

Bölüm 4: Kalitede İzlenecek Yöntem

Text prepared in May 2008 by the Twinning team. These documents have been produced with the financial assistance of the European Union. The contents of these documents are the sole responsibility of International Office of Water (IOW) and can under no circumstances be regarded as a reflecting the position of the European Union.

Metin Mayıs 2008 tarihinde Eşleştirme ekibince hazırlanmıştır. Bu dokümanlar Avrupa Birliğinin mali yardımı ile geliştirilmiştir. Bu dokümanların içeriği sadece Uluslararası Su Ofisi sorumluluğundadır ve hiçbir şekilde Avrupa Birliği'nin konumunu yansıtmamaktadır

