

❖ Genel Bilgiler

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

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

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

❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

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

❖ Prosedür

5 mL saf suyu test tüpüne alınız.

Üzerine **1 mL numune** ilave ediniz.

Test tüp kapağını sıkıca kapatıp, içeriği çözünene kadar karıştırınız.

10 dakika bekleyiniz.

Uygulama seçenekleri bölümünde gösterilen yöntemlerden birini tercih ederek okuma yapınız.

❖ Uygulamalar

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

❖ Metot

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

Metod EPA 354.1 ve EN 26 777 ye eşdeğerdir.

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

Metod ISO 17381 standardına uygun olarak, Analitik kalite güvencesi bölümünde tanımlı analitik performans ile içme suları ve atık sulardaki nitrit seviyelerinin yasal limite uygunluğunun kontrol analizlerinde kullanılır.

Ölçüm kısmı için, test kiti yanında ihtiyaç duyulan temel laboratuvar cihaz ve aparatları: fotometre/spektrofotometre cihazı, 5 mL ve 1 mL hacim transferi için tercihen tek kullanımlık veya iyi temizlenmiş cam pipettir.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

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

(8 mg/L NO₂⁻) standard değeri kullanılarak set edilmesi tavsiye edilen kalite kontrol kartı, alt ve üst kontrol limit değerleri (7,2-8,8 mg/L NO₂⁻) dir.

❖ Uygulama Seçenekleri:

Bu kit her marka fotometrede üç farklı şekilde kullanılabilir.

- 1) Doğrudan Abs. Okuyarak
- 2) Laboratuvar şartlarında Metot validasyonu ile

Seçeneklere ait açıklamalar:

1) Doğrudan Abs okuyarak

Numunenizin mg/L NO₂⁻ değerini, cihazınızın **525 nm** dalga boyunda, cihazınızı saf su ile sıfırladıktan sonra, absorbands değerini okuyarak **C = k x Abs**. Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: **C**: mg/L NO₂⁻ **k**: Kalibrasyon faktörü; **Abs**: İlgili dalga boyunda saf suya karşı sıfırlandığında cihazınızdan okunan absorbands değeridir. Örneğin: kite ait test tüpü ile okuma yapıldığında, cihazınızın **525 nm**. de şahide karşı absorbandsı 1,551 olsun; kite ait varsayılan k değeri, 16 mm tüp test için 5,15 olduğundan, mg/L NO₂⁻ değeriniz **C = 5,15 x 1,551 = 7,99 mg/L NO₂⁻** olur.

2) Metot Validasyonu ile

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

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

❖ Küvet tiplerine göre ölçüm bilgileri ve kalibrasyon faktörleri

Küvet tipi	Ölçüm Aralığı	k faktörü	
		NO ₂ ⁻	NO ₂ -N
16 mm Kit Test tüpü	1–15 mg/L NO ₂ ⁻ (0,15-4,5 NO ₂ -N)	5,15	1,55

❖ Kalite Güvence Planı

Sr= Tekrarlanabilirlik standart sapması

❖ Girişimler:

Aşağıdaki mg/L seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

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

❖ Metodun Karakteristik Verileri

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

Metodun std. Sapması (mg/L NO ₂ ⁻)	± 0.02
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	0.3
Güven aralığı (mg/L NO ₂ ⁻)	± 0.04
Hassasiyet (mg/L NO ₂ ⁻) / (0,010 Abs)	0,052

❖ Notlar:

- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.
- NO₂⁻ sonucunu NO₂-N a çevirmek için **0,3** faktörü ile çarpılır.
- NO₂-N sonucunu NO₂⁻ a çevirmek için **3,29** faktörü ile çarpılır.