**NUMUNE ALMA VE SAKLAMA KOŞULLARI**

1. SU ANALİZLERİ

**1.1.Biyolojik Oksijen İhtiyacı için Numune Saklama Koşulları**

**-**BOİ analizinde kullanılacak numune alınırken 1000 mL’ ik cam ya da plastik kap kullanılır. Kap üzerinde hava kalmayacak şekilde doldurulmalıdır.

-Numune alındıktan sonraki ilk 2 saat içerisinde analiz edilecekse soğutma yapmaya gerek yoktur.

-2 saat ve üzeri sürede analiz gerçekleştirilecek ise numune +4˚C ya da altındaki sıcaklıklarda saklanmalıdır.

-Analiz öncesi en uzun saklama süresi (+4˚C için) 24 saattir. 24 saatten sonra mevcut numunede bozunmalar gözlemlenir. Alınan numune karanlık ortamda saklanmalıdır.

-Plastik kap içerisinde -20˚C’de dondurulduğu takdirde numune 6 ay saklanabilir (< 50 mg/L ise 1 ay).

***Referans:* (Standart Methods 5210-B, TS EN ISO 5667-3:2007, BOİ Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.20)**

**1.2. Kolorometrik ve Titrimetrik Metod ile Toplam Siyanür Tayin Yöntemleri, pH 6’da Difüzyon ile Açığa Çıkan Siyanür ve Siyano Klorür Tayini için Numune Saklama Koşulları:**

-Siyanür tayinlerinde kullanılacak olan numuneler plastik kaplarda saklanmalıdır.

*(Ön işlem)* Klor gibi oksitleme ajanları birçok siyanür türevinin yapısını bozar. Bakiye kloru 2 mg/L’ye düşürmek için, asetat tamponu ile nemlendirilmiş nişasta-potasyum iyodür kağıt üzerine numune damlatılır (4500-Cl. C.3e). Mavi-mor renk oluşumu oksidant varlığını gösterir. Oksidantların nötralleşmesi için numuneye 0.02 g/L’lik sodyum tiyosülfat çözeltisinden az az eklenerek yukarıdaki test tekrarlanır. Bu işlem numune içerisinde hiç oksidant kalmayacak şekilde yinelenir. Fazla tiyosülfat kullanımından kaçınılmalıdır. 0.02 g/L’lik sodyum tiyosülfat çözeltisi yerine 0.1 g/L’lik sodyum arsenit çözeltisi de kullanılabilir. 2 mg/L’den az bakiye klor için, DPD-FAS titrasyonu (4500-Cl.F) ya da DPD kolorimetrik metodu (4500-Cl.G) ve sitokiyometrik olarak eşit miktarda tiyosülfat çözeltisi ile bakiye miktarı belirlenir.

**-**Siyano klorür tayini hariç yapılacak tüm analizler için alınan numunenin pH’ı, NaOH ile 12’den büyük olacak şekilde ayarlanmalıdır.

-Numune 1°C ile 5°C arasında soğutulmalıdır.

-Eğer numunede pH=6’da difüzyon ile açığa çıkan siyanür ve siyanoklorür tayinleri yapılacaksa ya da numune içerisinde kükürt bulunuyorsa numunenin analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 24 saattir. Bunlar dışındaki numunelerde analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 7 gündür.

-Toplam siyanür ve kolaylıkla açığa çıkabilen siyanür tayini için numuneler karanlıkta bekletilmelidir.

***Referans:* (Standart Methods 4500 CN-, TS EN ISO 5667-3:2007,KolorometrikMetod ile Toplam Siyanür Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.54)**

**1.3. Renk Analiz Yöntemi (Mukayese Yöntemi) için Numune Saklama Koşulları**

-Renk analiz yönteminde kullanılacak numuneler cam ve ya plastik kaplarda saklanmalıdır.

-Demir (II) bakımından zengin olan yer altı sularının tayininde renk analizi, numune alındıktan sonraki ilk 5 dakika içerisinde sahada yapılmalıdır.

**-**Renk analizi için kullanılacak kaplarda herhangi bir koku olmamalıdır.

-Alınan numune 1°C ile 5°C arasına soğutulmalıdır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 5 gündür.

-Numuneler karanlıkta muhafaza edilmelidir.

***Referans:* (Standart Methods 2120, Renk Analiz Yöntemi BÇ.ÇT.98)**

**1.4. Renk Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Numuneler asitle yıkanmış amber şişelerde ya da ışık geçirmeyen plastik kaplarda saklanmalıdır.

-Numuneler saklanacakları kaba doldurulmadan önce kap numune ile çalkalanmalıdır.

-Numuneler analiz süresine kadar soğutularak saklanmalıdır (analiz yapılacağı sırada oda sıcaklığına getirilmelidir).

-Alınan numuneler için analiz öncesi en uzun saklama süresi 24 saattir.

***Referans:* (SM 2120-Renk, Renk Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.97)**

**1.5. Su ve Atık Suda Ağır Metal Tayini için Numune Saklama Koşulları**

***Alüminyum, Berilyum, Kadmiyum, Kalsiyum, Krom, Kobalt, Bakır, Kurşun, Magnezyum, Manganez, Nikel, Potasyum, Selenyum, Gümüş, Sodyum, Vanadyum ve Çinko Ağır Metalleri için Numune Saklama Koşulları;***

- Numunelerin Analizlere Göre Saklanacağı Kaplar;

*Alüminyum* analizinde kullanılacak numune için kap plastik, cam ya da borosilikat cam olmalıdır (*Kadmiyum, Kurşun, Magnezyum, Manganez, Nikel, Vanadyum* ve *Çinko* için sadece plastik ve borosilikat kaplar kullanılır) ve asitle yıkanmalıdır.

*Berilyum, Kalsiyum, Krom, Kobalt, Bakır,* analizinde kullanılacak kap plastik ya da cam olmalı ve asitle yıkanmalıdır.

*Potasyum* analizi için plastik kap kullanılmalıdır.

*Selenyum, Gümüş* analizi için plastik ya da G (anti-bakteriyel) kap kullanılır ve asitle yıkanır.

*Sodyum* analizi için plastik ya da G (anti-bakteriyel) kap kullanılır, kabın asitle yıkanmasına gerek yoktur.

-Analizde kullanılacak numune nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır. *Kadmiyum, Krom, Kobalt, Bakır, Nikel* ve *Çinko* için bu süre 6 aya kadar uzayabilir.

***Antimon, Baryum için Numune Saklama Koşulları;***

-Kullanılacak numune HCl ve HNO3 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.

**-**Analiz için hidrür tekniği kullanılmış ise HCl kullanılmalıdır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

***Arsenik için Numune Saklama Koşulları;***

-Kullanılacak numune HNO3 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

***Bor için Numune Saklama Koşulları;***

-Kullanılacak numunede asitlendirme yapmaya gerek yoktur.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

-Numune dondurulduğu takdirde bu süre 6 aya kadar çıkmaktadır.

***Demir (II) için Numune Saklama Koşulları;***

-Kullanılacak numune HCl ile 1 mol/L’ye kadar asitlendirilmeli ve havadaki oksijen ile teması engellenmelidir.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 7 gündür.

***Krom IV için Numune Saklama Koşulları;***

-Analizinde kullanılacak kap plastik ya da cam olmalı ve asitle yıkanmalıdır.

-Kullanılacak numune 1°C ile 5°C arasına soğutulmalıdır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 24 saattir.

-Numune dondurulduğu takdirde bu süre 6 aya kadar çıkmaktadır.

***Talyum için Numune Saklama Koşulları (Çoklu analizlerde);***

***-***Kullanılacak numune HNO3 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.

***Referans:* (TS EN ISO 5667-3/Mart 2007, Su ve Atık Suda Ağır Metal Tayini BÇ.ÇT.113)**

**1.6. Sokslet Ekstraksiyon Yöntemi ile Yağ Gres Tayini için Numune Saklama Koşulları**

-Örnekleme yapıldıktan sonra ilk 2 saat içerisinde analiz edilecek olan numune cam kap içerisinde olmalı, (1:1) H2SO4 ya da (1:1) HCl ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmeli ve +4 ˚C’de muhafaza edilmelidir.

-Eğer numune analizi 2 saat içerisinde yapılmayacaksa numune 80 g başına 1 mL konsantre HCl eklenerek +4 ˚C’de muhafaza edilmelidir.

**! Numuneleri korumak için kesinlikle kloroform ve sodyum benzoat kullanılmamalıdır.**

- Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

***Referans:* (Standart Methods 5520, TS EN ISO 5667-3/Mart 2007, Sokslet Ekstraksiyon Yöntemi ile Yağ Gres Tayini BÇ.ÇT.12 3)**

**1.7. Hidrokarbon Tayini için Numune Saklama Koşulları**

-Numunede özütleme için C çözücü (pentan gibi) kullanılmalıdır.

-Kullanılacak numune H2SO4 veya HCl ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

***Referans:* (Standart Methods 5520, TS EN ISO 5667-3/Mart 2007, Hidrokarbon Tayini BÇ.ÇT.122)**

**1.8. Klorofil-a Analiz yöntemi için numune saklama koşulları**

**-**Klorofil-a analizinde kullanılacak numune koyu renkli plastik veya cam kaplar içerisinde saklanmalıdır.

-Numune 1°C ile 5°C arasına soğutulduğu takdirde analiz öncesi en uzun bekleme süresi 24 saattir.

-Numuneye süzme ve sıcak etanol ile özütleme işlemi uygulanırsa, numune -20 °C’e dondurulmalıdır. Bu şartlar altında analiz öncesi en uzun bekleme süresi 1 aydır.

-Numuneye sadece süzme işlemi uygulanacaksa numune süzmeden sonra -80 °C’a dondurulmalıdır.

***Referans:* (TS EN ISO 5667-3/Mart 2007, TS 9092 ISO 10260, Klorofil-a Analiz Yöntemi, BÇ.ÇT.106)**

**1.9. Atık Su, Toprak, Arıtma Çamurunda Pestisit Tayin Yöntemi için numune saklama koşulları;**

**-**Toplanan numuneler anti-bakteriyel, çözücü ile yıkanmış, PTFE kapaklı-astarlı, glifosat kullanımı için plastik kaplarda saklanılmalıdır.

-Numune klorlanmış ise içerisindeki bakiye klor miktarı 50 mg/L sodyum sülfit (Na2S2O3.5H2O için 80mg/L) ilavesi ile düşürülmelidir (Sodyum sülfit katı olarak karıştırma-çalkalama eşliğinde ya da çözeltisi hazırlanarak eklenebilir).

**-**pH 6 N HCl eklenerek ≤ 2’ye ayarlanır. pH ayarlamasından önce numune içerisindeki bakiye klorun düşürülmesi oldukça önemlidir. Numuneye sodyum sülfit ve HCl eklenmesi örnekleme yapılan yerden numunenin taşınmasından önce yapılmalıdır(!).

**-**HCl ilavesi mikrobiyal bozunmayı geciktirir.

**-**Numuneler örnekleme yapıldığı andan ekstraksiyon yapılana kadar dondurulmalı ya da +4 ˚C’de tutulmalıdır.

**-**Ekstraksiyon numune alınmasından sonraki 24 saat içinde yapılmalıdır.

**-**Ekstraktın muhafaza süresi 5 gündür.

**-**Bakiye klor miktarı düşürülmüş ve pH’ı ayarlanmış olan numuneler içerisinde analitler (siyanazin hariç) 14 gün stabildir.

**-**Siyanazin varlığında ayrı numune toplanmalıdır. Siyanazin asidik şartlarda ya da sodyum sülfit varlığında saklandığında bozunur. Siyanazin için numune alınırken klor giderimi ya da asitlendirilme yapılmamalıdır. Numune soğutma ya da dondurma ile 14 gün saklanabilmektedir.

***Referans:* (TS EN 13649:2003 Organoklor, organofosfor ve organoazot ihtiva eden pestisitler, Atık Su, Toprak, Arıtma Çamurunda Pestisit Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.135)**

**1.10. Atık Su için VOC Tayin Yöntemi için numune saklama koşulları;**

-Atık suda VOC tayin yöntemi için numuneler analitlerin su dışına çıkması, toplama kabının camı ile reaksiyona girmesi ve numunenin biyolojik olarak bozunmasını engellemek için analiz süresine kadar 4˚C’de tutulmalıdır.

-Numune saklama alanında çözücü buharı olmamalıdır.

-Tüm numuneler 14 gün içerisinde ya da kararsız analitleri hedefleyen analizler için daha kısa sürede analiz edilmelidir.(Numuneye göre saklama koşulları için Method 5035, Appendix A, Table A-1 and the Table of Analytes in Sec. 1.1’e bakılmalıdır).

***Referans:* (EPA 5021 BTEX (BENZEN-TOLUEN-ETİL BENZEN-KSİLEN), Atık Su için VOC Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.226)**

**1.11. Su ve Atık Suda Tat Tayini Yöntemi İçin Numune Saklama Koşulları**

-Tat tayini yapılacak olan numune temiz kaplarda toplanmış olmalıdır.

-Numune alındıktan sonra derhal dondurulmalı ya da +4˚C’ye soğutulmalıdır.

-Analiz tercihen 24 saat içerisinde yapılmalıdır. Bazı durumlarda bu süre uzatılabilir fakat kesinlikle 48 saati geçmemelidir.

***Referans:* (Standart Methods 2170B, FLAVOR PROFILE ANALYSIS, BÇ.ÇT.119)**

**1.12. Absorblanabilir Organik Halojenler ve Toplam Organik Halojenlerin Tayini için Numune Saklama Koşulları:**

-Absorblanabilir organik halojenler ve toplam organik halojenlerin tayini için kullanılacak numune plastik veya cam kap içerisinde, üstte hava kalmayacak şekilde ağzına kadar doldurularak saklanmalıdır.

-Numune içerisinde klor kalıntısı var ise numuneye sodyum tiyosülfat eklenerek klor giderilir.

-Numune pH’ı nitrik asit ile 1-2 olacak şekilde ayarlanarak saklanmalıdır.

-Asitlendirilen numuneler 1°C ile 5°C arasına soğutularak, karanlıkta beş gün saklanabilmektedir.

-Numunenin saklama süresi asitle muamele yapılmaksızın plastik kaplarda -20°C’ye soğutma yapıldığı takdirde 30 güne uzayabilmektedir.

***Referans:* (EPA 1650 C TOX (TOPLAM ORGANİK HALOJENLER), Absorblanabilir Organik Halojenler ve Toplam Organik Halojenlerin Tayini BÇ.ÇT.227)**

**1.13. Atık Suda PAH ve PCB Tayini için Ön İşlem Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Atık suda PAH tayini için kullanılacak numune anti-bakteriyel çözücü ile yıkanmış, teflon (PTFE) kapaklı ve kaplamalı kaplarda saklanmalıdır.

-Kullanılacak numune 1°C ile 5°C arasına soğutularak saklanmalıdır.

-Bu şartlar sağlandığı takdirde analiz öncesi tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 7 gündür.

-Analiz için kullanılacak numunede uygun olduğu durumda sahada özütleme yapılmalıdır. Numune klorlanmış ise, kaba numune konulmadan önce, her 1000 mL numune için 80 mg Na2S2O3.5H2O ilave edilmelidir.

***Referans:* (EPA Method 3510 C, Organic Analytes Table 4-1, Atık Suda PAH ve PCB Tayini için Ön İşlem Yöntemi BÇ.ÇT.131)**

**1.15.Atık Suda PCB tayini için Temizleme İşlemi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:* 1.13. Atık Suda PAH ve PCB Tayini için Ön İşlem Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.16. GC/MS Kullanılarak Tehikeli Atıklarda BTEX Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**Düşük Konsantrasyonlu Toprak Numuneleri için;**

-Bu analizde kullanılacak olan numuneler sahada viallenerek saklanır. Numunenin korunması için gerekli işlem sahada ve vial kapaklanmadan önce yapılmalıdır.

-Numunenin toplandığı viallerin her birine 1g sodyum bisülfat eklenir. Eğer toplanan numune 5 gramdan oldukça az ya da çok ise numunenin her bir gramı başına yaklaşık 0.2 g koruyucu madde eklenmelidir. Numune pH’ının ≤2 olacak yeterlilikte sodyum bisülfat eklendiğinden emin olunmalıdır.

-Her bir viale 5 ml organik içermeyen su eklenir. Eklenen su ve koruyucu asit çözeltisi oluşturarak numune içerisindeki biyolojik aktiviteyi düşürür ya da engeller. Böylece hedef analit olan uçucu organiklerin biyolojik yıkımı engellenmiş olur.

-Vial vidalı kapak ve septum ile kapatılmalıdır. Eğer iki sonlu, sinterlenmiş vialler kullanılıyorsa üreticinin önerdiği şekilde iki ucu da kapatılır.

-Analizde kullanılacak numune konsantre bir atıksa 6 ˚C’ye soğutulduğu takdirde 14 gün saklanabilir.

-Eğer numune içerisinde vinilklorürler, stiren ya da 2-kloroetileter analiz edilecekse asit koruması yapmadan ikinci bir numune alınır ve mümkün olduğunca çabuk analiz edilir.

***Referans:* (EPA Method 8015D, GC/MS Kullanılarak Tehikeli Atıklarda BTEX Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.153 )**

**1.17. SAR (Sodyum Absorbsiyon Oranı) ve RSC (Sodyum Karbonat Kalıntısı) Analiz Yöntemi için Numune Saklama Yöntemi**

-Örneklenen numuneler için koruma numune alınırken yapılmalıdır. Buna rağmen kuvvetli asidin sahaya zarar vermemesi, taşımayı sınırlaması ve safsızlık oluşumuna karşın numune toplandığında iki hafta içerisinde laboratuara götürülmelidir.

-Asidifikasyondan sonra numuneler karıştırılmalı ve 16 saat bekletilmelidir. Proses ya da direk analizden önce numuneden örnekleme yapılmalı ve numune pH’ının <2 olduğu doğrulanmalıdır.

-Eğer alkalinite gibi çeşitli nedenlerden numune pH’ı >2 çıkarsa numuneye asit eklenir ve pH’ın doğrulanması için 16 saat beklenir.

**!** Eğer numune karakterinin zehirli olup olmadığı bilinmiyorsa asidifikasyon çeker ocakta yapılmalıdır.

-Toprak numuneleri analiz öncesi 4°C’de saklandığı takdirde koruyucu ile muamele etmeye gerek kalmaz. Ayrıca katı numuneler için belirtilen şartlar sağlandığında saklama süresi gibi bir sınır yoktur.

-Sulu numunelerde kullanıcı verileri için aynı kaptan alınmış ve aynı asit kullanılmış saha şahidi (blank) hazırlanmalı ve analiz edilmelidir.

***Referans:* (EPA METHOD 200.7 DETERMINATION OF METALS AND TRACE ELEMENTS IN WATER AND WASTES BY INDUCTIVELY COUPLED PLASMA-ATOMIC EMISSION SPECTROMETRY, SAR (Sodyum Absorbsiyon Oranı) ve RSC (Sodyum Karbonat Kalıntısı) Analiz Yöntemi BÇ.ÇT.144)**

**1.18. Fenollerin Tayini için Numune Saklama Koşulları**

**-**Serbest klor ihtiva eden tüm sulu numuneler oluşabilecek kimyasal reaksiyonlara karşı korunmalıdır.

-Numunenin metilasyonlu ekstraktları, ekstraksiyondan 48 saat sonra dönüşüm geçirir (türevlerine dönüşür) bu nedenle diğer reaksiyonlar vuku bulmadan ekstraktlar en kısa sürede analiz edilmelidir.

-Numuneler 7 gün boyunca korunmasız ya da 14 gün kimyasal koruma ile saklanabilir fakat uzun süre saklanmaları tavsiye edilmez.

-Sıvı matrislerde 40 ml’lik, vidalı-kapaklı, teflon kaplı silikon bölmeli, VOC vialleri kullanılabilir.

-Toprak ve sulu numuneler karbon içeriyorsa koruyucu olarak asit ya da bisülfat eklendiğinde köpürme yapabilir. Bu nedenle bu tip numuneler asit ya da bisülfatla kimyasal koruma yapmaksızın saklanmalıdır.

***Referans:* (EPA Method 8041, Fenollerin Tayini BÇ.ÇT.255)**

**1.19. Fenoller Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Analiz için toplanan numuneler vidalı tetrafloroetilen (TFE) kaplamalı kapak ile kapatılmış amber şişelerde saklanmalıdır.

-Eğer şişelenen numune içerisinde bakiye klor mevcut ise numunenin litresi başına 80 mg sodyum tiyosülfat eklenir ve iyice karıştırılır.

-Toplanan tüm numuneler ekstraksiyona kadar dondurur ya da buzdolabında +4˚C’de saklanır.

-Toplanan numunelere 7 gün içerisinde ekstraksiyon yapılmalıdır ve ekstraksiyon sonrası analiz 40 gün içerisinde tamamlanmalıdır.

***Referans:* (6420 PHENOLS, 6410 EXTRACTABLE BASE/NEUTRALS AND ACIDS, Fenollerin Tayini BÇ.ÇT.160)**

**1.20. Organafosforlu Pestisit Tayini yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Numunenin toplanmasında kullanılan kaplar önce sabunla daha sonra metanolle ya da izopropil alkolle yıkamış olmalıdır.

-Numuneler cam, vidalı kapaklı PTFE septumlu kaplarda saklanmalıdır. PTFE olmayan yerlerde alüminyum kaplamalı da kullanılabilir fakat asidik ya da bazik numuneler alüminyum ile numunede safsızlık oluşturacak şekilde reaksiyona girebilir.

-Numuneler yapısındaki ftalat esterler ya da diğer hidrokarbonlar ile numunede safsızlık oluşturabilmeleri nedeni ile plastik kaplar ya da plastik kapaklı kaplarda saklanmamalıdır.

-Numuneler egzoz gazların varlığında alınmamalı ya da saklanmamalıdır.

-Eğer numune örnekleyici ile temas halinde ise (eğer otomatik örnekleyici kullanılıyorsa) örnekleyiciden organik içermeyen reaktif su geçirilir ve saha şahidi (blank) kullanılır.

-Numune ekstraktlarını contalı kapakla kapatılmış viallerde (vidalı kapaklı viallerde), delinmemiş PTFE kaplı bölmelerde ışıktan koruyarak 6˚C’de saklayın.

***Referans:* (EPA 8270 D, EPA 3510, Organic Analytes Chapter 4, Organafosforlu Pestisit Tayini BÇ.ÇT.256)**

**1.21. Su-Atık Suda Ağır Metal Tayin Yöntemi ICP Atomik Emisyon Spektrometrik Metot için Numune Saklama Koşulları**

-Numuneler plastik ya da borosilikat kap içerisinde saklanmalıdır.

-pH nitrik asit ile 1-2 olacak şekilde ayarlanır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

-Numune dondurularak saklandığında bu süre 6’a kadar çıkabilmektedir.

***Referans:* (TS EN ISO 11885, Su-Atık Suda Ağır Metal Tayin Yöntemi ICP Atomik Emisyon Spektrometrik Metot BÇ.ÇT.241)**

**1.22 Fenat Metodu ile Amonyum Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numuneler toplandıktan sonra 24 saat içerisinde analiz edilecekse 4 °C’de asitlendirilmeden saklanır.

-28 günlük koruma için asitlendirmeden -20 °C’de ya da asitle koruma yapılacaksa pH ˂2 olacak şekilde ayarlanır ve 4 °C’de saklanır.

-Asit koruması yapılan numunelerde, analizden önce numune NaOH ya da KOH ile nötralize edilir.

-Asit koruması bazı tip numuneler için uygundur fakat filtrelenmemiş katılarla değişken amonyumun bulunduğu durumlarda girişim yapabilir.

***Referans:* (SM 4500 NH3-N (F), Fenat Metodu ile Amonyum Azotu Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.48)**

**1.23. DPD Kolorometrik Metot ile Serbest Klor, Aktif Klor Bakiye Klor ve Toplam Klor Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Örnek numuneler temiz, kimyasal açıdan dayanıklı cam ya da plastik şişelerde toplanır.

-Numune saklanacaksa özel bir koruma yapmaya gerek yoktur.

***Referans:* (SM 4500 Cl (G)-DTD, DPD Kolorometrik Metot ile Serbest Klor, Aktif Klor Bakiye Klor ve Toplam Klor Tayini Yöntemi BÇ.ÇT.33)**

**1.24. Klorür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

***Bkz:* 1.23. DPD Kolorometrik Metot ile Serbest Klor, Aktif Klor Bakiye Klor ve Toplam Klor Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.25. Sülfit Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Analizde kullanılacak numuneler plastik ya da cam kaplarda toplanmalıdır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 2 gündür.

-Sıcaklığı ˂50°C olan numunelerin her bir 100 mL’si, kütlece % 2,5’lik 1 ml EDTA çözeltisi ilâve edilerek sahada muhafaza altına alınmalıdır. Sıcak numuneler ise 50°C’ye ya da daha düşük sıcaklıklara soğutulmalıdır.

-Alınan numune hava ile teması en az olacak şekilde toplanmalıdır.

-Numuneler filtrelenmemelidir.

***Referans:* (SM 4500 SO3- B, TS\_EN\_ISO\_5667-3, Sülfit Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.31)**

**1.26 İyodometrik Metot ile Sülfür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Toplanan numuneler analiz edilmeyecekse çinko asetat ((CH3COO)2Zn) ile koruma yapılmalıdır.

**-**Eğer numunede toplam sülfür analizi yapılacaksa örnekleme yapılacak şişe doldurulmadan önce içerisine (CH3COO)2Zn ve NaOH çözeltileri konur.

-Numunenin her 100 mL’si başına 0.2mL 2 M (CH3COO)2Zn çözeltisi eklenir. Eğer numunede bulunan sülfür konsantrasyonu 64 mg/L’den fazla olarak tahmin ediliyorsa eklenen (CH3COO)2Zn miktarı arttırılmalıdır.

-Çözeltinin son pH’ı 9 olmalıdır. Bu nedenle gerekirse daha fazla NaOH eklenir.

-Numune şişesini tam olarak doldurulmalı ve ağzı kapatılmalıdır.

-Numune çökeltileri ve çamurlar mümkünse azot atmosferinde tutulur.

-Numuneler 4°C’ye soğutulduğunda 2 hafta, dondurularak saklanıyorsa 1 ay içerisinde analiz edilmelidir.

-Dondurarak kurutmadan (frezedry) kaçınılmalıdır, çünkü oksitlenme eseri olarak asidik uçucu sülfür bozunabilir.

***Referans:* (SM 4500 S-2- Sülfür, İyodometrik Metot ile Sülfür Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.29)**

**1.27. Sülfat Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

**-**Organik maddede herhangi bir bakteriyel oluşum mevcutsa SO4, S2’ye indirgenebilir. Bu durumdan kaçınmak için örnekler 4 °C’de saklanır.

-Plastik ya da cam kaplarda 4 °C’de bir ay boyunca saklanabilir.

***Referans:* (SM 4500 SO42¯Sulfate, Sülfat Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.12)**

**1.28. Nitrat ve Nitrat Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

-Numuneler cam veya polietilen şişelerde toplanmalı ve toplandıktan sonra analizi mümkün olduğu kadar çabuk yapılmalıdır.

-Numunelerin 2°C - 5°C arasında muhafaza edilmesi birçok tipteki numuneyi koruyabilir. Ancak bundan emin olmak için her tip numune için gerekli kontroller yapılmalıdır.

-Analiz numunesi alınmadan önce, bünyesinde asılı madde ihtiva eden laboratuar numunelerinin çökelmesi için bekletilmesi veya cam yününden geçirilerek süzülmesi gerekir.

-Eğer saklama gerekirse dezenfeksiyon yapılan numuneler asit koruması yapılmadan daha uzun süre saklanabilir (en az 14 gün).

***Referans:* (TS 6231, Nitrat ve Nitrat Azotu Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.28)**

**1.29. Titrimetrik Metot ile Amonyum Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Kullanılacak numune plastik, cam ya da, floropolimer (politetrafloroetilen, (PTFE, Teflon) ya da diğer floropolimer kaplarda saklanmalıdır.

-Numune mümkün olduğunca erken analiz edilmelidir ya da H2SO4 ile pH’ı 2’ye getirilmelidir.

-Numune yukarıda belirtilen şartlar altında 6 ˚C’de 7 gün saklanabilir.

-Asitlendirme yapmaksızın -20 ˚C’de dondurulduğunda 28 gün saklana bilmektedir.

***Referans:* (SM 4500 NH3-N, Titrimetrik Metot ile Amonyum Azotu Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.49)**

**1.30. Amonyum Azotu Ön Distilasyon Analizi Talimatı için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:* 1.29. Titrimetrik Metot ile Amonyum Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.31.Ultraviyole Nitrat Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:* 1.28. Nitrit ve Nitrat Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.32.Toplam Kjeldahl Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numune plastik, anti-bakteriyel ya da floropolimer (politetrafloroetilen, (PTFE, Teflon) ya da diğer floropolimer olmalıdır.

-Numune pH’ı H2SO4 ile 2’ye getirilmelidir ve 6 ̊C’ye soğutulmalıdır.

-Bu şartlar altında 7 gün saklanabilmektedir.

***Referans:* (SM 4500 Norg (B), Toplam Kjeldahl Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.50)**

**1.33. Orto Fosfat Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları;**

-Analizi yapılacak numune plastik, cam ya da anti-bakteriyel kaplarda saklanmalıdır.

-Eğer çözünmüş fosfor formları varsa numune filtrelenir ve -10 °C’de saklanır.

-Örnekleme ile analiz yapılacağı zaman arasındaki süre çok uzun olduğu durumlarda numune içerisine 40 mg HgCl/L eklenmelidir.

-Numune içerisine H2SO4 eklenerek pH 2’ye ayarlanır ve 6°C saklanır ya da hiç koruyucu eklemeden dondurulur.

-Bu şartlar altında numune 28 güne kadar saklanabilmektedir.

***Referans:* (SM 4500 P (D), Orto Fosfat Tayin Yöntemi içişn Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.57)**

**1.34. Toplam Fosfor Tayin Yöntemi için Numene Saklama Koşulları**

***Bkz:* 1.33. Orto Fosfat Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.35. Metilen Mavi Metodu ile Sülfür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:* 1.26 İyodometrik Metot ile Sülfür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.36. Spands Metodu ile Florür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Bu analizde kullanılacak olan numunelere herhangi bir koruma yöntemi uygulanmasına gerek yoktur.

-Numuneler plastik kaplar içinde saklandığı takdirde 28 güne kadar analiz edilebilir.

***Referans:* (SM 4500 F- SPADNS Method, Spands Metodu ile Florür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.30)**

**1.37. Kapalı Refluks Metodu ile Kimyasal Oksijen İhtiyacı Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numuneler plastik, antibakteriyel ya da floropolimer türevi kaplarda saklanır.

-Analiz numune alındıktan hemen sonra yapılmalıdır. Aksi taktirde H2SO4 ile pH 2’ye ayarlanır.

-Bahsedilen koşullar sağlandığında numune 6°C’ye soğutularak 7 gün saklanabilir. Numune dondurulduğu taktirde bu süre 28 güne kadar çıkabilir.

***Referans:* (SM 5220-C, Kapalı Refluks Metodu ile Kimyasal Oksijen İhtiyacı Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.19)**

**1.38. Fenol Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Atık sularda bulunana fenol konsantrasyonları biyolojik ve kimyasal oksidasyonlara sebep olur**.**

**-**Numuneler 4 saat içerisinde analiz edilecekse 4 °C ya da daha düşük sıcaklıklarda saklamalı ya da korumalıdır.

-Analizde kullanılacak numune litre başına 2 mL kons. H2SO4 ile asitlendirilmelidir. Bu koşullar sağlandığı takdirde toplandıktan sonra 28 gün içinde analiz edilmelidir.

***Referans:* (SM 5530 B-D, Fenol Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.52)**

**1.39. Fenol İndeksi Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Numuneler cam şişelerde toplanmalıdır.

-Sudaki fenolik bileşikler hem kimyasal hem de biyokimyasal yükseltgenmeye maruz kalır. Bundan dolayı numunelerin alınmasından sonra 4 saat içinde analiz edilmeyecek ise aşağıdaki işlem kullanılarak korunmalıdır.

-Numunelere pH’sı yaklaşık 4,0 olacak şekilde fosforik asit (Madde 4.2.13) ilâve edilir.( pH’ı kontrol etmek için metil oranj (Madde 4.2.8) ya da pH metre (Madde 4.3.2) kullanılır.

-Numunenin her litresi başına 1,0 g bakır (II) sülfat (Madde 4.2.5) numuneye ilâve edilerek numune içindeki fenolik bileşiklerin biyokimyasal yükseltgenmesi önlenir.

-Numuneler soğukta (5 oC – 10 oC arası) muhafaza edilir ve korunmuş numuneler alındıktan sonra 24

saat içinde analiz edilmelidir.

***Referans:* (TSb6227 ISO 6439, Fenol İndeksi Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.149, 94)**

**1.40. Cr+6 Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Kullanılacak numuneHNO3 ile çalkalanmış plastik, anti-bakteriyel ya da floropolimer kaplarda saklanmalıdır.

-Herhangi bir koruma yapmadan 1°C ile 5°C arasına soğutulduğunda 24 saat içerisinde analiz edilmelidir.

-pH 9.3-9.7 arasına ayarlandığı ve amonyum sülfat tamponu ile koruma yapıldığı takdirde 28 güne kadar saklanabilir.

***Referans:* (SM Method 3500. . Cr+6 Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.53)**

**1.41. Atık Suda toplam Krom Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:*** **1.40. Cr+6 Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.42. Yüzey Aktif Madde Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Anyonik Yüzey Aktif Maddeler:***

-Numuneler metanolle çalkalanmış cam kaplar içerisinde saklanmalıdır.

**-**Numune saklamada kullanılacak cam malzemeler deterjan ile yıkanmamalıdır. İyonik olmayan maddeler ile birleştirilebilir.

-Numune pH’ı H2SO4 ile 1-2 olacak şekilde ayarlanır.

- Kullanılacak numune 1-5 °C arasına soğutulmalıdır.

-Bu şartlar altında 2 güne kadar analiz edilmelidir.

***Katyonik Yüzey Aktif maddeler:***

-Numuneler metanolle çalkalanmış cam kaplar içerisinde saklanmalıdır.

**-**Numune saklamada kullanılacak cam malzemeler deterjan ile yıkanmamalıdır.

-Kullanılacak numune 1-5 °C arasına soğutulmalıdır.

-Bu şartlar altında 2 güne kadar analiz edilmelidir.

***Noniyonik Yüzey Aktif Maddeler:***

-Numuneler cam kaplar içerisinde saklanmalıdır.

- Numune saklamada kullanılacak cam malzemeler deterjan ile yıkanmamalıdır

-Hacimce % 1’lik çözelti elde edecek şekilde çözeltiye hacimce % 37’lik formaldehit ilave edilmelidir. !Belirli koruyucular, örneğin; asitler, bazlar, formaldehit) kullanılırken dikkatli olunmalıdır.

!Numune alacak personel muhtemel tehlikeler ve uygun güvenlik prosedürlerine uyması konusunda uyarılmalıdır.

- Kullanılacak numune 1°C ile 5°C arasına soğutulmalıdır.

- Bu şartlar altında 1 aya kadar analiz edilmelidir.

***Referans:* (SM Method 5540. Yüzey Aktif Madde Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.59)**

**1.43. Fenantrolin Metodu ile sülfit tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:*** **1.25. Sülfit Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**1.44. Molibdosilikat Metodu ile Silika Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Numuneler örnekleme ile analiz zamanı arasında olası ertelemelere karşı polietilen, plastik ya da sert kauçuk kaplarda saklanmalıdır. (pH’ı 8’den yüksek sulu numuneler ya da deniz suları borosilikat kaplara konduğunda numune içerisindeki silikaları çözüneceği için tercih edilmemelidir).

-Diğer analizler için de kullanılacak numune bu bileşikleri korumak için dondurulursa, koruma çözünür silika değerini pH’ı 6’dan küçük numuneler için %40’dan 20’ye düşürür.

-Silika analizinde kullanılacak numune asitlendirilmemelidir çünkü asidik çözeltilerde silika çökmektedir.

***Referans:* (SM 4500 SiO2 Silica, Molibdosilikat Metodu ile Silika Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.243)**

**1.45. Permanganat İndeksi (Organik Madde KMnO4 Cinsinden) Tayin Yöntemi için Numune Saklama Yöntemi**

-Sahada numune alındığında asit ilave edilmemişse, analiz öncesi bir süre muhafaza edilip edilmeyeceğine bakılmaksızın, numunenin her litresi başına 5 mL sülfirik asit ilave edilir.

-Numuneler alındıktan sonraki 2 gün içerisinde analiz edilmelidir.

-Numuneler alındıktan sonra 2 gün içerisinde analiz edilmelidir.

-Numuneler 6 saatten fazla bekletilecekse 0-5'°C sıcaklıkta ve karanlıkta muhafaza edilmelidir.

***Referans:* (TS 6288, Permanganat İndeksi (Organik Madde KMnO4 Cinsinden) Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.242)**

**1.46. Anyonların İyon Kromotografi Cihazı ile Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numuneler temiz polietilen tanklarda toplanmalıdır.

-Numuneler ISO 5667-3'e göre stabil hale getirilmelidir.

**-**Bakteriyel aktiviteler ve partiküler madde üzerinde anyonların adsorbsiyonu, anyonların dönüşümüne neden olur (örneğin nitrat, nitrit, ortofosfat). Toplanan numunenin 0.45 μm'lik filtrelerle süzülmesi numuneden bakteri ve partiküler maddeyi uzaklaştırır.

-Numuneler karanlıkta ve 2 °C ile 8 °C arasındaki sıcaklıkta saklanmalıdır.

-Numune pH'ının değişmesi analiz boyunca çökmelere neden olabilir. Bu tip çökmeler enjeksiyon öncesi numune pH'ının eluent pH'ına ayarlanması ile önlenmelidir.

***Referans:* (TS EN ISO 10304-1, Anyonların İyon Kromotografi Cihazı ile Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.116)**

**1.47. Siyanürik Asit Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Bu analizde kullanılacak olan numunelere herhangi bir koruma yöntemi uygulanmasına gerek yoktur.

***Referans:* (C.J. Downes et al. 'Determination of Cyanuric Acid Levels in Swimming Pool Waters2 Water Research, V 18 No. 3 (1984):277-280, Siyanürik Asit Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.236)**

**1.48. Hidrojen Peroksit Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Numuneler uygun konteynerlarda saklanmalı, her hangi bir basınç oluşumunu engellemek için arada bir havalandırılmalı ve her hangi bir ısı kaynağından uzak tutulmalıdır.

-Numune uzun süre saklanacaksa hidrojen peroksit, aktif oksijenden belirgin bir kayba uğramaz yılda yaklaşık %2'lik bir azalma olur.

-Numune saklanırken dikkat edilmesi gereken diğer hususlar; numunenin yanıcı maddelerle, organik materyallerle, katalizler (demir, krom, nikel, çinko, bakır gibi), yükseltgeyici bileşikler, asitler, alkaliler ya da düşük karbonlu çeliklerle direk temasından kaçınılmasıdır.

***Referans:* (TS EN 902, Hidrojen Peroksit Tayini Yöntemi BÇ.ÇT.235)**

**1.49. Bor Analiz Yöntemi İçin Numune Saklama Koşulları**

-Numuneler polietilen kaplarda ya da alkali dirençli, bor içermeyen cam kaplarda saklanmalıdır.

-Analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süres1 aydır.

-Numune dondurularak saklanacaksa bu süre 6 aya kadar uzatılabilir.

***Referans:* (SM 4500-B, Bor Analiz Yöntemi BÇ.ÇT.92)**

**1.50. Su ve Atık Suda Toplam Organik Karbon ve Çözünmüş Organik Karbon Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Kullanılacak numuneler cam ve ya polietilen kaplarda ve tamamen dolu olacak şekilde saklanmalıdır.

-Olası bir biyolojik aktiviteye karşı pH fosforik asit ile (Uygun önlemler alınarak) yaklaşık 2’ye ayarlanır.

-Numune içerisinde uçucu organikler varsa asitlendirme yapmaktan kaçınılmalıdır. Çünkü yapılan asitlendirme sonrası numune içerisindeki uçucu maddeler dönüşerek CO2 çıkmasına neden olur buda analiz sonucunun düşük okunmasına neden olur.

-Uçucu organik içeren numuneler asitlendirme yapılmadan 8 saat içerisinde analiz edilmelidir.

-Eğer numune 8 saatte analiz edilemeyecekse 2-5 ˚C’de muhafaza edilmeli ve 7 gün içerisinde analiz edilmelidir.

-Numune -15 ya da -20 ˚C sıcaklığa soğutulduğunda saklama süresi 1- 2 haftaya kadar uzayabilir.

***Referans:* (TS 8195 EN 1484, Su ve Atık Suda Toplam Organik Karbon ve Çözünmüş Organik Karbon Tayini BÇ.ÇT.120)**

**1.51.** **Su ve Atık Suda Ağır Metal Analizleri için Ön İşlem Metodu için Numune Saklama Koşulları**

-Analiz için toplanan numune filtre edildikten sonra kullanılan filtre derişik HNO3 ile asitlendirilerek pH’ı 2’ye getirilir ve analizi yapılana kadar bu şekilde saklanır.

-Eğer asitlendirme ile çökelme olursa analizden önce asitlendirilen filtre direkt parçalanmalıdır.

-Eğer numuneyi safsızlık bulaştırmadan sahada filtrelemek mümkün değilse numune önce korumasız şişelere konur daha sonra acilen 4°C’ye soğutulur. Numunede asit koruması yapılmaz, temiz laboratuar şartlarında geciktirmeden filtrelenir.

***Kaynak:* SM 3030 B,C,E, Su ve Atık Suda Ağır Metal Analizleri için Ön İşlem Metodu BÇ.ÇT.112**

**1.52. Balık Biyodeneyi (ZSF) ve Zehirlilik Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Havalandırılmış, klorsuz içme suyu bulunan akvaryumlarda test balıkları bekletilir ve su sirkülasyonu sağlanır.

-1 L suda 5 balıktan fazla balık bulunmamalıdır.

-Durgun su kullanıldığı takdirde suyun dolanımının yaptırılması, filtrelenmesi ve sık sık yenilenmesi gerekmektedir.

-Test balığı olarak *Lebistes reticulatus* türü balıklar kullanılır.

-Test balıklarının bekletilmesi sırasında uygun kuru yem ile beslenmesi gereklidir (Tercihen dane boyutu 0.0 olan ve genç balıklara verilen cinste).

-Test balıklarının bulunduğu suyun sıcaklığı 18°C ise, balıklar test suyu sıcaklığı olan 20°C’ye en az 48 saat (2 gün) süre ile adapte edilmelidir.

-Test balıklarının analizlerden önce 1 hafta süre ile bekletme havuzlarında bekletilmesi ve test için hazırlanması uygun olur.

-Bekletme sırasında balıkların 1 hafta içindeki ölüm oranı % 1’i aşmamalıdır.

***Referans:* (TS 5676, Balık Biyodeneyi (ZSF) ve Zehirlilik Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.72)**

2. BACA GAZI, EMİSYON ANALİZLERİ

**2.1.Aktif Karbon ve Çözücü Desorpsiyon Yöntemi ile Uçucu Organik Bileşiklerin (VOC) Tayini**

**2.1.1 VOC Tayini için Numune Alma:** Dikkat edilecek başlıca hususlar; numune alınacak tesisin işletimi kararlı yada döngülü hal gibi farklılıklar gösteriyorsa numune alma programı tesisin kararlı olduğu haldeki çalışma şartları altında yapılmalıdır. Ölçümü yapılacak tahmini derişim ve gerekli herhangi bir ortalama periyodun her ikisi de numune alma süresini etkileyebilir. Numune alma işleminin özelliklerini gazın özellikleri belirler.

-Sorbent malzeme üzerine doğrudan numune alma, baca gazının su muhtevası ve organik malzemenin kütle derişimi kaçak olmayacak kadar düşük olduğu durumlarda kullanılabilir. Sızıntının sonuçları engellememesi için sızıntı kontrolü Standardın Ek C maddesine göre yapılır. (Gaz torbaları gibi sızıntıya duyarlı cihazlar kullanıldığı zaman ve numune alma şartlarında donanımın yer değiştirmesi ya da sarsıntıya maruz kalması durumunda, numune alma işleminden sonra da sızıntı kontrolünün yapılması tavsiye edilir.)

-Baca gazının sıcaklığı, adsorpsiyon süresince 40˚C’yi geçmemelidir.

-Hiç yoğuşma olmamasının sağlanması suretiyle, sıcak baca gazı bir soğutucu bölüm (inert numune hattı) kullanılarak soğutulabilir.

-Egzoz gazı yoğuşmaya neden olacak derecede nemli ise veya organik bileşiklerin kütle derişimlerinin sorbent borularının kapasitesini aşma riski varsa, numune alma işlemi, seyreltme yapılarak veya eşdeğer metotlar kullanılarak yapılmalıdır.

- Numune alma süresi 10-30 dakika arasında olmalıdır. Numune alma süresi seçilirken gerekli ortalama periyot, işlem şartları, numune alma ve analitik donanım ve analizin alt tayin sınırı göz önünde bulundurulur. Kararlı olmayan şartlar altında bu süre kısaltılabilir. Ancak bu süre 5 dk’nın altında olamaz.

-Seyreltme, statik veya dinamik olabilir.

-Baca gazı hacmi ölçülmelidir.

-Ölçüm yapılırken sıcaklık ve basınç verileri ile birlikte çekilen hacimde kayıt altına alınmalıdır.

-Adsorplama tüplerine şahit kısmı ile örnekleme kısmı arasındaki fark 2 kattır (Örnekleme kısmı 100 mg ise şahit kısmı 50 mg’dır).

***Tanık numuneler:*** Numune alma sırasında tanık olarak kullanmak üzere her seriden deneme tüpleri alınmalıdır. Tanık tüpler, baca gazı akışına maruz bırakılma dışında numune tüpleriyle aynı işlemlere tabi tutulmalıdır. İlgili her bileşik için ortalama tanık tayininde, tanık sorbent borusunun ana adsorplayıcı tabakası analiz edilmelidir. Her tüp serisi için en az iki tanık tüp analiz edilmelidir. Tanık değeri, ilgili bileşiğin emisyon sınır değerinin %5’inden daha büyük olan numune değerine eşdeğer ise, numune alma işlemi tekrar edilmelidir.

-Ana adsorplayıcı tabakasında 100 mg aktif karbon bulunan aktif karbon tüpleri, 1 mL özütleme çözücüsü ve alev iyonlaştırma detektörü (mutlak tayin sınırı 1 µg’dan küçük olan) kılcal kolon gaz kromatografisi kullanılarak, 30 dakikalık numune alma süresi ve 0,5 L/min’lik numune gaz akışı, 15 litre numune gaz hacmi ve yaklaşık 0,1 mg/m3 bağıl tayin sınırı verir.

-1000 mg aktif karbon ihtiva eden aktif karbon tüpleri, 10 mL özütleme çözücüsü ve yukarıdaki (önceki madde) analitik donanımın aynısı kullanılarak, 30 dakikalık numune alma süresi ve 1 L/min’lik numune gaz akışı, 30 litre numune gaz hacmi ve yaklaşık 0,5 mg/m3bağıl tayin sınırı verir.

-Kütle seçici dedektörü olan bir gaz kromatografı tek iyon izleme tarzında kullanılarak tayin sınırı 100 kat azaltılabilir.

-Diğer zaman ve şartlar altında tayin sınırı yukarıdaki değerlere bakılarak tahmin edilebilir.

-Tipik bir hacimsel akış hızı, 0,3 L/min’lik ile 1,0 L/min arasındadır.

**2.1.2. VOC Tayini için Numune Saklama Koşulları:** Numune almayı takiben, tüpler serin ve karanlık bir ortamda taşınmalıdır. Uzun süreli depolamada tüpler 4 ˚C’nin altına kadar soğutulmuş, çözücü tarafından kirletilmemiş bir kap içerisinde muhafaza edilmelidir.

***Referans:* (TS EN 13649:2003,Aktif Karbon ve Çözücü Desorpsiyon Yöntemi ile Uçucu Organik Bileşiklerin (VOC) Tayini BÇ.ÇT.27)**

**2.2. Absorbsiyon Metodu ile Formaldehit Tayin Yöntemi**

**Absorbsiyon Metodu ile Formaldehit Tayin Yöntemi için Numune Alma:**

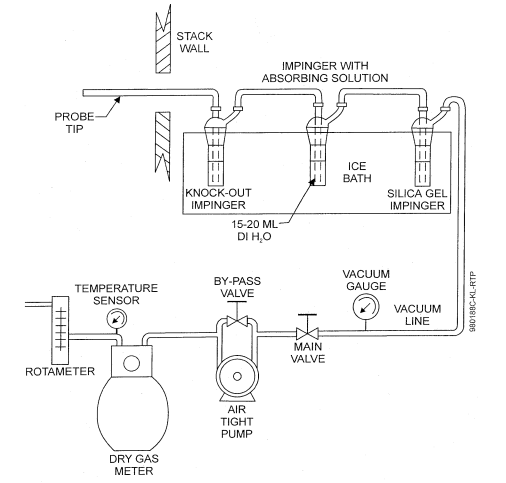
***Ön Testler:*** Örnekleme düzeneği biçimlendirilmeden önce mini impinger’lar hazırlanır ve tartılır. İlk impinger başlangıçta kuru olmalıdır. İkinci impinger 20 mL reaktif su içermelidir ve üçüncü impinger’a, tartımdan önce silika jel eklenmelidir. Hazırlanan diğer impinger’lar tartılır ve ön örnekleme ağırlıkları yaklaşık 0.5 gr olarak kaydedilir.

-Örnekleme düzeneği kurulduğunda **(Şekil 1.)** örnekleme boyunca impinger’ları soğuk tutmak için impinger’ların çevresi buz ile sarılır. Buz ve impinger’lar arasında ısı transferini arttırmak içinbir miktar su eklenebilir.

Düzenekte kaçak kontrolü (prob ucundan pompa çıkışına kadar) şu şekilde kontrol edilir:

-Pompa çıkışına rotametre’ye (döner akış ölçer) bağlanır. Prob girişi kapatılır ve kaçak oranı gözlemlenir. Kaçak oranı 0.2 ya da 0.4 L/dak olarak planlanan örnekleme oranından % 2 düşük olmalıdır. Bu test numune almadan önce ve sonra yapılmalıdır.

-Alan örneklemeleri süresince yeterli güvenlik önlemlerinin alındığından emin olmak için önce kaynak gaz sıcaklığı ve statik basınç dikkate alınmalıdır.



*Örnek toplama:* Örnek akışı tesisten çıkan beklenen formaldehit konsantrasyonuna göre 0.2-0.4 L/dak aralığında ayarlanır (Beklenen konsantrasyon değerleri için yayınlanmış 56 dataları referans alınmalıdır). Eğer ulaşılabilinecek herhangi bir belirlenmiş formaldehit değeri yok ise yüksek örnekleme oranı olan 0.4 L/dak kullanılır.

-Numune toplama boyunca her 5-10 dakikada akış hızı kaydedilir.

-İmpinger’ları saran buz kontrol edilmeli, gerektiği takdirde buz eklemesi yapılmalı ve eriyen buzların oluşturduğu su ortamdan uzaklaştırılmalıdır.

**2.2. Formaldehit Tayini için Saklama Koşulları:**

-Numune alındığı anda ve analiz edilene kadar geçen sürede buz içerisinde saklanmalıdır.

-Numune analiz için maksimum 14 gün saklanabilmektedir.

***Referans:* (EPA Metod 323 Formaldehit Tayini, Absorbsiyon Metodu ile Formaldehit Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.67)**

**2.3. Sabit Kaynak Emisyonları PAH Analizi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları;**

-Yapılan örnekleme sonucunda elde edilen numuneler laboratuara teslim edilene kadar kapalı kaplarda ışıktan uzak ve 0-4 ˚C veya -15 ˚C altında saklanır.

-Numuneler 0-4˚C arasında saklanıyorsa 1 hafta içerisinde analizinin yapılması gerekmektedir. -15 ˚C’de tutuluyorsa 1 aya kadar saklama yapılabilir.

-Hidrolik asit ile pH 2’ye getirilmişse o zaman 14 gün saklamak mümkündür.

***Referans:* ( Sabit Kaynak Emisyonları PAH Analizi Yöntemi için Numune Saklama YöntemiBÇ.ÇT.169)**

**2.4. Sabit Kaynak Emisyonları-Siyanür Örneklemesi ve Analizi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

- Numune alındığında litresi başına 2 mL 10 N sodyum hidroksit eklenmelidir (pH≥12).

***Referans:* ( CARB 426:1987, Sabit Kaynak Emisyonları-Siyanür Örneklemesi ve Analizi Yöntemi için Numune Saklama Yöntemi BÇ.ÇT.167)**

**2.5. Bacada Örneklenen Ağır Metallerin Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Eğer örnek asitle uygun korunmuş ise, analiz öncesi 6 ay kadar saklanabilir.

-Çözünmüş elementlerin belirlenmesi için, örnek 0.45 µm gözenek çaplı membran filtreden süzülür. (Olası kirlenmeyi önlemek için cam veya plastik filtre düzenekleri önerilir. Bor yada silika’nın tayininin kritik olduğu durumlarda yalnızca plastik düzenekler kullanılmalıdır). Süzüntü pH’ı (1+1) nitrik asit ile hemen < 2’ye ayarlanır.

-Sulu örneklerde tamamı geri kazanılabilen elementlerin tayininde, örnekler süzülmez fakat nitrik asit ile pH < 2 ye asitlendirilir (normalde pek çok ortam ve içme suyu örneklerinde, örneğin litresi başına 3mL (1+1) asit yeterlidir. Koruma, örnek alma sırasında da yapılabilir, bununla birlikte, bölgedeki kuvvetli asit tehlikeleri, nakliye sınırlamaları ve olası kirlenmelerden kaçınmak için örneklerin toplanmasından iki haftayı aşmayacak bir süre içerisinde laboratuara getirilmesi ve laboratuarda asit korumalarının yapılması önerilir. Asitlendirmeyi takiben, örnek karıştırılmalı, 16 saat tutulmalı ve örnek almadan pH < 2 olduğu doğrulanmalıdır. İşlem için ya da ‘direkt analiz’den hemen önce eğer yüksek alkalinite gibi bazı nedenlerden dolayı örnek pH’sının 2’den büyük olduğu doğrulanırsa, daha fazla asit ilave edilmeli ve örnek 16 saat bekletilerek pH < 2 olduğu doğrulanmalıdır.

**-**Örneğin yapısı bilinmediği ya da tehlikeli olduğu bilindiğinde, asitlendirme çeker ocak’ ta yapılmalıdır.

**Referans: SM 200.7, Bacada Örneklenen Ağır metallerin Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.110**

**2.6. Sülfirik Asit, Sülfürtrioksit ve Sülfürdioksit Örneklemesi ve Analizi için Numune Saklama Koşulları**

**-** Bu analizde numunelerin saklaması için gerekli işlemler talimata uygun şekilde yapılan örnekleme sonrası impingerların boşaltılması sırasında uygulanır.

-İmpinger’lar şu şekilde boşaltılır;

* Birinci Kap: Birinci impingerın içindekileri 250 ml’lik mezüre dökülür. Prop, birinci impinger ve filtreye kadarki tüm bağlantı ekipmanları ve filtre ekipmanlarının yarısı %80 izopropanol solüsyonu ile yıkanır. 225 ml %80 izopropanol ile erlen içindekileri seyreltin ve saklama kabına transfer edin. Erleni 25 ml. %80 izopropanol ile yıkayın ve saklama kabına transfer edin. Filtreyi saklama kabına koyun ve karıştırın. Herhangi bir buharlaşma olmaması için saklama kabını sıkıca kapatın. Saklama kabındaki sıvı seviyesini işaretleyin.
* İkinci Kap: İkinci ve üçüncü impingerdaki solüsyonları 1 L hacmindeki erlene koyun. Tüm bağlantı ekipmanlarını, filtrenin diğer yarısını ve silika jelin su ile bağlantısını su ile yıkayın. İçeriği 950 ml. ye tamamlamak için erlene su ekleyin. Tüm içeriği saklama kabına koyun. Erlenin içini 50 ml. su ile yıkayın ve saklama kabına koyun. Saklama kabındaki su seviyesini işaretleyin, kapatın ve tanımlayın.

***Referans:* (Sülfirik Asit, Sülfürtrioksit ve Sülfürdioksit Örneklemesi ve Analizi Yöntemi BÇ.ÇT.102)**

**2.7. Hidrojen Sülfür Örneklemesi ve Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Talimata uygun şekilde yapılan örnekleme sonrası gaz yıkama şişelerinin yüzeyine yapışmış olan kadmiyum sülfit ve diğer cam numune alma hattı parçaları seyreltik asetik asit ile yıkanır.

-Daha sonra örnekler bir kap içersine alınır örneklerin bozulmaya uğramaması için örnekler içerisine 150 ml bidistile su, 0,02 N iyot çözeltisi ve 10 ml HCl ilave edilir ve soğutucu içersinde muhafaza edilen örnekler analiz edilmek üzere laboratuara nakil edilir.

***Referans:* (Hidrojen Sülfür Örneklemesi, BÇ.ÇT.167)**

**2.8. Sabit Kaynak Emisyonları-Flor Örneklemesi Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**- İmpinger su numuneleri için 1 L’lik geniş ağızlı yüksek dağılımlı polietilen şişeler kullanılır.**

**2.9.Baca Gazından Alınan Örneklerde HCl Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

Numune için koruma örnekleme sırasında yapılmaktadır.

-Numune toplanırken kullanılan düzeneğin sızdırmazlık testi standarta göre yapılmalıdır.

-Örneklemede kullanılacak ekipman sıcaklığa ve korozyona karşı dirençli olmalıdır.

-Kullanılan materyaller gaz halindeki klorürleri ve diğer bileşikleri adsorblamamalı ya da geçirmemelidir.

-Kullanılan ekipmanın borosilikat cam ya da titanyum olması uygundur. Bazı durumlar için (esneklik gerektiren, kapamada kullanılan kapak, tıpa vs için ) PTFE kullanımı da uygundur.

-Paslanmaz çelik bazı durumlarda gaz halindeki klorların kaybına neden olduğu için kullanılmamalıdır.

-Numunenin analizi toplandıktan mümkün olduğunca kısa süre sonra tamamlanmalıdır.

***Referans:* (TS EN 1911:2010 Baca Gazından Alınınan Örnekte HCl Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.15)**

**2.10. Halojen Örnekleme ve Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

(EPA Method 5’e göre yapılan numune örneklemesi sonrası prob bacadan çıkarılır çıkarılmaz örnekleme düzeneğinin soğumasına izin verilerek temizleme prosedürü başlatılır.)

-Örneklenen numunenin taşıma kaplarına geri alımı, örnekleme düzeneği soğumaya başladığında yapılır ve oluşabilecek vakum hataları böylece azaltılmış olur.

-Soğuyan örnekleme düzeneğinden ilk önce prob çıkartılır. Tüm parçalar temiz bir alana alınır.

Numune impinger ve diğer parçaların toplanması;

KAP 1 (Opsiyonel) : Filtre kapsülünden filtre alınır ve temiz 1 litrelik geniş ağızlı yüksek yoğunluklu polietilen kaba (**KAP 1**) konulur. Prob ucunda kalan tanecikler de plastik fırça ile filtrenin konduğu kaba alınır.

**Not:** Örnekleme ile tutulan gaz ve partikül maddelerin uygulanan temizleme işlemleri ile taşıma kaplarına alınması esnasında herhangi bir madde kaybına neden olmayacak şekilde dikkatli olunmalıdır. Bunun için temizleme işleminin yapıldığı alan rüzgar almayan ve herhangi bir kirlenmeye neden olmayacak bir yer olmalıdır.

KAP 2 (Opsiyonel) : Örnekleme düzeneğinin unsurları olan; nozul, prop hattı, filtre tutucu naylon fırça kullanarak ve saf su ile yıkanarak temizlenir. Yıkama işlemi sonucunda görünürde partikül madde kalmamalıdır. Bu nedenle yıkama işlemi 3 kez tekrar edilir. Elde edilen yıkama suyu kap 2 ye eklenir.

KAP 3 (asitli impigerlar) : Asitli impigerlardaki sıvı (1,2 ve 3 nolu impigerlar) ölçekli beher kullanılarak ±1 ml. belirsizlikle ölçülür veya terazi kullanılarak ±0,5 gr. belirsizlikle tartılır. Daha sonra bu sıvılar kaba transfer edilir. İmpigerlar yıkanır ve kaba eklenir. Kap kapatılır tam karışması için çalkalanır. Sıvı düzeyi işaretlenir, taşıma sırasında herhangi bir kayıp olursa, kaybolan kısım için doğrulama faktörü kullanılır.

KAP 4 (Alkali impigerlar) : Asitli impigerlardaki gibi sıvı seviyesi belirlenir ve ölçülür. Bu iki impiger ve bağlantı ekipmanları yıkanır ve yıkama suları kaba eklenir.

***Referans:* (Halojen Örnekleme ve Tayini Yöntemi, BÇ.ÇT.161)**

3. ORTAM HAVA KALİTESİ-İMİSYON

**3.1. Hava Kalitesi-PM 10 ve Çöken Tozda Ağır Metallerin Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Numunenin toplanmış olduğu filtre ile temas edecek her şey ölçümde safsızlık oluşumuna karşı pens ile tutulmalıdır.

- Filtrede herhangi bir numune kaybı olmaması için taşıma ve saklama sırasında filtre paketlenmelidir.

***Referans:* (TS EN 14902 ORTAM HAVASINDA PM10 AĞIR METAL ANALİZİ, Hava Kalitesi-PM 10 ve Çöken Tozda Ağır Metallerin Analiz Yöntemi BÇ.ÇT.111)**

**3.2 TS EN 13528-3 Ortam Havasında SO2, VOC, NO2, BTEX, Formaldehit Numunelerini Alma ve Analizi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

1. ***Nitrojen dioksit için Numune saklama Koşulları;***

- Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Draft koruması yapılmadan trietanolamin mediada 6 ay kararlıdır ve oda sıcaklığında saklanmalıdır.
* Draft koruması yapıldığında oda sıcaklığında iki ay aktif karbon mediada saklanabilir.

-Eğer numune plaka ile alınmış ise;

* PTFE membran ile draft koruması yapılmış ise trietanolamin mediada 3 ay kararlıdır ve 4˚C sıcaklıkta saklanmalıdır.
* GFF ile draft koruması yapılmış ise trietanolamin mediada 3 ay kararlıdır ve oda sıcaklığında saklanmalıdır.

1. ***Nitrojen monoksit için Numune saklama Koşulları;***

- Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Trietanolamin ve kromik asit mediada 1 hafta, oda sıcaklığında saklanmalıdır.

1. ***Nitrojen oksitler için Numune saklama Koşulları;***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Draft koruması varsa aktif karbon ve kromik asit mediada 2 ay oda sıcaklığında saklanmalıdır.

1. ***Sülfür Dioksit için Numune Saklama Koşulları;***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Trietanolamin ve glikol mediada saklanmalıdır.
* Draft koruması yapılmış ise sodyum karbonat mediada 2 ay oda sıcaklığında saklanmalıdır.

-Eğer numune plaka ile alınmış ise;

* PTFE membran ile draft koruması yapılmış ise trietanolaminmediada 6 ay kararlıdır ve oda sıcaklığında saklanmalıdır.

1. ***Ozon için Numune Saklama Koşulları;***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Dipiridiletilen mediada 2 ay saklanabilir.
* İndigo (çivit) mediada 6 ay saklanabilir.
* Draft koruması yapılmış ise sodyum nitrat mediada oda sıcaklığında 2 ay saklanabilir.

1. ***Formaldehit***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Sodyum bisülfit mediada +4 ˚C’de 2 ay saklanabilir.

1. ***Formaldehit ve o.aldehitler için Numune Saklama Koşulları;***

-Eğer numune plaka ile alınmış ise;

* Cam-lif filtre ile draft koruması yapılmış ise 2,4-dinitrophenylhydrazine (DNPH) mediada -18˚C’de 1 hafta saklanabilir.
* Levha filtre ile draft koruması yapılmış ise 2,4-dinitrophenylhydrazine (DNPH) mediada -18˚C’de 1 hafta saklanabilir.

1. ***Amonyak için Numune Saklama Koşulları;***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* PTFE membran ile draft koruması yapılmış ise fosforik asit mediada saklanabilir.
* Membran ile draft koruması yapılmış ise fosforik asit mediada saklanabilir.
* Draft koruması var ise fosforik asit mediada 2 ay saklanabilir

-Eğer numune plaka ile alınmış ise;

* Membran ile draft koruması yapılmış ise sitrik asit mediada oda sıcaklığında 6 ay saklanabilir.
* PTFE membran ile draft koruması yapılmış ise fosforik asit mediada 4˚C’de 1 ay saklanabilir.
* Draftkoruması yapılmadan ise sitrik asit mediada oda sıcaklığında 6 ay saklanabilir.

1. ***Benzen+o.VOC için Numune Saklama Koşulları;***

-Eğer numune tüp ile alınmış ise;

* Selüloz asetat filtre ile draft koruması yapılmış ise aktif kobran mediada oda sıcaklığında 6 ay saklanabilir.
* Paslanmaz çelik elek ile draft koruması yapılmış ise aktif kobran mediada oda sıcaklığında 6 ay saklanabilir.
* Daraft koruması yapılmamış ya da membran ile yapılmışsa Kromsorb 106 XAD-4, Tenax mediada oda sıcaklığında 11 ay saklanabilir.
* Draft koruması varsa aktif karbon medyada oda sıcaklığında 10 ay saklanabilir.

-Dairesel levha ile örnekleme yapıldığında

* Mikro gözenekli silindirde aktif karbon içerisinde saklanabilmektedir.

***Referans:* (TS EN 13528-3 ORTAM HAVASINDA SO2, VOC, NO2, BTEX, FORMALDEHİT NUMUNE ALMA VE ANALİZİ, Pasif Örnekleme Metodu ile Ortamda Uçucu Organiklerin Tayin Yöntemi: BÇ.ÇT.151, Pasif Örnekleme Metodu Uygulanan VOC ve BTEX Tüplerinin Analizi Yöntemi BÇ.ÇT.84)**

**3.3. Pasif Örnekleme Metodu ile Ortamda Uçucu Organiklerin Tayin Yöntemi için numune saklama yöntemi**

* Analizde kullanılacak emici tüpler Gradko İnternationals ya da yapılacak analize uygun tüp üretimi olan her hangi bir üreticiden hazır alınmaktadır.
* Üreticinin önerdiği şekilde örnekleme ve koruma yapılmaktadır.
* Tüpler alındıktan sonra bir ay içerisinde kullanılmalıdır.

***Referans*: Pasif Örnekleme Metodu ile Ortamda Uçucu Organiklerin Tayin Yöntemi: BÇ.ÇT.15, Pasif Örnekleme Metodu Uygulanan VOC ve BTEX Tüplerinin Analizi Yöntemi BÇ.ÇT.84)**

4.YAĞ ANALİZLERİ

**4.1. Atık Yağda Parlama Noktasının Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Numuneleri 35˚C ya da 95 ˚F’nin üstündeki sıcaklıklarda saklamaktan kaçının.

- Saklanacak numunelerin kapları içi contalı kapaklarla sıkıca kapatılmalıdır.

- Numune sıcaklığı beklenen parlama noktasının altında, 18˚C ya da 32°F eşdeğeri sıcaklıkta değilse numuneyi transfer etmeyin.

-Numuneler gaz geçirgen kaplarda saklanmamalıdır. Aksi takdirde numune içerisindeki uçucu materyaller kabın duvarlarını kaplar, sızıntılı kaplardaki numuneler gerçek değerler vermez.

-Viskoz materyaller toplandıkları kaplarda ısıtılmadır. Isıtma yapılırken gaz içerisinde yüksek basınç oluşumunu engellemek için kabın kapağı biraz gevşetilmelidir. Düşük sıcaklıklarda katıları akışkan hale getirmek yeterlidir, 28 ˚C ya da 50 °F’dan düşük parlama noktasına sahip numunelerde ısıtmaya 30dak. fazla devam edilmemelidir.

-Yapılabildiği takdirde parlama noktası analizi ilk analiz olarak yapılmalıdır, parlama analizinde kullanılacak olan numune düşük sıcaklıklarda muhafaza edilmelidir.

***Referans:* (ASTM D93 PARLAMA NOKTASI TAYİNİ, Atık Yağda Parlama Noktasının Analiz Yöntemi, BÇ.ÇT.141)**

**4.2 Petrol Ürünlerinde Toplam Organik Halojen Tayini için Numune Saklama Koşulları:**

***Bkz:*1.7. Hidrokarbon Tayini için Numune Saklama Koşulları**

**4.3. İzolasyon sıvılarında PCB Analizi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

-Analizde kullanılacak numune cam ya da metal kaplarda saklanmalıdır.

***Referans:* (İzolasyon sıvılarında PCB Analizi Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.237)**

**4.4. Atık Yağda PCB ve PCT Analizi Yöntemi**

-Analizde kullanılacak numune cam ya da metal kaplarda saklanmalıdır.

***Referans:* (Atık Yağda PCB ve PCT Analizi Yöntemi BÇ.ÇT.140)**

**4.5. Atık Yağda Ağır Metal Tayini için Numune Saklama Koşulları**

*Civa (Hg) ve krom (VI) (Cr+6)haricindeki metaller için;*

* -Su matrisinde bulunuyorsa pH’ı nitrik asit ile ˂2’ye ayarlanır ve 6 ay saklanabilir.
* -Çözünmüş halde ise sahada filtrelenir ve nitrik asit ile pH’ı ˂2’ye ayarlanır ve altı ay saklanır.
* -Katı halde ise koruyucu kimyasala gerek duymadan 6 ay saklanabilir.

*Civa için;*

* Su matrisinde bulunuyorsa pH’ı nitrik asit ile ˂2’ye ayarlanır ve 28 gün saklanabilir.
* -Çözünmüş halde ise filtrelenir ve nitrik asit ile pH’ı ˂2’ye ayarlanır ve 28 gün saklanır.
* -Katı halde ise 6 °C’den daha düşük sıcaklıklarda 28 gün saklanabilir.

***Referans:* (EPA Method 6010, InorganicAnalytes, Atık Yağda Ağır Metal Tayini için Numune Saklama KoşullarıBÇ.ÇT.238)**

**4.6 Atık Yağda Klorür Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

**-**Özel bir korumaya ihtiyaç yoktur.

***Referans:* (EPA Method 9253, Atık Yağda Klorür Tayin YöntemiBÇ.ÇT.148)**

**4.7.Atık Yağda İyon Kromotogrfi Cihazı ile Halojen Tayin Yöntemi**

-Analizde kullanılacak numune teflon ya da plastik kaplarda saklanmalıdır.

-Numune örneklemeden itibaren ≤6 °C'de 28 güne kadar saklanabilir.

***Referans:* (EPA Method 5096A, InorganicAnalytes,Atık Yağda İyon Kromotogrfi Cihazı ile Halojen Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.130)**

5-Toprak-Sediment-arıtma çamuru Analizleri

**5.1. DEHP (DİFTALAT (25-ETHYLHEXYL) Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

- Toplanan bütün numuneler ekstrakte edilene kadar dondurulmalı ya da +4˚C’de saklanmalıdır.

-Bütün numuneler toplandıktan sonra 7 gün içerisinde ekstrakte edilmeli ve ekstraksiyon sonrası 40 gün içerisinde tamamen analiz edilmelidir.

***Referans:* (EPA Method 606, DEHP (DİFTALAT (25-ETHYLHEXYL) Analiz Yöntemi, BÇ.ÇT.127)**

**5.2. Atık Suda Toprakta ve Arıtma Çamurunda PCB Tayini yöntemi**

-Kullanılacak numune teflon (PTFE) kapakla kapatılmış geniş ağızlı cam kapta saklanmalıdır.

-Kullanılacak numunenin ekstartı +4-5 ˚C’de karanlıkta saklanmalıdır.

-Ekstraksiyon sonrası analizden önce tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 40 gündür.

-PCB’ler birçok matriste stabildir. Bu nedenle uygun soğutma şartlarında bekletme süresi 1 yıla kadar uzatılabilir.

***Referans:* (EPA Method 8082, Atık Suda Toprakta ve Arıtma Çamurunda PCB Tayini Yöntemi, BÇ.ÇT.134)**

**5.3. Atık su Toprakta, Sediment, Arıtma Çamuru Numunelerinde PAH Analizi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Numune ekstratı ışıktan korunmalıdır, kullanılan kap contalı kapakla kapatılma, PTFE ile kaplanmalıdır ve 6 ˚C’de saklanmalıdır.

**Düşük konsantrasyonlu Toprak Numuneleri için;**

-Bu analizde kullanılacak olan numuneler sahada viallenerek saklanır. Numunenin korunması için gerekli işlem sahada ve vial kapaklanmadan önce yapılmalıdır.

-Numunenin toplandığı viallerin her birine 1g sodyum bisülfat eklenir. Eğer toplanan numune 5 gramdan oldukça az ya da çok ise numunenin her bir gramı başına yaklaşık 0.2 g koruyucu madde eklenmelidir. Numune pH’ının ≤2 olacak yeterlilikte sodyum bisülfat eklendiğinden emin olunmalıdır.

-Her bir viale 5 ml organik içermeyen su eklenir. Eklenen su ve koruyucu asit çözeltisi oluşturarak numune içerisindeki biyolojik aktiviteyi düşürür ya da engeller. Böylece hedef analit olan uçucu organiklerin biyolojik yıkımı engellenmiş olur.

-Vial vidalı kapak ve septum ile kapatılmalıdır. Eğer iki sonlu, sinterlenmiş vialler kullanılıyorsa üreticinin önerdiği şekilde iki ucu da kapatın.

-Uçucu organiklerin bir kısmı vial içerisindeki numune ve kapak arasında kalan boşlukta birikeceği için vial açıldığında madde kaybına neden olur. Bu nedenle numune viale konurken içerisine standart, spike eklenir. Eklenen standartlar septum küçük bir iğne ile ya da otomatik numune tanıtıcı ile delinerek laboratuarda geri çıkartılır bu analizden önce yapılması gereken bir şeydir.

-Yüksek konsantrasyonda analit içeren toprak numunesi koruyucusuz toplanır.

-Genel olarak birçok uygulamada analiz öncesi bekletme süresi numune toplandıktan itibaren 14 gündür.

***Referans:* (Atık su Toprakta, Sediment, Arıtma Çamuru Numunelerinde PAH Analizi Yöntemi BÇ.ÇT.163) EPA Method 8270, EPA 3535, EPA 5035, EPA 5030 Atık su**

**5.4.Toprak Numunelerinin Mikro Dalga ile Ekstraksiyonu Yöntemi için Numune Saklama Koşulları;**

**-**Kullanılacak numune 250 mL’lik cam kapta, PTFE kaplamalı kapakla kapatılmış olarak saklanmalıdır.

-Numuneye toplandıktan sonra 14 gün içerisinde ekstraksiyon yapılmalıdır. Ekstraksiyondan sonra 40 gün içerisinde numune tamamen analiz edilmelidir.

-Analiz edilene kadar 6 ˚C sıcaklıkta saklanmalıdır.

***Referans:* (EPA 3546, Organik Analytes Section 4, Atık su Toprakta, Toprak Numunelerinin Mikro Dalga ile Ekstraksiyonu Yöntemi BÇ.ÇT.136)**

**5.5. Tehlikeli Atıklarda GC-ECD ile BTEX Analiz Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numuneler toplandıktan sonra mümkün olduğunca çabuk analiz edilmelidir.

-Numuneler analiz edilene kadar karanlıkta ve 4 °C ± 2 °C’de saklanmalıdır.

-Bu koşullar sağlandığında numunelerin analizi için geçen süre 4 günden fazla olmamalıdır.

-Numunelere ön işlem uygulanmamalıdır.

***Referans:* (ISO 22155, Tehlikeli Atıklarda GC-ECD ile BTEX Analiz Yöntemi BÇ.ÇT.164)**

**5.6 Tehlikeli atıklarda GC/MS ile BTEX Analizi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Analizde kullanılacak numune analize kadar 4°C’de tutulmalıdır.

-Numune organik solvent buharının olmadığı yerde muhafaza edilmelidir.

-Toplanan tüm numuneler örneklemeden sonra 14 gün içerisinde analiz edilmelidir. Bu süre geçtikten sonra analiz edilen numuneler kullanıcı verisi olarak tanıtılmalı ve en düşük değer olarak değerlendirilmelidir.

***Referans:* (EPA 5021 A, Tehlikeli atıklarda GC/MS ile BTEX Analizi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.152)**

**5.7. Su Kalitesi-Hidrokarbon Yağ İndeksi (TPH) Tayini Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numuneye özütleme cam kapta, pentan gibi bir çözücü içerisinde yapılmalıdır.

-Analiz için alınan numune kaba tamamen doldurulmamalıdır.

-H2SO4 veya HCl ile pH 1-2 olacak şekilde ayarlanmalıdır.

-Analiz öncesi tavsiye edilen en uzun muhafaza süresi 1 aydır.

- Uygun olduğu durumda sahada özütleme yapılmalıdır.

***Referans:* (TS EN ISO 9377-2/Mart 2002, TS EN ISO 5667-3/Mart 2007,Su Kalitesi-Hidrokarbon Yağ İndeksi (TPH) Tayini YöntemiBÇ.ÇT.225)**

**5.8. Sediment, Çamur, Toprak ve Yağlarda Ağır Metal Analizi için ön İşlem Metodu için Numune Saklama Koşulları**

**-**Metallerin analizinde kullanılacak olan numuneler teflon (PTFE), plastik ya da cam kaplarda saklanmalıdır.

*Civa (Hg) ve krom (VI) (Cr+6)haricindeki metaller için;*

* -Su matrisinde bulunuyorsa pH’ı nitrik asit ile ˂2’ye ayarlanır ve 6 ay saklanabilir.
* -Çözünmüş halde ise sahada filtrelenir ve nitrik asit ile pH’ı ˂2’ye ayarlanır ve altı ay saklanır.
* -Katı halde ise koruyucu kimyasala gerek duymadan 6 ay saklanabilir.

*Civa için;*

* Su matrisinde bulunuyorsa pH’ı nitrik asit ile ˂2’ye ayarlanır ve 28 gün saklanabilir.
* -Çözünmüş halde ise filtrelenir ve nitrik asit ile pH’ı ˂2’ye ayarlanır ve 28 gün saklanır.
* -Katı halde ise 6°C’den daha düşük sıcaklıklarda 28 gün saklanabilir.

-Sıvı numuneler için diğer numune alma metodlarında ya da direk spektrokimyasal analizlerde öncelikli olarak numuneye asit koruması yapılmalıdır uygun şekilde koruyucu uygulamak için numune filtrelenmemeli (1+1) nitrik asit ile pH ˂2’ye ayarlanmalıdır.

-Asidifikasyondan sonra numuneler karıştırılmalı ve 16 saat bekletilmelidir. Proses ya da direk analizden önce numuneden örnekleme yapılmalı ve numune pH’ının<2 olduğu doğrulanmalıdır.

-Eğer alkalinite gibi çeşitli nedenlerden numune pH’ı>2 çıkarsa numuneye asit eklenir ve pH’ın doğrulanması için 16 saat beklenir.

**!** Eğer numune karakterinin zehirli olup olmadığını bilinmiyorsa asidifikasyon çeker ocakta yapılmalıdır.

-Toprak numuneleri analiz öncesi 4°C’de saklandığı takdirde koruyucu ile muamele etmeye gerek kalmaz. Ayrıca katı numuneler için belirtilen şartlar sağlandığında saklama süresi gibi bir sınır yoktur.

- Sulu numunelerde kullanıcı verileri için aynı kaptan alınmış ve aynı asit kullanılmış saha şahidi (blank) hazırlanmalı ve analiz edilmelidir.

***Referans:* (EPA Method 3051, EPA Method 200.2, Sediment, Çamur, Toprak ve Yağlarda Ağır Metal Analizi için ön İşlem MetoduBÇ.ÇT.115)**

**5.9. Toprak Kalitesi-Toplam Azot Tayini-Geliştirilmiş Kjeldahl Metodu için Numune Saklama Koşulları**

-Analizde kullanılacak numune plastik, anti-bakteriyel ya da floropolimer (politetrafloroetilen, (PTFE, Teflon) ya da diğer floropolimer kaplarda saklanmalıdır.

-Numune pH’ı H2SO4 ile 2’ye getirilmelidir ve 6 ˚C’ye soğutulmalıdır.

-Bu şartlar altında 7 gün saklanabilmektedir.

***Referans:* (SM 4500 Norg (B), Toplam Kjeldahl Azotu Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları BÇ.ÇT.50, Toprak Kalitesi-Toplam Azot Tayini-Geliştirilmiş Kjeldahl Metodu BÇ.ÇT.101)**

**5.10. Katı Atık ve Toprak Örneklerinde Toplam Fosfor Tayini için Numune Saklama Koşulları**

***Bkz:*1.34. Toplam Fosfor Tayin Yöntemi için Numene Saklama Koşulları**

**5.11. Toprak ve Arıtma Çamurunda Toplam Organik Karbon Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları**

**-**Numuneler fermantasyona meyillidirler ve genellikle zararlı mikroorganizmalar içerirler. Bu numuneleri yiyecek ve içecekten uzak tutmak ve analizi yapacak kişinin eldiven, yüz ve göz korunması, yeterli koruma sağlayan giysiler giymesi gerekmektedir.

-Numunelerin laboratuvarda açıkta muhafaza edilmemesi önerilir. Numuneler 0 °C ile 4 °C arasında muhafaza edilmelidir.

-Ayrıca numuneden çıkan gaz yanıcı olduğu için, numune her hangi bir tutuşmaya sebep olacak ortamlardan uzak tutulmalıdır.

***Referans:* (TS EN 12879, Toprak ve Arıtma Çamurunda Toplam Organik Karbon Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.156)**

**5.12. Toprak ve arıtma Çamurunda Organik Madde Tayin Yöntemi için Numune Saklama Koşulları:**

-Numuneler, alındıkları alanların toprak özeliklerini tam olarak yansıtacak şekilde olmalıdır.

-Numune almada kullanılacak alet ve ekipmanlar temiz olmalı, üzerlerinde hayvan veya ticaret gübresi ya da başka kimyasal madde bulaşığı bulunmamalıdır.

-Numune alma işleminde, kullanılan alet ve gereçler numune almadan önce iyice temizlenmelidir. Ayrıca numuneler ve numunelerin içlerine konulduğu torbalar dışarıdan gelecek etkilerden korunmalıdır.

-Numune torbası olarak yaklaşık bir kilogram toprak numunesi alacak büyüklükte bez ve ya naylon torba kullanılmalıdır.

-Alınan numunenin bilgilerinin kayıt edildiği etiketler yumuşak uçlu kurşun kalem ile doldurulmalıdır. Kopya, tükenmez ve mürekkepli kalemlerin yazıları rutubette bozulduğundan bu amaçla kullanılmamalıdır.

-Numunenin analizi toplandıktan mümkün olduğunca kısa süre sonra tamamlanmalıdır.

**5.13. Su ve Atık Suda Absorplanabilen Organik Halojen Tayini için Numune Saklama Koşulları**

-Cam veya plastik kaplar ve politetrafloroetilenden (PTFE) imal edilmiş uygun kapaklar kullanılmalıdır.

-Organik bağlı halojenlerdeki kayıplar ve kirlenmenin numuneyi etkilemediği doğrulanmalıdır.

-Organik halojen bileşiklerinin derişimlerinin daha düşük olmasının beklendiği durumlarda (ρCl (AOX) <50μg/L) cam kaplar tercih edilmelidir.

-Numuneler, sistemin belirli özellikleri dikkate alınarak ve deneye tâbi tutulacak maddede kayıp olmayacak şekilde alınmalıdır.

-Numunelerde oksitleyici reaktifler bulunduğundan şüphe ediliyorsa, numune alınırken 1 L numune için 10 mL'ye kadar sodyum sülfit çözeltisi (Madde 6.9) ilâve edilmelidir.

-Numunelerde, sodyum sülfit ilâvesinden önce veya sonra aktif klor olup olmadığını belirlemek için ayrı bir numune kısmı alınarak bu numune üzerinde işlem uygulanır.

***Referans:* (TS EN 9562, Su ve Atık Suda Absorplanabilen Organik Halojen Tayin Yöntemi BÇ.ÇT.240)**