

1. AMAÇ VE KAPSAM

SYS Çevre Laboratuvarının yaptığı ölçüm hizmetleri kapsamında gerçekleştireceği tüm su, atıksu, numunelerinin uygun miktarlarda, uygun şekilde alınması, analize kadar korunması ve laboratuvara iletilmesi (taşınması) için yapılması gereken işlemlerin tanımlanması.

Bu talimat, Su, atıksu deney numunelerinin uygun miktarlarda, uygun şekilde alınması, analize kadar korunması ve laboratuvara iletilmesi (taşınması) konularını kapsar.

2. SORUMLULAR

Bu talimatın işletilmesinden laboratuvar yöneticisi, su – atıksu numune alma/ölçüm personeli, analiz sorumlusu ve numune kabul sorumlusu sorumludur.

3. TANIMLAR VE KISALTMALAR

Atıksu Numunesi: Kullanılmış suların kirlilik durumunun öğrenilmesi amacıyla laboratuvarda analizi istenilen ve uygun şartlarda alınmış örneklerdir.

Su Numunesi: Kullanılmamış suyun biyolojik kimyasal ve fiziksel özelliklerinin öğrenilmesi amacıyla laboratuvarda analizi istenilen ve uygun şartlarda alınmış örneklerdir.

Anlık Su Numunesi: Su temini sistemleri bazı yüzeysel sular ve bazı atıksu akımlarında olduğu gibi su kaynağı bileşiminin, sabit olduğu durumlarda alınan ve bu nedenle tüm kaynağı temsil edebilen numunelerdir.

Kompozit Su Numunesi: Aynı numune alma noktasında, farklı zamanlarda veya farklı debilerde toplanan numuneleri karışımını ifade eden numunelerdir.

4. UYGULAMA

4.1. Koruyucu İlavesi

- Koruyucu maddeler numuneye hemen alındıktan sonra veya numune alınmadan hemen önce numune kabına ilave edilmelidir,
- Tayin sırasında koruyucular bozucu etki yapmamalıdır,
- Koruyucuların numuneyi seyreltmesini en aza indirmek için koruyucular derişik halde ve standartta belirtilen saflıkta olmalıdır.
- Koruyucular diğer tayinler için kullanılmamalıdır.

4.2. Numune Kaplarının Seçilmesi ve Hazırlanması

- Fizikokimyasal ve kimyasal analizler için analizi gerçekleştirilecek parametreye uygun olarak Tablo-1’de yer alan kap seçilmelidir.
- Numunenin dondurulması gerektiği durumlarda PE ya da PTFE malzemeden numune kabı kullanılmalıdır.

4.3. Numunelerin Sahada Süzülmesi

- Bazı durumlarda sahada süzme işlemi gerekebilir;
- Yer altı sularında çözünmüş metal analizleri gerçekleştirilecek ise numune süzülmalıdır.
- ISO 5667’de belirtilen özel durumlar için süzme işlemi gerekebilir. 0,40 – 0,45 µm gözenek çaplı filtre kağıdı kullanılmalıdır.
- Membranlar birçok ağır metal ve organik bileşiği yüzeyine adsorbe edebileceğinden ve yapısındaki çözünabilir bileşikler numuneye geçirebileceğinden dikkatli kullanılmalıdır.

4.4. Numune Kabının Doldurulması

- Fizikokimyasal ve kimyasal parametrelerin tayininde numune kabı hava kalmayacak şekilde doldurulmalıdır ve ağzı tıpa ile kapatılmalıdır.
- Eğer numune dondurularak muhafaza edilecekse numune kabı tamamen doldurulmamalıdır.

4.5. Numunenin Taşınması

- Numunenin alınarak laboratuvara teslim edilmesine kadar geçen süre planlanmalıdır. Muhafaza süresini aşan durumlarda numuneye koruma işlemi uygulanmalıdır.
- Taşıma esnasında numuneler uygun sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.
- Numune kapları, numunenin taşınması sırasında yapısının bozulmaması ve kaybolmaması için herhangi bir şekilde mühürlenmeli veya korunmalıdır.
- Taşıma sırasında numuneler kontaminasyona sebep olacak kaynaklardan ve ışıktan korunmalıdır.
- Numune taşıma esnasında $5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2$ sağlanmalıdır.

4.6. Numunelerin Etiketlenmesi

- Numune kapları laboratuvarda şüpheyi önleyecek şekilde açık ve kalıcı bir tarzda etiketlenmelidir.
- Etiketler, numune kaplarının ıslanması ve dondurulması koşullarına dayanıklı olmalıdır.
- Tarih, saat, numunenin alındığı yer, numune numarası, numune cinsi, numune alan kişinin adı, koruyucu miktarı etikette belirtilmelidir.

4.7. Numunelerin Depolanması

- Numunelerin analizi yapılacak parametreye göre depolanma süreleri Tablo-1’de verilmiştir. Numuneler depolama süresinden fazla depolanamaz.
- Buzdolabı koşullarında depolanma sıcaklığı $3\pm 2^{\circ}\text{C}$ olmalıdır.
- Dondurma işlemi gerektiği durumlarda sıcaklık -18°C ’nin altında olmalıdır.

Tablo-1: Fizikokimyasal ve Kimyasal Analizler için Numune Saklama Koşulları

Parametre	Numune Kabı	Alınması gerek Numun Hacmi (ml) ve doldurma Tekniği	Muhafaza Tekniği ve koruyucu Önlem	Analizden Önc İzin verilebilen En Uzun Muhafaza Süresi	Referans Standart	Açıklama
Asitlik ve Bazlık	P ve C	500 mL Kabın üstünde Hava kalmıyacak şekilde ağzına kadar doldurulması	-	14 gün	-	Çözünmüşü gaz içeriği yüksek olan numuneleri sahada analiz edin.
	PE, Borosilikat cam				ISO 9963-1:1994	
Adsorplanabilir Organik Halojenler	P veya C	1000 mL Kabın üstünde Hava kalmıyacak şekilde ağzına kadar doldurulması	Nitrik Asit ile pH 1-2 olacak şekilde ayarlanmalı ve karanlıkta muhafaza edilmelidir.	5 gün	ISO 5667-3:2024	-
	P	1000 mL	-18°C'de dondurulmalı	1 ay		
Alüminyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Amozyum Azotu	P veya C	1000 mL	H2 SO4 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir ve 4 °C'ye kadar soğutulmalıdır.	28 gün	SM 4500 NH3 B-C-F:2022	-
Antimon	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Arsenik	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Baryum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Berilyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı	P veya C	1000 mL Kabın üstünde Hava kalmıyacak şekilde ağzına kadar doldurulması	1 °C ila 5°C arasında soğutma	24 saat	SM 5210 B:2022	Numuneler karanlıkta muhafaza edilmelidir
			Korumasız	6 saat		
	P	1000 mL	-18°C dondurulma	1 ay	ISO 5667-3:2024	
Bor	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Kadmiyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Kalsiyum	PE, PP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 7980-1986	-
Toplam Organik Karbon	Plastik	1000 mL	H2 SO4 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.	5 gün	ISO 8245:1999 ISO 5667-3:2024	Asitlendirme sırasında karbondioksit salınımı nedeniyle uçucu organik bileşiklerin kaydından şüpheleniliyorsa asitlendirme uygun değildir. Soğutulur ve 8 saat içinde analiz edilir.
			-18°C doondurulma	1 ay		
Kimyasal Oksijen İhtiyacı	Plastik	100 mL	H2 SO4 ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.	4 Hafta	SM 5220 B:2022	-

Yüksek Klorüre Sahip numunede Kimyasal Oksijen İhtiyacı	Plastik	250 mL	H ₂ SO ₄ ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir. 0°C ila 5°C arasında Muhafaza edilmelidir.	5 gün	TS 2789 Ek A:2010	-
Klorür	Plastik	250 mL	-	1 Ay	SM 4500 Cl:2022	-
Krom	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Kron(+VI)	Plastik	250 mL	2,5 mL Tampon çözeltisi ve 0,6 mL 5 N NaOH ile pH 9,3-9,7 aralığında ayarlanmalı ve <6°C'de muhafaza edilmelidir.	28 gün	SM 3500 Cr B:2022	-
Kobalt	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Renk	Plastik	100 ml	<5°C sıcaklıkta muhafaza edilmelidir.	24 saat	SM 2120 C	-
Bakır	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Serbest Siyanür	Plastik	1000 mL	6 N NaOH ile pH 10-12,5 aralığına getirilmelidir.	6 gün	SM 4500 CN C-E:2022 ISO 5667-3:2024	-
Toplam Siyanür	Plastik	1000 mL	6 N NaOH ile pH 10-12,5 aralığına getirilmelidir.	6 gün	SM 4500 CN C-E:2022 ISO 5667-3:2024	-
Florür	Plastik	500 mL	-	1 Ay	ISO 5667-3:2024	-
Hidrin	Cam	250 mL	1 mol/L olarak HCl ile asitlendirilmelidir. Kararlıta veya koyu renkli şişede muhafaza edilir.	1 Gün	ISO 5667-3:2024	-
Demir	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Toplam Kejdahl Azotu	Plastik	500 mL	H ₂ SO ₄ ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir. 4 °C'ye soğutulur.	1 Ay	SM 4500 Norg-B ISO 5667-3:2024	-
Lityum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Magnezyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Civa	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Nikel	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Nitrat	Plastik	250 mL	4°C'ye kadar soğutulmalı	24 saat	EPA 352.1	-
			H ₂ SO ₄ ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirilmelidir.	7 gün		
Nitrit	Plastik	250 mL	4°C'ye kadar soğutulmalı	2 gün	SM 4500 NO2 B	-
Toplam Azot	Plastik yada Cam	1000 mL	Örnekler karanlıkta saklanırlar.	2gün	ISO 20236:2018	-
			H ₂ SO ₄ veya HCl ile pH<2 ayarı	8 gün		
	Plastik	-18°C'de dondurulmalı	1 Ay			

	Plastik	1000 mL + 250 mL	TKN ve nitrat numuneleri 1000 ml olacak ve H ₂ SO ₄ ile pH<2 ayarı yapılmalı Nitrit numunesi 250 mL 4°C'ye kadar soğutulmalıdır	2 gün	İşletme İçi Metot (TKN+NO ₂ +NO ₃)	-
Fosfat -Fosfor Toplam Fosfor	Plastik	250 mL	H ₂ SO ₄ veya HCl ile pH<2 ayarı ve <6°C'ye kadar soğutulmalıdır.	28 gün	SM 4500 P	-
Potasyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Selenyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Gümüş	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Sodyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Askıda Katı Madde	Plastik	1000 mL	<8°C olacak şekilde soğutulmalıdır.	2 gün	TS EN 872 ISO 5667-3:2024	-
Sülfat	Plastik	100 mL	2°C ila 6°C arasında soğutulmalıdır.	1 ay	SM 4000 SO ₄ ISO 5667-3:2024	-
Sülfür	Plastik	100 mL	<u>Eğer askıda katı madde mevcut ise AlCl₃ ile çökeltilip, üstteki numune alınır.</u> 0,1 mL çinko asetat eklenir ve NaOH ile pH >9 olarak ayarlanır.	14 gün	SM 4500 S2-	Çinko asetat ve NaOH numune alınmada numune kabına ilave edilmeli ve numune kabında hiç boşluk kalmayacak şekilde doldurulmalıdır.
Toplam Sülfür	Plastik	100 mL	<u>0,1 mL çinko asetat eklenir ve NaOH ile pH >9 olarak ayarlanır.</u>	14 gün	SM 4500 S2-	<u>Çinko asetat ve NaOH numune alınmada numune kabına ilave edilmeli ve numune kabında hiç boşluk kalmayacak şekilde doldurulmalıdır.</u>
Sülfid	Plastik	500 mL	5 mL EDTA	2 gün	ISO 5667-3:2024	
MBAS	Cam	1000 mL	Formaldehit solusiyonu eklenir	4 gn	ISO 5667-3:2024	
Uranyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Vanadyum	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Çinko	PE,PP, FEP	100 mL	Nitrik asit ile pH 1-2 olacak şekilde asitlendirmek	1 ay	ISO 15586-2003 ISO 5667-3:2024	-
Fenol	Cam	1000 mL	4 mL Sülfürik Asit ile pH<2'ye ayarlanır	28 gün	SM 5530 B	-
Yağ ve Gres	Cam	1000+1000 mL	Sülfürik Asit ile pH<2 ayarı ve 0 - 4°C'ye kadar soğutulmalıdır.	28 gün	TS 7887 SM 5520 D	-

(^c): Eğer numunede klor varlığından şüphe ediliyorsa, numune alındıktan sonra numune kabına her 1L numune için 80 mg Na₂S₂O₃.5H₂O ilave edilir.

***Numune Kabı Özellikleri:** Plastik (P), Perfloroetilen/propilen (FEP), Perfloroalkoksi polimer (PFA), Polietilen (PE), Polipropilen (PP), Yüksek yoğunluklu polietilen (PE-HD), Politetrafloroetilen (PTFE), Polietilen tetraftalat (PET), Polivinilklorür (PVC), Cam (C), Borosilikat Cam (BC)

Laboratuvara analiz için gelen numune yukarıdaki tabloda verilen şartlara uygun olarak muhafaza süresi sonuna kadar uygun koşullarda şahit numune olarak saklanır.

5. İLGİLİ DOKÜMANLAR

-PR.73-74.01 Numune Yönetimi Prosedürü

6. REFERANS DOKÜMANLAR

- TS EN ISO/IEC 17025
- TS EN ISO 5667-3:2024
- 10.10.2009 Resmi G.No: 27372 Su kirliliği kontrolü yönetmeliği numune alma ve analiz metotları tebliği
- SM 3500 Cr B
- SM 4500 S² D
- SM 4500 P
- SM 4000 SO₄
- SM 5530 B
- TS 7887
- SM 5520 D
- SM 4500 NH₃ B-C-F
- SM 5210 B
- SM 5220 B
- SM 4500 Cl
- SM 2120 C
- SM 4500 CN C-E
- SM 4500 NO₂ B
- TS 2789 Ek A:2010
- TS EN 872
- EPA 352.1

◆◆◆