



ÇSGB

T.C. ÇALIŞMA VE
SOSYAL GÜVENLİK
BAKANLIĞI

T.C. ÇALIŞMA VE SOSYAL GÜVENLİK BAKANLIĞI
İŞ SAĞLIĞI VE GÜVENLİĞİ GENEL MÜDÜRLÜĞÜ

İŞ HİJYENİ ÖLÇÜM, TEST VE ANALİZİ YAPAN LABORATUVARLAR HAKKINDA YÖNETMELİK

Uyarınca Amonyak ve İnorganik Asit Örneklemelerinde Metot Seçimi ve Uygulamalarında Dikkat Edilmesi Gerekenler

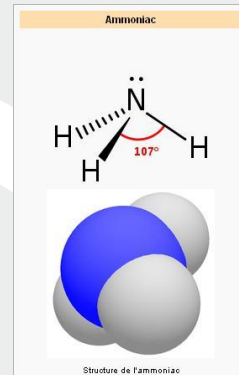
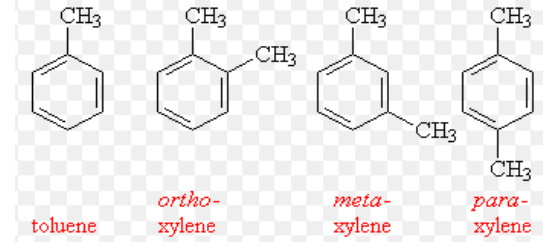
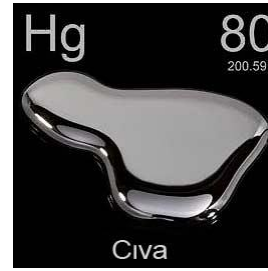
Ayşe ERİM

KİMYAGER

Ankara, 25 Şubat 2015

KİMYASAL PARAMETRELER

1. Havadaki Kurşun Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
2. Havadaki Sülfürik Asit Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
3. Havadaki Amonyak Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
4. Havadaki Formaldehit Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
5. Havadaki Benzen Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
6. Havadaki Toluen Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
7. Havadaki Ksilen Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
8. Havadaki Hekzan Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
9. Havadaki Arsenik Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
10. Havadaki Civa Konsantrasyonu (kişisel ve işyeri ortamı)
11. Toz içerisindeki serbest silis analizi (kişisel ve işyeri ortamı)
12. Renk Karşılaştırma Metodu ile Gaz ve Buhar Konsantrasyonu
13. Asbest Ölçüm ve Numune Alma İşlemleri



İÇERİK

1.Bölüm: **METOT İLE İLGİLİ BİLGİLER**

2.Bölüm: **CİHAZ BAKIM & KALİBRASYON**

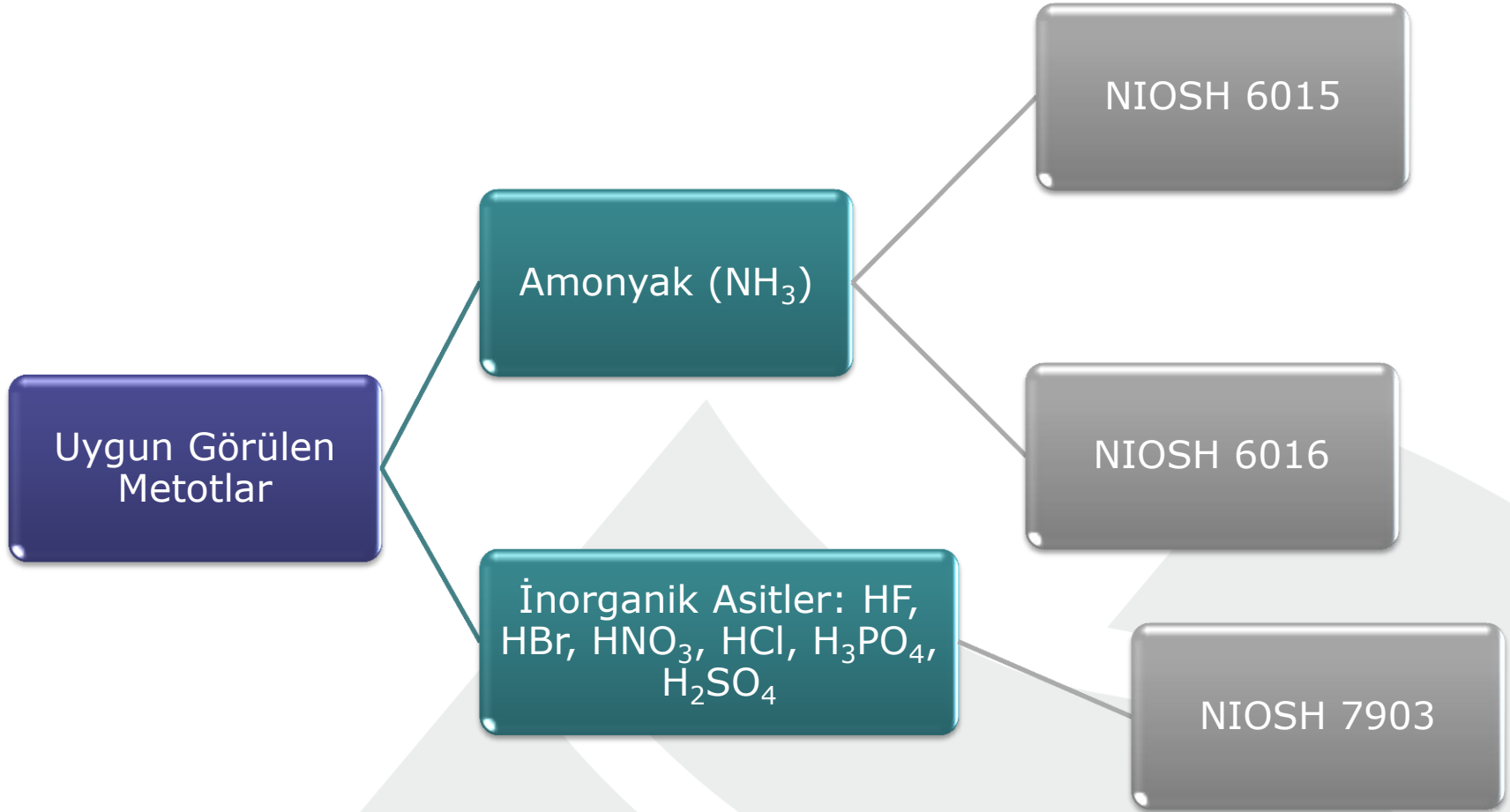
3. Bölüm: **NUMUNE ALMA ÖNCESİ İŞLEMLER**

4. Bölüm: **NUMUNE ALMA İŞLEMİ**

5. Bölüm: **ANALİZ İŞLEMİ**

6. Bölüm: **KAYITLAR & RAPORLAR**

METOTLAR



1. BÖLÜM

METOT İLE İLGİLİ BİLGİLER

AMONYAK

	NIOSH 6015 AMMONIA (AMONYAK) (VISIBLE ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY: Görünür Işık Spektrofotometre Tekniği)	NIOSH 6016 AMMONIA by IC (İyon Kromatografisi Yöntemi İle Amonyak Tayini)
Güncel Versiyon	NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 8/15/94	15 Mayıs 1996 Versiyon:1
Metodun Kullanım Alanı	Kişisel örnekleme- TWA ve STEL Sabit nokta (ortam) ölçümleri (arka planda bulunan amonyak konsantrasyonunu tespit etmek için kullanılabilir); ancak, elde edilen sonucun sınır değerlerle karşılaştırılması uygun değildir	
Uygulanabilme Aralığı	0.2 -400 ppm (0.15- 300 mg/m ³) 10-L hava örneği için	17 ile 68 mg/m ³ arası (30 L örnekleme için) Bu metot STEL ölçümlerde, ≥ 0,2 L/dk akış hızındaki örneklemede geçerlidir

AMONYAK

	NIOSH 6015 AMMONIA (AMONYAK) (VISIBLE ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY: Görünür Işık Spektrofotometre Tekniği)	NIOSH 6016 AMMONIA by IC (İyon Kromatografisi Yöntemi İle Amonyak Tayini)
Akış Hızı Ölçer	Birincil akış hızı ölçer/İkincil akış hızı ölçer	
Gerekli Cihaz/ Laboratuvar Ekipmanları	Ön filtreleme (eğer ortamda partikül yoğunluğu yüksek ise girişimi ortadan kaldırmak için kullanılabilir) 37-mm selüloz ester membran filtre (0.8-µm gözenek çaplı), paslanmaz çelik tel destek, iki parçalı kaset filtre tutucu Not: Deney talimatında yer verilmiş ise sahadaki uygulamasının yapıp yapılmadığı kontrol edilmelidir	
		Analitik hassas terazi(0,01 mg hassasiyet)

AMONYAK

	NIOSH 6015 AMMONIA (AMONYAK) (VISIBLE ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY: Görünür Işık Spektrofotometre Tekniği)	NIOSH 6016 AMMONIA by IC (İyon Kromatografisi Yöntemi İle Amonyak Tayini)
Hacim Aralığı	Debi/Hacim aralığı: 0.1-0.2 litre/dakika (toplam hacim 0.1 to 96 L.) 0.2 L/dak ile maksimum 8 saat (Taşma riskine dikkat edilmelidir).	Hacim (Volume): 50 ppm için, Max. 0,1 L-Min. 96 L
Kör numune sayısı	Her set için 2-10 arası alan körü bulunmalıdır.	
Numunelerin Taşınması	Rutin koşullar (Numunenin 24 saat içerisinde laboratuvara teslim edileceği durumda. Daha uzun süreler için depolama koşulları "+5 °C'i aşmayan sıcaklık" geçerli olacaktır).	
Numunelerin Stabilitesi	Metotta belirlenmemiş ancak eş numune alma yönteminin uygulandığı NIOSH 6016 metodu referans alındığında +5 °C'de en az 35 gün kararlı.	+5 °C'de en az 35 gün kararlı.

AMONYAK

	NIOSH 6015 AMMONIA (AMONYAK) (VISIBLE ABSORPTION SPECTROPHOTOMETRY: Görünür Işık Spektrofotometre Tekniği)	NIOSH 6016 AMMONIA by IC (İyon Kromatografisi Yöntemi İle Amonyak Tayini)
Girişim	Metotta tanımlanmamıştır.	Etanolaminler (monoetanolamin, isopropanolamin ve propanolamin) Amonyuma(NH ₄ ⁺) benzer tutulma süresine sahip bileşikler. Alternatif (zayıf) eluent kullanılması bu piklerin ayrılmasına yardımcı olacaktır.
Kalibrasyon Eğrisinin Hazırlanması	0.05 to 1 µg/mL aralığında en az 6 standart ile günlük kalibrasyon eğrisi çizilmelidir. (Günlük taze hazırlanmış standartlar kullanılmalıdır)	Numune başına 1 ile 100 µg aralığında NH ₃ için, günlük olarak hazırlanmış en az 6 çalışma standardı (Yaklaşık 0,11-12 µg/mL NH ₄ ⁺) Not: Standartları kullanımdan hemen önce hazırlayın.
Analiz	Numune sorbent tüpünün ön ve arka kısımlarının analiz sonuçları kontrol edilir. Arkada bulunan amonyak miktarı, öndekinin %10'unu aşmışsa numune geçersiz sayılır (Markaya bağlı olarak farklı bir değer yok ise laboratuvarlardan % 10 değerini esas alacaklardır)	

METOTLAR

İnorganik Asitler: HF,
HBr, HNO₃, HCl, H₃PO₄,
H₂SO₄

NIOSH
7903

NIOSH 7903-İnorganik Asitler/IC: HF, HBr, HNO₃, HCl, H₃PO₄, H₂SO₄

Güncel Versiyon

15 Ağustos 1994

Çalışma Aralığı / Örneklem Hacmi

0.01 - 5 mg/m³ / 3-100 L
(İlgili asitler tek örnekleyici içerisinde toplanır ve aynı anda ölçüm gerçekleştirilir)

Akış Hızı Ölçer

Birincil akış hızı ölçer/İkincil akış hızı ölçer

Metodun Kullanım Alanı

Kişisel örneklemeye- TWA ve STEL
Sabit nokta (ortam) ölçümleri (arka planda bulunan asit konsantrasyonunu tespit etmek için kullanılabilir); ancak, elde edilen sonucun sınır değerlerle karşılaştırılması uygun değildir

Kalibrasyon Eğrisinin Hazırlanması

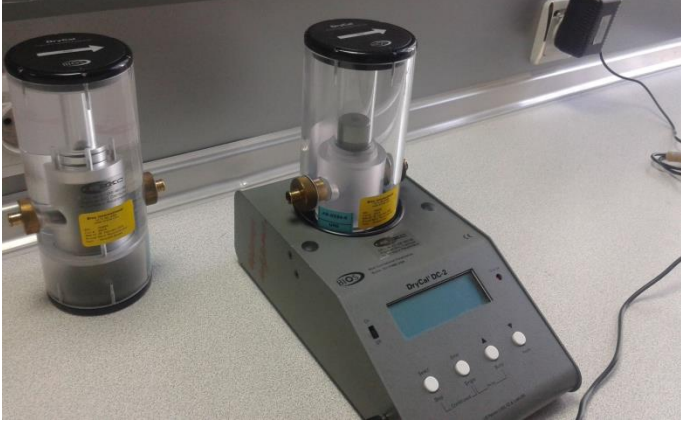
0.001 to 0,3 mg aralığında en az 6 standart (her bir anyonu içeren) ile günlük kalibrasyon eğrisi çizilmelidir. (Günlük taze hazırlanmış standartlar kullanılmalıdır)

2. BÖLÜM

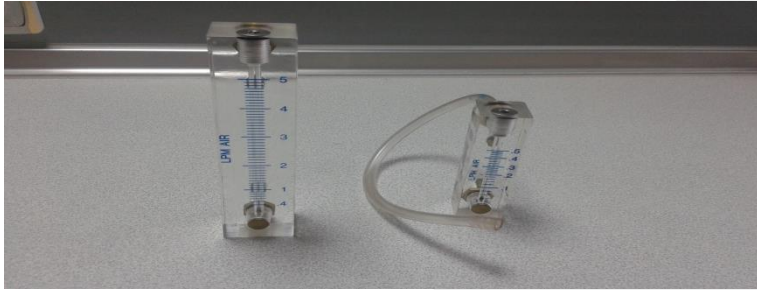
CİHAZ BAKIM & KALİBRASYON

Cihazların Bakım Kalibrasyonu

Akış hızı ölçerlerin kalibrasyon periyotları kullanma kılavuzundan ve tedarikçisinden alınan bilgilere göre uygun şekilde belirlenmeli ve periyodik kalibrasyonları yaptırılmalıdır.



Laboratuvarda birincil akış hızı ölçer varsa, ikincil ölçerlerin doğrulanması birincil ölçer ile yapılmalıdır. Birincil akış hızı ölçer yoksa, ikincil ölçerler kalibre ettirilmelidir.



Hava örnekleme pompalarının kalibre ettirilmesine gerek yoktur, bakımları düzenli aralıklarla yapılmalıdır.



Analitik Cihazların Bakım Kalibrasyonu

Analiz cihazlarının bakımı için tedarikçi firmanın belirttiği ve bakım prosedürüne işlenen sürelerle uyulmalıdır.

Deneyde kullanılan pH metre, pipet, balon joje vb. laboratuvar malzemelerinin kalibrasyonları kalibrasyon prosedüründe belirtilen aralıklara uygun yapılmalıdır.



Cihazların Bakım Kalibrasyonu

Reaktif çözeltilerin hazırlanmasında kullanılan terazi kalibrasyonu en az iki yılda bir defa (önerilen) yaptırılmalıdır. Etalon setlerin kalibrasyonları ve bakımları periyodik aralıklarla (önerilen 1 yıl) yaptırılmalıdır.

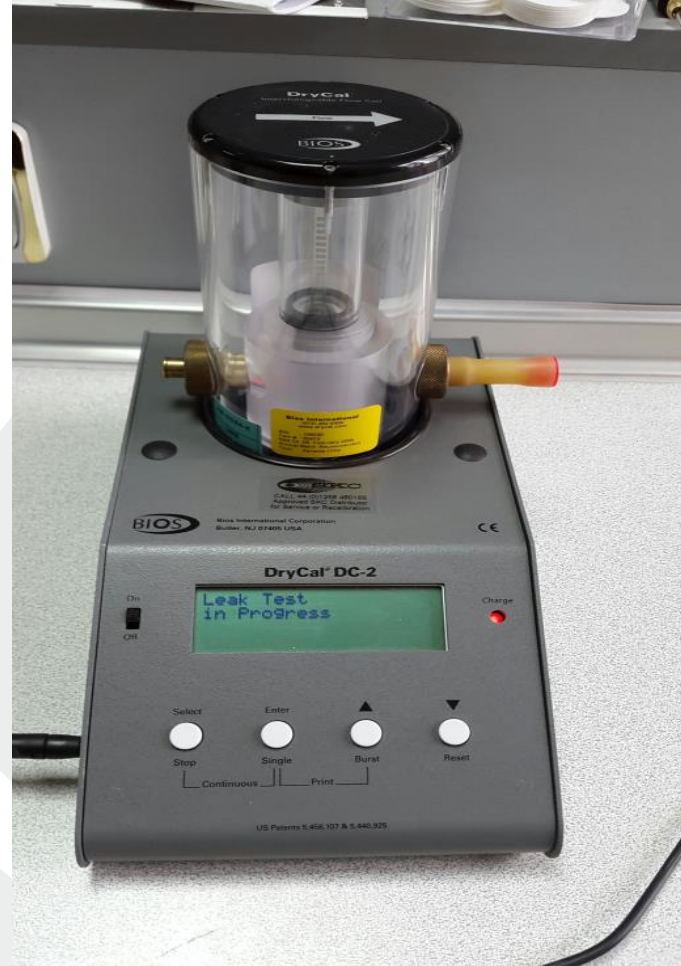


3. BÖLÜM

NUMUNE ALMA ÖNCESİ İŞLEMLER

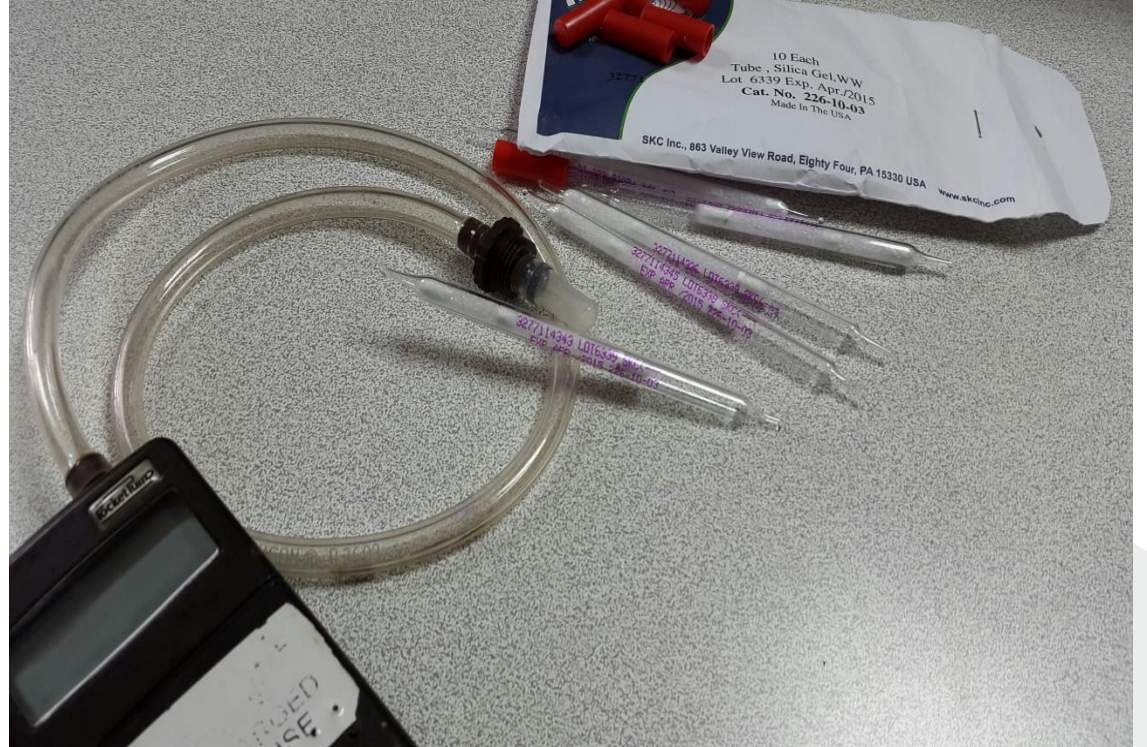
Kalibrasyon Sırasında Dikkat Edilmesi Gerekenler

Deney personeli
birincil akış ölçer ile
kalibrasyon yaparken
kaçak testi yapıyor
mu?



Numune Alma ve Kalibrasyon Sırasında Dikkat Edilmesi Gerekenler

- Kalibrasyonda numune alma sırasında kullanacağı aynı hortumu kullanıyor mu?
- Bağlantı hortumlarında kaçak olup olmadığını kontrol ediliyor mu?
- Numune öncesi ve sonrası kalibrasyon koşullarını, kalibrasyon değerleri arasındaki farkı kontrol ediyor mu? Sahada numune alma öncesi rotametre ile son kontrolü yapıyor mu?



Numune Alma İşlemi Öncesinde Dikkat Edilecekler



Akış ölçer ile başlıkların bağlantıları hava kaçırmayacak şekilde yapılmalıdır.

Akış hızı numune alımından hem önce hem sonrasında ölçülerek kaydedilmelidir.

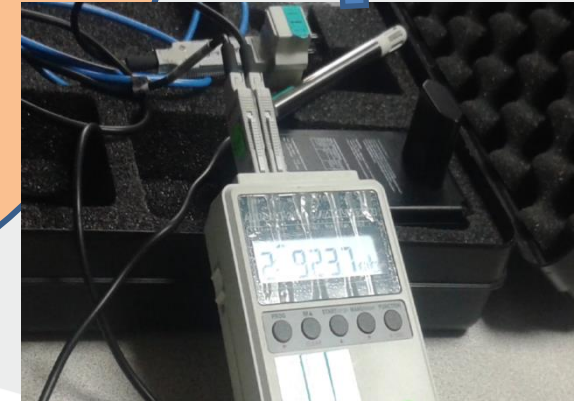
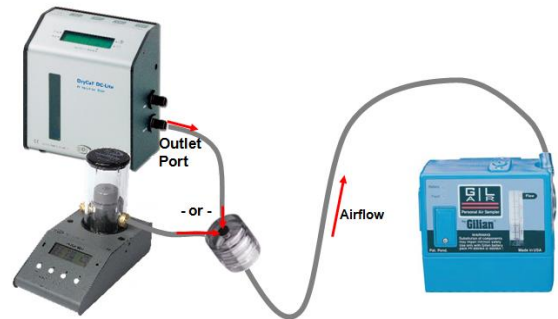
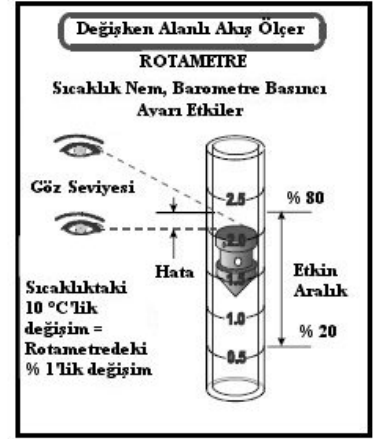
Dijital olmayan akış ölçerlerin doğru okunması için prosedür olmalıdır.

Akış hızı ayarları temiz ortamda yapılmalıdır.

Ölçüm yapılan ortamın sıcaklık ve basıncı ölçülmeli, gereken akış hızı düzeltmesi yapılmalıdır.

Numune alma öncesindeki ve sonrasındaki akış hızları ölçülmeli ve kaydedilmelidir.

Aradaki fark %5'ten fazla ise numune iptal edilir. (Referans TS EN 482 standardı)



4. BÖLÜM NUMUNE ALMA İŞLEMİ

Hava Numunesi Alma ve Şahsi Örnekleme Düzeneği

Tüm maruziyet sınır değerleri şahsi örneklemeye esasına dayalıdır. Şahsi Örnekleme Soluma Bölgesinden yapılır.



30 cm
yarıçaplı
yarım küre
Örneklemeye

Başlığı

Pompa

Numune Alma İşlemi Sırasında Dikkat Edilecekler



TÜRK STANDARDI
TURKISH STANDARD

TS EN 689
Nisan 2002

1.Baskı

ICS 13.040.30

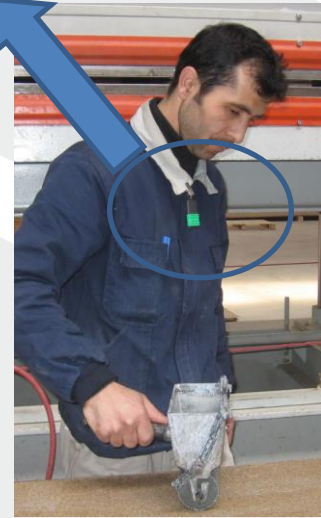
**İŞYERİ HAVASI - SOLUNUMLA MARUZ KALINAN
KİMYASAL MADDELERİNSİNİR DEĞERLER İLE
KARŞILAŞTIRILMASI VE ÖLÇME STRATEJİSİNİN
DEĞERLENDİRİLMESİ İÇİN KILAVUZ**

**Workplace atmospheres-Guidance for the assessment of
exposure by inhalation to chemical agents for comparison
with limit values and measurement strategy**

Numune sayısı: Numune alma süresi ve sayısı TS EN 689 standardına uygun olmalıdır.

Numune ve kör numune alınan sorbent tüpler aynı lottan seçilmelidir.

Numune Alma Başlığı solunum bölgesi içine yerleştirilmelidir.



ICS 13.060.50

TS EN 689: 2002-04
EN 689: 1995

Ek A (Bilgi için)

Numune alma süresinin fonksiyonu olarak en az numune sayısı

Homojen çalışma periyodu için gerekli en az numune sayısı, istatistiksel analizlerle belirlenebilir, ancak Çizelge A.1 yol gösterici olarak kullanılabilir.

Çizelge A.1 - Numune alma süresi ile ilgili bir vardiya başına en az numune sayısı

Numune alma süresi	Her bir vardiya için en az numune sayısı
10 saniye	30
1 dakika	20
5 dakika	12
15 dakika	4
30 dakika	3
1 saat	2
≥ 2 saat	1

Numune alma süresi ve numune sayısı maruziyeti temsil etmeli

Uzun süreli referans süresi bir vardiya 8 saat, kısa süreli referans süresi 15 dakikadır.

Numune Alma ve Kalibrasyon Sırasında Dikkat Edilmesi Gerekenler

Numune alma başlığının pozisyonu örnek alma esnasında işçiye takıldığı gibi dik pozisyonda tutuyor mu?

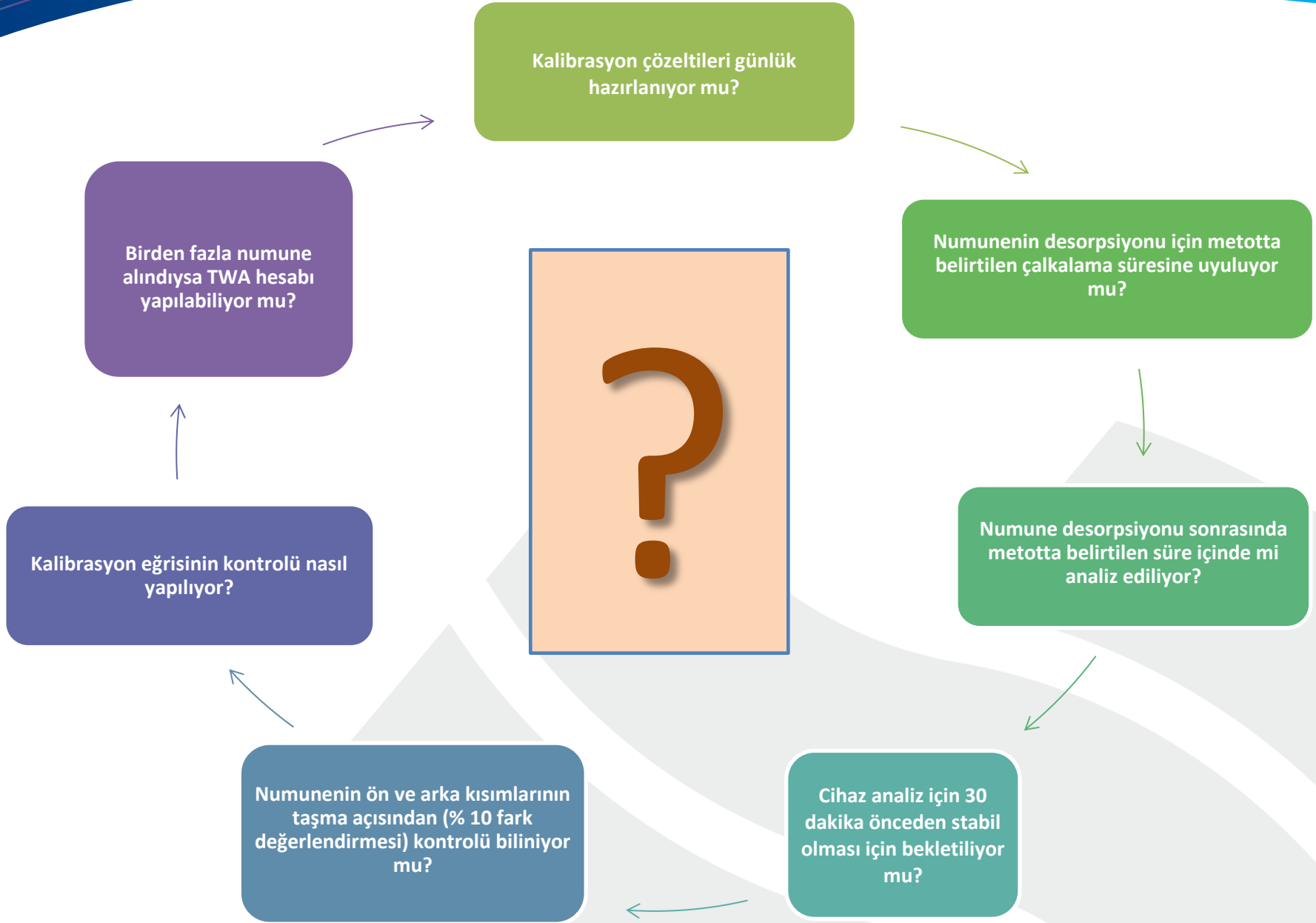


Numuneler rutin koşullarda kapakları sıkıca kapatılmış, düzgün etiketlenmiş olarak mettotta belirtilen koşullarda (örneğin soğuk zincir) taşınıyor mu?



5. BÖLÜM ANALİZ İŞLEMİ

Laboratuvardaki Analiz Çalışmalarında



Analiz Sırasında Laboratuvarda Dikkat Edilmesi Gerekenler

Kloroform; Hayvanlar üzerindeki mutajenik ve teratojenik etkilerinden dolayı **kanserojen** olduğu düşünülmektedir.

Sodyum Hidroksit, sülfürik asit ve sodyumhipoklorür korozif kimyasallardır. Cilt ile temasından ve buharlarını teneffüsten kaçınınız.

Fenol; sindirim, solunum ve deriden absorpsiyon yöntemi ile vücuda alınırsa korozif ve zehirleyici etki gösterir. Cilt ile temasından ve buharlarını teneffüsten kaçınınız.

DİKKAT!

Laboratuvar çalışanları analiz sırasında kullandıkları kimyasalların toksik/kanserojen olduğu konusunda bilgi sahibi mi? Çalışmalar esnasında maruziyeti önleyici tedbirler alındı mı? Örneğin çeker ocakta çalışma veya KKD kullanımı vs.

Metotta Yer Alan Sağlık ve Güvenlik ile İlgili Uyarılar

Çeker ocak altında çalışınız, cilt temasından kaçınınız



Sodyum nitroprussid yüksek toksisiteye neden olur. Tozlarını solumama ve sindirim yoluyla vücuda almamaya ekstra özen gösteriniz

6. BÖLÜM

KAYITLAR & RAPORLAR

Kayıtlar ve raporlama

Sahada Kayıt Altına Alınması Gerekli Bilgiler

Numune alınan
kişinin adı ve yaptığı
işler

Numune alınan
işyeri bölümü

Numune alma tarihi
ve saati (başlangıç
ve bitiş)

Vardiya-mola
süreleri

Vardiyada yapılan iş
esnasında kullanılan
diğer kimyasallar

Çalışanın KKD
kullanım durumu

Ölçüm öncesi ve
sonrası akış hızları

Ortam sıcaklık ve
basıncı (Çevre
şartları)

Kullanılan kör ve
numune alma
sorbent tüplerinin
lot numarası.

Kullanılan cihazların
cihaz kodları veya
seri numaraları.

Numune alma sırasında görülen ekstra
durumlar (Havalandırma sisteminin
çalışıp çalışmadığı, atölye kapılarının
açık/kapalı olma durumu vb.)

İş Hijyeni Ölçüm/Analiz Raporunda Bilgiler

Olması Gereken

- *ÖLÇÜM/DENEY Personelinin Adı*
- *Numune Alınan Kişinin Adı Ve Yaptığı İşler*
- *Numune Alınan İşyeri Bölümü*
- *Numune Alma Tarihi*
- *Kullanılan Metodun Açık Adı*
- *Kullanılan Cihazların Cihaz Kodları Veya Seri Numaraları*
- *Numune Almayı Etkileyen Çevre Şartları*
- *Numunenin Belirtilen Koşullardaki İşi Temsil ettiğine Dair Açıklama*
- *Numune Alma Stratejisi (TWA/STEL Numunesi)*
- *Sınır Değerler*
- *Numunenin Yalnızca Belirtilen Koşullardaki İşi Temsil Ettiğine Dair Açıklama*

GENEL OLARAK METOT VALİDASYON RAPORUNDA OLMASI GEREKEN PARAMETRELER

- 1. GİRİŞ, AMAÇ (Metodun Uygulama Amacı)**
- 2. METODUN KAPSAMI ve PRENSİBİ**
- 3. KULLANILAN REAKTİFLER ve HAZIRLANIŞI**
- 4. KULLANILAN CİHAZLAR ve ÖZELLİKLERİ**
- 5. NUMUNE HAZIRLAMA**
- 6. DENEYİN YAPILIŞI**
- 7. HESAPLAMA**
- 8. METOD TEYİT PARAMETRELERİ**
- 9. ÇALIŞMA SONUÇLARI**
- 10. KALİTE KONTROL PARAMETRELERİ VE KRİTERLERİ**
 - A) İç Kalite Kontrol (Kör Örnek/ Spike Örnek ile Kalite Kontrol Grafiği(Referans veya sertifikalı referans malzeme kullanılarak hazırlanan kontrol numunesi analizi)
 - B) Dış Kalite Kontrol (Yeterlilik Testleri)
- 11. METOT TEYİT ÇALIŞMASINA KATILAN PERSONEL**
- 12. KAYNAKLAR**

Not: Yapılan çalışmada düşük, orta, yüksek konsantrasyon belirlenirken mevzuatta yer alan sınır değerlerle seçilen konsantrasyonların ilişkisi kurulmalıdır. Bu bilgi raporda yer almalıdır (TWA ve STEL ölçümleri için açıklamalı)



GENEL OLARAK METOT TEYİT RAPORUNDA OLMASI GEREKEN PARAMETRELER

METOD TEYİT PARAMETRELERİ

- Doğruluk (Accuracy)
- Kesinlik
 - a. Tekrarlanabilirlik (Repeatability): (En az 5-7 numune ile 3 konsantrasyonda çalışma)
 - b. Tekrar Üretilirlik (Reproducibility):



Not: Operatörler arasında F testi, T testi veya Anova gibi istatistiksel araçlarla karşılaştırma yapılacak.

- Belirleme Sınırı (Tespit Limiti) LOD
- Tayin Sınırı (Raporlama Limiti) LOQ
- Lineerlik (Linearity)
- İç dış kalite kontrol
- Gerçeklik (trueness) çalışması için Geri kazanım ve bias hatası mutlaka hesaplanmalıdır.

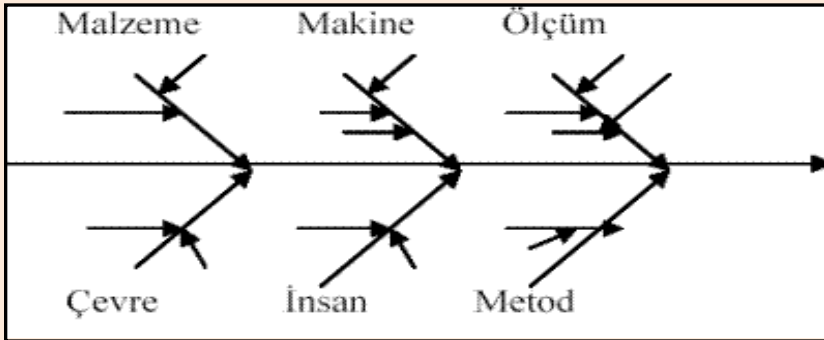
GENEL OLARAK METOT TEYİT RAPORUNDA OLMASI GEREKEN PARAMETRELER

Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları

A) Numune Alma Kısmından Gelen Ölçüm Belirsizliği:

- Örnekleme Pompasından Gelen Belirsizlik
- Numune alma hacmine etkisinden dolayı sıcaklık, basınç ölçüm belirsizliği
- Akış Hızı Ölçerden Gelen Belirsizlik
- Zaman Ölçümünden Gelen Belirsizlik
- Numune Taşımadan Gelen Belirsizlik

(metoda tam uyum varsa bu iki belirsizlik bileşeni ihmal edilebilir)



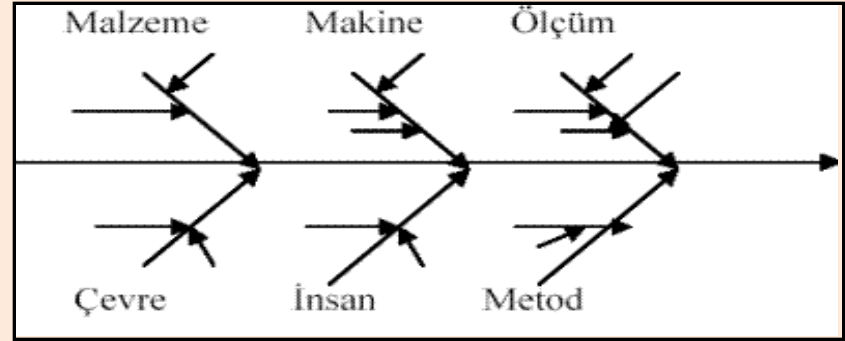
NOT: Analiz sonuçlarının hesaplanması için bir excel programı oluşturulması ve hesapların elle doğrulanması prosedürü uygulanmalıdır.

GENEL OLARAK METOT TEYİT RAPORUNDA OLMASI GEREKEN PARAMETRELER

Ölçüm Belirsizliği Hesaplamaları

B) Analiz Kısımından Gelen Ölçüm Belirsizliği:

- Ölçüm Tekrarlanabilirliği Belirsizliği
- Ölçüm Tekrarüretilebilirliği Belirsizliği
- Ekstraksiyon Belirsizliği/Analitik geri kazanımdan gelen belirsizlik
- Sorbent Tüp Desorpsiyon Belirsizliği
- Kalibrasyon Eğrisi Belirsizliği
- Stok Standart Safsızlık Belirsizliği/Ticari ürünün sertifikasında yazan değere göre hesaplanacak
- Hacim Belirsizliği (Cam Malzeme)
- Tartım Belirsizliği (Terazi)
- Cihazın tepki sapması belirsizliği, körden gelen belirsizlik: ihmal edilebilir.)



NOT: Eğer bazı belirsizlik bileşenleri deneyin doğası gereği ölçülemiyorsa en azından tanımlanmalıdır.





TEŞEKKÜRLER

aerim@csgb.gov.tr

Ankara, 2014