

T.C.  
ÇEVRE VE ŞEHİRCİLİK BAKANLIĞI  
ÇED, İZİN VE DENETİM GENEL MÜDÜRLÜĞÜ  
LABORATUVAR, ÖLÇÜM VE İZLEME DAİRESİ  
BAŞKANLIĞI

BACA GAZINDA HCL-HF-FORMALDEHİT-  
AMONYAK ÖRNEKLEMESİ

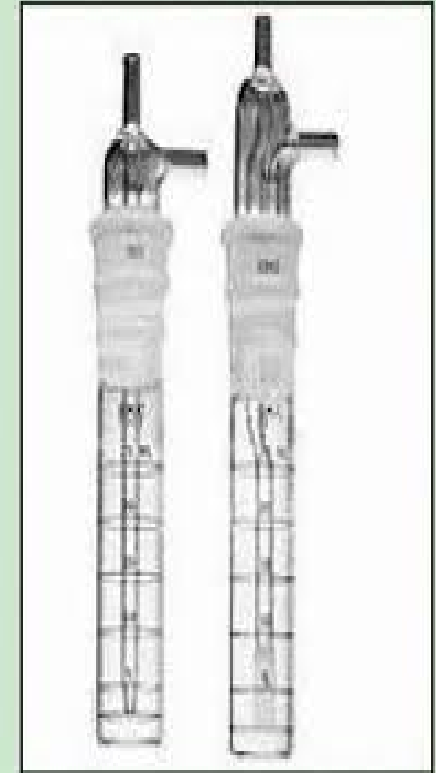
Serkan HOŞAFCIOĞLU  
Çevre Yük. Mühendisi

# HCl Tayini

- Baca gazında HCl Tayini TS EN 1911 Metoduna göre yapılır. Örneklemeye TS EN 13284-1 Metoduna göre yapılır.
- Bu metot, katı atık yakan tesislerden bacaya verilen gaz akışlarına ve daha genel olarak normal basınç ve sıcaklık koşullarında HCl derişimi 1 mg/m<sup>3</sup> ile 5000 mg/m<sup>3</sup> arasında deęişen atık gazlara uygulanır.

## Ekipman ve Reaktifler :

- Saf su
- Kullanılan ekipmanların hepsi borasilikat cam, quartz cam yada teflon olmalıdır.
- Absorbsiyon sıvısına kadar olan hiçbir malzeme paslanmaz çelik olamaz. Borosilikat cam, titanyum prob,
- Örnek Saklama Kapları; İmpenger ve probun yıkaması için kullanılacak Alkalilere dayanıklı polietilen kap



# HCl Tayini

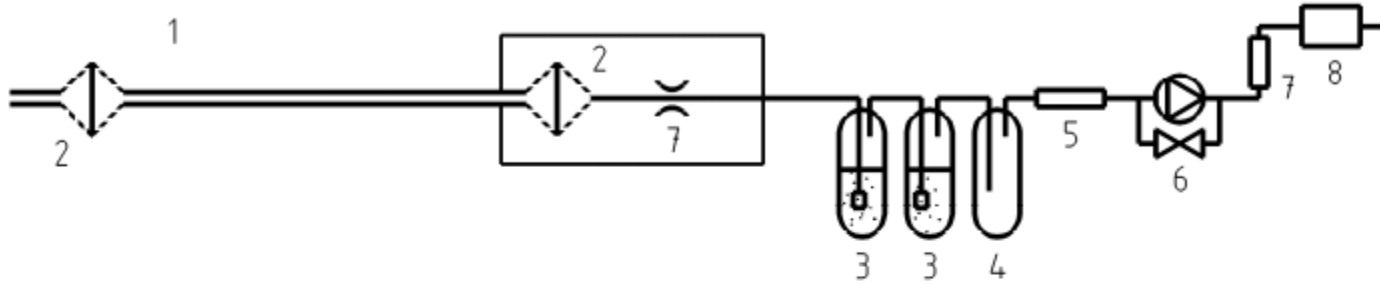
- Üç tip Örnekleme Metodu vardır.
- İzokinetik Olmayan (Sabit Akış) Örnekleme
- İzokinetik Örnekleme (Yan akışlı)
- İzokinetik Örnekleme (Yan akış olmayan)

## Örnekleme Hattı:

- 1 ve 2. impingera 100 mL saf su.
- 3. İmpinger boş.
- 4. impinger silika jel.
- Örnekleme öncesi ve sonrası sisteme kaçak testi yapılmalıdır.
- Sonda ve süzgeç yuvası önceden ısıtılır.
- Sistem Çiğlenme noktasının (suyun buhar halinden tekrar sıvı haline dönüştüğü sıcaklık derecesi, çiğ noktası derecesidir.) 20 °C üzerinde olacak şekilde ısıtılmalıdır.
- Baca gazı, su damlacığı, yoğuşma ve yüksek miktarda klor miktarı içeriyorsa böyle bir durumda TS EN 13284-1 'e göre izokinetik örnekleme yapılır. Aksi durumda sabit debili çekiş yapılır.
- Numune alma kademelerinde (başlama vs.) potansiyel HCl kayıplarından dolayı örnekleme süresi 30 dakikadan az olmamalıdır.

# HCl Tayini

## İzokinetik Olmayan (Sabit Akış) Örneklenme



### Key

1 heated sampling probe

2 heated particle filter (alternatives)

3 absorber(s)

4 guard bottle (optional)

5 cartridge with desiccant (optional)

6 pump

7 flow meter behind the filter (e.g. diaphragm) or before the gas meter

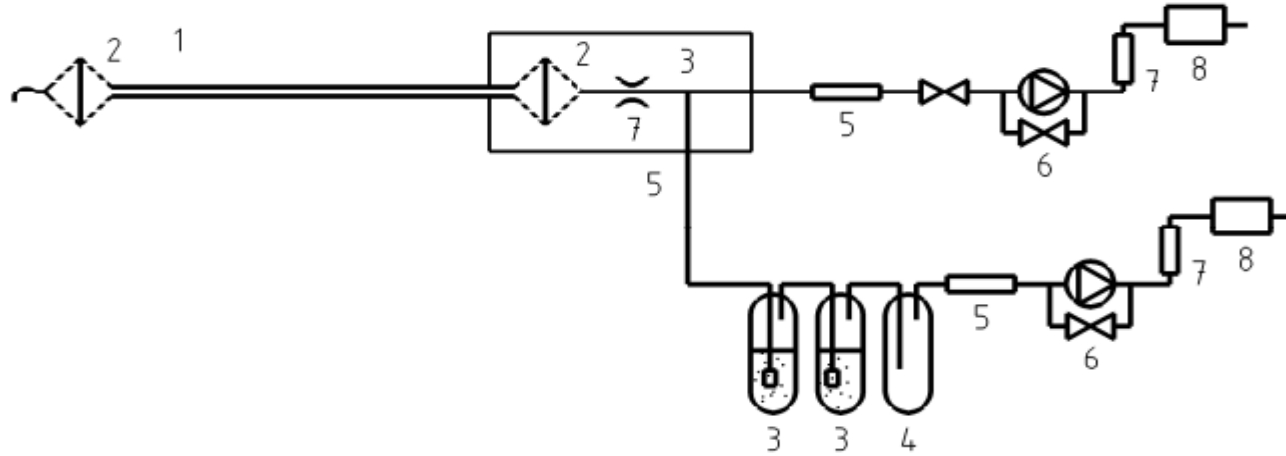
8 gas meter

Figure 1 — Example of non-isokinetic sampling equipment

- Absorbans olarak İletkenliği  $100 \mu\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$ 'den az olan içinde Cl iyonları bulunmayan saf su kullanılır.
- Çekiş debisi 2-3 l/dk arasında olmalıdır.

# HCl Tayini

## ➤ İzokinetik Örnekleme (Yan akışlı)



### Key

1 heated sampling probe

2 heated particle filter (alternatives)

3 absorber(s)

4 guard bottle (optional)

5 cartridge with desiccant (optional)

6 pump

7 flow meter behind the filter (e.g. diaphragm) or before the gas meter

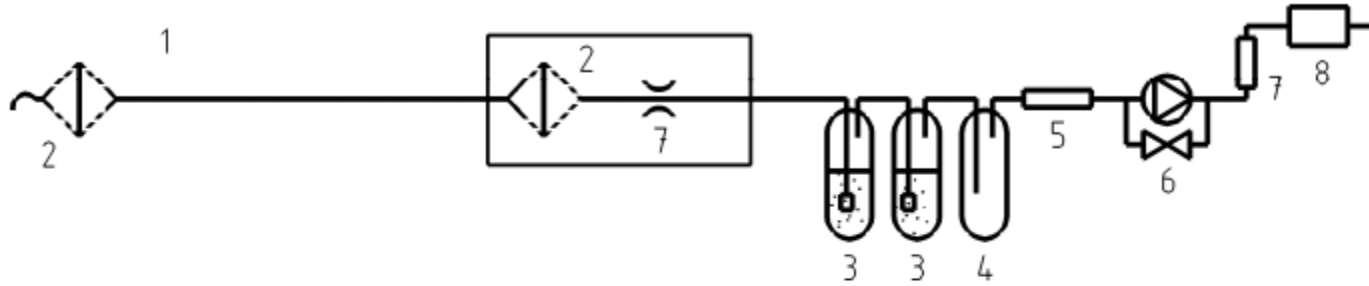
8 gas meter

**Figure 2 — Example of isokinetic sampling equipment with a side stream**

- Absorbans olarak İletkenliği  $100 \mu\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$ 'den az olan içinde Cl iyonları bulunmayan Safsu kullanılır.
- Baca gazı hızı çok yüksek olduğu durumlarda absorbans verimi düşmemesi için Yan akış bağlanarak çekiş debisi düşürülür.

# HCl Tayini

## ➤ İzokinetik Örnekleme (Yan akış olmayan)



### Key

1 heated sampling probe

2 heated particle filter (alternatives)

3 absorber(s)

4 guard bottle (optional)

5 cartridge with desiccant (optional)

6 pump

7 flow meter behind the filter (e.g. diaphragm) or before the gas meter

8 gas meter

**Figure 3 — Example of isokinetic sampling equipment without any side stream**

## ➤ Absorbans olarak İletkenliği $100 \mu\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$ 'den az olan içinde Cl iyonları bulunmayan Safsu kullanılır.

# HCl Tayini

- **Geri kazanımda;** yıkama şişeleri ve içinde yoğuşmanın olabildiği bağlantı boruları birlikte absorpsiyon reaktifiyle yıkanır. Yıkama şişelerinin ağzı kapatılır ve temiz koşullar altında, tayin edilmek üzere sıvılar bir erlene boşaltılır.
- Her ölçüm serisinden önce ve günde en az bir defa numune alma tertibatı tanık deneyi gerçekleştirilir.
- **Tanık Numune** için tesis civarında, numune alma tertibatı içinden baca gazı geçirmeden, numune alma işleminin tüm basamakları takip edilerek numune alınır.



# HCl Tayini

## Numunenin Analizi;

1. Gümüş titrasyon: potansiyometrik yöntemi

Metodun dedeksiyon Limiti 0,5-1 mg/l aralığındadır. Bu nedenle beklenen konsantrasyonu 2mg/l den daha az olan ölçümler için bu metod kullanılmaz.

2. Civa-tiyosiyanat spektrofotometri

Metodun dedeksiyon limiti 0,05-0,1 mg/l aralığındadır.

3. İyon Değişimi Kromatografisi

Metodun dedeksiyon limiti 0,05-0,1 mg/l aralığındadır.





# HF Tayini

Baca gazında HF Tayini ISO 15713 Metoduna göre yapılır. Örneklemeye TS ISO 9096 Metoduna göre yapılır.

## Ekipman ve Reaktifler :

- Saf su, 0,1 N NaOH
- Kullanılan ekipmanların (prob vs.) hepsi borasilikat cam yada teflon olmalıdır.
- Absorbsiyon sıvısına kadar olan hiçbir malzeme paslanmaz çelik olamaz.

## Standartına göre;

- İzokinetik ve izokinetik olmayan örnekleme
- Baca gazı, su damlacığı, yoğuşma ve yüksek miktarda klor miktarı içeriyorsa böyle bir durumda TS ISO 9096 'ya göre izokinetik örnekleme yapılır.
- Diğer durumlarda sabit akışlı örnekleme yapılması tavsiye edilir.
- Prob ve filtre tutucu her ölçüm öncesi deiyonize su ile yıkanmalıdır.

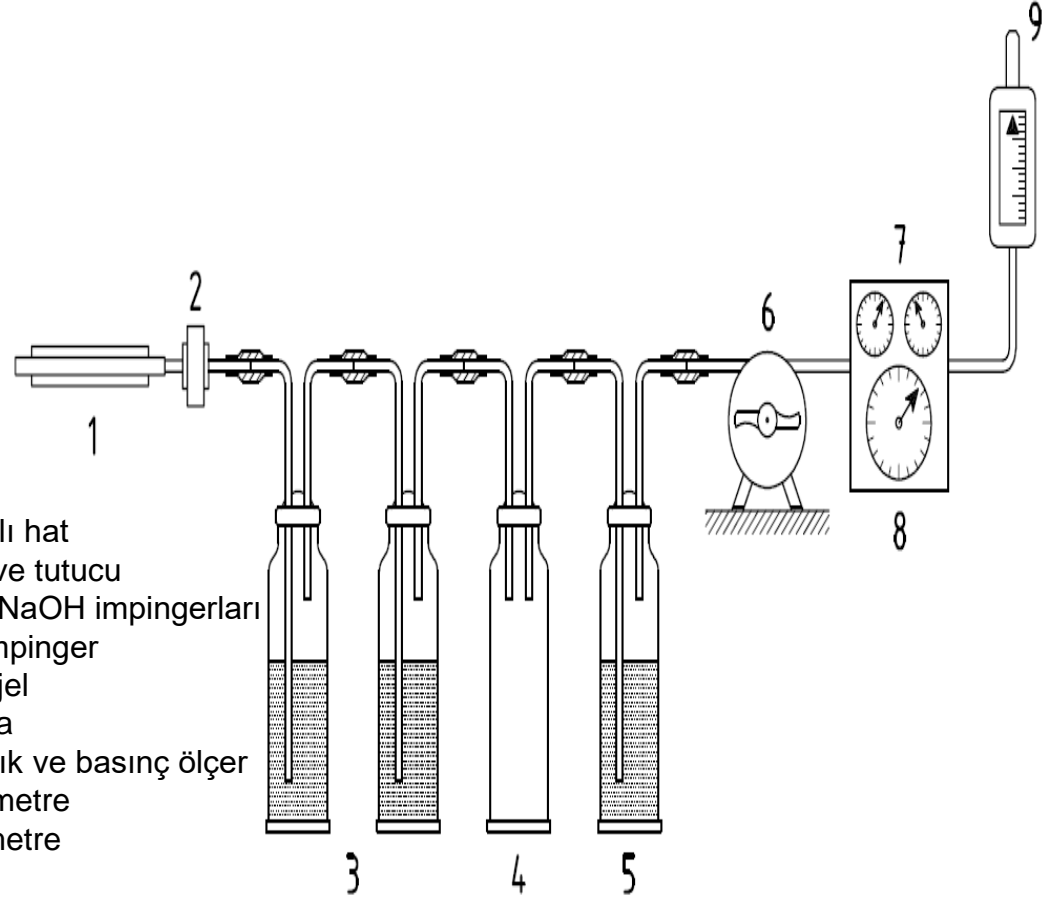


# HF Tayini

## Örnekleme Hattı:

- 1 ve 2. impingera 100 mL 0,1 N NaOH
- 3. İmpinger boş.
- 4. impinger silika jel.
- Çekiş debisi 2-6 l/dk arasında olmalıdır.
- Prob 150 0C'ye veya asit çığlenme noktasından 20 0C'den daha fazla (Hangisi daha büyük ise) kadar ısıtılmalıdır.
- Örnekleme süresi en az 30 dakika olmalıdır.

- 1 Isıtılmalı hat
- 2 Filtre ve tutucu
- 3 0,1 N NaOH impingerları
- 4 Boş impinger
- 5 Silica jel
- 6 Pompa
- 7 Sıcaklık ve basınç ölçer
- 8 Gazometre
- 9 Rotametre



# HF Tayini

➤ Bacadan prob çıkarılır ve taşınabilme soğukluğuna gelinceye kadar bir kenarda bekletilir. Eğer probdan sonra bir filtre kullanıldıysa, prob örnekleme hattından ayrılır ve içinde su damlacıkları kalmış mı diye kontrol edilir. Eğer prob içinde kalmış olan su damlacıkları olduğunu tespit edilirse, yapılan örnekleme işlemi geçersiz sayılmalıdır.

➤ Üç adet impingerin içindeki malzeme de dikkatli bir şekilde örnek kabına aktarılmalıdır. Ayrıca her bir impinger yaklaşık 20 ml deiyonize/distile su ile çalkalanmalı ve bu sular da örnek kabına ilave edilmelidir. Tüm bağlantı tüpleri de 10 ml deiyonize / distile su ile yıkanmalı ve numune kabına ilave edilmelidir. Kullanılan suyun hacmi kayıt edilmelidir.



# HF Tayini

**Şahit Numune için;** kullanılan cihazın saha şahidini, tıpkı örnekleme yapılmıyormuş gibi her adım tekrarlanarak alınmalıdır. Bu işlem sırasında sadece bacadan çekilen gaz cihazdan geçirilmez. Tıpkı bacadan çekilen numune gibi, impingerlar, bağlantı parçaları ve diğer temizlemeler ve işlemler yapıp, su numune kabına konulmalıdır.

Sahada kullanılan bu şahitte de analiz yapılmalıdır. Şahitte elde edilen değer, ölçülen değer %10'undan büyük bir değer ise o zaman bu değer mutlaka raporda belirtilmelidir.

**Numunenin Analizi;**  
İyon Seçici Elektrot ile yapılır.



# EPA METOT 26A HALOJENLİ BİLEŐİKLERİN ÖRNEKLENMESİ

## Genel Prensip

- Bu metotta Hidrojen bileőiklerinin ve halojenlerden Hidrojen Klorür (HCl), Hidrojen Bromür (HBr), Hidrojen Florür (HF), Klor (Cl<sub>2</sub>) ve Brom (Br<sub>2</sub>) ların belirlenmesi için EPA Method 5 gereğince gaz yıkama şişeleriyle sıvı absorbanlara izokinetik olarak örneklenmesi ve İyon Kromatografda belirlenmesi anlatılmaktadır.

## EPA METOT 26A

### **Ekipman ve Reaktifler :**

- 0,1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 0,1 N NaOH
- Kullanılan ekipmanların hepsi borasilikat cam yada quartz cam olmalıdır.
- Absorbsiyon sıvısına kadar olan hiçbir malzeme paslanmaz çelik olamaz.
- Prob ve Nozullar: Prob ve nozullar Borosilikat veya kuartz cam malzemededen yapılmış ve prob hattı 120oC ısıtmalı olmalıdır.

# EPA METOT 26A

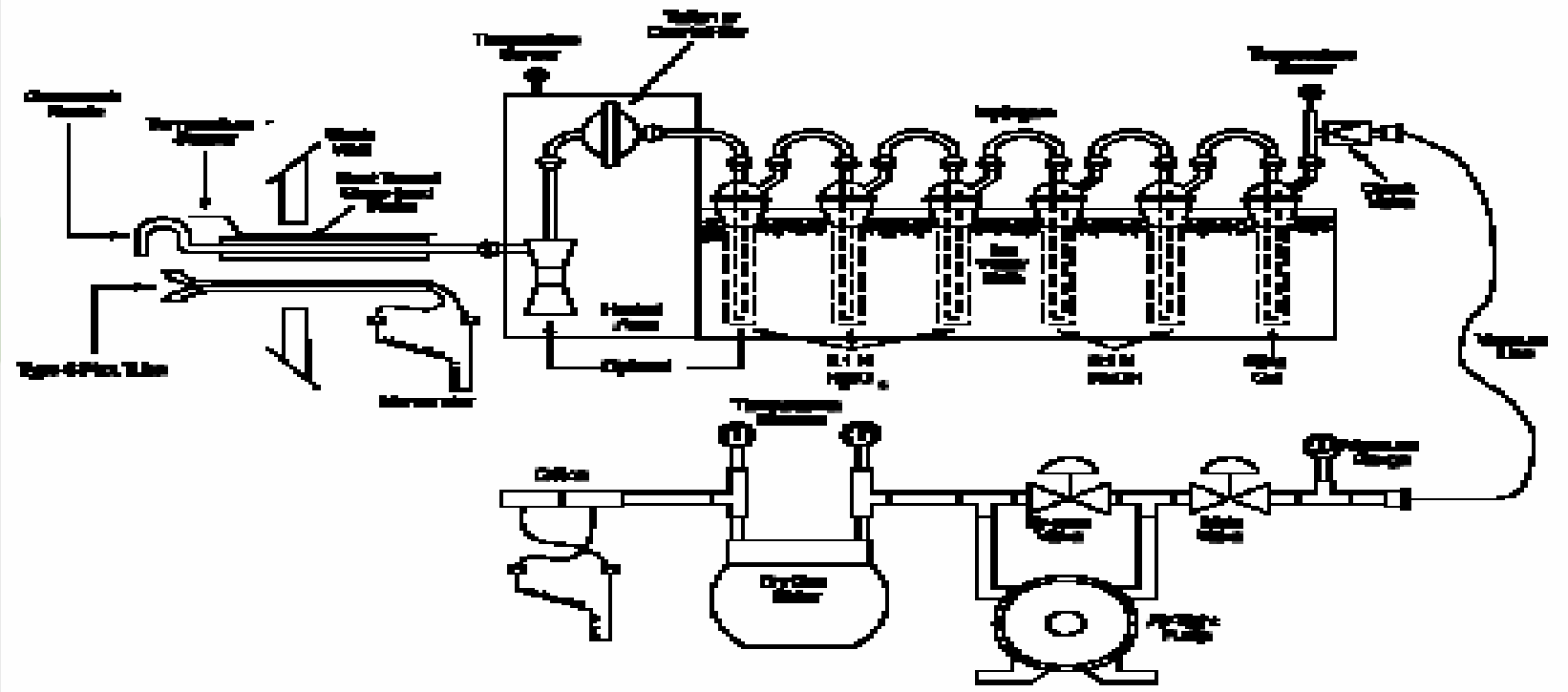
## Saha Hazırlığı:

- Örnekleme yeri ve noktası EPA metot 1 'e göre seçilir.
- Örnekleme EPA Metot 5 'e göre yapılır.
- Absorbsiyon sıvısına kadar olan kısım saf su ile temizlenir ve kurutulur. Örnekleme için tüm bağlantılar yapılır.
- Her bir örneklemeden önce, ölçüm öncesi ve ölçüm sonrası kaçak testi yapılması gereklidir. Kaçak testi sonucu çekilen baca gazı debisinin %2'sini aşmayacak şekilde olmalıdır.
- Prob ve filtre tutucu 120 +14 0C 'ye ısıtılır.
- Tüm örnekleme süresi boyunca izokinetik akış hızınının %90 - %110 arasında olacak şekilde tutulması sağlanır.
- Son yıkama şişesindeki gaz sıcaklığı 20 0C 'nin altında olması gerekir.
- Örnekleme süresi en az 30 dakika olmalıdır.

# EPA METOT 26A

## Örnekleme Hattı:

- impinger opsiyonel olarak kullanılabilir.
- Opsiyonel olarak kullanılan 1. impinger'a 50 mL'lik 0.1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (opsiyonel),
- 2 ve 3. impinger'a (ana absorblayıcılar) 100 mL'lik 0.1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, (Cl iyonunu tutar)
- 4 ve 5. impinger'a (ana absorblayıcılar) 100 mL'lik 0.1 N NaOH( F iyonunu tutar koyulur.
- Son impinger'a nem tutmak için silika jel doldurulur ve kuru gaz geçişi sağlanır.



Örnekleme Sistemi



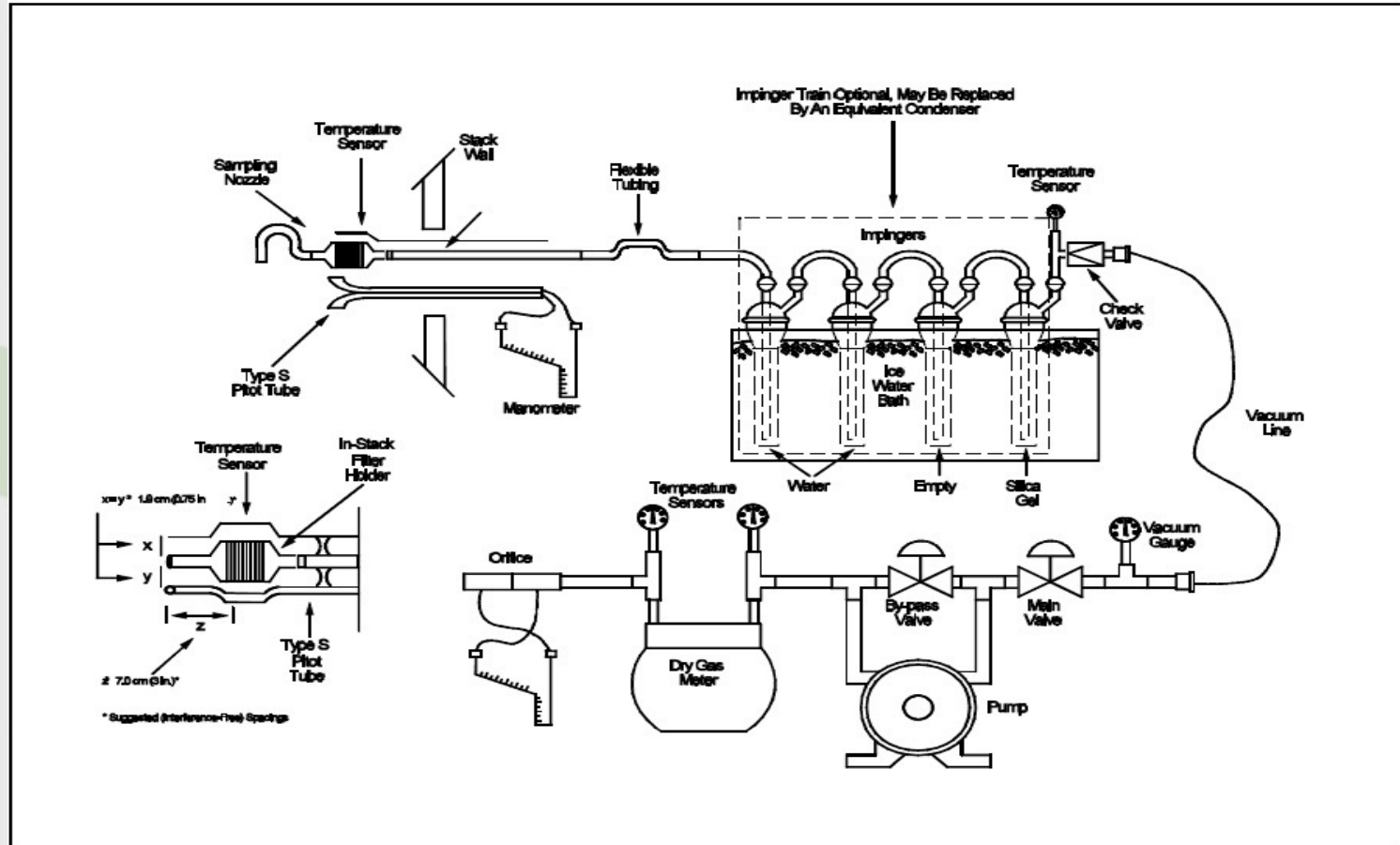
# EPA METOT 26A

## **Geri Kazanım:**

- Konteynır 1 Eđer partikül madde bakılacaksa filtre dikkatlice filtre tutucudan çıkarılır ve petri kabına konur. Filtre tutucu üzerinde olan partikül maddeler de petri kabı içerisine temizlenir.
- Konteynır 2 birinci ve ikinci yıkama şikelerindeki absorbsiyon çözeltisi dereceli silindir ile ölçülerek hacmi kaydedilir, polietilen kaba konur ve etiketlenir. Bu yıkama şişeleri ve bağlantı ekipmanları safsu ile temizlenerek bu kaba aktarılır.
- Konteynır 3 Üçüncü ve dördüncü yıkama şikelerindeki absorbsiyon çözeltisi dereceli silindir ile ölçülerek hacmi kaydedilir, polietilen kaba konur ve etiketlenir. Bu yıkama şişeleri ve bağlantı ekipmanları safsu ile temizlenerek bu kaba aktarılır.
- Not: Bacada beklenen her 1 ppm 'lik derişim için 25 mg Sodyum Tiyoülfat eklenir ve karıştırılır. Bu madde koruyucu madde olarak kullanılır.

# Amonyak Tayini

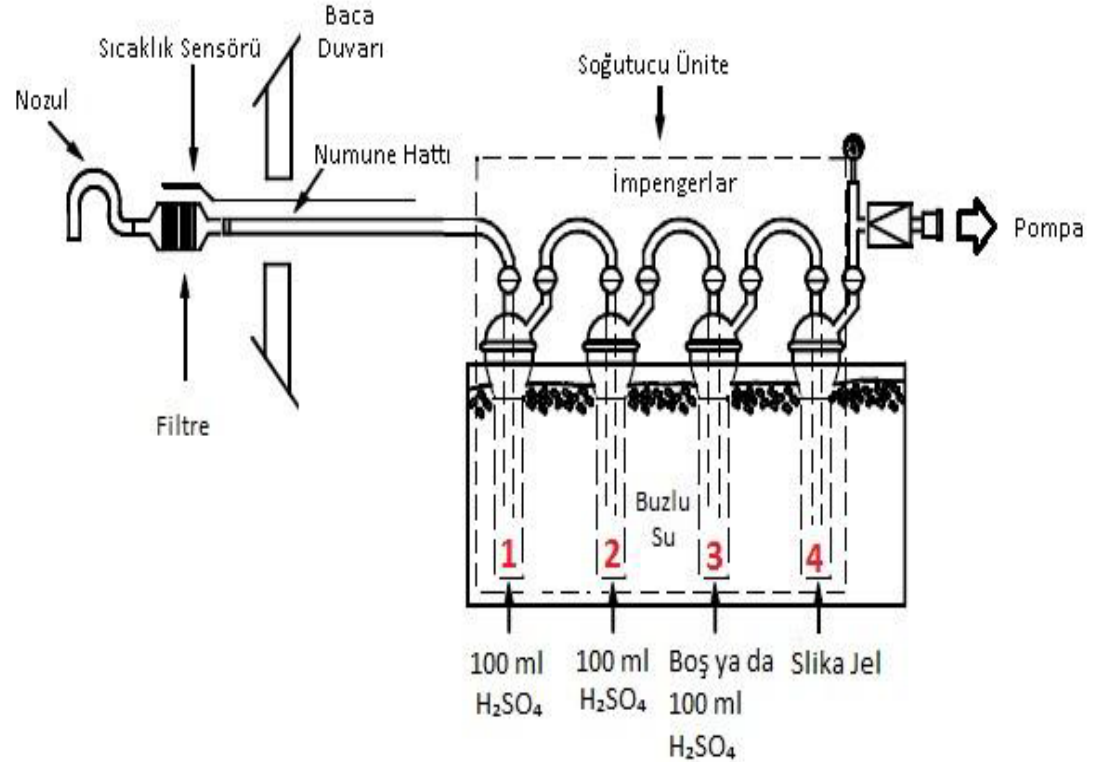
- EPA METOT CTM 027 Metodu ile tayin edilir. Örnekleme yeri ve noktası EPA metot 1 'e göre seçilir. Örnekleme EPA 17 Methoduna göre izokinetik olarak yapılır.
- Probe Nozulları ve örnekleme hattı Borosilikat ya da kuvars cam olmalıdır.



# Amonyak Tayini

## Örnekleme

- 1. ve 2. impengera 100 ml 0.1N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> koyulur.
- 3 impenger boş bırakılır veya yüksek konsantrasyon bekleniyorsa 100 ml 0.1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eklenir.
- Son impengera 200-300 gram silikajel ilave edilir.
- İmpengerların koyulduğu kaba 10 cm kadar soğuk su ilave edilir ve impengerların soğuması için 10 dk beklenir.
- **Kaçak Testi Prosedürü:** Her bir örneklemeden önce ölçüm öncesi ve ölçüm sonrası kaçak testi yapılması gereklidir.



Amonyak Örnekleme Hattı

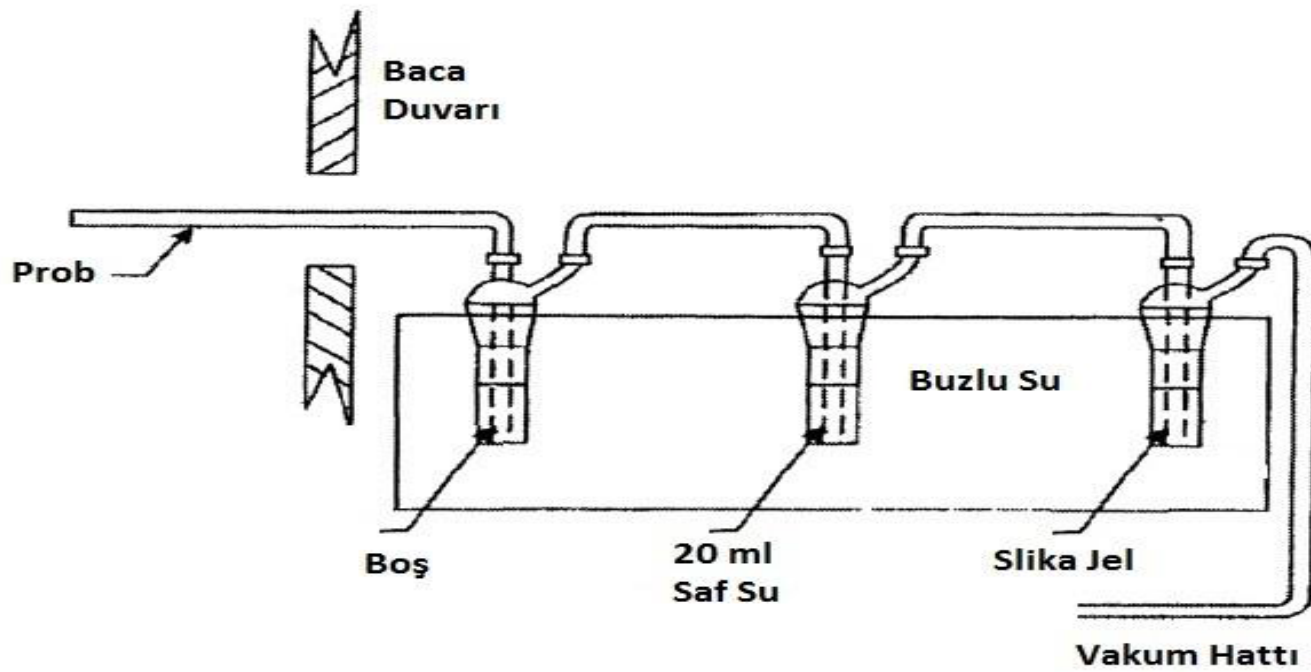
# Amonyak Tayini

## Örnekleme Sonrası

- Filtre tutucudan önceden tartılmış cam yünü filtreyi alınır ve bir petri kabına konulur
- 1. 2. ve 3. impengerlarda bulunan sıvılar temiz bir dereceli silindir ile hepsi ayrı olarak hacimleri belirlenir.
- Daha sonra 250 ya da 500 ml'lik polietilen kaplara alınır.
- 1. 2. ve 3. impengerları ve dereceli silindiri saf su ile yıkanır ve aynı kaba eklenir.
- Filtre tutucu ve ilk impenger arasındaki cam bağlantılar yıkanır ve aynı kaba eklenir.
- Numuneleri uygun saklama ve taşıma koşullarında ( 4 °C ye ayarlı bir buzdolabında) getirilerek İyon kromatografisi ile NH<sub>3</sub> tayini deneyi gerçekleştirilir.

# Formaldehit Tayini

- Baca gazında Formaldehit Tayini EPA METOT 323 Metoduna göre yapılır.
- Yanma bacasındaki bir emisyon numunesi içerisinde formaldehiti absorblayacak buzlu saf su bulunan küçük impinger takımının içerisinde çekilir.
- İmpinger içerisindeki formaldehitin konsantrasyonu, kolorimetrik olarak ölçülecek renkli bir türev oluşturmak üzere asetil aseton reaksiyonu ile tayin edilir.
- Sabit Debili Örnekleme (İzokinetik olmayan)
- **Numune Alma Probu:** Paslanmaz çelik kaplamalı kuvars cam prob, ya da paslanmaz çelik prob.
- **Teflon Boru Sistemi:** Numune probunun impinger serisine bağlanmasını sağlayan teflon borular.
- Isıtılmış numune hattına gerek yoktur, çünkü numune aktarım sistemi yoğunlaşmış formaldehitin geri kazanımı için yıkanır ve yıkama çözeltisi impinger içeriği ile birleştirilip analiz edilir.



Formaldehit Örnekleme Düzeneği

## Örnekleme

Örneklene hattı 3 impengerden oluşur.

- 1. impenger boş (Nemi uzaklaştırmak için)
- 2. impenger 20 ml saf su
- 3. impenger slika jel

**NOT :** İmpenger hattı etrafı buzla doldurulmalıdır. (Biraz su eklenebilir ısı değişiminin başlaması için)

- Çekiş Debisi 0,2 ile 0,4 l/dk arasında olmalıdır. Baca gazındaki formaldehit derişimi hakkında tahmini bir bilgi yoksa çekiş en yüksek numune alma hızı olan 0,4 L/dk kullanılır.

# Formaldehit Tayini

## Örnekleme Sonrası ;

- Örnekleme probunu ve örnekleme borusunu reaktif suyuyla yıkanır. Sonra kapağının içi teflonla kaplı bir 40 mL'lik VOA şişesine impingerda yakalanan muhteva aktarılır.
- Yıkama suları ve yakalanan muhteva VOA şişesinde birleştirildikten sonra, örnekteki boşlukları bertaraf etmek için şişe reaktif suyla doldurulur, bu nedenle metodun deteksiyon limiti artar.
- Numune şişelerini laboratuvara ulaştırana kadar veya analiz edilene kadar buzun üzerinde tutulur.
- Olası numune bozulmalarını minimize etmek için numuneler olabildiğince çabuk analize girmelidir. Daha önce yapılmış sınırlı sayıda analizler baz alınır, soğutucu ortamında fazla tutulmuş numuneler bazı bozulmalar gösterebilir.

# Formaldehit Tayini

- **Saha şahidi:**

- İçerisinde saf su bulunan saha şahidi, her kaynak numune serisi için bir tane olacak şekilde, temiz bir impinger serisine yerleştirilir, numune alınan bölgeye götürülür, ancak numune alınmaz; daha sonra geri kazanılır ve numuneler ile aynı şekilde analiz edilir.
- Saha şahidi sonuçları, numune analizinde kullanılan kalibrasyon standardının en düşük değerinin %50'sinden daha az olmalıdır. Kabul kriteri karşılanmıyorsa sonuçlar şüpheli olarak belirtilmelidir.

- **Analiz:**

- Spektrofotometrik yöntemle, absorbansı 412 nm dalga boyunda yapılır.



# Teşekkürler...

