

FOSFOR TAYİNİ

1. GENEL BİLGİLER

Fosforun Çevre Mühendisliğinde önemli olan formları, orto-fosfatlar ve poli-fosfatlar ve organik fosfatlardır. Organik bileşiklerde bağlı bulunan fosfor, genellikle toplam fosforun küçük bir oranını oluşturur. Yaygın kullanıma sahip fosfat bileşikleri Çizelge 1’de verilmiştir.

Çizelge 1 Yaygın kullanıma sahip fosfor bileşiği örnekleri

<i>Fosfor Bileşikleri</i>	<i>Kimyasal Formülü</i>
Ortofosfatlar:	
Trisodyum fosfat	Na_3PO_4
Disodyum fosfat	Na_2HPO_4
Monosodyum fosfat	NaH_2PO_4
Diamonyum fosfat	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
Polifosfatlar:	
Sodyum hegzametafosfat	$\text{Na}_3(\text{PO}_3)_6$
Sodyum tripolifosfat	$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$
Tetrasodyum pirofosfat	$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

1.1 İÇME VE KULLANMA SULARINDA FOSFOR

Polifosfatlar, su kaynaklarında korozyonu önlemek amacıyla kullanılmaktadır. Polifosfatlar, yumuşatılmış suların kalsiyum karbonat stabilizasyonunda yeniden karbonlama ihtiyacını gidermek için de kullanılırlar.

Bütün yüzey suları azda olsa sucul organizmaların büyümesine olanak sağlar. Yüzeyde yaşayan ve serbest yüzebilen organizmalar plankton olarak adlandırılır. Bunlar, Çevre Mühendisleri için büyük önem arz ederler. Planktonlar hayvan olarak sınıflandırılabilen zooplanktonlar ve bitki olarak sınıflandırılabilen fitoplanktonlardan oluşur. Fitoplanktonlar ağırlıklı olarak alg ve siyanobakterlerden ibaret olup, bu organizmalar klorofil taşıdıklarından büyümeleri sudaki temel besi elementlerinin (N ve P) varlığına büyük oranda bağlıdır. Araştırmalar azot ve fosforun her ikisinin de alg ve siyanobakterlerin büyümeleri için gerekli olduğunu ve bu elementlerin miktarındaki azalmayla birlikte bu organizmalarının büyüme

YTÜ ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

ÇEVRE KİMYASI 2 LABORATUVARI

hızlarının kontrol edilebildiğini ortaya koymuştur. Azot ve fosforun çok olduğu yerlerde rahatsız edici ortam şartlarına yol açacak alg patlamaları vuku bulur. Azot ya da fosforun, yada her ikisinin birden çok kısıtlı miktarlarda bulunması durumunda, alg patlamalarının görülmediği tecrübeyle sabittir. Sucul ortamlarda inorganik fosfor için belirlenen kritik konsantrasyon yaz aylarında 5 µg/L' dir.

1.2 ATIKSULARDA FOSFOR

Evsel atıksu, fosfor bileşikleri bakımından zengindir. Sentetik deterjanların banyolara/mutfaklara girmesinden önce, evsel atıksudaki inorganik fosfor konsantrasyonu genellikle 2 ile 3 mg/L ve organik fosfor konsantrasyonu ise 0,5 ile 1,0 mg/L arasında bulunmaktaydı. Atıksudaki insan kaynaklı inorganik fosforun çoğu, insan atığındaki proteinlerin metabolik olarak parçalanmasından kaynaklanmaktadır. İnsanlar tarafından atılan fosfor miktarı, proteinli gıda alınmasına bağlı olarak değişmekle beraber, kişi başına ortalama 1,5 gr/gün'dür.

Hane temizliği için tasarlanan sentetik deterjanların çoğu, ucuz dolgu malzemesi ve kireç bağlayıcı olarak büyük miktarlarda polifosfat içerirler. Bunların çoğu yapılarında yaklaşık %12–13 fosfor ya da %50'nin üzerinde polifosfat bulundurlar. Bu tip maddelerin sabuna bir alternatif olarak kullanımının artması, evsel atıksulardaki fosfor miktarının büyük oranda artmasına neden olmuştur. Sentetik deterjanların kullanılmaya başlanması ile sucul ortamlardaki fosfor konsantrasyonları 2 ila 3 kat arttığı tahmin edilmektedir.

Atıksu arıtımının biyolojik proseslerinde rol oynayan bütün organizmalar üreme ve yeni hücrelerin sentezi için fosfora gereksinim duyarlar. Bu bakımdan, evsel atıksular içerdikleri organik maddenin stabilizasyonu için gerekli fosfor miktarından çok fazla miktarda fosfor içermektedirler. Bu durum, biyolojik atıksu arıtma tesislerinin çıkış sularındaki fosfor miktarına bakılarak anlaşılabilir. Ne var ki birçok endüstriyel atıksu, arıtımda kullanılan mikroorganizmaların optimum büyüme şartlarını sağlayacak kadar fosfor içermemektedir yada hiç içermemektedir. Bu tarz durumlarda fosfor eksikliği, atıksuya inorganik fosfor eklenmesi yoluyla giderilir.

1.3 ÇAMURLARIN BESİ ELEMENTİ İÇERİĞİ

Aerobik ve anaerobik arıtım çamurlarının bertarafı, atıksu arıtımında büyük bir problemi oluşturmaktadır. Bu tür çamurlar önemli miktarda azot ve fosfor içerdiklerinden arazilerde besi elementi kaynağı (gübre) olarak kullanılabilirler. Çürütülmüş çamurlardaki fosfor oranı genellikle %1 iken, kurutulmuş çamurlardaki fosfor oranı %1,5 civarındadır.

1.4 TERMİK TESİSLERDE SICAKSU/BUHAR DONATILARINDA FOSFOR

Fosfatlı bileşikler buharlı elektrik santralleri ve buhar kazanı buhar ve sıcaksu taşıma borularında kireç oluşumunu engellemek amacıyla sıkça kullanılmaktadır. Burada kullanılan kompleks fosfatlar, yüksek sıcaklıklar altında bozunarak ortofosfatlara dönüşürler. Bu durumun kontrolü, oluşan ortofosfatların zaman içinde tayinleri ile sağlanır.

2. FOSFOR TAYİN YÖNTEMLERİ

Mühendislik uygulamalarında, genellikle orto, poli ve organik formdaki fosfor türü miktarlarının bilinmesi gerekmektedir. Ortofosfat analizlerinde, polifosfatların analiz üzerindeki girişimleri önemsizdir ve ortofosfatlar yeterli derecede bir hassasiyetle ölçülebilmektedir. Poli ve organik formdaki fosfor türleri ise toplam fosfor analizlerinde ortofosfat formuna dönüştürülür. Mevcut fosfor türleri için uygulanacak tayin yöntemleri Şekil 1’de şematik olarak gösterilmiştir.

2.1 ORTOFOSFAT TAYİNİ

Ortofosfat formda bulunan fosfor (H_3PO_4 , $H_2PO_4^-$, HPO_4^{2-} ve PO_4^{3-}) gravimetrik, volumetrik ve kolorimetrik metotlar kullanılarak kantitatif olarak ölçülebilmektedir. Suda çok yüksek fosfat miktarı bekleniyorsa tayin için gravimetrik metot kullanılabilir. Ancak, böyle yüksek konsantrasyonlu durumlar mühendislik uygulamalarında çok sıkça karşımıza çıkmamaktadır. Volumetrik metot ise fosfat konsantrasyonun 50 mg/L’yi aştığı durumlarda kullanılmaya uygundur. 50 mg/L’yi aşan durumlara, buhar kazanlarında ve anaerobik çürütücülerin üst kısımlarında biriken sularda rastlanmaktadır. Bu metot bir çökelek oluşturma, çökeleğin süzülmesi, sulandırılması ve titrasyonundan ibarettir. Ancak çok vakit alır. Su ve atıksu analizlerinde kolorimetrik metotlar önerilir.

Ortofosfat tayininde üç kolorimetrik metot kullanılmaktadır. Bu metotlar, esasen aynı olmasına rağmen, renk oluşumu için kullanılan reaktiflerde farklılık gösterirler.

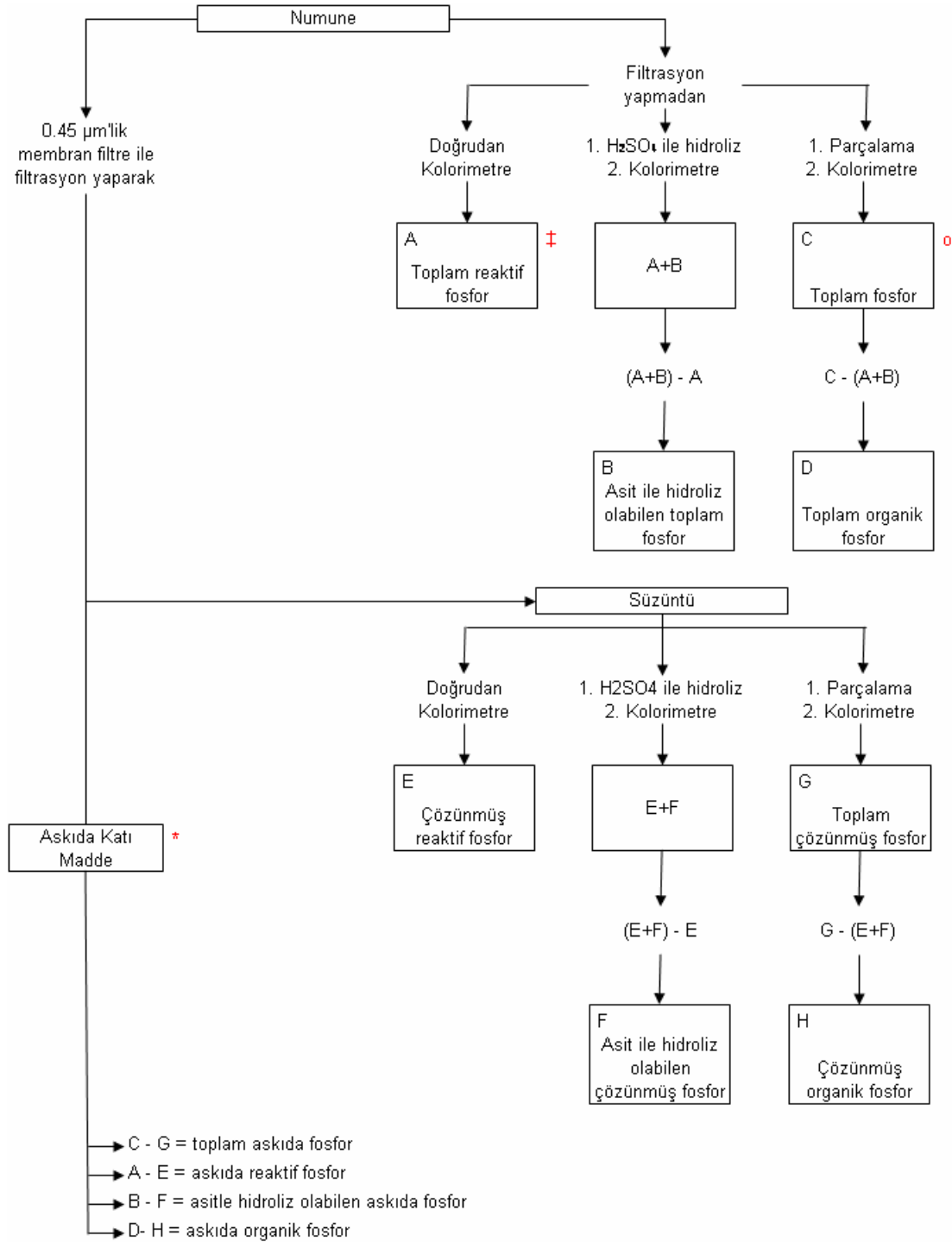
Kullanılan kolorimetrik yöntemler aşağıda sıralanmıştır:

A-Vanadomolibdofosforik Asit Kolorimetrik Yöntemi

B-Kalayklorür Yöntemi

C-Askorbik Asit Yöntemi

YTÜ ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
ÇEVRE KİMYASI 2 LABORATUVARI



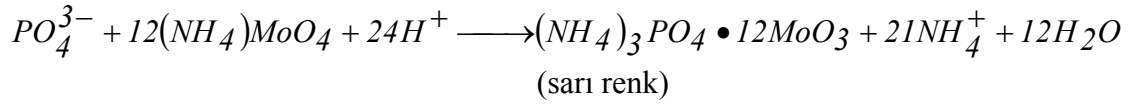
* Fark bulma ile elde edilenden daha büyük kesinlik arzu ediliyorsa, üzerinde askıda madde barındıran membran filtrenin doğrudan okunması gerekmektedir. Filtre HNO₃ ile parçalanır ve perklorik asit kullanılır. En son kolorimetri ile sonuç belirlenir.

° Çok büyük miktarlarda tuzun, numune hacmini büyük ölçüde azaltan parçalama teknikleri neticesinde çökmesinden dolayı, çok tuzlu numunelerde toplam fosfor tayini zor olabilir. Bu tip numunelerde toplam fosfor analizi için, doğrudan toplam çözünmüş fosfor ve toplam askıda fosfor belirlenir ve toplanır.

‡ Toplam çözünmüş ya da toplam askıda reaktif fosfor tayininde, büyük miktarlarda askıda sediment içeren numunelerde anormal sonuçlar elde edilebilir. Bu analizlerden elde edilen sonuçlar, sıklıkla, ortofosfatın askıda partiküllerden zamana bağlı desorpsiyonu sebebiyle, numunelerin analiz süresince maruz kaldığı karışma derecesine bağlı olur.

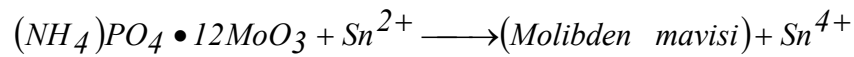
Şekil 1: Fosfor türleri ve analizlerinin şematik gösterimi

Bu deney föyünde B-Kalayklorür Yöntemi üzerinde durulmuştur. Bu metotta gerçekleşen kimyasal işlemler aşağıdaki gibidir. Fosfat içeren numuneye öncelikle amonyum molibdat $((NH_4)_2MoO_4)$ ilave edilir. Bu eklenen amonyum molibdat ortamdaki fosfat iyonuyla asidik şartlar altında bir molibdofosfat kompleksi oluşturur:



Eğer ortamda fosfat miktarı çok fazla ise oluşan molibdofosfat süzülerek volumetrik tayinde kullanılabilecek sarı bir çökelek oluşturur. Daha düşük konsantrasyonlarda oluşan bu sarı renk kolorimetrik orta seviye fosfat tayini için bir taban oluşturur. Su ve atıksu analizinde genel olarak karşılaşılan 30 mg/L' nin altındaki fosfat konsantrasyonlarında ise bu sarı renk fark edilebilir seviyenin altında kaldığından renk oluşumu için farklı bir yol takip edilir. Bu durumda yapılacak olan bir modifikasyonda ortama vanadyum ilave edilerek çok daha şiddetli bir sarı renk veren vanadyomolibdofosfat asit kompleksinin oluşması beklenir ki bu renkle mg/L ve daha alt seviyelere kadar fosfor analizi yapılabilmektedir.

Ayrıca amonyumfosfomolibdat içinde barınan molibdenin, indirgendiğinde, şiddeti ortamdaki fosfat miktarıyla doğru orantılı olan mavi renkli bir çözelti verdiği de bilinmektedir. Ortamda fazladan bulunan amonyum molibdatın (en başta ilave edilmişti) indirgenmemesi de bir girişime neden olmaması açısından çok önemlidir ki zaten fazla amonyum molibdat bu durumda indirgenmez. Bu indirgeme işlemi için askorbik asit yada kalay klorür kullanılabilir. Ortama eklenen kalay klorürle birlikte amonyumfosfomolibdattaki molibden indirgenerek mavi renk verir. Oluşan renkli bileşik molibden mavisi ya da heteropolik mavi olarak adlandırılır. Kalay klorürün kullanıldığı işlem sırasında gerçekleşen kimyasal reaksiyon kalitatif olarak aşağıdaki şekilde ifade edilebilir.



Kalay klorür kullanılırken yüksek miktarlardaki girişimlerin varlığında hassasiyet ve doğruluk derecesini artırmak için bir ekstraksiyon prosedürü uygulanabilir. Bu durumda kalay klorür eklenmeden evvel benzen izobütanol çözeltisi kullanılarak fosfomolibdat numuneden özütlenabilir.

2.2 POLİFOSFAT TAYİNİ

Polifosfatlar numuneye sülfürik asit ilave edildikten sonra en az 90 dakika kaynatmak suretiyle ortofosfatlara dönüştürülebilir. Ancak daha sonra hidrolizi hızlandırmak maksadıyla eklenen fazla asiti gidermek için nötralizasyon yapılmalıdır. Bu nötralizasyon işlemi, numuneye fenolftalein indikatörü ilave edildikten sonra güçlü bir baz ile yapılabilir. Fenolftaleinin dönüm noktası pH 8.2 civarında olup analiz için yeterlidir. Bütün bu işlemlerden sonra ortamdaki toplam inorganik fosfor ortofosfat formunda olacağından ortofosfat tayini için anlatılan metotlardan biri kullanılarak ortamdaki toplam fosfor bulunabilir.

Eğer ortamdaki orto ve poli formdaki fosfor miktarı ölçülmek isteniyorsa iki numune hazırlanır. Bunlardan birinde doğrudan ortofosfat tayini yapılırken diğerinde öncelikle polifosfat dönüşümü yapılarak oluşan ve önceden mevcut olan toplam ortofosfat ölçülür. İki sonuç arasındaki fark ortamdaki polifosfat miktarını verecektir.

$$\text{Toplam inorganik fosfat (TİF)} = \text{ortofosfat (OF)} + \text{polifosfat (PF)}$$

2.3 ORGANİK FOSFOR TAYİNİ

Çevre Mühendisleri endüstriyel atıksu ve çamurlardaki organik fosfor miktarını belirlemek zorundadır. Bu analiz, organik fosforun parçalanmasını ve bu suretle fosfat iyonuna dönüştürülmesini gerektirir. Ortamdaki organik maddeler standart metotlarda belirtilen üç ayrı ıslak oksidasyon yada ayrıştırma metotlarından biri ile parçalanabilirler. Prosedürler arasındaki fark oksidantlar olup, oksidant olarak perklorik asit, nitrik asit-sülfürik asit karışımı ya da persülfat kullanılır. Bunların arasında en güçlü ve en zararlı olanı perklorik asittir. Ayrıştırma işleminde patlamalardan kaçınmak için özel kapaklar kullanılmalıdır. Bu nedenlerle analiz tecrübeli kişiler tarafından veya onların nezaretinde yürütülmelidir. Ayrıştırma işi için persülfat ile oksidasyon kısmen daha emniyetli olduğundan istenirse tercih edilebilir.

Ayrıştırma işlemi tamamlandıktan sonra, ortamdaki tüm fosfat iyonları, ortofosfat tayini ölçülür. Ölçülen fosfat miktarı toplam fosfordur (TP). Toplam fosforla inorganik fosfor arasındaki fark, organik fosforu vereceğinden sadece organik fosfor ölçülmek isteniyorsa yine iki farklı numune hazırlanmalıdır. Bu numunelerden birinde toplam inorganik fosfor (TİF) tayini yapılırken diğerinde toplam fosfor (TP) tayini yapılır.

3. ÖĞRENCİ LABORATUARINDA FOSFOR TAYİNİ İÇİN YAPILACAK UYGULAMALAR

3.1 KALAY Klorür METODU İÇİN KALİBRASYON EĞRİSİNİN OLUŞTURULMASI

Fosfor tayini, kalay klorür metodu ve optik yöntemle yapılacak olup, kalay klorür metodu kullanılarak fosforun farklı formlarının ölçülmesi için uygulanması gereken prosedürler aşağıda sırasıyla açıklanmıştır. Düşük fosfor konsantrasyonunun tayini için kullanılan kalay klorür metodunun uygulanmasında gerekli olan kalibrasyon eğrisinin oluşturulması anlatılmıştır.

3.1.1 KULLANILAN ARAÇ VE GEREÇLER

- 690 nm dalgaboyunda ölçüm yapabilen spektrofotometre ile 1 cm ışık yollu küvet
- 7 adet 100 ml erlen
- 1 adet 5 ml, 1 adet 2 ml pipet

3.1.2 KULLANILAN REAKTİFLER

1. Amonyum molibdat: 175 mL distile su içinde 25 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözülür. 280 mL konsantre sülfürik asit 400 mL distile suya boşaltılır. Asit çözeltisi soğutulur ve üzerine amonyum molibdat çözeltisi eklenip 1 L'ye tamamlanır.

2. Kalay klorür çözeltisi: 2,5 g taze $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 100 mL gliserol içinde çözülür. Su banyosunda ısıtılırken bir yandan da cam çubuk ile karıştırılarak çözünme işlemi hızlandırılır. Bu reaktif stabil olduğunda korumaya ya da özel teçhizata ihtiyaç duyulmaz.

3. Standart fosfat çözeltisi: 219,5 mg KH_2PO_4 suda çözülür ve 1000 mL'ye tamamlanır. Öyle ki 1 mL çözeltide $50,0 \mu\text{g PO}_4^{3-}\text{-P}$ vardır.

3.1.3 DENEYİN YAPILIŞI

- Standart fosfat çözeltisinden 8 mL alınıp bir erlende 100 mL'ye seyreltilir. Oluşan çözelti $4 \text{ mg/L PO}_4^{3-}\text{-P}$ içerecektir.
- Oluşan çözeltiden 50 mL alıp 100 mL'ye seyreltilir. Yeni hazırlanan çözeltideki $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ konsantrasyonu 2 mg/L olur. Bu şekilde seyreltmeye devam edilirse aşağıdaki konsantrasyonlar ve hacimlerde 6 adet $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ çözeltisi elde edilmiş olur. 0.1 mg/L lik konsantrasyon elde edebilmek için bu çözeltiden 40 mL alınıp 100 mL'ye tamamlanır.

Çizelge 2 Seyreltme sonrası elde edilen 6 adet PO_4^{3-}P çözeltisi

<i>V, mL</i>	<i>C, mg/L</i>
50	4
50	2
50	1
50	0.5
60*	0.25
100	0.1

- Oluşan bu çözeltilerin konsantrasyonunu düşürmek için daha da seyreltme yapılarak hepsinin hacmi 100 mL' ye tamamlanır. 60 mL' lik çözeltiden ise önce 10 L alıp sonra 50 mL distile su eklemek gerekmektedir. Bu çözeltilerle kullanılan 6 adet erlenin dışında 7 no.lu erlene ise sadece 100 mL distile su konularak şahit hazırlanır. Son durumda elde edilen çözeltiler aşağıda verildiği gibi olacaktır.

Çizelge 3 Seyreltme sonrası elde edilen çözeltiler

<i>V, mL</i>	<i>C, mg/L</i>
100	2
100	1
100	0.5
100	0.25
100	0.125
100	0.1
100	0

- Bu çözeltilerin her birine sırasıyla 4 mL amonyum molibdat çözeltisi, 2 mL kalay klorür çözeltisi eklenirken zamanlayıcı başlatılır.
- Kalay klorür çözeltisinin eklenmesinin üzerinden 10–12 dk. geçtikten sonra bütün çözeltilerde 690 nm dalgaboyunda absorpsiyon ölçümü yapılır.
- Elde edilen absorpsiyon değerleri konsantrasyona karşı grafik kağıdına yerleştirilerek lineer regresyon (En Küçük Kareler) metoduyla kalibrasyon eğrisi denklemi çıkarılır.

YTÜ ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

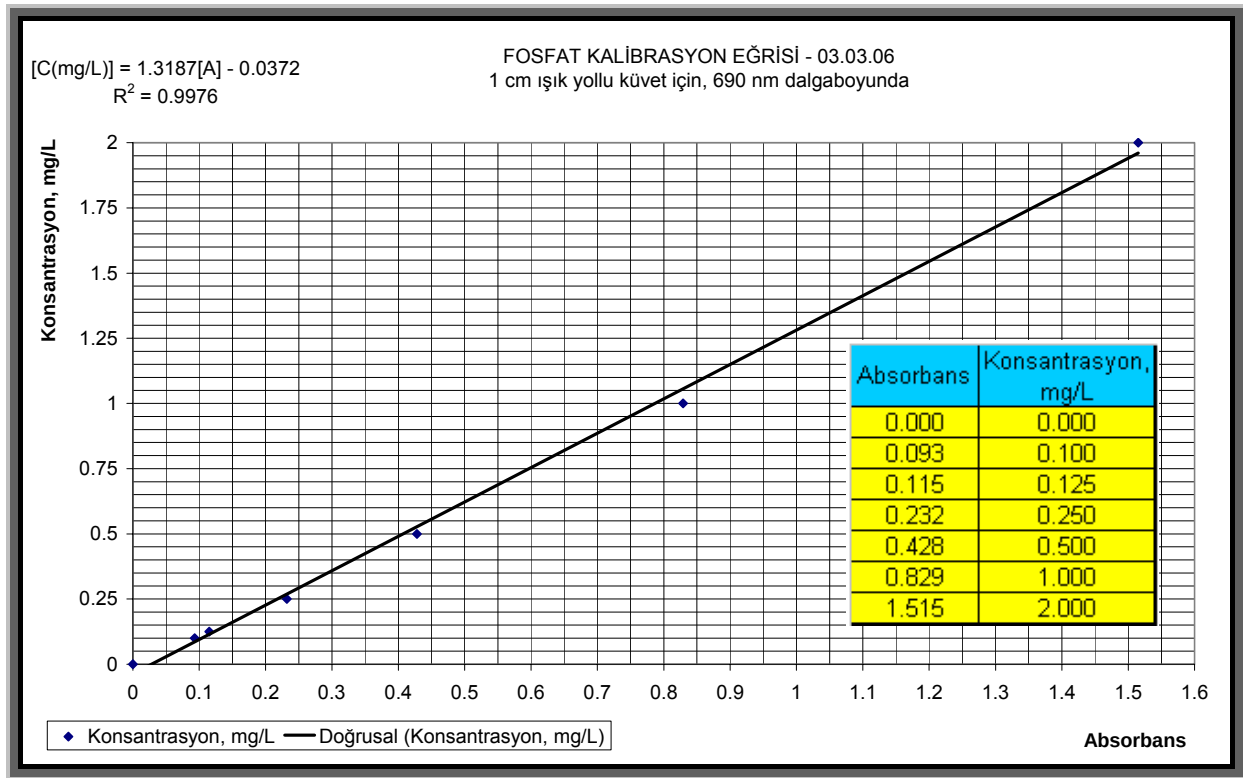
ÇEVRE KİMYASI 2 LABORATUVARI

- Artık kalibrasyon eğrisi kullanıma hazırdır. Ölçülen herhangi bir absorpsiyon değeri kullanılarak bu absorpsiyon değerine karşılık gelen fosfat konsantrasyonu $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ cinsinden hesaplanabilir.
- Son olarak kullanılan bütün aparatların yıkanması unutulmamalıdır.

3.1.4 HESAPLAMA

Şekil 2’de örnek bir absorpsiyon eğrisi ve denklemi verilmiştir. Örnek olması açısından bu eğri kullanılarak absorbansı 0.723 olan bir numunedeki $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ konsantrasyonu aşağıdaki şekilde hesaplanabilir:

$$C = 1.3187A - 0.0372 = 1.3187 * 0.723 - 0.0372 \approx \frac{0.92\text{mgPO}_4^{3-} - \text{P}}{L}$$



Şekil 2: Örnek kalibrasyon eğrisi

3.2 KALAY KLORÜR YÖNTEMİYLE NUMUNEDE ORTOFOSFAT TAYİNİ

Bu metot $\text{PO}_4^{3-}\text{-P}$ konsantrasyonunun çok az olduğu durumlarda kullanılır. Gerekli aparatlar ve deney prosedürü aşağıdaki gibidir. Bu metotla ışık yolu uzatıldığında 7 µg P/L’ ye kadar ölçüm yapılabilir. Ancak 100 µg P/L konsantrasyonun altında bir ölçüm işlemi güvenilirliği artıracaktır.

3.2.1 ARAÇ VE GEREÇLER

Kısım 3.1.1'dekilerin aynısı

3.2.2 REAKTİFLER

1. Fenolftalein indikatörü

2. Kısım 3.1.2'dekilerin aynısı

3. Kuvvetli asit çözeltisi: 600 mL distile suya yavaşça 300 mL konsantre sülfürik asit eklenir. Çözelti soğuduktan sonra 4 mL nitrik asit ilave edilerek 1 L' ye tamamlanır.

3.2.3 Deneyin Yapılışı

- **Ön hazırlık:** 200 µg'dan fazla P içermediği tahmin edilen, renk ve bulanıklık içermeyen 100 mL numuneye 0.05 mL (1 damla) fenolftalein indikatörü eklenir. Fenolftalein indikatörünün eklenmesinden sonra eğer pembe renk oluşursa bu renk gidene kadar kuvvetli asit çözeltisinden yavaşça eklenir. Eğer rengi gidermek için 0.25 mL (5 damla)'dan fazla kuvvetli asit harcanırsa rengin kaybolduğu anda daha küçük bir hacimde numune alınarak 100 mL' ye seyreltilir.



Şekil 3: Fenolftalein indikatörü

- **Renk gelişimi:** Her damlada iyice karıştırmak suretiyle numuneye I no.lu molibdat reaktifinden 4.0 mL ilave edilir. Bunun üzerine 0.5 mL (10 damla) kalay klorür reaktifi I eklenir. Renk gelişim hızı ve oluşan rengin şiddeti çözeltinin son sıcaklığına bağlı olup sıcaklıktaki 1°C artışla birlikte rengin şiddetinde %1'lik bir artış olur. Bu nedenle numuneler, standartlar ve reaktiflerin sıcaklığı 20 ile 30 °C arasında birbirinden en fazla 2 °C daha sıcak ya da daha soğuk olacak şekilde korunmalıdır.



Şekil 4: Kalay klorür eklenmesinden sonra numunedeki renk oluşumu. Rengin şiddeti numunedeki fosfor konsantrasyonuna bağlıdır.

- **Renk ölçümü:** Reaktiflerin eklenmesinden yaklaşık 10-12 dk. sonra 690 nm dalgaboyunda absorbans ölçümü şahit eşliğinde yapılarak sonuçlar daha önce elde edilmiş olan bir kalibrasyon eğrisiyle karşılaştırılır. Işık yoluna bağlı olarak ölçülebilir konsantrasyon aralıkları şöyledir: 0.5 cm ışık yolu için yaklaşık 0.3 ile 2 mg/L arasında, 2 cm ışık yolu için yaklaşık 0.1 ile 1 mg/L arasında, 10 cm ışık yolu içinse yaklaşık 0.007 ile 0.2 mg/L arasında ölçümler yapılabilir.



Şekil 5: Spektrofotometre. Numune, görülen 1 cm ışık yollu küvet içine konularak spektrofotometre ile ölçülür.

3.3 ORGANİK FOSFOR TAYİNİ

Bu metot vasıtasıyla organik fosfor da ortofosfata dönüştürülerek toplam fosfor (TP) analizi yapılabilir. Bu metotta sülfürik asit-nitrik asit, persülfat ya da perklorik asit kullanılabilir. Olsa da burada sülfürik asit-nitrik asit çürütme işlemi anlatılacaktır.

3.3.1 ARAÇ VE GEREÇLER

- **Isıtıcı:** Elektrikli ya da gazla çalışan bir ısıtıcı olabilir.
- Mikro-kjeldahl şişeleri

3.3.2 REAKTİFLER

1. Konsantre sülfürik asit.
2. Konsantre nitrik asit.
3. Fenolfitalin indikatörü.
4. 1 N sodyum hidroksit.

3.3.3 DENEYİN YAPILIŞI

- Kullanılan kolorimetrik metoda bağlı olarak metotlarla ölçülebilecek fosfor konsantrasyon aralığında fosfor içeren numune ölçülerek mikro-kjeldahl şişesine konur.
- Buna 1 mL konsantre sülfürik asit, 5 mL konsantre nitrik asit ilave edilir ve numune parçalama cihazına yerleştirilir. Parçalama fanı açılır.



Şekil 6: Parçalama reaktifine yerleştirilmiş numuneler.

- Şişede 1 mL kalıncaya kadar, sonra da nitrik asiti gidermek için çözelti renksiz oluncaya kadar çürütme işlemine devam edilir (ısıtma yoluyla).



Şekil 7: Parçalama işlemi esnasında oluşan renk.

- Çözeltiyi soğuttuktan sonra 20 mL distile su ve 0.05 mL (1 damla) fenolfitalin indikatörü ilave edilir (Bkz. Şekil).
- Oluşan çözeltiye zayıf pembe renk oluşuncaya kadar 6 N sodyum hidroksit eklenir.



Şekil 8: 6 N sodyum hidroksit ve numuneye eklendiğinde numunede oluşan zayıf pembe renk.

- Partiküler maddelerden ve bulanıklıktan kurtulmak amacıyla gerekirse filtrasyondan sonra numune, 100 mL erlene ya da balonjojeye aktarılır.
- Numune hacmi distile su kullanılarak 100 mL' ye tamamlanır.
- 3.2.3 ve 3.3.3'de anlatılan prosedürler kullanılarak toplam fosfor tayin edilir. Bulunan fosfor konsantrasyonu toplam fosfor olup, bunun içinde toplam organik fosforu bulmak için ayrı bir numuneyle 3.3'de verilen prosedür uygulanır. Toplam fosfor ile polifosfat analizlerinden elde edilen konsantrasyonlar arasındaki fark organik fosforu verecektir.

EK BİLGİ

1. Bazı Endüstrilerin ve su kaynaklarının Fosfor bakımından alıcı ortama deşarj standartları

Çizelge 4. Bazı endüstrilerin Fosfor bakımından alıcı ortama deşarj standartları

<i>Endüstri Kolu</i>	<i>Birim</i>	<i>2 Saatlik Kompozit Numune</i>	<i>24 Saatlik Kompozit Numune</i>
Katı Artık Değerlendirme ve Bertaraf Tesisleri	mg/lt	2	1
Karışık Endüstriyel Atık Suların Alıcı Ortama Deşarj Standartları	mg/lt	2	1
Kimya Sanayi (Plastik Maddelerin İşlenmesi ve Plastik Malzeme Üretimi)	mg/lt	2,5	1
Fosforik Asit ve/veya Fosfatlı Kayadan Fosfatlı Gübre Üretimi	mg/lt	35	-
Kömür Hazırlama, İşleme ve Enerji Üretme Tesisleri (Termik Santraller ve Benzerleri)	mg/lt	8	-
Gıda Sanayi (Büyükbaş, Küçükbaş Hayvan Besiciliği ve Tavukhaneler)- (PO ₄ -P)	mg/lt	3	2

Çizelge 5. Kıta içi Su Kaynaklarının Sınıflarına Göre Kalite Kriterleri

<i>Su Kalite Parametreleri</i>	<i>Su Kalite Sınıfları</i>			
	<i>I</i>	<i>II</i>	<i>III</i>	<i>IV</i>
Toplam fosfor (mg P/L)	0.02	0.16	0.65	> 0.65

Çizelge 6. Göller, Göletler, Bataklıklar Ve Baraj Haznelerinin Ötrofikasyon Kontrolü Sınır Değerleri

<i>İstenen özellikler</i>	<i>Kullanım alanı</i>	
	Doğal koruma alanı ve rekreasyon	Çeşitli kullanımlar için (doğal olarak tuzlu, acı ve sodalı göller dahil)
Toplam fosfor (m (mg/L))	0.005	0.1

Çizelge 7. Derin Deniz Deşarjına İzin Verilebilecek Atıksuların Özellikleri (Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği, 1998)

<i>Parametre</i>	<i>Sınır</i>
Toplam Fosfor (mg/lt)	10

Doğrudan deşarj edilmesi düşünölen atık suyun kirlletici özelliklerinin, Çizelge III’de verilen değlererin altında olması ve daha yüksek değlere izin verilmediğı için bu tür atık suların derin deşarjı öncesi arıtmaya tabi olmaları gerekir.

ÖDEV PROBLEMLER

1. Fosforun su kirliliğı kontrolündeki önemini açıklayınız.
2. Ortofosfatlar, polifosfatlar ve organik fosfor arasındaki fark nedir? Hangi formdaki fosfor kolorimetrik olarak ölçülebilir?
3. Üç farklı fosfor formunun hepsini birden hesaplamak için yapılması gereken analizi açıklayınız?
4. Bakteriyel aktiviteyi önlemek için asitlendirilerek analizden önce birkaç gün boyunca saklanmış olan bir numunede ölçölen ortofosfat konsantrasyonu, bu işlemler yapılmadan ölçölmesi beklenen konsantrasyondan yüksek mi, düşük mü, yoksa o konsantrasyona eşit midir? Neden numune koruma gerekmiştir?
5. Yüzeyssel suda tespit edilen organik fosfor konsantrasyonu ile suda bulunan hangi mikroorganizma ilişkilendirilebilir. İlişkilendirilebiliyor ise, analizle bulunan her µg org. P/l’nin suda ne kadar bu mikroorganizmanın bulunduğunu ifade edebilecektir? Araştırınız.