



T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ

Mühendislik Fakültesi

Çevre Mühendisliği Bölümü

Çevre Kimyası Laboratuvar II

Kolorimetrik Fosfat Tayini

3. Hafta

özenilen üniversite

DENEY 3

KOLORİMETRİK FOSFAT ANALİZİ

DENEYİN AMACI

1. Optimum dalga boyunun seçimine göre uygun yöntemi gösterme
2. Kolorimetrik analizlerin genel prensiplerinin gösterilmesi
3. Sudaki fosfat konsantrasyonunun tayini

TEORİ

Fosfor, genelde kirli sularda, ortofosfat ve polifosfat hallerinde bulunur. Bütün polifosfatlar, sulu çözeltilerde göreceli olarak hidroliz olup, ortofosfata dönüşürler. Bu dönüşümün hızı sıcaklığa bağlıdır ve sıcaklık kaynama noktasına yaklaştıkça hızlanır. Ayrıca bu hız, çözeltinin pH sını düşürerek de hızlandırılabilir.

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.

Ortofosfat formda bulunan fosfor (ve) 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. $=-44243\text{HPO}_4\text{POH}, \text{POH}-34\text{PO}$

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

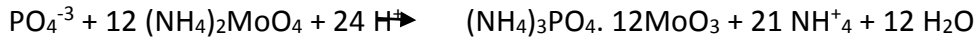
B-Kalayklorür Yöntemi

C-Askorbik Asit Yöntemi

Kolorimetrik “vanadomonlybdophosphoric” asit metodu ortofosfatların ölçümü için seçilmiştir. Vanadyumun bulunduğu ortamda sarı renk oluşur. Bu sarı rengin yoğunluğu fosfat konsantrasyonu ile doğru orantılıdır. Bu metod düşük fosfat iyonu konsantrasyonları için kullanılır (4-18 mg/l). Renk yoğunluğunun ölçümü spektrofotometre kullanılarak yapılır. Bu metodu kullanarak, numuneye önceden filtrasyon, hidroliz ya da sindirme işlemi yapmadan, ortamdaki toplam çözünmüş ve askıdaki ortofosfat değeri bulunur.

Bu deney föyünde B-Kalayklorür Yöntemi üzerinde durulmuştur. Bu metotta gerçekleşen kimyasal işlemler aşağıdaki gibidir. Fosfat içeren numuneye öncelikle amonyum molibdat ilave edilir.

Ortofosfat, aşağıda görüldüğü gibi, asidik çözelti içinde amonyum molibdat ile birleşip, amonyum fosfo molibdat oluşturur.



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.



Bir çözeltinin spektrofotometrik metodla kantitatif olarak analiz edilebilmesi için, absorbans ölçümlerinin yapılacağı dalga boyunun seçimi ve sistemin “Beer Kanunu”na uymasını sağlamak için bir çok ön ölçümlerin yapılması gerekir. Dalga boyu seçimi genelde absorpsiyon spektrumunun analizine dayanır ki bu da bir çözeltinin absorplama karakterlerini dalga boyunun bir fonksiyonu olarak belirtir. Maksimum hassasiyet, maksimum absorpsiyonun ulaştırıldığı dalga boyunda elde edilir. Mümkünse, absorpsiyon spektrumunun düz kısmına denk gelecek yerden bir dalga boyu seçilir.

Bu seçilen dalga boyu kullanılarak, değişik konsantrasyonlardaki bir seri çözeltinin absorbans değeri ölçülür. Orjinden geçen bir doğru olan absorbansa karşılık konsantrasyon çizimi, Beer Kanunu’nun bu çözeltiye uygulanabilirliğini gösterir. Optimum dalga boyu bulunduktan sonra, tüm tayinler bu seçilen dalga boyunda yapılmalıdır.

Bu yöntem 30 g/l’ye kadar düşük konsantrasyonlarda fosfat tayininde kullanılır. As (>0,1 mg/l), Cr⁺⁶ (>10 mg/l), NO₂ (>10 mg/l), Na₂S (>1 mg/l) ve S₂O₃⁻² (>10 mg/l) konsantrasyonlarında bozucu etkiye sahiptir.

ALETLER

- Spektrofotometre (690nm 'de 1 cm ışık yollu küvet)
- Pipetler, balon joje ve erlenler

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 saf su içinde çözünür ve litreye tamamlanır (1 ml = 50 μg $\text{PO}_4\text{-P}$).
4. Bilinmeyen çözelti:
 - a) 0,2 g , fosfat içeren bir deterjan çözünüp, 1 L'ye tamamlanır. Ayrıca üzerine 0,02 g kömür tozu eklenir.
 - b) 0,2 g fosfat içeren bir kaba litrelik çözeltiye ise 0,02 g cam tozu eklenir.

YÖNTEM

- i. Çözeltinin absorpsiyon spektrumunu belirlenmesi (kantitatif analizler için uygun dalga boyu bulunur ve deneye devam etmeden önce bu seçilen dalga boyunu kontrol edilmelidir.)
- ii. Aşağıdaki yöntemi kullanarak seçilen optimum dalga boyunda kalibrasyon eğrisi hazırlayınız.
Kalibrasyonun hazırlanışı: Stok çözeltiden 0,1-0,2-0,4-0,8-1,2-1,6-2,0-3,0-4,0 ml alıp saf suyla 100 ml'ye seyreltilir. Böylece sırasıyla 0,05-0,1-0,2-0,4-0,6-0,8-1,5-2,0 mg/l $\text{PO}_4\text{-P}$ konsantrasyonlarında standart çözelti hazırlanmış olur.

Bu çözeltilerin her birine sırasıyla 4 mL amonyum molibdat çözeltisi, 2 mL (8 damla) kalay klorür çözeltisi eklenirken zamanlayıcı başlatılır. Kalay klorür çözeltisinin eklenmesinin üzerinden 10–12 dakika geçtikten sonra bütün çözeltilerde 690 nm dalga boyunda absorpsiyon ölçümü yapılır. Elde edilen absorpsiyon değerleri konsantrasyona karşı grafik kağıdına yerleştirilerek lineer regresyon (En Küçük Kareler) metoduyla kalibrasyon eğrisi denklemi çıkarılır.

- iii. Bilinmeyen numuneleri gözenek boyutu bilinen filtre kağıtlarından süzünüz. Bu numuneleri filtreli ve filtresiz olarak ii. adımda olduğu gibi ölçünüz.

VERİLER

1. Absorbans kontrolü için 350nm ile 700 nm dalga boyları arasında 25nm artışlarla absorbans değerlerini gösteren bir tablo oluşturunuz.
2. Kalibrasyon eğrisi için okunan belli konsantrasyonlara karşılık gelen absorbans değerlerinin sıralandığı bir tablo oluşturunuz.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1. PO₄-P için absorpsiyon spektrumunu çizin ve kantitatif analizler için en iyi dalga boyunu seçiniz.
2. Absorbansa karşılık PO₄-P konsantrasyonlarının (mg/l) seçilen dalga boyundaki okumalarını lineer grafik kağıdına çizin.
3. Standart kalibrasyon eğrisi ve denklemini kullanarak, bilinmeyen numunelerin PO₄-P konsantrasyonlarını tayin ediniz.

TARTIŞMA SORULARI

1. Gözenek boyutu bilenen bir ortamda filtrasyon yapılmasının önemini açıklayınız.
2. Filtreli ve filtresiz bilinmeyen numunelerin PO₄-P konsantrasyon değerlerini karşılaştırınız.
3. Elde edilen sonuçlardaki kömür tozu ve cam tozunun etkilerini tartışınız.
4. Fosfat tayininin çevre mühendisliği pratiğindeki önemini tartışınız.