

❖ Genel Bilgiler

Fosfor organik ve inorganik formda bulunabilir. Ortofosfatlar (PO₄⁻³) çözülmüş inorganik fosforun oksitlenmiş formunun bir ölçüsüdür. Fotosentezde en kullanılabilir fosfor formudur. Yüksek ortofosfat konsantrasyonları genelde yosun kaynaklıdır. Endüstriyel atıksu tarımsal aktiviteler ve evsel atıklarda deterjan içerikleri temel fosfor bulaşma kaynakları arasında yer alır.

❖ Numunenin Alınması ve Hazırlanması

- Numune bekletmeden analiz ediniz.
- Analizde kullanılan malzemelerin temizliğinde fosfatsız deterjan kullanılmalıdır. Alternatif olarak, % 10 luk HCl içerisinde birkaç saat bekletilmelidir.
- Numunenin başlangıç pH değeri 0 ila 10 arasında olmalıdır. Gerekirse 1M NaOH veya Sülfürik asit ile ayarlama yapınız.
- Bulanık numuneleri süzünüz.
- Numune sıcaklığı: 10-40 °C aralığında olmalıdır.
- Okuma ortamının renk stabilitesi 60 dakikadır.

❖ Prosedür

5 ml. numuneyi pipetle test tüpüne alınız.

Test tüp kapağını sıkıca kapatıp karıştırınız.

Uygulama seçenekleri bölümünde gösterilen yöntemlerden biri tercih edilerek okuma yapılır.

❖ Uygulamalar

İçme ve Yüzey suları; deniz suyu, evsel ve endüstriyel atık sular

❖ Metot

Sülfürik asitli çözelti ortamında ortofosfat iyonları amonyum ve amonyum heptamolibat ile fotometrik olarak tayin edilebilen turuncu-sarı renkli molibdovanado-fosforik asit (VM) kompleksi vermek üzere reaksiyona girer. Analiz ile yalnızca ortofosfatlar tayin edilir.

Kullanılan Metot SM 4500-P C ye eşdeğerdir.

ISO 17381 Su kalitesi-kullanıma hazır test kit metotlarının su analizlerinde seçimi ve uygulanması standardına göre kantitatif fotometrik küvet/tüp test metodu kategorisindedir.

Metot ISO 17381 standardına uygun olarak, Analitik kalite güvencesi bölümünde tanımlı analitik performans ile içme suları ve atıksulardaki Fosfat seviyelerinin yasal limite uygunluğunun kontrol analizlerinde kullanılır.

Ölçüm kısmı için, test kiti yanında ihtiyaç duyulan temel Laboratuvar cihaz ve aparatları: fotometre/spektrofotometre cihazı ve 5 mL hacim transferine uygun tercihan tek kullanımlık veya iyi temizlenmiş cam pipettir.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

Fotometrik ölçüm sistemini ve çalışma yöntemini kontrol etmek için (test reaktifleri, ölçüm cihazı, metodun uygulanması), standart Fosfat çözeltisi kullanılabilir.

(50 mg/L PO₄⁻³) Standard değeri kullanılarak set edilmesi tavsiye edilen Kalite kontrol kartı, alt ve üst kontrol limit değerleri (45-55 mg/L PO₄⁻³) dir.

❖ Uygulama Seçenekleri:

Bu kit her marka fotometrede üç farklı şekilde kullanılabilir.

- 1) Kalibrasyon grafiğine dayalı kullanım
- 2) Program uyumlu cihazlarla
- 3) Laboratuvar şartlarında Metot validasyonu ile

Seçeneklere ait açıklamalar:

1) Doğrudan Abs okuyarak

Numunenizin mg/L PO₄⁻³ değerini, cihazınızın **410 nm** dalga boyunda, **16 mm yuvarlak test kit tüpü için** referans spektroda elde edilen **k** katsayı değerlerini kullanabilirsiniz.

Numunenizin mg/L PO₄⁻³ değerini, cihazınızın **410 nm** dalga boyunda, cihazınızı saf su ile sıfırladıktan sonra, Absorbans değerini okuyarak **C = k x Abs.** Formülü ile bulabilirsiniz. Formül terimleri: **C:** mg/L PO₄⁻³ **k:** Kalibrasyon faktörü; **Abs:** İlgili dalga boyunda saf suya karşı sıfırlandığında cihazınızdan okunan Absorbans değeridir. Örneğin: kite ait test tüpü ile okuma yapıldığında, cihazınızın **410 nm.** de şahide karşı absorbansı 0,520 olsun; kite ait varsayılan k değeri, 16 mm tüp test için **41,2** olduğundan, mg/L PO₄⁻³ değeriniz **C = 41,2 x 0,520 = 21,4 mg/L PO₄⁻³** olur. (En doğru değerler için, kutu etiketinde verilen CF faktörü ile tabloda belli bir küvet tipi için verilen **k** değerini ile çarparak lot spesifik **k** faktörünü bulabilirsiniz).

2) Program Uyumlu Cihazlarla

Matriks Kit programı taşıyan cihazlarda bu kite ait katalog numaralı programı seçiniz. Merck kitlerine programlı cihazların (**69**) nolu metodu veya 14546 katalog nolu kitine ait programı seçilerek kullanıldığında, mg/L PO₄⁻³ değeri doğrudan cihazdan okunur.

3) Metot Validasyonu ile

Matriks kitlerini kendi laboratuvar şartlarınıza özel kalibrasyonu ve ISO 8466-1 e göre hesaplayacağınız metot performans verileriyle kullanabilirsiniz. Ayrıntılı bilgi için uygulama dokümanı talep edebilirsiniz.

❖ Metodun Karakteristik Verileri

Referans bir spektrofotometrede yapılan çalışmada, ISO 8466-1 e göre aşağıdaki metod performans verileri elde edilmiştir.

Metodun std. Sapması (mg/L PO ₄ ⁻³)	± 0.35
Metodun varyasyon katsayısı (% CV)	0.9
Hassasiyet (mg/L PO ₄ ⁻³) / (0,010 Abs)	0,4

❖ Küvet tiplerine göre kalibrasyon faktörleri

Küvet tipi	k faktörü
16 mm Kit Test tüpü	41.2
10 mm	55.6

❖ Notlar:

- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.
- Test kiti lotları ile program uyumu arasındaki fark ± % 3 toleransa sahiptir. Temel olarak Analitik kalite güvencesi bölümünde anlatılan tedbirlerle bu kit tek ölçümde maximum ± %10 hata şartlarında kullanılabilir.
- En iyi ölçüm performansı için laboratuvarında, bilinen standartlara karşı tercih, 3 paralel sonuçla ortanca alınan, ölçüm aralığı boyunca eşit dağıtılmış en az 6 noktalı standard değere karşı kalibrasyonla kullanılması önerilir.

❖ Bazı cihaz modelleri için ilave bilgiler:

- Nova, Pharo ve WTW modellerinde doğrudan ilgili programlarda şahitsiz okuma yapılır. İlgili cihazlar için uygun program numarası 69 dur.
- Cecil, Aquamate ve Aqualine serisi cihazlarda, ilgili katalog numarası seçilip şahit ile sıfırlama yapıldıktan sonra okuma yapılır.

❖ Kalite Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri	Uygulama Periyodu
Metod Kalibrasyon Kontrolü	Referans değerden maksimum sapma ± % 10 sapma.	Çalışma seansı başına 1 adet
Paralellerarası Sapma Kontrolü	% 95 güven aralığında rastgele hata limiti İki paralel analiz sonucunun ortalamadan farkı % 4 den daha büyük olmamalıdır.	<ul style="list-style-type: none"> Çalışma seansı başına 1 numuneye uygulanır. Yasal Limit aşan tüm numunelere
Raporlama Limit Kontrolü	Ölçülebilen en küçük değer limiti Metot Tespit Limiti (MTL) = ± 3.14 Sr Metot Raporlama Limiti = ± 3 MTL	6 ayda 1 uygulanması önerilir.

Sr= Tekrarlanabilirlik standart sapması

❖ Girişimler:

Aşağıdaki mg/L yada % seviyeleri alt girişim sınırlarıdır.

Co ⁺² 100	SO ₃ ⁻² 1000	Mn ⁺² 1000
S ⁻² 10	NO ₂ 1000	NH ₄ ⁺ 1000
Ca ⁺² 1000	Cr ⁺³ 50	Ni 500
Fe ⁺³ 10	Cr ₂ O ₇ ⁻ 5	Pb ⁺² 10
Ag ⁺¹ 1000	Mg ⁺² 1000	Cd ⁺² 1000
Cu ⁺² 1000	NaNO ₃ % 20	CN ⁻ 1000
Zn ⁺² 1000	NaCl % 20	NaSO ₄ % 20