

❖ Genel Bilgiler

Fosfor organik ve inorganik formda bulunabilir. Ortofosfatların (PO₄⁻³) miktarları çözülmüş inorganik fosforun oksitlenmiş formunun bir ölçüsüdür. Fotosentezde en elverişli 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

- Numuneyi bekletmeden analiz ediniz.
- Analizde kullanılan malzemelerin temizliğinde fosfatsız deterjan kullanılmalıdır. Alternatif olarak, % 10 luk HCl içerisinde kullanılacak malzeme 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.

❖ Uygulamalar

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

❖ Prosedür

A) Analiz

1 ml. numuneyi pipetle reaksiyon tüpüne alınız ve karıştırınız.

(Toplam fosfor tayini için çözümlendirme safhasını uygulayınız (Bölüm B). Ortamda bulunan ortofosfat iyonlarının tayini için çözümlendirme uygulanmaz.)

R-2P reaktifinden **5 damla ilave** ediniz. Test tüp kapağını sıkıca kapatıp karıştırınız.

R-3P reaktifinden **1 doz ilave** ediniz. Test tüp kapağını sıkıca kapatıp tamamen çözümleninceye kadar karıştırınız.

Reaksiyon zamanı olarak **5 dk bekleyiniz.** Uygulama seçenekleri bölümünde gösterilen yöntemlerden biri tercih edilerek okuma yapılır.

B) Toplam Fosfor tayini için çözümlendirme safhası

R-1P reaktifinden **1 doz*** ilave ediniz. Test tüp kapağını sıkıca kapatıp karıştırınız.

120 °C ye ayarlı termoreaktörde 30 dk ısıtınız. Süre sonunda test tüplerini bir tüplüğe alarak oda sıcaklığına soğumaya bırakınız.

Suyla soğutma yapmayınız.

[*] Numunenin KOİ değeri 750 mg/L den büyük ise iki doz kullanınız.

❖ Metot

Sülfürik asitli çözelti ortamında ortofosfat iyonları ile fotometrik olarak tayin edilebilen molibdo-fosforik asit bileşiği oluşturmak üzere reaksiyona girer. Bu bileşik, Askorbik asit ile Fosfomolibdenmavisi (PMB) bileşiğine indirgenir ve fotometrik olarak tayin edilir. Analiz ile ortofosfatlar tayin edilir. Çözümlendirme safhası uygulandıktan sonra toplam fosfor tayin edilebilir.

Kullanılan Metod; EPA 365.2 ve 3 SM 4500-P E ve ISO 6978/1 e 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 1 mL hacim transferine uygun, tercihan tek kullanımlık veya iyi temizlenmiş cam pipet.

❖ Analitik Kalite Güvencesi

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

(40 mg/L PO₄⁻³) Standard değeri kullanılarak set edilmesi tavsiye edilen Kalite kontrol kartı, alt ve üst kontrol limit değerleri (36-44 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

Numunenin değerini mg/L PO₄⁻³ cinsinden hesaplamak için; **710 nm** dalga boyunda, **16 mm yuvarlak test kit tüpü için** referans bir spektroda elde edilen **k** katsayı değerleri kullanılabilir.

710 nm dalga boyunda, cihaz saf su ile sıfırladıktan sonra, Absorbans değerini okunarak ve **C = k x Abs.** Formülü kullanılarak, numunenin değeri mg/L PO₄⁻³ cinsinden hesaplanabilir. Formül terimleri: **C:** mg/L PO₄⁻³ **k:** Kalibrasyon faktörü; **Abs:** İlgili dalga boyunda saf suya karşı sıfırlandığında cihazdan okunan Absorbans değeri. Örneğin: kite ait test tüpü ile okuma yapıldığında, cihazın **710 nm.** de şahide karşı absorbansı 0,530 olsun; kite ait varsayılan **k** değeri, 16 mm tüp test için **24,7** olduğundan, mg/L PO₄⁻³ değeriniz **C = 24,7 x 0,530 = 13,1 mg/L PO₄⁻³** olur. (En doğru değerler için, kutu etiketinde verilen CF faktörü ile tabloda belli bir kuvvet 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 program seçilir. Merck kitlerine programlı cihazların (**86**) nolu metodu veya 14729 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.

❖ Küvet tiplerine göre kalibrasyon faktörleri

Küvet tipi	Birim	k faktörü
16 mm Kit Test tüpü	mg/L PO ₄ ⁻³ -P	8.1
	mg/L PO ₄ ⁻³	24.7

❖ Notlar:

- Tüm test kitlerinin Lot spesifik kalibrasyon değerlerinin farklı olabileceğine dikkat ediniz.

- Test kiti lotları ile program uyumu arasındaki fark \pm % 3 toleransa sahiptir. Temel olarak Analitik kalite güvencesi bölümünde anlatılan tedbirlerle bu kit tek ölçümde maksimum \pm %10 hata şartlarında kullanılabilir.

- En iyi ölçüm performansı için; tercihan 3 paralel sonuçla, ortanca alınan, ölçüm aralığı boyunca eşit dağıtılmış, en az 6 noktalı standart değere karşı kalibrasyonla kullanılması önerilir.

❖ Notlar:

İfade biçimleri için çevrim faktörleri

PO₄⁻³ den PO₄⁻³-P ye çevrim faktörü: 0,326

PO₄⁻³-P den PO₄⁻³ ye çevrim faktörü: 3,07

❖ Kalite Güvence Planı

Kalite Güvence Elemanı	Kontrol Limitleri	Uygulama Periyodu
Metot Kalibrasyon Kontrolü	Referans değerden maksimum sapma \pm % 10 sapma.	Çalışma seansı başına 1 adet
Paraleller arası 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) = \pm 3.14 Sr Metot Raporlama Limiti = \pm 3 MTL	6 ayda 1 uygulanması önerilir.

Sr= Tekrarlanabilirlik standart sapması

Matriks Kimya Ltd.
KASTAMONU/TÜRKİYE
www.matrikskimya.com

