

## **Piridinyumfosfomolibdat Çöktürmesi Yoluyla Ortofosfatın Dolaylı Atomik Absorpsiyon Spektrometrik Tayini**

**Cemalettin UYAN<sup>1</sup>, Muhammed NALBANT<sup>2</sup>**

<sup>1</sup>Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Sivas, cuyan@cumhuriyet.edu.

<sup>2</sup>Anadolu Tıp Teknolojileri A.Ş. Üretim şefi, Sivas, mnalbant@anadolutip.com.tr

Received: 23.09.2009, Accepted: 12.10.2009

**Özet** Bu çalışmada ortofosfat tayini için çözücü ekstraksiyonu gerektirmeyen, çöktürmeye dayalı, çöktürücü olarak piridinin kullanıldığı bir dolaylı atomik absorpsiyon spektrometrik (AAS) yöntemi geliştirilmiştir. Bu yöntemde ortofosfat, fosfomolibdik asite (PMA) dönüştürülüp piridin ile piridinyumfosfomolibdat halinde çöktürülmekte, oluşan çökelek santrifüjlenerek ayrılmakta, çökeleğin çözülmesi sonrası çözeltinin molibden absorbansı AAS’de nitrozoksit/asetilen alevinde 313,3 nm’de okunmaktadır. Ayar eğrisi ortofosfat fosforu derişimine karşı molibden absorbans sinyalini gösterecek şekilde oluşturulmuştur. Kullanılır aralık 5-30 µg/mL P olarak belirlenmiştir. Yöntem kola içeceklerinin ve çözünür fosfat içeren gübre örneklerinin analizi için uygulandığında doğruluk ve kesinlik açısından iyi sonuçlar elde edilmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Dolaylı AAS analizi, Fosfomolibdat çökmesi, Fosfat tayini, molibden mavisi

## **Indirect Atomic Absorption Spectrometric Determination of Orthophosphate by Pyridiniumphosphomolybdate Precipitation**

**Summary** An indirect AAS method based on precipitation and using pyridine as a precipitating reagent for the determination of phosphate was developed without need to any solvent extraction procedure in this work. In this method, phosphate was precipitated with pyridine as pyridiniumphosphomolybdate after converted to phosphomolibdic acid, the precipitate was centrifuged, redissolved and was measured the molybdenium absorbance by AAS. At 313,3 nm, a calibration curve with the working range between 5-

30 µg/mL P was prepared by plotting the absorbance signal of molibdenium the corresponding phosphorus concentrations (equivalent to ortophosphate and relation to soluble phosphorus). The satisfactory results were obtained in view of accuracy and precision when the developed method was applied to the beverages with cola drinks and fertilizer samples containing soluble phosphorus.

**Key Words:** Indirect AAS analysis, phosphomolybdate precipitate, phosphate determination, molybdenum blue.

## 1. Giriş

Fosfat uzun zamandan beri değişik amaçlı arařtırmalarda ilgi konusu olan kimyasal türlerden biridir. Fosfat, bazı endüstriyel ürünlerde (kolalı içecekler, yapay gübreler, deterjanlar, pestisitler gibi) yer alan, insan sađlıđına ve diđer canlı organizmalara önemli etkileri olan ve çevre açısından önemi gittikçe artan bir türdür. Bu nedenle fosfat tayinleri bazı ürünlerin kalite kontrolünde, besinlerde, çevre arařtırmalarında ve çevre mühendisliđi uygulamalarında önemlidir.

Ortofosfat tayininde kullanılan standart (AOAC (Association of Analytical Chemists)), yöntemleri gravimetrik quinolinium molybdophosphate yöntemi[1] ve spektrometrik yöntemdir (UV-VIS ve kolorimetrik). Spektrometrik AOAC fosfat tayin yöntemlerinde ortofosfat, asitli ortamda fosfomolibdik aside dönüřtürülür ve oluşan ürün molibden mavisine indirgenir, belirli dalga boylarında absorbans ölçülür. Bu işlemleri esas alan UV-VIS spektrometrik veya kolorimetrik yöntemler kullanılan indirgene göre farklı ad alırlar. Bunlar alfa naftol sülfonik asit yöntemi [2], kalay (II) klorür yöntemi [2], antimoniltartarat (veya askorbik asit) yöntemi[1] ve indirgen kullanılmayan ve amonyummetavanadatın eklendiđi “molibdovanadofosfat” yöntemidir [1].

Özellikle gübre analizleri için hala uygulaması görülebilen gravimetrik AOAC yöntemi dođruluk ve kesinliđi yüksek olsa da yavaş ve yorucu olması nedeniyle günümüzde önemi spektrometrik yöntemlerin çok gerisinde kalmıřtır. Spektrometrik AOAC yöntemlerinin de sınırlamaları vardır. Bunlarda absorbans ölçümü görünür bölgede olup ortamda renkli türlerin olması analizi engeller. Ayrıca oluşturulan renk çok kararlı deđildir.

Fosforun AAS ile dođrudan tayini çok zordur [3], ayrıca ortofosfatı ayırt edemez. Fosfat gibi inorganik anyonlar ile organik türleri tayin etmeyi amaçlayan bir yöntem sınıfı da dolaylı AAS'dir. Literatürde fosfatı AAS ile dolaylı tayin eden bir

hayli yöntem çalışması vardır. [4-12]. Bu yöntemlerin çoğu fosfatı fosfomolibdata (PMA) dönüştürmeye dayanır [4-9]. Bunların dışında fosfatı  $MgNH_4PO_4$  halinde çöktürmeye dayalı [10], Mg ve Zn bileşiğine dönüştürmeye dayalı [11], ve farklı olarak fosfatın Zn'nun AAS absorbans sinyalini bastırma etkisini temel alan yöntemler vardır [12].

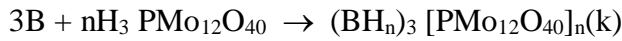
Dolaylı AAS yöntemlerinin tamamına yakınında ayırma vardır ve ayırma genellikle çözücü (sıvı-sıvı) ekstraksiyonu yoluyla yapılır. Analit-metal bileşiğinin ayrılmasında çöktürme yolu daha az görülür. Organik çözücülerin pahalı olması nedeniyle ayırmanın çöktürmeyle yapıldığı analizlerin maliyeti daha düşüktür. Ayrıca çöktürme yöntemlerinin çevre ve insan sağlığına olumsuz etkisi sıvı-sıvı ekstraksiyonu kadar olmaz. Fosfat tayini için PMA oluşumuna dayanan dolaylı AAS yöntemleri içinde yalnız birisinde çöktürmeyle ayırma vardır. O yöntemde yukarıda bahsedilen AOAC yöntemi gravimetrik quinolinium molybdophosphate yöntemindeki çöktürücü quiniocianic reaktifi aynen kullanılmıştır. Bu reaktif kinolinden yola çıkarak 24 saat bekleme ve süzme gerektiren yorucu bir süreç sonunda elde edilmektedir [1, 4].

Yukarıda bahsedilen çalışmalardan sonra (1994'den 2009'a kadar) literatürde fosfatın dolaylı AAS yolla tayini ile ilgili bir çalışmaya rastlanmamıştır.

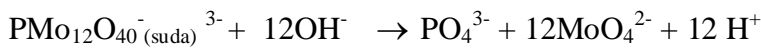
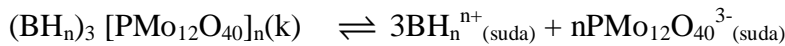
Bu çalışmada ortofosfat tayini için ekstraksiyon gerektirmeyen, farklı bir çöktürücünün kullanıldığı alternatif bir yöntem geliştirilmesi amaçlanmıştır. Tasarlanan çalışmada fosfatı PMA'a dönüştürme sonrası bunu baz-fosfomolibdat halinde çöktürmek için piridin kullanılmıştır. Piridin yukarıda bahsedilen quiniocianic reaktifine göre daha ucuz ve daha kolay bulunabilen bir maddedir. Tasarlanan yöntem şu kimyasal tepkimelere dayanır: Ortofosfat, asitli ortamda molibdat ile sarı renkte fosfomolibdik asit (PMA) oluşturur:



Alkaloid gibi organik bazlar, asidik ortamda fosfomolibdatla çöker [13]:



Bu çökelek bazik ortamda çözünür (n bazik N atomu sayısı):



Yukarıdaki ilk tepkime P'li türlerden ortofosfat için seçicidir, fosfor taşıyan iyonlardan yalnızca ortofosfatı çöktürür. Ortamda diğer P'li türler bu tepkimelere katılmazlar.

## 2. Yöntem ve Teknikler

### 2.1 Araç Gereç ve Koşulları

AAS: Marka Perkin Elmer, model 400, N<sub>2</sub>O/C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> alevinde, N<sub>2</sub>O akış hızı : 5,24 L/dk, C<sub>2</sub>H<sub>2</sub> akış hızı:6,54 L/dk,

Lamba : Molibden Oyuk katot lambası, Perkin Elmer, Dalga Boyu: 313.3 nm,

Lamba akımı: 30 mA

Santrifüj: Hettich Universal Marka, D-7200 Model, maksimum 5900 dev/dk

AAS'nin kalibrasyonu

Mo standartları kullanarak yukarıda belirtilen çalışma koşullarında 100 ppm Mo derişim aralığında Mo ayar eğrisi hazırlandı.

### 2.2 Reaktifler

- 1) *Standart fosfor çözeltileri, 100 ppm:* 0,1405 g K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> analitik saflıkta (Merck) katısı 250 mL hacimde yer alacak şekilde hazırlanır. Bundan seyreltme yoluyla 5, 10, 15, 20, 25, 30 ppm P standart çözeltileri 25 mL hacimlerde hazırlanır.
- 2) *Sülfürik asit çözeltisi, 1.5 M:* 83 mL derişik stok çözeltisi (Merck) alınıp damıtık su ile 1 L' e seyrelecek şekilde hazırlanır.
- 3) *Sülfürik asit çözeltisi, 0.5 M:* Öncekinde kullanılan stok çözeltiden 27,8 mL alınıp damıtık su ile 1 L yapılır.
- 4) *Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O Çözeltisi, %6 (w/v):* 6,00 g analitik saflıkta (Merck) Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O 100 mL'lik balon jodede olacak şekilde hazırlanıp polietilen şişeye aktarılır [14].
- 5) *NH<sub>3</sub>/NH<sub>4</sub>Cl Tamponu (pH 9):* 13,375 g NH<sub>4</sub>Cl (susuz) 1 L' lik balon joje içerisinde bir miktar damıtık suda çözülür ve üzerine 35 ml derişik amonyak stok çözeltilisinden eklenir. Damıtık su ile 1 L' ye tamamlanır ve polietilen şişede saklanır [15].
- 6) *Piridin çözeltisi, % 0.5 (v/v):* 0,5 mL %98,5'luk piridin stok çözeltilisinden (Merck) alınarak 100 ml' lik balon jodaye aktarılıp hacmi çizgiye kadar damıtık su ile

tamamlanır. Sonra renkli şişeye aktarılır. Çözelti karanlık ortamda renkli şişede saklanır.

- 7) *Mo standart çözeltisi, 1000 ppm:* 0.2522 g (Merck) analitik saflıkta  $\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  tuzu 100 mL' lik bir balon içerisinde çözülecek şekilde hazırlanır. Bu çözeltiden 5, 10, 20, 30, 40, 50, 60, 70, 80, 90, 100 ppm derişimlerde standartlar 25 mL hacimlerde hazırlanır, önceden balonların her birine 20,0 mL tampon (reaktif 4) konulur.

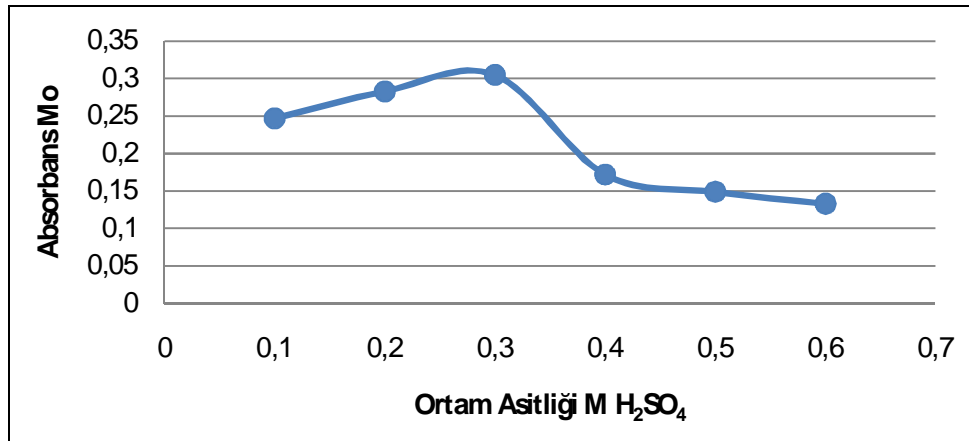
### 2.3 Optimizasyon

#### *Başlangıç Değerleri*

Çöktürme, 10 mL'lik polipropilen tüpte ve çözelti halindeki reaktiflerin toplam hacmi 6 mL olacak biçimde 1 mL asit, 3 mL örnek, 1 mL molibdat, 1 mL piridin sırasıyla eklenecek şekilde tasarlandı. Molibdat derişimi [14] ve ayrılan çökeleğin çözülmesi [15] işlemi literatür verilerine göre uygulandı.

#### *Optimum asit derişimi*

En fazla çökmeyi sağlayan asit derişimini bulmak için her bir tüpe, bir  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisinden değişik miktarlar eklendi. Asit derişimi diğer reaktiflerin seyreltme etkisi dikkate alınarak hesaplandı. Sonra önerilen yöntem uygulandı. Ölçümler grafiğe geçirildi (Şekil 2.1)



**Şekil 2.1:** Ortam asitliği (M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) absorbans Mo grafiği (Her bir derişimde paralel iki denemeye ait ölçülen sinyallerin ortalaması alındı)

Şekil 2.1'deki grafikte sinyali maksimum yapan asit derişiminin 0,3 M olduđu gör÷lmektedir. Bunun üzerinde sinyal hızlı düşüş göstermektedir. Asitliğin 0,3 M' a kadar artmasıyla sinyal artışı, asitliğin çökme verimini artırması ile açıklanabilir. 0,3 M' dan sonra azalmanın nedeni ise yüksek asit derişimlerinde farklı yük ve yapılarda değişik molibdat türleri oluşması ve bunun da çökmeyi azaltmasıdır [16]. Ortam asitliğinin 0,25 M olması kararlaştırıldı.

#### *Optimum piridin derişimi*

Fosfatın olmadığı asitli ortamda piridinin molibdatla istenmeyen çökelek verip vermediğini görmek için çeşitli yüzdelerde piridin ile boş denemeler yapıldı. Belli bir derişimin üzerinde piridinin molibdatla beyaz çökelek verdiği gözlemlendi. Çökmenin olmadığı en üst derişimin %0,5 (V/V) olduğu saptandı. Emin olmak için en az 6 saat bekletildi. Sonuç olarak optimum piridin derişiminin bu değer olmasına karar verildi.

## **2.4 Önerilen Yöntem**

Bir dizi 10 mL' lik polipropilen tüp alınır. Her birine 1mL 1,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 3 mL P standardı (5, 10, 15, 20, 25, 30 µg/mL'liklerden sırayla), tüplerden üçüne standart yerine 3 mL örnek, 1 mL Na<sub>2</sub>MoO<sub>4</sub> eklenir. 5 dak beklenir. Sonra 1 mL piridin eklenip 5 dak daha beklenir. Tüpler 5900 dev/dk'da 10 dk süre ile santrifüjlenir. Çözeltiler atılır. Her bir çökelek 5 mL 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile yıkanıp tekrar santrifüjlenir. Ayrılan çökelekler tüplere konulan 5 mL NH<sub>3</sub>/NH<sub>4</sub>Cl tamponunda çözülür. Çözeltiler 50 mL'lik balona alınır. Daha sonra tüplerin her biri 5 mL tamponla, sonra damıtık su ile yıkanıp çözeltiler balona aktarılır. Balondaki çözeltiler damıtık su ile 50 mL'e tamamlanır, kapatılıp karıştırılır, buradan polietilen şişelere alınarak AAS'de nitrözoksit / asetilen alevinde 313,3 nm' de molibden absorpsiyonu okunur.

#### *Kola örneğinin hazırlanması*

Kola örneği behere konulup etüvde 40 °C' nin altında en az 6 saat bekletilerek gazı uçması sağlandı [17]. Gazı uçan stok çözeltiden 2 mL alınarak 25 mL' lik balonlara aktarılıp hacim 25 mL'e tamamlandı. Bu çözeltiden 3 adet eş örnek alınıp bunlara önerilen yönteme ait yukardaki işlemler uygulandı.

#### *Gübre örneğinin hazırlanması:*

Geliştirilen yöntemin uygulandığı çözünür fosfat içeren gübre örneği major oranda triamonyum fosfat ile dolgu maddesi olarak toprak içeren katı karışımıdır.

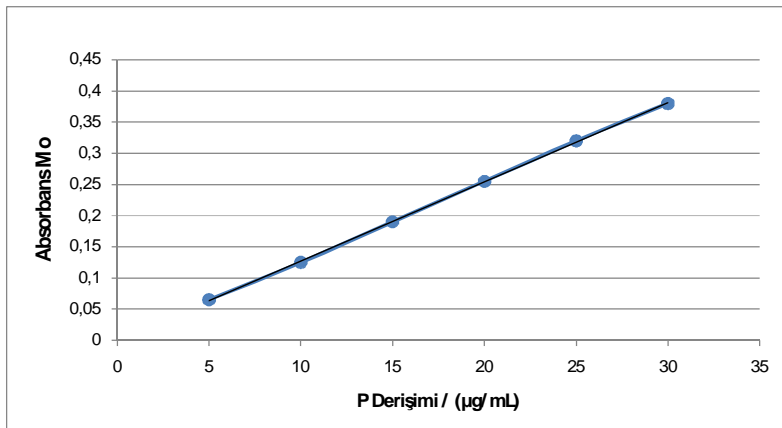
Örnekler AOAC yöntemine göre hazırlandı. Buna göre 0,200 g kurutulmuş gübre örneği tartıldı. Bir huninin üzerine mavi bant süzgeç kâğıdı, altına 100 mL'lik balon joje yerleştirildi. Tartılan örnek, süzgeç kâğıdı üzerine konulup üzerine çift damıtık su konulup süzüldü. Ekleme ve süzmeye, süzüntü 100 mL'ye ulaşınca son verildi [1]. Bu stok çözelti tekrar seyreltildi; stok çözülden alınan 0,75 mL 25 mL'lik balona aktarılıp belirtilen hacme tamamlandı. Seyreltilmiş bu çözülden alınan 3 eş örneğe önerilen yöntem uygulandı.

Giriş kısmında da belirtildiği gibi bu yöntemde yalnızca ortofosfat iyonu çöktüğünden ayar eğrisindeki fosfor derişimi ortofosfatın taşıdığı P'e aittir ve bulunacak P derişimi de örnekteki ortofosfatın P derişimi olarak karşılığdır. Gerçi analizlenen örneklerde başka bir fosfat türü de beklenmiyor; koladaki ve analizlenen gübredeki fosfatın her ikisinin de esas olarak ortofosforik asit olduğu kabul edilmektedir.

### 3 Bulgular

#### 3.1 Ayar Eğrisi

Ayar eğrisi P derişimine eşdeğer Mo absorbansını gösterecek şekilde hazırlandı. Ayar eğrisi ile bulunan fosfor derişimi ortofosfat fosforuna aittir; buna rağmen derişimin ortofosfat olarak değil de fosfor derişimi olarak gösterilmesi fosfat tayinlerinde bir gelenektir. Burada da bu geleneğe uyuldu.



**Şekil 3.1.** Geliştirilen yönteme ait ayar eğrisi. (Her bir derişim için paralel deneme yapıp iki sinyalin ortalaması alındı)

**Çizelge 3.1** Ayar eğrisi ile ilgili özellikler. (A:absorbans, c: derişim ( $\mu\text{g/mL}$ ))

<b>Lineer regresyon eşitliđi*</b>	<b>Korelasyon sabiti (r)</b>	<b>Final hacim (çökeleđi çözme sonrası) (mL)</b>	<b>Kullanılır Aralık (<math>\mu\text{g/mL}</math>)</b>
$A= 0,0127c + 0,0000$	0,99990	50	5-30

\*Çizelge 3.5’deki eşitliklerden standartların hazırlanma tarihine en yakın olanı alındı.

### 3.2 Yöntemin Kesinliđi / Tekrarlanabilirliđi

Kısım 2.3’te belirtilen oranlarda seyreltilmiş durumdaki örneklerin her birinden 3 eşdeđer kısım alınıp bunlara yöntem uygulandı. Ölçülen sinyaller bununla ilgili hesaplanmış kesinlik deđerleri Çizelge 3.2’ de gösterilmiştir.

**Çizelge 3.2** Geliştirilen yöntemin sinyallerin kesinliđi ile ilgili bulgular; örnek hazırlama ve seyreltme oranları Kısım 2.4’deki gibi, eş örnek sayısı (n) 3

<b>Örnek</b>	<b>Absorbans Deđerleri</b>	<b>Sinyal Standart Sapması</b>	<b>Sinyal %BSS</b>
Pepsi Kola	0,121 0,133 0,127	0,006	4,7
Koka Kola	0,152 0,159 0,148	0,006	3,9
Koka Kola Light	0,140 0,147 0,142	0,004	2,8
Kola Turka	0,174 0,182 0,178	0,004	2,2
Çözünür Fosfatlı Gübre	0,147 0,136 0,149	0,007	4,8



### Derişim kesinliđi ve güven aralıđı

Ölçüm sırasında belirlenmiş olan lineer regresyon eşitliđi kullanarak örneđe ait ölçülen sinyallerin her birine karşılık gelen derişimler ve bu derişimlerin sinyal standart sapması bulundu. Örnek hazırlama ve seyrelmedeki deđerler dikkate alınarak orijinal örnekteki derişimler hesaplandı. 3 ölçüm ve %95 güven düzeyi için t deđeri alınıp istatistiksel hatalar hesaplandı ve güven aralıkları belirlendi. Bulunan deđerler Çizelge 3.3’de verilmiştir.

**Çizelge 3.3** Geliştirilen yöntemin derişim kesinliđi ve güven aralıđı ile ilgili bulgular;

$$n = 3, \text{ G.D} = 95 \% \quad t = 4,30$$

Örnek	Bulunan Derişim (orj) ( $\mu\text{g/mL}$ )	Derişim Standart Sapması	Derişim %BSS’ı	Güven Aralıđı (GD = 95 %) $\mu = \bar{x} \mp ts / \sqrt{n}$
Pepsi Kola	123,1	5,8	4,7	123, 1 $\pm$ 14,4
Koka Kola	150,0	5,5	3,7	150,0 $\pm$ 13,6
Koka Kola Light	140,1	3,6	2,5	140,1 $\pm$ 8,9
Kola Turka	174,7	4,0	2,3	174,7 $\pm$ 9,9
Çözünür Fosfatlı Gübre	19,1*	0,9	4,8	19,1 $\pm$ 2,2*

\*Gübreye ait derişim katı örnekte yüzde P olarak verildi.

### 3.3 Doğruluk

Geliştirilen yöntemin doğruluğunun test edilmesi için standart ekleme yoluna başvuruldu. Yöntemi uygulama öncesi 2.3’te verilen oranlarda seyrelmiş durumdaki örnekler bir basamak daha seyreltildi. Önceden 2/25 oranında seyrelmiş olan kola örneklerinin her birinden 2 mL’lik 9 eşdeđer kısım alınarak bunlardan her biri üç tane olan üç grup yapıldı. Her bir gruptaki üç çözeltiliye aynı şeyler eklendi; bir gruptakilere yalnız çözücü, diđer gruplardan her birine diđerlerinden deđişik miktarda standart

eklenip hacimler 25 mL'e tamamlandı. Gübre stok çözeltisinde ise önceden 3/100 oranında seyreltilmiş gübre örneğinden yukarıdaki gibi 2 mL 9 eşdeğer kısım alıp yine yukarıdaki gibi çözücü ve standart eklenip 25 mL'e seyretildi. Elde edilen toplam 60 çözeltiye yöntem uygulanarak ortofosfat fosforuna ait derişim bulundu. Bulunan değerler Çizelge 3.4.de gösterildi.

**Çizelge 3.4** Geliştirilen yöntemin doğruluğu ile ilgili bulgular. n=3 (her bir satır üç eş örnekten elde edilen değerlerin ortalaması)

<b>Örnek Türü</b>	<b>Eklene P derişimi <math>\mu\text{gmL}^{-1}</math></b>	<b>Bulunan P derişimi <math>\mu\text{gmL}^{-1}</math></b>	<b>% Geri Kazanım</b>
Pepsi kola	0	9,86	-
	4	14,16	107,4
	8	18,06	102,6
	12	22,28	103,5
Koka kola	0	12,01	-
	4	16,04	101,0
	8	20,08	100,9
	12	24,04	100,2
Koka kola light	0	11,22	-
	4	15,26	100,9
	8	19,29	100,9
	12	23, 25	100,2
Kola Turka	0	13, 99	-
	4	18,03	100,9
	8	22,06	100,9
	12	26,02	100,2
Çözünür fosfatlı Gübre	0	11,46	-
	4	15,48	100,4
	8	19,50	100,5
	12	23,43	99,8

### 3.4 Standartların Kararlılığı

Standartlara (yöntem uygulanmış, P ve Mo içeren) hazırlama tarihinden değişik süreler sonunda molibden absorbansları AAS’de tekrar okundu ve her seferinde lineer regresyonları yapıldı. Elde edilen korelasyon sabitlerine bakılarak fosfor standart derişimine karşı sinyal deęişiminin lineer iliřkiyi muhafaza edip etmedięi kontrol edildi. Bununla ilgili elde edilen bilgiler izelge 3-5’de gsterilmiřtir. Bu bilgiler ok nceden hazırlanmış standartların sonradan rnek analizleneceęi zaman tekrar kullanılabilceęini bize gstermektedir.

**izelge 3.5** Standartların kararlılığı ile ilgili veriler.

Standartların Hazırlandığı Tarih: 30.05.2007		
Okuma Tarihi	Lineer Regresyon Eřitlięi	Korelasyon sabiti (r)
9.06.2007	$A=0,0127 c + 0,0000$	0,99990
16.06.2007	$A= 0,0128c + 0,0008$	0,99982
19.06.2007	$A= 0,0126c + 0,0013$	0,99994
26.06.2007	$A=0,0127c - 0,001533$	0,99991

### 4. Tartıřma ve Sonular

Geliřtirilen bu yntem kola ve gbre rneklerinde ortofosfat tayini iin uygulanabilir. Bu yntem AOAC’e ait UV-GR spektrometrik yntemi kadar duyarlı deęildir. Fakat ona karřı standartların kararlılığı aısından daha avantajlıdır. Yntem uygulanmış P standartları ( Mo’lu) kararlılığını uzun sre srdrmektedir. Tekrar analiz yapılacaęı zaman tekrar standart hazırlanmasına gerek yoktur. AAS’de okuma, standart ve rnek iin bir arada veya ardarda yapılması kořuluyla, (lineer regresyonun rneęe uygulandıęı sırada yapılması kořuluyla) yani standartlara ait eski okuma verileri alınmaması kořuluyla eski standartlar (ok nceden hazırlanmış) tekrar kullanılabilir. Oysa AOAC UV-VIS veya kolorimetrik fosfat tayin ynteminde oluřturulan mavi rengin tonu buna baęlı olarak da absorbans deęeri hızla deęiřtięinden, her analizde standartlar iin tekrar taze renk hazırlama, yani P standartlarına tekrar yntem uygulama zorunluluęu vardır. Ayrıca rnek ortamında renkli trlerin olması AOAC spektrometrik ve kolorimetrik yntemin uygulanmasını engeller.

## **Simgeler ve Kısaltmalar Dizini**

AAS: Atomik Absorbsiyon Spektrometresi/Spektrometrisi/Spektrometrik,  
AOAC: Association of Analytical Chemists, PMA: Fosfomolibdik asit, bk: bakınız,  
UV: Ultraviyole / morötesi, VIS: Visible / Görünür

## **Teşekkür**

Bu çalışmayı destekleyen Cumhuriyet Üniversitesi Araştırma Fonuna ve AAS'de Mo ölçümlerinde yardımları için MTA ilgililerine teşekkür ederiz.

## **Kaynaklar**

- [1] AOAC, 1990, *Official Methods of Analysis of Association of Official Analytical Chemists*, S: a:13, b:328, c:12., d:15.
- [2] APHA, AWWA, WPCV, 1965, *Standart Methods, for Examination of the Water and Wastewater*, Twelfth Edition, American Public Health Association, Inc.
- [3] Hobbins, B, William, February 1982, Varian AA Resuarce Center, Park Ridge, Illinois, USA, *Varian Instruments at Work*, Number AA-19, S: 1.
- [4] Garcia M. -Vargas, M. Milla and J.A. Perez-Bustamonte, 1983, a Rewiev, *Analyst*, Vol, 108, No: 1293, S: a: 1417, b: 1420, c: 1425, d: 1432, e: 1434.
- [5] R. Ramchandran, P.K. Gupta, 1988, *Talanta*, Vol 35, S: 653,654.
- [6] Pramod Kumar Gupta, Ramadevi Ramchandran, 1991, *Microchemical Journal*, vol. 44, S: 34,38.
- [7] Toshiko Nasu and Masahiko Kan, 1988, *Analyst*, 113, S: 1683, 1686.
- [8] Taga, M.,; Kan, M. 1989, *Talanta* 36, S: 955-6
- [9] TAGA Mitsuhiko, YOSHIDA Hitoshi, KAN Masahiko, *Japan analyst*, Vol.36, No.1 (1987.01.05) pp. 18-22
- [10] Alaa-Eldin F. Nassar and Geoffrey N. Kamau, 1994, *J. Biochemiphysics*, 3 S: 37.
- [11] Grasso, G.; Bufalo, G. *Atomic Spectroscopy*, 1988, 9, 84-6
- [12] Fukushima Katsuji, Nagashima Kunio, Kamaya Minori, Ishii Eize, 1993, *The Japan Society for Analytical Chemistry*, Vol.42, No.6 (19930605) S: 401,403.
- [13] G. Melentyeva, L. Antonova, 1988, *Pharmaceutical Chemistry*, Mir Publishers Moskow, English Translation, S: 330 .
- [14] S.J. Simon and D.F. Boltz, 1975, *Microchem. J.* Vol: 20 p 468.

- [15] A. Bazzi. J. Montgomery and G. Alent, *Analyst*, 1988, Vol 113, p 121.
- [16] N.N Greenwood and A. Earnshaw, 1985, *Chemistry of the Elements*, Pergamon Pres, S: 1177.
- [17]. Öztop, H. N., Candan, F., 1999, *Biyokimya Laboratuvarı*, C. Ü. Yayınları, Sivas, 77, S:140