

TOPRAK - BİTKİ VE SU ANALİZLERİNDE FOSFOR İÇİN GELİŞTİRİLMİŞ YENİ BİR KOLORİMETRİK METOD

Fethi BAYRAKLI

Ö Z E T

Bu derlemede toprak, bitki ve su analizlerinde fosfor tayini için geliştirilmiş tek çözeltili bir kolorimetrik metod'un esasları verilmiştir. Bu çözelti asitlendirilmiş amonyum molibdat içerisinde askorbik asit (Vitamin-C) ve az miktarda da antimon ihtiva etmektedir. Fosfat iyonu ile çok kısa zamanda mavi bir renk veren bu miyar kolayca hazırlanıp uzun zaman kullanılabilir.

Burada esasları verilen Askorbik asit-Sülfirik asit kolorimetrik metodunun diğer kolorimetrik metodlara göre üstün olan tarafları kısaca özetlenecek olursa:

- 1) Tek bir çözelti ile çalışılabilmesi ve teşekkül eden tipik mavi rengin kararlılığını 24-74 saat koruyabilmesi,*
- 2) Ortamın asidite değişmelerinden daha az etkilenir olması ve fosfor tayinlerinde sonucu etkileyebilecek diğer iyonların girişimine geniş ölçüde meydan vermemesi,*
- 3) Seri analizler için daha uygun olması gibi hususlar sayılabilir.*

(1) Ziraat Fakültesi Toprak İlimi Bölümü Asistanı.

GİRİŞ

Araştırma ve teşhis amacıyla toprak, bitki ve sular da fosfor tayini için doğru ve süratli tayin metodlarına ihtiyaç vardır. Bu amaç için geliştirilmiş tek bir metod bulunmamaktadır. Jackson (1958) toprak ve bitki analizlerinde fosfor tayinleri için kullanılacak fakat uygunlukları asiditeki değişmelere, sıcaklığa, zaman ve fosfor tayinini etkileyebilecek diğer bazı iyonların konsantrasyonlarına bağlı olarak dört ayrı metod tavsiye etmektedir. Son yıllarda yapılan çalışmalar Askorbik asit-Sülfirik asit metodunun tüm fosfor tayini işlemlerinde hatasız kullanılabileceğini göstermiştir.

Murphy ve Riley (1962), fosfor tayinlerinde indirgeyici olarak kullanılan kalay klörür yerine askorbik asidi (Vitamin-C) kullanmışlar ve deniz sularındaki fosfor tayinlerinde son indirgeyicinin kullanılması halinde tuz düzeltme faktörünün % 1 den az olduğunu tesbit etmişlerdir.

Gubenko (1968), toprakların özellikle toplam ve organik fosforu tayin edilirken çözeltideki ferrik demirin (Fe^{3+}) 1.8 mg. aşmamasının gereğine işaret etmektedir. Çünkü ferrik demir ile ferro demir (Fe^{2+}) arasındaki redoks potansiyeli altı değerlikli molibden ile dört değerlikli molibden arasındaki redoks potansiyeline benzemektedir bunun için fosfor tayinlerinde hatalı sonuçlar alınabilmektedir. Üç değerlikli demirin etkisi aşağıda gösterilen denklem

gereğince askorbik asit ile giderilebilmektedir.

Askorbik asit — Ferrik demir Ferro demir — Dehidroksi a. asit ferrik demir ile molibdenin bir arada bulunduğu bir ortamda ferrik demirin molibdene göre daha çabuk indirgendiğini bildiren Gubenko, analize tabi tutulan çözeltideki 20-2 mg. arasındaki ferrik demirin askorbik asitle kolaylıkla ferro demire indirgenebileceğini kaydetmektedir.

Askorbik asit metodunun gerek topraklardan ve gerekse bitki numunelerinden çeşitli çözücülerle alınan ekstraktlardaki fosfor tayinleri için kullanılabilme imkânlarını her yönüyle araştıran John (1970) tüm fosfor tayini çalışmalarında askorbik asit metodunun emniyetle kullanılabileceğini göstermiştir.

ASKORBİK ASİT METODU.

Gerekli Çözeltiler.

1) Depo Çözeltisi :

20 gr. Amonyummolibdat yaklaşık olarak 300 ml. saf suda çözülür, üzerine yavaşça çalkalamak suretiyle 450 ml. 10 N H_2SO_4 ve 100 ml. % 0.5 lik Antimon potasyum tartarat çözeltileri ilâve edilir. Son hacim litreye tamamlanacak şekilde saf su ilâve edilir ve ışıktan müteessir olmayacak şekilde saklanır.

2) Karışık Çözelti:

1.5 gr. Askorbik asit (Vitamin-C) depo çözeltisinin 100 ml. sine ilâve edilir ve bu çözelti her 24 saatte bir taze olarak hazırlanır.

Standart Hazırlanması

Nihai konsantrasyon 0.1 ile 1.0 ppm (milyonda kısım). olacak şekilde fosfor çözeltisi 50 ml. lik ölçü balonlarına alınır ve hacim saf su ile yaklaşık 40 ml. ye sulandırılır. Üzerine 5 ml. karışık çözelti ilâve edilerek teşekkül eden rengin koyuluğu 882 milimikron dalga boyunda okunur. Standart çözeltilere son hacim 50 ml. ye tamamlanmadan önce fosfor tayini için alınan ekstrakt çözeltisi kadar orijinal ekstrakt çözeltisi ilâve edilmelidir.

ASKORBİK ASİT METODU ÜZERİNDE BAZI MÜLAHAZALAR

Bu metodla çalışırken 0.00-0.06 mg. P/50 ml. hacme kadar optikal dansite değerleri ile P konsantrasyonu arasındaki ilişki Beer kanununa uymaktadır.

Bu metodla teşekkül ettirilen mavi renkli çözelti renk stabilliğini 0.25 N-O. 65 N. asidite değerleri arasında 24 saat koruyabilmektedir.

Renk 30 dakikalık sürenin sonunda solusyon sıcaklığının 10-60 C° arasındaki ısı değişmelerinden etkilenmemektedir.

Antimon, sülfirik asit, molibdat, ve askorbik asit konsantrasyonlarının renk üzerine etkileri şöyledir: Tavsiye edilenin \pm % 10 kadar antimon miktarının önemli bir etkisi görülemez. Fakat tek başına yukarıdaki sınırların üzerine çıkarılacak antimon bulanıklığı arttırmaktadır. Karışık çözelti miktarı 50 ml. hacim için 5 ± 3 arasında bulunabilir. Molibdat konsantrasyonu % 5 i geçmemelidir. Çözeltide ferrik demir bulunmuyorsa askorbik asidin nihai çözeltideki (hacimdeki) molaritesi 0.0003-0.018 arasında değişebilir. Ferrik iyonunun etkisi askorbik asit miktarı artırılarak giderilebilir. Flor iyonunun etkisi renk teşekkülünden önce çözeltiye borik asit çözeltisi ilâve edilerek giderilebilir.

Renk üzerine toprak bitki ve su materyalinde görülebilecek çeşitli iyonların etkileri ve nihai konsantrasyonları aşağıdaki cetvelde verilmiştir (Cetvel. 1.).

Cetvel. 1. Çeşitli iyonların askorbik asit metoduna etkileri.

İyon	Nihai çözeltide miktarı (ppm)	Hata %	% 5 ten az hata ile müsaade edilebilir (ppm)
Asetat	7.500	+ 23	5.000
Amonyum	28.000	— 16	10.000
Arsenat	1	+ 28	0
Kalsiyum	10.000	+ 46	8.000
Sitrat	400	— 27	300
Klörör	130.000	+ 2	130.000
Dikromat	500	— 33	300
Perklorat	110.000	+ 17	55.000
Potasyum	20.000	— 29	16.000
Ferrik demir	1.000	— 73	800
Flörör	200	— 53	100
Sodyum	10.000	0	10.000
Oksalat	200	— 30	100
Laktat	3.000	— 57	1.000

Cetvel. 2. Fosforun kolorimetrik tayininde kullanılan metodların birbirleri ile mukayeseleri.

Etkisi Araştırılan ¹	Kolorimetrik Fosfor Tayin Metodları				
	A	B	C	D	E
Hususlar					
Dalga boyu (milimikron)	882	662	662	662	450
Renk üzerine ısının etkisi	Yok	Artar	Artar	Artar	Artar
Renk üzerine zamanın etkisi	24 saat	Solar	Solar	Artar	24 saat
İndirgeyiciyi iki katına çıkarmanın etkisi	Yok	Artar	Artar	Artar	Artar
Nihai Asidite	0.45±0.02	0.7±0.04	0.4±0.20	1±0.20	1±0.6

(1) (A) Askorbik asit-Sülfirik asit metodu, (B) Kalay klörür tuz asiri metodu, (C) Kalay klorür - Sülfirik asit metodu, (D) Sülfonik asit metodu ve (E) Amonyum vanadat metodu.

SONUÇ

Sülfirik - Askorbik asit metodu toprak, bitki ve su analiz-

lerindeki tüm fosfor tayini işlemlerine uygulanabilen, tek çökeltili, hassas ve pratik bir kolorimetrik metod olarak gözükmektedir.

FAYDALANILAN KAYAKLAR

- 1) Alexander T. G., J. A. Robertson. (1970). Ascorbic acid as a reductant for inorganic phosphorus determination in chang and Jakson fractination procedure. Soil Sci. Vol: 110, No. 5, 361-62.
- 2) Gubenko V.A. (1968). A colorimetric method for determining phosphorus in soils in the peresence of iron. Soviet Soil Scil. Vol: 6, 835-38.
- 3) Matt K. John. (1970). Colorimetric determination of phosphorus in soil and plant materials with ascorbic acid. Soil Sci. Vol: 109, No. 4, 214-20.
- 4) Murphy J. and J.P. Riley. (1962). A modified single solution method for the determination of phosphate in natural waters. Anal. Chim. Acta. 27, 31-36.