

# Arıtma çamurlarında fosfor salınmasını etkileyen parametrelerin Box-Wilson deneysel tasarım metodu kullanılarak incelenmesi

**Nazlı BALDAN PAKDİL<sup>\*</sup>, Ayşe FİLİBELİ**

*DEÜ Mühendislik Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Tınaztepe Kampüsü, Buca, İZMİR*

## Özet

*Son yıllarda, fosfor doğal rezervlerinin hızla tükenmesi nedeniyle birçok endüstriyel sektör için ana ham madde kaynağı olan fosforun atıksu ve arıtma çamurlarından geri kazanılmasına yönelik yapılan araştırmalar önem kazanmıştır. Arıtma çamuru ve çamur küllerinden fosfor geri kazanımı için; çamur bünyesinden salınması ve sıvı ortama alınan salınmış fosforun geri kazanılması olarak iki aşamalı yöntem izlenmektedir. Atıksu ve arıtma çamuru bünyesinden fosforun salınması amacıyla çeşitli kimyasal ve ısıl işlemler kullanılmaktadır. Bu çalışmada, arıtma çamuru bünyesinde bağlı olan fosforun salınması için asidik işlem uygulanmış; bu amaçla inorganik bir asit olan nitrik asit ve organik bir asit olan oksalik asit kullanılmıştır. Fosfor salınması üzerinde karıştırma sıcaklığı, karıştırma zamanı ve asidin konsantrasyon değeri gibi parametrelerin etkileri araştırılmıştır. Sonuçların değerlendirilmesi için Box-Wilson deneysel tasarım metodu uygulanarak salınan fosfor miktarı için hesaplanan değerler ile deneysel olarak ölçülmüş değerler arasında uyum olduğu belirlenmiştir.  $R^2$  değeri nitrik asit için 0.995, oksalik asit için 0.853 olarak bulunmuştur. Değerlendirme sonuçlarına göre; fosfor salınmasında nitrik asitin oksalik aside göre daha etkili bir kimyasal olduğu belirlenmiştir. Nitrik asitle yapılan çalışmalarda, konsantrasyon ve karıştırma zamanına göre sıcaklığın fosfor salınması miktarını önemli ölçüde arttırdığı gözlenmiştir. Oksalik asitle yapılan çalışmalarda nitrik asitle yapılan çalışmalarda olduğu gibi sıcaklığın daha etkili bir parametre olduğu gözlenmiştir. En yüksek fosfor salınım miktarı, nitrik asitle çalışıldığında 100°C karıştırma sıcaklığı, 4 M konsantrasyonda ve 97.5 dakika karıştırma süresi kullanılarak; oksalik asitle yapılan çalışmalarda ise 100°C karıştırma sıcaklığında, 2 M konsantrasyonda ve 97.5 dakika karıştırma süresi ile elde edilebileceği belirlenmiştir.*

**Anahtar Kelimeler:** *Fosfor salınması, nitrik asit, oksalik asit, Box-Wilson deneysel tasarım metodu.*

<sup>\*</sup>Yazışmaların yapılacağı yazar: Nazlı BALDAN PAKDİL. nazli.baldan@deu.edu.tr; Tel: (232) 412 71 40. Makale metni 31.07.2007 tarihinde dergiye ulaşılmış, 18.12.2007 tarihinde basım kararı alınmıştır. Makale ile ilgili tartışmalar 31.03.2008 tarihine kadar dergiye gönderilmelidir.

## Evaluation of parameters which effect phosphorus release by using Box-Wilson experimental design method

### Extended abstract

The usual forms of phosphorus found in aqueous solutions include the orthophosphate, polyphosphate, and organic phosphate (Metcalf & Eddy, 1991). Wastewater discharges of nitrogen and phosphorus to the environment are undesirable because these nutrients accelerate eutrophication (Lee et al., 2003). Therefore, various phosphorus removal technologies have been developed like chemical precipitation, biological phosphorus removal, ion exchange (Morse et al., 1998). Steen (1998) has pointed out that the annual global production of phosphate is around some 40 million tones of  $P_2O_5$ , derived from roughly 140 million tons of rock concentrate by the year 1998. In addition, World fertilizer use would reach 60-70 million t/a of phosphates by 2050. It is concluded that global phosphate resources extend, for all intents and purposes, well into the future, but that depletion of current economically exploitable reserves can be estimated at somewhere from 60 to 130 years (Steen, 1998).

Phosphorus recovery from sewage sludge and sludge ash are applied at two steps. These are phosphorus release from sludge and recovery of released phosphorus from phosphorus-enriched liquid phase. In this study, nitric acid (inorganic acid) and oxalic acid (organic acid) were utilized in order to release the phosphorus fixed in the sewage sludge. The effects of parameters which determine the efficiency of mixture temperature, mixing time and acid concentration on the phosphorus release were investigated. For the analysis of the results, Box-Wilson Experimental Design Method has been used.

Sludge samples taken from belt press stages of Çiğli municipal wastewater treatment plant were dried at  $103^\circ\text{C}$  in oven. Chemical composition of dried sludge was determined using X-ray diffraction analysis (XRD-Rigaku). Dried sludge samples were leached with nitric acid and oxalic acid, by applying different concentrations, various mixture temperatures, and various mixing times which were adjusted to desired levels specified by the Box-Wilson Experimental Design Method. Magnetic stirrer/hot plate and electronic temperature controller with stainless steel temperature sensor were used for the leaching process. Leachate solution with different concentrations was added to the dried sludge sam-

ples and mixed for various time periods at 300 rpm. Ratio of dried sludge (g)/ solution volume (ml) was chosen as 1/50. The concentration of phosphate in the leachate was analyzed using Stannous Chloride Method; 4500-P D according to Standard Methods (APHA, 2005). All leaching stages are repeated twice for each experimental step.

Box-Wilson Experimental Design Method was used to determine the effects of parameters, such as mixture temperature ( $X_1$ ) solution concentration ( $X_2$ ) and mixing time ( $X_3$ ) on phosphorus release from dried sludge. Solution concentration varied between 0.1- 4 M for nitric acid and 0.1-2 M for oxalic acid. In addition, mixing time was between 15-180 min and mixture temperature was in the range at  $20^\circ\text{C}$  and  $100^\circ\text{C}$ . The experiments consisted of six axial (A), eight factorial (F) and one centre (C) points. The centre point was repeated three times.

The amount of phosphorus release was described by using response function. Statistica 5.0 software program was used to determine, the response function coefficients. The predicted values of phosphorus release amount were in accordance with the observed values. It was found that R-squared values are 0.995, and 0.853 for nitric acid, oxalic acid respectively.

Results were evaluated in terms of the effects of concentration-mixing time, temperature-mixing time, and concentration-temperature on phosphorus release from the sludge. The analysis results have shown that nitric acid is more efficient as compared to oxalic acid. In experiments carried out with nitric acid, it has been observed that the increase in nitric acid concentration and mixing time do not significantly affect phosphorus release, while an increase in mixing temperature effects considerably. Experiments conducted using oxalic acid have shown that increasing mixing temperature results increasing phosphorus release, whereas concentration increase and mixing time have no significant effect. The best phosphate release amounts were accomplished, at 4 M concentration,  $100^\circ\text{C}$  mixture temperature, and 97.5 min mixing time for nitric acid. In experiments with oxalic acids, the best phosphate release amounts were accomplished at 2 M concentration,  $100^\circ\text{C}$  mixture temperature, and 97.5 min mixing time.

**Keywords:** Phosphorus release, nitric acid, oxalic acid, Box-Wilson Experimental Design Method.

## Giriş

Fosfor, ziraat sektörü başta olmak üzere birçok endüstrinin ana ham madde kaynağıdır. Dünyada fosfat kayası rezervleri kullanılarak elde edilen fosforun %80'i gübre sanayinde kullanılmaktadır. İkinci en büyük kullanım sahası ise %12'lik pay ile deterjan sanayidir (Weideler vd., 2005).

Ziraat sektöründe gübrelerin denetimsiz ve gereğinden fazla kullanılması nedeniyle yeraltı su kaynaklarına sızan ve kullanılmış suların hiçbir arıtma işleminden geçirilmeden göl, deniz, akarsu gibi alıcı ortamlara doğrudan verilmesi ile alıcı ortamlarda ötrifikasyon olayının meydana gelmesini tetikleyen ana besi elementlerinden biri fosfordur. Fosforun alıcı ortama verilebilmesi için sağlanması gereken alıcı ortam standartları sınırlandıkça, fosfor giderimi için uygulanan kimyasal, fiziksel ve biyolojik arıtma yöntemlerinin yüksek verimine bağlı olarak daha fazla miktarlarda fosfor arıtma çamurlarına aktarılmıştır (Brett vd., 1997, Jaffer vd., 2002).

Fosfor hammadde gereksinimi hızlı bir şekilde artmasına karşın fosfor rezervlerinin de azalmasıyla gelecek 100 yıl içerisinde fosfor temini önemli bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır (Berg vd., 2005; Steen, 1998). Fosfor hammadde kaynaklarının sınırlı olmasından dolayı atıksulardan, arıtma çamurlarından ve arıtma çamurlarının yakıldığı yakma tesisi baca küllerinden fosfor geri kazanımı üzerine yapılan araştırmalar da son yıllarda önem kazanmıştır (Schaum vd., 2005). Atıksuya uygulanan arıtma teknolojisine göre gelen fosforun %40-95'i arıtma çamuruna aktarılır. Bu nedenle arıtma çamurları önemli fosfor hammadde kaynakları arasında sayılabilir (Berg vd., 2005, Saktaywin vd., 2005). Ayrıca arıtma çamurlarının stabilizasyonu amacıyla kullanılan anaerobik çürütücülerin süpernatant olarak isimlendirilen üst suyunun yüksek konsantrasyonda fosfor içermesi nedeni ile geri kazanım işlemi için önemli bir kaynaktır. (Tchobanoglous vd., 1991).

Arıtma çamuru ve çamur küllerinden fosforun geri kazanımı; önce fosforun salınması sonra da geri kazanılması olarak iki aşamada gerçekleştirilir. Atıksu ve arıtma çamuru bünyesinden fos-

forun salınması amacıyla asit ve bazlar ile kimyasal işlem, ısıl işlem ve bu işlemlerin kombinasyonları uygulanmaktadır (Weideler vd., 2005). Atıksu veya çamur bünyesinden salınan fosforun geri kazanılması amacı ile kristalizasyon, iyon değiştirme gibi yöntemler kullanılmaktadır (Brett vd., 1997).

Birçok fosfor geri kazanım prosesinde arıtma çamuru külünden fosfor salınması için sülfürik asit (Takahashi vd., 2001, Schaum vd., 2005; Hultman, 2001), hidroklorik asit (Montag vd., 2007) gibi çeşitli asit türleri kullanılmaktadır. Stark vd (2006) tarafından yapılan bir çalışmada, kurutulmuş çamurdan fosfor salınması için HCl (Hidroklorik asit) ve NaOH (Sodyum hidrokosit) kullanılmıştır. Çalışmada HCl ile yapılan deneyde fosforun sıvıya verimli şekilde salınabildiği ve 0-1 M konsantrasyon artışının önemli şekilde verimi değiştirmedeği belirlenmiştir.

Fosfor salınması için sadece inorganik asitler değil organik asitler de kullanılmıştır. Literatürde verilen bu çalışmalara ilave olarak, çeşitli inorganik asitler ve organik asitlerle, farklı çamur türleri kullanılarak yürütülen bir çalışma sonucunda nitrik asit ve oksalik asidin diğer asit türlerine göre daha etkili olduğu belirlenmiştir (Pakdil ve Filibeli, 2007).

Bu çalışmada inorganik asit olan *nitrik asit* ile organik asit olan *oksalik asit*, kurutulmuş arıtma çamurunun bünyesindeki fosforun salınması amacıyla kullanılmış ve bu salınmayı etkileyebileceği düşünülen karıştırma sıcaklığı, karıştırma süresi ve asit konsantrasyonu gibi parametrelerin etkinlikleri araştırılmıştır.

Elde edilen deneysel verilerin değerlendirilmesi için Box-Wilson deneysel tasarım metodu (Box vd., 1978) kullanılmıştır.

## Materyal ve yöntem

Deneysel çalışmada kullanılan arıtma çamuru örnekleri; ileri biyolojik arıtma kademelerinden oluşan İzmir Çiğli Kentsel Atıksu Arıtma Tesisinin bant filtre ünitesinden alınmıştır. Çamur kekinin kimyasal kompozisyonunun belirlenmesi amacıyla X-Ray dağılıma (diffraction) analizi (XRD-Rigaku) yapılmıştır.

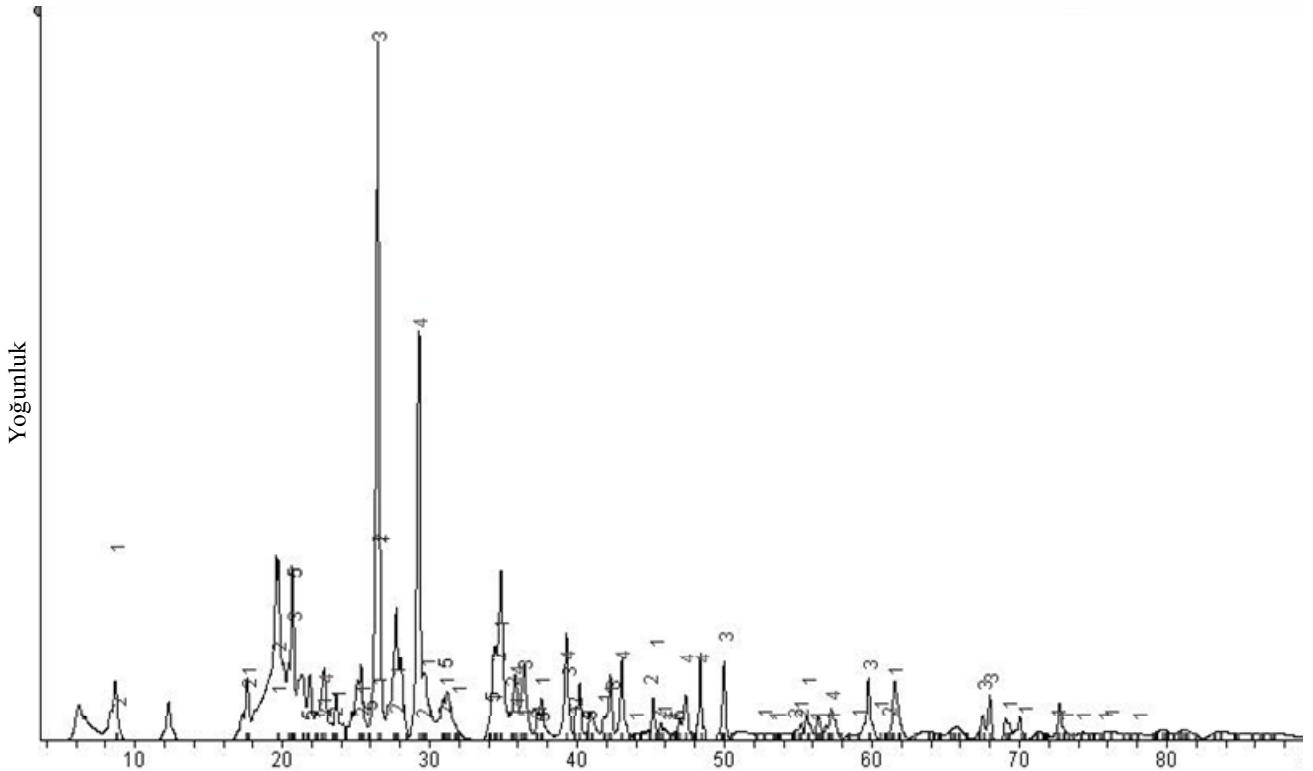
Şekil 1'den de görüldüğü gibi pek çok elementi barındıran çamur numunesi içerisinde fosfor,  $P_2O_5$  (fosfor pentaoksit) şeklinde bulunmaktadır. Çamur keki örnekleri  $103^\circ C$  etüvde kurutulduktan sonra öğütülerek 30-mesh ASTM (600  $\mu m$ ) eleği ile elenmiştir. Kurutulmuş ve öğütülmüş çamur örnekleri nitrik asit ve oksalik asit kullanılarak Box-Wilson deneysel tasarım metotuna göre belirlenen asit konsantrasyonları, karıştırma sıcaklıkları ve karıştırma sürelerinde karıştırıldıktan sonra sıvıya geçen fosfor konsantrasyonları belirlenmiştir. Bu işlem için magnetik karıştırıcılı ısıtıcı (Heidolph- MR 3001 K) ve paslanmaz çelikten imal edilmiş olan sıcaklık sensörü (Heidolph-EKT-3001) kullanılmıştır.

Farklı konsantrasyonlarda hazırlanan asit çözeltilerine kurutulmuş çamur örnekleri ilave edilerek 300 devir/dakikalık hızda önceden belirlenen karıştırma sürelerinde karıştırılmıştır. Kuru-

tulmuş çamur (gr) /çözelti hacmi (mL) oranı 1/50 olarak seçilmiştir. Daha sonra 0.45  $\mu m$  gözenek çapına sahip olan şırınga filtrelerden (Schleicher and Schuell) geçirilerek filtrattaki fosfat konsantrasyonu standart metodlara (Stannous Chloride Method; 4500-P D) göre belirlenmiştir (APHA, 2005). Deneysel hataları en aza indirmek amacıyla her deney etabı iki kere tekrarlanmış, bulunan değerlerin ortalaması alınarak Box-Wilson deneysel tasarım metodu kullanılmıştır.

#### Box-Wilson deneysel tasarım metodu

Box-Wilson deneysel tasarım metodu, karıştırma sıcaklığı ( $X_1$ ), çözelti konsantrasyonu ( $X_2$ ) ve karıştırma sıcaklığı ( $X_3$ ) parametrelerinin kurutulmuş çamurdan fosfor salınımı üzerindeki etkilerini belirlemek için kullanılmıştır. Çözelti konsantrasyonu nitrik asit için 0.1–4 M ve oksalik asit için 0.1–2 M arasında seçilmiştir. Karıştırma sıcaklığı 20-100 $^\circ C$  ve karıştırma süresi 15-



- (1) Muskovit (muscovite)  $2M1-KAl_2(Si_3Al)O_{10}(OH,F)_2$
- (2) Potasyum mika  $KAl_3Si_3O_{11}$
- (3) Kuvars  $SiO_2$
- (4) Kalsit  $CaCO_3$
- (5) Fosfor oksit  $P_2O_5$

Şekil 1. Kurutulmuş çamurun kimyasal kompozisyonu

180 dakika olarak uygulanmıştır. Çalışma süresince sıcaklık kontrolü  $\pm 2^{\circ}\text{C}$  hassaslığında elektronik sıcaklık probu ile sağlanmıştır. Nitrik ve oksalik asit için Box-Wilson deneysel tasarım metodu bağımsız değişken noktaları Tablo 1’de verilmiştir. Deney noktaları, 6 tane aksiyal (A), sekiz tane faktöriyel (F) ve bir merkez noktadan (C) oluşmaktadır. Merkez nokta deneyleri 3 kez tekrarlanmıştır.

Tablo 1. Box-Wilson deneysel tasarımı için bağımsız değişken noktaları

	Sıcaklık (°C)	Nitrik asit kons. (M)	Oksalik asit kons. (M)	Zaman (dk.)
A1*	100	2.05	1.05	97.5
A2*	20	2.05	1.05	97.5
A3*	60	4	2	97.5
A4*	60	0.1	0.1	97.5
A5*	60	2.05	1.05	180
A6*	60	2.05	1.05	15
F1#	83	3.2	1.6	145
F2#	83	3.2	1.6	50
F3#	83	0.9	0.5	145
F4#	83	0.9	0.5	50
F5#	37	3.2	1.6	145
F6#	37	0.9	0.5	145
F7#	37	3.2	1.6	50
F8#	37	0.9	0.5	50
C <sup>a</sup>	60	2.05	1.05	97.5

\*Aksiyal deney noktaları, #Faktöriyel deney noktaları,  
<sup>a</sup>Merkez nokta

Fosfor salınım miktarının hesabı için aşağıda verilen cevap fonksiyonu kullanılmıştır:

$$Y_p = b_0 + b_1X_1 + b_2X_2 + b_3X_3 + b_{12}X_1X_2 + b_{13}X_1X_3 + b_{23}X_2X_3 + b_{11}X_1^2 + b_{22}X_2^2 + b_{33}X_3^2$$

Burada;  $Y_p$  tahmin edilen cevap fonksiyonunu (fosfor salınma miktarı),  $b_0$  sabit,  $b_1, b_2, b_3$  lineer katsayıları,  $b_{12}, b_{23}, b_{13}$  etkileşim katsayılarını,  $b_{11}, b_{22}, b_{33}$  değişkenlerin kare (square) katsayılarını göstermektedir.

### DeneySEL çalışMA sonuÇları

Yukarıda verilen cevap fonksiyonu katsayıları Statistica 5.0 bilgisayar programı kullanılarak

hesaplanmıştır (Tablo 2). Belirlenen katsayılar kullanılarak cevap fonksiyonu ile nitrik asit ve oksalik asit için fosfor salınım değerleri hesaplanmıştır. Her iki asit için deneysel olarak ölçülmüş değerler ve bilgisayar programı kullanılarak hesaplanan değerler mg PO<sub>4</sub>-P/gr Katı Madde olarak Tablo 3’de verilmiştir.

Tablo 2. Nitrik asit ve oksalik asit için cevap fonksiyonu katsayıları

Katsayılar	Nitrik Asit $Y_p$	Oksalik Asit $Y_p$
$b_0$	-1.723081	7.698404
$b_1$	-0.027996	-0.212260
$b_2$	2.463290	-4.478831
$b_3$	0.096032	0.014818
$b_{12}$	0.000591	0.037549
$b_{13}$	-0.000106	0.000589
$b_{23}$	-0.011270	-0.008612
$b_{11}$	0.001389	0.001602
$b_{22}$	-0.128437	1.755940
$b_{33}$	-0.000237	-0.000188

Tablo 3 Nitrik asit ve oksalik asit için deneysel olarak belirlenen ve bilgisayar programı kullanılarak hesaplanan fosfor salınım değerleri

Nitrik Asit		Oksalik Asit	
$Y_p$ mgP/gr KM	$Y_p$ mgP/gr KM	$Y_p$ mgP/gr KM	$Y_p$ mgP/gr KM
Deneysel	Hesaplanan	Deneysel	Hesaplanan
19.23	17.82	11.03	8.20
6.95	7.45	1.65	2.04
12.72	11.63	3.95	4.73
8.07	8.22	6.80	3.55
12.02	10.47	3.10	1.66
6.48	7.13	1.90	0.91
12.38	14.68	6.32	6.73
14.47	14.21	4.38	5.46
13.70	13.87	2.52	5.55
10.13	10.94	1.42	3.38
9.05	8.92	1.08	0.96
7.23	8.17	0.92	1.67
7.48	7.99	3.45	2.26
6.40	4.78	0.65	2.08
10.27	10.39	2.56	2.56

Nitrik asit için  $R^2=0.995$ , Oksalik asit için  $R^2=0.853$

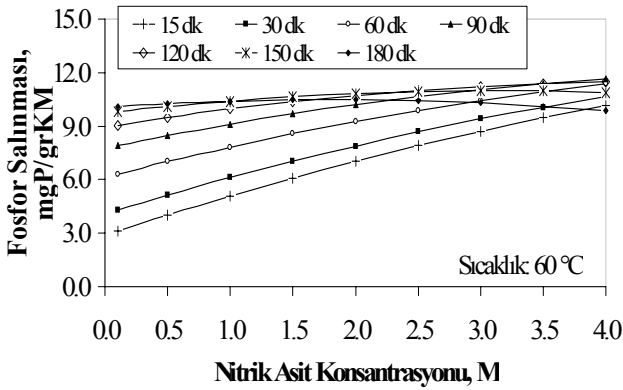
Fosfor salınım miktarı için hesaplanan değerler ile deneysel olarak ölçülmüş değerler arasında

uyum olduğu belirlenmiştir.  $R^2$  değeri nitrik asit için 0.995, oksalik asit için 0.853 olarak bulunmuştur.

Kurutulmuş çamurdan fosforun salınması için nitrik asit ve oksalik asit uygulamaları ile elde edilen sonuçların karşılaştırılması amacıyla, fosfor salınımı üzerinde konsantrasyon-karıştırma süresinin etkisi, sıcaklık-karıştırma süresinin etkisi ve konsantrasyon-sıcaklığın etkisi ayrı ayrı değerlendirilmiştir.

### Fosfor salınması üzerinde konsantrasyon ve karıştırma süresinin etkisi

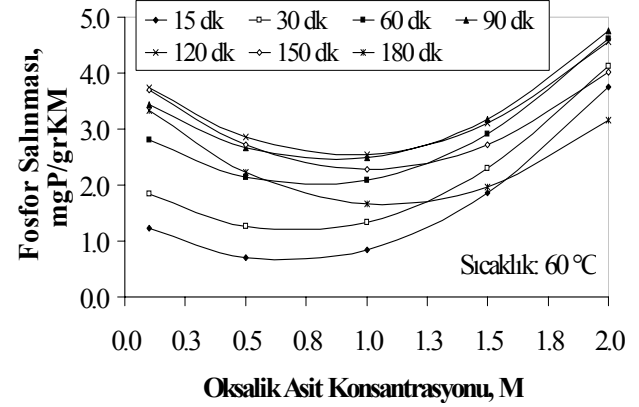
Fosfor salınması 60°C sabit sıcaklıkta nitrik asit konsantrasyonu ve karıştırma süresinin artışı ile artmıştır (Şekil 2). Bununla beraber 120 dakikadan sonra kademeli olarak azaldığı gözlenmiştir. En yüksek salınma değeri (11mgP/grKM) 4M nitrik asit konsantrasyonunda belirlenmiştir. Düşük nitrik asit konsantrasyonlarında karıştırma süresinin artması ile fosfor salınması artarken yüksek konsantrasyonlarda fosfor salınmasının uygulama süresi ile çok fazla değişmediği gözlenmiştir. Örneğin 0.1 M konsantrasyon değerinde 15. dakikada 3.12 mgP/grKM, 180. dakikada 10.09 mgP/gr KM salındığı belirlenmiştir. Oysa 4 M nitrik asit konsantrasyon değerinde 15. dakikada 10.15 mgP/grKM, 180. dakikada 9.87 mgP/gr KM salındığı gözlenmiştir.



Şekil 2. Nitrik asit konsantrasyonu ile farklı karıştırma sürelerinde fosfor salınmasının değişimi

60°C'de farklı karıştırma sürelerinde oksalik asitle fosfor salınmasının değişimi Şekil 3'de verilmiştir. Karıştırma süresi ve oksalik asit konsantrasyonu ile fosfor salınması arasında

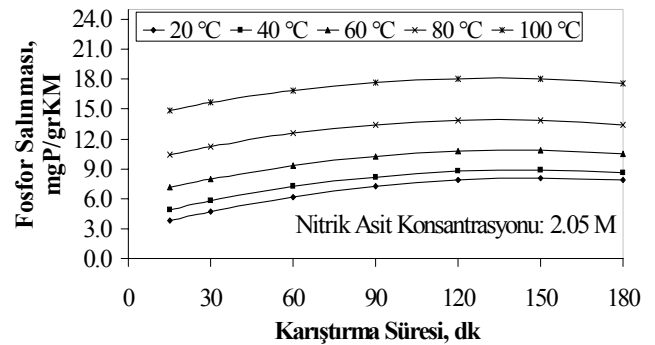
düzenli bir ilişki gözlenmemiştir. Tüm karıştırma sürelerinde 1M oksalik asit konsantrasyonuna kadar fosfor salınması azalırken 1M'dan daha yüksek konsantrasyonlarda artmıştır. Oksalik asitin nitrik aside göre fosfor salınmasında etkili olmadığı belirlenmiştir.



Şekil 3. Oksalik asit konsantrasyonu ile farklı karıştırma sürelerinde fosfor salınmasının değişimi

### Fosfor salınması üzerinde sıcaklık ve karıştırma süresinin etkisi

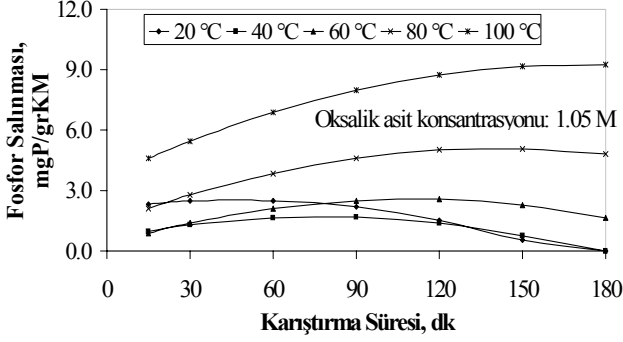
Box-Wilson deneysel tasarım metodunun nitrik asit konsantrasyonu için merkez nokta olarak hesaplanan 2.05 M konsantrasyonda sabit tutulduğunda karıştırma sıcaklığı artışı ile önemli şekilde fosfor salınması artmıştır. Karıştırma süresinin de az miktarda etkili olduğu görülmüştür. Fosfor salınmasının 100°C'de en yüksek değere 18mgP/grKM ulaştığı gözlenmiştir (Şekil 4).



Şekil 4. Sabit nitrik asit konsantrasyonunda farklı sıcaklıklarla fosfor salınmasının değişimi

Oksalik asit konsantrasyonu 1.05 M sabit tutulduğunda fosfor salınması karıştırma sıcaklığının

artışıyla arttığı ancak nitrik asit kadar düzenli bir artış göstermediği belirlenmiştir (Şekil 5). Nitrik asit kullanılarak yapılan deneylerde, karıştırma süresine göre sıcaklık artışının daha fazla fosfor salınmasına yol açtığı gözlemlenmiştir.

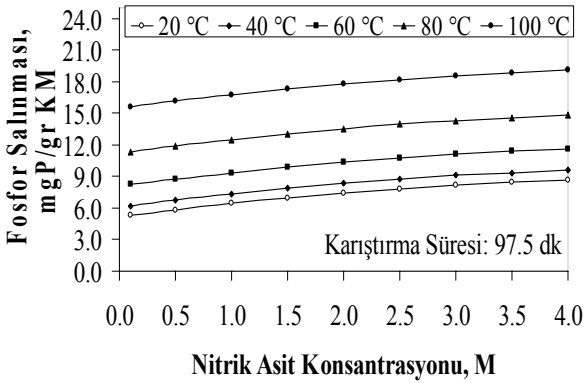


Şekil 5. Sabit oksalik asit konsantrasyonunda farklı sıcaklıklarla fosfor salınmasının değişimi

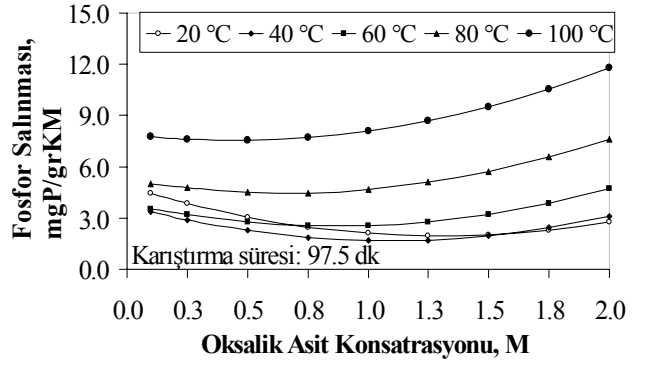
### Fosfor salınması üzerinde sıcaklık ve asit konsantrasyonunun etkisi

Sabit karıştırma süresinde, karıştırma sıcaklığı ve nitrik asit konsantrasyonu artışının, fosforun daha fazla salınmasına yol açtığı belirlenmiştir. Her 20°C sıcaklık artışıyla fosfor salınması kademeli olarak artmıştır (Şekil 6).

Şekil 7'de karıştırma sıcaklığının artışıyla fosfor salınmasının arttığı gözlenmiştir. İlave olarak oksalik asit konsantrasyonunun artışı ile fosfor salınması önemli derecede artmadığı gözlenmiştir. Örneğin 100°C'de 0.1 M konsantrasyonda 7.8 mgP/gr KM fosfor salınırken, 2M konsantrasyonda sadece 11.8 mgP/gr KM fosfor salınması gözlenmiştir.



Şekil 6. Nitrik asit konsantrasyonu ile farklı sıcaklıklarında fosfor salınmasının değişimi



Şekil 7. Oksalik asit konsantrasyonu ile farklı sıcaklıklarında fosfor salınmasının değişimi

### Sonuçlar

DeneySEL çalışmalarda elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibi özetlenebilir:

- Nitrik asit ile oksalik asidin fosfor salınması üzerindeki etkilerini belirlemek amacıyla kullanılan Box-Wilson deneysel tasarım metodu ile hesaplanan fosfor salınım miktarı değerleri ile deneysel olarak ölçülmüş değerler arasında uyum olduğu belirlenmiştir (Nitrik asit için  $R^2=0.995$ , Oksalik asit için  $R^2=0.853$ ).
- 60°C sıcaklık sabit tutulduğunda düşük nitrik asit konsantrasyonlarında karıştırma süresinin artması ile fosfor salınması artarken yüksek konsantrasyonlarda fosfor salınmasının süre ile çok fazla değişmediği gözlenmiştir. 60°C'de farklı karıştırma sürelerinde oksalik asitle fosfor salınmasının değişimi incelendiğinde karıştırma süresi ve oksalik asit konsantrasyonu ile fosfor salınması arasında düzenli bir ilişki gözlenmemiştir.
- 2.05 M konsantrasyonda ise karıştırma sıcaklığı artışı ile önemli şekilde fosfor salınması artmıştır. Bu durumda karıştırma süresinin de az miktarda etkili olduğu görülmüştür. Oksalik asit konsantrasyonu 1.05 M sabit tutulduğunda fosfor salınması karıştırma sıcaklığının artışıyla arttığı ancak nitrik asit kadar düzenli bir artış göstermediği belirlenmiştir.
- Karıştırma süresi sabit tutulduğunda hem nitrik asit hem de oksalik asit ile yapılan deneylerde sıcaklığın artışı ile

fosfor salınması miktarının arttığı belirlenmiştir.

## Teşekkür

Bu çalışma Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu (TÜBİTAK) (Hızlı Destek Projesi-105Y376) ve Süleyman Demirel Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yönetim Birimi (SDU-BAP 798D03) tarafından desteklenmiştir.

## Kaynaklar

- American Public Health Association (APHA), (2005). Standard Methods for the Examination of Waste and Wastewater (19th ed.) Washington.
- Berg, U., Schaum, C., (2005). Recovery of Phosphorus from Sewage Sludge and Sludge Ashes– Applications in Germany and Northern Europe, *Proceeding of First National Sludge Symposium NSS-2005*, İzmir, ISBN 975-441-221-9, 87-98.
- Brett S, Guy J, Morse JK and Lester JN, (1997). Phosphorus Removal and Recovery Technologies, *Selper Publications*, 142.
- Box, G., Hunter, W., ve Hunter, J., (1978) *Statistics for experiments*, Wiley, New York.
- Hultman, B. (2001) Phosphorus recovery from sewage sludges: research and experiences in Nordic countries. SCOPE 41 Newsletter (CEEP Publication), 29-33
- Jaffer Y, Clark TA, Pearce P, ve Parsons SA, (2002). Potential phosphorus recovery by struvite formation, *Water Research*, **36**, 1834-1842
- Lee, S.I., Weon, S.Y., Lee, C.W., Koopman, B., (2003). Removal of nitrogen and phosphate from wastewater by addition of bittern. *Chemosphere*, **51**, 265-271.
- Montag, D., Gethke, K., ve Pinnekamp, J., (2007). Different approaches for prospective sludge management incorporating phosphorus recovery, *Proceeding of Facing Sludge Diversities: Challenges, Risks and Opportunities*, 28-30 March, Antalya, Türkiye.
- Morse, G.K., Brett, S.W., Guy, J.A., Lester, J.N., (1998). Review: Phosphorus removal and recovery technologies. *The Science Total Environment*, **212**, 69-81.
- Pakdil, N.B., Filibeli, A., (2007). Effects of organic and inorganic acids on phosphorus release from municipal sludge, *Proceeding of Facing Sludge Diversities: Challenges, Risks and Opportunities*, 28-30 March, Antalya, TURKEY.
- Saktaywin W, Tsuno H, Nagare H, Soyama T ve Weerapakkaron J, (2005). Advanced sewage treatment process with excess sludge reduction and phosphorus recovery, *Water Research*, **39**: 902–910.
- Schaum, C., Cornel, P., Jardin, N., (2005) Possibilities for a Phosphorus Recovery from Sewage Sludge Ash. *Proceeding of IWA – WISA Conference on the Management of Residues Emanating from Water and Wastewater Treatment*. Sandton Convention Centre, Johannesburg, South Africa, 9-12 August.
- Stark , K., Plaza, E., Hultman, B., (2006). Phosphorus release from ash, dried sludge and sludge residue from supercritical water oxidation by acid or base, *Chemosphere*, **62**, 827–832.
- Steen, I., (1998). Phosphorus availability in the 21st century: management of a non-renewable resource, *Phosphorus Potassium*, **217**, 25–31.
- Takahashi, M., Kato, S., Shima, H., Sarai, E., Ichiooka, T., Hatyakawa, S., Miyajiri, H., (2001). Technology for recovering phosphorus from incinerated wastewater treatment sludge, *Chemosphere*, **44**, 23-29.
- Tchobanoglous, G., Burton, F.L., (1991). *Wastewater Engineering: Treatment, Disposal, Reuse*, Metcalf&Eddy, Third Edition, McGraw-Hill International Editions, <http://www.nhm.ac.uk/mineralogy/phos/pfile11.htm>, (2005).
- Weideler, A., Brechtel, K., Maier, W, Krampe, J., and Rott ,U. (2005). Recovery of phosphorus from sewage sludge as MAP. *Proceeding of IWA-WISA Johannesburg*.