



**BÜLENT ECEVİT ÜNİVERSİTESİ**  
**ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

**ÇEVRE KİMYASI II DERSİ**

**DENEY FÖYÜ**

**(2017-2018)**

## **DENEY PROGRAMI**

- 1. HAFTA** - Yađ ve Gres Tayini - Katı Madde Tayini (AKM, TKM, ÇKM)
- 2. HAFTA** - Çözünmüş Oksijen Tayini ve BOİ
- 3. HAFTA** - Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ)
- 4. HAFTA** - Kjehldahl Yöntemi ile Azot Tayini
- 5. HAFTA** - Nitrit ve Nitrat Tayini
- 6. HAFTA** - Fosfat Tayini - Kalıntı Klor Tayini

## YAĞ ve GRES TAYİNİ

**DENEYİN AMACI:** Laboratuarda katı örneklerinin yağ içeriğini soxhlet kullanarak belirlemek

**TEORİ:** Gres terimi, sıvı çözüldüden veya süspansiyondan hekzan veya triklortrifloreten (feron) vasıtası ile ekstrakte edilebilen (özütlenebilen) organik maddelerin tümü (yağ, gres, vaks, mum, yağ asidi vb.) için kullanılır. Yani yağ ve gres ile benzer fiziksel özellikleri olan madde grupları hekzan ve freon gibi çözücüler içerisinde ortak çözünürlük esasına göre kantitatif olarak belirlenir. Gres türünde belirtilen maddelerin tümü, yağ gibi bir görünüme sahiptirler ve atıksu tasfiyesinde gresin yarattığı problemleri aynen meydana getirirler.

Yağ ve gres, hidrokarbonları, yağ asitlerini, sabunları, hayvansal yağları, bitkisel yağları, asitli bir numuneden çözücü vasıtasıyla çıkarılan ve test sırasında uçmayan diğer maddeleri kapsar. Yağ ve gres evsel atıksularda 50 mg/L bulunduğu zaman “zayıf”; 100 mg/L bulunduğu zaman “orta”; 150 mg/L bulunduğu zaman ise “yüksek” konsantrasyonda kirletici parametre sayılır. Yağ ve gresin çeşitli etkileri vardır:

- a) Biyolojik parçalanmaya karşı dirençlidirler.
- b) Çamur içerisinde bulduklarında çamur çürütücülerinin köpüklenmesine ve dolayısıyla da performanslarını azalmasına sebep olur.
- c) Proseslerde filtre gözeneklerinin tıkanmasına sebep olurlar.
- d) Çamurun gübre olarak kullanılma kalitesini düşürür. Yağ ve gres miktarı arttıkça çamurun gübre kalitesi düşer.
- e) Yağ ve gres su yüzeyinde ince bir film tabakası oluşturur ve göl kıyılarında da birikmelere sebep olur. Su yüzeyinde oldukları zaman atmosferdeki gazların suya difüzyonunu önleyebilir.

Yağ ve Gres tayini için çeşitli yöntemler geliştirilmiştir:

- a) Kısmi Gravimetrik Yöntem
- b) Kısmi İnfraruj Yöntemi
- c) Soxhlet Metodu

Bu yöntemler doğal sularda ve evsel atıksularda bulunan mineral hidrokarbonlar ve biyolojik lipitler için elverişlidirler; hatta endüstriyel atıksular veya bu maddeleri içeren arıtılmış suların çoğu için de kullanılabilirler. Bu föyde soxhlet metodu açıklanacaktır.

### **Kullanılan araç ve gereçler;**

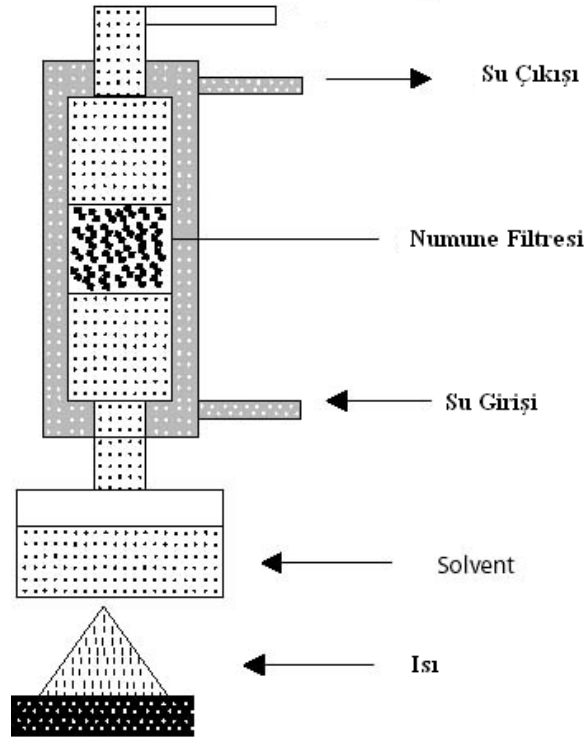
- Ekstraksiyon için soxhlet tüpü
- Buncher Hunisi (12cm)
- Elektrikli Isıtıcı
- Ekstraksiyon Kartuşu (Thimpline)
- Filtre Kağıdı (11cm)
- Muslin Bez
- Su Banyosu
- Desikatör
- Etüv

### **Reaktifler:**

- Hidroklorik asit, HCl (1+1)
- Hekzan kaynama noktası 47°C. Buharlaşma sırasında çözücü ölçülebilir miktarda artık bırakmamalıdır. Gerekirse damıtılır.
- Diatoma toprağı

### **DENEYİN YAPILIŞI**

Bu yöntemle göre suyun içinde bulunan yağ ve gres, ilk olarak numunenin pH=2 seviyelerine kadar asitlendirilmesiyle serbest yağ asitleri açığa çıkartılır. Daha sonra açığa çıkan tüm yağ ve gresin diatoma toprağı vasıtasıyla adsorblanması prensibine dayanır. Daha sonra bu kısım hekzanla birlikte ekstraksiyona tabi tutularak kullanılan düzenek vasıtasıyla soxhlet tüpünde toplanır. Soxhlet tüpünün içindeki hekzan tamamen uçurulduktan sonra (bkz. Şekil 1) ilk andaki ağırlığından çıkarılarak aradaki fark bulunur. Bu farkı yağ ve gresin oluşturması nedeniyle ilgili hesaplama bu mantığa göre yapılır.



Şekil 1: Katı Örneklerde yağ gres tayini

- Boş filtre kağıdı tartılır
- Filtre kağıdına numuneden yağ yedirilerek yeniden tartılır.
- Filtre kağıdı soxhlet cihazına yerleştirilir ve üzerine 250 ml hekzan ilave edilerek sifon yaptırılır.
- Soxhlet cihazının su giriş- çıkış bağlantıları yapılarak giriş suyu açılır.
- Örnek 3-4 kez sifon yaptırılır.
- Filtre kağıdı soxhlet cihazından çıkarılarak kurutulur ve tartılır.

### HESAPLAMALAR

$$\text{Örnek ağırlığı} = A-B, \text{ Yağ miktarı} = A-C, \text{ Örneğin yağ oranı} = \frac{A-C}{A} \times 100$$

A: Örnek+ Filtre kağıdı

B : filtre kağıdı

C : Ekstraksiyon sonundaki ağırlık

## **KATI MADDETAYİNİ**

**DENEYİN AMACI:** Su veya atıksudaki askıda veya çözünmüş haldeki katıların tayini.

**TEORİ:** Doğal ve atık sulardaki askıda veya çözünmüş haldeki maddeler katı maddeler olarak adlandırılır. Katı maddeler buharlaştırma işleminden ve 103-105 C’de kurutmadan sonra kalan katı maddedir. Yüksek derişimli askıda katı madde arıtma sistemlerinde olumsuz etkilere yol açar. Alıcı su ortamlarında katı madde miktarları fazla olursa çökelmelere ve fazla miktarda dip çamuru oluşmasına yol açar.

Çözünmüş ve çözünmemiş katı maddelerin tayini filtrelenmiş ve filtrelenmemiş örneklerde yapılır. Sularda çözünmüş katı maddeler anorganik tuzlar ve organik maddeler den oluşmaktadır. Bunlar askıda veya kolloidal haldedir. Çözünmemiş katı maddeler çökelemeyen ince askıda katı maddeler ve kendi ağırlıklarıyla çökelebilen katı maddeler olarak iki gruba ayrılırlar. Yer çekimi etkisiyle sudan daha ağır olan katı maddeler çöker. Atık sularda çökelebilen katı maddeler ölçülerek çökeltme ünitesinin hacim gereksinimi belirlenir.

Askıda katı maddeler Gooch Krozelerinden filtrasyon vasıtasıyla tayin edilebilir. Örnek kağıt filtrelerden filtrelenir ve sulu kısımdaki toplam katı madde belirlenir. Filtre edilmemiş toplam katılar ile filtrelenmiş örnekteki toplam katı madde arasındaki fark, örnekteki askıda katı madde derişimini verir.

Askıda katı maddeler nehir kirlenmesi kontrol çalışmalarında çökelebilir katı maddeler olarak dikkate alınır. Bunlar zamanla çökerek biyolojik ve kimyasal floklaşmaya dolayısıyla çökerek birikmeye yol açar.

Katı madde miktarı suyun yumuşatma işleminde seçilecek yöntemi belirlemede önemlidir. Biyolojik arıtmaya gidecek kirlilik yükünü hesaplamada da askıda katı madde tayini uygulanır.

### **Kullanılan araç ve gereçler**

- Etüv
- Desikatör
- Analitik terazi

- Cam elyaf filtre
- Süzme seti

## DENEYİN YAPILIŞI VE HESAPLAMALAR

Filtre süzme setine yerleştirilir. Bir yandan vakum uygulanarak filtre 3 kez 20'şer ml distile suyla yıkanır. Filtrede hiç su kalmayınca kadar vakum uygulaması sürdürülür ve yıkama suları dökülür. Bu filtre etüvde 103-105°C'de bir saat kurutulur ve havadaki nemden etkilenmemesi ve tam kuruması için desikatörde tutulur. Sabit tartıma gelmiş olan filtre dikkatli bir şekilde desikatörden alınarak tartılır.

- ❖ 100 ml numune alınarak filtreden süzülür.
- ❖ *Toplam Askıda Katı Madde.* Filtre bir pens yardımıyla alınarak kroze konur ve 1 saat süreyle 103-105°C'de kurutulur. Soğuması için desikatöre yerleştirilir ve soğutulup tartılır.

$$TAKM = \frac{(A - B) \times 1000}{mL_{numune}}$$

A: filtre+filtre edilemeyen katıların ağırlığı(mg)

B: Filtre ağırlığı(mg)

- ❖ *Uçucu Askıda Katı Madde* Filtre ve üzerindeki kalıntı, daha sonra 30 dakika süreyle fırında 500-550°C'de yakılır. Desikatörde soğutulup tartılır.

$$UAKM = \frac{(A - B) \times 1000}{mL_{numune}}$$

A: 550°C'de uçurulmadan önceki askıda katı madde ağırlığı(mg)

B: 550°C'de uçurulduktan sonraki askıda katı madde ağırlığı(mg)

- ❖ *Toplam Çözünmüş Madde* İlk filtreleme işleminden kalan süzüntü buharlaştırılarak 1 saat süreyle 103-105°C'de kurutulur. Önceden sabit ağırlığa getirilip tartılmış kroze yeniden tartılır.

$$TÇM = \frac{(A - B) \times 1000}{mL_{numune}}$$

A: 103-105°C'de kurumuş kroze+ katıların ağırlığı(mg)

B: Krozenin kendi ağırlığı(mg)

❖ *Uçucu Çözünmüş Madde* 103-105°C'de kurutulmuş olan süzüntü 30 dk boyunca 500-550°C'de tekrar uçurulur ve tartılır.

$$UÇM = \frac{(A - B) \times 1000}{mL_{numune}}$$

A: 550°C'de uçurulmadan önceki katı madde ağırlığı(mg)

B: 550°C'de uçurulduktan sonraki katı madde ağırlığı(mg)



## ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN

**DENEYİN AMACI:** Sularda Çözünmüş oksijen miktarını winkler metodu ile tayin etmek

**TEORİ:** Doğal sularda ve atıksularda bulunan çözünmüş oksijen konsantrasyonu fiziksel, kimyasal, biyokimyasal aktivitelere bağlıdır. Sulardaki çözünmüş oksijen konsantrasyonu sıcaklık ve tuzluluğun bir fonksiyonu olup bu parametreler ile ters orantılıdır.

**Doygunluk konsantrasyonu:** Atmosferik oksijen ile su ortamındaki çözünmüş oksijenin dengede olduğu konsantrasyondur. Herhangi bir sıcaklıkta su içindeki indeki çözünürlük Henry kanununa göre hesaplanabilir.

Tatlı sularda çözünmüş oksijenin doyumluk değeri

1 atm hava basıncı ve 0 °C'de de : 14.6 mg/l

35 °C'de de : 7.0 mg/l

### Çözünmüş Oksijenin Önemi

- Ortamın aerobik veya anaerobik olduğunun göstergesi
- Doğal sularda canlı hayat hayatının devamının göstergesi
- BOİ (Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı) ölçümleri
- Aerobik arıtma tesislerinde havalandırmanın verimliliği
- Korozyona sebep olması

### Kullanılan Araç ve Gereçler:

#### Kullanılan Reaktifler:

**Mangan Sülfat Çözeltisi;** 480 gr  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$  yada 400 gr  $MnSO_4 \cdot 2H_2O$  yada 364 gr  $MnSO_4 \cdot H_2O$  suda çözülür, filtre edilir ve 1 L'ye tamamlanır.  $MnSO_4$  çözeltisi asitlendirilmiş potasyum iyodur (KI) çözeltisi eklendiğinde nişasta ile renk vermemelidir.

#### Asit ve alkali çözeltiler, 1 N

Asidik veya bazik olan kullanılmış su numunelerinin nötralizasyonunun sağlanması gerekir. Bunun için 1 N NaOH veya 1 N  $H_2SO_4$  kullanılır.

#### Konsantre sülfirik asit

**Niřasta;** Sulu niřasta çöztisi yada kolay çözünen niřasta toz karıřımları kullanılabilir. 2gr. Niřasta ve koruyucu olarak 0,2 gr. Salisilik asit 100ml sıcak distile suda çözülr.

**Standart Sodyum Tiyosülfat Titrantı;** 6,205 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  distile suda çözülr ve 1 L ye tamamlanır.

**Standart sodyum bi-iyodat çöztisi;** 0,0021 M; 812,4 mg  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  distile suda çözülr ve 1 L ye tamamlanır.

**Standardizasyon;** Yaklařık 2g iyodat içermeyen KI 100 yada 150 ml distile su ile bir erlen içinde çözülr. 1 ml 6N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ya da birkaç damla konsantre  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ve 20 ml standart bi iyodat çöztisi eklenir. 200 ml'ye seyreltilir ve oluřan iyot, tiyosülfat ile titre edilir. Titrasyonun sonuna dođru saman sarısı rengine ulařıldığında niřasta çöztisi eklenir. Eđer çöztiler eřit güçte ise 20ml 0,025 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sarfedilecektir. Aksi takdirde  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çöztisinin deriřimini 0,025 M ayarlamak gerekir.

**Potasyum Florür Çöztisi;**

40 gr.  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  distile suda çözülr ve 100 ml'ye tamamlanır.

## **DENEYİN YAPILIŐI:**

### **Winkler metodunun esasları,**

Alkali řartlarda  $\text{Mn}^{+2}$  iyonu ortamdaki oksijenle daha yüksek deđerliklere oksitlenir.

Asit řartlarda elde edilen yüksek deđerlikli mangan, I<sup>-</sup> iyonunu serbest I<sub>2</sub>'a okside eder.

Ortaya çıkan I<sub>2</sub> oksijen eřdeđeri kadardır.

Açıđa çıkan I<sub>2</sub> standart sodyum tiyosülfat ile titre edilerek çözülmüř oksijen eřdeđeri olarak hesaplanır.

- 250-300 mL'lik hacmi bilinen Ç.O řiřesine numune ađzına kadar doldurulur ve řiředen numune tařırılarak řiřenin ađzı kapatılır. řiřenin içinde hava kabarcıđı kalmamalıdır.
- řiřenin kapađı açılarak 1 mL mangan sülfat çöztisi, bunu takiben 1 mL alkali-iyodür-azotür reaktifi řiřenin tam dibine dođru uzun bir pipet yardımı ile ilave edilir.
- řiřenin kapađı kapatılarak sise en az 15 defa alt-üst edilerek karıřtırılır.
- Çökelek oluřtuđunda řiřenin kapađı açılarak 1 ml deriřik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çöztisi katılır ve řiřenin kapađı kapatılır.
- Daha önce oluřmuř çökeleđin tamamen çözünmesi için sise ters-düz edilerek karıřtırılır. Çökelek çözüldükten sonra řiředeki çöztiden 200 ml ölçülerek bir erlene alınır.

- Örnek 0,025 M Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> çözeltisi ile saman sarısı rengine kadar titre edilir. Bu noktada birkaç damla nişasta çözeltisi eklenir ve oluşan mavi renk kayboluncaya kadar titrasyon sürdürülür.

### **HESAPLAMA**

$$\text{Çözünmüş Oksijen (Mg/L)} = \frac{A.N.8.1000}{(ml)numune}$$

A: Sodyum Tiyosülfat Sarfıyatı

\*200 ml örnek alındığında 1 ml sodyum tiyosülfat 1 mg/l çözünmüş oksijene eşittir.

## **BİYOKİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (BOİ)**

**DENEYİN AMACI :** Su örneklerinin biyolojik oksijen ihtiyacının hesaplanması

### **TEORİ:**

Atıksular organik maddeler içerdiğinden, bunların konsantrasyonları, yani sudaki miktarları, kirlilik derecesinin ölçüsü olarak kabul edilir. Organik maddenin ölçüsü olarak, biyokimyasal oksidasyon (karbonlu maddelerin oksitlenmesi) sırasında harcanan oksijen miktarı esas alınabilir ve bu değer de BOİ olarak adlandırılır.

İçerisinde bakteri bulunan kanalizasyon veya endüstri atık sularına oksijen verildiği takdirde, bakteriler aracılığı ile, kararsız (çürüeyebilen) maddeler aerobik parçalanmaya uğrar. Bu ayrışma sırasında bir miktar oksijen sarf edilir. Çürüeyebilen maddeler kararlı hale dönüşürler. Organik maddelerin aerobik şartlarda kararsız halden kararlı hale gelmeleri için bakteriler tarafından kullanılan oksijen miktarına, “biyokimyasal oksijen ihtiyacı” denir.

BOİ parametresi, kanalizasyon ve içinde toksik maddeler bulunmayan endüstri atıklarının kirletme derecesini, gerekli oksijen miktarı cinsinden tayinde kullanılır. Ayrıca artıma sistemlerinin tasarımı ve işletilmesi, alıcı ortama atık su deşarj limitlerine uygunluğunun kontrol edilmesi ve biyolojik artıma sistemlerinin performansının ölçülmesinde kullanılmaktadır. Yerleşim alanlarından kaynaklanan evsel atık suların BOİ değeri ortalama 200 mg/L değerindedir.

BOİ deneylerinde meydana gelen reaksiyonlar, biyolojik faaliyetlerin sonucudur. Reaksiyon hızı, sıcaklık ve suyun kirliliğine bağlıdır. Deneyde yaşayan organizmalar, organik maddelerin su ve karbon dioksite oksidasyonu için görev yaparlar. Deney sırasında oksijen miktarının tükenmemesi gereklidir. 20 °C de oksijen sudaki çözünebilir miktarı 9,0 mg/L'dir. Bu nedenle, kirli suların istenen düzeye kadar seyreltilmesi gereklidir. Ortamın bu süre esnasında bakterilerin faaliyetini engellemeyecek şekilde uygun olması gereklidir. Ortamda zehirli maddeler bulunmamalıdır. Ayrıca gerekli yiyecek maddesi ve bakterilerin büyümesi için azot, fosfor gibi belirli elementlerin bulunması gereklidir. Teorik olarak tam bir biyolojik oksidasyon için çok uzun zaman gerekir. Pratikte reaksiyonun 20 günde tamamlandığı kabul edilir. Ancak tecrübeler, biyolojik oksijen ihtiyacının büyük bir kısmının ilk 5 günde sarf edildiğini göstermiştir. Kullanma suları ve birçok endüstri atık sularında 5 günlük BOİ nin toplam BOİ nin %70'i veya %80'i oranında olduğu bulunmuştur. Bu durum ortamdaki

organik madde miktarı ve asının (ayrışmayı sağlayacak mikroorganizmalar) kalitesi ile ilgilidir.

## OKSİTOPLAR

Oksitoplar ile ölçme sistemi kapalı bir sistemdeki basınç ölçümleridir. Numunedeki mikroorganizmalar oksijen tüketip CO<sub>2</sub> oluştururlar. Bu NaOH tarafından emilerek direk mg/L olarak ölçülebilen bir vakum oluşturur. Kullanılan numune hacmi tam bir BOİ deneyi için gerekli oksijen miktarını düzenler.

## DENEYİN YAPILIŞI

### ARAÇ GEREÇLER:

1. BOİ şişeleri: 250 ile 300 ml'lik ağzı sıkı cam kapaklı
2. İnkübatör: 20±1°C'de termostat yardımıyla sıcaklığı korunabilen özellikte.
3. Büret
4. Pipet
5. Titrasyon için erlen
6. Mezür

## DENEYİN YAPILIŞI

İnkübatör şişesi örnek ile çalkalanarak temizlenir.

Manyetik bar şişeye yerleştirilir.

Çeşitli örnek hacimleri için ölçüm aralığı

<i>Sample volume (ml)</i>	<i>Measuring range (mg/l)</i>	<i>Factor</i>
432	0 - 40	1
365	0 - 80	2
250	0 - 200	5
164	0 - 400	10
97	0 - 800	20
43.5	0 - 2000	50

0-40 mg/L ölçüm aralığı için 432 ml örnek alınır.

2 adet NaOH tableti plastik korumaya konulur.

Oksitop ölçüm başlığı şişeye takılır. Oksitop sıfırlanır ve başlatılır.

5 gün süre ile 20 °C' de sürekli karıştırılarak bekletilir. Oksitop 24 saatte bir otomatik olarak oksijen tüketimini kaydeder. 5 gün sonunda değer 12 olarak okunmuştur.

## HESAPLAMA

**Aşı gerekli değilse**

$$mg / LBOİ = \frac{D1 - D2}{P}$$

**Aşılı seyreltme suyu kullanıldığında**

$$mg / LBOİ = \frac{(D1 - D2) - (B1 - B2)f}{P}$$

Burada;

D1 : Numunenin hazırlandıktan 15 dakika sonraki çözünmüş oksijen değeri, (mg/L)

D2 : Seyreltik numunenin 5. gün sonundaki çözünmüş oksijen değeri, (mg/L)

B1 : Aşının birinci gün çözünmüş oksijen değeri, (mg/L)

B2 : Aşının besinci gün çözünmüş oksijen değeri, (mg/L)

f : Numunedeki ası yüzdesinin, ası kontrolündeki ası yüzdesine oranı  
(D1'deki % ası / B1'deki % ası)

p : Numunenin seyreltme oranı (ondalık kesir olarak)

## **KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (KOİ)**

**DENEYİN AMACI:** Su numunelerinin kimyasal oksijen ihtiyacının hesaplanması

### **TEORİ**

Kimyasal oksijen ihtiyacı organik maddelerin redoks reaksiyonlarıyla parçalanması sırasında ihtiyaç duyulan oksijen miktarıdır. Bu parametre ile atıksuların bünyesindeki organik maddeler, kimyasal oksidasyonları için gerekli oksijen miktarı cinsinden belirlenir. Yöntem birkaç istisna dışında tüm organik maddelerin tüm organik maddelerin kuvvetli oksitleyicilerle asit ortamlarda oksitlenebilecekleri esasına dayanmaktadır. Oksidasyon sırasında karbonlu organik maddeler CO<sub>2</sub> ve H<sub>2</sub>O'ya, azotlu organik maddeler ise NH<sub>3</sub>'e dönüşür. KOİ'nin BOİ deneyine göre en önemli üstünlüğü kısa sürede yürütülüp sonuçlanmasıdır. Bir atıksuyun KOİ'si genellikle BOİ sinden daha yüksektir (çünkü BOİ deneyinde sadece biyolojik yolla ayrışabilen maddeler için harcanan oksijen miktarı hesaplanır, KOİ için böyle bir kısıtlama yoktur).

Kimyasal oksijen ihtiyacı,

- Evsel ve endüstriyel atık suların kirlilik derecesini belirlemede,
- Biyolojik yaşam için toksik etkili bileşikler içeren endüstriyel ve evsel atıksuda bulunan organik maddeleri ölçmek,
- Bazı atıksu sistemlerinin ölçeklendirilmesi ve işletilmesi için kullanılır.

KOİ deneyi, laboratuvarında örneğin şiddetli asit koşullarda kuvvetli bir oksitleyici olan potasyum dikromat ile kaynatılarak oksitlenmesini sağlayan 2 saatlik bir kaynama sonunda kalan oksitleyicinin standart indirgen madde çözeltisi ile volumetrik yoldan saptanması esasına dayanır. Kaynama esnasında uçucu organik maddelerin kaybını önlemek için geri soğutucular kullanılarak çıkan buhar yoğunlaştırılır ve reaktöre geri gönderilir.

### **Kullanılan araç gereçler:**

Geri soğutucu

500 veya 250 ml'lik erlen

Elektrikli ısıtıcı

### **Reaktifler:**

*Standart potasyum bikromat parçalama çözeltisi*, 0,0167M 2 saat 103oCde kurutulmuş 4,913 gr K<sub>2</sub>CrO<sub>7</sub> üzerine 500 ml su eklenir.167 ml konsantre sülfirik asit içinde 33.3 gr HgSO<sub>4</sub> çözülür oda sıcaklığında soğutulur ve 1000 ml ye tamamlanır.

*Sülfirik asit çözeltisi*, 1 kg'ında 5,5 gr gümüş sülfat içeren derişik sülfirik asit. Gümüş sülfatın çözünmesi 1-2 gün alır( 10,12 gr Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 1L derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>'de çözülür)

*Standart demir amonyum sülfat çözeltisi*, 0,1N 39,2 gr Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O distile suda çözülür. Çalkalayarak azar azar 20 ml derişik sülfirik asit eklenir. Soğutulur ve 1000 ml'ye seyreltilir. Bu çözelti kullanıldığı her gün standart bikromat çözletisine karşı ayarlanmalıdır.

*Ferroin belirteç çözeltisi*, 1,485 gr 1,10 fenontrolin monohidrat ve 695 mg FeSO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O distile suda çözülür ve 100 mL'ye seyreltilir.

## DENEYİN YAPILIŞI

- 2,5 ml numune kültür tüpüne dökülür ve üzerine 1,5 ml parçalama çözeltisi eklenir (tüplerin boyutu ve numune miktarına göre eklenecek parçalama çözeltisi miktarı Tablo1'de verilmiştir).

Tablo1 tüplerin boyutu ve numune miktarına göre eklenecek parçalama çözeltisi miktarı

Tüp boyutu	Örnek hacmi(ml)	Parçalama hacmi(ml)	çözeltisi Sülfirik çözeltisi(ml)	asit Toplam hacim
16x100mm	2,5	1,5	3,5	7,5
20x150mm	5	3	7	15
25x150mm	10	6	14	30
standart 10ml'lik ampüller	2,5	1,5	3,5	7,5

- Sülfirik asit reaktifi dikkatlice tüp içerisine dökülür.
- Tüpler sıkıca kapatılır ve karışması için birkaç defa tersyüz edilir.
- Tüpler parçalayıcıya yerleştirilerek 2saat boyunca beklenir.
- Tüpler oda sıcaklığına kadar soğutulur .
- 1-2 damla fenolftalein belirteci eklenir ve 0,1 M standart demir amonyum sülfat (DAS) çözeltisi ile mavi-yeşil renkten kırmızı renge kadar titre edilir.



- Örnekler dışında bir erlene de 20 ml damıtık su ve çözeltiler konularak şahit hazırlanır ve yukarıdaki bütün işlemlerden geçirilir.
- DAS ayarı, bir erlene 10 ml standart bikromat çözeltisi konur, distile su ile 100 ml'ye seyreltilir. Erlen çalkalanarak azar azar 30 ml derişik sülfirik(gümüşlü sülfirik asit değil) asit eklenir, soğutulur.

Ferroun belirtecine karşı standart DAS çözeltisi titre edilir.

$$\text{Molarite}(M) = \frac{\text{ml}0,0167\text{MK}2\text{Cr}2\text{O}7\text{miktarı}}{\text{demiramonyumsülfat sarfiyatı}(ml)} \times 0,1$$

## HESAPLAMA

$$\text{KOİ}(mg/l) = \frac{(A - B).M.8000}{\text{Vörnek}}$$

Burada,

A: Şahidin demir amonyum sülfat sarfiyatı, ml

B: Numunenin demir amonyum sülfat sarfiyatı, ml

N: DAS normalitesi

## **TOPLAM KJELDAHL AZOTU DENEYİ (TKN)**

**DENEYİN AMACI:** Su örneklerinde azot miktarının belirlenmesi

### **TEORİ:**

Azot ve azotlu bileşikler çevre kirlenmesi açısından oldukça önemlidir. İçme ve kullanma suları ile yüzeysel suların ve kirlenmiş su kütlelerinin içerdiği çeşitli organik ve inorganik azotlu bileşikler tayin edilerek, suyun kalitesi hakkında karar verilebilmektedir. Örneğin; sudaki amonyak kısa süre önce meydana gelmiş bir fekal kirlenmeyi işaret eder. Sularda ve atıksularda bulunan başlıca azot bileşikleri azalan oksidasyon kademesine göre, Nitrat azotu ( $\text{NO}_3\text{-N}$ ), Nitrit Azotu ( $\text{NO}_2\text{-N}$ ), Amonyak azotu ( $\text{NH}_3\text{-N}$ ) ve organik azot (org-N) şeklinde sıralanabilir. Bu azot türlerinin yanı sıra azot gazı ( $\text{N}_2\text{-N}$ ) da azot çevriminde yer almaktadır. Azot çevriminde bulunan türler, biyokimyasal reaksiyonlar sonucunda birbirlerine dönüşebilmektedir.

Organik azot, -3 değerlikli oksidasyon kademesinde olan ve organik olarak bağlı azot türüdür. Organik azot protein, peptid, nükleik asit ve üre gibi doğal maddelerin dışında çok sayıda sentetik organik maddeyi de içermektedir. Organik azot derişimi göl sularında birkaç yüz  $\mu\text{g/L}$ 'den, kanalizasyon sularında ise 20  $\text{mg/L}$ 'ye kadar çıkabilmektedir. Amonyak azotu ise, büyük oranda organik azot içeren bileşiklerin deaminasyonu ve ürenin hidrolizi sonucunda meydana gelebilmektedir. Amonyak azotu derişimi, yüzey ve yer altı sularında 10  $\mu\text{g/L}$ 'ye, atıksularda ise 30  $\text{mg/L}$ 'ye çıkabilmektedir. Organik azot ve amonyak azotunun birlikte tespit edilebilme ve Toplam Kjeldahl Azotu (TKN-N) olarak ifade edilmektedir.

Kjeldahl azot tayininin esası, suyun içindeki organik maddeleri kuvvetli oksitleyici koşullarda parçalama işlemi ile amonyak azotuna dönüştürmek ve amonyak tayininde kullanılan titrasyon yöntemi ile tayin edilir. Sonuçta hem amonyağa dönüştürülen organik azot, hem de suyun içindeki amonyak birlikte ölçülmüş olur.

Parçalanma işlemi; kjeldahl parçalanması olarak bilinen reaksiyon; derişik asitli ortamda kaynama balonundaki suyun buharlaşması, sülfürik asitin kaynamaya başladığı beyaz renkli duman çıkarması ile başlar. Organik kısım önce kararır, sonra karbonun kabarcıklar halinde  $\text{CO}_2$  olarak ortamdaki uzaklaşması gerçekleşir. Su örneği tekrar berraklaştıktan 20 dk sonra reaksiyon sona erer. Böylece tüm organik azotun amonyak azotuna dönüştüğü kabul edilir. Sülfürik asitin fazlası fenolftalein indikatörü kullanılarak nötralize edilir. Daha sonra pH 7

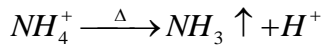
civarında suda kalan NH<sub>3</sub>-N azotu normal amonyak azotu tayin yöntemlerinden biri ile ölçülür.

### **Distilasyon ile Amonyak Tayin Yöntemi;**

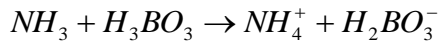
Distilasyon yöntemi amonyağı girişim yapan maddelerden ayırmaya yarar. Amonyum iyonları amonyak ve hidrojen iyonu ile denge halindedir.



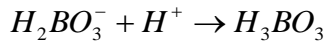
pH>8 değerleri için denge sağa doğru kayar ve numune kaynatıldığında amonyak gaz formunda ortamdandan ayrılır.



amonyağın ortamdandan ayrılması ile kalan hidrojen iyonları pH'ın düşmesine neden olur. bu yüzden NaOH ile dengelenir ve borat tamponu ilave edilir. Ayrılan amonyak distilasyon ile içinde borik asit bulunan kaplarda toplanır. Mükemmel bir tamponlayıcı olan borik asit amonyak ile aşağıdaki tepkimeyi verir.



Daha sonra Amonyak kuvvetli bir asitle geri titrasyon yardımıyla ölçülebilir. Bu titrasyonda aşağıdaki reaksiyon gerçekleşir;



Bu reaksiyon çözeltideki borat iyonlarını bulmaya yarar. Borik asit çözeltisi normal pH'sına düştüğünde, amonyağa denk miktarda kuvvetli asit ilave edilmiş demektir.

### **Kullanılan araç gereçler**

- Buchi (K-435) marka parçalama sistemi
- Buchi (B-414 ) marka scrubber
- Buchi (K-350) marka distilasyon sistemi
- Distilat toplamak için uygun erlenler
- Titrasyon düzeneği

### **Kullanılan reaktifler**

- %4'lük borik asit çözeltisi; 40 g borik asit 800 mL distile su içinde çözülür. pH'sı %10'luk NaOH ile 4,65'e ayarlanır. Çözelti 1 L'ye tamamlanır.
- 1 M HCl çözeltisi
- 0,02 M HCl çözeltisi; 1 M HCl çözeltisinden 100 mL alınır ve 500 mL'ye seyreltilir.

- *Katalizör*; 10 g  $K_2SO_4$  ve 0,3 g  $CuSO_4$  iyice karıştırılır. Her örneğe bu karışımdan 5 g eklenir.
- *Karışık indikatör çözeltisi*: 200 mg metil kırmızısı indikatörü 100 mL %95'lik etil veya izopropil alkolde çözülür. 100 mg metilen mavisi 50 mL %95'lik etil veya izopropil alkolde çözülür. İki çözelti birleştirilir.
- *%15 ve %32'lik NaOH çözeltisi*;
- *Derişik sülfürik asit*

### DENEYİN YAPILIŞI:

Tahmin edilen azot miktarına bağılı olarak, aşağıdaki tablodan örnek miktarı seçilerek parçalama cihazının tüplerine alınır.

Tahmin edilen azot miktarı	Örnek hacmi
< 5 mg N /L	200 mL
5-10 mg N /L	100 mL
20-50 mg N /L	50 mL
50-100 mg N /L	25 mL
>100 mg N /L	10 mL

Tüpün içine 4-5 adet kaynatma taşı, 5 g katalist ve 10 mL sülfürik asit konur. Bu arada, K-435 parçalama ünitesi 10. kademede 30 dk ısıtılır. Bütün parçalama işlemleri 10. ısıtma kademesinde yapılır. Parçalama işlemi sırasında beyaz duman görünür. Bu beyaz duman gözden kaybolduktan sonra parçalama işlemine 30 dk daha devam edilir. Bu süre sonunda tüpler ısıtma tablasından yukarı alınır ve oda sıcaklığına kadar soğuması için beklenilir. Alınan örnek hacimlerine göre parçalama işleminin süresi tabloda verilmiştir. Parçalama işlemi sırasında gaz temizleme ünitesi çalıştırılmalıdır.

Örnek hacmi (mL)	Kaynama zamanı (dk)	Buharlaşıma (dk)	Beyaz duman (dk)	Toplam (dk)
25	4-5	8-10	10	55
50	5	16	10	60
100	7-10	35	10	85
200	10-15	70	10	125

Parçalama ünitesinden alınan tüp distilasyon ünitesine bağlanır içine 20 mL su ilave edilerek seyreltilir ve REAGENT düğmesi ile 30 mL NaOH ilave edilir. Oluşan çözeltinin rengi temiz bir kahve veya mavi olmalıdır. Distilatın toplanacağı erlene %4'lük borik asit çözeltisinden 50 mL ve karışık indikatörden 2-3 damla konur. Distilat hacmi ayarlanır ve distilata başlanır.

Distilat alınarak 0,02 M HCl ile titre edilir ve harcanan asit hacmi belirlenir.

### Hesaplamalar

$$TKN(mg/L) = \frac{(V_1 - V_2) \cdot M \cdot 14,01 \cdot 1000}{V_o}$$

TKN= Toplam Kjeldahl Azotu, mg N/L

$V_1$ = örneğin titrasyonu için kullanılan hidroklorik asitin hacmi, mL

$V_2$ = Şahitin titrasyonu için kullanılan hidroklorik asitin hacmi

$V_o$ = örneğin hacmi, mL

$M$  = Hidroklorik asitin molaritesi

14,01= azotun atomik kütlesi

### Deneyde kullanılan cihazların çalıştırılması

#### Kjeldahl Digestion Process (K-435)

- Cihazın düğmesine basılarak 10. kademedede 30dk ön ısıtma yapılır
- Parçalama tüplerinin içerisine örnekler ve reaktifler konulur.
- Parçalama tüplerini askıya yerleştirilir.
- Boş olan tüplerin üzerine uygun kapaklar kapatılmalıdır. Eğer uygun kapaklar yoksa içlerine saf sudan hazırlanmış örnekler konur.
- Tüplerin tamamı emme ünitesini bağlanır.
- Parçalama sıcaklığına ulaşıldığında (ekranda READY yazısı görüldüğünde) emme ünitesi bağlanmış örnek tüpleri ısıtma bloğunun içine yerleştirilir ve START tuşuna basılır. Alete bağlı olan scrubber otomatik olarak çalışmaya başlar.
- Gaz oluşumundan önce gaz sıyrıcı çalıştırılır
- Parçalama işlemi bittikten sonra örnek tüpleri emme ünitesi takılmış soğuma ünitesine yerleştiriniz soğumaya bırakılır.
- Soğuma işlemi bittiğinde STOP tuşuna basınız . Gaz sıyrıcı ünitesi duracaktır.
- Ekranda HEATING ibaresinin görülmesi cihazın hala sıcak olduğunu ve vantilatör tarafından soğutulduğunu göstermektedir.
- Parçalama işlemi bittikten sonra cihazın fişi hemen çekilmemeli, soğuması için 30 dk kadar cihaza elektrik verilmelidir.

#### Gaz Temizleyici (Scrubber B-414)

- Adsorbsiyon hücresi yavaşça yukarı doğru çekilerek kaldırılır
- Nötralizasyon hücresindeki GL-14 tüp bağlantısı gevşetilir ve hortum çekilerek çıkarılır

- Koruyucu kalkan ile koruyucu kapak kaldırılır.
- Nötralizasyon hücresinden yıkama aparatlı koruyucu disk kaldırılır.
- Nötralizasyon hücresi içine yıkama çözeltisi (Kjeldahl için % 15'lik NaOH) dikkatlice maksimum işaretine kadar boşaltılır.
- Açma kapama tuşundan cihazı çalıştırılır
- Soğutma suyu akış hızınının 60 lt/saat'i geçmemelidir
- Emme performansı işlem sırasında vidalı kısımda (GL-14) 0,1-0,3 mm genişliğinde bir delik açılarak ayarlanabilir (örneğin, örnekler kururken)
- Üst basınç vanasının doğru çalışıp çalışmadığını kontrol etmek için dağıtma başlığındaki sol tüp bağlantısını çıkarın ve açıklığa parmağınızı koyun. Üst basınç vanası açıldıktan sonra bir ses değişimi görülebilir. Cihaz çalıştırıldığında nötralizasyon tankındaki yıkama çözeltisinde kabarcıklar görünüyorsa sistem sıkıdır.
- Parçalama ünitesinde işlem tamamlanana kadar scrubber çalıştırılır.

### **Distilasyonun (K-350)**

- Alet açılır ve jeneratör hazır olana kadar beklenir
- Su ile seyreltilmiş örneği içeren tüp yerleştirilir. Su ile seyreltme NaOH eklendiğinde oluşabilecek çok şiddetli reaksiyonu önler. Seyreltme oranı asit/su, 1/2 olacak şekilde yapılmalıdır.
- 250 mL'lik bir erlen hazırlanır. %4'lük borik asit çözeltisi konur ve 2-3 damla karışık indikatör damlatılır.
- "REAGENT" Düğmesine basılarak NaOH çözeltisi eklenir. Tavsiye edilen **NaOH derişimi %32'liktir**. 1 asit miktarına karşılık 3 NaOH gelecek şekilde alkali eklenir.
- Distile edilecek tüp sayısına göre depolara yeterli hacimde su ve **%32'lik NaOH** hazırlanmalıdır
- Eklenen NaOH hacmi örnek tüpünün arkasındaki ölçekten belirlenebilir. Eklenen hacim rengi temiz bir kahve veya maviye dönüştürmelidir.
- Gereken distilasyon zamanı ayarlanır.
- "START" basılarak distilasyona başlanır.

**NOT 1.** parçalama tüplerinde cam boncuk kullanılmamalıdır, çünkü cam tüpler zarar görebilir. Eğer bir örnekte köpük oluşumu eğilimi var ise, köpüğü önlemek için küçük bir miktar stearik asit ilave edilir.

**NOT 2.** Daha büyük örnek hacimleri kullanıldığında parçalama boyunca scrubber'in 1 L'si boşaltılarak yenilenir. Örneğin eğer 200 mL'lik 12 örnek kullanılıyorsa her yarım saatte scrubber yenilenmelidir. Scrubber boşaltılırken kapatılmalıdır. İçindeki çözelti yoğun asit içereceğinden lavaboya dökmeden önce nötrleştirilmesi gerekir.

**NOT 3 .** Distilasyondan sonra veya stopdan sonra, son distilasyon zamanı starta basılması ile hatırlatılabilir veya örnek tüpü değiştirildiğinde otomatik olarak devreye girecektir.

## **NİTRİT ve NİTRAT TAYİNİ**

### **DENEYİN AMACI:**

**TEORİ:** Azot ve azotlu maddeler, Çevre Mühendisliğinde büyük bir öneme sahiptir. İçme ve kullanma suları ile yüzeysel suların ve kirlenmiş su kütlelerinin içerdiği çeşitli organik ve inorganik azotlu bileşikler ölçülerek, suyun kalitesi hakkında karar verilebilmektedir. Sularda ve atıksularda bulunan başlıca azot bileşikleri azalan oksidasyon kademesine göre nitrat azotu ( $\text{NO}_3^-$ -N), nitrit azotu ( $\text{NO}_2^-$ -N), amonyak azotu ( $\text{NH}_3$ -N) ve organik azot (Org-N) şeklinde sıralanmaktadır. Bu azot türlerinin yanı sıra azot gazı ( $\text{N}_2$ -N) da azot çevriminde yer almaktadır. Azot çevriminde bulunan türler, biyokimyasal reaksiyonlar sonucunda birbirlerine dönüşebilmektedir. Toplam oksitlenmiş azot, nitrat ve nitritin toplamıdır.

Nitrat konsantrasyonunun 10 mg/l yi aşması, bebeklerde methemoglobinemia hastalığına yol açmaktadır. Bu hastalık, “mavi bebek sendromu” olarak da bilinmektedir. Bu durum, bebeklerin sindirim sisteminde henüz nitratı giderecek enzimlerin gelişmemiş olmasından kaynaklanmaktadır. Nitrit, kimyasal (özellikle klorla dezenfeksiyon uygulamalarında) ya da enzimatik olarak aminlerle de reaksiyona girer ve kanserojen olan nitrosaminleri oluşturur. Yeni oluşmuş (fresh) evsel atıksuda nitrat çok az miktarda bulunmasına karşın nitrifikasyonun gerçekleştiği biyolojik arıtma tesisi çıkışında konsantrasyon 30 mg/l'ye ulaşabilmektedir. Nitrat çoğu fotosentetik ototroflar için önemli bir besin maddesidir ve bazen sınırlayıcı besin maddesi olarak tanımlanmaktadır. Nitrit ise hem amonyak azotunun nitrata yükseltgenmesinde, hem de nitratın indirgenmesinde ara oksidasyon kademesinde yer almaktadır. Söz konusu indirgenme-yükseltgenme tepkimeleri atıksu arıtma tesislerinde, su dağıtma sistemlerinde ve doğal sularda gözlenebilmektedir.

### **Nitrit tayini**

Nitrit azotu nadir olarak 1 mg/l'den daha büyük konsantrasyonlarda görülür (Atıksu arıtma tesisi çıkış suları da dahil). Nitrit konsantrasyonu yüzeysel sularda ve yer altı sularında ise 0,1 mg/l'nin altındadır. Bu nedenle nitrit ölçümü için hassas metodlara ihtiyaç duyulmaktadır. Bu metodlar;

#### *1. Kolorimetrik Metod*

#### *2. İyon Kromatografi Metodu*

Bu metodlardan kolorimetrik metod hem ucuz ve hemde düşük konsantrasyonlar için daha uygundur. Nitrit ( $\text{NO}_2^-$ ) asidik koşullarda, sülfanilamid ve N-(1 naphthyl)-etilendiamin

dihidroklorid ile reaksiyona girerek kırmızımsı-mor azo boyası oluşturması prensibi ile belirlenir.

### **Kullanılan araç ve gereçler**

- 543 nm'de kullanıma uygun, 1 cm ya da daha uzun ışık yolu sağlayabilen spektrofotometre
- 50 ml'lik balonlar
- Pipetler

### **Kullanılan kimyasal maddeler**

- *Nitrit içermeyen distile su*
- *Renk geliştirici ayraç (color reagent):* 800 ml distile su içerisine 100 ml % 85'lik fosforik asit ve 10 g sülfanilamid eklenir. Sülfanilamid tamamıyla çözüldükten sonra 1 g *N*-(1 naphthyl)-etilendiamin dihidroklorid eklenir. Çözülünceye kadar karıştırılır ve 1 litreye tamamlanır. Çözelti buzdolabında, koyu renkli bir şişede saklandığı takdirde 1 ay boyunca kararlılığını korur.
- *Stok nitrit çözeltisi:* 1.232 g  $\text{NaNO}_2$  distile suda çözülür ve 1000 mL'ye tamamlanır. 1 ml  $\text{CHCl}_3$  eklenerek saklanabilir.
- *Ara stok nitrit çözeltisi:* Stok nitrit çözeltisinden 50 ml alarak distile su ile 250 ml'ye tamamlanır. 1.00 mL= 50.0  $\mu\text{g N}$ . Günlük olarak hazırlanır.
- *Standart nitrit çözeltisi:* Orta nitrit çözeltisinden 10 ml alınarak 1000 ml'ye tamamlanır. 1.00 ml= 0.5  $\mu\text{g N}$ . Günlük olarak hazırlanır.

### **DENEYİN YAPILIŞI**

**1. Askıda Katı Madde Giderimi:** Numune askıda katı madde içeriyorsa 0.45  $\mu\text{m}$  çaplı filtreden geçirilir.

**2. Renk Oluşumu:**Eğer numunenin pH'ı 5-9 arasında değilse 1 N HCl ya da  $\text{NH}_4\text{OH}$  ile pH ayarlaması yapılır. 50 ml ya da 50 ml'ye seyreltilmiş numuneye 2 ml renk geliştirici ayraç ilave edilir ve karıştırılır.

**3. Spektrofotometrik Ölçüm:** Renk geliştirici ayraç eklendikten 10 dk ile 2 saat arasında bir bekleme süresinden sonra 543 nm dalga boyundaki absorpsiyonu ölçülür.



**4. Hesaplama:** Standart nitrit çözeltisinden 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 50 ml alınır ve 50 ml'ye tamamlanır. Numuneye uygulanacak olan işlemler aynı şekilde standartlara da uygulanarak kalibrasyon eğrisi oluşturulur. Numunenin konsantrasyonu eğriden direkt olarak hesaplanır.

### **NİTRİT ve NİTRAT TAYİNİ:**

Uygulanan yöntemler aşağıda sıralandığı gibi olup, bu deney föyünde ilk yöntem ele alınmıştır. Laboratuvar uygulaması da bu yöntem üzerinden gerçekleştirilecektir.

- UV spektrofotometrik metodu
- İyon kromotografik metodu
- Nitrat elektrodu metodu
- Kadmiyum indirgenme metodu nitrat tayini için kullanılan metodlar arasındadır.

### **Kitlerle nitrit tayini**

- Cihazdan metod H2620.FXD yi yükleyin.
- Metod sayfası yüklenecektir burada otomatik olarak 507 nm dalga boyu seçilecektir.
- Kare numune hücreesine 10 ml numune doldurun.
- NitriVer3 Nitrit reaktif Powder Pillow ilave edin ve çözünmesi için çalkalayın. İçeriğinde nitrit varsa sıvının rengi pembeleşecektir.
- Zamanlayıcıda OK'e dokununuz. 20 dk'lık bir reaksiyon süresi başlayacaktır.
- Süre dolduğunda diğer bir kare numune hücrelerini 10 ml numune ile doldurun.
- Şahidi bir bezle silin ve dolun çizgisi öne bakacak şekilde hücre tutucuya yerleştirin. "SIFIRLA" ya dokununuz. Ekranda şu gözükecektir "0.000 mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup>N"
- Hazırlanan numuneyi silin ve dolun çizgisi öne bakacak şekilde hücre tutucuya yerleştirin.
- "OK" tuşuna dokununuz. Sonuçlar mg/L NO<sub>2</sub><sup>-</sup>N cinsindedir.

### **Kitlerle nitrat tayini**

- Cihazdan H2511 metodunu yükleyin.
- Metod sayfası yüklenecektir burada otomatik olarak 410 nm dalga boyu seçilecektir.
- NitraVer X Reagent A Test'N Tube vialinin kapağını açarak içine 1.00 ml örnek ekleyin. Bu hazırladığınız kör numunedir.
- Tüpün kapağını sıkıca takarak 10 kez aşağı yukarı hareket ettirerek içerisindekilerin karışmasını sağlayın.
- Tüpün dış yüzeyini bir bezle hiçbir parmak izi kalmayacak şekilde temizleyin.
- Kör numuneyi cihaza yerleştirin ve kapağını kapatın.
- "SIFIRLA" tuşuna basın.
- Sıfırlama işlemi bittiğinde tüpü cihaz içerisinden çıkarın.
- Tüpün kapağını açarak bir huni yardımıyla NitraVer X Reagent B tozunu tüpün içerisine boşaltın. Tüpün kapağını sıkıca takarak 10 kez aşağı yukarı hareket ettirerek içerisindekilerin karışmasını sağlayın. Tüp içerisinde bir miktar katı parçacık kalabilir.

- “RUN” tuşuna basın. 5 dakikalık bir analiz süresinden sonra cihaz ses çıkardığı an analiz bitmiş demektir. Eğer numunede nitrat varsa sarı renk gözlemlenir.
- Cihazın uyarısından sonra tüp cihaz içerisinden çıkarılarak silinir.
- Tüp yeniden cihaz içerisine yerleştirilir. Kapat kapatılır. Gelen menüden “PROCEED” seçeneği için “ENTER” tuşuna basılır.

Sonuçlar mg/l NO<sub>3</sub><sup>-</sup> cinsinden okunur.

#### ***Ultraviyole spektrofotometrik method:***

UV spektrofotometrede 220 nm’de NO<sub>3</sub> tayini yapılmaktadır.

#### **Kullanılan cihazlar ve malzemeler**

- 220 nm’de kullanıma uygun, 1 cm ya da daha uzun ışık yolu sağlayabilen spektrofotometre
- 50 ml’lik balonlar
- Pipetler

#### **Kullanılan kimyasal maddeler**

- *Nitrat içermeyen distile su*
- *Stok nitrat çözeltisi:* KNO<sub>3</sub> 105 °C’de etüvde 24 saat kurutulur. 0,7218 g susuz potasyum nitrat distile suda çözülür ve 1000 ml’ye tamamlanır. 1 ml = 100 µg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N. 2 ml CHCl<sub>3</sub> eklenerek saklanabilir. Bu çözelti en az 6 ay kararlılığını muhafaza eder.
- *Orta nitrat çözeltisi:* 100 ml stok nitrat çözeltisi distile su ile 1000 ml’ye seyreltilir. 1,0 ml = 10,0 µg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N. 2 ml CHCl<sub>3</sub> eklenerek saklanabilir. Bu çözelti en az 6 ay kararlılığını muhafaza eder.
- *Hidroklorik asit çözeltisi:* HCl, 1N.

#### **Deneyin yapılışı**

**1. Numunenin Hazırlanması:** 50 ml berrak numuneye (eğer gerekli ise filtre edilmeli) 1 ml HCl çözeltisi eklenir ve iyice karıştırılır.

**2. Standart Eğrinin Hazırlanması:** Orta nitrat çözeltisinden 0-7 mg NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N içeren kalibrasyon standartları hazırlanır. Orta nitrat çözeltisinden 0; 1.0 ; 2.0; 4.0; 7.0 ;.... 35.0 ml hacimlerinde alınıp 50 ml’ye seyreltilerek kalibrasyon için standartlar hazırlanmış olur. Numuneye uygulanan işlemlerin aynısı standartlara da uygulanır.

**3. Spektrofotometrik Ölçüm:** Distile su şahit numunesine göre UV spektrofotometre 0 absorbansa veya %100 geçirgenliğe ayarlanır. 220 nm dalga boyunda nitrat standartları okunur, kalibrasyon eğrisi hazırlanır. Kalibrasyon eğrisi yardımı ile numunenin nitrat konsantrasyonu bulunur.

**Not 1:** UV kalibrasyon eğrisi hazırlarken içinde nitrat olduğu bilinen bir solüsyonun 220 nm dışındaki dalga boylarındaki absorbans değerlerini de defterinize kaydediniz. 275 nm'de bu solüsyonun aldığı absorbans değerini ayrıca rapor ediniz.

**Not 2:** Deney sırasında kullanılacak cam malzemelerin temiz olması gerekmektedir. Partikül ve deterjan kalıntısı varsa temizlenmelidir.

## **FOSFAT TAYİNİ**

**DENEYİN AMACI:** Kalay Klorür metodu ile su numunelerinde fosfat tayini yapmak

**TEORİ:** Fosfor, temel besi maddelerinden biri olması nedeniyle canlı hayatında büyük önem taşımaktadır. Sularda fosfor fosfat halinde bulunur. Çevre Mühendisliği açısından en önemli fosfor bileşikleri ortofosfatlar, polifosfatlar ve organik fosfatlardır. Aşırı fosfor yüzey sularında ötrofikasyona neden olmaktadır. Fosfor bileşikleri kazan taşı oluşumu kontrolünde ve su getirmede korozyon kontrolünde kullanılmaktadır. Evsel atıksular; sentetik deterjanlar ve organik madde, bünyesinde bulunan fosfatlar nedeniyle önemli miktarda fosfor içermektedir. Biyolojik arıtma uygulamalarında, özellikle endüstriyel atıksular için, gerekli fosforu sağlamak amacıyla fosfat ilavesi ile BOİ:N:P oranının ayarlanması gerekmektedir.

Pek çok fosfat tayin metodu bulunmaktadır;

### **Parçalanma metodları**

Perklorik asit metodu

Nitrik asit-sülfirik asit metodu

### **Kolorimetrik metodlar**

Kalay klorür yöntemi

Askorbik asit yöntemi

Bu deneyde kolorimetrik metotlardan kalay klorür yöntemi kullanılacaktır.

### **Kullanılan araç ve gereçler**

- Spektrofotometre
- Cam malzemeler

### **Kullanılan reaktifler**

- *Fenolftalein İndikatör Çözeltisi*
- Kuvvetli Asit Çözeltisi: 300 ml derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 600 ml distile suya yavaş yavaş ilave edilir. Soğuyunca 4 ml derişik HNO<sub>3</sub> eklenip 1 l'ye tamamlanır.
- *Amonyum Molibdat Çözeltisi (I):* 25 g (NH<sub>4</sub>)<sub>6</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>·4H<sub>2</sub>O 175 ml distile suda çözülür. 280 ml derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, 400 ml distile suya dikkatlice eklenir, soğutulur ve amonyum molibdat çözeltisine ilave edilir. Çözelti 1 l'ye seyreltilir.
- *Kalay Klorür Çözeltisi:* 2.5 g taze SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O 100 ml gliserinde çözülür. Çözme işlemini hızlandırmak için su banyosu üzerinde cam bagetle karıştırılır. Bu çözelti dayanıklı olup özel koruma gerektirmemektedir.

- *Standart Fosfat Çözeltisi*: 219.5 mg susuz  $KH_2PO_4$  distile suda çözülerek 1 l'ye tamamlanır. Bu g  $PO_4-P$  vardır.çözeltinin 1 ml'sinde 50 Ekstraksiyon *Ekstraksiyon için gerekli reaktifler*

1) *Benzen-izo butanol Çözücüsü*: Eşit hacimde benzen ve izobutil alkol karıştırılır.

UYARI: Bu çözücü çok kolay alevlenebilir.

2) *Amonyum Molibdat Çözeltisi (II)*: 40.1 g  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  500 ml distile suda çözülür. Yavaşça 396 ml amonyum molibdat çözeltisi (I) ilave edilir. Çözelti soğutulur ve 1 l'ye seyreltilir.

3) *Alkollü Sülfürik Asit Çözeltisi*: 20 ml derişik  $H_2SO_4$ , dikkatlice ve sürekli karıştırılarak 980 ml metil alkole eklenir.

4) *Seyreltik Kalay Klorür Çözeltisi*: 8 ml kalay klorür çözeltisi I, 50 ml gliserinle karıştırılır. Bu çözelti en az 6 ay bozulmadan saklanabilir.

## DENEYİN YAPILIŞI

**Ön İşlemler:** Rengi ve bulanıklığı olmayan ve 0.2 mg'dan fazla fosfor içermeyen 100 ml numuneye 0.05 ml (1 damla) fenolftalein indikatörü eklenir. Numunenin rengi pembeye dönerse 1-5 damla kuvvetli asit çözeltisi eklenerek bu renk giderilir. Eğer rengin giderilmesi için 0.25 ml'den (5 damla) fazla asit gerekirse, daha seyreltik numune ile aynı işlemler tekrarlanır. Numunenin rengi fenolftalein indikatörü eklenmesinden sonra pembe değilse ya da kuvvetli asit çözeltisi ile bu renk giderilmişse, numune 100 ml'lik balon jodede distile su ile 100 ml'ye tamamlanır.

**Renk Geliştirilmesi:** Her ilaveden sonra karıştırılarak, 4 ml amonyum molibdat çözeltisi (I) ve 0.5 ml (10 damla) kalay klorür çözeltisi (I) numuneye eklenir. Renk gelişiminin hızı ve renk şiddeti son çözeltinin sıcaklığına bağlıdır. 1°C'lik sıcaklık artışı renk şiddetini %1 arttırır. Bunun için örnek, standart ve çözeltilerin sıcaklık farkları 2°C yi geçmemelidir.

**Renk ölçümü:** 10 dk sonra 12 dakikadan önce olmak üzere, geliştirilen renk 690 nm'de spektrofotometrede ölçülerek sonuç kalibrasyon eğrisi ile karşılaştırılır. Çeşitli konsantrasyon aralıklarına göre seçilmesi gereken ışık yolları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Yaklaşık P sınırı(ug/l)	Işık yolu(cm)
0,3-2	0,5
0,1-1	2
0,007-0,2	10

Şahit olarak distile su kullanılır. Spektrofotometrede önce şahidin sonra numunenin ölçümü yapılarak kalibrasyon eğrisi ile karşılaştırılır. Renk başlangıçta arttığı sonra azaldığı için standart ve numune ölçümleri eşit zaman aralıklarında gerçekleştirilmelidir.

*Standart eğrinin hazırlanması* : standart fosfat çözeltisinden 0(şahit), 0.5, 1, 2, 4, 8 ml alınıp 100 mL'ye tamamlanarak fosfat kalibrasyon standartları hazırlanır. Fosfat standartlarına da numunelerle aynı işlem uygulanır.

## **HESAPLAMALAR**

Standartların okunmasından elde edilen sonuçlardan hareketle kalibrasyon eğrisi hazırlanır. Numunenin okunan absorban değeri kalibrasyon eğrisinin yardımıyla konsantrasyon birimine (mg/L) dönüştürülür.

$$mgP / L = \frac{mgPX1000}{mlNumune}$$

## KALINTI KLOR TAYİNİ

**DENEYİN AMACI:** Sularda klorun önemi ve iyodometrik yöntemle su numunelerinde klor derişimlerinin belirlenmesi

### TEORİ:

İçme ve kullanma sularının ve arıtma tesisi çıkış sularında patojenik mikroorganizmaların giderilmesini sağlama amacıyla dezenfeksiyon yapılır. Dezenfeksiyon için çeşitli yöntemler kullanılır;

#### 1- Fiziksel yöntemler

- *Ultraviyole ışık ile dezenfeksiyon:* UV radyasyonu suyun fiziksel ve kimyasal özelliklerine etki etmez. Suda tat ve koku oluşturmaz, amonyaktan etkilenmez, temas süresi kısadır. UV ışımalarının yüksek dozları zararlı etki yapmaz. Ancak pahalı ekipman ve aşırı elektrik gereksinimi sistemin en önemli dezavantajıdır. UV radyasyonu özellikle 200-295 nm arasında mikroorganizmalar için öldürücüdür.
- *Isı ile dezenfeksiyon:* Mikroorganizmaların ısıl dayanıklılığına bağlı olarak yok edilmesi esasına dayanır. her mikroorganizmanın ısıl direnci farklıdır. Bu yöntem genellikle evlerde veya gıda endüstrisinde kesikli sistemlerde kullanılabilir. Pahalı bir yöntem olduğu için büyük ölçekli uygulamalar için uygun değildir.

#### 2-Kimyasal Yöntemler

- *Alkali ve asitler ile dezenfeksiyon:* Çok fazla kullanılmayan bir yöntemdir. Suyun içindeki  $\text{OH}^-$  ve  $\text{H}^+$  iyonlarının derişimi ile ilgilidir.  $\text{pH} < 3$  ve  $\text{pH} > 11$ 'de etkisi fark edilir boyuttur. Suyun kireç-soda ile yumuşatılmasında, kirecin ilavesi bazı mikroorganizmaları bu mekanizma ile yokeder. Dezenfeksiyon için bu yöntemin kullanılması durumunda temas süresi uzundur.
- *Yüzey aktif kimyasal maddeler ile dezenfeksiyon:* katyonik deterjanlar, anyonik olanlara göre mikroorganizmalar için oldukça fazla öldürücüdürler. Özellikle kuvaterner amonyum tuzları dezenfeksiyon için iyi sonuç vermekle birlikte, doz aşımı halinde zehirleyici etkileri vardır.
- *Metal iyonları ile dezenfeksiyon:* Hg, Au, Ag, Pb, ve Cu canlı organizmalar için dezenfektan olarak kullanılabilirler. Bunlardan gümüş az miktarda kullanıldığında insanlar için en az zararlı olanıdır. Metal ile dezenfeksiyon önemli dezavantajları nedeniyle ancak zorunlu hallerde kullanılabilir. Dezenfeksiyon verimi düşük pH ve düşük sıcaklıkta azalır.

- *Ozon ile dezenfeksiyon:* Ozon üç adet oksijenden oluşan özel bir oksidasyon ürünüdür. Açık mavimsi renkli, keskin kokulu stabil olmayan bir gazdır. Bu nedenle ozon kullanılmadan hemen önce üretilir. Ozon sadece dezenfeksiyon için değil, aynı zamanda suyun rengini ve kokusunu gidermek üzere oksidasyon maddesi olarak kullanılır. Ozon suya görünüş, koku ve içilebilirlik açısından bir zarar vermez.
- *Potasyum permanganat ile dezenfeksiyon:* permanganat kuvvetli bir oksidasyon maddesidir. Genellikle içme sularının arıtımında renk ve koku kontrolü ve anorganik bileşiklerin (demir, manganez ve hidrojen sülfür ) giderilmesi için kullanılır. Dezenfeksiyon hızı ozon ve klora göre daha yavaştır. Dezenfeksiyon amacı ile çok fazla kullanılmaz.
- *Halojenler ile dezenfeksiyon (klor, brom , iyot):* brom iyi bir germisidal etkiye sahiptir. Yüzme havuzlarının dezenfeksiyonunda kullanılabilir. Ancak ekipman ve ekonomi problemleri olduğundan çok fazla tercih edilmez. Dezenfeksiyon işlemlerinde yaygın olarak kullanılan halojen klordur.

Tam bir su arıtımının mümkün olmadığı durumlarda iyodinasyon işlemi de kullanılabilir. İyotun etkili ve hızlı dezenfektan özelliğinin yanı sıra 1 ppm'e kadar koku ve renk de oluşturmaz. Ancak klora oranla 10-15 kat daha pahalı olduğundan ve troid üzerine olası etkilerinden dolayı geniş ölçüde kullanımı yoktur.

### **Klor kimyası ve klor ile dezenfeksiyon**

Klor normal basınç ve ısı altında sarımsı yeşil bir gaz olup, havadan ağırdır. Çok keskin bir kokusu vardır. Sadece asal gazlar ve oksijen ile tepkimeye girmez. Klor gazı suya ilave edildiğinde ardışık iki reaksiyon görülür; hidroliz ve iyonizasyon .



HOCl (hipokloröz asidi) kuvvetli dezenfektan, OCl<sup>-</sup> ise zayıf dezenfektandır. Bu nedenle birinci reaksiyonun sağa ikinci reaksiyonun da sola doğru olması istenir. Seyreltik çözeltilerde pH>4'de denge sağa doğru kayar.

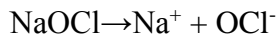
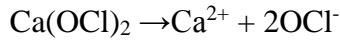


pH'a baęlı olarak HOCl yzdeleri

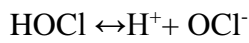
pH	5	6	7	8	9	10	11
%HOCl	100	96	75	23	3	<1	<1

Serbest kalıntı klor, HOCl ve OCl<sup>-</sup> nin toplamı olarak tanımlanabilir. genellikle klorlama veriminin bir ölçüsü olarak kullanılır. Su temini sistemlerinde çıkış suyunda 0,5-1 gr/m<sup>3</sup> arasında serbest kalıntı klor elde edilmesi esastır. Yukarıdaki reaksiyonlardan da görüldüęü gibi klor suda HOCl, OCl<sup>-</sup> ve Cl<sup>-</sup> şeklinde bulunur. Bu üç türün toplamı kalıntı kloru verir. Serbest kalıntı klor, su içinde dezenfeksiyon işleminden arta kalan ve suyu daha sonraki bulaşmalardan koruyan yararlanılabilir klor miktarıdır. Bu üç türün dezenfektan özellięi farklı olduğundan su içinde bulunma oranları çok önemlidir. HOCl'nin bulunma yüzdesi pH'ın bir fonksiyonudur.

Hipokloritler; sodyum hipoklorit veya yüksek kaliteli kuru kalsiyum hipoklorit şeklinde kullanılırlar. Büyük miktarlarda dezenfektana gerek duyulduğunda sodyum hipoklorit, küçük miktarlarda gerekli olduğunda ise kalsiyum hipoklorit kullanılır. Her ikisi de suda çözüldüklerinde hipoklorit iyonu oluşturmak üzere çözümler.



Oluşan hipokloritler aşağıdaki denge baęıntısına göre, suyun pH'sına baęlı olarak ortamda bulunurlar



$$K_2 = \frac{[\text{H}^+][\text{OCl}^-]}{[\text{HOCl}]} = 2.7 \times 10^{-8} \quad (20 \text{ }^\circ\text{C'de})$$

Klor ve hipoklorit suda bulunan amonyak, demir, mangan ve NO<sub>2</sub><sup>-</sup> ile tepkimeye girebilir. Ayrıca doymamış baęlara sahip olan organik maddelerle de tepkimeye girebilir. Humik maddelerle tepkimeye girerek THM (trihalometan) lar oluşmasına neden olurlar. THM'ler kanserojen maddelerdir. Bu yüzden içme sularında kirletici seviyesi 100 µg/L olarak belirlenmiştir. Klorlama sırasında oluşan tehlikeli yan ürünlerin en aza indirilebilmesi için

başka dezenfeksiyon yöntemleri ön işlem olarak önerilmektedir. Ancak klorun uygulamasındaki kolaylık ve maliyetinin düşük olması sebebiyle yaygın olarak kullanılmaktadır.

Sularda kalıcı dezenfeksiyonu tespit edebilmek için, dezenfeksiyon işleminden sonra arta kalan bağlı veya serbest klorun miktarını belirlemek gereklidir. Toplam kalıntı klorun tayin edilmesi genellikle, tespit için kullanılan maddenin oksitlenebilmesi esasına dayanır.

Toplam kalıntı (bakiye) klor tayin yöntemleri;

- Nişasta-iyodür yöntemi (iyodometrik yöntem)
- Ortotolidin yöntemi

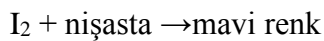
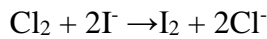
Serbest ve bileşik klor tayin yöntemleri;

- Amperometrik titrasyon yöntemi
- DPD yöntemi

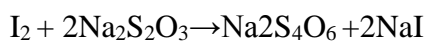
Bir su için bakiye dezenfektan miktarının belirlenmesi hem dezenfeksiyon ünitesinin dizaynında kullanılır, hem de gereksiz kimyasal kullanımını engeller.

### **İyodometrik yöntem;**

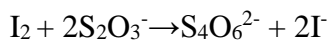
Yöntemin esası bakiye klor tarafından iyot iyonunun (I<sup>-</sup>). serbest iyota yükseltgenmesi (I<sub>2</sub>) olarak tanımlanabilir. Dolayısıyla ortamdaki; +2 ve daha yüksek değerlikli iyonlar, mangan ve nitritler başta olmak üzere diğer yükseltgen maddeler pozitif girişime neden olabilirler.



Ortamda nişasta varken iyodür mavi bir renk verir. Oluşan serbest iyotun miktarı bir indirgen madde ile (Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) titre edilerek belirlenebilir. Mavi renk kaybolduğunda titrasyona son verilir.



veya



## Kullanılan araç ve gereçler

- 1 L'lik balon jojeler
- 250 mL'lik balon jojeler
- 250 mL'lik erlenler
- Büret

## Kullanılan Reaktifler

- Asetik asit (*derişik*)

- Potasyum iyodür (KI) kristalleri

- Standart Sodyum Tiyosülfat, 0,1 N: 25 g.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  1 L saf suda çözülür. İki hafta saklama süresinden sonra, ya potasyum bi iyodat veya potasyum di kromata karşı standartlaştırılır. Bu bekletme süresi hazırlanan tiyosülfatın tamamının oksidasyonu için gereklidir. bakteriyel kirlenmeyi en aza indirmek için kaynatılmış distile su kullanılır ve içine birkaç damla kloroform ilave edilir.

0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  aşağıdaki yöntemlerden biri ile standartlaştırılır;

- *Bi iyodat yöntemi*: 3,249 g. İyi kalitede susuz potasyum bi iyodat ( $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ) veya  $103^\circ\text{C}$ 'de 1 saat kurutulmuş, 3,567 g.  $\text{KIO}_3$ , 1000 mL saf suda çözülür 0,1 N çözelti elde edilir. Bu çözelti cam şişede depolanır.

80 mL distile suya, sabit karıştırma şartlarında, 1 mL derişik  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , 10 mL 0,1 N Bi iyodat ( $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ) ve 1 g. KI eklenir. Serbest iyotun rengi olan sarı renk oluşuncaya kadar, 0,1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ile hemen titre edilir. 1 mL nişasta indikatör çözeltisi ilave edilir. Nişastanın iyotla oluşturduğu mavi renk kaybolana kadar titrasyona devam edilir.

- *Dikromat yöntemi*: 4.904 g. Susuz  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  1000 mL distile suda çözülür ve 0,1 N dikromat çözeltisi elde edilir. Kapalı şişede depolanır. İyodat yöntemindeki işlemler tekrarlanır, sadece  $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$  yerine 10 mL  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  ilave edilir. Tiyosülfatla titre edilmeden önce 6 dk. karanlıkta karıştırılır.

$$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ normalitesi} = \frac{1}{\text{harcanan Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \text{ hacmi (mL)}}$$

- *Standart Tiyosülfat Titrant çözeltisi*: Standart 0.1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çözeltisinden seyreltilerek 0.01 N veya 0.025 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çözeltisi hazırlanır. 4 g. Sodyum borat ve 10 mg. Civa iyodür ( $\text{HgI}_2$ ) ilave edilerek 1 L'ye tamamlanır. Normalitenin doğrulanması her kullanımdan önce yukarıda açıklandığı gibi 0.01 N veya 0.025 N iyot veya potasyum dikromat kullanılarak standartlaştırılır (ayarlanır).

Çözeltilerden seyreltme işlemi yapılırken seyreltme oranının 1+4 'ü geçmemesi önerilir.

Titrasyon işlemi hızlandırmak için otomatik büret kullanılabilir.

0,01 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>= 354,5 µg Cl<sub>2</sub>-Cl/1 mL

0,025 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>=886,3 µg Cl<sub>2</sub>-Cl/1 mL

- *Nişasta İndikatörü*:5 g. Nişasta bir miktar soğuk su içinde inceltir. 1 L distile suya katılır, karıştırılır ve bir gece bekletilir. 1.25 g salisilik asit ve 4 g. Çinko klorür veya 4 g. Sodyum propanat ve 2 g. Sodyumazid/L kombinasyonları ilave edilerek nişasta çözeltisi korunabilir. Bazı ticari nişastalar da kullanılabilir.

### **DENEYİN YAPILIŞI:**

20 mL örnek alınır. 5 mL asetik asit veya pH'ı 3-4 seviyesinde tutacak bir asit ilave edilir. 1 g KI eklenerek bir can çubukla karıştırılır. Güneş ışığından uzakta titre edilmelidir. Örneğin rengi sarı olana kadar titrant çözeltiden (0,01 N veya 0,025 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ilave edilir. 1 mL nişasta indikatörü eklenerek mavi renk kaybolana kadar titre edilir.

Şahit titrasyon; örneğin sonuçlarını doğrulamak ve örnek içindeki safsızlıklardan gelebilecek hataları gidermek amacı ile şahit deneyi yapılır. Örneğe uygulanan tüm adımlar, örnek ile aynı hacimde alınan distile suya da uygulanır. Titrasyon işlemi için aşağıdaki uygulamalardan biri seçilir.

- Eğer mavi renk oluşursa titrant çözelti (0,01 N veya 0,025 N Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ile mavi renk kaybolana kadar titre edilir ve harcanan miktar kaydedilir.
- Eğer mavi renk yoksa 0,0282 N iyot çözeltisi ile mavi renk görünene kadar titre edilir. Tekrar titrant çözelti ile geri titrasyon yapılır ve harcama miktar kaydedilir.

Klor derişimini hesaplamadan önce; örnek için harcanan titrant miktarından, birinci uygulama için harcanan titrant miktarı çıkarılır. 2 . uygulama kullanıldı ise, gerekiyorsa şahit titrasyonun net değeri eklenebilir.

### **HESAPLAMALAR:**

$$mgCl_2 \text{ olarak } Cl / L = \frac{(A \pm B) \times N \times 35450}{mL \text{ Örnek}}$$

Burada;

A= örnek için harcanan titrant hacmi

B=şahit numune için harcanan titrant hacmi (pozitif veya negatif olabilir)

N= Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'in normalitesi