

GAZİ ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK-MİMARLIK FAKÜLTESİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ
KM 481 Kimya Mühendisliği Laboratuvarı II

Su ve Atık Su Teknolojileri

İÇİNDEKİLER

1. SU ANALİZLERİ

Su Analizlerinin Amacı

pH Tayini

Elektriksel İletkenlik Tayini

Alkalinite Tayini

Serbest Karbondioksit Tayini

Sertlik tayini

Asidite Tayini

Klorür Teyini

Organik Madde Tayini

1.10. Amonyum Tayini

1.11. Demir Tayini

1.12. Deterjan Tayini

1.13. Fosfat Tayini

1.14. Kimyasal Oksijen İhtiyacı Tayini

1.15. Çözünmüş Oksijen Tayini

1.16. Biyokimyasal Oksijen Tayini

1.17. Askıdaki Katı Maddeler Tayini

1.18. Çökebilen Katı Maddeler Tayini

1. Temiz Su

pH

Elektriksel iletkenlik

Alkalinite

Sertlik

Çözünür Oksijen

Klorür

2. Kirli Su

pH

Elektriksel İletkenlik

Organik Madde

Askıdaki Katı Maddeler

Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı

Toplam Çözünmüş Maddeler

3. Kazan Besleme Suyu

Alkalinite

Toplam sertlik

Kireç İhtiyacı

Soda İhtiyacı

Fosfat İhtiyacı

Son halde toplam sertlik

1. SU ANALİZLERİ

1.1. SU ANALİZLERİNİN AMACI

Su yalnız endüstride değil yaşıantımızın her bölümünde değişik amaçlarla çokça kullandığımız bir maddedir. Kimya sanayinin her biriminde süreç suyu olarak veya başka amaçlarla mutlaka suya gereksinim vardır. Kazan bseleme, soğutma, yıkama, çözme, nemlendirme gibi işlemlerde su yardımcı maddedir. Bira ve meşrubat üretimi, kirecin söndürülmesi gibi işlemlerde ise su bir hammaddedir.

Suyun sanayi dışında kullanım alanları da çok geniştir. Sulama suyu, içme ve kullanma suyu, çamaşır yıkama suyu ve balık üretimi amacıyla da çok miktarda tatlı suya gereksinim olmaktadır.

Doğada bulunan yer üstü ve yer altı suları genellikle tatlı sulardır. Bu sular içinde 1 g/l den daha az çözünmüş tuz bulunur. Bu tuzlar suya içinden geçmiş oldukları ortamlardan aktarılır. Bunun sonucu olarak yerüstü ve yeraltı sularının içinde çözünmüş olarak bulunan tuzların cinsi ve miktarı kullanım amacına uygun olup olmadığının belirlenmesi gerekir. Eğer uygun değilse arıtılarak içinde bulunan zararlı bileşenlerin giderilmesi gerekir.

Tatlı suların içme suyu, tarımsal sulama suyu, kazan besleme suyu veya sanayi suyu olarak bazı özelliklere uyması istenir. Bu özellikler kimyasal analizler yapılarak belirlenir.

Diğer taraftan sular kullanıldığında kirlenir. Kirli sular kullanılmadığı gibi, bu suların atılmış olduğu dere, göl, ve deniz gibi alıcı ortamları da kirleterek çevreye zararlı etkiler yapar. Bu nedenle kirli suların da ne ile ne derece kirlenmiş olduğunu belirlemek üzere analiz edilmesi gerekir. Kirli sular başlıca üç grupta toplanabilir. Evsel atık sular, endüstri atık suları, şehir cadde ve meydanlarından gelen yağış suları. Suların kirlilik derecesini belirlemek üzere periyodik olarak alınmış kompozit örnekler üzerinde deneyler yapılması gerekir. Temiz sularda hangi analizlerin yapılacağı, o suyun kullanım yeri göz önüne alınarak belirlenir. Kirli sularda yapılacak olan analizler de, kirlenme cinsine ve Çevre Bakanlığı kirli su yönetmeliğinde verilen parametreler göz önüne alınarak belirlenir. Bu yönetmelikte her endüstrinin atık sularının çevre alıcı ortamlara boşaltım koşulları ve kirlilik sınır değerleri verilmektedir.

Aşağıda içme suları ve ev atık sularında yapılması gereken başlıca deneyler çizelge halinde verilmiştir.

İçme sularında yapılan analizler:

1. pH
2. Elektriksel iletkenlik
3. Bulanıklık
4. Alkalinite
5. Sertlik

6. Klorür
7. Toplam Çözünmüş Tuzlar
8. Amonyak
9. Nitrit
10. Organik Madde

Evsel atık sularda yapılan analizler:

1. Askıdaki Toplam Katı Maddeler
2. Çökebilir Maddeler
3. Çözünmüş Oksijen
4. Kimyasal Oksijen İhtiyacı
5. Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı
6. Amonyak azotu
7. Nitrit azotu
8. Fosfat
9. Yağ
10. Deterjan

Sularda özel olarak Pb^{+2} , Hg^{+2} , Cd^{+2} , Zn^{+2} , Cr^{+3} , Fe^{+2} gibi ağır metaller ve fenol, anilin, tarım koruma ilaçları gibi organik kirleticilerin de analiz edilmesi gerekebilir.

Burada önemli görülen analiz yöntemlerinden bazılarına yer verilmiştir.

1.2. pH TAYİNİ

Su içinde bulunan H^+ iyonları derişimlerinin eksi logaritması pH olarak tanımlanır. Saf suda $H^+=10^{-7}$ olduğundan $pH= 7$ 'dir. Doğal sular içinde bulunan çözünmüş karbondioksit, karbonik asit haline dönüşerek pH ' ın düşmesine neden olur. Alkali tuzlar ise, hidroliz olarak OH^- iyonları oluşturur ve suyun pH değerini yükseltir.

Suların pH değeri en kolay olarak pH metre aygıtı ile ölçülebilir. Bu aygıt temel olarak bir voltmetredir ve bir referans elektrot yardımı ile hidrojen elektrodunun potansiyelini ölçme temeline dayanır.

pH metrenin kalibrasyonu:

pH metre kullanımından önce pH değeri belli ve sabit olan tampon çözeltilerle kalibre edilmelidir. En çok kullanılan tampon çözelti $pH= 7$ olan standart tampon çözeltisidir. Eğer bu çözelti yoksa, laboratuvarında $pH= 7$ tampon çözelti hazırlanabilir.

pH=7 tampon çözelti 1.361 g susuz potasyum hidrojen fosfat (KH_2PO_4) ile 1.420 g disodyum hidrojen fosfat (Na_2HPO_4) az miktar suda çözülür ve damıtık su ile bir litreye tamamlanır. Bu tampon çözeltinin pH değeri 7.0 dır.

1.2.1. Deneyin Yapılışı

pH metre aygıtı fişe takılarak 15 dakika ısınması beklenir. Örnek suyun sıcaklığı ölçülür, 25°C deki pH değerini ölçmek için aygıtın üzerindeki sıcaklık ayar düğmesi ölçülen sıcaklığa ayarlanır. pH=7.0 tampon çözeltisi ile ölçüm yapılarak aygıtın gösterge ayarı yapılır. Elektrotlar çıkarılır, damıtık su ile yıkanır, süzgeç kağıdı ile kurulanır. Örnek suyun pH değeri aygıtın göstergesinden okunur.

1.3. Elektriksel İletkenlik Tayini

Elektriksel iletkenlik birimi Siemens' dir. 1 siemens (S)= $1/\text{Ohm} = 1 \text{ Ohm}^{-1} = 1\text{mho}$ olarak tanımlanır. Bu tanıma dayanılarak suların Ohm.cm olarak öz direnci ölçülür. Bunun tersi alınarak $\text{Ohm}^{-1}.\text{cm}^{-1}$ cinsinden öz iletkenliği hesap edilir.

Direç aşağıdaki bağıntı ile hesap edilir.

$$R = \rho \frac{l}{A}$$

Burada R: Direnç, Ohm

ρ = Öz direnç, Ohm.cm

l = Uzunluk, cm

A= Kesit alanı, cm^2 dir.

Burada Öz iletkenlik κ (Kapa)

$$\kappa = \frac{l}{R A}$$

değeri yerine konursa,

$$R = \frac{l}{\kappa A}$$

elde edilir. İletkenlik ölçümlerinde kullanılan cihazlarda $l/A=K$ değeri sabittir. Buna hücre sabiti denir. Bu değer yerine konulursa öz iletkenlik

$\kappa = \frac{K}{R}$ ohm⁻¹.cm⁻¹ olarak bulunur. (K) sabit olduğundan ölçülen direnç değerinin tersi öz iletkenliği verir.

Doğal olarak sularda öz iletkenlik çok küçüktür. Bu nedenle genellikle mili veya mikro değerleri verilir. Su içinde çözünmüş tuzların derişimi ne kadar fazla ise iletkenlik değeri de o kadar büyüktür.

1.3.1. Deneyin Yapılışı

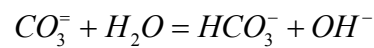
Deneyde hücre sabiti bilinen bir aygıt kullanılır. Okunan değer bu hücre sabiti ile çarpılır. Aletin kalibrasyonunu yapmak için 0.01 M potasyum klorür çözeltisi kullanılır. Bu çözeltinin 25⁰C deki öz iletkenliği 0.00141 ohm⁻¹.cm⁻¹ dir.

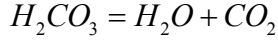
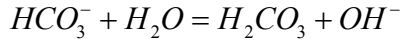
İletkenlik suyun sıcaklığına göre değişir. Raporlarda 25⁰C deki sıcaklık verilir. Bu nedenle t⁰C de ölçülen öz iletkenlik değerleri bulunur. Sıcaklık faktörleri çizelge halinde aşağıda verilmektedir.

Sıcaklık ⁰ C	Faktör f
15	1.247
16	1.216
17	1.189
18	1.163
19	1.136
20	1.112
21	1.087
22	1.064
23	1.043
24	1.020
25	1.000

1.4. ALKALİNİTE TAYİNİ

Doğal sular içinde bulunan karbonat ve bikarbonat iyonları zayıf asit tuzu olduklarından hidroliz sonucu suyun pH değerini bazik yönde arttırlar. Su içinde çözünmüş olan karbondioksit ile karbonat iyonları denge halinde bulunur.





Karbonik asidin birinci hidrojeni için asit sabiti $k=4.3 \times 10^{-7}$ ikinci hidrojeni için asit sabiti $k=4.7 \times 10^{-11}$ dir. Bu nedenle karbonat iyonu bikarbonat iyonuna göre daha bazik karakterdedir. Su içinde karbonat iyonu bulunması halinde $pH > 9$ olacaktır. Bu pH derecesinde fenol ftalein indikatörü mor renk alır. Eğer su içinde karbonat iyonu yoksa fenol ftalein indikatörü renksiz kalır. Buna benzer olarak su içinde bulunan bikarbonat anyonu metil oranjin rengini sarıya boyar.

Alkalinite tayinleri bu indikatörler kullanılarak yapılır. Karbonat iyonundan ileri gelen alkaliniteye fenol Ftalein alkalinitesi” (P) adı verilir. Bikarbonatın ileri gelen alkaliniteyede “Metil Oranj alkalinitesi” (M) denir. Bu ikisinin toplamı da toplam alkalinite (T) olarak adlandırılır.

1.4.1. Gerekli Çözeltiler

1. Fenolftalein indikatör çözeltisi:

5g fenolftalein 500 ml %95 lik alkol içinde çözülür. Üzerinde 500 ml damıtık su eklenir. Hafif pembe renk oluşana kadar 0.02 N NaOH çözeltisi ile titre edilir. Bu indikatörün dönüm noktası $pH = 8.2-8.3$ dür.

2. Metil Oranj indikatör çözeltisi:

0.5 g metil oranj 1000 ml damıtık suda çözülür. Bu indikatörün dönüm noktası $pH = 4-5$ dir.

3. Standart 0.02 N H_2SO_4 çözeltisi:

%96 lık H_2SO_4 den ($d=1.84$) 0.563 ml alınıp damıtık su ile 1000 ml ye tamamlanır. Bu çözelti 0.02 N Na_2CO_3 çözeltisine karşı ayarlanır. Bu çözeltinin 1ml= 1 mg $CaCO_3$ a eşdeğerdir.

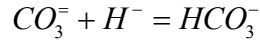
4. 0.02 N Sodyum Karbonat Çözeltisi

$140^\circ C$ de etüvde kurutulmuş Na_2CO_3 den 1.060 g tartılıp karbondioksitsiz damıtık su ile 1000 ml ye tamamlanır.

1.4.2. Deneyin Yapılışı

50 ml su örneği alınır. 3-5 damla fenol ftalein çözeltisi damlatılır. Eğer çözeltide mor renk oluşmuyorsa, su içinde karbonat iyonu yok demektir. Bu durumda suyun fenolftalein alkalinitesinin sıfır olduğu anlaşılır.

Fenolftalein indikatörü damlatıldığında eğer mor renk oluşmuş ise, karbonat iyonu indikatörün rengi kayboluncaya kadar 0.02 N H_2SO_4 ile titre edilir. Bu sırada su içinde şu tepkime oluşur.



Yani karbonat iyonu eşdeğer miktarda bikarbonat iyonu haline dönüşür. Böylece fenolftalein mor rengi kaybolur. Karbonat iyonunun titrasyonunda harcanan asit miktarı (P) ml okunarak kaydedilir.

Aynı örnek bikarbonat iyonu tayininde de kullanılır. Bunun için örnek üzerinde bu defa 3-5 damla metil oranj indikatörü damlatılır. Çözelti sarı bir renk alır. Renk portakal rengine dönüşüncüye kadar 0.02 N H₂SO₄ ile titre edilir. Harcanan asit miktarı (M) ml okunarak kaydedilir.

1.4.3. Hesaplama

Fenol ftalein alkalinitesinin aşağıdaki bağıntı ile CaCO₃ cinsinden hesap edilir.

$$\text{Fenol ftalein alkalinitesi} = P \times N \times \frac{50000}{V}$$

Burada, P= Titrasyonda harcanan asit, ml

N= Asidin Normalitesi, (0.02)

V= Örnek hacmi, ml' dir.

Örneğin 50 ml örnek alınarak fenolftalein ile titrasyonda P = 1 ml asit harcanmış ise karbonat iyonu bikarbonata kadar titre edildiğinden harcanan miktarın 2 katı alınır.

$$\text{Fenol ftalein alkalinitesi} = 2 \times 1 \times 0.02 \times \frac{50000}{V}$$

Fenol ftalein alkalinitesi = 40 ppm CaCO₃

Metil oranj alkalinitesi aşağıdaki bağıntı ile kalsiyum karbonat cinsinden hesap edilir.

$$\text{Metil Oranj Alkalinitesi} = \frac{M \times N \times 50000}{V}$$

Burada M= Titrasyonda harcanan asit, ml

N= Asidin normalitesi, (0.02 N)

V= Örnek hacmi, ml' dir.

Örnek olarak P= 1 ml fenolftalein için harcama yapıldıktan sonra M = 5 ml de metil oranj gerçek asit sarfiyatı M=5-1= 4 ml dir.

$$\text{Metil Oranj alkalinitesi} = \frac{4 \times 0.02 \times 5000}{50}$$

Metil oranj alkalinitesi = 80 ppm CaCO_3

Eğer $P = 0$ ise hesaplamada doğrudan M miktarı kullanılır.

NOT:

Doğal sular içinde bulunmamakla beraber arıtılmış veya kimyasal işlemlerde arta kalmış atık sular içinde bazı halde OH^- iyonu da bulunabilir. Bu iyonunda aynı deneyde fenolftalein indikatörü ile CO_3^{2-} iyonu ile birlikte titre edilir. Ancak CO_3^{2-} iyonu titre edildiğinde HCO_3^- oluştuğu halde OH^- iyonu titre edildiğinde su oluşur. Bu durum göz önüne alınarak titrasyon sonunda, hidroksit karbonat ve bikarbonat alkalinite değerlerini ayrı ayrı hesaplamak olasıdır.

Fenolftalein alkalinitesi için harcanan asit miktarı (P) ml, metil oranj alkalinitesi için harcanan asit miktarı (M) ml ve toplam asit harcaması da $(P+M)=T$ ml ise alkalinite değerleri aşağıdaki 5 hal için farklı şekilde hesaplanabilir.

TİTRASYON SONUÇLARI	Alkalinite Cinsi		
	Hidroksit	Karbonat	Bikarbonat
Birinci Hal $P=0$	0	0	T
İkinci Hal $P < T/2$	0	2P	T-2P
Üçüncü Hal $P=T/2$	0	2P	0
Dördüncü Hal $P > T/2$	2P-T	2(T-P)	0
Beşinci Hal $P=T$	T	0	0

Titrasyon sonuçlarına göre elde edilen bu çizelge şöyle yorumlanır.

-Birinci Hal: ($P=0$)

Su içinde hidroksit ve karbonat alkalinitesi yoktur. Asit sarfiyatının tamamı bikarbonat için harcanmıştır.

-İkinci Hal: ($P < T/2$)

Su içinde hidroksit iyonu yoktur. Fenolftalein indikatörü için harcanan P miktarı karbonatı bikarbonat haline dönüştürmek için harcanmıştır. Bu nedenle karbonat alkalinitesi 2P olmalıdır. Bikarbonat için harcanan gerçek sarfiyat ise T-2P olacaktır.

-Üçüncü Hal: ($P=T/2$)

Bu durumda su içinde hidroksit iyonu yoktur. Fenolftalein indikatörü için harcanan asit miktarı karbonat için harcanmıştır. $2P=T$ olduğundan su içinde bikarbonat iyonunda bulunmamaktadır.

-Dördüncü Hal: ($P>T/2$)

Su içinde hidroksit ve karbonat iyonları vardır. Hidroksit iyonu için harcanan asit sarfıyatı ($2P-T$) dir. Karbonat için ise $2(T-P)$ ml asit için harcanmıştır. Su içinde bikarbonat iyonu yoktur.

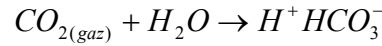
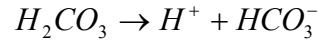
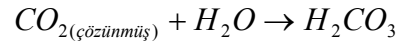
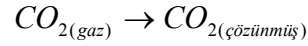
-Beşinci Hal: ($P-T$)

Bu hal suda yalnız hidroksit iyonu bulunması halinde ortaya çıkar.

Doğal sularda genellikle birinci ve ikinci haller söz konusu olabilir.

1.5. SERBEST KARBONDİOKSİT TAYİNİ

Doğal yerüstü sularında çözünmüş karbondioksit 10 mg/l den daha azdır. Ancak bazı yeraltısularında çok yüksek oranda karbondioksit bulunabilir. Su içinde çözünmüş olarak bulunan karbondioksit, sudaki bikarbonat iyonu ile denge halinde bulunur.



Bu denge sıcaklığına ve su ile etkileşimde olan gaz basıncına bağlıdır. Bu nedenle gerçek değer elde edilmesi için serbest karbondioksit deneyinin örnek alınır alınmaz yapılması gerekir.

1.5.1. Gerekli Çözeltiler

1- 0.0454 N Sodyum Karbonat Çözeltisi:

140°C lik etüvde kurutulmuş susuz sodyum karbonatdan 2.407 g tartılır. Daha önce kaynatılmış ve oda sıcaklığına soğutulmuş olan CO₂ içermeyen damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır. Bu çözeltide 1 ml= 1 mg CO₂ dir.

2- Fenolftalein indikatör çözeltisi:

5 g Fenolftalein disodyum tuzu damıtık su içinde çözülerek 100 ml ye tamamlanır.

1.5.2. Deneyin Yapılışı

100 ml lik bir balon joje (ölçülü silindir) içine 100 ml su örneği alınır. Örnek alınırken içinde çözünmüş halde bulunan karbondioksitin kaçmaması için sifon yaparak alınması uygundur. Kap taşınmaya kadar su örneği ile doldurulur. Daha sonra üst kısımdaki fazla su dökülerek 100 ml ye ayarlanır.

Örnek üzerine 3-5 damla fenolftalein indikatörü eklenir. Eğer pembe renk oluşuyorsa, su içinde serbest karbondioksitin olmadığı anlaşılır. Örnek fenolftalein indikatörü ile renk oluşturmuyorsa serbest karbondioksit miktarı sodyum karbonat çözeltisi ile titre edilir. Titrasyona en az 30 saniye kalıcı pembe renk oluşuncaya kadar devam edilmelidir.

1.5.3. Hesaplama

Su içinde bulunan serbest karbondioksit miktarı aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır.

$$\text{Karbendioksit} = \frac{S \times N \times 22000}{V} \text{ mg/l}$$

Burada, S= Titrasyon için harcanan sodyum karbonat hacmi, ml

N= Sodyum karbonat çözeltisinin normalitesi

V= Alınan örnek hacmi, ml

Örneğin: 100 ml örnek için 2 ml 0.0454 N sodyum karbonat harcanmış olsun

$$\text{Karbendioksit} = \frac{2 \times 0.0454 \times 22000}{100} = 20 \text{ mg / l}$$

Su içinde bulunan serbest karbondioksit miktarı bu amaçla hazırlanmış özel nomogramlar kullanılarak grafik yöntemle de bulunabilir.

Yukarda açıklandığı üzere su içinde bulunan serbest karbondioksit suyun pH dercesi ve HCO₃ derişimine bağlıdır. Yukardaki denge tepkimesi göz önüne alındığında suların pH değeri arttıkça (H⁺ iyonu azaldıkça) ve bikarbonat alkalitesi azaldıkça serbest karbondioksit miktarında azalma olacaktır.

1.6. SERTLİK TAYİNİ

Su içinde bulunan Ca⁺², Mg⁺² gibi iki değerlikli metal iyonlarının toplamına sertlik adı verilir. Sertlik çeşitli birimlerle ifade edilebilir. Pratikte en çok kullanılan sertlik birimleri şunlardır.

1 Fransız sertliği = 10 mg CaCO₃ / litre

1 Alman sertliği = 10 mg CaO/litre

1 ppm sertlik = 10 mg CaCO₃/ litre

1 milieşdeğer sertlik = 50 mg CaCO₃/litre

Su içinde bulunan sertlik yapıcı iyonlar hangi cinsten olursa olsun sertlik daima kalsiyum karbonat cinsinden ifade edilir.

Suyun alkalinite değeri göz önüne alınarak suların sertliğini “geçici sertlik” ve “kalıcı sertlik” olarak ikiye ayırmak olasıdır. Kalsiyum ve magnezyum su içinde bikarbonat iyonu ile bağlı halde bulunuyorsa buna geçici sertlik (veya karbonat sertliği) denir. Eğer kalsiyum ve magnezyum su içinde klorür, sülfat gibi iyonlar ile birlikte bulunuyorsa buna da kalıcı sertlik denir. Böyle bir ayırım geçici sertliğin suyun ısıtılması halinde aşağıda tepkimeyle çökmesinden kaynaklanır.



Geçici sertliği olan suların kazan taşı yapması bu tepkime nedeniyle gerçekleşir.

Geçici sertlik ve kalıcı sertlik toplamı, toplam sertlik olarak adlandırılır. Sularda genellikle toplam sertlik tayini yapılır.

Deneyssel olarak tayin edilmiş olan toplam sertlik ve alkalinite değerleri göz önüne alınarak geçici ve kalıcı sertlik değerleri hesapla bulunur. Bu hesaplar aşağıdaki ilkelere göre yapılır. Toplam sertlik ile metil oranj alkalinitesi değerleri arasında aşağıdaki iki halden biri söz konusu olabilir.

Birinci Hal:

Metil oranj alkalinitesi >> toplam sertlik

Bu durumda su içinde bulunan sertliğin tamamı geçici sertlik halindedir. Kalıcı sertlik sıfırdır.

İkinci Hal:

Metil oranj alkalinitesi < toplam sertlik

Bu durumda geçici sertlik = metil oranj alkalinitesi olacaktır. Kalıcı sertlik ise şu bağıntı ile bulunur.

Kalıcı sertlik= toplam sertlik – Metil oranj alkalinitesi

Toplam Sertlik Tayini:

Su içinde çözülmüş halde bulunan Ca^{++} , Mg^{++} iyonları “etilen diamin tetra asetik asit” EDTA bileşiği ile kompleks oluşturarak bağlanır. Özel bir indikatör kullanılarak 0.01 N EDTA çözeltisi ile Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonları titre edilebilir.

1.6.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- 0.01 N EDTA (Etilen Diamin Tetra Asetik asitin Di Sodyum Tuzu) çözeltisi:

1.86 g EDTA damıtık suda çözülerek 1000 ml ye tamamlanır. Bu çözelti standart kalsiyum klorür çözeltisine karşı ayarlanır.

2- 0.01 N Standart Kalsiyum Klorür Çözeltisi:

Saf kalsiyum 0.5 g tartılır. Bire-dokuz oranında seyreltilmiş hidroklorik asit çözeltisinden 3 ml eklenerek kalsiyum karbonat asitte çözülerek kalsiyum klorür haline dönüştürülür. Daha sonra damıtık su ile 1000 ml ye tamamlanır. Bu çözelti 1 ml = 0.5 mg kalsiyum karbonata eşdeğerdir. Bu çözelti EDTA çözeltisinin ayarlanmasında kullanılır.

3- Eriochrome Black-T İndikatörü (katı)

0.5 g Eriochrome black-T indikatörü ile 100 g sodyum klorür bir havanda ezilerek iyice karıştırılır. Katı haldeki bu indikatör uzun süre kullanılabilir.

4-Tampon Çözelti:

1.179 g EDTA disodyum tuzu ve 780 mg $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ 50 ml damıtık su içinde çözülür. Bu çözeltiye 16.9 g NH_4Cl ve 143ml derişik amonyak eklenir ve damıtık su ile 250 ml ye seyreltilir.

1.6.2. DeneyinYapısı

50 ml su örneği alınır. Üzerinde 1 ml tampon çözelti ve bir spatula ucu ile katı haldeki eriochrome-black T indikatörü koyulur. Çözelti kırmızı renk alır. 0.01 N EDTA çözeltisi ile renk kırmızıdan maviye dönünceye kadar titre edilir.

1.6.3. Hesaplama

Toplam sertlik ppm $CaCO_3$ cinsinden aşağıdaki bağıntı ile hesap edilir.

$$\text{Toplam Sertlik} = S \times 0.5 \times \frac{1000}{V} \text{ ppm } CaCO_3$$

Burada,

S= Titrasyonda harcanan EDTA çözelti, ml

V= alınan numune hacmi, ml' dir.

Örneğin, 50 kl su numunesine 10 ml 0.01 N EDTA çözeltisi harcanmış ise,

$$\text{Toplam Sertlik} = 10 \times 0.5 \times \frac{1000}{50} = 100 \text{ ppm } CaCO_3$$

bulunur. 100 ppm CaCO_3 10 FS⁰ dir. O halde 50 ml su örneği için harcanır. 0.01 N EDTA çözeltisinin ml olarak hacmi doğrudan FS⁰ cinsinden toplam sertliği verir.

1.7. ASİDİTE TAYİNİ

Doğal suların pH derecesi genellikle 7-8 arasında bulunur. Su içinde çözünen karbondioksit karbonk asit oluşturarak suyun pH derecesinin düşmesine neden olur. Bundan başka su içinde bulunan demir ve alüminyum gibi iyonların hidrolizi sonucunda pH değeri düşebilir.

Suların asitliği (asidite) sodyum hidroksit çözeltisi ile titre edilerek de bulunabilir. Su içinde asidite yanında metiloranj alkalinitesi de bulunabilir.

1.7.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- 0.02 N standat sodyum hidroksit çözeltisi:

Daha önce hazırlanmış olan 1 N NaOH çözeltisinden 20 ml alınır ve karbondioksitsiz damıtık su ile 1 litreye tamamlanır.

2- Fenolftalein indikatör çözeltisi:

5 g fenol ftalein az miktarda damıtık su içinde çözülerek 1 litreye tamamlanır.

1.7.2. Deneyin Yapılışı

100ml su örneği alınır. Üzerine 3-5 damla fenol ftalein indikatörü konur. Eğer, mor bir renk oluşmuş ise suyun asiditesi sıfır demektir. (Bu durum, suyun pH derecesinin 8.3 den büyük olduğunu ve su içinde karbonat iyonu bulunduğunu gösterir.)

Fenolftalein indikatörü koyulduğunda hiç bir renk oluşmuyorsa su içinde bulunan asitliği belirlemek üzere 0.02 N sodyum hidroksit çözeltisi ile hafif mor renk oluşuncaya kadar titre edilir.

1.7.2. Hesaplama

Suyun asidite değeri ppm CaCO_3 olarak aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır.

$$\text{Asidite} = \frac{S \times N \times 50 \times 1000}{V} \text{ ppm CaCO}_3$$

Burada, S=Titrasyonda harcanan 0.02 N Sodyum hidroksit çözeltisi, ml

N= Sodyum hidroksit normalitesi,

V= Örnek hacmi, ml

Örneğin, 100 ml su örneğinde 1 ml 0.02 N NaOH çözeltisi harcanmış olsun.

$$\text{Asidite} = 1 \times 0.02 \times 50 \times \frac{1000}{100} = 10 \text{ ppm CaCO}_3$$

1.8. Klorür Tayini (Mohr Yöntemi)

Doğal sularda daima bir miktar klorür iyonu bulunur. Yüzey sularında klorür iyonu yeraltı sularına göre daha fazladır. Deniz suyunda litrede 20 grama yakın klorür bulunur.

Su içinde bulunan klorür iyonu gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilerek tayin edilir.

1.8.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- 0.0141 N Gümüş nitrat çözeltisi:

2.396 g gümüş nitrat damıtık suda çözülerek 1000 ml ye tamamlanır. Bu çözeltide 1 ml = 0.5 mg klorüre eşdeğerdir. Çözeltiyi ayarlamak için sodyum klorür çözeltisi kullanılır.

2- %5 lik Potasyum kromat indikatör çözeltisi:

5 g potasyum kromat damıtık suda çözülür. Bu çözeltide hafif kırmızımsı çökelti oluşuncaya kadar gümüş nitrat çözeltisi ilave edilir. En az 12 saat bekletilir ve sonra süzülerek 100 ml ye tamamlanır.

3- Standart sodyum klorür çözeltisi:

Saf sodyum klorür 900°C lik fırında 1.5 saat bekletilerek kurutulur. Soğuduktan sonra 0.8243 g NaCl tartılır. Az miktarda su içinde çözülerek 1 litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml= 0.5 mg klorüre karşı gelir.

1.8.2. Deneyin Yapılışı

50 ml su örneği alınır. 0.5 ml potasyum kromat indikatör çözeltisi eklenir. Başlangıçta çözelti açık sarı bir renk alır. 0.0141 N gümüş nitrat çözeltisiyle renk sarıdan kiremit kırmızısına dönünceye kadar titre edilir.

1.8.3. Hesaplama

Su içinde bulunan klorür aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır.

$$\text{Klorür} = S \times N \times 35.5 \times \frac{1000}{V} \text{ mg / l}$$

Burada, S= 0.0141 N gümüş nitrat çözeltisi, ml

N= Gümüş nitrat çözeltisi normalitesi

V= Alınan örnek hacmi, ml

Örneğin, 50 ml örnek alınarak bunun için 2 ml 0.0141 N gümüş nitrat çözeltisi harcanmış ise klorür derişimi şöyle hesaplanır.

$$\text{Klorür} = 2 \times 0.0141 \times 35.5 \times \frac{1000}{50} = 20 \text{ ppm Cl}^-$$

1.9. ORGANİK MADDE TAYİNİ (ASİDİK PERMANGANAT YÖNTEMİ)

Su içinde bulunan organik bileşiklerin kimyasal olarak parçalanması için gerekli olan oksijen miktarı deneysel olarak tayin edilebilir. Bu amaçla su içinde bulunan organik bileşikler asidik permanganat çözeltisi ile tepkimeye sokulur. Permanganatın kalan kısmı geri titrasyon yöntemi ile belirlenir. Böylece su içinde bulunan organik bileşikleri parçalamak için harcanmış olan permanganat miktarı bulunmuş olur.

1.9.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- Seyreltik sülfirik asit çözeltisi (1+3):

Bir hacim derişik sülfirik asit ile 3 hacim damıtık su karıştırılır.

2- 0.0125 N Potasyum permanganat çözeltisi:

0.395 g potasyumpermanganat az miktarda su içinde çözülerek damıtık su ile litreye tamamlanır. Bu çözelti 0.0125 amonyum oksalat çözeltisinekarşı ayarlanır. Bu çözeltinin 1 ml= 0.1 mg oksijene karşı gelir.

3- 0.0125 N Amonyum okzal at çözeltisi:

0.8882 g amonyum okzal at $[(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ az miktarda damıtık su içinde çözülerek bir litreye tamamlanır. Bu çözelti permanganat çözeltisinin ayarlanmasında kullanılır.

1.9.2. Deneyin Yapılışı

50 ml su örneği alınarak içine 5 ml seyreltik sülfirik asit çözeltisikatılır. Eğer su temiz bir su ise 10 ml 0.0125 N potasyum permanganat çözeltisi eklenir. (Kirli sularda organik madde miktarı yüksek olduğundan potasyum permanganat çözeltisinden 50 ml eklenmesi uygun olur).

Örnek kaynamakta olan su banyosu üzerinde yarım saat bekletilir. Bu süre sonunda örnek içinde bulunan potasyum permanganatın bir kısmı organik bileşikler parçalamak için harcanmıştır. (yarım saat bekletilen örneğin içinde potasyum permanganatın fazlası kalmış olmalıdır. Bu durum çözeltinin mor renkli oluşundan anlaşılır. Eğer mor renk tam olarak kaybolmuş ise, potasyum permanganatın yetersiz kaldığı anlaşılır. Bu durumda yeniden potasyum permanganat çözeltisinin katılması gerekir.)

Örnek içinde arta kalan potasyum permanganat çözeltisi miktarı, amonyum okzalit çözeltisi katılarak ve geri titrasyon yapılarak belirlenir. Bunun için örnek henüz sıcak halde iken üzerine 10 ml 0.0125 N amonyum okzalit katılır. (Bu işlemden sonra çözeltinin mor rengi tamamen kaybolmuş olmalıdır. Aksi halde yeniden amonyum okzalit çözeltisi katılması gerekir.)

Örneğe katılmış olan amonyum okzalitın bir kısmı kalan potasyum permanganat için harcanır, arta kalan amonyum okzalit da potasyum permanganat çözeltisi ile titre edilerek tayin edilir.

1.9.3. Hesaplama

Başlangıçta örnek içine katılmış olan potasyum permanganat çözeltisi ile geri titrasyon için kullanılmış olan amonyum okzalit çözeltileri birbirine eşit hacimde alınmış ise en sonda titrasyon için kullanılmış olan potasyum permanganat hacmi, su içinde bulunan organik maddelerin harcamış olduğu permanganatın değerini ifade eder. Eğer bu permanganat sarfıyatı (S) ml ise su içinde bulunan organik madde miktarı mg/l oksijen cinsinden şöyle hesaplanır.

$$\text{Organik madde} = S \times 0.1 \times \frac{1000}{V} \text{ mg / loksijen}$$

Burada, S= Titrasyon için harcanmış olan 0.0125 N potasyum permanganat çözeltisi, ml

V= alınan örnek hacmi, ml

Örneğin, 50 ml su örneği alınarak bunun için 2 ml 0.0125 N Potasyum permanganat harcanmış olsun

$$\text{Organik Madde} = 2 \times 0.1 \times \frac{1000}{50} = 4 \text{ mgO}_2 / \text{litre}$$

1.10. AMONYUM TAYİNİ

Su içinde bulunan amonyum tuzları Nessler belirteci ile kolorimetrik olarak tayin edilebilir. Bu belirteç amonyum tuzları ile karakteristik kırmızı bir renk oluşturur.

1.10.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- Amonyaksız damıtık su:

Damıtık su içinde KMnO_4 ve Ca(OH)_2 katılarak bir cam balon içinde yeniden damıtılır. Böylece normal damıtık su içinde bulunabilen amonyak, karbonik asit gibi yabancı maddeler tam olarak uzaklaştırılmış olur.

2- Nessler Belirteci:

10 g susuz civa-II iyodür, 5 g KI ile bir porselen havanda ezilir. Az miktarda amonyaksız damıtık su içinde çözülür. Bu çözeltinin içine 20 g sodyum hidroksidin amonyaksız suda çözülmüş olan soğuk haldeki çözeltisi katılır. Amonyaksız damıtık su ile 100 ml ye tamamlanır.

Bu belirteç karanlıkta ve ağzı iyi kapanan renkli bir şişe içinde saklanır.

3- Potasyum-sodyum tartarat çözeltisi:

100 g potasyum-sodyum tartarat (senyet tuzu) tartılır. 200 ml amonyaksız damıtık su içinde çözülür. Bu çözeltiye 100 ml Nessler belirteci eklenir. İki üç gün bekletildikten sonra renksiz berrak bir çözelti elde edilir.

1.10.2. Deneyin Yapılışı

Analiz edilecek sudan 50 ml alınır. Üzerine 1 ml potasyum - sodyum tartarat çözeltisi eklenir ve karıştırılır. Daha sonra 1 ml Nessler belirteci katılır. Eğer su da amonyak varsa, sarıdan kırmızıya kadar değişen bir renk oluşur. Rengin tam oluşması için 10 dakika beklenir.

Aynı işlem örnek yerine amonyaksız damıtık su kullanılarak yeniden yapılır. Bu çözelti tanık deney olarak kullanılır.

Her iki örnek bir kolorimetreye koyularak Nessler renk diskleri ile karşılaştırılır. Bu disklerde sarıdan-kırmızıya değişen renkler ve bunlara karşı gelen amonyak derişimleri bulunur. Çözeltinin rengine uyan en yakın değer okunur. Sonuç mg/litre amonyak azotu olarak verilir.

1.11.DEMİR TAYİNİ (FENANTROLİN YÖNTEMİ)

Demir +2 iyonu 1-10 fenoantrolin çözeltisi ile portakal rengi bir kompleks oluşturur. Bu renk yardımı ile su içinde bulunan demir tayin edilebilir. Ancak çözeltide bulunan bütün demirin (+2) değerli hale gelmesini sağlamak üzere su asidik ortamda hidroksil amin ile kaynatılır.

1.11.1. Reaktifler

Kullanılan bütün reaktifler demir iyonu içermemelidir. Deneylerde demiri giderilmiş damıtık su kullanılır.

1- Hidroklorik asit:

%35 lik derişik hidroklorik asit

2- Hidroksil amin hidroklorür çözeltisi:

10 g hidroksil amin hidroklorür [$\text{NH}_2\text{OH}.\text{HCl}$] 100 ml damıtık suda çözülür.

3- Sodyum asetat çözeltisi:

350 g sodyum asetat [$\text{NaCH}_3\text{COO}.\text{H}_2\text{O}$] 500 ml damıtık suda çözülür ve bir litreye tamamlanır. 100 ml damıtık suya 2 ml derişik hidroklorik asit eklenir. Böylece elde edilen çözeltinin pH derecesini 3.2-3.3 değerine yükseltmek için 10 ml sodyum asetat çözeltisi katılır.

4- Fenantrolin çözeltisi:

0.120 g 1-10 fenatrolin monohidrat $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2.\text{H}_2\text{O}$ tartılır. 100 ml damıtık suda çözülür. Bunu sağlamak için karıştırarak 80°C ye kadar ısıtılması gerekir. (Çözeltinin kaynatılması sakıncalıdır)

5- Stok demir çözeltisi.

1.404 g demir-2 amonyum sülfat [$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2.6\text{H}_2\text{O}$] tartılır. 50 ml damıtık su ve 20 ml derişik sülfürik asit katılarak çözülür. Bu çözelti üzerine açık pembe renk oluşuncaya kadar damla damla 0.1 N KMnO_4 damlatılır. Damıtık su ile bir litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml = 0.2 mg +2 iyonu içerir.

6- Standart demir çözeltileri:

Bu çözeltiler kullanılacağı gün hazırlanır. Stok demir çözeltisinden 5, 10, 20, 30, 50 ml alınarak bunlar damıtık su ile bir litreye tamamlanır. Böylece 1 mg/l-10 mg/l demir-2 iyonu içeren standart çözeltiler hazırlanmış olur.

1.11.2. Deneyin yapılışı

50 ml su örneği alınır ve 125 ml lik bir erlenmayere koyulur, üzerine 2 ml derişik hidroklorik asit ve 1 ml hidroksil aminin çözeltisi eklenir. Kaynayınca kadar ısıtılır. Bütün demirin Fe^{+2} haline dönüşmesi sağlanır. Hacmi 15-20 ml oluncaya kadar kaynatılır, çözelti oda sıcaklığına soğutulur. 50 ml lik balon jojeye alınır. Üzerine 10 ml sodyum asetat tampon çözeltisi ve 2 ml fenantrolin çözeltisi eklenir. Damıtık su ile 50 ml ye tamamlanır. Rengin tam gelişmesi için 10 dakika beklenir. Nessler tüpüne aktarılır.

Kolorimetrik tayin:

Aynı deney içlerindeki Fe^{+2} derişimi bilinen standart demir çözeltileri ile yapılarak bir seri Nessler tüpü hazırlanır. Örnek ile elde edilen renge en yakın renk gözle karşılaştırılarak bulunur. Böylece 50 ml örnek içinde bulunan mg Fe^{+2} belirlenmiş olur.

1.11.3. Hesaplama

Su içinde bulunan tampon demir miktarı aşağıdaki bağıntı ile hesaplanır.

$$\text{Toplam Demir} = \frac{m \times 1000}{V}$$

Burada, m= Deney örneğinde ölçülen demir, mg

V= Örnek hacmi, ml dir.

1.12.DETERJAN TAYİNİ (METİLEN MAVİSİ YÖNTEMİ)

Alkil benzen sülfanat (ABS) veya alkil içeren anyonik deterjanlar ile metilen mavisi, mavi renkli bir bileşik oluşturur. Bu bileşik kloroform da çözünür ve rengin şiddeti derişimi ile orantılıdır. 652 nm dalga boyunda bu rengin şiddeti spektrofotometre ile ölçülebilir. Bu yöntem 0.025-100 mg/l ABS içeren sulardaki deterjan miktarını ölçmek için uygundur.

1.12.1. Aygıtlar

- 1- Spektrofotometre
- 2- Ayırma hunisi, 500 ml

1.12.2. Kullanılacak Çözeltiler

- 1- Standart alkil benzen sülfonat çözeltisi

Saf ABS den 1 g tartılır, damıtık suda çözülür ve litreye tamamlanır.

Böylece hazırlanmış olan stok çözeltiden 10 ml alınarak 1 litreye tamamlanır. Böylece hazırlanmış olan standart çözeltide 1 ml = 0.01 mg ABS bulunur.

- 2- Fenolftalein çözeltisi:

5g fenolftalein 500 ml % 90 lık etilalkolde çözülür ve damıtık su ile 1 litreye tamamlanır.

- 3- 1 N sodyum hidroksit çözeltisi:

40 g NaOH tartılır, damıtık suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

- 4- 1 N Sülfürik asit çözeltisi:

28 ml derişik sülfürik asit damıtık su ile 1 litreye tamamlanır.

- 5- Kloroform

- 6- Metilen mavisi çözeltisi:

0.1 g metilenmavisi 100 ml damıtık suda çözülür. Bu çözeltiden 30 ml alınarak, 500 ml damıtık su 6.8 ml derişik derişik sülfürik asit, 50 g mono sodyum dihidrojen fosfat monohidrat $[\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}]$ katılır. Karıştırılır ve bir litreye tamamlanır.

7- Yıkama çözeltisi:

500 ml damıtık suya 6.8 ml derişik sülfürik asit ve 50 g sodyum dihidrojen fosfat monohidrat katılır. Karıştırılır ve litreye tamamlanır.

1.12.3. Deneyin Yapılışı

Önce ABS derişimi bilinen örnekler kullanılarak bir kalibrasyon eğrisi çizilir. Bu amaçla 10 tane ayırma hunisinin herbirine standart ABS çözeltisinden ml olarak aşağıda belirtilen hacimlerde örnek alınır.

0.0, 1.0, 3.0, 5.0, 7.0, 9.0, 11.0, 13.0, 15.0, 20.0 ml

Ayırma hunileri damıtık su ile 100 ml ye tamamlanır. Bu örneklerle aşağıdaki işlemlere uygulanarak her birinin spektrofotometredeki absorpsiyon değerleri okunur. Bu değerler derişime karşı grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi çizilmiş olur.

Örnekte Deterjan Tayini:

Sudaki tahmini deterjan derişimi gözönüne alınarak 10 ml-100 ml su örneği alınır. Bu örnek üzerinde aşağıdaki işlemler yapılır.

- a- Su örneği üzerinde 3-5 damla fenol ftalein damlatılarak sodyum hidroksit çözeltisi ile alkali yapılır.
- b- 10 ml kloroform ve 25 ml metilen mavisi çözeltisi eklenir. 30 sn çalkalanır. Fazların ayrılması için beklenir.
- c- Dipte toplanan kloroform tabakası ikinci bir ayırma hunisine alınır. Birinci ayırma hunisinin ucu az miktarda kloroform kullanılarak üç defa ekstraksiyon daha yapılır.
- d- Bütün ekstraktlar aynı ayırma hunisi içinde toplanır. Bu ayırma hunisine 50 ml yıkama çözeltisi eklenip 30 sn çalkalanır. Fazların ayrılması için bir süre bekletildikten sonra kloroform tabakası 100 ml lik bir balon joje içine alınır. 10ml kloroform çözelti iki kez yıkanır ve bu yıkama suları da balon joje içinde toplanır, işaret çizgisine kadar kloroform ile tamamlanır.

Ölçme:

Spektrofotometrede tanık örnek olarak kloroform kullanılır. 652 nm dalga boyunda absorbans değeri ölçülür. Buradan okunan değerden kalibrasyon eğrisi yardımıyla mg ABS miktarı bulunur.

1.13. FOSFAT TAYİNİ

Seyreltik fosfat çözeltileri asidik ortamda amonyum molibdat bileşimini verir. Bu bileşik amino naftal sülfonik asit ile koyu mavi renkli bir kompleks bileşik oluşturur. Bu renk yardımı ile su içinde bulunan fosfat kolorimetrik olarak tayin edilebilir.

1.13.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- Sülfürik asit çözeltisi:

120 ml derişik sülfrik asit ile 750 ml damıtık su karıştırılır. Soğutulan çözelti 1 litreye damıtık su ile tamamlanır.

2- Asitli amonyum molibdat çözeltisi:

50 g amonyum molibdat $[(NH_4)_6Mo_7 \cdot 4H_2O]$ 200 ml damıtık su içinde çözülür. İçine dikkatle 310 ml derişik sülfürik asit katılır, soğutulur. Daha sonra damıtık su ile 1 litreye tamamlanır.

3- Amino naftal sülfonik asit çözeltisi:

0.5 g 1-amino 2-naftal- 4 sülfonik asit belirteci tartılır. 1 g susuz sodyum sülfid (Na_2SO_3) 5 ml su içinde çözülür ve buna daha önce tartılmış olan belirteç eklenir. 30 g sodyum metabisülfid ($Na_2S_2O_5$) 200 ml damıtık su içinde çözülür. Bu çözelti ağzı iyi kapatılmış şişelerde ve karanlıkta bekletilir.

4- Potasyum fosfat standart çözeltisi:

0.7164 g potasyum dihidrojen fosfat $[KH_2PO_4]$ az miktarda suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır. Kullanılma anında bu çözeltiden 100 ml alınarak damıtık su ile 1 litreye tamamlanır. Böylece elde edilen çözeltinin 1 ml = 0.05 mg PO_4 içerir.

1.13.2. Aygıtlar

Bu deney spektrofotometre ile yapılır. Spektrofotometrede 725 nm dalga boyunda çalışılır.

1.13.3. Deneyin Yapılışı

Nessler tüpü içine 50 ml su örneği koyulur. Üzerinde 1 damla fenolftalein çözeltisi eklenir. Eğer mor renk oluşuyorsa, renk kayboluncaya kadar bir kaç damla sülfürik asit damlatılır. Damıtık su ile yaklaşık 10 ml ye tamamlanır. Daha sonra 10 ml amino naftol sülfonik asit çözeltisi katılır ve damıtık su ile 100 ml ye tamamlanır. Tam olarak 10 dakika beklenir. Bu süre sonunda spektrofotometrede okuma yapılır.

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması:

Standart fosfat çözeltisinden 10, 20, 30, 40, ve 50 ml alınarak yukarıda belirtilen yol izlenerek (mg fosfat- okuma değeri) kalibrasyon eğrisi çizilir.

1.13.4. Hesaplama

Spektrofotometreden okunan değerdan, kalibrasyon grafiđi yardımıyla fosfat miktarı belirlenir.

1.13. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (KOİ) TAYİNİ

Su içinde bulunan organik bileşiklerin kimyasal olarak parçalanmasını sağlamak üzere gerekli olan oksijen miktarı “kimyasal oksijen ihtiyacı” olarak tanımlanır. Bu değeri suyun kirlilik derecesi hakkında iyi bir ölçü kabul edilir. Potasyum dikromat permanganattan daha kuvvetli bir oksitleyicidir. Alifatik ve aromatik bileşikler ve piridin gibi güç oksitlenen organik bileşikler dikromat ile parçalanabilir. Parçalanmayı kolaylaştırmak için gümüş sülfat katalizör olarak kullanılır.

1.14.1. Kullanılacak Çözeltiler

- 1- Derişik sülfirik asit
- 2- Gümüş sülfat kristal
- 3- Ferroin indikatör çözeltisi: 1.485 g 1.10 Fenontrolin monohidrat, 0.695 g demir sülfat ile ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) damıtık suda çözölür, 100ml ye tamamlanır.
- 4- 0.25 N Potasyum dikromat çözeltisi:
103°C lik etüvde 2 saat kurutulmuş potasyum dikromat ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) den 12.25 g tartılır. Az miktarda damıtık suda çözölüp 1 litreye tamamlanır.
- 5- 0.1 N Amonyum-demir II sülfat çözeltisi:
98 g amonyum demir II sülfat [$\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] az miktarda damıtık suda çözölür. 20 ml derişik sülfirik asit eklenir, soğutulur ve litreye tamamlanır.
- 6- 0.025 N Potasyum dikromat çözeltisi:
Daha önce hazırlanmış olan 0.25 N Potasyum dikromat çözeltisinden 100 ml alınır ve litreye tamamlanır.
- 7- Ferroin Çözeltisi:
1.735 g 1-10 Fenatrolin dihidrat ve 0.695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ birlikte damıtık su içinde çözölüp 100 ml ye tamamlanır.

1.14.2. Deneyin Yapılışı

50 ml su örneđi 500 ml lik ağız rodajlı bir balona alınır, üzerine 50 ml damıtık su ve 25 ml 0.25 N standart potasyum dikromat çözeltisi konur. Dikkatle 75 ml derişik sülfirik asit katılır. İçine 0.4 g katı halde gümüş sülfat eklenir.

Balon bir geri soğutucuya bağlanır. Çözelti iki saat süre ile kaynatılır. Kaynamanın düzgün olması için balon içine bir kaç tane kaynama cam boncuđu koyulmalıdır. İki saatlik kaynama sonucunda balon soğutulur, geri soğutucu 25 ml damıtık su ile yıkanır. (Çođu zaman 2 saat kaynamaya gerek kalmaz).

Balonun içindeki çözelti 500 ml lik bir erlen içine alınır. Balon damıtık su ile yıkanır. Çözelti yaklaşık 350 ml ye seyreltilir. Çözelti içinde kalan potasyum dikromatın fazlası 0.1 N demir-amonyum sülfat çözeltisi ile titre edilir. Bunun için çözeltiye 2-3 damla Ferroin indikatör çözeltisi katılır. Başlangıçta renk yeşil-mavidir. Titrasyon sonunda renk kırmızımsı mavidir.

Aynı koşullarda örnek yerine 50 ml damıtık su kullanılarak bir tanık örnek üzerinde de aynı işlemler tekrarlanır.

1.14.3. Hesaplama

Kimyasal oksijen ihtiyacı mg oksijen/ litre olarak aşağıdaki bağıntı ile hesap edilir.

$$KOI = (A - B) \times N \times \frac{8000}{V} \text{ mg / l}$$

Burada, A= Tanık örnek için harcanan 0.1 N demir amonyum sülfat çözeltisi

B= Örnek için harcanan 0.1 N demir amonyum sülfat çözeltisi, ml

N= Demir amonyum sülfat çözeltisi normalitesi

V= Alınan örnek hacmi, ml

1.15. ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN TAYİNİ (WINKLER YÖNTEMİ)

Su içinde çözünmüş haldeki oksijen, alkali çözeltide mangan hidroksiti oksitleyerek üç değerli mangan hidroksit oluşturur. Çözeltiye asit eklendiğinde mangan(3) hidroksit çözünür ve çözeltide bulunan iyodür ile tepkimeye girerek serbest halde iyot açığa çıkarır. Bu iyot ise sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Böylece çözünmüş olan oksijene eşdeğer miktarda sodyum tiyosülfat çözeltisi harcanmış olur.

1.15.1. Kullanılacak Çözeltiler

1- Mangan sülfat çözeltisi:

480 mg mangan sülfat $[MnSO_4 \cdot 4H_2O]$ damıtık suda çözülür ve litreye tamamlanır.

2- Alkali iyodür azid belirteci:

500 g sodyum hidroksit ve 135 g sodyum iyodür (veya 150 g KI) damıtık suda çözülüp litreye tamamlanır.

Bu çözeltiye 10 g sodyum azid (NaN_3) in 40 ml damıtık suda çözünmüş çözeltisi eklenir.

3- Derişik sülfürik asit (yaklaşık 30 N)

4- Nişasta indikatör çözeltisi:

5 g çözülebilir nişasta bir beherde az miktarda damıtık su içinde bulamaç haline getirilir. Bu bulamaç kaynamakta olan 1 litre suyun içine boşaltılır. Bir kaç dakika kaynatmaya devam edilir. Bir gece çökmeye bırakılır. Üst kısımdaki duru kısım bir şişeye aktarılır.

5- 0.1 N Stok sodyum tiyosiyanat çözeltisi.

24.82 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kaynatılmış ve soğutulmuş damıtık su içinde çözülür. 1 litreye tamamlanır.

6- 0.025 N Sodyum tiyosiyanat çözeltisi:

Stok sodyum tiyosülfat çözeltisinden 250 ml alınır ve litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml si 0.2 mg çözünmüş oksijene karşı gelir.

7- 0.025 N Standart potasyum dikromat çözeltisi:

103°C de 2 saat kurutulmuş potasyum dikromattan 1.226 g tartılır. Az miktar suda çözülür ve litreye tamamlanır.

1.15.2. Deneyin Yapılışı

Ağzı cam kapaklı 250 veya 300 ml hacminde özel BOİ şişelerinin içi su örneği ile doldurulur. Şişe ağzından su taşacak şekilde tam olarak doldurulmalıdır. Şişenin kapağı, şişe içinde hava kabarcığı kalmıyacak şekilde kapatılır.

Daha sonra kapak açılarak, şişenin dibine kadar inen uzun bir pipet yardımı ile şişenin içine 2 ml mangan sülfat çözeltisi ve 2 ml alkali iyodür azid çözeltileri eklenir. Şişenin kapağı hava kabarcığı kalmıyacak şekilde yeniden kapatılır. Şişe 30 saniye alt üst edilerek karıştırılır. Sonra mangan hidroksidin çökmesi için 10 dakika beklenir. Bu süre sonunda şişenin kapağı açılır, içine bir pipet yardımı ile 2 ml derişik sülfirik asit koyularak kapak yeniden kapatılır. Bütün çökelti çözününceye kadar şişe alt üst edilerek karıştırılır.

Şişenin içindeki çözelti bir erlene alınır. Şişe az miktarda damıtık su ile yıkanır. Yıkama suyu erlene eklenir. Çözelti içinde bulunan serbest haldeki iyot açık sarı renge kadar 0.025 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Sonra 1 ml nişasta indikatör çözeltisi eklenir. Mavi renk kayboluncaya kadar titrasyona devam edilir.

1.15.3. Hesaplama

Su örneği içinde bulunan çözünmüş oksijen miktarı mg/l olarak aşağıdaki bağıntı ile hesap edilir.

$$\text{Çözünmüş Oksijen} = A \times 0.2 \times \frac{1000}{B - C} \text{ mg / l}$$

Burada, A= Titrasyonda kullanılan 0.025 N sodyum tiyosülfat çözeltisi, ml

B= Kullanılan BOİ şişesi, ml

C= Deney sırasında şişe içine katılan reaktiflerin toplam hacmi, ml

Örneğin, 300 ml hacminde bir BOİ şişesi kullanıldığı ve 0.025 N sodyum tiyosülfat çözeltisinden 12 ml harcanmış olduğunu düşünelim.

$$\text{Çözünmüş Oksijen} = 12 \times 0.2 \times \frac{1000}{300 - 6} = 8.2 \text{ mg / l}$$

1.16. BİYOKİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (BOİ)

Su içinde bulunan organik maddelerin biyokimyasal tepkimeler ile parçalanması için gerekli olan oksijen miktarı biyokimyasal oksijen ihtiyacı olarak tanımlanır. Biyokimyasal oksijen ihtiyacı genellikle 20°C de ve 5 günlük süre için ölçülür. BOİ₅ değeri suyun taşımış olduğu organik kirlilik hakkında iyi bir fikir verir. Deneyin genel ilkesi su içinde bulunan çözünmüş oksijeni, başlangıçta ve 20°C de 5 günlük inkübasyon sonunda ölçerek bu süre içinde ne miktar oksijen harcanmış olduğunu tayin etmektir. Oksijen tüketimi ortamdaki mikroorganizmalar tarafından gerçekleştirilir.

1.16.1. Reaktifler

1- Mangan sülfat çözeltisi:

480 g mangan sülfat [MnSO₄.4H₂O] az miktarda damıtık su içinde çözülüp litreye tamamlanır.

2- Alkali iyodür azid çözeltisi:

500 g sodyum hidroksit ve 135 g sodyum iyodür (veya 150 g potasyum iyodür) damıtık su içinde çözülüp 1 litreye tamamlanır. Bu çözeltiye 10 g sodyum azotürün (NaN₃) 40 ml damıtık su içinde çözülerek hazırlanmış olan azid çözeltisi katılır.

3- Sülfürik asit çözeltisi:

4- 0.025 N sodyum tiyosülfat çözeltisi:

6.205 g sodyum tiyosülfat [Na₂S₂O₃.5H₂O] kaynatılmış damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml si 0.2 mg oksijene karşı gelir.

5- 0.025 N standart sodyum dikromat çözeltisi:

1.226 g kuru potasyum dikromat az miktarda damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

6- Nişasta indikatörü çözeltisi:

5 g çözülebilir nişasta bir beherde az miktarda su içinde bulamaç haline getirilir. Bu bulamaç kaynamakta olan 1 litre su içine dökülür. Bir kaç dakika kaynatmaya devam edilir. Bir gece çökmeye bırakılır. Üst kısımdaki kuru nişasta çözeltisi bir şişeye aktarılır.

7- Seyreltme suyunun hazırlanması:

Seyreltme suyu aşağıdaki çözeltilerin herbirinin uygun oranlarda karıştırılması ile hazırlanır.

a) Fosfat Tampon çözeltisi:

8.5 g potasyum dihidrojen fosfat [KH_2PO_4], 24.75 g dipotasyum hidrojen fosfat [K_2HPO_4], 33.4 g olisodyum hidrojen fosfat [$\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$] ve 1.7 g amonyum klorür yaklaşık 500 ml damıtık su içinde çözülerek litreye tamamlanır. Bu çözeltide pH= 7.2 dir.

b) Mağnezyum sülfat çözeltisi:

22.5 g magnezyum sülfat [$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$] az miktar damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

c) Kalsiyum klorür çözeltisi:

27.5 g anhidrit kalsiyum klorür az miktar damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

d) Demir III Klorür çözeltisi:

0.25 demir III klorür [$\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] az miktarda damıtık su içinde çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

Seyreltme suyu aşağıdaki gibi hazırlanır:

1 litre damıtık suyun üzerine yukarıda belirtilen şekilde hazırlanmış olan dört çözeltinin herbirinden birer ml katılır. Sıcaklığın 20°C dolaylarında olması sağlanır. Bu sıcaklıkta su içinden hava geçirilerek oksijenle doymun hale getirilir ve inkübatör içinde 20°C de en az 12 saat bekletilir. Seyreltme suyunun az miktarda kirli sular ile aşılması uygun olur.

Kullanılmaya hazır olan seyreltme suyu içinde yaklaşık 8 mg/l çözülmüş oksijen bulunması gerekir.

Seyreltme Oranı:

Bu deneyde kirli su ile seyreltme suyunun hangi oranda karıştırılacağından önceden tahmin edilmesi büyük önem taşır. Eğer yeterli miktarda seyreltme suyu kullanılmamış ise beş günlük inkübasyon süresi sonunda örnek içinde hiç oksijen kalmaz ve deneyden sonuç alınmaz, eğer az miktarda örnek alınarak gereğinden çok seyreltme suyu kullanılmış ise, bu durumda ilk ve son çözülmüş oksijen değerleri arasındaki fark çok az olacağından elde edilen BOİ değeri duyarsız olacaktır.

Seyreltme oranı deneye tabi tutulan suyun BOİ₅ değerine bağlı aşağıdaki şekilde seçilebilir.

Suyun Tahmini BOİ ₅ değeri	300 ml lik BOİ alınacak su numunesi hacmi
500 mg/l	1 ml
100 mg/l	5 ml
50 mg/l	10 ml

1.16.2. Deneyin Yapılışı

Bir kirli suyun BOI₅ değerini tayin etmek için 4 adet BOI şişesi kullanılır. Bu şişelerden ikisine kirli su + seyreltme suyu, diğer ikisine de yalnızca seyreltme suyu doldurulur.

300 ml lik BOI şişesinin yarısına kadar seyreltme suyu doldurulur. Üzerinde bir pipet yardımı ile önceden hesap edilen miktarda kirli su eklenir. Şişe ağzına kadar seyreltme suyu ile doldurulur, kapağı kapatılır.

Yalnız seyreltme suyu ile örnek koyularak hazırlanmış olan ikişer şişeden birertanesi 20°C deki inkübatör içine koyulur. Burada sabit sıcaklıkta beş gün bekletilir.

Kalan iki şişede başlangıç değerlerini bulmak üzere çözünmüş oksijen miktarları tayin edilir. Beşinci gün sonunda inkübatörden çıkarılan şişelerde de buna benzer şekilde beş günlük çözünmüş oksijen miktarları tayin edilir.

1.16.3. Hesaplama

BOI₅ değeri mg/l olarak aşağıdaki bağıntı ile hesap edilir.

$$BOI_5 = \frac{[DO_{ilk} - DO_{son}]_{numune} - [DO_{ilk} - DO_{son}]_{seyreltmesuyu}}{seyreltmeoranı}$$

Örneğin, 300 ml lik bir BOI şişesi 5 ml örnek koyulmuş ve çözünmüş oksijen değerleri de aşağıdaki şekilde bulunmuş olsun.

Örnek DO_{ilk} = 7.8 mg/l

DO_{son} = 3.4 mg/l

Seyreltme suyu DO_{ilk} = 7.9 mg/l

DO_{son} = 7.8 mg/l

$$BOI_5 = \frac{(7.8 - 3.4) - (7.9 - 7.8)}{5/300}$$

BOI₅ = 258 mg/l

1.17. ASKIDAKİ KATI MADDELER TAYİNİ (AKM)

İyice karıştırılarak alınan 1 litre su örneği bir Gooch krozesinden tromp ile süzülür. Askıdaki katı maddeler kroze üzerinde kalır. Kroze 105⁰C lik etüvde kurutulur, soğutulur, tartılır. Krozenin boş iken alınmış olan tartısı ile aradaki fark askıdaki maddeleri verir. Bu katı maddeler içinde bulunan uçabilen katı maddeleri belirlemek üzere kroze yeniden 400⁰C lik bir fırına konur. Burada katı madde içinde bulunan bütün organik bileşikler parçalanarak uçar, kroze soğutulur ve tartılır. Ağırlık kaybı uçabilen askıdaki katı maddeler olarak mg/l cinsinden verilir.

1.18. ÇÖKEBİLEN KATI MADDELER TAYİNİ

Su içinde bulunan ve çökebilen katı maddeleri tayin etmek üzere IMHOFF Hunisi kullanılır. Karıştırılarak alınan bir litre su numunesi İmhoof hunisine konur. Huni dikolarak 30 dakika bekletilir. Su içinde askıda bulunan maddelerin hacmi, İmhoff hunisinin dibinde bulunan işaretlenmiş bölgede ml olarak okunur. Sonuç, çökebilen katı maddeler olarak verilir.