

T.C.
BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ



ÇEVRE ANALİZ
LABORATUVARI-II
DENEY FÖYÜ

SORUMLULAR

Prof.Dr. Baybars Ali FİL

Doç.Dr. Züriye GÜNDÜZ

Arş. Gör. Dr.Mustafa KORKMAZ

Dr. Öğr. Üy. Süleyman UZUNER

Dr. Öğr. Üy. Yeliz SÜZEN

Dr. Öğr. Üy. Simge Sertkaya KÖYBAŞI

Arş.Gör.Gülşah Tulger KARA

ÇEVRE ANALİZ LAB FÖYÜ

ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN TAYİNİ

15.02.2018

1. DENEYİN AMACI

Öğrencilerin çözünmüş oksijen parametresi, çevre mühendisliğindeki önemi, ÇO ölçüm ve hesaplama yöntemleri hakkında bilgi sahibi olmalarını sağlamaktır.

2. TEORİK BİLGİLER

Çözünmüş oksijen su içinde çözünmüş halde bulunan oksijen konsantrasyonudur, birimi mg/L dir. Çözünmüş oksijen doğal ortamlarda canlı yaşamının devamı, atıksuların arıtımı ve içme sularının temizlenmesi proseslerinde ayrı öneme sahiptir.

- Nehir ve göllerde canlıorganizmalar yaşam ve üreme için gereken enerjiyi sulardaki çözünmüş halde bulunan oksijenden temin ederler. Doğal sularda çözünmüş oksijen miktarının organizma türüne bağlı olarak 5 mg/L civarında olması istenir. Yüzeysel sulara aşırı nütrient girişi olduğu zaman ÇO konsantrasyonu azalır ve alg üretimi meydana gelir (ötrofikasyon).
- Doğal suları kendi kendine arıtılmasında çözünmüş oksijen önemlidir.
- Atıksuların aerobik sistemlerle arıtımı esnasında; sulara kirlilik veren organiklerin mikroorganizmalar tarafından parçalanarak zararsız son ürünlere getirilmeleri için, oksijen tüketilir. Atıksuların arıtılmasında kullanılan prosese göre çözünmüş oksijen konsantrasyonunda istenilen değer değişebilir. Fakat genel bir rakam olarak, aerobik sistemlerin verimli çalışabilmesi için atıksuların Ç.O. değeri 2 mg/L civarında tutulur. Anaerobik sistemlerde ise bu değer altıda bir ÇO konsantrasyonu olmalıdır.
- İçme sularında çözünmüş oksijenin önemli bir parametre olmasının önemi oksijenin oksitleyici (zararlı organik ve inorganiklerin elektron seviyelerini değiştirerek zararsız veya daha az zararlı hale getirmesi) olmasıdır.
- Çözünmüş oksijen analizleri biyokimyasal oksijen ihtiyacı analizlerinin temelini teşkil eder. Böylece evsel ve endüstriyel atıksuların kirlilik dereceleri belirlenir.
- Oksijen, demir ve çelik boruların korozyonlarında önemli bir rol oynar ve özellikle su dağıtım sistemlerinde ve buhar kazanlarında problemlere neden olmaktadır. Bu nedenle kazansularında çözünmüş oksijenin çeşitli fiziksel ve kimyasal yöntemlerle uzaklaştırılması istenir.

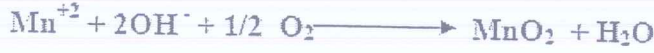
Çözünmüş Oksijen Tayini İçin Numune Alma

Genellikle alınan numunelerde çözünmüş oksijen doygunluk değerinin altında olduğundan hava ile temas halinde yanlış sonuçlara neden olacağından doldurulması esnasında hava ile temas ettirilmemeli ve taşırılarak doldurulmalıdır.

Numune şişeleri renkli ve ışığı geçirmemelidir.

Numune şişesinde hava kabarcığı ve boşluk kalmamalıdır.

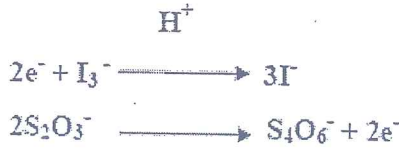
Çözünmüş oksijen tayini için alınan numuneler yapılabiliyorsa portatif çözünmüş oksijen problemleri ile yerinde analiz edilmelidir.



Tüm oksijenin reaksiyona girebilmesi için numune şişeleri yeterli derecede sallandıktan sonra çökelmeye bırakılır. Ortama derişik H_2SO_4 ilave edildiğinde ortamın pH'ı düşer. Bu durumda MnO_2 , I^- 'u I_2^0 'a dönüştürür.



şeklinde reaksiyona girer. Oluşan iyot iyonu ortama sarı renk verir. Renksiz ortam ise oksijen olmadığını gösterir.



Eşdeğer ağırlıkların bulunması;



3. DENEY DÜZENEGİ

- Mangan Sülfat çözeltisi
- Alkali iyodür azid reaktifi
- Sodyumtiyosülfat çözeltisi (0.025N)
- Derişik sülfürik asit
- Manyetik karıştırıcı
- Büret
- Erlen
- Klasik BOİ şişesi
- Mezür

4. DENEYİN YAPILIŞI

- ✓ BOİ şişesinin içine numune ağzına kadar taşırılarak doldurulur ve ağzı kapatılır.
- ✓ Hava almayacak şekilde kapatılmış şişe açılarak 1 ml MnSO_4 çözeltisi ve hemen arkasından 1 ml alkali iyodür azid reaktifi şişenin dibine doğru pipetle eklenir.
- ✓ Şişe kapatılarak en az 15 defa ters düz edilerek karıştırılır.
- ✓ Çökelek oluştuğunda şişenin kapağı açılarak 1 ml derişik H_2SO_4 çözeltisi katılır ve şişenin kapağı kapatılır.
- ✓ Daha önce oluşmuş çökeleğin tamamen çözünmesi için şişe ters-düz edilerek karıştırılır.

Yağ-Gres Tayini

1.1. Genel Bilgiler

1.1.1. Yağ

Yağlar, en basit tanımlamayla organik asitlerle alkollerin yaptıkları esterlerdir. Suda ayrı faz yapmaları ve organik çözücülerde çözünmeleri ile tanınmaktadırlar. Kaynaklarına göre hayvansal yağlar ve bitkisel yağlar veya fiziksel durumlarına göre katı ve sıvı yağlar gibi sınıflandırılabilirken, bunlara ilave olarak kimyasal yapılarına göre de farklı bir sınıflandırmaya tabi tutulabilirler.

Yağ ile gres genelde birlikte anılır. Yağ ve gres esas olarak aynı maddeden oluşmakla beraber; gres, içindeki yağ ve diğer additifler aynı olmakla beraber bunların dışında ısı ve ezilme gibi yıpranmalara karşı dış mukavemetin artırılması için içine kısmi olarak yoğunluğunu artıracak maddeler katılmaktadır.

1.1.2. Gres

Akışkan bir yağ ile kalınlaştırıcı bir maddenin, katı ile yarı akışkan arasında yapı değişikliği gösterdiği bir yağdır. Gres yağlarında akışkan kısım genellikle petrol esaslı mineral bir yağ veya sentetik bir akışkan olup, kalınlaştırıcı kısım ise metalik bir sabundur. Özellikle mekanik aksamların rahatça işleyebilmesi ve aşınmanın önlenmesi için endüstrilerde kullanılmaktadır. Gresin diğer yağlara oranla kullanım açısından en önemli avantajları uygulandıktan sonra yoğunluğu nedeniyle akmayan, damlamayan bir yapıya sahiptir.

1.1.3. FOGs (Fats –Oil – Grease)

Literatür incelendiğinde yağ ve gres kavramının sürekli şekilde FOGs diye tabir edildiği görülür. Yağların özelliklerine bağlı olarak böyle bir sınıflandırma sözkonusu olmuştur. Bu kısaltmada Fats (Doymuş ve uzun zincirli katı yağlar), Oils (Doymamış ve bitkisel yağlar) , Greases (Gresler) şeklinde yer alır.

katı maddeler ile kum ve yağ-gres gibi maddelerin ayrılması işlemleri uygulanmaktadır. Bu maddeler bu aşamada uzaklaştırılmadığı takdirde pompalar ve çamur giderme ekipmanına, vanalara, karıştırıcılara, borulara, kanallara, duvarlara vb. zarar vererek arıtmada problemlere yol açabilir. Bu nedenle atıksudaki yağ-gres de atıksudan ön arıtma ile alınmalıdır.

Membran ile bir arıtım yapacağımız zaman özellikle yağ ve gresi gidermemiz gerekir. Aksi takdirde yağ ve gres membranın tıkanmasına neden olabilir. Atıksu arıtma tesislerinde problem oluşturan yağ ve gresin tamamı ön çökeltim havuzlarında uzaklaştırılmaz. Suyun içerisinde çok ince emülsiyon halinde önemli miktarda yağ ve gres kalır. Aktif çamur tesislerinde gres çoğunlukla gres kürecikleri içine birikir ve bunlar yüzerek, son çökeltim havuzlarında hoş olmayan bir görüntü arz eder. Damlatmalı filtre ve aktif çamur proseslerinin her ikisi de sıvıdan biyolojik kütledeki hücrelere oksijen transferini engelleyen fazla miktardaki gresten önemli ölçüde etkilenir. Ayrıca biyolojik arıtmada aktif çamur prosesi 30 mg/l'ten fazla yağ içeriyorsa çamur inhibe olur ve aktivitesi engellenir.

Evsel atıksu arıtma tesislerinde yağlar, normal olarak birincil çökeltme havuzunda su üzerinde yüzerler. Bu nedenle, ön çökeltme havuzunda bir köpük ve yağ toplayıcı sistem bulunur. Endüstri tesisleri prosesleri gereği yağlı ve petrolü atıklar üretiyorsa yağların yağ kapanlarıyla kaynaktan tutulması sağlanmalıdır. Yağ kapanları, mümkün mertebe ana proses ünitelerine yakın yapılmalı ve yağların diğer atıklara karışması önlenmelidir. Kayda değer oranda yağ ve gres üreten endüstrilerin (gıda ve sabun endüstrileri, rafineriler vb.) atıksu arıtma tesislerinde genellikle bir yağ ayırıcı bulunur.

3. Yağ ve Gres Tayini İçin Metot Seçimi

Yağ ve gres; asitlendirilmiş numuneden çözücü vasıtası ile ekstakte edilen sülfür bileşikleri, bazı organik boyalar ve klorofil gibi diğer bileşenleri de içermektedir. Burada sunulan metotlar, biyolojik lipidler, mineral hidrokarbonlar için uygundur. Yağ ve gres içeren çeşitli endüstriyel atıksulara ve arıtma tesisi çıkış sularına da burada tanımlanan metotlar uygulanabilmektedir. Sıvı numuneler için yağ ve gres tayininde 3 metot kullanılabilir:

- Kısmi gravimetrik metot
- Kısmi infrared metodu
- Soxhlet metodu

4.2.Reaktifler

- Hidroklorik asit, HCl, (1+1)
- Hegzan K.N. 68-69 °C'dir. Çözücü, buharlaştırma sırasında herhangi bir ölçülebilir kalıntı bırakmamalıdır (Analitik saflıkta).
- Sodyum sülfat, Na₂SO₄, anhidrit, kristal halinde olmalıdır.

4.3.Deneyinin Yapılışı

Yaklaşık 1 litre numune alınır ve numune hacmi işaretlenir. Numune pH 2'ye veya daha düşük bir değere kadar HCl ile asitlendirilir. Genellikle bu iş için 5 ml HCl yeterlidir. Numune asitlendirildikten sonra ayırma hunisine aktarılır. Numune kabı 30 ml hegzan ilavesi ile dikkatli bir şekilde çalkalanır ve solvent yıkama çözeltisi ayırma hunisine eklenir. Ayırma hunisi tercihen 2 dakika süre ile şiddetli bir şekilde karıştırılır. Eğer stabil bir emülsiyon oluşacağı tahmin ediliyorsa, 5-10 dakika kadar yavaşça karıştırılır. Çözücü tabakası aşağıdan ayrılarak çözücü ile ıslatılmış filtre kağıdı içeren bir huniden, darası önceden belirlenmiş bir destilasyon balonuna alınır. Eğer berrak bir çözücü tabakası elde edilmemişse, filtre kağıdı hunisine 1 g Na₂SO₄ ilave edilir ve emülsifiye çözücü, kristaller üzerine yavaşça akıtılır. Gerekirse daha fazla Na₂SO₄ ilave edilir. Ekstaksiyon işlemi her defasında 30 ml'lik çözücü hacmi ile olmak üzere iki kez tekrarlanır. Bütün ekstraktlar darası bilinen destilasyon balonuna toplanır, filtre kağıdı 10-20 ml çözücü ilavesi ile son bir kez daha yıkanır, bu yıkama da balona alınır. Su banyosunda 70 °C'de çözücü destile edilir. Numune kabı 15 dakika süre ile su banyosunda 70 °C'de tutulur. Daha sonra destilasyon balonu desikatörde yaklaşık 30 dakika oda sıcaklığına kadar soğutulur ve tartılır.

4.4.Hesap

$$\text{mg Yağ ve Gres/L} = (M_2 - M_1) / V$$

M₁ : Ekstraksiyon Kabı İlk Ağırlık (mg)

M₂ : Ekstraksiyon Kabı Son Ağırlık (mg)


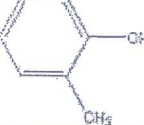
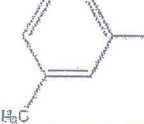
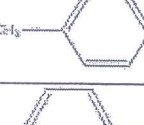
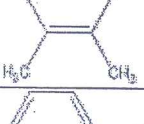
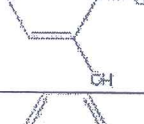
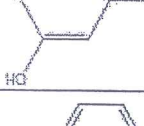
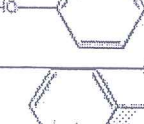

V : Süzülen Hacim (litre)

Fenol moleküllerinde bulunan hidroksil grupları fenollerin de alkoller gibi güçlü moleküller arası hidrojen bağları yapabilmesini sağlamaktadır. Bu hidrojen bağları fenollerin kaynama noktalarının, aynı molekül kütlesine sahip hidrokarbonların kaynama noktalarından daha yüksek olmasına yol açar. Örneğin, fenol ve toluenin molekül ağırlıkları birbirine çok yakın olduğu halde, fenolün kaynama noktası (182°C) toluenin kaynama noktasından (110,6°C) daha yüksektir. Kaynama noktalarında oluşan bu farklılığın nedeni alkol ve fenollerdeki hidrojen bağlarından kaynaklanmaktadır. Fenol türevleri genellikle beyaz renkli ve kristal yapıdadır. Ancak havada yükseltgenerek pembemsi bir renk almaktadır. Kendilerine özgü tatları ve kokuları vardır. Monohidroksi benzen gibi tek hidroksil grubuna sahip fenollerin hoş ve tatlımsı bir kokusu varken, çift hidroksil grubuna sahip fenoller (difenoller) hafif kokulu, üç ya da daha çok hidroksil grubu içeren fenoller (polifenoller) tümüyle kokusuzdur. Erime noktası 43 °C olan fenol, oda sıcaklığında katı haldedir. 43°C üzerindeki sıcaklıklarda organik çözücülerin çoğuyla, 80 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda ise suyla her oranda karışır. Yüksek molekül ağırlığına sahip fenoller ise suda çözünmezler. 5 Fenollerin suda çözünürlükleri içerdikleri hidroksil grubu sayısının artması ile artmaktadır. Tüm fenoller potasyum ve sodyum hidroksit çözeltilerinde çözünürler. Fenolün erime noktası 43 °C olmasına rağmen, su içerdiği zaman erime noktası düşmekte ve oda sıcaklığında sıvı halde bulunmaktadır.

Tablo 1. Fenolün fiziksel özellikleri

Özellikler	Değerler
Ticari adı	Fenol, karbolik asit, fenik asit, fenik alkol
Molekül ağırlığı (g/mol)	94,144
Molar hacim (cm ³ /mol) 25°C	90
Kaynama noktası (°C)	182
Erime noktası (°C)	43
Otomatik tutuşma sıcaklığı (°C)	715
Parlama noktası (°C)	79
Yanma noktası (°C)	85
Sıvı yoğunluğu (g/cm ³)	1,058 (20°C)
Sulu çözelti pH sı	6

Tablo 2. Fenol ve türevlerinin fiziksel özellikleri

Formülü	Adı	Erime Noktası (°C)	Kaynama Noktası (°C)	Yoğunluk (g/mL)
	Fenol	43	181,75	1,0576
	o- Krezol	30,94	190,75	1,0273
	m- Krezol	11,5	202,2	1,0336
	p- Krezol	34,8	201,9	1,0178
	2,3- Dimetil fenol	75	218	1,16
	Pirokatezol	105	245	1,1493
	Rezorsinol	111	280	1,2717
	Hidrokinon	173-174	285-287	1,328
	Pirogailol	133	309	1,453

4. Fenollerin gıdalar için önemi

Gıda bileşeni olarak fenolik maddelerin önemi;

- ✓ İnsan sağlığı açısından işlevleri
- ✓ Tad ve koku oluşumundaki etkileri
- ✓ Renk oluşumu ve değişimine katılmaları
- ✓ Antimikrobiyal ve antioksidatif etki göstermeleri
- ✓ Enzim inhibisyonuna neden olmalarıdır.

5. Deneyin Yapılışı

Toplam Fenolik (TF) Madde Tayini

Toplam Fenolik (TF) madde tayini Folin-Ciocalteu spektrofotometrik yöntemi kullanılarak gerçekleştirilecektir. Toplam TF analizi için gerekli çözeltilerin hazırlanması aşağıda verilmiştir. Kalibrasyon için fenol içeren 0, 10, 25, 50, 100, 200, 300, 400 ve 500 mg/L standartlar hazırlanarak şahit numuneye karşı okunur.

- ✓ **Folin-Ciocalteu reagent çözeltisi;** 1:3 oranında saf su ile seyreltilmiştir.
- ✓ **Doğgun sodyum karbonat (%35) çözeltisi;** 87,5 g sodyum karbonat saf suda çözüldürülüp 250 mL' ye tamamlanmıştır. Bir gece bekletilerek, filtre edilmiştir.
- ✓ **Gallik asit stok çözeltisinin (500 mg/L) hazırlanması;** 100 mL saf suda 50 mg gallik asit çözüldürülerek taze olarak hazırlanmıştır.

Standart çözelti eğrisine göre, köre karşı okunan numune absorbans değerlerinden numunedeki toplam TF konsantrasyonları belirlenir. Standartların ölçülen absorbans değerlerine ve konsantrasyonlarına göre grafik çizilir. Buradan örneğimizin ölçülmüş olan absorbans değerine göre konsantrasyonu bulunur.

Deneyin Yapılışı;

- ✓ Numuneler 0,45 µm membran filtreden süzülür
- ✓ Membran filtreden süzülen numuneden 100 µl (0,1 mL) alınır ve test tüpüne konulur. 7900 µl (7,9 mL) distile suyla seyreltilerek vorteksle karıştırılır.
- ✓ Daha sonra folin reaktifi çözeltisinden test tüpünün içerisine 500 µl (0,5 mL) eklenir ve vorteksle karıştırılır ve yaklaşık 3-4 dakika arası beklenilir.
- ✓ 4 dakikanın sonunda Na₂CO₃ çözeltisinden 1500 µl (1,5 mL) eklenir ve vorteksle karıştırılarak yine 3-4 dakika arası beklenir.
- ✓ 4 dakikanın sonunda spektrofotometrede 765 nm' de köre karşı absorbans değerleri okunur (Şekil 3.4)

FOSFAT TAYİNİ

Genel Bilgiler

Fosfor tayini çevre mühendisliği uygulamalarında gittikçe önem kazanmaktadır. Sularda fosfor fosfat olarak bulunur. Özellikle anorganik fosfat bileşikleri veya suların dehidrate olmuş şekilleri olan polifosfatlar çevre mühendisleri için önemlidir.

Bitkilerin gelişmesi için optimal miktarlarda bulunması gerekli besin maddeleri, karbon, azot ve fosfordur. Karbon ve azot atmosfer gibi doğal mekanizmalar tarafından kazanılmaktadır. Liebig'in Minimum Yasası'na göre, göllerde sınırlayıcı element fosfordur.

Bir göle fosfor girdisinde ani bir artış olduğu zaman, azot ve karbon yönünden bir kısıtlama varmış gibi görünürse de uzun vadede bu eksiklikler giderilerek, fosfor konsantrasyonu ile orantılı bir fitoplankton büyümesi gerçekleşmektedir. Büyüme, sudaki birbirleriyle bağlantılı pek çok fiziksel, kimyasal ve biyolojik süreçleri içermektedir. Bazı gözlemler *N/P* oranına bağlı olarak alg türlerinde de değişim olduğunu ortaya koymuştur. Düşük *N/P* oranında mavi-yeşil alglerin çoğaldığı, fosfor kontrolü yapılması durumunda gözlenen *N/P* oranlarında ise azot bağlayan mavi-yeşil alglerin, daha az olumsuz etki yapan türlere doğru kayma olduğu belirtilmiştir.

Alglerin büyümesinde etkili olan fosfor:

%76 Tarımsal alanlarda yapılan gübrelemelerden,

% 7 deterjanlardan,

% 3 kaplamacılık ve cilalardan,

% 3 hayvan atıklarından ve

% 11 diğer kullanımlardan kaynaklanmaktadır.

Fosfor doğada, bitki ve özellikle hayvanların gövde yapısında (hücre ve dokular) bulunan önemli bir elementtir. Su ekosistemindeki fosfor ise biyokimyasal ve kimyasal dengenin anahtar elemanlarından biridir. Sularda fosfor çeşitli fosfor bileşikleri şeklinde bulunur ve gerek doğal su ortamında gerekse atık su ortamında gerçekleşen pek çok reaksiyona girer. Göl sularında bulunan fosforun büyük bir kısmı (%90) organik fosfor olarak canlıların hücre yapısında ve ölü organik maddeler içerisinde bulunur. Kirlenmiş doğal göllerde toplam fosfor konsantrasyonu 1 µg/L kadardır. Dağlık kesimlerdeki göllerde fosfor konsantrasyonu

Çevre Mühendisliği Uygulamalarında Önemli Olan Fosfor Bileşikleri

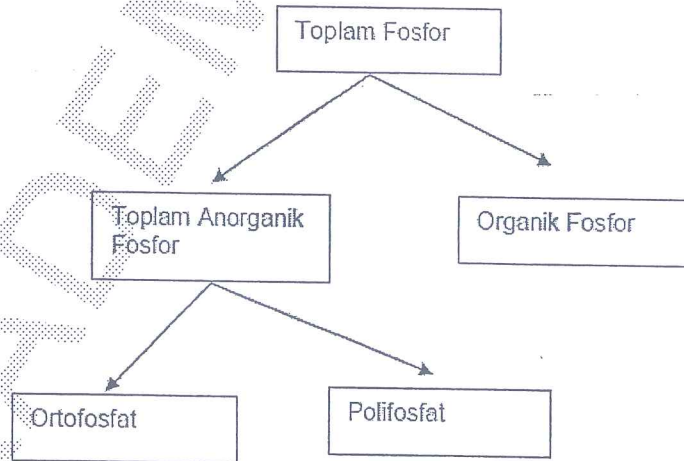
Çevre mühendisliği uygulamalarında en sık rastlanan fosfor bileşikleri Tablo 1' de özetlenmiştir. Polifosfatlar, birden fazla ortofosfat molekülünden su çıkması ile elde edilen dehidrate şekiller olduğundan, su ortamında zamanla hidrolize uğrar ve orto-hallerine geri dönerler.



Bu dönüşüm olayının hızı, sıcaklığın bir fonksiyonudur ve sıcaklık kaynama noktasına yaklaştıkça hız artar. Hidroliz olayının hızı, aynı zamanda pH' nin düşmesi ile arttırılabilir. Kompleks fosfatların hidrolizi; aynı zamanda bakteriyel enzimler vasıtası ile de olmaktadır. Bu nedenle temiz sularda dönüşüm hızı, atıksulara oranla daha az olmaktadır.

Tablo 1. Çevre mühendisliği uygulamalarında sık rastlanan fosfor bileşikleri

İSMİ	FORMÜLÜ
Ortofosfatlar	
• Tri sodyum fosfat	Na_3PO_4
• Di sodyum fosfat	Na_2HPO_4
• Mono sodyum fosfat	NaH_2PO_4
• Diamonyum fosfat	$(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$
Polifosfatlar	
• Sodyum hekzametafosfat	$\text{Na}_6(\text{PO}_3)_6$
• Sodyum tripolifosfat	$\text{Na}_5\text{P}_3\text{O}_{10}$
• Tetrasodyum piröfosfat	$\text{Na}_4\text{P}_2\text{O}_7$

**Fosfor Verilerinin Kullanımı**

Fosfor verileri çevre mühendisliği uygulamalarında, yaşam proseslerinde fosforun önemi nedeni ile gün geçtikçe önem kazanmaktadır. Geçmişte fosfor verileri, su şebekelerinde

olarak görev yapması nedeniyle birçok endüstriyel atıksu arıtma tesislerinde kontrolü gerekmekte ve fosfat ilavesi söz konusu olabilmektedir.

Deneyin Yapılışı

Ortofosfatlar gravimetrik, volumetrik veya kolorimetrik yöntemlerden biriyle analiz edilebilir. Organik fosfor ve polifosfatlarda ortofosfatlara dönüştürüldükten sonra analiz edilirler. Gravimetrik yöntem büyük miktarlarda fosfat konsantrasyonları için kullanılabilir. Volumetrik yöntem fosfat konsantrasyonu 50 mg/L'yi aştığı zaman kullanılır. Genellikle en yaygın kullanılan yöntem kolorimetrik yöntemlerdir. Üç farklı kolorimetrik yöntem kullanılır. Bunlar temelde aynı olmakla beraber eklenen reaktifler bakımından farklıdır. Bunlar 1-20 mg/L arasındaki fosfor konsantrasyonları için **vanada molibdik asit metodu**, 0.01-6 mg/L arasındaki fosfat konsantrasyonları için **kalay klorür veya askorbik asit metodu** uygulanır.

Reaktifler:

1. *Stok Fosfat Çözeltisi:* 219.5 mg katı KH_2PO_4 saf suda çözülerek 1 L' ye tamamlanır. Bu çözelti 50 mg/L $\text{PO}_4\text{-P}$ eşittir.
2. *Amonyum Molibdat Reaktifi:* 25 g amonyum molibdat 175 mL saf suda çözülür. 280 mL derişik H_2SO_4 , 400 mL saf suya dikkatlice eklenir, soğuyunca amonyum molibdat çözeltisine ilave edilir. Son olarak çözelti 1 L'ye tamamlanır.
3. *Kalay Klorür Reaktifi:* 2.5 g $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 100 mL gliserinde çözülür. Çözme işlemi su banyosunda ve cam bağıtle sürekli karıştırmak suretiyle hızlandırılabilir. Bu çözelti dayanıklıdır ve özel koruma işlemi gerektirmez.
4. *Fenol ftalein indikatörü:* 0.1 g fenol ftalein tartılır, 50 mL etil alkolde çözülür ve üzerine 50 mL saf su ilave edilir.

Deneyin Yapılışı ve Sonuçların Hesaplanması

Standart fosfat çözeltisinden 100'er mL' lik balon jojelere 0, 1, 2, 3, 4 ve 5 mL PO_4 içeren çözeltiden alınarak bir seri standart hazırlanır. Daha sonra bu standartların üzerine sırasıyla 2 damla fenol ftalein, 4 mL Amonyum molibdat ve 8-10 damla SnCl_2 çözeltilerinden eklenir, hemen ardından kronometre başlatılır. 10 dakika geçtikten sonra spektrofotometrede 690 nm dalga boyunda absorbanları ölçülür. Elde edilen verilerden P konsantrasyonu- absorbans

KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (KOİ) CHEMICAL OXYGEN DEMAND (COD)

A. METODUN KAYNAĞI: Standard Methods, 1989, 5220 D. B.

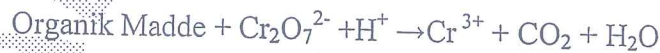
B. METODUN ÖZETİ-UYGULANABİLİRLİĞİ VE GENEL BİLGİLER

Kimyasal oksijen ihtiyacı (KOİ) sudaki yükseltgenbilir maddelerin kimyasal yolla oksitlenmeleri için gerekli oksijen miktarıdır. Evsel ve endüstriyel atıksuların (özellikle endüstriyel) kirlilik derecesini belirlemede kullanılan en önemli parametrelerden biri kimyasal oksijen ihtiyacıdır.

BOİ' den farklı olarak organik maddenin biyokimyasal reaksiyonlarla değil redoks reaksiyonlarıyla oksitlenmesi esasına dayanır. Oksidasyon ortamında karbonlu organik maddeler karbondioksit ve su; azotlu organik maddeler ise amonyak haline dönüşür. Elektron transferinin olmadığı reaksiyonlara giren maddelerin KOİ' sinden söz edilemez.

KOI' nin BOİ' ye en önemli üstünlüğü kısa sürede yürütülüp, sonuçlandırılmasıdır. BOİ' nin en az 5 gün sürmesine karşın KOİ' yi 3-5 saatte belirleyip değerlendirmek mümkündür. Bir suya ait KOİ tayini sonucu, BOİ' den farklı olarak biyolojik yollarla ayrışmayan bazı maddeleri de içerdiğinden, KOİ her zaman BOİ' den büyük elde edilir.

KOI, nehir ve endüstriyel atıkların incelenmesi çalışmalarında önemli ve çabuk sonuç veren bir parametredir. Atıkların toksik madde içermemesi ve sadece kolaylıkla ayrışabilecek organik maddeleri içermesi halinde bulunan KOİ değeri, yaklaşık olarak nihai BOİ (karbonlu) değerine eşit çıkar. BOİ' den farklı olarak deneyde harcanan oksijen kimyasal reaksiyonlar tarafından ortaya çıkarılır. Reaksiyon kuvvetli, yükseltgen bileşiklerin, asit ortamda, organikleri karbondioksit ve su gibi son ürünlere kadar oksitleyebilme özelliklerine dayandırılır. Genellikle kullanılan yükseltgen madde, potasyum dikromattır. Potasyum dikromattaki +6. değerli krom, +3 değerli krom haline indirgenirken organik maddedeki karbon, karbondioksit haline oksitlenir.



Bu deney, biyolojik hayat için zehirli maddeleri içeren ev ve endüstri orjinli artık suların organik madde konsantrasyonunun ölçülmesi için uygundur. Kimyasal olarak oksitlenebilecek bileşikler, biyolojik olarak oksitlenebileceklerden daha fazla olduğundan bir atık maddenin KOİ' si, BOİ' sinden genel olarak daha büyüktür. Birçok kullanılmış su numunelerinde BOİ ve KOİ arasında korelasyon kurmak mümkündür. Atık su numunesi H₂SO₄ ve standardize edilmiş K₂Cr₂O₇' in fazlası ile geri döngülü olarak 2-3 saat kaynatılır. Atık suda bulunan çoğu organik maddeler K₂Cr₂O₇ ile aşağıdaki reaksiyona girerler.

numunedeki 1mg NO₂-N'a karşılık 10 mg sülfamik asit eklenir. Aynı işlemler blank için de yapılır. S⁻², SO₃⁻², NO₂⁻, Fe⁺² gibi inorganik maddelerin de K₂Cr₂O₇ ile oksitlenmesi atıksuyun içerdiği organik maddelerin olduğundan daha fazla ölçülmesine neden olur.

D. KULLANILAN REAKTİFLERİN VE STANDARDLARIN HAZIRLANMASI

1-Parçalama Çözeltisi (Potasyum Dikromat - Civa Sülfat Çözeltisi)

33,3 g Civa Sülfat HgSO₄ 700 ml saf su ve 167 ml derişik H₂SO₄ (1,84 g/ ml) içinde çözülür. Soğutulmuş çözeltiye 10,216 g K₂Cr₂O₇ (105°C de 2 saat kurutulmuş) ilave edilir. Bu çözelti saf su ile 1 litre' ye tamamlanır.

2-Sülfirik Asit - Gümüş Sülfat Karışım Çözeltisi

10,12 g Gümüş Sülfat (Ag₂SO₄) 1 L H₂SO₄ (1,84 g / ml) içerisinde çözülür. Çözelti kullanmadan 1 gün önce hazırlanmalı ve renkli şişede saklanmalıdır.

3-Potasyum Hidrojen Ftalat (KHP) (HOOC₆H₄COOK) Stok KOİ Çözeltisi

120°C'de sabit tartıma getirilmiş 0,425 g KHP saf suda çözülerek 500 mL' ye tamamlanır. Teorik olarak 1mg KHP = 1.176 mg O₂ / mg. Bu çözelti 1000 mg O₂ / l'nin teorik KOİ'na sahiptir. Buzdolabında saklandığında 3-ay dayanıklıdır.

4-KOİ standartlarının hazırlanması

Stok KOİ çözeltisinden, 10 mL'lik tüplere KOİ 50 - 1000 aralığında olacak şekilde seyreltmeler yapılarak standartlar hazırlanır.

Hazırlanan standart çözeltiler aşağıdaki şekilde reaktiflerle karıştırılıp 148° C 'de 2 saat ısınmaya bırakılır.



1,5 mL Parçalama Çözeltisi (Potasyum Dikromat - Civa Sülfat Çözeltisi)

3,5 mL Sülfirik Asit - Gümüş Sülfat Karışım Çözeltisi

2,5 mL standart çözelti (0, 50, 100, 200, 400, 800, 1000 mg/L'lik)

2 saat sonunda hazır olan standartlar 600 nm dalga boyunda spektrofotometrede absorpsanları okunur. Derişime karşılık absorpsan değerlerinden yararlanılarak kalibrasyon eğrisi elde

DENEY ADI:KATI MADDE TAYİNİ

Sularda ve atıksularda bulunan askıda veya çözünmüş haldeki maddeler katı maddeler olarak isimlendirilir. Yüksek konsantrasyonlarda katı madde içeren su ve atıksular, arıtma tesisi çıkış suyu kalitesini ve alıcı su ortamını olumsuz yönde etkilerler. Özellikle organik kökenli katı maddeler alıcı ortamlarda O₂ tüketimine sebep olarak suyun BOI değerini yükseltirler. Askıda katı maddeler bulanıklığa neden olup, suyun ışık geçirgenliğini azaltarak dolaylı olarak ötrofikasyonun oluşmasına ve daha sonra sularda çökerek de dip çamurlarının oluşmasına sebep olurlar. Doğal olarak yüksek oranda katı madde içeren sular, içme suyu, yüzme ve endüstriyel amaçlı su temininde kullanılmazlar. Kazan sularında tortulara tıkanmalara neden olurlar. Arıtma tesislerinde ön çökeltme tanklarının gerekli olup olmaması ve bunların boyutlandırılmasında katı madde miktarının bilinmesi gerekir.

Toplam katı madde, filtre edilebilen ve filtre edilemeyen katıların toplamıdır. Filtre edilebilen katı maddeye genellikle çözünmüş katı madde, filtre edilemeyen kısma ise askıda katı madde de denilmektedir. Filtre edilebilen katı maddeler içerisinde, belli süreler sonunda kendiliğinden çökebilir veya çökemeyen askıda katı maddeler bulunurken; filtre edilebilen katı maddeler içerisinde de çözünmüş katı maddenin yanında daha büyük boyuttaki koloidal katı maddelerde vardır. Katı maddelerin tüm çeşitleri organik ve inorganik türde olabilir.

Deneyin Yapılışı**Toplam Katı Madde**

Toplam katı madde, su numunesinin su banyosunda buharlaştırıldıktan sonra 103-105°C'de etüvde kurutulmasından sonra geriye kalan maddenin mg/l cinsinden ifadesidir. Basit olarak deney şu şekilde yapılır: porselen buharlaştırma kabı sabit tartıma getirildikten sonra hassas terazide tartılır. İçerisine iyice karıştırılmış numuneden belli bir miktar konulur. Bu kap su banyosunda 100°C buharlaştırılır. Buharlaştırma sonucu kalan katı maddeyi belirlemek üzere porselen kapsül 103-105°C'de en az bir saat etüvde tutulur. Daha sonra kapsül etüvden alınır, desikatörde soğutulur ve tartılır. Yapılan iki tartım yardımı ile numunedeki toplam katı madde konsantrasyonu hesaplanır.

$$\text{Toplam katı madde, mg/l} = \frac{(A - B) * 1000}{\text{ml(numune)}}$$

A: Kapsül + numunenin ağırlığı (mg) B: Kapsülün ağırlığı (mg)

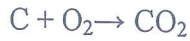
karıştırılmış 1 L'lik numune Imhoff konisine alınarak, 45 dakika çökelmeye bırakılır. Sonra koninin kenarlarına yapışanlar yavaşça karıştırılır ve 15 dakika daha bekletilir ve çökebilir kısmın hacmi ölçülür, ml/l.saat olarak ifade edilir. Pratik olarak alt sınır 1 ml/l.saat'tir.

Eğer sonuç mg/l cinsinden verilmek istenirse numunenin askıda katı madde konsantrasyonu ölçülür. Daha sonra kaba 1 L su numunesi alınarak 1 saat bırakılır, çökelmemiş kısmından 250 ml numune alınarak bu numunenin askıda katı maddesi ölçülür. Çökelen katı madde konsantrasyonu aşağıdaki formül yardımıyla bulunur:

Çökebilir katı madde, mg/l=Toplam askıda katı madde, mg/l-Çökelemeyen katı madde, mg/l

Toplam Uçucu Katı Madde

Toplam katı madde deneyi yapıldıktan sonra kap ve içinde kalan maddeler 15-20 dakika süre ile 550°C'de fırında yakılır. Bu sıcaklık organik maddenin yanması için gerekli minimum sıcaklıktır. Yanma reaksiyonları aşağıdaki gibi gerçekleşir.



Daha sonra numune desikatörde bekletilerek oda sıcaklığına gelmesi sağlanır ve kap ile içinde kalanlar tekrar tartılır. Bu kısım organik maddenin bir ifadesi olarak kullanılır.

$$\text{Toplam uçucu katı madde, mg/l} = \frac{(A - B) * 1000}{ml(\text{Numune})}$$

A: Kap + içindeki madde ağırlığı (fırında yakmadan önce), mg

B: Kap + içindeki madde ağırlığı (550 °C'de fırında yakıldıktan sonra), mg

Uçucu Olmayan Katı Madde

Yakma işleminden sonra elde edilen numunenin ağırlığından kabın darası çıkarılarak bulunur.

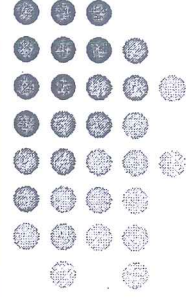
Uçucu olmayan katı maddeler aşağıdaki formül yardımıyla bulunur:

$$\text{Uçucu Olmayan Katı madde, mg/l} = \frac{(B - D) * 1000}{ml(\text{Numune})}$$

B: Kap + içindeki katı maddelerin ağırlığı (550 °C'de yakıldıktan sonra), mg

D: Kabın ağırlığı, mg

Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı (BOİ)

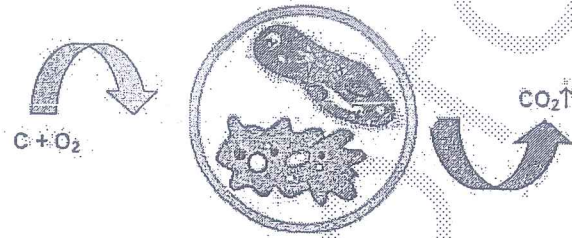


Giriş

- BOİ nedir?
- BOİ neyi ölçer?
- BOİ testi ne için kullanılır?
- BOİ nasıl tespit edilir?
- BOİ hesaplamaları
- BOİ uygulamaları
- Bazı maddelerin BOİ'si



BOİ



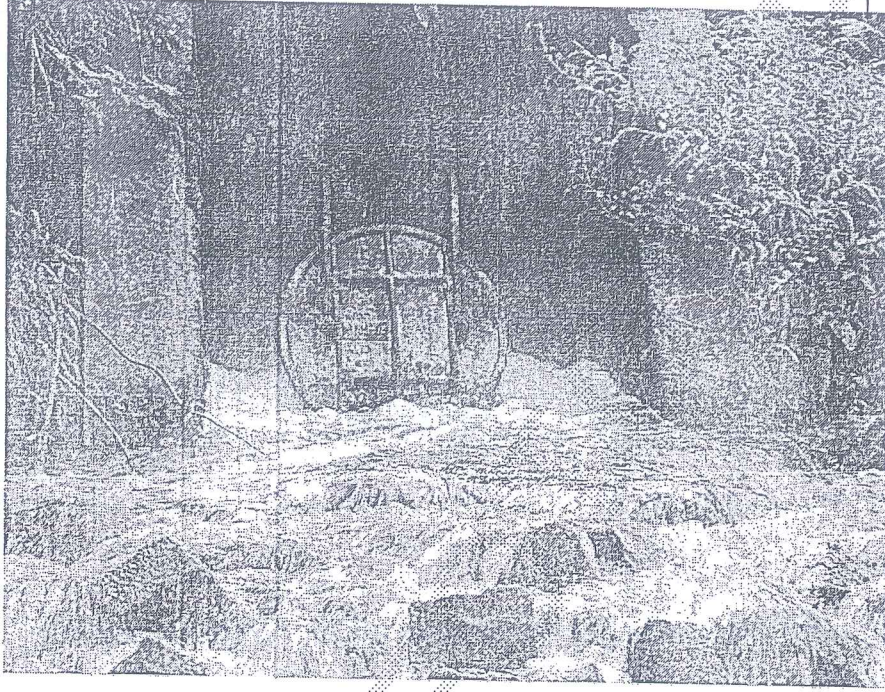
BOİ

1. Organik maddenin mikroorganizmalar tarafından parçalanması sırasında tüketilen oksijen miktarı suyun BOİ'sine eşittir.

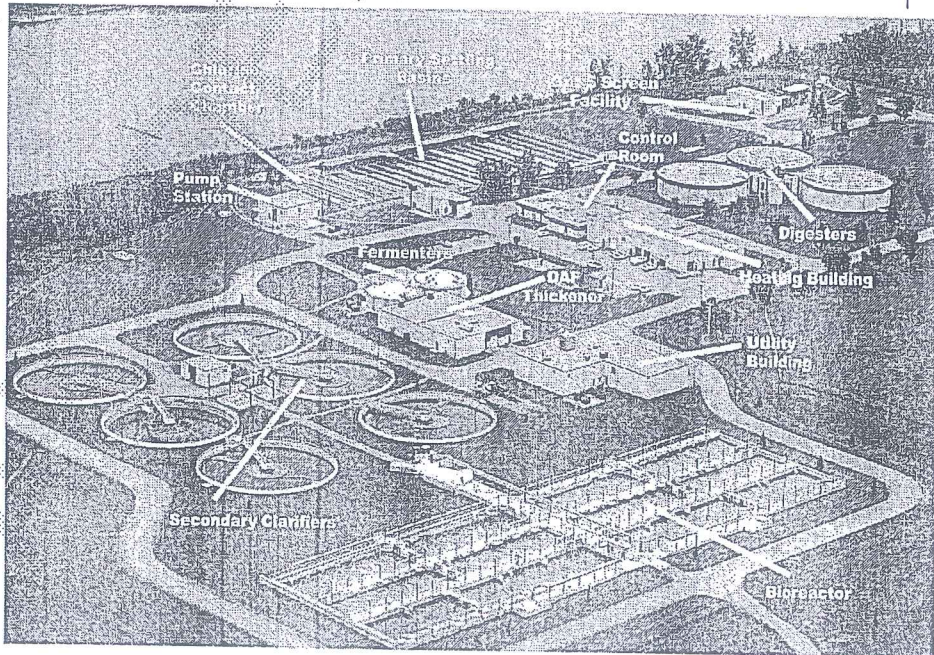
$$\text{ÇO}_{(Örneğin İlk Değeri)} - \text{ÇO}_{(5. Gün sonraki değeri)} = \text{BOİ}_5$$

1. Yüksek BOİ₅ suda oksijenin eksilmesi için potansiyel teşkil eder.

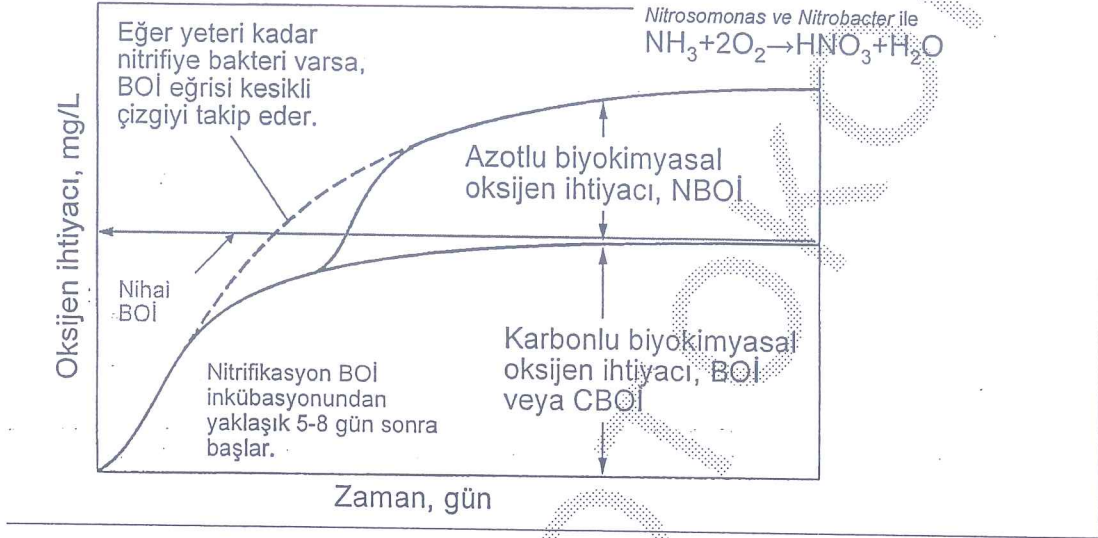
Kanalizasyon Sulari



Atıksu Arıtma Tesisi



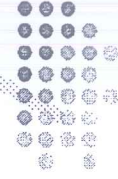
BOİ Eğrisi ve Nihai BOİ



BOİ ile ilgili bazı hususlar...

- BOİ sadece biyolojik olarak oksitlenebilir organik maddeleri ölçer
- Tekrarlanabilirliği ve duyarlılığı KOİ kadar iyi değildir.
- Biyolojik organizmalara bağlıdır.
- Alıcı ortamlara bırakılan bir atık veya atıksuyun etkisini daha iyi yansıtır.
- 5 gün sonra sonuç alınması nedeniyle proses kontrol parametresi olarak kullanım zorluğu
- Zaman alıcı ve fazla iş gücü gerektiren bir deneydir.

Hesaplamalar (Aşılama Yapılmışsa)



- 15 mL'lik bir örnek 300 mL'lik BOİ şişesine konulduğunda ilk CO değeri 8.8 mg/L olmaktadır. 5. gün sonra 1.9 mg/L CO ölçülmüştür. Aşılama seyreltme suyunun ilk ve son CO değerleri ise sırasıyla $B_1=9.1$ ve $B_2=7.9$ mg/L olduğuna göre atıksuyun BOİ_5 'i nedir?

- Çözüm:

$$\text{BOİ} = \frac{(\text{CO}_1 - \text{CO}_2) - (B_1 - B_2) \cdot f}{\text{Numune Hacmi (mL)}} \cdot \text{BOİ Şişesi Hacmi (300 mL)}$$

$$f = [(300 - 15) / 300] = 0.95$$

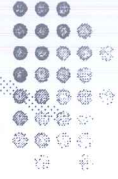
$$\text{BOİ}_5 = \frac{(8.8 - 1.9) - (9.1 - 7.9) \cdot 0.95}{15} \cdot 300 \text{ mL} = 115.2 \text{ mg/L}$$

BOİ Deneyinin Yapılışı 2-Manometrik Yöntem (BOİ metre)



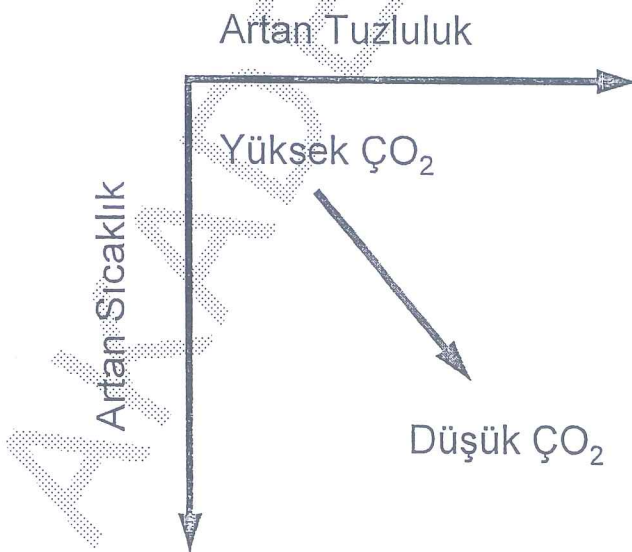
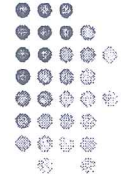
- Klasik yöntem ile BOİ değerlerini ölçmek için yeterli olsa da BOİ'in kinetiğinin anlaşılması için yeterli değildir.
- Klasik yöntemle kinetik çıkartılması için aynı içeriğe sahip çok sayıda şişenin hazırlanması gerekir.
- Manometrik yöntem ile o ana kadarki tüketilen oksijen miktarını herhangi bir kimyasal analiz yapmadan, bir başka deyişle BOİ şişesinin içeriğine dokunmadan belirlemek mümkündür.
- Bu sayede daha az masraf ve iş gücü ile BOİ kinetiği çıkartılabilir.

Sıcaklıkla doygunluk ÇO değerlerinin değişimi

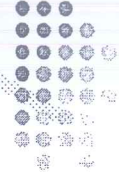


Dissolved		Dissolved		Dissolved	
Temp °C	Oxygen (mg/L)	Temp °C	Oxygen (mg/L)	Temp °C	Oxygen (mg/L)
1	14.60	16	10.07	31	7.41
2	14.19	17	9.85	32	7.28
3	13.81	18	9.65	33	7.16
4	13.44	19	9.45	34	7.05
5	13.09	20	9.26	35	6.93
6	12.75	21	9.07	36	6.82
7	12.43	22	8.90	37	6.71
8	12.12	23	8.72	38	6.61
9	11.83	24	8.56	39	6.51
10	11.55	25	8.24	40	6.41
11	11.27	26	8.09	41	6.31
12	11.01	27	7.95	42	6.22
13	10.76	28	7.81	43	6.13
14	10.52	29	7.67	44	6.04
15	10.29	30	7.54	45	5.95

Sıcaklık ve Tuzlulukla ÇO 'nin Değişimi

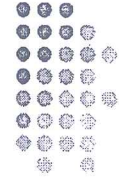


2-Manometrik Yöntem (BOİ metre)



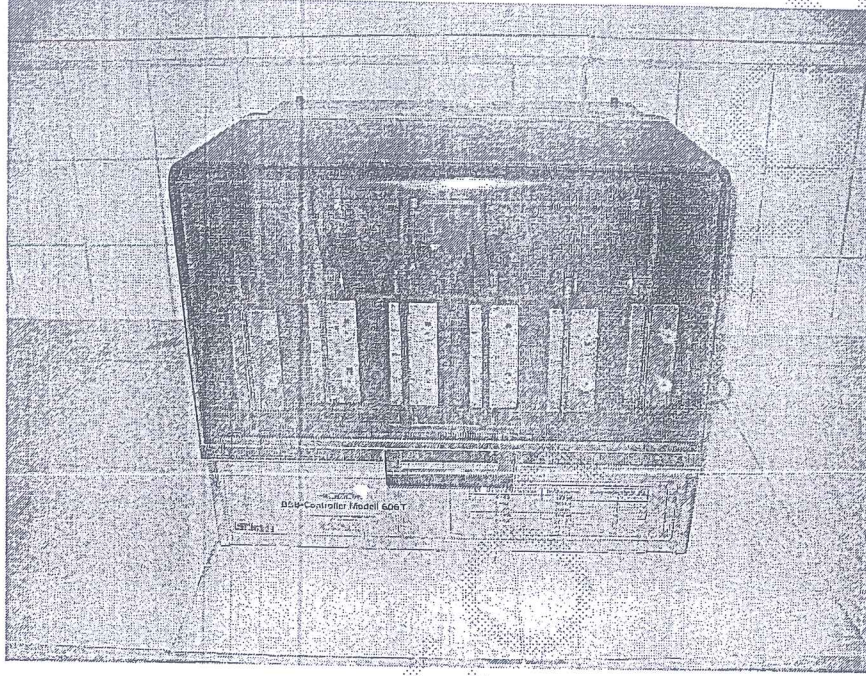
- BOİ şişesine konulan atıksu numunesinde, ne kadar çok oksijene ihtiyaç varsa, o oranda oksijen suya geçecektir.
- Geçiş miktarı artıkça, şişeye bağlı manometredeki civa seviyesi de yükselecektir.
- Bu yöntem çözünmüş oksijenin sudaki çözünürlüğünün az oluşundan dolayı klasik yönteme göre çok daha kullanışlıdır.

2-Manometrik Yöntem (BOİ metre)

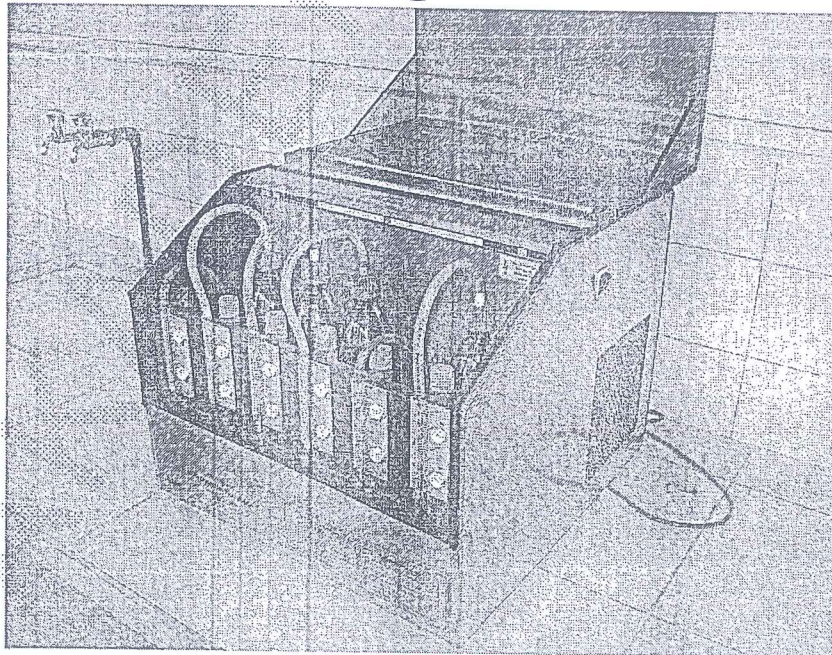


- Atıksudaki BOİ miktarı yükseldikçe, BOİ şişesine konulan numune miktarı da azaltılmalıdır.
- Bu sayede 4000 mg/L BOİ değerine kadar doğrudan okuma yapılabilir.
- Daha yüksek BOİ değerlerine sahip atıksular için seyreltme suyu ile seyreltme yapılmalıdır.
- Konulan numune hacmine göre manometrede okunan değer belli bir katsayı ile çarpılarak o ana kadar tüketilen oksijen miktarı mg/L olarak hemen bulunabilir.

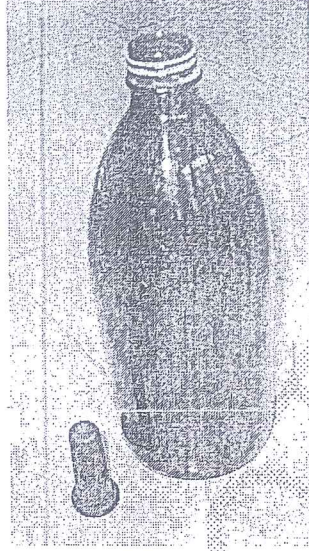
BOİ Metre Fotoğrafları



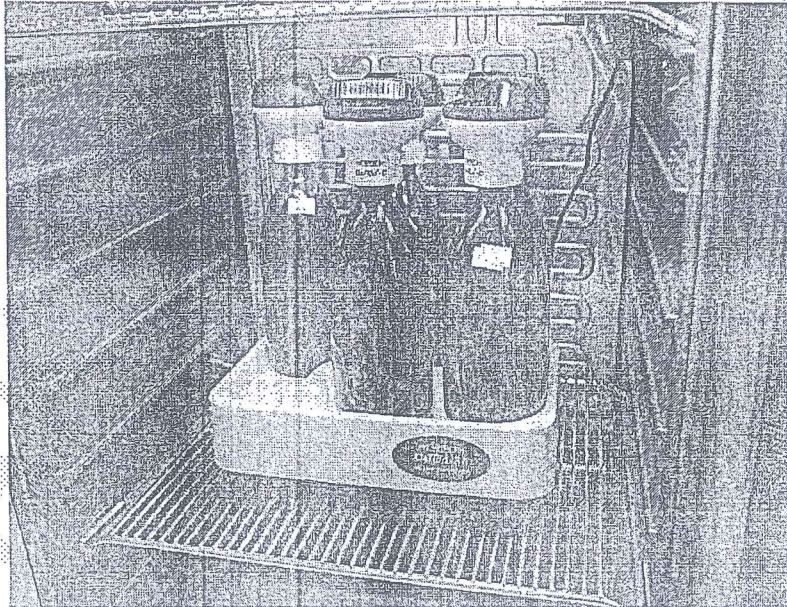
BOİ Metre Fotoğrafları

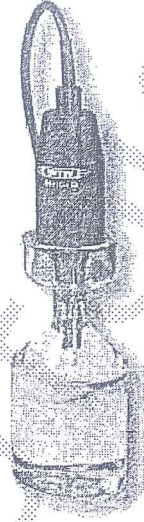


BOİ Metreler İçin Şişesi

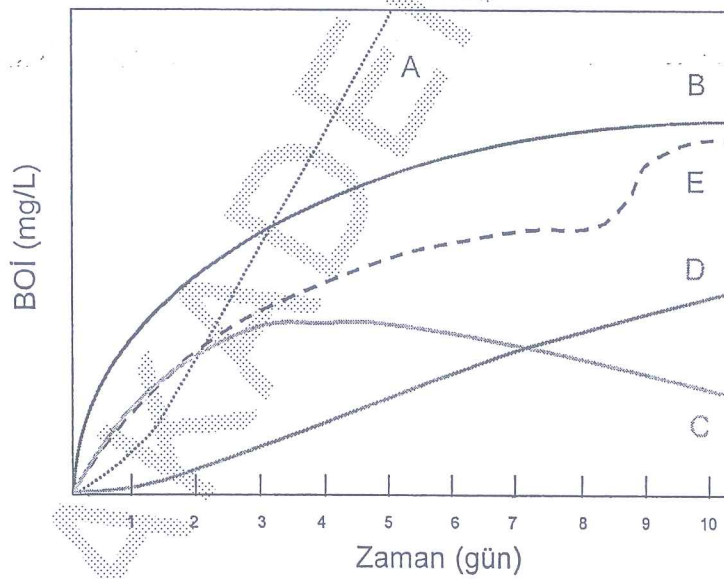


BOİ Metre (WTW-OxiTop6)





BOİ grafiklerine ait bazı örnekler



A BOİ'nin değeri çok yüksek. Şişedeki oksijen miktarı yetersiz. Numune seyreltilmeli veya başka bir aralık seçilmeli

B Normal bir BOİ'nin eğrisi

C Sistem BOİ'nin hesaplanması için herhangi bir uygun sonuç vermemektedir. Muhtemel nedenler; yetersiz aşılama, kapakta sızıntı, yetersiz NaOH tableti.

D Bakteriler ortama uyum gösterememiş veya yeterince aşı ilavesi yapılmamış.

E İstenmeyen prosesler gelişmiş. Nitrifikasyon meydana gelmiş.

BOİ'nin Kinetiği

- 1 ifadesinin integrali alınırsa;

$$\frac{dL}{L} = -k_1 dt \quad (2)$$

$$\int_{L_0}^L \frac{dL}{L} = -k_1 \int_0^t dt \quad (3)$$

$$L = L_0 e^{-k_1 \cdot t} \quad (4)$$

BOİ'nin Kinetiği

- Herhangi bir t anına kadar mikroorganizmaların tükettiği oksijen miktarı veya oksijen cinsinden organik madde konsantrasyonu, y ise;

$$y = L_0 - L = L_0 - L_0 e^{-k_1 \cdot t} \quad (5)$$

$$y = L_0 \cdot (1 - e^{-k_1 \cdot t}) \quad (6)$$

ile bulunabilir.

k_1 değeri genel olarak 0.12-0.46 gün⁻¹ arasında değişir. Yaygın değeri 0.23 gün⁻¹'dir.



BOİ'nin Kinetiği

- 1 günlük BOİ değeri ($BOİ_1$)

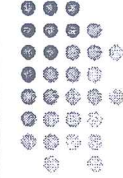
Cevap:

$$BOİ_1 = BOİ_n (1 - e^{-k_1 \cdot 1})$$

$$BOİ_1 = 293 \cdot (1 - e^{-0.23 \cdot 1})$$

$$BOİ_1 = 60.1 \text{ mg/L}$$

BOİ üzerine k hız katsayısının etkisi



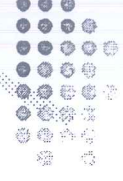
- BOİ değeri üzerine k reaksiyon hız sabitinin etkisi büyüktür. Aynı miktarda organik madde içeren atıksuların daha kolay parçalanabilir olanlarının k değerleri daha büyüktür. Farklı k değerleri için aynı L_0 içeren atıksuların $BOİ_5$ değerleri de farklı olacaktır.

$$BOİ_5 = 300 \cdot (1 - e^{-0.3 \cdot 5}) = 233 \text{ mg/L}$$

$$BOİ_5 = 300 \cdot (1 - e^{-0.2 \cdot 5}) = 189 \text{ mg/L}$$

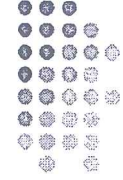
$$BOİ_5 = 300 \cdot (1 - e^{-0.1 \cdot 5}) = 118 \text{ mg/L}$$

Bazı Mutfak ve Banyo ürünlerinin BOİ'si



Ürün	Hacim (mL)	BOİ (g)
Mayonez	15	20
Ketçap	15	1.2
Salata yağı	15	26
Portakal Suyu (%)	180	15
Süt	180	20
Kahve	180	9.5
Diş Macunu	1	0.75
Şampuan	6	2.5
Saç jölesi	6	0.5

Ortaya çıkan BOİ değerleri



Ürün	Hacim (mL)	BOİ (g)	BOİ'nin 5 mg/L olması için gerekli su hacmi (L)
Mayonez	15	20	3900
Ketçap	15	1.2	240
Salata yağı	15	26	5100
Portakal Suyu (%)	180	15	3000
Süt	180	20	3900
Kahve	180	9.5	1920
Diş Macunu	1	0.75	150
Şampuan	6	2.5	480
Saç jölesi	6	0.5	90

(bir banyo küveti 300 L'dir)



KJELDAHL AZOTU DENEY ÇALIŞMA FORMU

NUMUNE BİLGİLERİ:

Deneye Başlama Tarihi:

Deneye Başlama Saati:

ÇALIŞMA BASAMAKLARI

YAKMA İŞLEMİ

Örnek hacmini, labın ettiğiniz derişime göre verilen tablodan seçtiniz mi? ✓

Örneği Kjeldahl balonuna dikkatlice aktardınız mı? ✓

Gerekli ise Örneğin pH'ı 7 yaptınız mı? ✓

Kjeldahl balonunu döndürerek çok dikkatli şekilde 50 ml parçalama reaktif eklediniz mi?

Kjeldahl balonuna 3-5 cam boncuk koyup yakma setine yerleştirdiniz mi?

Kör deneme için örnek koymadan, aynı şekilde hazırladığınız başka bir Kjeldahl balonunu ikinci bir yakma setine yerleştirdiniz mi?

Kjeldahl yakma düzeneginin sıcaklığını 200-250 °C'ye ayarlayıp çalıştırdınız mı?

Köptürme bitene kadar 200-250 °C'de 15 dakika yakma işlemi yaptınız mı?

Sıcaklığı 350-380 °C'ye çıkartıp en az 60 dakika daha yakma işlemi yaptınız mı?

Renk yeşil, sarımsı yeşil olduktan sonra da en az 20-30 dakika yakma işlemine devam ettiniz mi?

Yakma düzenegini kapattınız mı?

Yakma balonlarını oda sıcaklığına kadar soğuttunuz mu? (musluk)

Soğumuş Kjeldahl balonlarını döndürerek, yavaşça 150-200 mL saf su eklediniz mi?

Kjeldahl balonlarını hafifçe çalkalayıp bir süre daha soğumaya bıraktınız mı?

DESTİLASYON İŞLEMİ

Soğumuş Kjeldahl balonlarına döndürerek çok yavaş bir şekilde 50 ml

nötralizasyon aytaç eklediniz mi? ✓

Kjeldahl balonlarını hemcn destilasyon cihazına yerleştirdiniz mi?

250-300 ml'lik bir erlen 50 ml indikatörlü borik asit çözeltisi koydunuz mu?

Geni soğutucunun ucuna, erlendeki indikatörlü borik asit çözeltisinin içine girecek şekilde yerleştirdiniz mi?

Domuzma düzenegini çalıştırıp destilasyonu başlattınız mı?(6-10 ml /dak)

Erlenin içine koyduğunuzla birlikte 200 mL destilat toplandı mı?

Doküman Kodu	Rev.No / Tarih	Sayfa No
LAB-F-001	00/30.05.2012	1/1



AZOT TAYİNİ

ANLAM ve ÖNEMİ

Azot ve azotlu maddeler, Çevre Mühendisliği'nin değişik ilgi alanlarında 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. Örneğin; içme suyunda amonyak bulunması, suda kısa bir süre önce olası bir fekal kirlenmenin gerçekleştiğini göstermektedir. Sularda ve atıksularda bulunan başlıca azot bileşikleri azalan oksidasyon kademesine göre nitrat azotu (NO_3^- -N), nitrit azotu (NO_2^- -N), amonyak azotu (NH_3 -N) ve organik azot (Org-N) şeklinde sıralanmaktadır. Bu azot türlerinin yanı sıra azot gazı (N_2 -N) da azot çevriminde yer almaktadır. Azot çevriminde bulunan türler, biyokimyasal reaksiyonlar sonucunda birbirlerine dönüşebilmektedir.

Organik azot, -3 değerlikli oksidasyon kademesinde organik olarak bağlı azottur. Organik azot protein, peptid, nükleik asit ve üre gibi doğal maddelerin dışında çok sayıda sentetik organik maddeyi de içermektedir. Organik azot konsantrasyonu, göl sularında rastlanan birkaç $\mu\text{g/l}$ den kanalizasyon sularında karşılaşılan 20 mg/l ye kadar uzanan geniş bir aralıkta bulunabilmektedir. Amonyak azotu ise, büyük oranda organik azot içeren bileşiklerin deaminasyonu ve ürenin hidrolizi sonucunda meydana gelmektedir. Amonyak azotu konsantrasyonu, yüzeysel ve yeraltı sularında 10 $\mu\text{g/l}$ den atıksulardaki 30 mg/l ye kadar değişen aralıklarda bulunabilmektedir. Analiz yoluyla organik azot ile amonyak azotu birlikte ölçülebilmekte ve *Toplam Kjeldahl Azotu (TKN-N)* şeklinde nitelendirilmektedir.

Toplam oksitlenmiş azot, nitrat ve nitritin toplamıdır. Nitrat yüzeysel sularında eser miktarlarda, yeraltı suyunda ise nispeten yüksek miktarlarda bulunmaktadır. Nitrat konsantrasyonunun 10 mg/l yi aşması, bebeklerde methemoglobinemia hastalığına yol açmaktadır. 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 dağıtım sistemlerinde ve doğal sularda gözlenebilmektedir.

Her bir azot türünün ölçümü, numunenin kirlilik derecesi ve konsantrasyonuna bağlı olarak farklı yöntemlerle gerçekleştirilmektedir. Tüm analiz sonuçları, azot cinsinden verilmektedir. Bu deney föyünde, sadece amonyak azotunun tayin yöntemi açıklanmaktadır. Diğer azot türleri için ilgili literatüre başvurulması gerekmektedir.

AMONYAK AZOTU TAYİN YÖNTEMİ

Amonyum iyonları (NH_4^+), $\text{pH} > 7$ iken büyük oranda amonyağa (NH_3) dönüşmektedir. Bu dönüşüm, $\text{pH} \approx 9.5$ civarında neredeyse tamamen gerçekleşmektedir.



Amonyak azotu tayininde uygulanacak yöntemin seçimi, konsantrasyona ve girişime neden olabilecek maddelerin varlığına bağlı olarak yapılmaktadır. İçme suları, temiz yüzeysel ve yeraltı suları ile iyi kalitedeki nitrifiye olmuş atıksu çıkış akımlarındaki düşük amonyak azotu konsantrasyonlarının ölçümünde doğrudan doğruya manüel yöntem uygulanmaktadır.



KULLANILAN KİMYASALLAR

Amonyaksız Su: İyon değişimi veya distilasyon yöntemi uygulanarak hazırlanmaktadır.

İyon Değişimi Yöntemi: Amonyaksız su, kuvvetli katyonik ve anyonik reçine karışımlarının bulunduğu iyon değiştirici kolonlarından distile su geçirilerek hazırlanır. Reçineler, amonyak analizinde girişim veren organik maddeleri giderebilen reçine türleri arasından seçilir. Bazı anyon değiştirici reçineler, amonyağı serbest bırakma eğilimindedir. Bu durumda amonyaksız su, kuvvetli asidik katyon değiştirici reçine kullanılarak elde edilmelidir. Hazırlanan amonyaksız suyun uygunluğu test edilmelidir.

Distilasyon Yöntemi: Distile suya, eser miktardaki amonyağı gidermek için 0.1 ml/l konsantre H_2SO_4 ilave edilir ve yeniden distillenir. Bu işleme alternatif olarak distile su, 2-5 mg/l halojen bakiyesi verecek şekilde bromlu ya da klorlu su ile muamele edildikten ve en az bir saat bekletildikten sonra yeniden distilasyon uygulanır. Son olarak elde edilen amonyaksız su test edilmelidir. Amonyaksız distile suyu laboratuarda gaz halindeki amonyak ile kirlenmeden sağlamak oldukça zordur. Eğer numunenin saklanması gerekirse, numune ağzı sıkıca kapatılabilen bir cam şişede ve amonyaksız suyun litresi başına 10 g iyon değiştirici tercihen kuvvetli asidik katyon değiştirici reçine ilave edilerek korunmalıdır. Bu durumda numunenin kullanımı öncesinde, reçine çökelmeye bırakılmalı ve üstteki amonyaksız su dekante edilerek alınmalıdır. Yüksek bir şahit değeri elde edilirse, reçine değiştirilmeli veya taze amonyaksız su hazırlanmalıdır. Bütün reaktiflerin hazırlanmasında, yıkama ve numune seyreltme işlemlerinde yukarıda elde edilme şekli tanımlanan amonyaksız su kullanılmalıdır.

✓ **Borat Tampon Çözeltisi:** 88 ml 0.1 N NaOH çözeltisi, 500 ml hacmindeki yaklaşık 0.025 M sodyum tetraborat ($Na_2B_4O_7$) çözeltisine (9.5 g $Na_2B_4O_7 \cdot 10 H_2O/l$) ilave edilir ve bir litreye seyreltilir.

✓ **Sodyum Hidroksit (6 N):** 240 g NaOH suda çözülür ve bir litreye seyreltilir.

Deklorinasyon Reaktifi: 3.5 g sodyum tiyosülfat ($Na_2SO_3 \cdot 5 H_2O$) suda çözülür ve bir litreye tamamlanır. Bu çözelti haftalık olarak hazırlanır. 500 ml numunede, 1 mg/l bakiye kloru gidermek için deklorinasyon reaktifinden 1 ml ilave etmek yeterlidir.

Nötralizasyon Reaktifi: Amonyaksız su ile hazırlanan 1 N NaOH veya 1 N H_2SO_4 çözeltisi nötralizasyon reaktifi olarak kullanılır.

Absorbsiyon Çözeltisi (Borik Asit Çözeltisi): 20 g H_3BO_3 suda çözülür ve bir litreye seyreltilir (*titrimetrik yöntem*).

Karışık İndikatör Çözeltisi: 200 mg metil kırmızısı indikatörü, 100 ml %95 lik etil veya isopropil alkolde çözülür. 100 mg metilen mavisi, 50 ml %95 lik etil veya isopropil alkolde çözülür. Kullanım süresi bir ay olan karışık indikatör çözeltisi, söz konusu çözeltilerin birleştirilmesi sonucunda elde edilir.

✓ **Absorbsiyon Çözeltisi (Sülfürik Asit Çözeltisi (0.04 N)):** 1 ml derişik H_2SO_4 çözeltisi bir litreye seyreltilerek hazırlanır (*fenat ve seçici iyon elektrodu yöntemleri*).



Titrasyon İşleminin Esası

Distilatın Toplanması: Distilat, indikatörlü borik asit çözeltisi kullanılarak erlende toplanır.

Titrasyon: Distilattaki amonyak, 0.02 N H₂SO₄ titrasyon çözeltisi ile açık leylak rengine kadar titre edilir.

Şahit: Numuneye uygulanan bütün işlemler aynen uygulanarak hazırlanır. Titrasyon işlemi sonunda, şahit için harcanan 0.02 N H₂SO₄ titrasyon çözeltisi miktarı belirlenir.

TOPLAM KJELDAHL AZOTU TAYİN YÖNTEMİ

Sülfirik asit, potasyum sülfat ve bakır sülfat katalizörü ile su numunelerinde bulunan organik maddenin içindeki amino azotunun büyük bir bölümü amonyuma dönüşmektedir. Daha sonra amonyak atozu tayini yapılarak su numunesindeki organik azot ve amonyak azotunu belirlemek mümkün olmaktadır.

KULLANILAN ARAÇLAR

Hazım Cihazı: 800 ml kapasiteli borosilikat camdan yapılmış balonlar kullanılarak numunenin 375-385°C'de ısıtılarak hazım işleminin gerçekleştirilmesini sağlayacak havalandırma ısıtıcı kullanılır.

KULLANILAN KİMYASALLAR

Parçalanma reaktifi

Hazım Ayırıcı: 134 g K₂SO₄ ve 7.3 g CuSO₄ yaklaşık 800 ml suda çözülür. Üzerine 134 ml dikkatlice konsantre sülfirik asit eklenir. Hazırlanan çözelti oda sıcaklığına gelinceye kadar soğutulduktan sonra bir litreye seyreltilir, karıştırılır ve kristalleşmesini önlemek için yaklaşık 20°C'de saklanır.

500 ml

Sodyum Hidroksit- Sodyum Tiyosülfat Ayırıcı (Nötralizasyon Ayırıcı): 500 g NaOH ve 25 g Na₂S₂O₃.5H₂O suda çözülür ve bir litreye seyreltilir.

HAZIM İŞLEMİ

Numune hacminin belirlenmesi için aşağıda verilen tablodan faydalanılır. Gerekli olduğu takdirde numune 300 ml'ye tamamlanır ve pH'ı 7 olacak şekilde nötralize edilir.

Numunedeki Organik-N Konsantrasyonu (mg/l)	Numune Hacmi (ml)
0-1	* 500
1-10	250
10-20	100
20-50	50
50-100	25

Hazım işlemi için balondaki numunenin içine 50 ml hazım ayırıcı dikkatli bir şekilde eklenir ve içine bir kaç cam boncuk atılarak çeker ocak altında ya da özel asit buharı toplayıcı ekipmanlar kullanılarak kaynatılır. Kaynatma işlemi sırasında, numune hacmi 25-50 ml'ye kadar düşer ve bol miktarda beyaz duman çıkışı gözlenir. Bu noktadan sonra, hazım işleminin tamamlanması için 30 dakika daha

**Kompleksometrinin
Esasları
Kompleksometrik
Titrasyonlar**

İÇİNDEKİLER

BÖLÜM I.	Kompleksonlar hakkında kısa analitik bilgi	1
BÖLÜM II.	Kompleksonların tatbikatı	36
BÖLÜM III.	Titrasyon çözeltileri ve metal indikatörleri- nin hazırlanması	49
BÖLÜM IV.	Bazı tampon çözeltilerinin hazırlanması ...	62
BÖLÜM V.	Münferid metal katyonlarının kompleksomet- rik titrasyonları	64
GÜMÜŞ	65
	İndikatör Puffer Tableti ile	65
	Potansiyometrik titrasyon	66
BİZMUT	67
	Pyrocatechol Violett ind. ile	68
	Xylenol Orange ind. ile	69
	Pyrogallol Red ind. ile	70
	Potasyum İyodür ind. ile	71
KADMIYUM	(İndikatör Puffer Tableti ile)	72
BAKIR	74
	Chromazurol S ind. ile	74
	Mureksid ind. ile	76
	PAR ind. ile	77
	Pyrocatechol Violett ind. ile	78
	Bakırın Demir yanında tâyini	79
	Bakırın Alüminyum yanında tâyini	80

VIII

KURŞUN	81
İndikatör Puffer Tableti ile	81
Methyl Thymol Mavisi ind. ile	83
Pyrogallol Red ind. ile	83
Kurşunun Kalay ve Antimon yanında tâyini	84
CIVA (İndikatör Puffer Tableti ile)	86
ARSENİK (İndikatör Puffer Tableti ile)	88
KALAY (Dithizon ind. ile)	89
KOBALT	91
Mureksid ind. ile	91
Pyrocatechol Violett ind. ile	93
İndikatör Puffer Tableti ile	93
NIKEL	94
Mureksid ind. ile	94
İndikatör Puffer Tableti ile	96
Pyrocatechol Violett ind. ile	96
Eriochromschwarz T ind. ile	97
Nikelin Al, Fe ve Mn yanında tâyini	99
MANGAN	100
İndikatör Puffer Tableti ile	100
Pyrocatechol Violett ind. ile	102
Manganın potansiyometrik tâyini	102
ÇİNKO	105
İndikatör Puffer Tableti ile	105
3,3'-Dimethylnaphtidin ind. ile	106
KROM (Eriochromschwarz T ind. ile)	108
DEMİR	109
Sulfosalisil Asit ind. ile	109
Tiron ind. ile	111
Pyrocatechol Violett ind. ile	112

X

Magnezyum ve Kalsyumun Fosfat anyonu yanındaki t�yini	155
Magnezyumun Aluminyum alařımlarındaki t�yini ...	157
POTASYUM (İndikat�r Puffer Tableti ile)	158
SODYUM (İndikat�r Puffer Tableti ile)	160
ALTIN (İndikat�r Puffer Tableti ile)	162
Alařımlarda Altın t�yini	164
PALLADYUM (Procatechol Violet ind. ile)	166
SERYUM (PAN ind. ile)	168
TALYUM (PAN ind. ile)	169
ZİRKON (Sulfosalisil Asit ind. ile)	170
TORYUM (Pyrocatechol Violet ind. ile)	171
VANADİN (Eriochromschwarz T ind. ile)	172
URANYUM (High-Frequency osilat�r� ile)	173

B�L�M VI. Bazı katyon çiftlerinin m�řterek kompleksometrik titrasyonları	175
Kadmiyum-Cıva	176
Kurřun-Bakır	178
inko-Bakır	180
Demir-Mangan	182
Nikel-inko	184
inko-Demir	186
inko-Magnezyum	187
Aluminyum-Kalsyum	189
inko-Magnezyum (Kalsyum)	190
Kalsyum-Magnezyum	192
Kalsyum-Magnezyum (Sularda kire ve magnezyum iřertlikleri t�yini)	194
Ham tuz, Deniz suyu ve Salamuralarda Ca ve Mg t�yini	196
Kalsyum-Magnezyum (Fotometrik titrasyon)	197

Variaminblau ind. ile	113
Chromazurol S ind. ile	115
Demir (III)'ün spektrofotometrik tayıni	116
TİTAN (Pyrocatechol Violett ind. ile)	118
ALUMİNYUM	119
Chromazurol S ind. ile	119
Dithizon ind. ile	121
Hemotaxylın ind. ile	122
Fe (III) ile geri titrasyon	123
BARYUM	124
Ftaleinpurpur ind. ile	125
Eriochromschwarz T ind. ile	126
MgSO ₄ ile geri titrasyon	127
STRONSYUM (Ftaleinpurpur ind. ile)	131
KALSYUM	133
Calcon Carboxylik Asit ind. ile	135
İndikatör Puffer Tableti ile	137
Mureksid ind. ile	138
Mureksid + Naphthol Green B ind. ile	140
Ftaleinpurpur ind. ile	140
Alaşımında kalsiyum tayıni	141
Kalsiyumun Stronsiyum mevcudiyetindeki tayıni	148
Kalsiyumun Pb, Mg, Fe, Al ve diğeri katyonlar yanın- daki tayıni	149
Bazı kalsiyum mineral nümunelerinde endirekt olarak kısa CaO tayıni	150
MAGNEZYUM	152
İndikatör Puffer Tableti ile	152
Eriochromschwarz T ind. ile	153
Pyrocatechol Violett ind. ile	154

✓	Sularda Sertlik t�yinerine ait metodlar	200
×	Metal�rjik Analizlerde �inko t�yini	208
×	Alařımlarda yanyana bulunabilen Cu, Fe, Pb ve Zn elementlerinin titrimetrik t�yineri	211
×	Bronz ve Pirin� alařımlarında Aluminyum t�yini ...	214
	Siyan�r kaplama banyolarında �inko t�yini	216
×	Kalker n�munelerinde CaO, MgO ve Fe ₂ O ₃ miktar- larının birarada t�yini	218
	Kayalarda ve Refrakter maddelerde Aluminyum t�yini	225
	Kan Serumunda Kalsyum t�yini	225
	Kan Serumunda Magnezyum t�yini	229
	Kan Serumunda Potasyum t�yini	231
	İdrarda Kalsyum t�yini	234
	S�tte Kalsyum t�yini	234

B L M VII. Bazı anyonların kompleksometrik titrasyon- ları

	Siyan�r	236
	Halojen�rler	238
	Fluor�r	239
	Fosfat	241
	S�lfat	243
	Wolfram�t	244
	Molibdat	247
	Kromat	249
	Arsenit veya Arsenat	249
	Bor	250
	Bazı �zel �alıřma Sahalarına Ait Literat�r	254

1. Chromazurol S İndikatörü Kullanarak Yapılan Titrasyon:

Bu şekildeki titrasyon, ortamda bulunabilecek olan demir ve alüminyum katyonlarının reaksiyonu bozmalarından dolayı, mureksid ile yapılan (aşağıya bakınız) titrasyona nazaran daha başka bir özellik göstermektedir. Mamafih, adı geçen bu iki istenmeyen metali, daha önce amonyak ilâvesi ile hidroksitleri halinde çöktürmek ve bu suretle vasattan uzaklaştırmak da mümkündür.

Titrasyon asidik bir ortamda yapılacaksa, metal indikatörü olarak 4 - (2 - Pyridyl - azo) resorsin'in mono sodyum tuzu kullanılır (aşağıya bakınız).

Reaktifler :

Titripleks-III çözeltisi, 1/10 molar.

Sodyum asetat çözeltisi. 27.2 gr sodyum asetatın 100 ml destile suda çözülmesi ile hazırlanır.

Amonyak, $d=0.910$, (24 Bé).

İndikatör çözeltisi. % 0.4'lük sulu Chromazurol S çözeltisi.

Universal indikatör kâğıdı.

Tâyinin yapılışı : 100 ml'de en fazla 30 mg ka-

dar Cu (II) tuzu ihtiva edebilen nötrale yakın çözelti, takriben 2 molar 5 ml sodyum asetat mahlülü ile karıştırılır. Çözeltinin pH değeri takriben 6 olmalıdır. (Bunun için de universal indikatör kâğıdı ile kontrol edilmelidir). İndikatör çözeltisinin de ilâvesinden sonra, 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi ile, renk maviden yeşile dönünceye kadar titre edilir.

**1 ml 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi:
6.354 mg Cu.**

Titrasyon 1/20 molar Titripleks-III çözeltisi ile de mükemmelen yapılabilir.

Bakır, Cu (I) halinde ise, çözelti evvelâ 0.5 ml nitrat asidi ilâvesi ile ısıtılır ve mavi renk teşekkül edinceye kadar derişik amonyak ile takriben 5 ml 2 molar sodyum asetat çözeltisi ilâve edildikten sonra, yukarıda belirtildiği şekilde titre edilir.

Cu (I) ve Cu (II) katyonları kesif bir amonyaklı çözeltide birarada bulunuyorlarsa, yüksek konsantrasyondaki amonyum tuzları da reaksiyonu bozduğundan, mevcut amonyak ve amonyum tuzlarının, titrasyona başlamadan evvel mümkün olduğu kadar vasattan uzaklaştırılmaları mutlak lâzım gelecektir.

Azot atmosferi altında direkt olarak titrasyon yapılabildiği takdirde, yukarıda anlatılan usul, Cu (II) katyonunun yanındaki Cu (I) katyonunun tâyini için de tatbik edilebilir.

Bu şekildeki titrasyonlarda, çözelti muayyen bir hacme iiblâğ edildikten sonra eşit olarak ikiye bölünür. Bir kısmında, Cu (I) katyonları gerektiği şekilde örtüldükten sonra, Cu^{++} bilinen şekilde titre edilir. Bilahare çözeltinin ikinci kısmına nitrat asidi katılarak, mevcut (Cu I), Cu (II)'ye yükseltgenir. Ve gene bilinen şekildeki ikinci bir titrasyondan sonra, aradaki farktan her iki katyonun hesaplanmasına geçilir.

2. Mureksid İndikatörü Kullanarak Yapılan Titrasyon:

Bu tâyin, bilhassa, alkaliler dışında yabancı metal katyonlarının bulunduğu hallerde mikro titrasyonlar yapmak için uygundur.

Reaktifler :

Üniversal indikatör kâğıdı.

Seyreltik amonyak çözeltisi. 1 kısım amonyak yağın takriben 5 kısım destile su ile karıştırılması ile hazırlanır.

İndikatör Mureksid çözeltisi. Sayfa 53'deki gibi hazırlanır.

Amonyum klorür.

Titripleks-III çözeltisi, 1/100 molar. 50 ml 1/10 molar Titripleks-III çözeltisinin des-

tile su kullanarak 500 ml'ye seyreltilmesi ile hazırlanır.

Tâyinin yapılışı : 100 ml'de 20 mg'dan fazla bakır ihtiva etmeyen analiz çözeltisi, teşekkül eden hidroksit tekrar çözününceye kadar seyreltik amonyak çözeltisi ile karıştırılır. (Üniversal indikatör kâğıdı kullanarak kontrol). pH değerinin 8'i aşmaması için fazla amonyak ilâvesinden kaçınılmalıdır. Aksi takdirde amonyum klorür ilâvesi ile, pH 8'in altına düşürülmelidir. 1-2 damla indikatör çözeltisinin ilâvesinden sonra, 1/100 molar Titripleks-III çözeltisi ile, renk portakal sarısından koyu menekşeye dönünceye kadar titre edilir.

**1 ml 1/100 molar Titripleks-III çözeltisi :
0.6354 mg Cu.**

3. PAR İndikatörü Kullanarak Yapılan Titrasyon :

Bu titrasyon asidik çözeltilerde yapılır. Titrasyonu bazan yabancı metallerin daha evvelden ayrılmış olmaları lâzım gelmektedir.

Reaktifler :

PAR indikatörü, (% 0.1'lik sulu çözelti).

Amonyum asetat:

Klorür asidi, $d=1.124 - 1.126$, (% 25).

Titripleks-III çözeltisi, 1/10 molar.

Manganın yükseltgenmesi ise şöyle yapılmaktadır: Çözeltinin hacmi takriben 50 ml olmalıdır. (İçinde yükseltgenecek mangan katyonunu ihtiva eden bu çözelti, zaten 50 ml glacial aset asidi, 1 - 2 gr di sodyum EDTA ve 0,5 - 10 gr kalsiyum asetattan ibaretir). Oksidasyon, mevcut olan her 25 gr mangan (II) için 0.25 - 0.30 gr kurşun peroksit kullanarak 1.5 dakikada yapılır. Titrasyon, oksidasyonun bitişinden 5 dakika sonra yapılmalıdır. Bu şekilde bir oksidasyon yapıldığı vasatın pH'ı 3.5 - 4.5 olmalıdır. Redüksiyon için kullanılan Fe (II) - sülfat 1/10 N'dir.

1 ml 1/10 N Potasyum Ferrisiyanür çözeltisi:
5.493 mg Mn.

1 ml 1/10 N Fe (II) - Sülfat çözeltisi:
5.493 mg Mn.

Ç İ N K O

1. Puffer Tableti İndikatörü Kullanarak Yapılan Titrasyon :

Böyle bir titrasyonda, ağır metallere beraber magnezyum ve kalsiyum da beraber titre edilecektir. Çinkonun titre edildiği çözeltide bu sayılan katyonlar da mevcut ise, titrasyonu 3,3'-Dimethylnaphthidin indikatörü muvacehesinde yapmak gerekecektir.

Reaktifler :

Sodyum hidroksit çözeltisi, % 10'luk.

Universal İndikatör Kâğıdı.

İndikatör Puffer Tableti.

Amonyak, $d=0.910$, (24 Bé).

Tâyinin yapılışı : Titre edilecek olan çinko tuzu çözeltisi, takriben 100 ml destile su ilâvesi ile seyreltilir. Eğer çözelti çok kuvvetli asidik ise, sodyum hidroksit çözeltisi kullanarak hemen hemen nötrleştirilir. (Universal indikatör kâğıdı kullanarak kontrol). Sonra çözeltiye 1 aded indikatör Puffer Tableti ve bu tablet çözüldükten sonra da 1 ml amonyak çözeltisi ilâve edilir. Sonra derhal, 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi ile, renk yeşile dönünceye kadar titre edilir.

**1 ml 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi:
6.538 mg Zn.**

Dönüm noktasının kesinliğinden dolayı, bu titrasyonu 1/100 molarlık Titripleks-III çözeltisi ile de yapmak mümkündür.

**2. 3,3'-Dimethylnaphtihidin İndikatörü
Kullanarak Yapılan Titrasyon :**

Bu metod, bilhassa kalsyum ve magnezyum katyonlarının yanında yapılacak olan çinko tâyinleri için

uygundur. Ancak, bu indikatör muvecehesinde yapılacak titrasyonda, eğer mevcudsa, çözeltideki kadmiyum da birlikte titre edilecektir.

Reaktifler :

Potasyum siyanoferrat (III) çözeltisi, (% 1'lik) indikatör çözeltisi, 0,1 gr sulp indikatör 10 ml aset asidinde çözülerek hazırlanır.

Sodyum asetat çözeltisi. (Takriben 1 molar)

Universal indikatör Kâğıdı.

Klorür asidi. (Takriben 1 molar), 8 ml klorür asidi (% 36.4) 92 ml destile suda çözülerek hazırlanır.

Titripleks-III çözeltisi, 1/10 molar.

Tâyin yapıışı : 100 mg kadar çinkoyu havi olabilen titre edilecek çözelti, takriben 100 ml destile su ile seyreltilir. Bu çözeltiye, 0.05 ml taze hazırlanmış % 1'lik potasyum siyanoferrat (III) çözeltisi, 0,15 ml indikatör çözeltisi ve 5 ml de takriben 1 molar sodyum asetat çözeltisi katılır. Bu halde çözeltinin pH'ı 5-6 olmalıdır. (Kontrol için Universal indikatör kâğıdı kullanılır). Son olarak da, çok az miktarda 1 molar klorür asidi ilâve edilir. Çözeltinin bu anda rengi menekşe rengi olmalıdır. Bilâhare, 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi ile renksizliğe kadar titre edilir. Titrasyonun sonuna doğru, Titripleks-III çözeltisini her 15 saniyede bir olmak üzere, damla damla ilâve

etmelidir. Son damlanın ilâvesini takiben 1 dakika sonra pembe renk tamamen kaybolmalı ve çözelti renksiz kalmalıdır.

**1 ml 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi:
6.538 mg Zn.**

K R O M

Mangan (II) iyonlarının EDTA ile yapılan titrasyonunda elde edilen kesin nihayet noktasından faydalanılarak, krom'un tâyini için de bir metod geliştirilmiştir. Krom, aynen Vanadin bahsinde olduğu gibi tâyin edilir. Bununla beraber, 1/10 molar Titripleks-III çözeltisi fazlasının ilâvesinden sonra, çözeltinin en az 15 dakika kaynatılması lâzım geldiğini de işaret etmek yerinde olacaktır.

Reaktifler :

Sodyum sülfid.

Amonyak, $d=0.910$.

Glasiyal aset asidi, % 96'lık.

Askorbik asit.

Eriochromschwarz T indikatörü. Sayfa 51'deki gibi hazırlanır.

Titripleks-III çözeltisi, 1/10 molar.

MnSO₄ çözeltisi, 0,01 molar. Sayfa 50'deki gibi hazırlanan çözeltiler.

karışık indikatör, bilhassa, kalsyumun fizyolojik sahadaki tâyinleri için tavsiye edilmektedir.

8. Eriochrom Blue Black B: [1-(1-Hydroxy - 2-naphthyl - azo) - 2-naphthol - 4-sulphonik asit], di sodyum tuzu.

Bu boyar maddenin diğ̈er ticarî adları, **Solochrome Black 6B, Solochrome Black 6BFA, Salicine Blue Black AE ve Chrome Fast Cyanine 6** dır.

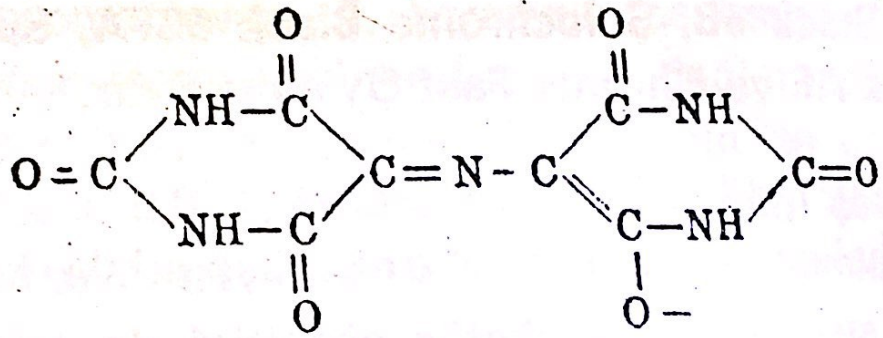
Bu indikatör, metanoldeki % 0,2 - 0,4'lük çözel-tisi halinde kullanılır. Ayrıca, aşağıdaki kompozisyo-daki şekilde bir indikatör çözeltisi de teklif edilebi-lir. Şöyle ki, 0.5 gr Eriochrom Blueblack B, (1 ml N. Na_2CO_3 çözeltisi, 30 ml isopropanol Erg B ve 60 ml su) karışımında çözülür. Bu indikatör, daha ziyade, şeker şerbetindeki kalsyum tâyinlerinde kullanılır.

9. Mureksid : (Purpur asidi amonyum tuzu). İn-dikatör olarak her defasında taze hazırlanan doymuş bir çözeltisi kullanılır. Bu doymuş çözelti takriben 0.17 gr mureksidin 20°C deki 100 ml suda çözülme-si ile hazırlanır. Bunun için de, 0.1 gr mureksid bir kaç ml su ile ıslatılır ve iyice çalkalanıp çökmesi beklenir. Üstteki doymuş çözelti indikatör olarak kullanılır. Bakiye, su ile yeniden ıslatılarak aynı şe-kilde kullanılabilir.

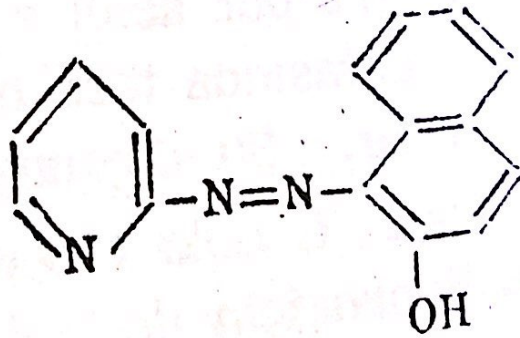
Mureksid, sulu halde de, NaCl ile karışmış olarak (1 kısım mureksid +, 99 kısım kristalize NaCl) titre edilecek çözeltiliye ilâve edilebilir.

Mureksid ile titrasyonlar kuvvetli kalevi çözeltilerde yapılır.

Aşağıda Mureksid'in açık formülü görülmektedir.



10. PAN : 1 - (2-Pridyl - azo) - 2-naphthol, PAN indikatörü suda güç, alkolde ise biraz daha kolaylıkla çözünür. Dolayısıyla, sarı renkte olan alkoldeki doymuş çözeltisi, indikatör çözeltisi olarak tercihen kullanılır.



PAN indikatörü ile yapılacak olan titrasyonlar asidik ortamda (pH : 5) yürütülmelidir. Bu indikatör ile toprak alkalileri tâyin edilemez.