

---

# ÇEVRE KİMYASI LABORATUVARI

## LABORATUVAR FÖYÜ 2015

---

### İçindekiler

|                                                                                            |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 1. GİRİŞ .....                                                                             | 3  |
| 1.1. Getirilecek Malzemeler .....                                                          | 3  |
| 1.2. Deney Raporu Yazım Tekniği .....                                                      | 3  |
| 1.3. Laboratuvar Yıkama Çözeltileri .....                                                  | 3  |
| 1.4. Laboratuvar Malzemeleri .....                                                         | 4  |
| 1.5. Genel Laboratuvar Kuralları .....                                                     | 6  |
| 1.6. Laboratuvarlarda Karşılaşılabilecek Tehlikeler ile Güvenlik ve Uyarı İşaretleri ..... | 6  |
| 1.7. Tehlikeli Maddelerin Uluslararası sınıflandırma numaraları: .....                     | 7  |
| 2. NUMUNE ALMA ve KORUMA .....                                                             | 8  |
| 2.1. Grab Numune .....                                                                     | 8  |
| 2.2. Kompozit Numune .....                                                                 | 8  |
| 2.3. İntegre Numune .....                                                                  | 8  |
| 2.4. Numunelerin Korunması .....                                                           | 8  |
| 3. STANDART ÇÖZELTİ HAZIRLANMASI .....                                                     | 10 |
| 3.1. Katı- Sıvı Çözelti Hazırlanması: .....                                                | 10 |
| 3.2. Sıvı- Sıvı Çözelti Hazırlanması: .....                                                | 10 |
| 4. pH DEĞERİNİN TAYİNİ .....                                                               | 12 |
| 4.1. Prensip .....                                                                         | 12 |
| 4.2. Girişimler: .....                                                                     | 12 |
| 4.3. Araç ve Gereçler .....                                                                | 12 |
| 4.4. Çalışma Şekli .....                                                                   | 12 |
| 5. RENK .....                                                                              | 13 |
| 5.1. Deneyde Kullanılan Aletler .....                                                      | 13 |
| 5.2. Deneyin Yapılışı .....                                                                | 13 |
| 6. BULANIKLIK .....                                                                        | 13 |
| 6.1. Formazin Yöntemi .....                                                                | 13 |
| 6.2. Deneyde Kullanılan Aletler .....                                                      | 13 |
| 6.3. Deneyin Yapılışı .....                                                                | 13 |
| 7. KARBONAT SİSTEMİ .....                                                                  | 14 |
| 7.1. ASİDİTE .....                                                                         | 14 |
| 7.1.1. DENEY MALZEMELERİ .....                                                             | 15 |
| 7.1.2. DENEYİN YAPILIŞI .....                                                              | 15 |
| 7.1.3. VERİ .....                                                                          | 15 |
| 7.1.4. VERİ ANALİZİ ve TARTIŞMA .....                                                      | 16 |
| 7.2. ALKALİNİTE .....                                                                      | 16 |
| 7.2.1. MALZEMELER .....                                                                    | 18 |

|                                                                  |    |
|------------------------------------------------------------------|----|
| 7.2.2. ÖRNEKLER .....                                            | 18 |
| 7.2.3. DENEYİN YAPILIŞI .....                                    | 18 |
| 7.2.4. VERİ .....                                                | 19 |
| 1.2.5. VERİ ANALİZİ ve TARTIŞMA .....                            | 19 |
| 8. SERTLİK .....                                                 | 20 |
| 8.1. E.D.T.A. Titrasyon Metodu .....                             | 20 |
| 8.2. Engelleyiciler .....                                        | 20 |
| 8.3. Reaktifler .....                                            | 21 |
| 8.4. Deneyin Yapılışı .....                                      | 21 |
| 9. KATI MADDELER .....                                           | 22 |
| 9.1. Genel Bilgiler .....                                        | 22 |
| 9.2. Katı Madde Tayinlerinin Çevresel Önemi .....                | 23 |
| 9.3. Toplam Katı Madde Tayini .....                              | 23 |
| 9.3.1. Deneyin Yapılışı .....                                    | 23 |
| 9.4. Toplam Askıda Katı Madde Tayini .....                       | 23 |
| 9.5. Toplam Çözünmüş Katı Madde Tayini .....                     | 24 |
| 9.5.1. Deneyin Yapılışı .....                                    | 24 |
| 9.6. Toplam Çökebilir Katı Madde Tayini .....                    | 24 |
| 9.7. Toplam Uçucu Katı Madde Tayini .....                        | 24 |
| 9.8. Uçucu Olmayan Katı Madde Tayini .....                       | 24 |
| 10. ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN DEĞERİNİN TAYİNİ .....                      | 25 |
| 10.1. Reaktifler .....                                           | 25 |
| 10.2. Standardizasyon .....                                      | 25 |
| 10.3. Çözünmüş Oksijen Deneyi .....                              | 25 |
| 11. BİYOKİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI .....                          | 26 |
| 11.1. Genel bilgiler .....                                       | 26 |
| 11.2. Ölçüm Esasları .....                                       | 27 |
| 11.3. Standart BOI deneyi için sağlanması gereken koşullar ..... | 28 |
| 11.4. Girişim .....                                              | 28 |
| 11.5. Numune Alma ve Koruma .....                                | 28 |
| 11.6. Deneyde Kullanılan Reaktifler .....                        | 28 |
| 11.7. Deneyin Yapılışı .....                                     | 29 |
| 11.7.1. Seyrelme Suyunun Hazırlanması .....                      | 29 |
| 11.7.2. Aşılama .....                                            | 29 |
| 11.7.3. Ön İşlemler .....                                        | 29 |
| 11.7.4. Seyreltme Tekniği .....                                  | 29 |
| 11.8. Çözünmüş Oksijen Tayini .....                              | 30 |
| 11.8.1. İnkübasyon .....                                         | 30 |
| 11.8.2. Aşı Düzeltmesi .....                                     | 30 |
| 11.8.3. Seyrelme Suyu Kontrolü .....                             | 31 |
| 11.8.4. Glikoz-Glutamik Asit Kontrolü .....                      | 31 |
| 11.8.5. Ani Çözünmüş Oksijen İhtiyacı .....                      | 31 |
| 11.9. Hesaplama .....                                            | 31 |
| 12. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI .....                              | 32 |
| 12.1. Genel Bilgiler .....                                       | 32 |
| 12.2. Ölçüm Esasları .....                                       | 32 |
| 12.3. Deney Metotları .....                                      | 32 |
| 12.4. Girişim .....                                              | 32 |
| 12.5. Numune Alma ve Koruma .....                                | 32 |
| 12.6. Reaktifler (Ayrıçlar) .....                                | 33 |
| 12.7. Deneyin Yapılışı .....                                     | 33 |
| 13. YAĞ VE GRES TAYİNİ .....                                     | 34 |
| 13.1. Kısmi Gravimetrik Metod ile Yağ ve Gres Tayini .....       | 34 |
| 13.2. Araç ve Gereçler .....                                     | 34 |
| 13.3. Reaktifler .....                                           | 34 |
| 13.4. Deneyin Yapılışı .....                                     | 34 |
| 13.5. Sonucun Hesabı .....                                       | 34 |
| 14. FOSFOR TAYİNİ .....                                          | 35 |
| 14.1. Kolorimetrik Metotla Fosfor Tayini .....                   | 35 |
| 14.2. Numune Alma ve Saklama .....                               | 35 |
| 14.3. Kalay Klorür Metodu .....                                  | 35 |
| 14.4. Reaktifler .....                                           | 35 |
| 14.5. Deneyin Yapılışı .....                                     | 36 |
| 14.6. Sonucun Hesabı .....                                       | 36 |
| 15. KAYNAKLAR .....                                              | 36 |

## 1. GİRİŞ

### 1.1. Getirilecek Malzemeler

- ÖNLÜK (*olmayanlar derse alınmayacaktır!!!*)
- ELDİVEN (*olmayanlar derse alınmayacaktır!!!*)
- Cam kalem (asetatlı kalem)
- Kağıt havlu
- Temizlik malzemesi

### 1.2. Deney Raporu Yazım Tekniği

- Arial - 10 punto
- Tek satır aralığı
- Kapak sayfası OLMAYACAK!!!
- Rapor, 2 sayfayı geçmeyecek!!
- Formata uygun olmayan rapor **-10 puan** alacak.
- Raporlar **SALI** günü laboratuvarda ilgili öğretim elemanına teslim edilecek.
- Geç gelen rapor, geciktiği her bir gün için **-10 puan** alacak.
- Raporlar Uygulama sınavından önce size geri verilecek.

| GRUP NO           | 1.5 cm                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | Deney Tarihi |
|-------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------|
| Grup üye isimleri |                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                           |              |
|                   | <div>1. Deneyin adı<br/>2. Deneyin amacı (5 p)<br/>3. Özet/kısa teorik bilgi (max. 1 sayfa) (15 p)<br/>4. Deneyde kullanılan malzemeler ve cihazlar (10 p)<br/>5. Deneyin yapılışı (10 p)<br/>6. Deneyin sonucu (20 p)<br/>7. Deneyin yorumu (25 p)<br/>8. Yararlanılan kaynaklar (5 p)<br/>9. Deney sırasında alınan notlar (10 p)</div> |              |

### 1.3. Laboratuvar Yıkama Çözeltileri

- %2'lik deterjan çözeltisi
- Kromik asit çözeltisi (Konsantre  $H_2SO_4$ 'te  $K_2Cr_2O_7$  veya konsantre  $HNO_3$ 'te  $K_2Cr_2O_7$ )
- Konsantre  $HNO_3$
- Perklorik asit
- Etanol-nitrik asit

#### 1.4. Laboratuvar Malzemeleri



Erlen



Şilifli Erlen



Nuçe Erleni



Beher



Balon joje



Şilifli Balon Joje



Büret



Otomatik Büret



Otomatik Pipet



Mezür



Ayrırma Hunisi



Huni



Pipet



Bullu Pipet



Otomatik Pipet



Otomatik Pipet



Pastör pipeti



3 Yollu Puar



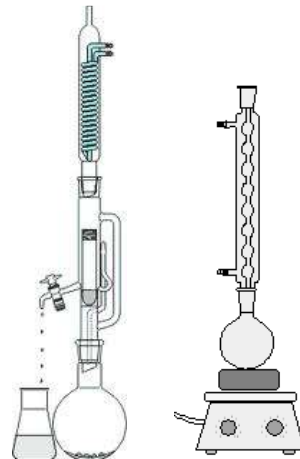
Kipp Dispenser



BOİ Şişesi



KOİ Balonu



Ekstraksiyon sistemi



Tüp- Santrifüj Tüpü

## 1.5. Laboratuvar Cihazları



Hassas Terazi



Masaüstü pH Ölçer



İletkenlik Ölçer



Oksijenmetre



Etüv



İnkübatör - BOİ manometre



Spektrofotometre



Bulanıklık Ölçer



Isıtlı Manyetik Karıştırıcı



Su Banyosu



Orbital Çalkalayıcı



Çeker Ocak



Biyolojik Kabin



Kül Fırını



Filtrasyon Düzeneği

### 1.6. Genel Laboratuvar Kuralları

- Laboratuvarda çalışılırken **önlük, eldiven ve kapalı ayakkabı** giyilmesi zorunludur.
- Çalışmanın niteliğine göre gerekirse koruyucu gözlük kullanılmalıdır.
- Saçlar her zaman toplu olmalıdır.
- Laboratuvar dışına laboratuvarda kullanılan önlük ve eldiven ile çıkılması yasaktır.
- Laboratuvarda yemek, içmek, ciklet çiğnemek ve cep telefonu kullanmak yasaktır.
- Deri yoluyla hastalıkların bulaşma riskinden dolayı laboratuvar ortamında çalışılırken açık yaralar mutlaka yara bandı ile kapatılmalıdır.
- Deneylerden önce ve sonra bençler temizlenmelidir.
- Laboratuvarda çatlak ve kırık cam eşyalar kullanılmamalıdır.
- Laboratuvarda çalışılırken ağız yoluyla sıvı çekilmemeli, puar kullanılmalıdır.
- Hiç bir kimyasal madde koklanmamalı veya tadılmamalıdır.
- Asit çözeltisi hazırlarken; asit, su üzerine yavaş ve dikkatli bir şekilde eklenmelidir.
- Reaktifler kullanılmadan önce etiketi mutlaka kontrol edilmelidir.
- Çözeltiler hazırlandıktan sonra şişelerin üzeri mutlaka etiketlenmelidir.
- Önceden alınmış çözeltiler, stok şişelerine geri konulmamalıdır.
- Laboratuvar kapıları güvenlik açısından her zaman kapalı tutulmalıdır.

### 1.7. Laboratuvarlarda Karşılaşılabilecek Tehlikeler ile Güvenlik ve Uyarı İşaretleri

#### Tehlikeler:

- Yanıcı ve yakıcı sıvılar
- Kimyasallar
- Kanserojen maddeler
- Elektrik kazaları

#### Uyarı İşaretleri :



Zehirli



Zararlı/ tahriş edici



Parlayıcı/ alev alıcı



Patlayıcı



Oksitleyici



Korozif



Çevreye zararlı



#### 1.8. Tehlikeli Maddelerin Uluslararası sınıflandırma numaraları:

- 1 PATLAYICILAR (Explosives)
- 2 GAZLAR (Gases)
- 3 SIVI MADDELER (Liquids)
- 4 KATI MADDELER (Solids)
- 5 OKSİTLEYİCİLER, ORGANİK PEROKSİTLER (Oxidizers, organic peroxides)
- 6 ZEHİR (Poisons, étologie agents)
- 7 RADYOAKTİF MADDELER (Radioactive materials)
- 8 TAHRİŞ EDİCİ MADDELER (Corrosives)
- 9 BUNLARIN DIŞINDA (Miscellaneous; ORMs)

## **2. NUMUNE ALMA ve KORUMA**

### **2.1. Grab Numune**

Örnekleme istasyonundan, yeri ve zamanı temsil etmesi amacıyla bir defa alınan numuneye denir. Grab numuneler, karıştırılmadan, ayrı ayrı analiz edilirler. Su kalitesi uniform olan derin kuyulardan, su kalitesindeki değişimi yavaş olan büyük su kütlelerinden ve/veya 24 saat içinde su kalitesi değişimi belirgin olan büyük su kütlelerinden grab numune alınarak işlem yapılabilir.

### **2.2. Kompozit Numune**

Belirli aralıklarla, aynı noktadan belirlenen miktarlarda alınan numunelerin karıştırılması ile elde edilir. Kompozit numune alınırken, ortalama değer elde etmek için eşit miktarlarda örnek alınabileceği gibi, analizlenecek kütleli debinin zamana bağlı değişimine göre ağırlıklı numune elde etmek üzere değişken örnekler alınıp karıştırılabilir. Su Kirliliği Kontrol Yönetmeliğince belirlenen kompozit numune alma esaslarına göre, 24 saatlik periyotta 1 veya 2 saatlik zaman aralıkları ile örnekler alınabilir. Ancak tesiste suyun alıkonma süresi dikkate alınmalıdır, aksi takdirde örnek hazırlamada ciddi hatalar oluşabilir.

### **2.3. İntegre Numune**

Derinlik ve genişliğe bağlı olarak suyun bileşiminin çok değiştiği nehirler ve göllerde farklı numune alma noktalarından toplanan grab numunelerin karışımından elde edilen numunelerdir.

### **2.4. Numunelerin Korunması**

Koruma teknikleri, örnek kaynaktan veya örnekleme istasyonundan alındıktan sonra; doğal olarak devam eden biyolojik faaliyetlerin ve kimyasal bileşiklerin hidrolizinin geciktirilmesi; bileşenlerin uçuculuğunun azaltılması amacıyla uygulanır. Koruma ve saklama teknikleri genellikle pH kontrolü, kimyasal madde ilavesi, soğutma ve dondurma işlemleri ile yapılır.

Numune almaya başlamadan önce uygulanacak deneylerin çözeltileri daha önceden hazırlanmış olmalıdır. Numune şişeleri steril olmalıdır. Her bir numune kabının üzerindeki etikette; numuneyi alan kişinin adı-soyadı, alındığı tarih ve saat, numunenin alındığı yer, alındığı andaki suyun sıcaklığı, debi, pH.. olmalıdır. Numune şişesi atık su numunesi ile doldurulmadan önce bu su ile 2-3 defa yıkanmalıdır. Organik maddelerin analizleri için numune şişesi ağzına kadar doldurulur. Mikrobiyolojik analizler için numune şişeleri yarıya kadar doldurulur.

Tablo 1: Analiz türüne göre numune alma ve koruma teknikleri

| Parametre         | Numune kabı            | Min. numune hacmi (mL) | Bekleme süresi / Koruma                                                                                        |
|-------------------|------------------------|------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Asidite           | P, G(B)                | 100                    | 24 saat +4°C                                                                                                   |
| Alkalinite        | P, G(B)                | 200                    | 24 saat +4°C                                                                                                   |
| BOİ <sub>5</sub>  | P, G, BOİ şişesi       | 100                    | 6 -48 saat +4°C                                                                                                |
| TOK               | G (kahverengi)         | 100                    | HCl ile pH 2'nin altında saat +4°C en kısa sürede                                                              |
| KOİ               | P, G                   | 100                    | 7-28 gün H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ile pH 2'nin altında                                                   |
| Bakiye klor       | P, G                   | 500                    | Derhal analiz edilmeli                                                                                         |
| Renk              | G                      | 500                    | 24 saat +4°C                                                                                                   |
| Florür            | P                      | 300                    | 28 gün bekletilebilir herhangi bir koruma gerekmez                                                             |
| Yağ ve gres       | G, geniş ağızlı ölçülü | 1000                   | 24 saat +4°C de HC ile pH 2'nin altında                                                                        |
| Amonyak           | P, G                   | 500                    | Hemen analiz veya 0,8 mL H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /L ile pH 2'nin altında +4°C de en fazla 7 gün         |
| Nitrat azotu      | P, G                   | 100                    | Hemen analiz edilmeli veya H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ile pH 2'nin altında +4°C de                         |
| Nitrit azotu      | P, G                   | 100                    | Hemen analiz veya 40 mg HgCl/L ilavesi ile birlikte +4°Cde                                                     |
| Organik N         | P, G                   | 500                    | Hemen analiz veya 0,8 mL derişik H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> /L ilavesi ile birlikte +4°C de en fazla 7 gün |
| Koku              | G                      | 500                    | Hemen analiz en fazla ise 6 saat                                                                               |
| Tad               | G                      | 500                    | Hemen analiz edilmeli ve +4°C                                                                                  |
| Ç. O <sub>2</sub> | G, BOİ şişesi          | 300                    | Hemen analiz edilmeli                                                                                          |
| pH                | P, G(B)                | 50                     | Hemen analiz veya 2 saat +4°C                                                                                  |
| Sıcaklık          | -                      | -                      | Hemen analiz                                                                                                   |
| Fosfat            | G (A)                  | 100                    | Çözünmüş fosfat için hemen analiz veya 40 mgHgCl/L ilavesi ile buzdolabında                                    |
| Katı maddeler     | P, G(B)                | -                      | -                                                                                                              |
| Sülfat            | P, G                   | 100                    | 24 saat soğukta                                                                                                |
| Sülfür            | P, G                   | 100                    | 7 gün 4 damla çinkoasetat/100mL ve pH>9 olana kadar NaOH ilavesi                                               |
| Bulanıklık        | P, G                   | 100                    | Aynı gün veya 24 saat karanlıkta buzdolabında                                                                  |

### 3. STANDART ÇÖZELTİ HAZIRLANMASI

#### 3.1. Katı- Sıvı Çözelti Hazırlanması:

Katı kimyasal maddelerin distile su (Örnek 3.1) veya sıvı kimyasal maddeler (Örnek 3.2) içerisinde çözünmesiyle oluşan çözeltilerdir.

##### Örnek 3.1:

##### **100 mL 1 N NaOH çözeltisinin hazırlanması:**

Öncelikle çözeltideki sodyum hidroksitin mol sayısı bulunmalıdır. Bu mol sayısı kullanılarak çözeltide kullanılacak NaOH miktarı belirlenebilir;

$$\text{Normalite} = \text{Tesir Değeri} (TD) \times \text{Molarite}$$

Yukarıdaki basit formüle göre NaOH'ın tesir değeri 1'dir ve molaritesi normalitesine eşittir.

$$M = n / V$$

formülü kullanılarak NaOH'ın mol sayısı bulunur.

M = 1 molar

V = 100 mL (0,1 L) ise n = 0,1 mol olur.

NaOH'ın molekül kütlesi 40 g/mol ise;

Hazırlanacak Çözelti için gerekli NaOH miktarı  $0,1 \times 40 = 4$  g

Sonuç olarak 4g NaOH alınarak 100 mL'lik balon jöje içerisinde bir miktar saf suda tamamen çözüldükten sonra yine saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

##### Örnek 3.2:

##### **Kalay Klorür Reaktifi hazırlanması:** (Fosfat analizinde kullanılan bir çözeltidir)

25 g taze  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 100 mL gliserinde çözülür. Su banyosunda ısıtılır ve çözünmeyi hızlandırmak üzere cam baget ile karıştırılır.

Görüldüğü gibi, çözeltinin hazırlanmasında hiçbir şekilde distile su kullanılmamakta, katı kimyasal madde tamamen başka bir sıvı kimyasal madde içerisinde çözünmektedir.

#### 3.2. Sıvı- Sıvı Çözelti Hazırlanması:

Sıvı kimyasal maddelerin distile su içerisinde çözülmesiyle hazırlanan çözeltilerdir.

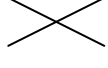
**ÖNEMLİ!** : Derişik asit üzerine doğrudan su eklendiğinde patlama tehlikesi olduğundan balon jöjeye önce bir miktar saf su konulduktan sonra üzerine derişik asit eklenmelidir. Bu işlem yapıldıktan sonra saf su ile çözelti hacmi istenilen miktara tamamlanır, seyrelme tamamlanmış olur.

### Örnek 3.3:

**d= 1,84 kg/L olan %95'lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Kullanarak 1 N, 250 mL H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Çözeltisinin Hazırlanması:**

d= 1.84 kg/L ise çözeltinin 1 L'sinin 1840 g olduğunu göstermektedir.

Öncelikle orijinal H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinin molaritesi bulunmalıdır.

|                                                             |                                                                                   |                                              |
|-------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|
| 100 g orijinal H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde  |  | 95 g katı madde var ise (%95'lik olduğundan) |
| 1840 g orijinal H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> çözeltisinde |  | X                                            |

---

$$X = (1840 \times 95) / 100 \rightarrow X = 1748 \text{ g katı madde}$$

$$n = m/MA \rightarrow n = 1748 / 98 = 17,837 \text{ mol}$$

$$M = n / V \text{ formülü kullanılarak; } M = 17,837 / 1L = 11,837 \text{ molar}$$

Hazırlanacak Çözeltinin molarite değeri bulunacak olursa; **Normalite = Molarite x Tesir Değerliği (TD)**

$$\text{formülü gereği; } (TD_{H_2SO_4} = 2) \rightarrow 1 = M \times 2 \rightarrow M = 0,5 \text{ molar}$$

**M<sub>1</sub> x V<sub>1</sub> = M<sub>2</sub> x V<sub>2</sub>** formülü kullanılarak orijinal H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisinden alınması gereken miktar bulunur.

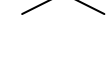
$$0,5 \times 250 = 17,837 \times V_2 \rightarrow V_2 = 7 \text{ mL} \quad (\text{Balon jojeye önce bir miktar distile su konulur, sonra orijinal H}_2\text{SO}_4 \text{ çözeltisinden 7 mL alınarak 250 mL'lik balon jojeye aktarılır ve hacim distile su ile 250 mL'ye tamamlanır.})$$

### Örnek 3.4:

**d= 1.19 kg/L olan %37'lik HCl Kullanarak 0,1 M, 500 mL HCl Çözeltisinin Hazırlanması:**

d= 1.19 kg/L, ise çözeltinin 1 L' si 1190 g olmaktadır

Öncelikle orijinal HCl çözeltisinin molaritesi bulunur.

|                         |                                                                                     |                                              |
|-------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|
| 100 g HCl çözeltisinde  |  | 37 g katı madde var ise (%37'lik olduğundan) |
| 1190 g HCl çözeltisinde |  | X $\rightarrow$ X= 440,3 g katı madde        |

$$n = m/MA \rightarrow n = 440,3 / 36,5 = 12,06 \text{ mol}$$

$$M = n / V \text{ formülü kullanılarak; } M = 12,06 / 1 L = 12,06 \text{ molar}$$

**M<sub>1</sub>xV<sub>1</sub> =M<sub>2</sub> x V<sub>2</sub>** formülü kullanılarak orijinal HCl çözeltisinden alınması gereken miktar bulunur.

$$0,1 \times 500 = 12,06 \times V_2 \rightarrow V_2 = 4,15 \text{ mL} \quad (\text{Orijinal HCl çözeltisinden 4.15 mL alınarak 500 mL'lik balon jojeye aktarılır ve hacim saf su ile 500 mL'ye tamamlanır.})$$

#### 4. pH DEĞERİNİN TAYİNİ

pH ölçümü, su kimyasında en sık kullanılan deneylerden ve en önemlilerinden biridir. Asit Baz nötralizasyonu, su yumuşatma, çöktürme, dezenfeksiyon ve korozyon kontrolü v.s. gibi, su temini ve atık su arıtılmasının her aşaması pratik olarak pH'ya bağlıdır.

Saf su çok eser ölçüde iyonize haldedir ve dengedeki iyonlar aşağıdaki sonuçları doğururlar;

$$[H^+].[OH^-] = K_w = 1,01 \times 10^{-14} \quad [H^+] = [OH^-] = 1,005 \times 10^{-7}$$

$[H^+]$  = Hidrojen iyonları aktivitesi, mol/L ,  $[OH^-]$  = Hidroksil iyonları aktivitesi, mol/L

$K_w$  = Suyun iyonlaşma katsayısı, mol/L

Bu denge, sıcaklığa bağlı olarak değişir. Mesela; nötral pH değeri:

• 25°C'de 7,0 • 0°C'de 7,5 • 60°C'de 6,5 olarak gerçekleşir.

pH değeri, hidrojen iyonunun eksi logaritması olarak ifade edilir. Tabii sular genelde 4 ila 9 arasındaki değerleri alırlar. Fakat çoğunlukla suda tabii olarak bulunan alkali ve toprak alkali metallerin mevcudiyeti nedeni ile hafifçe baziktirler.

##### 4.1. Prensip

Elektrometrik pH ölçümünün temel prensibi, bir standart hidrojen elektrodu ve bir referans elektrodu kullanan potansiyometrik ölçümle, hidrojen iyonları aktivitesinin belirlenmesidir. Genelde hidrojeni elektrodunun bozulma tehlikesine sahip olması nedeni ile cam elektrot tercih edilmektedir. Cam elektrot sisteminde üretilen elektromotor kuvveti (emk) pH ile doğrusal olarak değişmektedir. Bu doğrusal değişime kullanılarak, farklı pH'daki tamponlar için ölçülmüş emk değerinden pH'sını bulmak mümkün olmaktadır.

##### 4.2. Girişimler:

Cam elektrotlar, pH >10'da sodyumdan gelen girişim hariç, renk, bulanıklık, kolloid madde, oksidantlar, redüktantlar, ve yüksek tuzluluktan pek etkilenmezler. Bu nedenle, sodyum girişiminden pek etkilenmeyen özel elektrotlar kullanılmaktadır.

pH ölçümleri sıcaktan iki şekilde etkilenir: 1) Elektrotta meydana gelen mekanik etkiler, 2) Denge üzerinde değişme yapan kimyasal etkiler. Bu nedenle ölçümlerde sıcaklık mutlaka ölçülmeli, hesaba katılmalı ve sonuçla beraber rapor edilmelidir.

##### 4.3. Araç ve Gereçler

|                   |                                                                                                                                                                               |
|-------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Potansiyometre    | Cam elektrot, referans elektrot ve sıcaklık ayarlama aletinden ibaret bir pH metre. Rutin çalışmalar için 0,1 birim pH ölçebilen pH metre uygun ve yeterlidir.                |
| Referans Elektrot | Sabit bir elektrot potansiyeli sağlayan bir yarı pildir. Genelde, kalomel ve gümüş, gümüş klorür elektrotları kullanılır ya da yan pil içine belli sıvılar konularak yapılır. |
| Cam Elektrot      | Referans elektrodunu kuşatır ve genelde HCl veya tampon klorür solüsyonu ile doludur.                                                                                         |
| Behrerler         | Tercihen polietilen veya teflon olmalıdır.                                                                                                                                    |
| Karıştırıcı       | Teflon kaplı bir magnetik karıştırma çubuğu ile donatılmış magnetik karıştırıcıdır                                                                                            |
| Akım Bölmesi      | Sürekli akım ölçümleri veya zayıf bir şekilde tamponlanmış solüsyonlar için kullanılır.                                                                                       |

##### 4.4. Çalışma Şekli

**a. Cihaz Kalibrasyonu;** Cihazı kullanmadan önce iyice temizlendikten sonra belli pH'daki tampon çözelti yardımı ile cihazı kalibre ediniz.

**b. Numune Analizi;** Numuneyi karıştırarak, elektrotla numunenin dengeye varmasını sağlayın. pH değerini cihazdan okuyunuz. Aynı işi yine aynı numunenin başka bir kısmı ile yapın ve ölçtüğünüz değeri kaydediniz.

Ayrıca raporunuzda sıcaklık değerini de ifade etmeyi unutmayınız.

## 5. RENK

Suyun rengi, doğal metal iyonları (demir ve manganez gibi), humus ve turba maddeleri, plankton, bitkiler ve endüstriyel atıklardan dolayı oluşabilmektedir. İçme suyu ve sanayi kullanımları için kullanılan su kaynağındaki suyun kullanım için uygun hale getirilmesi için renk arıtması yapılmaktadır. Atık suların yapılarına göre iki tür renk kavramı vardır. Bunlardan birincisi gerçek renktir. Diğeri ise santrifüj ve filtrasyon tatbik etmeden doğrudan ölçülen renktir. Renk ölçümü içinde numunenin durumuna göre çeşitli ölçüm metotları vardır. Bunlarda isim olarak şunlardır. Görsel mukayese metodu, cihazla ölçüm metodu, üçlü filtre metodu ve spektrofotometre ölçüm metotlarıdır.

### 5.1. Deneyde Kullanılan Aletler

Kolorimetre, santrifüj, mezür, pipet, puar.

### 5.2. Deneyin Yapılışı

Yeterli miktarda alınan numuneden doğrudan 25 mL alınıp Kolorimetrede ölçüm yapılır. Sonuç 500 birimden fazla çıkarsa doğrudan ölçüm yapılamaz. Önce 2 mL numune pipet ve puar yardımı ile alınıp üzerine 23 mL distile su ilave edilir ve Kolorimetrede ölçüm yapılır. Bulunan bu değer seyrelme oranı ile çarpılınca numunenin gerçek renk değeri bulunmuş olur. Bu işlem 5 mL ve 10 mL numuneler ile tekrarlanır.

Seyrelterek bulunan sonuçlar yanında bir de santrifüj ile bulanıklığa sebep olan madde ve partikülleri çöktürerek renk ölçümü yapılır. Bunun için iki ayrı tüpü eşit miktarlarda (12,5 mL) koyduğumuz numuneler 10 dakika santrifüjleme işlemine tabi tutulur. Alınan numune Kolorimetrede okunur. Bu deneyde yapılan işlemler renkli fakat görüşü berrak olan numuneler için de yapılır.

## 6. BULANIKLIK

Bulanıklığa sebep olan maddeler kil, silt, ince bölünmüş ve inorganik maddeler, çözünür renkli organik bileşikler, plankton ve diğer mikroskobik organizmalardır. Bulanıklık ölçümünün temel prensibi, numuneye gelen ışığın bulanıklık tarafından absorbe edilmesine ve dağılmasına dayanır. Bulanıklık ölçümünde standart metod olan Jackson mum bulanıklığı esastır. Jackson mum yöntemi ile en düşük ölçülebilen bulanıklık değeri 25 birimdir. Ancak arıtılmış sularda bulanıklık birimi 0-1 birim kadar düşük olabilir. Dolayısıyla daha düşük bulanıklık değerleri için aletler geliştirilmiştir.

### 6.1. Formazin Yöntemi

Bu yöntemde formazin polimeri standart bulanıklık süspansiyonu olarak kullanılır. Formazin süspansiyonunun verdiği bulanıklık NTU(Nephelometric Turbidity Unit) ile ifade edilir. Bulanıklığı tayin edilecek su ve atıksu numunelerinde hızla çökelen kaba ve serbest partiküllerin bulunmaması istenir. Kullanılacak numune kabı içinde hava kabarcığının ve cam yüzeyinde lekelerin olması hatalı okumalara sebep olur.

### 6.2. Deneyde Kullanılan Aletler

Türbidimetre, kalibrasyon çözeltisi için standart formazin çözeltisi, mezür, pipet ve puar.

### 6.3. Deneyin Yapılışı

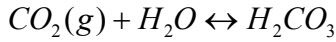
0-10 NTU bulanıklık farkını ölçebilecek hassasiyette olan türbidimetre numunelerin durumuna göre 0-10, 0-400 veya 0-1000 aralığı için kalibre edilir. Kalibrasyon çözeltisi için standart formazin çözeltisi kullanılır, daha sonra numune iyice karıştırılır. Hava kabarcıkları gidene dek beklenir. Türbidimetreye 25 + 1 mL numune konur ve üstüne ışık almaması için kapak kapatılır. Bulanıklık okunur.

## 7. KARBONAT SİSTEMİ

Su pek çok kimyasal tepkimenin gerçekleştiği bir ortamdır. Doğal suların başlıca bileşenlerinden olan karbondioksit, denge durumuna bağlı olarak, havadan absorpsiyonla suda çözünebildiği gibi kirlenmiş sulardaki organik maddelerin biyolojik parçalanmasıyla da su ortamında oluşabilir. Bu yüzden çoğu doğal sular, evsel atık sular ve genelde endüstriyel sular, karbondioksit-bikarbonat eşitliği prensibine göre tamponlanır.

Havadaki karbondioksitin suda çözünmesiyle;  $CO_2(g) \leftrightarrow CO_2(s)$

Çözünmüş karbondioksitin su molekülü ile tepkimesi neticesinde karbonik asit oluşur;



Karbonik asitten ayrılan bir hidrojen iyonu bikarbonat iyonunu;  $H_2CO_3 \leftrightarrow H^+ + HCO_3^-$

Bikarbonat iyonundan kopan diğer hidrojen iyonu da karbonat iyonunu oluşturur;  $HCO_3^- \leftrightarrow H^+ + CO_3^{2-}$

Düşük pH değerlerinde ortamda baskın olan madde karbonik asit iken yüksek pH'larda karbonat ve ara pH değerlerinde ise bikarbonat baskın olan maddedir. Doğal suların pH'ının genellikle 6.0-8.5 arasında değiştiği dikkate alındığında bikarbonatın suların ana bileşenlerinden olacağı sonucuna varabiliriz.

Asidite ve alkalinite suyun tamponlama kapasitesinin bir ölçümüdür. Su numunesine eklenecek baza karşılık pH değişimine gösterilen direnç asidite olarak ifade edilirken, asit eklendiğinde gösterilen direnç alkalinite olarak tanımlanmaktadır. Elektrometrik (pH metre) veya kolorimetrik (indikatör kullanılarak) pH ölçüm yöntemleriyle belirlenebilecek asidite ve alkalinite parametreleri, karbonat ve  $H \leftrightarrow OH$  dengesine bağlı olarak ilişkilendirilebilir.

$$[Alkalinite] + [H-Asidite] = 0$$

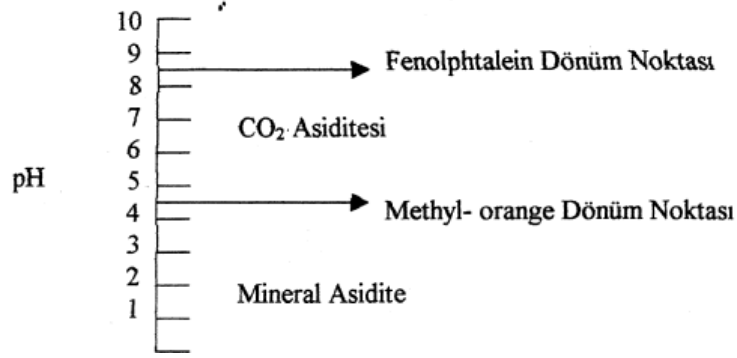
$$[Asidite] + [OH-Alkalinite] = 0$$

Asidite ve alkalinite titrasyon yönetmiyle volümetrik olarak bulunur ve eşdeğer  $CaCO_3$  şeklinde rapor edilir. Numune başlangıç pH değerine göre eklenecek indikatörlerin renk değişimine ve eş zamanlı yapılacak pH ölçümleriyle deney gerçekleştirilir.

### 7.1. ASİDİTE

Asidite, suyun bazı nötralize etme kapasitesi veya pH'ı 8.3 değerine yükseltmek için gerekli baz miktarının (eq/L) karşılığıdır. Karbonik asite ait titrasyon eğrisi incelendiğinde pH=8.3 değerine kadar dönüm noktasına ulaşılamadığı, dolayısıyla, pH<8.3 olan tüm suların asidite içereceği söylenebilir. Asiditeye neden olan başlıca maddeler; doğal suların ana bileşenlerinden olan karbondioksit ve metalurji veya asidik maden endüstrisi gibi endüstriyel atıksuların içerdiği güçlü mineral asitlerdir. Kısaca, ortam pH'ına bağlı olarak  $H^+$  ve  $H_2CO_3$  olarak özetleyebiliriz. Aşağıdaki grafikte verilen asidite türleri, pH<4.5 için mineral asidite ve pH>4.5 içinse  $CO_2$  asiditesi olarak tanımlanmaktadır. Bir numuneye ait asidite değeri aşağıda verilen eşitlik kullanılarak hesaplanır.

$$\text{Asidite (mg/L } CaCO_3) = \frac{V(ml / NaOH) \times (N_{NaOH}) \times 50000}{ml(Numune)}$$



**Şekil 1.** Su ve atıksu analizlerindeki asidite tipleri ve bunların önemli olduğu pH aralıkları.

Asidite halk sağlığı açısından estetik öneme sahiptir. Doğal sularda bilinen derişiminden çok daha fazla miktarda malt ve karbonatlı içeceklerde bulunan CO<sub>2</sub> ait bilinen olumsuz bir etki yoktur. Ancak mineral asidite içeren sular oldukça tatsızdır. Çevre mühendisliği uygulamaları açısından ise asidik suların korozyon özellikleri nedeniyle bakım, kontrol ve uzaklaştırma açısından önem taşımaktadır. Karbondioksit, su yumuşatma işlemlerinde kireç veya kireç-soda yöntemi uygulandığında dikkate alınması gereken bir parametredir.

#### 7.1.1. DENEY MALZEMELERİ

- pH-metre
- Manyetik karıştırıcı
- Büret
- Erlen
- Mezür
- Phenolphthalein indikatör çözeltisi
- Methyl-orange indikatör çözeltisi
- Standart sodyumhidroksit (NaOH) çözeltisi, 0.02N

#### 7.1.2. DENEYİN YAPILIŞI

- Numuneden 50 mL alınarak, erlene aktarılır ve başlangıç pH'ı ölçülür.
- Eğer pH<4.3 ise numuneye 2-3 damla methyl-orange indikatörü eklenir (renk kırmızımsı turuncu olur).
- Büret 0.02N NaOH çözeltisi ile doldurulur ve baz çözeltisi titrasyon süresince damla damla eklenir.
- Renk değişimi gözlemlendiği (renk sarıya döner) veya pH yaklaşık 4.5'e geldiğinde titrasyon durdurulur ve harcanan NaOH miktarını ( $V_{mo}$ ) kaydedilir.
- Aynı numuneye bu kez 2-3 damla phenolphthalein indikatörü eklenir (renk değişimi gözlenmez) ve titrasyon başlatılır.
- Dönüm noktasına ulaşıldığında çözeltinin rengi pembeye dönüşür ve pH'ı 8.3 civarında olacaktır. Bu noktada titrasyon durdurulur ve harcanan NaOH miktarını ( $V_p$ ) kaydedilir.
- Titrasyon eğrisini oluşturabilmek için phenolphthalein dönüm noktası sonrasında fazladan 5 mL NaOH eklenir veya pH 10'a kadar titre edilir.

#### 7.1.3. VERİ

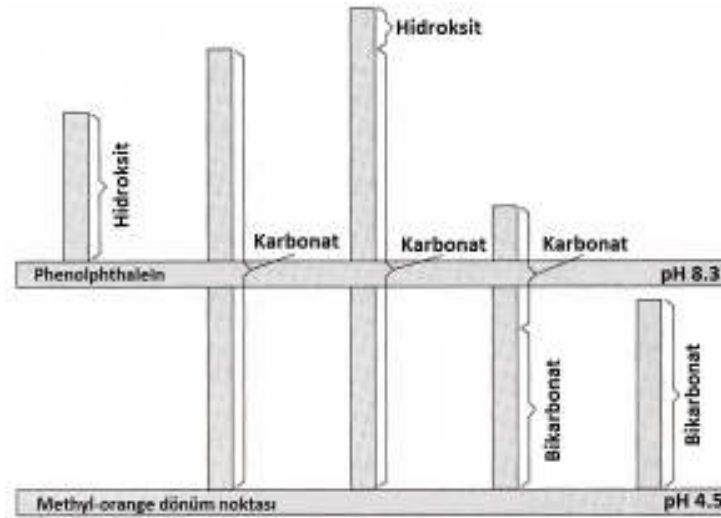
|                                                   |                 |                |    |
|---------------------------------------------------|-----------------|----------------|----|
| $N_{NaOH} =$                                      |                 | $V_{Numune} =$ |    |
| Dönüm noktası                                     | $V_{NaOH}$ (mL) |                | pH |
| Methyl-orange ( $V_{mo}$ ) indikatörü veya pH 4.5 |                 |                |    |
| Phenolphthalein ( $V_p$ ) indikatörü veya pH 8.3  |                 |                |    |

#### 7.1.4. VERİ ANALİZİ ve TARTIŞMA

1. Titrasyon eğrisini (pH -  $V_{NaOH}$ , mL) çizin ve renk değişimine karşılık gelen noktaları belirtiniz.
2. Numuneye ait phenolphthalein, methyl-orange,  $CO_2$ , mineral ve toplam asiditeleri hesaplayınız.
3. Deney sonucunu numuneye ait baskın asidite türünü dikkate alarak tartışınız ve muhtemel kaynaklarını belirtiniz.
4. Asidite verilerinin çevresel önemini ve uygulama alanlarını belirtiniz.
5. Deneyden elde edilen kolorimetrik ve elektrometrik bulguları karşılaştırınız. Varsa farklılıkların muhtemel nedenlerini açıklayınız.

#### 7.2. ALKALİNİTE

Alkalinite, suyun asiti nötralize etme kapasitesi veya pH'ı 4.3 değerine indirmek için gerekli asit miktarının (eq/L) karşılığıdır. Doğal suların alkalinitesi özellikle zayıf asitlerin tuzlarından kaynaklanmaktadır. Ayrıca zayıf veya güçlü bazlar, bazı organik asitler, boratlar, silikatlar ve fosfatlar gibi diğer zayıf asit tuzları da alkaliniteye katkıda bulunabilirler. Kısaca, doğal sulardaki alkaliniteye sebep olan maddeler, ortam pH'ına bağlı olarak  $OH^-$ ,  $CO_3^{2-}$  ve  $HCO_3^-$  olarak sıralanabilir.



Şekil 1: Su ve atıksu analizlerindeki alkalinite tipleri ve bunların önemli olduğu pH aralıkları.

Alkalinite ölçümü doğal sular, evsel veya endüstriyel atıksular gibi pek çok alanda yapılabilir. Bu yüzden sonuçları çeşitli başlıklar halinde ifade etmek mümkündür. Aşağıda alt başlık grupları halinde verilen tanımlamalar, bu amaçla kullanılabilecek ifade şekillerinden bazılarıdır.

Sonuç, genel olarak yorumlanmak isteniyorsa dönüm noktaları dikkate alınarak phenolphthalein ve toplam alkalinite tanımları yapılabilir. Phenolphthalein alkalinitesi (P.A.) pH 8.3 değerine yani phenolphthalein indikatörü dönüm noktasına kadar ölçülen alkalinitedir. Toplam alkalinite (T.A.) ise pH 4.3 değerine yani methyl-orange indikatörü dönüm noktasına kadar ölçülen alkalinitedir.

$$P.A. (mg/L CaCO_3) = \frac{V_{H_2SO_4} (ml) \times N_{H_2SO_4} \times 50000}{ml (Numune)}$$

$$T.A. (mg/L CaCO_3) = \frac{V_{Toplam H_2SO_4} (ml) \times N_{H_2SO_4} \times 50000}{ml (Numune)}$$

Analizlerde alkaliniteye neden olan başlıca maddelerin (*hidroksit, karbonat, bikarbonat*) bilinmesi sorunun çözülebilmesi için önemlidir. Böyle durumlarda alkalinite sonucu titrasyona ek olarak pH ölçümü ve denge eşitlikleriyle desteklenerek ifade edilir. Alkalinite sadece titrasyon verileri kullanılarak ifade edilecek ise, alkaliniteye neden olan başlıca maddeler Tablo 1'de verilen eşitlikler kullanılarak hesaplanır. Diğer yandan, alkalinite sonucu titrasyon verilerine pH ölçümlerinin eklenmesi ve böylece Tablo 2'de verilen eşitlikler kullanılarak ifade edilir.

**Tablo 1:** Sadece titrasyon verisi kullanılarak hesaplanan yaklaşık derişimler

| Durum          | Baskın alkalinite türü   | Derişim (mg/L CaCO <sub>3</sub> )                                                                     |
|----------------|--------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $V_p = 0$      | $HCO_3^-$                | $[HCO_3^-] = V_{mo} * N * 50000 / V_{numune}$                                                         |
| $V_{mo} = 0$   | $OH^-$                   | $[OH^-] = V_p * N * 50000 / V_{numune}$                                                               |
| $V_p = V_{mo}$ | $CO_3^{2-}$              | $[CO_3^{2-}] = V_p * N * 50000 / V_{numune}$                                                          |
| $V_{mo} > V_p$ | $CO_3^{2-}$ ve $HCO_3^-$ | $[CO_3^{2-}] = V_p * N * 50000 / V_{numune}$<br>$[HCO_3^-] = (V_{mo} - V_p) * N * 50000 / V_{numune}$ |
| $V_p > V_{mo}$ | $OH^-$ ve $CO_3^{2-}$    | $[CO_3^{2-}] = V_{mo} * N * 50000 / V_{numune}$<br>$[OH^-] = (V_p - V_{mo}) * N * 50000 / V_{numune}$ |

**Tablo 2:** Titrasyon verisi + pH ölçüm sonuçları kullanılarak hesaplanan alkalinite derişimleri

| Alkalinite türü (mg/L CaCO <sub>3</sub> ) | Derişim (mg/L CaCO <sub>3</sub> )         |
|-------------------------------------------|-------------------------------------------|
| Hidroksit alkalinitesi (H.A.)             | $H.A. = 50000 \times 10^{(pH - pK_{su})}$ |
| Karbonat alkalinitesi (K.A.)              | $K.A. = 2(P.A. - H.A.)$                   |
| Bikarbonat alkalinitesi (B.A.)            | $B.A. = T.A. - (K.A. + H.A.)$             |

Bunların dışında, alkalinite sonucu temel tanım dikkate alınarak denge eşitliklerinin kullanılmasıyla da bulunabilir. Yük dengesi prensibine dayanan bu yaklaşımda katyon ve anyonların eşdeğer derişimlerinin toplamı birbirine eşit olmalıdır. Bu yaklaşımda alkaliniteye neden olan anyon ve katyonların eşdeğer derişimleri aşağıda verilen eşitlik kullanılarak bulunur.

$$[H^+] + \frac{alkalinite}{50000} = 2[CO_3^{2-}] + [HCO_3^-] + [OH^-]$$

Su ( $K_{su} = [H^+][OH^-]$ ) ve karbonik asite ( $K_2 = [H^+][CO_3^{2-}]/[HCO_3^-]$ ) ait denge eşitlikleri pH ölçümüyle birleştirilerek, karbonat ve bikarbonat alkalinitesi kolayca hesaplanabilir.

$$\text{Karbonat alk. (mg/L CaCO}_3\text{)} = \frac{50000 \left[ (alk. / 50000) + [H^+] - (K_{su} / [H^+]) \right]}{1 + ([H^+] / 2 K_2)}$$

$$\text{Bikarbonat alk. (mg/L CaCO}_3\text{)} = \frac{50000 \left[ (alk. / 50000) + [H^+] - (K_{su} / [H^+]) \right]}{1 + (2 K_2 / [H^+])}$$

Alkalinite halk sağlığı açısından estetik önem arz etmektedir. Alkalinitesi yüksek sular oldukça tatsızdır. Çevre mühendisliği uygulamaları açısından koagülasyon, korozyon kontrolü gibi çeşitli alanlarda kullanılan önemli bir parametredir.

### 7.2.1. MALZEMELER

- pH-metre
- Manyetik karıştırıcı
- Büret
- Erlen
- Mezür
- Phenolphthalein indikatör çözeltisi
- Methyl-orange indikatör çözeltisi
- Standart sülfürik asit ( $H_2SO_4$ ) çözeltisi, 0,02N
- Standart sülfürik asit,  $H_2SO_4$ , 0.02 N: 1000 mL saf suya 0,53 mL konsantre  $H_2SO_4$  eklenir.
- Sodyum Karbonat,  $Na_2CO_3$ , çözeltisi: Standart  $Na_2CO_3$ , 103°C'de kurutulur ve 1,060 g  $Na_2CO_3$  tartılıp, 500 mL saf su içerisinde kaynatılarak çözülür, soğutulur ve hacmi 1L'ye tamamlanır.

### 7.2.2. ÖRNEKLER

|         |                                                    |                                                                                      |
|---------|----------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| Örnek 1 | $OH^-$ , ~ 50 mg/L                                 | 3 mL 1M NaOH çözeltisini saf suyla 1L'ye tamamlayınız                                |
| Örnek 2 | $CO_3^{2-}$ , ~ 180 mg/L                           | 3 mL 1M NaOH çözeltisi ve 3 mL $NaHCO_3$ çözeltisini saf suyla 1L'ye tamamlayınız    |
| Örnek 3 | $HCO_3^-$ , ~ 180 mg/L                             | 3 mL 1M $NaHCO_3$ çözeltisini saf suyla 1L'ye tamamlayınız                           |
| Örnek 4 | $CO_3^{2-}$ , ~ 180 mg/L;<br>$OH^-$ , ~ 35 mg/L    | 5 mL 1M NaOH çözeltisi ve 3 mL 1M $NaHCO_3$ çözeltisini saf suyla 1L'ye tamamlayınız |
| Örnek 5 | $CO_3^{2-}$ , ~ 180 mg/L;<br>$HCO_3^-$ , ~ 60 mg/L | 4 mL 1M $NaHCO_3$ çözeltisi ve 5 mL 1M NaOH çözeltisini saf suyla 1L'ye tamamlayınız |

### 7.2.3. DENEYİN YAPILIŞI

1. Numuneden 50 mL alınarak, erlene aktarılır ve başlangıç pH'ı ölçülür.
2. Eğer  $pH > 8.3$  ise 2-3 damla phenolphthalein,  $pH < 8.3$  ise 2-3 damla methyl-orange indikatörü eklenir.
3. Büret 0.02 N  $H_2SO_4$  çözeltisi ile doldurulur ve asit çözeltisi titrasyon süresince damla damla eklenir.
4. Renk değişimi gözlemlendiği veya pH yaklaşık 8.3'e geldiğinde titrasyon durdurulur ve harcanan asit miktarını ( $V_p$ ) kaydedilir.
5. Aynı numuneye bu kez 2-3 damla methyl-orange indikatörü eklenir ve titrasyon başlatılır.
6. Renk değişiminin olduğu noktada veya pH yaklaşık 4.5 iken titrasyon durdurulur ve harcanan asit miktarını ( $V_{mo}$ ) kaydedilir.
7. Eğer numuneye phenolphthalein indikatörü eklendiğinde herhangi bir renk değişimi olmazsa titrasyonu doğrudan methyl-orange indikatörüyle dönüm noktasına kadar yapılır.

#### 7.2.4. VERİ

| $N_{H_2SO_4} =$ |                  | $V_{Numune} =$                |    |                             |    |
|-----------------|------------------|-------------------------------|----|-----------------------------|----|
| Numune          | $pH_{başlangıç}$ | Phenolphthalein dönüm noktası |    | Methyl-orange dönüm noktası |    |
|                 |                  | $V_p$ (mL)                    | pH | $V_{mo}$ (mL)               | pH |
|                 |                  |                               |    |                             |    |
|                 |                  |                               |    |                             |    |
|                 |                  |                               |    |                             |    |
|                 |                  |                               |    |                             |    |
|                 |                  |                               |    |                             |    |
|                 |                  |                               |    |                             |    |

#### 1.2.5. VERİ ANALİZİ ve TARTIŞMA

1. Tablo 1'de verilen eşitlikleri kullanarak her bir numunedeki iyon derişimini hesaplayınız.
2. Tablo 2'yi dikkate alarak her bir numunedeki alkalinite türlerini hesaplayınız.
3. Başlangıç pH değerlerini, alkalinite değerleri ve denge sabitleriyle birlikte kullanarak ( $K_{su} = 10^{-14}$  ve  $K_2 = 10^{-10,3}$ ), numunelerdeki anyon ve katyonların derişimini (mol/L) cinsinden hesaplayınız.
4. Numunelerin hazırlanışında belirtilen konsantrasyon değerleriyle, 1. ve 3. soruda hesaplanan  $OH^-$ ,  $HCO_3^-$  ve  $CO_3^{2-}$  değerlerini karşılaştırınız. Aynı numunelerde farklı miktarlarda sonuç elde edilmesinin nedenlerini tartışınız.
5. Alkalinite tayininde kullanılan indikatör yönteminin yeterli olup olmadığını, ayrıca alkalinite ölçmek için kullanılabilecek başka yöntemleri, avantaj ve dezavantajlarıyla tartışınız.
6. Alkalinite verilerinin çevresel önemini ve uygulama alanlarını belirtiniz.

## 8. SERTLİK

Suyun sertliği, suyun sabunu çöktürme kapasitesidir. Sabun, suda mevcut kalsiyum ve magnezyum iyonları tarafından çöktürülür. Diğer çok değerlikli katyonlar da sabunu çöktürebilir. Fakat bunlar sık sık organik yapıları kompleks haldedir. Bunların su sertliğindeki rolleri minimum ve tanımlamak güç olabilir. Pratikte toplam sertlik, kalsiyum ve magnezyum konsantrasyonlarının toplamı olarak ifade edilir. Sertlik genellikle **mg/L CaCO<sub>3</sub>** olarak ifade edilir.

Sertlik, karbonat ve bikarbonat alkalinitesi toplamından büyük olduğunda toplam alkaliniteye eşdeğer olarak sertlik miktarına **“karbonat sertliği”**, bu değer in üstündeki sertlik miktarına **“karbonat olmayan sertlik”** denir. Sertlik, bikarbonat ve karbonat alkalinitesi toplamına eşit veya küçükse tüm sertlik karbonat sertliğidir ve karbonat olmayan sertlik yoktur. Sertlik değişik konsantrasyon aralığında olabilir.

Sudaki sertlik tayini için çeşitli yöntemler vardır. Hesap metodu, EDTA titrasyon metodu, sabun metodu gibi...

### 8.1. E.D.T.A. Titrasyon Metodu

Etilendiamintetra asetik asit (EDTA) ve bunun sodyum tuzları metal katyonlarının bulunduğu çözeltiye ilave edildiği zaman, çözünür halka kompleksi meydana getirir. pH'ı  $10,0 \pm 0,1$  ve içerisinde kalsiyum ve magnezyum bulunan çözeltiye Eriochrome Black- T ilave edilirse çözelti kırmızımsı renk alır. Bu çözelti EDTA ile titre edilirse  $Ca^{2+}$  ve  $Mg^{2+}$  iyonları EDTA ile kompleks meydana getirir. Reaksiyonun tamamlandığı son titrasyon noktasında renk kırmızıdan maviye döner. Emniyetli son nokta için, ortamda magnezyum iyonları bulunmalıdır. pH değerinin artması ile dönüm noktasının kesinliği de artar. Ancak yüksek pH değerlerinde indikatörün rengi değişir ve magnezyum hidroksit ( $Mg(OH)_2$ ) veya kalsiyum karbonat ( $CaCO_3$ ) çöktürmeleri meydana gelebilir. Yöntemde emniyetli pH değeri  $10,0 \pm 0,1$  olarak kabul edilir. Bu pH aralığında suda  $CaCO_3$  çökebileceği için titrasyon 5 dakika içerisinde yapılmalıdır.

### 8.2. Engelleyiciler

Bazı metal iyonları, son dönüm noktasının belirsiz olmasına neden olurlar. Titrasyona başlamadan önce, bu engelleyici iyonların etkisini giderici reaktifler ilave edilmelidir. Tabloda numunede olması muhtemel reaksiyonu engelleyici iyonların maksimum konsantrasyonları gösterilmiştir.

| *Engelleyiciler | Max. Konsantrasyon (mg/L) | Önleyici Reaktifler |
|-----------------|---------------------------|---------------------|
|                 | I                         | II                  |
| Al              | 20                        | 20                  |
| Ba              | X                         | X                   |
| Cd              | X                         | 20                  |
| Co              | >20                       | 0,3                 |
| Cu              | >30                       | 20                  |
| Fe              | >30                       | 5                   |
| Ni              | >20                       | 0,3                 |
| Mn+2            | X                         | 1                   |
| Pb              | X                         | 20                  |
| Sr              | X                         | X                   |
| Zn              | X                         | 200                 |
| Polifosfat      |                           | 10                  |

X : Sertlik olarak titre edilen

\* : 50 mL'ye seyreltilmiş 25 mL numune esas alınmıştır.

Numunede süspanse ve kolloidal halde organik maddeler varsa, bunlar son dönüm noktasının belirsizliğine neden olurlar. Bu durumda su numunesi önce su banyosunda buharlaştırılır sonra fırında  $550^{\circ}C$ 'ye kadar ısıtılarak organik maddeler tamamen oksitlenerek bozucu etkisi önlenir. Kuru kalıntıya 20 mL 1

N HCl ilave edilir. Sonra 1 N NaOH ile pH 7 oluncaya kadar nötrale edilir. Damıtık su ile 50 mL'ye tamamlanır. Oda sıcaklığına getirilerek yukarıdaki yöntemle göre tayin edilir.

Titrasyon için en uygun sıcaklık oda sıcaklığıdır. 15 mL'den az sarfiyat olacak şekilde numune alınır. Tampon çözeltisi ilavesinden sonraki 5 dakika içinde deney yapılmalıdır.

### 8.3. Reaktifler

#### 1- Önleyici Reaktifler:

Numunede engelleyici iyonlar var ise son dönüm noktası renginin kesin ve berrak olması için numuneye önleyici reaktifler ilave edilir.

- a) Numuneye 250 mg toz NaCN ilave edilerek keskin bir renk dönüşümü elde edilir. Bu engelleyici kullanıldığında pH'ı  $10,0 \pm 0,1$  de tutmak için yeterli tampon çözeltisi ilave edilmelidir.
- b) 5,0 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\cdot 9\text{H}_2\text{O}$  veya 3,7 g  $\text{Na}_2\text{S}\cdot 5\text{H}_2\text{O}$  100 mL distile suda çözülür. Bu çözelti havada bozulduğundan hava ile temas ettirilmemelidir. Bu reaktif ağır metallerde, suda çözünür olmayan çökeltiler oluştururlar. Analizde 1 mL reaktif ilave edilmesi yeterlidir.
- c) 4,5 g hidroksilamin hidroklorür, 100 mL %95'lik etil veya propil alkolde çözülür.

#### 2- Tampon Çözeltisi:

**Mg. EDTA'nın Hazırlanması:** 1,179 g EDTA ve 78,0 mg  $\text{MgSO}_4\cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 50 mL damıtık suda çözülür. 16,9 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ve 143 mL  $\text{NH}_3\text{OH}$  konsantre karıştırılarak ilave edilir. Damıtık su ile 250 mL'ye seyreltilir.

**3- EDTA Çözeltisi (0.01 M) :** Bir gece süresince içerisinde  $\text{H}_2\text{SO}_4$  bulunan desikatörde kurutulmuş 3,723 g  $\text{Na}_2\text{EDTA}$  damıtık suda çözülerek 1000 mL'ye seyreltilir. Standart  $\text{CaCO}_3$  çözeltisine karşı ayarlanır.

**4- Standart Kalsiyum Çözeltisi:** 1 g anhidro  $\text{CaCO}_3$  tozu 500 mL'lik erlene konur. 1+1 'lik HCl ile tüm  $\text{CaCO}_3$  çözünene kadar ilave edilir. 200 mL distile su ilave edilir.  $\text{CO}_2$ 'nin uzaklaştırılması için birkaç dakika kaynatılır, soğutulur. Birkaç damla metil kırmızısı indikatörü ilave edilir ve 3 N NHOH veya 1+1 HCl ilavesi ile rengi portakal rengine ayarlanır, 1L ye tamamlanır Bu standart çözeltinin 1 mL'si 1 mg  $\text{CaCO}_3$ 'e eşdeğerdir.

#### 5- Eriochrome Black T:

- a) 0,5 g Eriochrome Black T, 100 g NaCl ile karıştırılarak katı karışım hazırlanır.
- b) 4,5 g Hidroksilamin hidroklorür, 0,5 g Eriochromeblack T ile karıştırılarak 100 mL etil veya 120 mL propil alkolde çözülür.

### 8.4. Deneyin Yapılışı

15 mL'den daha az EDTA çözeltisi harcayacak şekilde numune alınır. Damıtık su ile 50 mL'ye tamamlanır. 1 mL tampon çözeltisi ilave edilir (pH'nın  $10,0 \pm 0,1$ 'e gelmesi için). Tampon ilavesinden sonra 5 dakika içerisinde titrasyon tamamlanmalıdır. Gerekli ise son dönüm noktasının kesinliği için engelleyici maddelerin etkisini önleyici reaktif ilave edilir. Bir spatül ucu kadar toz indikatör numuneye ilave edilir. Sonra pembe renk maviye dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon sonunun keskin olmaması indikatörün bozulduğunu veya engelleyici gerektiğini gösterir.

#### Hesaplama:

$$\text{Sertlik, mg/L (CaCO}_3 \text{ cinsinden)} = \frac{A \times B \times 1000}{\text{ml(Numune)}}$$

A= EDTA Sarfiyatı (mL)

B= 1 mL EDTA çözeltisine eşdeğer mg  $\text{CaCO}_3$

## 9. KATI MADDELER

### 9.1. Genel Bilgiler

Sularda ve atık sularda bulunan askıda veya çözünmüş haldeki maddeler, katı maddeler olarak isimlendirilir. Katı maddelerin bilinen tanımı şu şekildedir; buharlaştırma işleminden ve 103- 105 °C'de kurutmadan sonra geriye kalan maddelerin tümü katı madde olarak sınıflanır. Yüksek konsantrasyonlarda katı madde içeren atık sular, arıtma tesisi çıkış suyu kalitesini ve alıcı ortamını olumsuz yönde etkiler. Bu etkilerin en önemlisi alıcı ortamda çökelerek dip çamuru oluşturmalarıdır. Bu nedenle arıtma tesisi çıkışında katı madde konsantrasyonunun belli bir limit değeri aşmasına izin verilmez. Doğal olarak yüksek oranda katı madde içeren sular, içme suyu ve endüstriyel amaçlı su temininde kullanılmazlar.

Evsel ve endüstriyel su temininde toplam katı madde tayinleri önemlidir. Suyun, su temini için potansiyelinin uygunluğunu belirlemede kullanılır. Su yumuşatmanın gerekli olduğu hallerde, kullanılan yumuşatma işleminin tipi, toplam katı madde içeriğine göre seçilir.

Çökebilen katıların tayini çok önemli iki uygulamaya sahiptir. Birincisi, biyolojik arıtma proseslerini kullanan tesislerde, endüstriyel atıkların arıtımı için ön çöktürme havuzlarının hacimlerinin ve diğer boyutlarının belirlenmesinde kullanılır. Bu deney aynı zamanda, arıtma tesislerinde çöktürme ünitelerinin verimlerinin belirlenmesinde de yaygın olarak kullanılır.

Askıda ve uçucu askıda katı madde tayinleri evsel ve endüstriyel atık suların kirlilik kuvvetini değerlendirmede kullanılır. Ön çöktürme havuzlarında çökebilen katı maddeler uzaklaştırıldıktan sonra, askıdaki katı maddelerin miktarını belirlemede ve biyolojik arıtmaya gelecek kirlilik yükünün hesaplanmasında bu deneyden yararlanılır. Büyük arıtma tesislerinde askıda katı madde tayinleri rutin olarak, tesisin arıtma verimini belirlemek amacı ile yapılır.

Nehir kirlenmesi kontrolü açısından, askıdaki katı maddelerin uzaklaştırılması çoğunlukla BOI (Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı) giderme kadar önemlidir. Askıda ve uçucu askıda katı madde tayinlerinin her ikisi de aktif çamur prosesinde, havalandırma havuzlarındaki katı madde konsantrasyonunu kontrol amacı ile uygulanır.

Toplam ve uçucu katı madde deneyleri çamurlara uygulanan yegane katı madde tayinleridir. Bunlar çamur çürütme, vakum filtreleri ve yakma ünitelerinin projelendirilmesinde ve bu ünitelerin işletilmesi sırasında kontrolü gerekli parametrelerdir.

Katıların analizinde, basit gravimetrik metotlar kullanılır. Toplam katı maddeler aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir;

-Toplam Katı Madde - Toplam Uçucu Katı Madde

- 1- Çökebilen Katı Madde
- 2- Askıdaki Katı Madde- Askıdaki Uçucu Katı Madde
- 3- Çözünmüş Katı Madde- Çözünmüş Uçucu Katı Madde

**\*Toplam Katı Madde\*** su örneğinin buharlaştırıldıktan sonra 103 °C sıcaklıkta etüvde kurutularak sabit tartıma ulaşmış kabın içinde kalan madde miktarıdır.

**\*Askıda Katı Madde\*** su örneğinin belli boyutlu filtreden süzülmesi sonrası toplam katı maddenin filtrede kalan kısmıdır.

**\*Çözünmüş Katı Madde\*** askıdaki katı maddenin filtrede tutulması sonrası toplam katı maddenin filtreden geçen kısmıdır.

Bu iki çeşit katı maddenin ayrışımı birçok değişkene bağlıdır. Bunlar;

- Süspansiyonun içindeki maddenin fiziksel ve kimyasal yapıları,
- Filtrenin gözenek boyutu
- Filtre maddesinin yüzey alanı ve kalınlığı
- Filtre üzerinde biriken maddenin miktarı ve fiziksel durumu
- Çöktürme süresi v.b.

olarak bilinen genel faktörleri içermektedir. Katı maddelerin kurutulması işlemindeki ısı ve ısıtma süresi gibi faktörler nedeniyle sonuçlarda önemli rol oynamaktadır.

## 9.2. Katı Madde Tayinlerinin Çevresel Önemi

Suda mevcut çözünmüş maddelerin miktarı, evsel kullanım için suyun uygunluğunu belirlemede önemlidir. Genellikle bu tip amaçlar için katı madde konsantrasyonu 500 mg/ L 'den az olan sular kullanılır. Yüksek katı madde içerikli sular, "müshil" etkisine sahiptirler ve bazen bu tip sulara alışkın olmayan insanlar üzerinde kötü sağlık etkileri yaparlar. Birçok durumda katı madde içeriği 500 mg/L'nin altında olan doğal sular bulmak mümkün değildir ve bu seviyeyi elde etmek için arıtma yapmak zorunludur. Standartlar genellikle içme suyu temin edilen sularda üst limiti 1000 mg/L olarak vermektedirler.

Katı madde tayinleri suyun, su temini için potansiyelini, uygunluğunu belirlemede kullanılır. Su yumuşatmanın gerekli olduğu hallerde kullanılan yumuşatma işleminin tipi toplam katı madde içeriğine göre seçilir. Çünkü çöktürme metotları katı madde konsantrasyonunu azaltır ve iyon değişimi metotları katı madde konsantrasyonunu artırır.

## 9.3. Toplam Katı Madde Tayini

Toplam katı maddeler, filtre edilebilen ve filtre edilemeyen katı maddelerin toplamıdır. Filtre edilebilen katı maddeye çözünmüş, filtre edilemeyeene ise askıda katı madde denilmektedir. Toplam katı madde, su numunesinin su banyosu üzerinde buharlaştırıldıktan sonra 103–105 °C'de etüvde kurutulması ile geriye kalan maddenin mg/L cinsinden ifadesidir.

### 9.3.1. Deneyin Yapılışı

Bir porselen kroze (buharlaştırma kabı) alınır ve hassas terazide tartılır. İçine iyice karıştırılmış numuneden 100 mL alınarak mezür yardımı ile önceden sabit tartıma getirilmiş porselen kroyeye konur. Bu kap, su banyosunda 100 °C'de buharlaştırılır. Buharlaşma sonucu kalan katı maddeyi belirlemek için porselen kap 103–105 °C'de en az bir saat süre ile etüvde tutulur. Daha sonra kap etüvden alınır, desikatörde soğutulur ve tartılır. Yapılan iki tartım yardımı ile numunedeki toplam katı madde konsantrasyonu hesaplanır.

|                                                                      |                                                      |
|----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| $\text{Toplam Katı Madde (mg/L)} = \frac{(A - B)}{\text{Numune(L)}}$ | A= Kap + Numune tartımı (mg)<br>B= Kabin Darası (mg) |
|----------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|

## 9.4. Toplam Askıda Katı Madde Tayini

Filtre edilemeyen katı maddeler olarak ifade edilen bu katı maddeler, su numunesinin filtreden geçemeyen kısmının 103 °C'de etüvde 1 saat süre ile kurutulması ve desikatörde soğutulup tartılması sureti ile tayin edilir. Bu tayinde su numunesi önce filtre edilir, daha sonra sabit tartıya olan filtre üzerindeki kalan maddelerle birlikte 103 °C'deki kurutmadan sonra tekrar tartılır. Bu iki tartım yardımı ile askıda katı madde konsantrasyonu tayin edilir.

|                                                                                                                                                |                                                                                        |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|
| $\text{Askıda Katı Madde (mg/L)} = \frac{(C - D)}{\text{Numune(L)}}$                                                                           | C = Filtre + Filtre edilemeyen katı maddenin ağırlığı (mg)<br>D = Filtre ağırlığı (mg) |
| Askıda katı madde miktarı ayrıca toplam katı madde ve filtre edilebilen katı madde velileri yardımı ile aşağıdaki bağlantıya göre bulunabilir; |                                                                                        |
| $\text{A.K.M. (mg/L)} = \text{Toplam Katı Madde (mg/L)} - \text{Filtre Edilebilen Katı Madde (mg/L)}$                                          |                                                                                        |

### 9.5. Toplam Çözünmüş Katı Madde Tayini

Su numunesinin standart cam pamuğu filtresinden geçebilen kısmının 103-105 °C'de buharlaştırılması ile geriye kalan maddelerin mg/L cinsinden ifadesidir. En çok kullanılan standart filtreler 0,45 µm gözenekli Millipore ve Sartorius filtreleridir.

#### 9.5.1. Deneyin Yapılışı

100 mL numune alınır. Filtre yüzeyine filtre kağıdı yerleştirilir. Ölçülmüş numune filtre kağıdı üzerinden süzülür. Filtreden geçen kısım önceden sabit ağırlığa getirilip tartılmış buharlaştırma kabına konarak, 103- 105 °C'de buharlaştırılır. Kap tekrar tartılır. Filtre edilebilen katı madde konsantrasyonu ise aşağıdaki formül yardımı ile hesaplanır.

|                                                                                                                                                                                                                                                |                                                                       |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------|
| $\text{Çözünmüş Katı Madde (mg/L)} = \frac{(E - F)}{\text{Numune(L)}}$                                                                                                                                                                         | E = Buharlaştırılan madde+ kap ağırlığı (mg)<br>F = Kabin Darası (mg) |
| Toplam çözünmüş katı madde konsantrasyonu, Toplam Katı Madde ve Toplam Askıda Katı Madde konsantrasyonları yardımı ile ve hesap yöntemi ile bulunabilir.<br><b>T.Ç.K.M (mg/L) = Toplam Katı Madde (mg/L) - Toplam Askıda Katı Madde (mg/L)</b> |                                                                       |

### 9.6. Toplam Çökebilir Katı Madde Tayini

Bunlar ağırlıkları etkisi ile kendiliğinden çökebilir katı maddelerdir. Çökme hızı parçacıkların büyüklüğüne ve yoğunluğuna bağlıdır. Çökebilir katılar evsel, endüstriyel ve yüzeysel sularda belirlenmelidir. mL/L olarak hacimsel veya mg/L olarak ağırlık şeklinde ifade edilebilir. Çoğunlukla hacimsel olarak ölçülür. Bu amaçla Imhoff konileri kullanılır. Koniye iyice karıştırılmış 1 L'lik numune konur, 45 dakika süre ile çökmeye bırakılır. Sonra koninin kenarlarına yapışan katı maddeler yavaşça karıştırılır ve 15 dakika daha çökmeye bırakılır. 1 saat sonra çökebilir kısmın hacmi ölçülür. mL/L/saat olarak ifade edilir. Çoğunlukla mL/L olarak verilir. Eğer sonuç mg/L cinsinden verilmek istenirse numunenin askıda katı madde konsantrasyonu çözülür. Bunun için bir kaba 1 L su numunesi konarak 1 saat çökmeye bırakılır. Daha sonra 250 mL çökmemiş kısmından numune alınarak bu numunenin askıda katı madde konsantrasyonu ölçülür. Çökebilir katı madde miktarı ise aşağıdaki eşitlikten bulunur.

$$\text{Ç.K.M.(mg/L)} = \text{Toplam Askıda K.M. (mg/L)} - \text{Çökelemeyen Askıda K.M. (mg/L)}$$

### 9.7. Toplam Uçucu Katı Madde Tayini

Toplam katı madde tayini yapıldıktan sonra kap ve içinde kalan maddeler 550 ±50 °C'de fırında tutulur ve kap ile içinde kalan maddeler tekrar tartılır.

|                                                        |                                                                                                                                            |
|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\text{U.K.M. (mg/L)} = \frac{(A - B) \times 1000}{C}$ | A= Kap+içindeki madde ağırlığı (fırında yakmadan önce)<br>B= Kap+içindeki madde ağırlığı (550 °C'de yakmadan sonra)<br>C = mL numune hacmi |
|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

### 9.8. Toplam Sabit Katı Madde Tayini

Uçucu olmayan (sabit) katı maddeler aşağıdaki formül yardımı ile bulunur;

|                                                              |                                                                                                    |
|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\text{T.S.K.M. (mg/ L)} = \frac{(A - B)}{\text{Numune(L)}}$ | A = Kap içindeki katı madde ağırlığı (550 °C'de yakıldıktan sonra) (mg)<br>B = Kabin ağırlığı (mg) |
|--------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|

## 10. ÇÖZÜNMÜŞ OKSİJEN DEĞERİNİN TAYİNİ

### 10.1. Reaktifler

- **Mangan Sülfat Çözeltisi:** 480 g  $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  veya 400 g  $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  veya 364 g  $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  distile suda çözülür, süzülür ve 1 L'ye tamamlanır. Bu çözelti asitlendirilmiş KI ile karıştırıldığında nişasta ile renk vermemelidir.
- **Alkali- İyodür- Azid Reaktifi:** 500 g NaOH (veya 700 g KOH) ve 135 g NaI (veya 150 g KI) damıtık suda çözülerek 1 L'ye tamamlanır. Bu çözeltiye 10 g  $\text{NaN}_3$ 'ün 40 mL distile suda çözünmüş çözeltisi ilave edilir. Bu reaktif seyreltildiği ve asitlendirildiği zaman nişasta ile renk vermemelidir.
- **Sülfirikasit Çözeltisi:** Derişik, yaklaşık 36 N, 1 mL'si 3 mL alkali- iyodür reaktifine eşdeğerdir.
- **Nişasta Çözeltisi:** 5 g çözünebilen nişasta, kaynamakta olan 800 mL suda karıştırılarak çözülür ve 1 L'ye tamamlanır. Birkaç dakika daha kaynatılır ve 1 gece bekletilerek üstteki berrak kısım alınır. Bu çözelti litresine 1,25 g salisilik asit veya 1–2 damla toluen ilavesi ile korunur.
- **Sodyumtiyosülfat Stok Çözeltisi, 0,1 N:** 24,82 g sodyumtiyosülfat ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) kaynatılmış ve soğutulmuş distile suda çözülerek 1 L'ye tamamlanır. Bu çözelti, 5 mL kloroform veya 1 g, NaOH ilave edilerek korunur.
- **Standart Sodyumtiyosülfat Çözeltisi, 0.25 N:** 250 mL stok sodyumtiyosülfat çözeltisi 1 L'ye tamamlanır. Tam 0,025 N çözeltinin 1 mL'si 200 g çözünmüş oksijene eşdeğerdir.

### 10.2. Standardizasyon

— *Standardizasyon Çözeltisi:* 3,249 g  $\text{KH}(\text{IO}_3)$ , distile suda çözülerek 1 L'ye tamamlanır. (0,1 N çözelti), bu çözeltinin 250 mL'si 1 L'ye seyreltilerek 0,025 N standardizasyon çözeltisi hazırlanır.

— *Standardizasyon İşlemi:* 2 g iyodatsız KI, bir erlende 100- 150 mL distile suda çözülür. 10 mL (1+9)  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ve tam 20,00 mL 0,025 N biyodat çözeltisi ilave edilir. Distile su ile 200 mL'ye seyreltilir ve tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon sonuna doğru (çözelti saman sansı bir renk alınca) 1 – 2 damla nişasta ilave edilir ve mavi rengin ilk kaybolduğu ana kadar titrasyona devam edilir. Titrasyon için harcanan tiyosülfat çözeltisi miktarına göre 0,025 N tiyosülfatın faktörü, 1 mL tiyosülfata 1 mL biyodatin eşdeğer olduğu göz önüne alınarak hesaplanır.

**Özel Reaktif:** 40 g  $\text{KF} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  distile suda çözülerek 1 L'ye tamamlanır.

### 10.3. Çözünmüş Oksijen Deneyi

- Hava almayacak şekilde kapatılmış olan BOI şişesi açılarak önce 2 mL  $\text{MnSO}_4$  çözeltisi ve bunu takiben 2 mL alkali iyodür-azid reaktifi şişenin tam dibine doğru bir pipet yardımı ile ilave edilir.
- Şişe kapatılarak en az 15 defa ters düz edilerek karıştırılır ve karanlık bir ortamda 10 dakika kadar çökelmeye bırakılır.
- Çökelek oluştuğunda şişenin kapağı açılarak 2 mL 1N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ilave edilir ve şişenin ağzı kapatılarak oluşan çökelek tamamen çözünene dek ters düz edilerek karıştırılır.
- Çökelek çözüldükten sonra şişeden 200 mL ölçülerek bir erlene alınır.
- Erlene alınan çözelti 0,025 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile açık sarı renge dek titre edilir.
- Daha sonra iki damla taze hazırlanmış nişasta çözeltisi ilave edilir ve oluşan mavi renk kaybolana dek yani çözelti renksiz hale gelene dek titrasyona devam edilir.
- 200 mL numune için harcanan sodyum tiyosülfat miktarı mg/L cinsinden çözünmüş oksijen değerine eşittir (1 mL 0,025 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  = 1 mg/L  $\text{Ç.O.}$ )

## 11. BİYOKİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI

### 11.1. Genel bilgiler

Atık sularda mevcut ölçüm teknikleri ile saptanamayacak miktarda ve değişik konsantrasyonlarda organik maddeler bulunur. Bunları ayrı ayrı ölçmek yerine, BOI deneyi ile aerobik ortamda biyokimyasal yollarla ayrışmaları sonucunda ihtiyaç duydukları oksijen miktarı saptanır ve bu miktar KOlektif bir parametre olarak kullanılır. Yani burada, organik maddeyi ölçmek yerine tüketilen oksijen konsantrasyonunu saptamak yoluna gidilmektedir.

BOI, aerobik şartlarda parçalanabilen organik maddenin stabilizasyonu esnasında bakterilerce ihtiyaç duyulan oksijen miktarı olarak tanımlanır. “Parçalanabilir” terimi ise, bakterilere besin teşkil edebilecek ve oksidasyon olayının sonucunda enerji elde edilebilen organik madde anlamındadır. Bu bilgilerden de anlaşılacağı üzere, organik maddelerin aerobik olarak parçalanması için oksijen gerekmektedir. Aerobik biyolojik sistemlerde bulunan okside olabilir organik madde miktarı, bu tür organik maddelerin stabilizasyonu için gerekli oksijen miktarının bulunması ile belirlenebilir. Söz konusu bu oksijen ihtiyacı; “Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı” (BOI) olarak bilinmektedir. Streeter ve Phelps; organik maddelerin biyokimyasal oksidasyon oranının, okside olabileme miktarı ölçülebilen maddelerin okside olmamış kısmının konsantrasyonu ile orantılı olduğunu bulmuşlardır. Bu ifade matematiksel eşitliklerle gösterilecek olursa;

$$L_t = L \times e^{-kt} \quad (1)$$

L = başlangıçtaki (t = 0 anındaki) okside olabilirlik  
L<sub>t</sub> = t anındaki okside olabilirlik

$$L_t = L \times (1 - e^{-kt}) \quad (2)$$

Bu eşitlikteki  $L_t = L \times (1 - e^{-kt})$  ifadesi giderilen veya okside edilen kısmı temsil eder.

k = oksijen tüketim hız sabiti. k değeri sıcaklığa bağlı olarak değişir. Eğer belli bir sıcaklıktaki k değeri biliniyorsa, başka bir sıcaklıktaki k değeri aşağıdaki eşitlik kullanılarak hesaplanabilir.

$k_1 = k_2 \cdot \Phi^{T_1 - T_2}$   $\Phi$  : oksijen tüketiminin sıcaklığa bağlı katsayısı. Biyolojik oksidasyon işlemi için bu değer 1,047 dir. Bu sayı sıcaklıktaki 1°C lik artışın aerobik parçalanma hızını %4,7 oranında artırdığını ifade etmektedir. Sıcaklık değerindeki 10°C lik bir artış, parçalanma hızının 1,584 kat artmasına neden olur.

Aerobik parçalanma işleminde, ilk olarak karbonlu maddeler parçalanır, daha sonra ise azotlu maddeler parçalanır. Streeter, iki aşamalı bu oksidasyon için aşağıdaki formülü geliştirmiştir.

$$Y = L_c(1 - 10^{-k_c \times t}) + L_n(1 - 10^{-k_n(t-a)}) \quad (3)$$

Y = zamanla okside olan toplam organik madde (BOI)

L<sub>c</sub> = başlangıçtaki karbonlu maddeler (ilk aşama)

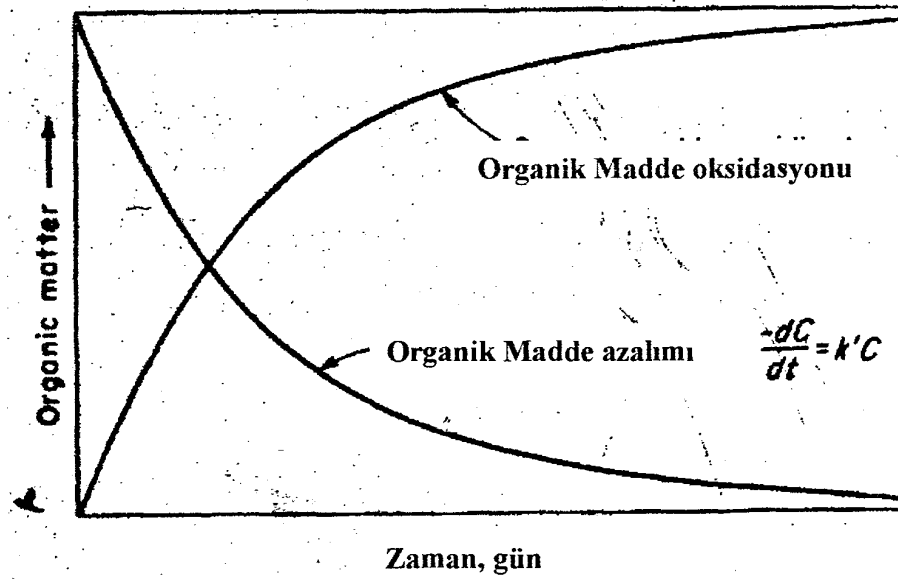
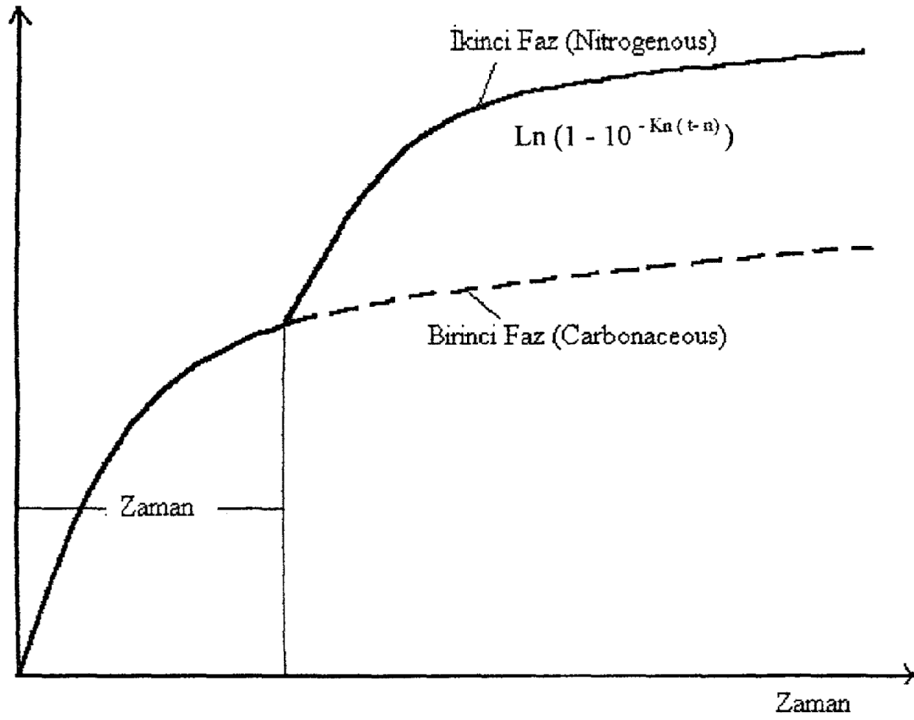
L<sub>n</sub> = başlangıçtaki azotlu maddeler (ikinci aşama)

k<sub>c</sub> = L<sub>c</sub> için oksidasyon veya oksijen tüketim katsayısı

k<sub>n</sub> = L<sub>n</sub> için oksidasyon veya oksijen tüketim katsayısı

a = iki aşama arasındaki zaman farkı

(3) nolu eşitlik yalnızca (t – a) değeri pozitif olduğunda geçerlidir. Deneysel veriler göstermiştir ki; kirlenmiş nehirlerde 20°C de k<sub>c</sub> değeri yaklaşık 0,103 ile 0,120 arasında, k<sub>n</sub> değeri ise 0,031 ile 0,034 arasındadır. a katsayısının değeri kirli nehirler için 9 ile 10 gün arasında değişirken bu katsayının değeri endüstriyel atıksular için çok daha geniş bir aralıkta değişmektedir. (3) nolu eşitliği grafiksel olarak aşağıdaki gibi gösterebiliriz.



Çevre Mühendisliğinde BOI kavramı, yaygın olarak su kaynaklarının kirlenme derecelerinin belirlenmesi, atıkların kirlenme potansiyelinin saptanması ile arıtma sistemlerinin tasarımı, işletilmesi ve verimliliğinin belirlenmesinde kullanılır.

### 11.2. Ölçüm Esasları

BOI'nin tayini için, organik maddelerin biyokimyasal oksitlenmesi sırasında kullanılan çözünmüş oksijenin ölçülmesi gerekir. Anlamli sonuçların elde edilmesi için organik madde ihtiva eden su numunesinin özel olarak hazırlanmış bir seyreltme suyu ile karıştırılması gerekir. Su numunesinin yeterli miktarda saprofitik bakteri ihtiva etmemesi halinde seyreltme suyuna bakteri aşılmalıdır. Böylece su numunesinin sabit bir sıcaklıkta (20°C) belirli bir süre (5 gün) inkübasyonu sırasında yeterli oksijen ile besi maddeleri ve bakterilerin bir arada bulunması sağlanmış olur. Eğer bir kullanılmış su numunesi söz konusu ise, bunun içinde zaten BOI miktarda mikroorganizma olduğundan, seyreltme suyunun mikroorganizmalarla aşılmasına gerek yoktur.

Sonuç olarak bir su numunesinin biyokimyasal oksijen ihtiyacı; sadece organik maddenin kısıtlı olduğu ve atmosferden oksijen alamayacağı koşullarda, karanlıkta ve 20°C sabit sıcaklıkta 5 gün süre ile bekletilen bir miktar numunenin karbonlu organik maddelerin yükseltgenmesinden dolayı başlangıçta bilinen çözünmüş oksijen konsantrasyonu değerinde meydana gelen azalma miktarına eşittir.

### 11.3. Standart BOI deneyi için sağlanması gereken koşullar

- 1) **Zehirli Maddelerin Olmaması**
- 2) **Uygun pH ve Ozmotik Koşullar:** Bunun için ortama K, Na, Ca, Mg tuzları eklenir. Gerekğinde nötralizasyon işlemi yapılır.
- 3) **Karanlık Ortam ve Sabit Sıcaklık:** 20 ±1- 2 °C
- 4) **Besleyici Elementlerin Mevcudiyeti:** Ortama ayrıca N, P, Fe, S bileşikleri eklenir. Böylece deney sırasında mikroorganizmaların gelişmesinde tek kısıtlayıcı faktörün karbon olması sağlanır.
- 5) **Aşılama:** Numunede yeterli miktarda ve türde mikroorganizma olmaması durumunda ortama bir miktar kanalizasyon suyu konur.
- 6) **Seyrelme:** Numunedeki oksijen miktarı, organik maddelerin parçalanması için yeterli olmalı ve deney sonunda organik maddeler oksijenin tamamını tüketmemeli ve 5 gün sonundaki çözünmüş oksijen konsantrasyonu 1 mg/ L'nin altına düşmemelidir.
- 7) **Deney Sonuçlarının Nitrifikasyondan Etkilenmemesi:** Uygun şartlarda, karbonlu maddelerden başka, deney şişesindeki azotlu maddeler ve bu arada besleyici olarak eklenen amonyak azotu biyolojik süreçlerle yükseltgenerek çözünmüş oksijeni tüketir. Bunu önlemek için inhibitör kullanılır.

### 11.4. Girişim

Ölçüm esaslarında belirtilen koşulların herhangi birinin yerine gelmemesi girişime yol açar. Önemli miktarda nitrit içeren numunelerde, nitritin yükseltgenmesi girişim yapabilir. Ayrıca, deneyde kullanılan bütün kapların (seyrelme suyu kabı, BOI şişeleri, mezürler, pipetler vs.) temizliğine son derece dikkat edilmelidir. Temizleme çözeltisi, deterjan veya daha önceki deneylerden kalan organik madde kalıntıları, girişim kaynaklarıdır.

### 11.5. Numune Alma ve Koruma

Numuneler +4 °C'ye soğutularak en fazla 48 saat korunabilir. Bu nedenle BOI deneyi, numune alınır alınmaz hemen yapılmalıdır.

### 11.6. Deneyde Kullanılan Reaktifler

**1-Seyrelme Suyu:** Distile su ya da deiyonize su kullanılmalıdır. Ayrıca, su 0,001 mg/ L'den az bakır içermemeli, klor, kloraminler, organik madde, asit ve hidroksit alkalinitesi içermemelidir.

#### 2- Besleyici Çözeltiler:

- a) **Fosfat Tampon Çözeltisi:** 8,5 g potasyum dihidrojen fosfat ( $\text{KH}_2\text{PO}_4$ ), 21,75 g dipotasyum hidrojen fosfat ( $\text{K}_2\text{HPO}_4$ ), 33,4 g disodyum hidrojen fosfat heptahidrat ( $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) ve 1,7 g amonyum klorür ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ), yaklaşık 500 mL distile suda çözülür ve yine distile su ile 1 L'ye tamamlanır. Bu tampon çözeltinin pH'sı 7,2 olmalıdır.

Bu ya da bundan sonraki çözeltilerin herhangi birinde biyolojik gelişme belirtileri görülürse çözelti atılarak yenisi hazırlanır.

- b) **Magnezyum sülfat Çözeltisi:** 22,5 g Magnezyum sülfat ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) distile suda çözülür ve litreye tamamlanır.

- c) **Kalsiyum Klorür Çözeltisi:** 27,5 g susuz  $\text{CaCl}_2$  distile suda çözülerek 1 L'ye tamamlanır.

- d) **Demir (III) Klorür Çözeltisi:** 0.25 g  $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  distile suda çözülür ve 1 L'ye tamamlanır.

- e) **Asit ve Alkali Çözeltiler, 1 N:** Asidik veya bazik olan kullanılmış su numunelerinin nötralizasyonlarının sağlanması gerekir. Bunun için 1 N NaOH veya 1 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  kullanılır.

- f) **Sodyum Sülfat Çözeltisi:** 1,575 g susuz  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , 1 L distile suda çözülür. Bu çözelti dayanıklı olmadığından günlük olarak hazırlanmalıdır.

- **Aşılama:** Aşılama işleminin amacı; atık suya organik maddeyi oksitleme özelliğine sahip mikroorganizmaların verilmesidir. Bu tip mikroorganizmalar evsel atık sularda, yüzeysel sularda ve

klorlanmamış çıkış sularında mevcut olduklarından aşılama işlemi bu tip suların analizlerinde gereksizdir ve kullanılmaz.

Eğer numune klorlama, yüksek sıcaklık, ekstrem pH değerleri sonucu çok az miktarda mikroorganizma içeriyor yada hiç içermiyorsa; bu numunelerin aşılama işlemi gerekir. Standart Aşılama maddesi; çöktürülmüş ve 20 °C’de 24 ila 36 saat saklanmış evsel atık sudur.

Bazı numuneler, örneğin bazı endüstriyel atık sular çok az mikroorganizma içerdiklerinden aşılama işlemi gerektirirler. Evsel atık su ile aşılandıklarında bile içerdikleri bir kısım organik maddenin indirgenmesi mümkün olamaz. Bu tip atıkların BOI analizinde, bu tip atıklara adapte olmuş özel aşılama kullanımı uygundur. Bu aşılama ya biyolojik arıtma üniteleri çıkış sularından alınır veya deşarj edildiği yüzeysel sudan ve deşarj noktasından 3- 8 km aşağıdan alınır. Genellikle kullanılan aşı miktarı 1- 2 mL/L’dir. Bazı atıklara adapte olmuş özel aşılama kullanımı bu miktar artırılabilir.

## **11.7. Deneyin Yapılışı**

### **11.7.1. Seyrelme Suyunun Hazırlanması**

Seyrelme suyu mikroorganizmaların yaşamasını ve gelişmesini kolaylaştıracak inorganik tuzlar içermeli, toksik elementleri içermemeli, doyumluğa yakın çözünmüş oksijeni bulunmalıdır. Bu amaçla 20 °C’deki distile veya deiyonize su kullanılır. Distile suyun havalandırılması, bir hava pompasına bağlı difüzör kullanılarak veya seyreltme suyunu kısmen dolu bir kapta şiddetle çalkalayarak sağlanabilir. Havalandırılmış distile su ağzı pamuk tıkaçla kapatılarak korunur. İstenen hacimde distile su, uygun bir kaba alınır ve 1 L başına 1 mL fosfat tamponu, 1 mL magnezyum sülfat çözeltisi, 1 mL Kalsiyum Klorür çözeltisi ve 1 mL Demir Klorür çözeltisi ilave edilir. Bu karışım karıştırılarak veya bir hava pompası ile havalandırılır.

### **11.7.2. Aşılama**

Aşılama yapılacak kanalizasyon suyu, ana KOlektörlerden alınmalı ve zehirli olmamasına dikkat edilmelidir. Kanalizasyon suyu alındıktan sonra 24 saat içinde kullanılmalı ve kullanılıncaya kadar sürekli havalandırılmalıdır. Aşılama az önce havalandırma durdurulup kanalizasyon suyu çektilir. Aşılama için üstteki çözünmüş ve Kolloidal kısım-üst kısım- kullanılır.

### **11.7.3. Ön İşlemler**

- Kostik alkalinite veya asidite içeren numuneler pH 7’ye kadar H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> veya NaOH ilavesi ile nötralize edilir.
- Artık klor içeren numuneler ya 1–2 saat bekletilir ya da klor kalıntıları Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> ilavesi ile giderilir.
- Zehirli maddeler içeren sular bu zehirli maddelerin giderimi için özel işlemlere tabi tutulur. 9 mg/L’den fazla çözünmüş oksijen içeren numuneler veya alglerin aktif olarak geliştiği bölgelerden alınan numunelerin havalandırma veya şiddetli karıştırma ile çözünmüş oksijen konsantrasyonu doyumluğa kadar azaltılır. Bunun için numunenin sıcaklığı 20°C’ye getirilerek ve kısmen doldurulmuş ağzı açık şişede hızla karıştırılarak çözünmüş oksijen konsantrasyonu doyumluğa getirilir.

### **11.7.4. Seyreltme Tekniği**

Numunenin harcayabileceği çözünmüş oksijen miktarı göz önüne alınarak çeşitli seyreltme oranları kullanılır.

- İçme suları için seyreltme yüzdesi yarı yarıya olabilir.
- Çöktürülmüş atık sularda BOI aralığı genellikle 50–200 mg/L dir ve seyreltme yüzdesi %2-3 ve %3-4 olabilir.
- Arıtma işleminden geçirilmemiş atık sularda BOI aralığı 100–300 mg/L dir ve bunlara seyreltme yüzdesi % 1 -2 olabilir.
- Kirlenmiş nehir sularında seyreltme yüzdesi %25–100 olabilir.
- Göl suyu, nehir suyu, çay suyu için durumuna göre seyreltme yüzdesi %10–20 veya %50 olabilir.
- Çok kirlenmiş atık sular veya endüstriyel atık sular için %1-2 lik seyreltme yapmadan önce bir kısım atık su 10 kısım seyreltme suyu ile seyreltilir. Genellikle 1/500, 1/1000, 1/2000 seyreltme oranları bu tip atık suların BOI’ sinin ölçümünde iyi sonuçlar vermektedir.

Diğer bir yöntem ise, atık suyun tahmini BOI' sine göre seyreltme oranı seçimidir. Tahmini BOI'ye karşılık seçilecek % karışım seyreltme oranları aşağıdadır. Bunun için bir mezürde toplam hacim 1 L olacak şekilde seyreltmeler hazırlanır. Her örnek için beklenen BOI değerinin karşısındaki seyreltmeden başka tabloda onun bir alt ve bir üstünde yer alan seyreltmeler de yapılır. Böylece her bir örnek için üç seyreltme yapılmış olur.

| Atıksu yun, 300 mL'lik BOI şişesine doğrudan konulması |                   | Atıksuların seyreltme suyuna karıştırılması ile konulması<br>(Atıksu hacmi / Karışımın toplam hacmi) |                   |
|--------------------------------------------------------|-------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|-------------------|
| Atıksu (mL)                                            | BOI Sınırı (mg/L) | Karışımın (%)si                                                                                      | BOI Sınırı (mg/L) |
| 0.2                                                    | 3000-10500        | 0.1                                                                                                  | 2000-7000         |
| 0.5                                                    | 1200-4200         | 0.2                                                                                                  | 1000-3500         |
| 1                                                      | 600-2100          | 0.5                                                                                                  | 400-1400          |
| 2                                                      | 300-1050          | 1                                                                                                    | 200-700           |
| 5                                                      | 120-420           | 2                                                                                                    | 100-350           |
| 10                                                     | 60-210            | 5                                                                                                    | 40-140            |
| 20                                                     | 30-105            | 10                                                                                                   | 20-70             |
| 50                                                     | 12-42             | 20                                                                                                   | 10-35             |
| 100                                                    | 6-21              | 50                                                                                                   | 4-14              |

**Örnek:** Numunenin BOI' sinin 500 mg/L civarında olması bekleniyorsa en uygun seyreltme oranı (tablodan) % 1 olarak bulunur. 1 litrelik hacim için numune kabı iyice çalkalanarak pipetle,

$$(1/100) \times 1000 = 10 \text{ mL numune alınır.}$$

Tabloda %1 'in bir altında ve bir üstündeki seyreltme oranları %2 ve %0,5'tir ve bunlar için sırasıyla 20 mL ve 5 mL numune alınır. Üzerine 0.6 mg/ L'den çok aşı düzeltmesine neden olacak miktarda yani 1–2 mL aşı konur. Daha sonra seyreltme suyu ile litreye tamamlanır.

- 1) Bir cam bağıtle mezürü iyice karıştırılır.
- 2) pH'sı 6,5–9,5 sınırları dışında kalan seyreltmeler, 1 N NaOH veya 1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile nötrale edilerek pH'sı 7'ye getirilir.
- 3) Numune ile karışık seyreltme suyu, mezürden bir lastik boru yardımı ile hava almadan sifonlanarak üç BOI şişesine doldurulur.
- 4) Şişelerin ağzı kapatılarak ikisi beş gün sonra çözünmüş oksijen tayini yapılmak üzere inkübatöre konur. Diğerlerinde ise hemen çözünmüş oksijen tayini yapılır. İnkübatördeki şişelerin kapak kısmı dışarıdan hava almaması için distile su ile doldurulur ve beş günlük inkübasyon süresince kontrol edilerek eksildikçe ilave edilir.

## 11.8. Çözünmüş Oksijen Tayini

### 11.8.1. İnkübasyon

Sabit seyreltme suyu ve seyreltilmiş numuneleri 20 °C'de 5 gün süre ile karanlıkta inkübe edilir. 5 gün sonunda inkübatörden alınan numune ve şabitte çözünmüş oksijen tayini yapılır. İnkübatörden çıkarılan numunenin çözünmüş oksijen tayini konsantrasyonunun en az 1 mg/L ve birinci gün tayin edilen çözünmüş oksijen ile beşinci gün sonunda tayin edilen çözünmüş oksijen konsantrasyonları farkının en az 2 mg/L olması istenir. Bunu sağlayan seyreltme oranları

### 11.8.2. Aşı Düzeltmesi

Eğer numune aşılammamışsa, aşılama suyunun harcadığı çözünmüş oksijen, aşılama suyu çeşitli seyreltilerde 5 gün inkübe edilerek ve bunlar arasındaki %40–70 çözünmüş oksijen harcayan seyrelti esas alınarak yapılan hesap uyarınca göz önüne alınır ve BOI'de gerekli düzeltme yapılır.

Aşı düzeltmesi için, aşı olarak kullanılan havalandırılmış kanalizasyon suyundan seyreltme suyu ile %2 ve %5'lik iki seri seyreltme hazırlanır. Bu seyreltmeler de inkübatöre konur. Yapılan seyreltmelerden 5 günde %40–70 çözünmüş oksijen tüketimi yapan bir tanesi aşı düzeltme hesabında kullanılır.

### 11.8.3. Seyrelme Suyu Kontrolü

Üç BOI şişesi, aşılanmamış seyreltme suyu ile doldurulur. Ağzı kapatılır ve ikisi inkübatörde 20 °C'de tutulur ve birinde hemen çözünmüş oksijen tayini yapılır. İlk gün ve beşinci gün oksijen tüketimleri farkı 0,2 mg/L'yi geçmemelidir. Gözlenen tüketim, aşı kullanılmayan seyreltmelerde, seyreltme suyu düzeltmesi hesabında kullanılır.

### 11.8.4. Glikoz-Glutamik Asit Kontrolü

BOI deneyi bir biyo-sınama işlemidir. Bu nedenle elde edilen sonuçlar kullanılan uygun olmayan aşidan ve toksik maddelerden büyük ölçüde etkilenir. Aktif olmayan aşılar ve toksik bileşikler içeren seyrelme suları ile elde edilen BOI değerleri genellikle düşüktür.

Seyreltme suyunun kalitesi, aşının etkinliği ve analizcinin tekniği, periyodik olarak belli BOI' ye sahip saf organik bileşiklerin kullanılması ile kontrol edilebilir. Genellikle BOI tayininde Glikoz + Glutamik asit karışımı (her birinden 150 mg/L olmak üzere) bu amaç için uygun bulunmuştur. Bunun için 103 °C'de 1 saat kurutulmuş glikozdan ve glutamik asitten ayrı ayrı 150 mg tartılır ve pipetle 5 mL aşılanarak ölçülür. BOI şişesine konur. Aşılı seyreltme suyu ile şişe doldurulur ve 20 °C'de 5 gün inkübe edilir. Glutamik asit karışımının BOI<sub>5</sub> değerleri farklıdır. Örneğin çökeltmiş taze evsel atık su aşısı ile BOI<sub>5</sub> 218 mg/L, nehir suyu aşısı ile BOI<sub>5</sub> değeri 224-242 mg/L, aktif çamur çıkış suyu aşısı kullanıldığında ise BOI<sub>5</sub> değeri 221 mg/L bulunmuştur.

### 11.8.5. Ani Çözünmüş Oksijen İhtiyacı

Demir (II) iyonu; sülfid, sülfat ve aldehit gibi moleküler oksijen ile yükseltgenebilen maddeler, alıcı suda bir yük oluşturduğundan dikkate alınması gerekir. Böyle bir substratın toplam oksijen ihtiyacı hesaplanan ilk çözünmüş oksijen değeri ya da ani oksijen ihtiyacı (AOİ) ile 5 günlük BOI'nin toplamı kullanılarak bulunabilir. Ani oksijen ihtiyacının bulunması için, çözünmüş oksijen değeri ile seyrelme suyunun çözünmüş oksijen değerleri ölçülür. Hesaplanan ve 15 dakika sonra ölçülen çözünmüş oksijen değerleri arasındaki fark, ani oksijen ihtiyacı değerini verir.

## 11.9. Hesaplama

### a. Aşılama Yapıldığında:

$$BOI_5 (mg / L) = \frac{(D_1 - D_2) - (B_1 - B_2) \times f}{p}$$

### b. Aşılama Yapılmadığında:

$$BOI_5 (mg / L) = \frac{(D_1 - D_2)}{p}$$

D<sub>1</sub> = Numunenin hazırlandıktan 15 dakika sonraki çözünmüş oksijen değeri (mg/L)

D<sub>2</sub> = Seyreltik numunenin 5. Gün sonundaki çözünmüş oksijen değeri (mg/L)

B<sub>1</sub> = Aşının birinci gün çözünmüş oksijen değeri (mg/L)

B<sub>2</sub> = Aşının beşinci gündeki çözünmüş oksijen değeri (mg/L)

p = Numunenin seyreltme oranı (ondalık kesir olarak)

f = Numunedeki aşının kontroldeki aşıya oranı (seyreltme faktörü)

|                                                                            |
|----------------------------------------------------------------------------|
| $f = \frac{\text{Aşının Seyreltmedeki Oranı}}{\text{Aşı Seyreltme Oranı}}$ |
|----------------------------------------------------------------------------|

**Ani Oksijen İhtiyacı:**  $AOI (mg / L) = \frac{D_c - D_i}{p}$

D<sub>c</sub> = Seyreltme sonucu başlangıçtaki çözünmüş oksijen değeri (mg/L)

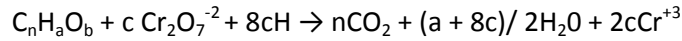
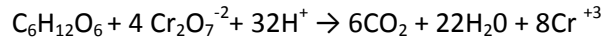
## 12. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI

### 12.1. Genel Bilgiler

Bir suyun veya atık suyun içerisindeki organik maddelerin kimyasal olarak oksitlenebilmesi için gerekli olan oksijen miktarının eşdeğer ölçüsüne KOİ denir. Bir suyun KOİ miktarının tespiti için, organik maddelerin oksidasyonu sırasında harcanan oksijen miktarı belirlenir. Bir suya ait KOİ tayini sonucu, BOİ'den farklı olarak biyolojik yollarla ayrışmayan bazı maddeleri de içerebilir. Bu metot tüm organik maddelerin kuvvetli oksitleyici maddelerle asidik ortamda oksitlenebilecekleri esasına dayanmaktadır. KOİ, nehir ve endüstriyel atıkların incelenmesi çalışmalarında önemli ve çabuk sonuç veren bir parametredir. Atıkların toksik madde içermemesi ve sadece Kolaylıkla kullanılabilir organik maddeleri içermesi halinde bulunan KOİ yaklaşık olarak nihai karbonlu BOİ değerine eşit çıkar.

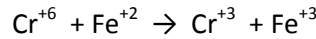
### 12.2. Ölçüm Esasları

Bir numunenin geri soğutucu altında %50 sülfirik asitli ve gümüş katalizli bir ortamda kaynatılarak organik maddelerin ayrışması sağlanır. Bu işlemler esnasında indirgenen bikromatın geriye kalan miktarı ölçülür. Yükseltgenme sonucu karbonlu organik maddeler CO<sub>2</sub> ve H<sub>2</sub>O'ya, azotlu organik maddeler ise NH<sub>3</sub>'e dönüşür. Organik maddelerin bikromatla (Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub><sup>-2</sup>) yükseltgenmesi



reaksiyon denkleminde göre uygun olarak %95-%98 verimle meydana gelir.

Reaksiyonda belli fakat fazla bir miktar bikromat kullanılır ve reaksiyondan geriye kalan bikromat demir amonyum sülfat Fe(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>2</sub> ile titre edilerek tayin edilir. Organik maddenin yükseltgenmesinde harcanan bikromat kantitatif olarak tayin edilir. Bikromat fazlasının demir amonyumsülfat (DAS) ile titrasyonu ferroin indikatörüne karşı yapılır. Ortamda Cr<sup>+6</sup> kalmadığında ilk damla demir amonyum sülfattaki Fe<sup>+2</sup> iyonları, ferroinle koyu kırmızı bir renk verir.



### 12.3. Deney Metotları

Açık Reflux Metodu atıkların fazla bulunduğu büyük hacimdeki sularda daha rahat uygulanır. Kapalı Reflux Titrimetrik ve Kapalı Reflux Kolorimetrik metotlar ise çok ekonomik olan metal tuzları ile uygulanır, ancak numune içerisindeki askıda katıların değerlerinin homojen olması gerekir.

### 12.4. Girişim

Düz zincirli alifatik bileşikler, aromatik hidrokarbonlar ve piridin belli bir seviyeye kadar okside edilemez. Ancak düz zincirli bileşikler; ortama gümüş sülfat katalizör olarak ilave edildiğinde kuvvetli bir şekilde oksitlenebilirler. Bununla beraber gümüş sülfat, klorür, bromür veya iyodür ile reaksiyona girerek çökelek verir ve deney süresince oksitlenerek doğabilecek hataları ortadan kaldırır. Ortamda bulunan klorür Ag<sup>+2</sup>'yi çöktürmesi hem de bikromat ile redoks reaksiyonuna girmesinden dolayı girişim meydana gelir. Bunu önlemek için ortama HgSO<sub>4</sub> bileşiği ilave edip klorür iyonu ile kompleks oluşturulur. Kirli sularda nitrit konsantrasyonu yaklaşık 1–2 mg/L seviyesinde olduğundan KOİ deneyinde girişime sebep olabilir ancak bu çok önemli değildir. Oluşabilecek girişimi engellemek için mg nitrit başına 10 mg sülfamik asit ilave edilmelidir.

### 12.5. Numune Alma ve Koruma

Bozunabilecek numunelerin analizi vakit kaybedilmeden yapılmalıdır. Numunelere 2 mL/L derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eklenerek 7 gün korunabilir. Çökebilan katı madde var ise numuneler blenderden geçirilerek homojenliği sağlanır.

## 12.6. Reaktifler (Ayrıraçlar)

- **Standart Potasyum Bikromat Çözeltisi (0,25 N):** Önceden iki saat süre ile 103 °C de kurutulmuş 12,259 g  $K_2Cr_2O_7$  distile suda çözülür ve 1000 mL'ye tamamlanır.
- **Sülfürik Asit Reaktifi:** 4 kg derişik sülfürik asit çözeltisine 22 gr  $Ag_2SO_4$  ilave edilip çözerek hazırlanır. Gümüş sülfatın asit içerisinde tamamen çözünmesi için 1 -2 gün bekletilmesi gerekir.
- **Standart Demir Amonyum Sülfat Çözeltisi (0,1 N):** 39 g  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$  distile suda çözülür. Çalkalayarak azar azar 20 mL sülfürik asit eklenir, soğutulur ve 1000 mL'ye tamamlanır. Bu çözelti kullanıldığı her gün standart bikromat çözeltisine karşı ayarlanmalıdır.
- **Standardizasyon:** 10 mL standart  $K_2Cr_2O_7$  çözeltisi 100 mL'ye tamamlanır. Üzerine 30 mL derişik  $H_2SO_4$  ilave edilip soğumaya bırakılır. Demir amonyum sülfat ile 2–3 damla ferroin indikatörü kullanılarak titre edilir. Normalite =  $mL K_2Cr_2O_7 \times 0,25 / mL Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$
- **Ferroin İndikatör Çözeltisi:** 1,485 g 1,10 fenantrolin monohidrat ve 0,695 g  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2$  distile suda çözülür ve 100 mL'ye tamamlanır.
- **Gümüş sülfat:**  $AgSO_4$ , toz halinde
- **Sülfamik Asit:** Nitrit girişimi olduğu zaman kullanılır.

## 12.7. Deneyin Yapılışı

- Şahit için 20 mL distile su ve iyice karıştırılmış 20 mL numune 250 mL'lik şilifli balon jojelere konur. Numunedeki KOI'nin yüksek olduğu tahmin ediliyorsa daha az bir hacim alınarak distile su ile 20 mL'ye tamamlanır.
- Balon jojeye birkaç kaynama taşı ve 0,4 g civa sülfat ( $HgSO_4$ ) konur.
- Balon joje musluk altında çalkalayarak soğutulurken 5 mL gümüşlü sülfürik asit ( $Ag_2SO_4 \cdot H_2SO_4$ ) ilave edilir. Burada civasülfatın tamamı çözölmelidir.
- Pipetle 10 mL standart bikromat çözeltisi eklenir ve karıştırılır.
- Balon jojeler soğutucuya takılır, soğutma suyu açılır. Soğutucunun üst ağzından 25 mL gümüşlü sülfürik asit reaktifi yavaşça boşaltılır. Bu arada balon joje sürekli çalkalanır.
- Soğutucunun tepesine ters çevrilmiş bir beher kapatılır. Isıtıcı açılır, kademeli olarak 5 dakikada en yüksekçe getirilir. Balon joje içindekiler geri soğutma altında 2 saat süreyle kaynatılır.
- Reaksiyonlar sırasında soğutma suyu çıkışı fazla ısınmışsa ısıtıcı kapatılarak kaynamanın tamamen durması sağlanır. Az bir miktar su ile soğutucunun içi ve şilifli balon jojenin içine yıkanır.
- Balon jojeye 60 mL kadar distile su konur, ağzına bir beher kapatılarak oda sıcaklığına soğutulur.
- 2–3 damla ferroin indikatörü eklenir ve Standart demir amonyum sülfat (DAS) çözeltisi ile mavi- yeşilden kırmızı renge kadar titre edilir.

**Dikkat:** Daha önce belirtildiği gibi standart demir amonyum sülfat çözeltisi kullanıldığı gün mutlaka standart bikromat çözeltisine göre ayarlanmalıdır.

$$KOI(mg / L) = \frac{(A - B) \times N \times 8000}{Numune(ml)}$$

A: Şahidin demir amonyum sülfat sarfiyatı (mL)

B: Numunenin demir amonyum sülfat sarfiyatı (mL)

N: Demir Amonyum Sülfat Çözeltisinin normalitesi (N)

### 13. YAĞ VE GRES TAYİNİ

Yağ ve gres tayininde, özel bir maddenin mutlak miktarı ölçülmez buna karşılık benzer fiziksel karakteristiklere sahip maddeler grubu, triklorotrifloroetan (freon) da çözünmeleri esasına dayanarak tayin edilir. Yağ ve gres, freonda çözünerek geri kazanılabilen materyal olarak tanımlanabilir. Yağ ve gres; asitlendirilmiş numuneden çözücü vasıtası ile ekstrakte edilen sülfür bileşikleri, bazı organik boyalar ve klorofil gibi diğer bileşenleri de içermektedir. Sıvı numuneler için yağ ve gres tayininde üç metot kullanılmaktadır: 1- Kısmi gravimetrik metot, 2- Kısmi infrared metodu, 3- Soxhlet Metodu

#### 13.1. Kısmi Gravimetrik Metot ile Yağ ve Gres Tayini

Çözünmüş veya emülsifiye yağ ve gres, freon çözücüsü ile ilk temas halinde ekstrakte edilerek sudan ayrılır. Bazı ekstraktlar; örneğin doymamış yağlar ve yağ asitleri, Kolayca okside olabildiğinden, bu etkiyi minimuma indirmek için sıcaklık ve solvent buharı ile yer değiştirme konusunda özel önlemlerin alınması gerekir. Freon sadece yağları değil tüm organik maddeleri çözebilme kabiliyetindedir. Sadece yağ ve gresi seçimli olarak çözebilecek herhangi bir çözücü henüz bilinmemektedir. Solvent uzaklaştırma sırasında kısa zincirli hidrokarbonların ve basit aromatiklerin buharlaşma sureti ile kaybı söz konusudur.

Benzinden iki nolu fuel oile kadar petrol distilatlarının önemli bir kısmı bu işlem sırasında kaybolur. Petrol ürünlerinin ağır fraksiyonları ise çözücü ile ekstrakte edilemediğinden kalıntı olarak numunede kalırlar.

#### 13.2. Araç ve Gereçler

1 L'lik teflon tıpalı ayırma hunileri, su banyosu, filtre kağıdı, distilasyon balonu (125 mL'lik)

#### 13.3. Reaktifler

- **Hidroklorik Asit:** HCl (1+1)
- **Triklorotrifloroetan (1,1,2-trikloro-1,2,2-trifloroetan):** K.N. 47°C'dir. Çözücü buharlaştırma sırasında herhangi bir ölçülebilir kalıntı bırakmamalıdır.
- **Sodyum Sülfat (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>):** Anhidrit, kristal halinde olmalıdır.

#### 13.4. Deneyin Yapılışı

Yaklaşık 1 L numune alınır ve numune hacmi işaretlenir. Numune pH 2 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 triklorotrifloro etan ilavesi ile dikkatli bir şekilde çalkalanır ve solvent yıkama çözeltisi ayırma hunisine eklenir. Ayırma hunisi yaklaşık 2 dakika süre ile şiddetli bir şekilde karıştırılır. Çözücü tabakası aşağıdan ayrılarak çözücü ile ıslatılmış filtre kağıdı içeren bir huniden, darası önceden belirlenmiş bir distilasyon balonuna alınır. Eğer berrak bir çözücü tabakası elde edilmemişse filtre kağıdı hunisine 1 g Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ilave edilir ve emülsifiye çözücü kristaller üzerine yavaşça dökülür. Gerekirse daha fazla Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ilave edilir. Ekstraksiyon işlemi her defasında 30 mL'lik çözücü hacmi ile olmak üzere iki kez tekrarlanır. Bütün ekstraktlar darası bilinen distilasyon 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 distile edilir. Numune kabı 15 dakika süre ile su banyosunda 70 °C'de tutulur ve son bir dakika süre içinde vakum uygulanarak hava verilir. Daha sonra distilasyon balonu desikatörde 30 dakika kadar soğutulur ve tartılır.

#### 13.5. Sonucun Hesabı

Eğer deneyde katı halde kalıntı bırakmayan bir çözücü kullanılmış ise distilasyon balonunun ağırlığındaki artış esas olarak numunenin yağ ve gres içeriğini göstermektedir.

|                                                                                    |                                                                                                                                                                          |
|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $\text{mg Yağ ve Gres} / \text{L} = \frac{(A - B) \times 1000}{\text{Numune}(ml)}$ | A: Balonun yağ ve gres içerikli toplam ağırlığı<br>B: Balonun çözücü şahidindeki kalıntılar hariç ağırlığı ise numunedeki yağ ve gres içeriği aşağıdaki şekilde bulunur. |
|------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|

## 14. FOSFOR TAYİNİ

Doğal ve atık sularda fosfor genellikle fosfatlar halinde bulunur. Bunlar ortofosfatlar, kondense fosfatlar (piro, meta ve diğer polifosfatlar) ve organik bağlı fosfatlardır. Bu fosfat formian çeşitli kaynaklardan gelmektedir. İçme suyu arıtımı sırasında küçük miktarlarda kondense fosfatlar suya ilave edilir. Su temizlik amacıyla çamaşırhanelerde veya diğer yerlerde kullanıldığında ise büyük miktarlarda kondense fosfatlar suya ilave edilir. Fosfat bileşikleri kazan sularının arıtımında yoğun bir şekilde kullanılırlar. Ekim yapılan zirai alanlara ortofosfatlar gübre olarak verilir. Yağmur drenajları ile sulamadan dönen sularla bu ortofosfat bileşikleri, zirai alanlardan yüzeysel sulara taşınırlar. Organik fosfor bileşikleri ise biyolojik prosesler sonucu oluşur ve evsel atık sulara insan atıkları ve gıda artıkları ile karışır. Biyolojik arıtma proseslerinde organik fosfatlar ve polifosfatlar ortofosfatlara dönüştürülür.

Fosfor mikroorganizmaların büyümesi için gerekli temel elementlerden olup, su ortamında birincil üretkenliği kısıtlayıcı bir nütrienttir. Fosforun büyümeyi kısıtlayıcı nutrient olması sebebiyle ham veya arıtılmış atık suların, zirai drenajların veya bazı endüstriyel atık suların su ortamına deşajı, fotosentetik, akuatik mikro ve makro organizmaların istenmeyen miktarlarda gelişmesine yol açar. Fosfatlar aynı zamanda biyolojik çamurlarda ve dip sedimentlerinde hem çökelmiş anorganik formiarda, hem de organik bileşiklerin içeriğinde bulunabilir.

### 14.1. Kolorimetrik Metotla Fosfor Tayini

Ortofosfat tayini için üç ayn metot uygulanır. Metot seçimi ortofosfat konsantrasyonuna bağlıdır. Vanadomolibdofosforik Asit Metodu 1- 20 mg P/L, Kalay Klorür ve Askorbik Asit Metodu ise 0,01- 6 mg P/L aralığındaki konsantrasyonlar için uygulanır. Bu aralıktan daha düşük seviyedeki fosfor konsantrasyonlarının tayini için ekstraksiyon işlemi tavsiye edilir.

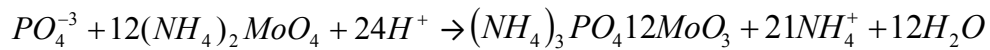
### 14.2. Numune Alma ve Saklama

Eğer fosfor formlarının birbirinden ayrılması istenirse, numune alınır alınmaz filtrelenmelidir. -10 °C'nin altında dondurulmak suretiyle numuneler saklanır. Numunelere 40 mg HgCl<sub>2</sub> ilave edilir. Numune uzun süre saklandığında içine kimyasal ilavesi yapılmalıdır. Çeşitli fosfor formlarının tayini yapılacaksa; numuneler asit veya CHCl<sub>3</sub> ilave edilmemelidir. Eğer su numunesinde sadece toplam fosfor belirlenecekse; 1 mL derişik HCl 1 L su ilave edilmeli veya hiçbir şey ilave edilmeden numune dondurulmalıdır.

### 14.3. Kalay Klorür Metodu

Metodun esası; molibdofosforik asidin oluşturulması ve kalay klorürle yoğun renkli molibden mavisine indirgenmesine dayanır. Bu metotta minimum tayin edilebilir fosfor konsantrasyonu 3µg P/L'dir.

Fosfat iyonu, amonyum molibdat ile asit şartlarda amonyum fosfo molibdat olarak bilinen kompleksi oluşturur.



### 14.4. Reaktifler

- Amonyum molibdat Reaktifi;** 25 g  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ , 175 mL distile suda çözülür. Dikkatli bir şekilde 280 mL derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 400 mL saf suya ilave edilir, soğutulur. Bu karışıma Molibdat çözeltisi ilave edilerek, distile su ile 1 L'ye tamamlanır.
- Kalay Klorür Reaktifi;** 2,5 g taze SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O, 100 mL gliserinde çözülür. Su banyosunda ısıtılır ve çözünmeyi hızlandırmak üzere cam baget ile karıştırılır. Bu reaktif kararlı olup, koruyucu madde ilavesi veya özel saklama işlemi gerektirmez.
- Stok Fosfat Çözeltisi;** Bir miktar distile suda 219,5 mg anhidro KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> çözülür ve 1 L'ye seyreltilir. 1,0 mL çözelti, 50 µg PO<sub>4</sub>- P içerir.

#### 14.5. Deneyin Yapılışı

**a) Kalibrasyon Hazırlanışı:** Stok çözeltiden 0.1- 0.2- 0.4- 0.8- 1.2- 1.6- 2.0- 3.0- 4.0 mL alınıp 100 mL'lik balon jöjelere aktarıldıktan sonra saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Böylece sırası ile 0.05- 0. 1- 0.2- 0.4- 0.6- 0.8- 1 .0- 1 .5— 2.0 mg/L konsantrasyonlarda standart çözeltiler hazırlanmış olur.

**b) Analiz İşlemi:** 100 mL numuneye 4 mL amonyum molibdat, 8 damla kalay klorür eklenir. 10 dakika sonra (12 dakikadan önce) uygun dalga boyunda (690 nm) absorbansı ölçülür. Bu işlemler kalibrasyon işlemi yapılmış diğer numunelere de uygulanır. Spektrofotometrenin kalibrasyonu için bir şahit numune hazırlanması unutulmamalıdır.

Renk gelişim hızı ve oluşan rengin yoğunluğu son çözeltinin sıcaklığına bağlıdır. Sıcaklıktaki her bir derecelik artış renkte % 1 oranında artışa neden olur. Bu nedenle numuneler, birbirleriyle aralarındaki sıcaklık farkı 2°C içinde olacak şekilde 20°C ile 30°C arasında tutulmalıdır.

#### 14.6. Sonucun Hesabı

Elde edilen kalibrasyon verilen ile bir kalibrasyon grafiği çizilerek konsantrasyonu bilinmeyen numunenin  $PO_4^{-3}$  konsantrasyonu bulunur.

### 15. KAYNAKLAR

1. **APHA, AWWA, WPCF, 1990.** Standart Methods for the Examination of Water and Wastewater, 18<sup>th</sup> Ed.
2. **Bakan, G., Yüzbaşı, N., Kuleyin, A., Kilim, Y., 1997.** Çevre Kimyası Laboratuvarı, Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, SAMSUN
3. **Eroğlu, V., 1991.** Su Tasfiyesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, İnşaat Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, İSTANBUL
4. **Howe, RFL., 1967.** Applied Chemistry for Water Purification and Wastes Treatment, Volume1, Çağlayan Scientific Publish.
5. **Nathanson, J., 1997.** Basic Environmental Technology-Water Supply, Waste Management & Pollution Control, Union County College, Cranford, NewJersey, USA.
6. **Samsunlu, A., 1999.** Çevre Mühendisliği Kimyası, İstanbul Teknik Üniversitesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, İSTANBUL
7. **Sawyer, C.N., McCarty, PL., 1978.** Chemistry for Environmental Engineering. International Student Edition, McGraw Hill LTD.
8. **Sevindir, C., Beyhan, M., Kılıç, M., 1996.** Çevre Kimyası Laboratuvarı, Süleyman Demirel Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, İSPARTA
9. **Şengül, F., Türkman, A., 1991.** Su ve Atıksu Analizleri, Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Mimarlık Fakültesi, Çevre Mühendisliği Bölümü, Bornova, İZMİR