

**T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ
ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

ÇEVRE KİMYASI LABORATUVARI-I

**PROF. DR. GÜLFEM BAKAN
Arş.Gör.Arife ŞİMŞEK**

SAMSUN 2018

| Çevre Kimyası- I | |
|--|--------------------------------|
| <u>Uygulama</u> | <u>Tarih</u> |
| 1.Deneysel Hata Hesaplamaları | 9 Ekim 2018 |
| 2.Çözeltilerin Birincil Standartlarla Standardizasyonu | 16 Ekim 2018 |
| 3.Asit-Baz Titrasyonu | 23 Ekim 2018 |
| 4.Evsel Atıksularda Katı Maddelerin Tayini | 30 Ekim 2018 |
| 5.Zayıf Bir Asitin Asitlik Sabitinin Tayini | 6 Kasım 2018 |
| 6.Karbonat Bileşiklerinin Tayin Edilmesi | 13 Kasım 2018 |
| <u>Ara Sınav</u> | <u>17-25 Kasım 2018</u> |
| 7.Asidite Tayini | 27 Kasım 2018 |
| 8.Serbest CO ₂ – Klorür Tayini | 4 Aralık 2018 |
| 9.Serbest Klor Tayini | 11 Aralık 2018 |
| 10.Toplam Sertlik Tayini | 18 Aralık 2018 |
| Laboratuvar Sınavı | 25 Aralık 2018 |

LABORATUAR UYGULAMASINDA DİKKAT EDİLECEK NOKTALAR

- Laboratuar çalışması süresince tüm öğrencilerin titiz ve dikkatli davranması çalışma güvenliği açısından oldukça önemlidir. Çalışma tamamlandıktan sonra, laboratuar koşulları mevcut haline tekrar getirilene kadar gerekli düzen ve temizlik öğrencinin sorumluluğundadır. **Kimyasal maddelerin** ve çözeltilerin kullanımı sırasında **ellere, yüze ve vücuda bulaşmamasına** çok özen gösterilmelidir.
- Deneyde kullanılacak alet ve cam malzemenin **temiz** olmasına dikkat edilmeli, kırık ve çatlak araç-gereçle çalışmamalıdır. Deney bitiminde çalışma yeri ve kullanılan malzeme temizlenmelidir. Herhangi bir yere **asit** veya başka bir **aşındırıcı kimyasal** döküldüğünde anında **bol su ile yıkanmalıdır**.
- Kimyasal madde alırken, alınan kabın üzerindeki **etiket dikkatle okunmalı**, doğru maddenin alındığından emin olunmalıdır. Ayrıca kullanılan kimyasal maddeler doğrudan büyük şişelerden alınmamalıdır. Gereken miktar kadar sıvı reaktifler, reaktif şişelerine, katı maddeler de kapaklı geniş ağızlı cam veya plastik şişe ya da kavanozlara konulmalıdır. Reaktif şişeleri üzerine **reaktif adını** ve **konsantrasyonunu** belirten **etiketler** yapıştırılmalı ve kullanım sırasında **kapakları** açık bırakılmamalı **sıkıca kapatılmalıdır**.
- **HNO₃, HClO₄** gibi organik maddeleri etkileyen reaktifler için **cam kapaklı cam şişeler** kullanılmalıdır. Camı etkileyen **HF** ve **derişik alkali hidroksit** çözeltileri ise **plastik şişelerde** tutulmalıdır.
- Bir kimyasal madde veya çözeltiyi bulunduğu kaptan alırken kullanılan araç kesinlikle **kuru** ve **temiz** olmalıdır. Özellikle sıvılardan birini almak için kullanılan cam malzeme başka bir sıvı için kullanılmamalıdır.
- **Asit, baz** veya **tuz çözeltilerinin hazırlanmasında; bu maddelerin üzerine su dökülmemelidir**. Çünkü ani köpürmeler istenmeyen durumlara yol açabilir. Bu nedenle **suyun üzerine** bu tür maddeler **yavaşça** eklenmelidir.

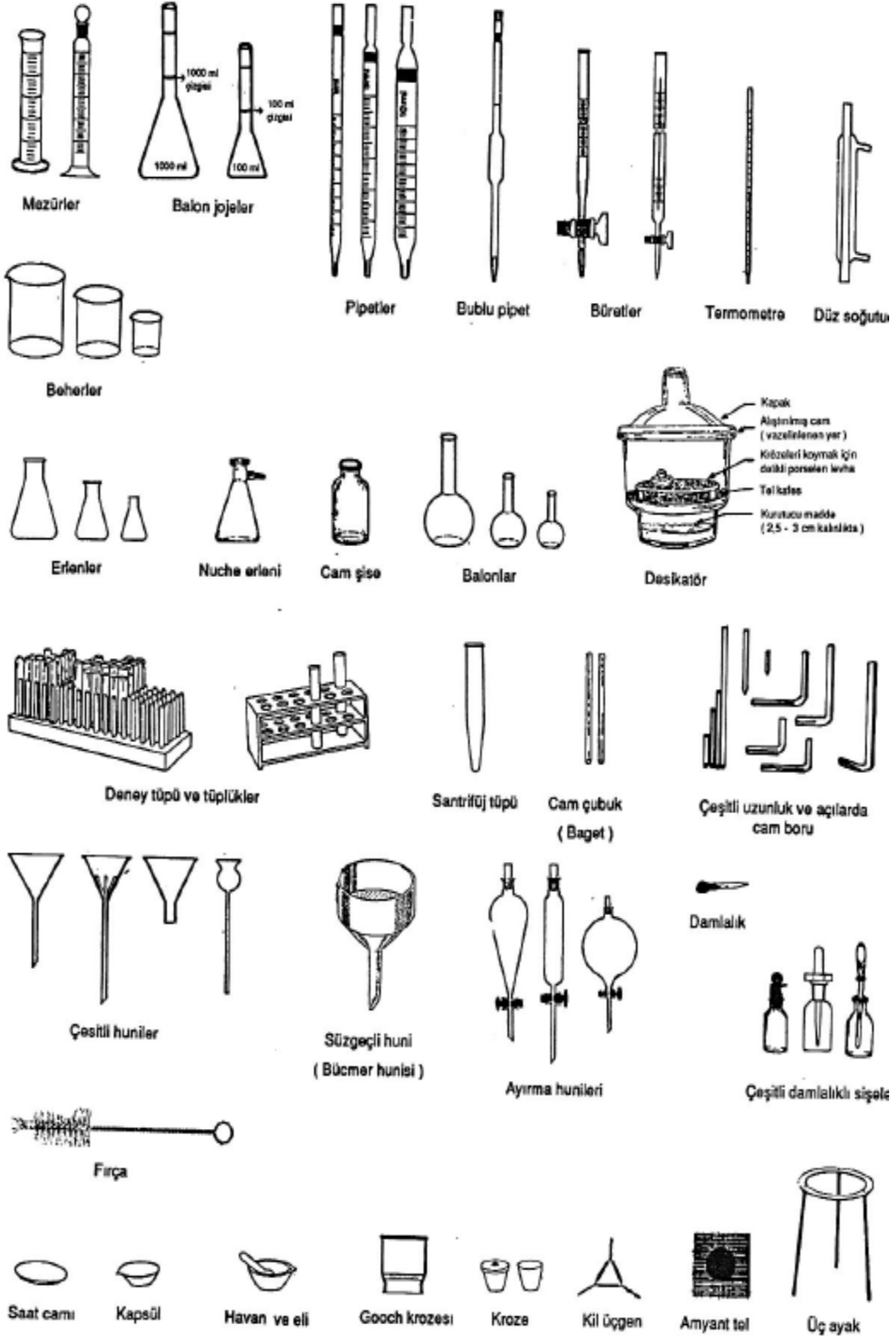
Laboratuar Çalışmalarında Öğrencinin Temin Etmesi Gereken Malzemeler;

1. Laboratuar Önlüğü ve İlgili Deney Föyü
2. Küçük Not Defteri (Ajanda Kullanılması Önerilir)
3. Cam Kalem ve Etiket
4. Sterilizasyon ve Temizlik Malzemeleri (Eldiven, Sıvı Sabun, Kağıt Havlu veya Tuvalet Kağıdı; Tercihen İyi Kalitede Olmaları Önerilir).

Deney Raporu Yazım Tekniği

1. Kapak Sayfası
 2. Teori (*literatür çalışması*)
 3. Veri Analizi ve Hata Hesaplamaları
 4. Sonuç ve Tartışma (*yorum*)
 5. Kaynaklar
- **Öğrenci, ilgili deneye hazırlıklı gelmeli, deney başlangıcında ve sonunda yapılacak kısa süreli sınavlara (quiz) katılmalıdır.**
 - Öğrencinin, deney sonuç raporunu hazırlarken, mümkün olduğunca farklı kaynaklara başvurması tavsiye edilir.

ÇEŞİTLİ LABORATUVAR MALZEMELERİ



DENEY 1**DENEYSEL HATA HESAPLAMALARI****AMAÇ**

- 1- Analitik sonuçlarda değişik hataların oluşumunun ve göreceli öneminin gösterilmesi,
- 2- Kimyasal bir tayinde, toplam göreceli (relatif) hatanın hesaplanmasının gösterilmesi,
- 3- Kimyasal bir tayinde, toplam kabul edilebilir göreceli hata hesabının gösterilmesi.

TEORİ

Çevre kimyası analiz sonuçlarının değerlendirilmesinde, analiz sonucunun hata hesaplarının yapılması şarttır. Çünkü çevre kimyası ölçüm parametreleri genelde çok düşük seviyelerde (ppm, ppb) ve kriterler belli sınırlar içinde olduğundan, ölçüm sırasında, numune alınmasından başlayarak her türlü hata sonucunda tamamen farklı sonuçların çıkmasına neden olunabilir.

Deneysel Verilerdeki Hata Çeşitleri :

1- Rastgele (Random) Hatalar: Her ölçümde mevcuttur; çok değişken ve genelde parametrelerin "doğru değeri" ile karşılaştırıldığında, ölçüm sonucunu çok etkilemediği saptanmıştır. Ancak, paralel ölçümlerin birbirlerinden veya ortalama değerden sapmasına neden olurlar. Rastgele hatalar, genelde, kontrol edilemeyen hatalardır. Örneğin, ölçüm yapılan aletin sabit ölçüme gelmemesi, numuneye eklenen reaktifin miktarının kişinin el alışkanlığıyla saptanması gibi.

2- Sistematik Hatalar : Bu hatalar, doğru değerlerinden büyük ve küçük oldukları durumlarda hep mevcuttur. Sonucu mutlaka etkilerler. Örneğin, ortamda numuneyi enterfere edecek bir madde varsa, ölçüm sonucunu etkiler. Genelde, seçilen metodun doğru uygulanmamasından veya ölçüm metodunun o parametre için doğru metod olmamasından kaynaklanır. Genelde, aletsel hatalar, metod hataları, kişisel hatalar ve büyük hatalar olarak gözlenir.

Doğruluk (Accuracy) : Bir ölçümün doğru veya kabul edilen değerine olan yakınlığını ifade eder; genelde hatalarla açıklanır. Sonuçla, doğru değer arasındaki uyumu açıklar.

Hassasiyet (Presicion) : Aynı numunenin yapılan birkaç ölçüm sonucu arasındaki uyumunu gösterir. Hassasiyet, basitçe, ölçümün tekrarlanmasıyla bulunur. Ancak, doğruluk hiçbir zaman tam olarak hesaplanamaz. Çünkü bir parametrenin numune içindeki " gerçek değeri " hiçbir zaman bilinmez, sadece bir " kabul edilebilir " değeri vardır.

Absolute Hata (d) : Numunede ölçülen parametrenin gerçek değeri (μ ile analitik sonucu (x) arasındaki farka denir.

$$d = | \mu - x |$$

Relatif (göreceli) Hata (e) : Doğruluk değerinin bir kriteridir.

$$e = \frac{d}{\mu} = \frac{|\mu - x|}{\mu}$$

Genelde % olarak ifade edilir.

$$\% e = \frac{|\mu - x|}{\mu} \cdot 100$$

Kural 1: Toplama ve çıkarma işlemlerinde ,relatif hatalar toplanır.

$$\bar{A}_r = \bar{A}_x + \bar{A}_y$$

Kural 2: Çarpma ve bölme işlemlerinde, relatif hatalar toplanır, ancak absolute hatalar toplanmaz.

$$\frac{\Delta r}{r} = \frac{\Delta x}{x} + \frac{\Delta y}{y}$$

HATA HESAPLAMALARI İÇİN ÖRNEK**A.% RE' nin Hesaplanması**

Demirin Spektrofotometrik analizi

Kalibrasyon eğrisinin Hazırlanması: 2 ml, 1 ml, 10 ml, (50 ml+25 ml+2 ml), 10 ml'lik pipetler kullanılarak aşağıdaki reaktifler ilave edilir.

- Standart çözelti, 2 ml
- NH₂OH.HCL çözeltisi, 1 ml
- NaC₂H₃O₂.3H₂O çözeltisi, 10 ml
- Saf su, 77 ml
- 1.10 phenantrolin, 10 ml

Kullanılan Malzemeler İçin Absolute Hatalar

| Pipet | Absolute Hata |
|-------|---------------|
| 1 ml | - |
| 2 ml | 0.006 |
| 10 ml | 0.020 |
| 25 ml | 0.025 |
| 50 ml | 0.050 |

Yöntemdeki toplam relatif hata aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$RE1=(0.006/2)\times 100=0.3\%$$

$$RE2= -$$

$$RE3=(0.020/10)\times 100=0.2\%$$

$$RE4=((0.050/50)\times 100)+((0.025/25)\times 100)+((0.006/2)\times 100)$$

$$=0.1+0.1+0.3$$

$$=0.5\%$$

$$RE5=(0.020/10)\times 100=0.2\%$$

$$\text{Toplam \% RE}=0.3+0.2+0.5+0.2=1.2\%$$

B.Hataların Tanıtımı

Formüle göre oluşan sülfat iyon konsantrasyonunu bulmak için:

$$\text{mg/l SO}_4=(\text{mg Ba} \times 411,5)/\text{ml numune}$$

$$\text{mg BaSO}_4(\text{ağırlık olarak})=10 \text{ g}$$

$$\text{ml numune}=2 \text{ ml}$$

(2 ml'lik pipetle ölçülmüş)

$$\text{mg/l SO}_4=((10\pm 0.0001)\times 411,5)/(2\pm 0.006)$$

$$=(4115\pm 0.0411)/(2\pm 0.006)$$

$$\bar{A}x = 0,0411$$

$$x= 4115$$

$$\bar{A}y = 0,006$$

$$y= 2$$

$$r = \frac{x}{y} = \frac{4115}{2} = 2057$$

$$\frac{\Delta r}{r} = \frac{\Delta x}{x} + \frac{\Delta y}{y} \quad \frac{\Delta r}{2057} = \frac{0.0411}{4115} + \frac{0.006}{2}$$

$$\bar{A}r=6.1915$$

$$\boxed{r \pm \bar{A}r}$$

$$2057 \pm 6.1915$$

ALETLER VE MADDELER

- Büretler
- Bir dereceli pipetler
- Dereceli pipetler
- Volümetrik (hacimsel) aletler
- Saf su

YÖNTEM

1- 100 ml. hacim aşağıdaki aletlerle ayrı ayrı ölçülür.

a- Bir dereceli pipetler (50 ml)

b- Dereceli pipetler (5, 10 ml)

c- Volümetrik aletler (25, 50, 100 ml)

Her defasında, aleti kaç kere kullandığınızı belirtiniz, ayrıca ölçülen miktarların ağırlık ölçümlerini de alınız.

2- Her defasında, bir kez kullanım için oluşan hata miktarını (Tablodan bakınız) okuyup, veri tablonuza yazınız.

3- Bu kez de, 50 ml. hacim için, yukarıdaki aynı aletlerle ve aynı yöntem uygulanır, bu defa da veriler oluşturulan ikinci bir tabloya kaydedilir.

VERİLER

1- Aşağıdaki bilgileri içeren ilk ve ikinci hacim ve ağırlık ölçümlerini gösteren birer tablo hazırlayınız.

a- Aletin kaç kez kullanıldığı,

b- Görünen hacim (ml),

c- Bir kez kullanım hatası (Tablo 1) (ml),

d- Görünen hacim veya ağırlık için toplam hata miktarı (100 ml ve 50 ml için),

e- Göreli hata (100 ml ve 50 ml için),

f- Gerçek hacim (ml).

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1- Her denemedeki hacimsel ve ağırlık ölçümleri için hata miktarlarını belirtiniz.

2- Her ölçüm için toplam göreli hatayı hesaplayınız.

3- Gerçek hacime karşılık, görünen hacim miktarlarını çiziniz ve sonra oluşan çizimde ölçüm için en uygun değeri gösteriniz.

4- Bir titrasyon deneyinde hacim ölçümünden doğan hata miktarını hesaplayınız. Reaktifin milimol cinsinden 2 M çözeltiye karşı titre edildiğini farzedin.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

1. Çevre kimyası analizlerinde hata hesaplamalarının önemini tartışınız.
2. İstatistiksel olarak verilerin analiz edilmesinde hata hesaplarının önemini tartışınız.

TABLO 1. HACİMSEL ÖLÇÜMLERDEKİ HATALAR

| | HACİM | OKUMA HATASI | KALİBRASYON TEKNİĞİNE GÖRE MÜSAADE EDİLEBİLİR SAPMA (ML) | | | | | KALİBRE EDİLMİ ^a MALZEMEDEKİ MALZEMEDEKİ TOPLAM ABSOLUTE HATA (ML) | | | | | |
|------------------------------|-------|--------------|--|----------|-------|---------------|-------|---|----------|-------|---------------|-------|--|
| | | | CHECH OSLAVA KİA | GERMA NY | USA | GREAT BRITAIN | | CZECHOS LAVAKIA | GERMAN Y | U.S.A | GREAT BRITAIN | | |
| | | | | | | A | B | | | | A | B | |
| BÜRETLER | 10 | 0.025 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.020 | 0.040 | 0.045 | 0.045 | 0.045 | 0.045 | 0.045 | |
| | 25 | 0.050 | 0.030 | 0.030 | 0.030 | 0.030 | 0.050 | 0.080 | 0.080 | 0.080 | 0.080 | 0.100 | |
| | 50 | 0.100 | 0.040 | 0.040 | 0.050 | 0.050 | 0.100 | 0.140 | 0.140 | 0.140 | 0.150 | 0.200 | |
| BİR DERECELİ PİPETLER | 1 | 0.010 | 0.06 | - | - | 0.007 | 0.015 | 0.016 | - | - | - | 0.025 | |
| | 2 | 0.020 | 0.06 | 0.006 | 0.006 | 0.010 | 0.020 | 0.026 | 0.026 | 0.026 | 0.026 | 0.040 | |
| | 5 | 0.014 | 0.010 | 0.010 | 0.010 | 0.015 | 0.030 | 0.024 | 0.024 | 0.029 | 0.029 | 0.044 | |
| | 10 | 0.019 | 0.015 | 0.015 | 0.020 | 0.020 | 0.040 | 0.034 | 0.034 | 0.039 | 0.039 | 0.059 | |
| | 25 | 0.031 | 0.025 | 0.025 | 0.025 | 0.030 | 0.060 | 0.006 | 0.056 | 0.056 | 0.061 | 0.091 | |
| | 50 | 0.037 | 0.055 | 0.035 | 0.050 | 0.040 | 0.080 | 0.072 | 0.072 | 0.067 | 0.077 | 0.117 | |
| DERECELİ PİPETLER | 2 | 0.020 | - | - | 0.010 | 0.006 | 0.010 | - | - | 0.050 | 0.026 | 0.050 | |
| | 5 | 0.015 | - | - | 0.020 | 0.010 | 0.020 | - | - | 0.035 | 0.025 | 0.035 | |
| | 10 | 0.025 | - | - | 0.030 | 0.030 | 0.050 | - | - | 0.055 | 0.055 | 0.075 | |
| | 30 | 0.060 | - | - | 0.050 | - | - | - | - | 0.110 | - | -- | |
| HACİMSEL KAPLAR | 25 | 0.050 | 0.015 | - | 0.030 | 0.03 | 0.06 | 0.065 | - | 0.080 | 0.060 | 0.100 | |
| | 50 | 0.075 | 0.020 | 0.020 | 0.050 | 0.05 | 0.10 | 0.095 | 0.095 | 0.125 | 0.125 | 0.125 | |
| | 100 | 0.120 | 0.050 | 0.050 | 0.060 | 0.08 | 0.15 | 0.170 | 0.170 | 0.200 | 0.200 | 0.270 | |
| | 250 | 0.180 | 0.080 | 0.060 | 0.120 | 0.15 | 0.30 | 0.290 | 0.260 | 0.300 | 0.330 | 0.480 | |
| | 500 | 0.350 | 0.140 | 0.140 | 0.150 | 0.25 | 0.50 | 0.490 | 0.490 | 0.500 | 0.600 | 0.850 | |
| | 1000 | 0.500 | 0.160 | 0.160 | 0.300 | 0.40 | 0.80 | 0.680 | 0.680 | 0.600 | 0.900 | 1.300 | |
| | 2000 | 1.000 | 0.350 | 0.350 | 0.500 | 0.60 | 1.2 | 1.330 | 1.330 | 1.500 | 1.600 | 2.200 | |

KAYNAK:Eckscloger, K . Errors Measurement I And Results in Chemical Analysis , Van Nostrand , Reinhold Company Ltd, 1969

DENEY 2**ÇÖZELTİLERİN BİRİNCİL STANDARTLARLA STANDARDİZASYONU****AMAÇ**

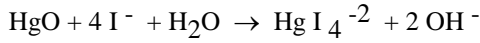
- 1- Çevre kimyasında kullanılan çözeltilerin standardizasyonunun öneminin gösterilmesi,
- 2- Standard çözeltilerin kullanımında oluşan kişisel hataların etkilerinin gösterilmesi,
- 3- Büretlerin kullanımı ve kalibrasyonu.

TEORİ

Tam olarak bilinen miktarda reaktif içeren ayarlı çözeltilere " standard çözeltiler " denir. Reaktifte, " bilinen miktarın" belirgin hassas rakamlarının saptanması önemli bir rol oynar. Örneğin, 0,1 - 0.10 - 0,100 N çözeltiler, hacimsel ve ağırlıklı yöntemlerde değişik hassasiyet seviyelerindedir. Her seviyedeki gerekli hassasiyet için, uygun tartım aleti, tartım kutusu ve tartma yöntemi seçilmelidir. Genelde, konsantrasyon miktarı azaldıkça ölçümlerdeki hassasiyetinde artırılması gerekir.

Verilen bir çözeltinin direkt standardizasyonu için kullanılan katı maddelere " birincil standard " denir. Çözünen standart ile reaksiyona girecek olan gerekli çözelti hacmi çözeltinin normalitesinin bulunmasında kullanılan bir ölçümdür.

Civa oksit (HgO) , saf, kararlı, susuz ve nem çekmeyen özellikleriyle asitler için yeterli bir standarttır. Tartılan numune, potasyum iyodat (KI) çözeltisi içinde aşağıdaki reaksiyon oranında çözünür.



Sonuçta oluşan alkali çözelti, asit ile titre edilir. Methyl-red (veya pH aralığı 4,5 - 9,5 olan başka bir indikatör) indikatör olarak kullanılır.

ALETLER VE MADDELER

- Analitik tartı
- Büretler
- Isıtıcı
- Reaktifler
 - a- Civa oksit (HgO) (analitik derecesinde, sabit tartıma gelmiş kurulukta)
 - b- Potasyum iyodat (KI) (analitik reaktif derecesinde)
 - c- Methyl-red indikatör (analitik reaktif derecesinde)

YÖNTEM

- 1- Yaklaşık 1,2 ml konsantre H₂SO₄ (%92 ,ρ=1,820g/cm³), 1 lt saf suya seyreltilir.
- 2- 0,128 gr. (0,1 mg hassasiyette) HgO tartılır ve üzerine 25 ml saf su eklenir.
- 3- Isıtılarak ve karıştırılarak üzerine katı KI tamamen çözünene belli bir miktar kadar eklenir.
- 4- Karışım yaklaşık olarak 100 ml ' ye tamamlanır.
- 5- Kalibre edilmiş bir büret, H₂SO₄ ile doldurulur.
- 6- Standard çözelti içinde methyl-red indikatörü ile aside karşı titre edilir.

VERİLER

HgO tartımı (mg) =

Titrazyonda kullanılan H₂SO₄ miktarı (ml) =

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1- Aşağıdaki formülü kullanarak H₂SO₄ asit çözeltisinin kesin konsantrasyon değerini hesaplayınız.

$$\text{Normalite} = \frac{\text{Birincil standart (HgO) net tartımı (mg)}}{\text{Birincil standartın (HgO) * Titrantın hacmi meq ağırlığı (H₂SO₄) (ml)}}$$

ki burada,

$$\text{meq HgO ağırlığı} = \frac{\text{HgO molekül ağırlığı}}{2 * 1000} = 216,61 / 2000 = 0,108305$$

$$N \text{ H}_2\text{SO}_4 = \frac{\text{HgO 'nun net tartımı (g)}}{0,108305 * \text{H}_2\text{SO}_4 \text{ kullanım hacmi (ml)}}$$

2- Normalite hesabını teknik olarak da yapınız ve sonuçları karşılaştırınız.

3- Hata hesaplaması yapınız.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

1- Çevre kimyası analizlerinde standart çözelti kullanımını tartışınız.

2- H₂SO₄ asidinin standardizasyonu için alternatif metotlar önerir misiniz, Kısaca tartışınız.

3- Nötr pH değeri 7 olduğu halde titrasyon için seçilen indikatörün dönüm noktasının niçin 9,5 olarak belirlendiğini tartışınız.

TABLO 2. TİTRANT ÇÖZELTİLERİ İÇİN BİRİNCİL STANDARTLAR

| KİMYASAL | REAKTİF ÖZELLİĞİ | KULLANIMI |
|--|--|--|
| Mercuric Oxide (Civa Oksit, HgO) | Analitik saflık derecesinde | Asit standardizasyonu |
| Arsenious Oxide (Arsenik Oksit, AsO) | Birincil standart derecesinde | Potasyum permanganat çözeltilerinde |
| Hydrochloric Acid (Hidroklorik Asit, HCl) | Sabit kaynamada | Standart çözeltiler, bazların standardizasyonunda |
| Potassium Acid Phthalate | Birincil standart derecesinde | Sulu çözeltilerdeki kuvvetli bazların standardizasyonunda |
| Potassium Chloride (Potasyum Klorit, KCl) | Analitik reaktif derecesinde | Standart çözeltiler, Gümüş nitrat çözeltisinin standardizasyonunda |
| Potassium Dichromate (Potasyum Dikromat, K ₂ Cr ₂ O ₇) | Birincil standart derecesinde veya analitik saflık derecesinde, sudan iki kez tekrar kristalize edilmiş. | Standart çözeltiler, Demir Amonyum Sülfat çözeltisinin standardizasyonunda |
| Potassium Iodate (Potasyum İyodat, KI) | Analitik reaktif derecesinde | Standart çözeltiler, Sodyum Tiyosülfat çözeltisinin standardizasyonunda |
| Potassium Thiocyanate (Potasyum Tiyosiyanat) | Analitik reaktif derecesinde | Standart çözeltiler, Gümüş nitrat çözeltisinin standardizasyonunda |
| Silver Nitrate (Gümüş Nitrat, AgNO ₃) | Analitik reaktif derecesinde | Standart çözeltiler, Potasyum Siyanür ve Thio-siyanür çözeltilerinin standardizasyonunda |
| Sodium Borate (Borax) | Analitik reaktif derecesinde | Sulu çözeltilerdeki kuvvetli bazların standardizasyonunda |
| Sodium Borate Carbonate | Birincil Std. derecesinde veya analitik reaktif derecesindeki sodyum bikarbonatın karbonata dönüşümü | Sulu çözeltilerdeki kuvvetli asitlerin standardizasyonunda |
| Sodium Oxalate (Sodyum Oksalat) | Birincil standart derecesinde | Sulu çözeltilerdeki kuvvetli asitlerin ve potasyumun standardizasyonunda |
| Ethylenediamine Tetra Acetic (EDTA) | Disodyum EDTA'nın birincil standart derecesinde veya EDTA'nın analitik reaktif derecesinde | Standart çözeltiler |

DENEY 3**ASİT –BAZ TİTRAYONU****AMAÇ**

Asit ve bazda mevcut olan H^+ ve OH^- iyonlarının konsantrasyonlarının tayin edilmesi ve tayin yöntemlerinin öğrenilmesi

TEORİStandart Çözelti

Birim hacimde bilinen miktarda çözünen madde ihtiva eden çözeltilerdir.

Normal Çözelti

Bir litre başına bir eşdeğer gram madde ihtiva eden çözeltilerdir.

Eşdeğer (Ekivalent) Ağırlık

Bir atom-gram (1,0089) yer değiştirebilir hidrojen ihtiva eden veya onun eşdeğerine karşılık gelen molekül ağırlığının bir kısmıdır veya tamamıdır.

Titrasyon

Bu deneyde titrasyon bir asidin bir bazla nötralleştirilmesini ifade eder. Titrasyon işlemi için büret kullanılır.

Titrasyon işleminde birbiri ile etkileşen asit ve baz çözeltilerinin eşdeğer noktasında hacimleri ile normaliteleri arasında şöyle bir ilişki vardır: $N_A V_A = N_B V_B$ Hacim ve normalitenin çarpımı eşdeğer gram sayısını verir. Kullanılan indikatörün(dönüm noktasında) renginin değişmesinde iki çözeltinin eşdeğer gram sayıları birbirine eşit olur. Bu ana "**Titrasyon Sonu**" veya "**Nötralizasyon Noktası**" denir.

ALETLER VE MADDELER

-Analitik tartı

-Büret

-Erlen

-Reaktifler

a) NaOH (analitik reaktif derecesinde)

b) H_2SO_4 çözeltisi

c) Fenol ftalein indikatör

YÖNTEM**A-1) Yaklaşık 0,01 N Baz Çözeltisinin Hazırlanması**

Terazi ile, temiz bir saat camı veya beherde yaklaşık 0,25 gram NaOH tartılır. NaOH fazla bekletilmeden önceden temizlenmiş 500 ml'lik balon jöjeye aktarılır. Üzerine biraz saf su konarak tamamen çözününceye kadar çalkalanır. Sonra jöjenin boynundaki işaret çizgisine kadar saf su ilave edilir. Kapağı kapatılarak birkaç kez ters yüz edilir. Temiz ve üzerinde isim ve konsantrasyonu yazılı şişe içerisine aktarılır ve bir kenara bırakılır.

A-2) Standart H_2SO_4 Çözeltisine Karşı NaOH Çözeltisinin Ayarlanması:

Temiz bir büret içerisine bir miktar standart H_2SO_4 çözeltisi konarak çalkalanır. Sonra büret ayarlı H_2SO_4 çözeltisi ile doldurulur.

25 ml önceden hazırladığımız NaOH'dan alınarak erlen içerisine konular ve üzerine 3 damla fenolftalein çözeltisi damlatılır. Pembe renk oluşacaktır. Oluşan pembe renk kayboluncaya kadar erlen çalkalanarak H_2SO_4 damlatılır. Elde edilen verilerden bazın normalitesi hesaplanır.

B-) Derişimi Bilinmeyen Asidin Normalitesinin Tayini

Derişimi bilinmeyen bir asit çözeltisinden 25 ml alınır. 3 damla fenolftalein damlatılır. Pembe renk oluşuncaya kadar normalitesi bilinen NaOH çözeltisi ile titre edilir. Bu veriler yardımı ile de asit çözeltisinin konsantrasyonu hesaplanır.

VERİLER

Kullanılan H_2SO_4 'ün Normalitesi: N_{Asit}

Titrasyonda sarfedilen H_2SO_4 miktarı: V_{Asit}

Deneyde kullanılan NaOH miktarı: V_{Baz}

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1- Aşağıdaki formülü kullanarak NaOH baz çözeltisinin normalitesini hesaplayınız:

$$N_A V_A = N_B V_B$$

2- Hata hesaplamasını yapınız.

TARTIŞMA VE SONUÇ

1. Deneyde indikatör seçimini etkileyen unsurlar neler olabilir, tartışınız.
2. Asit-baz titrasyonunun Çevre Kimyası Analizlerindeki önemini tartışınız.

TABLO 3. BAZI YÜKSELTGENME İNDİRGENME İNDİKATÖRLERİ

| İndikatör | Renk Değişimi | |
|---------------------------------------|-----------------|-----------------|
| | (Ox) | (Red) |
| Safranin T | kırmızı | Renksiz |
| Neural red | kırmızı | Renksiz |
| İndigo monosulfonate | mavi | Renksiz |
| Phenosafranin | kırmızı | Renksiz |
| İndigo tetrasulfonate | mavi | Renksiz |
| Nile blue | mavi | Renksiz |
| Methylene blue | yeşil-mavi | Renksiz |
| 1-Naphthol-2-sulfonic acid indophenol | kırmızı | Renksiz |
| 2,6-Ddibromophenol indophenol | mavi | Renksiz |
| Diphenylamine (diphenylbenzidine) | menekşe | Renksiz |
| Diphenylamine sulfonic acid | kırmızı-menekşe | Renksiz |
| Erioglaucin A | kırmızı | yeşil |
| Setoglaucin | açık kırmızı | sarı-yeşil |
| p-Nitrodiphenylamine | menekşe | Renksiz |
| o,m'-Diphenylamine dicarboxylic acid | mavi-menekşe | Renksiz |
| o,o'- Diphenylamine dicarboxylic acid | mavi-menekşe | Renksiz |
| Phenanthroline ferrous complex | açık mavi | kırmızı |
| Nitro-o-phenantrolin ferrous complex | açık mavi | menekşe-kırmızı |

TABLO 4. BAZI ASİT-BAZ İNDİKATÖRLERİNİN HAZIRLANIŞI

| İndikatör | pH aralığı | Asit Rengi | Baz Rengi | İndikatör Derişimi (g/100mL) | Çözücüsü |
|---------------------|------------|------------|-----------|------------------------------|--------------------------|
| Timol Mavisi | 1.2 - 2.8 | Kırmızı | Sarı | 0.1 | %95 Etanol |
| Metil Sarı | 2.9 - 4.0 | Kırmızı | Sarı | 0.5 | %95 Etanol |
| Bromfenol Mavi | 3.0 - 4.6 | Sarı | Mavi | 0.04 | %20 Etanol |
| Metil Oranj | 3.1 - 4.5 | Kırmızı | Sarı | 0.1 | Su |
| Bromkrezol Yeşili | 3.8 - 5.5 | Sarı | Mavi | 0.02 | %95 Etanol |
| Bromfenol Kırmızısı | 5.2 - 7.0 | Sarı | Kırmızı | 0.04 | 7.8 ml 0.01 N NaOH + su |
| p-nitrofenol | 5.6 - 7.6 | Renksiz | Sarı | 0.25 | %50 Etanol |
| Metil Kırmızısı | 4.2 - 6.3 | Kırmızı | Sarı | 0.1 | %95 Etanol |
| Nitrazin Sarısı | 6.0 - 7.0 | Sarı | Mavi | 0.1 | Su |
| Bromtimol Mavi | 6.0 - 7.6 | Sarı | Mavi | 0.1 | %50 Etanol |
| Fenol Kırmızısı | 6.4 - 8.0 | Sarı | Kırmızı | 0.1 | Su |
| Nötral Kırmızısı | 6.8 - 8.0 | Kırmızı | Sarı | 0.1 | 70 ml %95 Etanol + su |
| Krezol Kırmızısı | 7.2 - 8.8 | Sarı | Kırmızı | 0.1 | Su |
| Timol Mavi | 8.0 - 9.6 | Sarı | Mavi | 0.1 | %95 Etanol |
| *Fenolftalein | 8.3-10.0 | Renksiz | Kırmızı | 1.0 | %50 Etanol +0.0.1 N NaOH |
| Timolftalein | 9.3-10.5 | Renksiz | Mavi | 0.1 | %95 Etanol |
| Alizarin Sarısı | 10.0-12.1 | Sarı | Viyole | 0.1 | su |

Referans: Kolthoff, I.M., Stenger, V.A., Volumetric Analysis, Volume 1, Interscience Publishers, Inc., New York, 1942, p. 140.

DENEY 4

EVSEL ATIK SULARDA KATI MADDELERİN TAYİNİ

AMAÇ

- 1- İçme ve kirli sularda bulunan değişik katı maddelerin farklılaştırılması ve uygulanan tekniklerin demonstrasyonu (tartım, filtrasyon, buharlaşma ve yanma)
- 2- Değişik kategorilerde bulunan katı maddelerin tayin edildikleri metod ve maddelere bağımlı tanımlanmasının gösterilmesi

TEORİ

Sıvı maddelerin içinde bulunan su haricindeki tüm maddeler katı madde diye sınıflandırılır. Katı maddelerin alışımlı tanımı şu şekildedir; buharlaştırma işleminden ve 103-105⁰C’de kurutulmadan sonra geriye kalan maddelerin tümü katı madde olarak sınıflandırılır. Yüksek konsantrasyonlarda katı madde içeren sular, endüstri kuruluşlarının çıkış suyu kalitesine ve alıcı suya ters etki yapar. Bu nedenle arıtma tesisi çıkışında katı madde konsantrasyonunun belli bir limit değeri aşmasına izin verilmez. Çünkü alıcı su ortamlarında çökelmelere ve fazla miktarda dip çamuru oluşumuna neden olurlar. Yüksek miktarda katı madde içeren sular içme suyu ve endüstriyel amaçlarla kullanılamazlar. Katıların analizinde, basit gravimetrik metodlar kullanılır. Toplam katı maddeler aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir:

- | | |
|--------------------------|---------------------------|
| -Toplam katı madde | -Toplam uçucu katı madde |
| 1-Çökebilelen katı madde | |
| 2-Askıdaki katı madde- | Askıdaki uçucu katı madde |
| 3-Çözünmüş katı madde- | Çözünmüş uçucu katı madde |

“Toplam Katı Madde” numunedeki suyun buharlaşması ve hemen ardından numunenin 103⁰C sıcaklıktaki fırında kurutulması sonrası sabit tartıma ulaşmış kabın içinde kalan madde miktarıdır.

“Askıdaki Katı Madde” numunenin süzülmesi sonrası toplam katı maddenin belli boyutlu filtrede kalan kısmıdır ve **“Çözünmüş Katı Madde”** ise askıdaki katı maddenin filtrede tutulması sonrası toplam katı maddenin filtreden geçen kısmıdır.

Bu iki çeşit katı maddenin ayrışımı bir çok değişkene bağımlıdır. Bunlar,

- Süspansiyonun içindeki maddenin fiziksel ve kimyasal yapısı,
- 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, irradyasyon, mozaik şarj nötralizasyonu, sonuçlarda önemli rol oynamaktadır.

Katı Madde Tayinlerinin Çevresel Önemi:

Suda mevcut çözünmüş katı maddelerin miktarı, evsel kullanım için suyun uygunluğunu belirtmede 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 olamayan insanlar üzerinde kötü sağlık etkileri yaparlar. Birçok durumda katı madde içeriği 500mg/L’nin altında olan doğal suları 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 çökeltilme metodları katı madde konsantrasyonunu azaltır ve iyon değişimi metodları katı madde konsantrasyonunu artırır.

Toplam ve uçucu katı madde testleri çamurlara uygulanan katı madde tayinleridir. Bunlar “çamur çürütme”, “vakum filtreleri” ve “yakma” ünitelerinin projelendirilmesinde ve çalışmasında gereklidirler.

ALETLER

- Analitik tartı (en az 0.1 mg hassas, 200 g kapsam)
- Etüv, 103⁰ C’ de ayarlanabilir,
- Fırın, 600⁰C’de ayarlanabilir,

- Membran filtreleri,
- Buharlaştırma kapları(platin, porselen veya cam kapsül)
- Maşalar,
- Beherler,
- Desikatör,
- Su banyosu,
- İmhoff konileri

REAKTİFLER

Yakın bir nehirden numune alma sistemine uygun alınmış numune (Nehir yatağını karıştırarak katı madde konsantrasyonu uygun seviyeye yükseltilmesi deney izlenirliği açısından gerekebilir.)

YÖNTEM

A-Toplam Katı Maddeler

- 1-Uygun bir buharlaştırma kabını sabit tartıma gelinceye kadar etüvde kurutup, desikatörde soğutulur ve belli tartımları alınır(M_1)
($M_1=(M_{II}+M_{III}+M_{III})/3$)
- 2-Sabit tartıma gelen kapsüle 10-50 mL orijinal numuneden eklenir,
- 3-Su banyosunda kuruyuncaya kadar buharlaştırılır,
- 4-103⁰C 'deki etüvde 1saat kurutulur,
- 5-Desikatörde soğutulup tekrar tartım alınır (M_2)

B-Askıdaki Katı Maddeler

- 1-Seçilmiş olan filtre kağıdını sabit tartımı getirdikten sonra desikatörden maşayla alınır ve 0.1 mg hassasiyette boş tartım değeri alınır (M_3),
- 2-Filtrasyon için süzgeçli huniye filtre kağıdı yerleştirilir,
- 3-50 ml numune solüsyonu filtre üzerinden yavaşça boşaltılır,
- 4-Süzme işlemi bitiminden sonra, filtre kağıdı maşayla çıkarılır,
- 5-103⁰C 'deki etüvde 1saat kurutulularak sabit tartıma getirilir,
- 6-Desikatörde soğutulduktan sonra tekrar (M_4)

C-Çözülmüş Katı Maddeler

Filtreden süzülen ve altta bulunan sabit tartımlı buharlaşma kabında (M_5) biriken çözülmüş katı madde solüsyonuna toplam katı maddede yapılan işlemlerin aynısı uygulanır ve son tartım alınır (M_6)

VERİLER

Tartımlarınızı gösteren;tartılan alet ,boş sabit tartım (mg), 103⁰C sonrası tartımlarınızı (mg), 600⁰C sonrası tartım (mg) şeklinde bir veri kağıdı hazırlanır.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

- 1-Toplam katı madde, askıda katı madde ,çözülmüş katı madde ve karşılıklı olan uçucu katı maddelerin miktarları mg/l olarak çökebilen katılarına ise ml/l olarak hesaplanır .
- 2-Hata hesaplaması yapınız.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

- 1-Ölçüm yapılan kapların sabit tartımının önemini tartışınız. Bu deneyde, ne çeşit hatalar yanlış sonuç alınmasına yol açabilir?
- 2-Sudaki katı maddelerin tayini için alternatif bir deney yöntemi önerir misiniz?
- 3-Çevre mühendisliği pratiğinde katı madde tayininin önemi nedir?

DENEY 5

ZAYIF BİR ASİDİN ASİTLİK SABİTİNİN TAYİNİ

AMAÇ

Zayıf bir asidin asitlik sabitinin deneysel olarak belirlenmesi

TEORİ

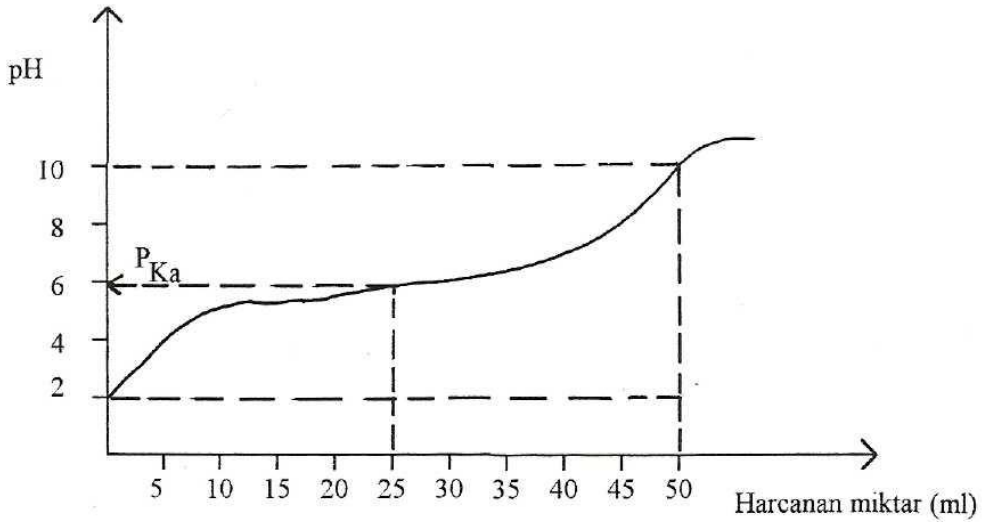
Bir asidin asitlik sabitini (K_a) belirlemek için, asidin ayarlı bir baz ile titrasyonuna ait titrasyon grafiğini çizmek gerekir. bu grafik pH metre yardımıyla çizilir. Titrasyonda ilave edilen baz hacmine (ml) karşı, okunan pH değerleri bir milimetrik kağıda geçirilir ve bir titrasyon eğrisi çizilir. Titrasyon eğrisinin dik olan kısmının başlangıç ve sonu işaretlenir. Arada kalan düşey kısmın orta noktası bulunur. bu nokta “dönüm noktasıdır”. Teorik olarak ekivalens noktasıdır. Ekivalens noktasından absise indirilen dikme ise titrasyon için kullanılan bazın miktarını gösterir. Bu nokta ile 0 noktası arasındaki uzaklığın orta noktası bulunur. bu noktaya karşılık gelen pH söz konusu edilen asidin pK_a 'sına eşittir. Çünkü bu noktada çözelti bir tampon çözeltidir.

$|HA| = |A|$

$$pH = pK_a + \log \frac{[A]}{[HA]} = pK_a + 0$$

Böylece bulunan pK_a 'dan K_a 'ya geçilir. PH metre pH 0.1 hassasiyetle ölçülmesine rağmen kitaplarda bulunan termodinamik sabitlerinden on misli kadar fazla veya az olabilir. Buna sebep aktivitenin dikkate alınmamış olmasıdır.

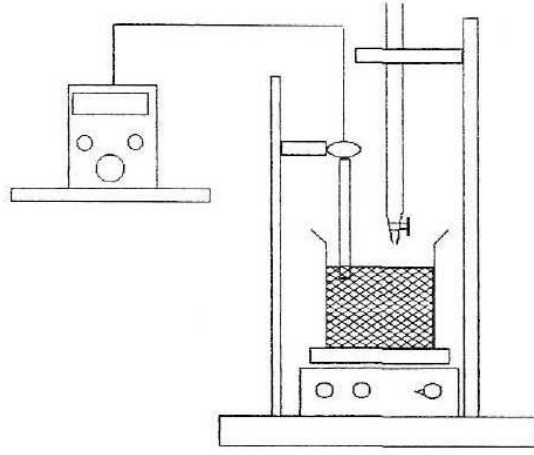
Bulunan K_a değerlerine göre fenolftaleinin uygun olup olmadığı kontrol edilir. uygun değilse başka uygun bir indikatör seçilir, asit tekrar ayarlı sodyum hidroksit ile titre edilerek konsantrasyonu tayin edilir (Bu sırada pH metre kullanılmaz.). Tayin işi birkaç defa tekrarlanır. Neticeler pH metre ile bulunanlarla karşılaştırılır.



Şekil 5.1 Titrasyon Grafiği

ALETLER VE MADDELER

- Manyetik karıştırıcı
- pH metre
- Büret
- Mezür
- Ayarlı baz çözeltisi(NaOH çözeltisi)
- Zayıf asit çözeltisi(CH₃COOH çözeltisi)
- Fenolftalein



Şekil 5.2 Titrasyon Düzenegi

- 1- Şekilde gösterilen düzenek hazırlanır.
- 2- pH metre ölçüm için hazırlandıktan sonra, sabiti tayin edilecek asit çözeltisinden 25 ml alınarak bir behere konur. Üzerine 25-30 mL saf su ve 3-4 damla fenolphtalein çözeltisi ilave edilir.
- 3- Beher bir magnetik karıştırıcı üzerine konulur. PH metrenin elektrotları çözeltiliye daldırılır. (Daldırma yapıldıktan sonra elektrotlar kabın dibinden 1 cm yukarıda kalmalıdır, aksi halde magnetik karıştırıcının dönen parçaları elektrotları kırabilir) Bu düzeneğin üstüne ayarlı baz çözeltisi ihtiva eden bir büret yerleştirilir.
- 4- Büretten baz ilavesine başlamadan önce asit çözeltisinin pH'sı ölçülür. 15-20 dk. bekledikten sonra tekrar ölçülür. Bu şekilde yaklaşık pH 11'e kadar devam edilir.

VERİLER

İlave edilen ml baz değerine karşılık okunan pH değerlerini tablo halinde düzenleyiniz.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

- 1- Verileri milimetrik kağıda geçirip, titrasyon eğrisi çiziniz.
- 2- Asit çözeltisinin K_a değerini bulup, grafik üzerinde gösteriniz.
- 3- Hata hesaplamasını yapınız.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

- 1- Bulunan K_a değerine göre, kullanılan indikatör çözeltisinin uygun olup olmadığını tartışınız.
- 2- Tampon çözeltilerin çevre mühendisliğinde yerini açıklayınız.

DENEY 6

KARBONAT BİLEŞİKLERİNİN TAYİN EDİLMESİ

AMAÇ

1. Farklı çeşitlerdeki alkalinitenin basit indikatör metoduyla tayin edilmesi,
2. Alkalinite değerlerinden karbonat sistemindeki parçaların konsantrasyonlarının hesaplanması,
3. Alkalinite tayininin indikatör seçimine bağlılığının ortaya konuşu,
4. Doğal su sistemlerinde, iyonik denge yaklaşımının uygulanabilirlik limitlerinin gösterilmesi

TEORİ

Bir çok doğal su, evsel atık sular ve genelde endüstri suları, karbondioksit ve bikarbonat eşitliği prensibine göre tamponlanır. Doğal sularda daha başka pek çok çözünmüş tampon bileşikleri olabilir.(Borik asit-borat,silikat asit- silikat tamponları gibi)Deniz suyunda boratlar (10^{-3} - 10^{-4} M) ve çoğunlukla taze sularda silikatlar (10^{-3} - 10^{-4} M) sudaki pH'ı etkileyen bağımlı karbonatsız bileşiklerdir. Karbonik asit titrasyonunda stokiyometrik dönüm noktasına pH 8.5'e ulaşmadan varılmaz. Böylece, pH'sı 8.5'den düşük olan tüm sular asidik kabul edilir.

Doğal suların pH'sı genellikle 6.0-8.5 arasında değişir. Arıtım sistemi çıkış suları, düşük ya da yüksek pH'lar gelişiminde arıtımına bağımlı olarak değişen değeri gösterir, pH'nın sıvının kimyasal ve biyolojik özellikleri üzerine etkisi, onun tayininin önemini vurgular.Bir solüsyonun pH'sı, "elektrometrik" ya da "kolorimetrik" olarak ölçülebilir. Elektrometrik pH tayini pH- metre aleti ile yapılır. Kolorimetrik pH tayini ise ya indikatör içeren tampon çözeltiler veya renkli cam standartlar yada test kağıtları ile yapılır.

Tabii ki ilk metod daha hassas ve doğru sonuçlar verir ve dışarıdan etkileyen maddelerden uzak olur. Kolorimetrik indikatör metodu ancak yaklaşık ph değeri verir ve gerektiğinde kullanılır. Elimizde pH'sı belirli bir çözelti varsa bu çözeltinin ph'sını belirgin bir pH değerine kadar yükseltmesini gerektirecek bazın CaCO_3 olarak eşdeğeri, tanım olarak "suyun asiditesi" demektir. Bu durumda titrasyon sonucunda ulaşılabilecek pH değeri ve dolayısıyla asidite, titrasyon için seçilen indikatörün dönüm noktasına bağımlıdır.

Bir "suyun alkalinitesi", o suyun asitleri nötralize edebilme kapasitesi olarak tanımlanır veya pH'ı 4.5 değerine indirmek için gerekli asit miktarının ölçülmesi demektir.Doğal suların alkalinitesi, zayıf asitlerin tuzlarından ileri gelir.bunların başında yer alan bikarbonatlar alkalinitenin en önemli şeklidir.bikarbonatlar karbondioksitin topraktaki bazik maddeler üzerindeki faaliyeti sonucu oluşurlar.doğal sularda ayrıca boratlar, silikatlar ve fosfatlar gibi diğer zayıf asit tuzları küçük miktarlarda mevcut olabilirler.ayrıca biyolojik parçalanmaya dayanıklı olan hümik asit gibi bazı çok rastlanan organik asit tuzları da hidrolize olup,alkaliniteye katkıda bulunabilir.

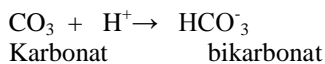
Bir çok madde suyun alkalinitesine katkıda bulunmakla beraber doğal sularda alkalinitenin en önemli kısmı,üç önemli türde maddeden ileri gelmektedir.bunları pH değerlerinin yüksek oluşuna göre şu şekilde gruplandırabiliriz:

1. Hidroksitler
2. Karbonatlar
3. Bikarbonatlar

Suların alkalinitesi esas olarak zayıf asitlerin tuzlarından ve kuvvetli bazlardan ileri gelir. Alkalinite suyun tamponlama kapasitesinin bir ölçümüdür ve atıksu arıtma uygulamalarında büyük ölçüde kullanılan bir özelliktir.

"Alkalinite", 0.02 N H_2SO_4 ile volümetrik olarak ölçülerek bulunur ve eşdeğer CaCO_3 şeklinde rapor edilir. pH'sı 8.3 üzerinde olan numuneler için, titrasyon 2 basamakta yapılır. Birinci basamakta, titrasyon, fenolphtalein indikatörle renk pembeden renksiz dönüncüye kadar yapılır. Titrasyonun ikinci basamağında, methyl-orange indikatörünün yardımıyla pH 4.5'a kadar devam edilir. numunenin pH'sı 8.3'den düşük olduğunda, methyl-orange kullanılarak sadece tek basamakta titrasyon yapılır.

Titrasyonda birinci basamakta son noktanın pH 8.3 olarak seçilmesi alkalinitenin yapısına bağımlıdır. Çünkü bu değer, karbonat iyonlarının bikarbonat iyonlarına dönüştüğü noktadaki denge noktasına karşılık gelmektedir.



İyonu iyonu

Titrasyonun ikinci basamağında son noktanın pH4.5 olarak seçilmesinin nedeni ise bikarbonat iyonlarının karbonik asite dönüştüğü noktadaki denge noktasıdır.



Bikarbonat iyonu karbonik asit

ALETLER VE MADDELER

- pH metre
- Kalomel referans elektrod
- Cam indikatör elektrod
- Manyetik karıştırıcı

REAKTİFLER

1. Standart sülfürik asit, 0.02 N: 1000 ml saf suya 0.53 ml konsantre H_2SO_4 eklenir ve 20 ml standart Na_2CO_3 solüsyonu asitle titre ederek standardize ediniz. Bunu ya methyl-orange indikatörü ya da pH metre kullanarak pH 4'e kadar titre ediniz.
2. Ana sodyum karbonat standart solüsyonu: Standart Na_2CO_3 , 103°C 'de kurutulur ve 1.060 g Na_2CO_3 tartılıp, 500 ml saf su içinde kaynatılarak çözünüp, soğutulur. Daha sonra hacmi 1 litreye tamamlanır.
3. Fenolphtalein indikatör çözeltisi
4. Methyl-orange indikatör çözeltisi

ANALİZ EDİLECEK ÖRNEKLER

1. OH^- , yaklaşık 50 mg/l: 997 ml saf suya 3 ml 1 M NaOH solüsyonu ekleyiniz
2. CO_3^{2-} , yaklaşık 180 mg/l : 994 ml saf suya 3 ml 1 M NaOH solüsyonu ve 3 ml NaHCO_3 solüsyonu ekleyiniz.
3. HCO_3^- , yaklaşık 180 mg/l: 997 ml saf suya 3 ml 1 M NaHCO_3 solüsyonu ekleyiniz.
4. CO_3^{2-} , yaklaşık 180 mg/l: OH^- , yaklaşık 35 mg/l: 992 ml saf suya 5 ml 1 M NaOH ve 3 ml 1 M NaHCO_3 solüsyonları ekleyiniz.
5. CO_3^{2-} , yaklaşık 180 mg/l : HCO_3^- , yaklaşık 60 mg/l: 993 ml saf suya 4 ml 1 M NaHCO_3 ve 3 ml NaOH solüsyonları ekleyiniz.
6. Atıksu

YÖNTEM

Standardize edilmiş asit ile her numuneden 10 ml'yi şu şekilde titre ediniz:

i- Başlangıç pH,PH-metre ile ölçülür.

ii- 5 damla kadar fenolphtalein indikatörü eklenip, renksiz oluncaya kadar titre edilir ve bu noktaya ulaşırken harcanan ayarlı çözelti hacmi V_p olarak kaydedilir.

iii-Eğer fenolphtalein indikatörü eklenmesiyle herhangi bir renk oluşmazsa, hemen 5 damla kadar methyl-orange dönüm noktasına kadar titre edilip, fenolphtalein dönüm noktasından sonra harcanan ayarlı çözelti miktarı V_m olarak kaydedilir.

Eğer V_p = fenolphtalein dönüm noktasına erişmek için harcanan ml asit, V_m = Fenolphtalein 'den methyl-orange dönüm noktasına kadar harcanan (ml) asit miktarı ise, değerler sadece HCO_3^- - CO_3^{2-} dengesinin suyun pH'sını etkilediği göz önünde bulundurularak tablo halinde verilir.

VERİLER

Verileri, numune sayısı, başlangıç pH, fenolphtalein dönüm noktasındaki V_p ve pH değerleri, methyl-orange dönüm noktasındaki V_{mo} ve pH değerleri şeklinde gösteren bir tablo hazırlayınız ve ayrıca hazırlanan ve standardize edilen H_2SO_4 'ün normalitesini belirtiniz.

| Numune | Başlangıç pH | Phenol dönüm Noktası | | Methyl-orange dönüm noktası | |
|--------|--------------|----------------------|----|-----------------------------|----|
| | | V_p | pH | V_{mo} | pH |

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1. Verilen formüllere göre her numunenin içerdiği iyonların konsantrasyonlarını hesaplayınız.
2. Başlangıç pH değerlerini, $K_{su}=10^{-14}$ ve $K_2=10^{-10.3}$ denge sabitleriyle birlikte kullanarak, numunelerin hassas olarak içindeki iyonları mol/l cinsinden hesaplayınız.
3. Hata hesaplamasını yapınız.

$$K_2=10^{-10.3} \quad K_{su}=[H^+][OH^-] \quad K_{su}=10^{-14}$$

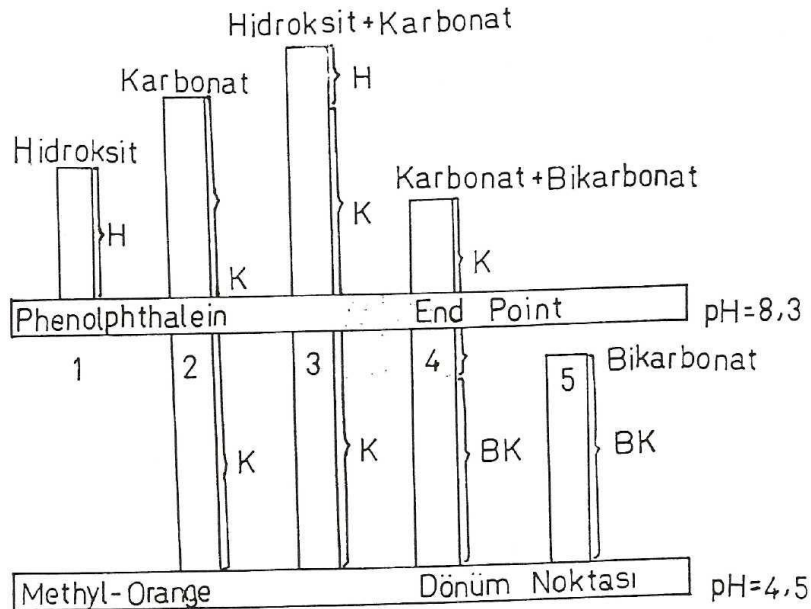
$$K_2 = \frac{[H^+][CO_3^{2-}]}{[HCO_3^-]}$$

$$\text{Alkalinite}=[HCO_3^-]+2[CO_3^{2-}]+[OH^-]-[H^+]$$

 HCO_3^- - CO_3^{2-} dengesi

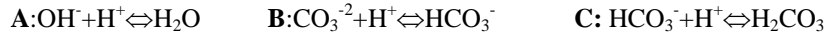
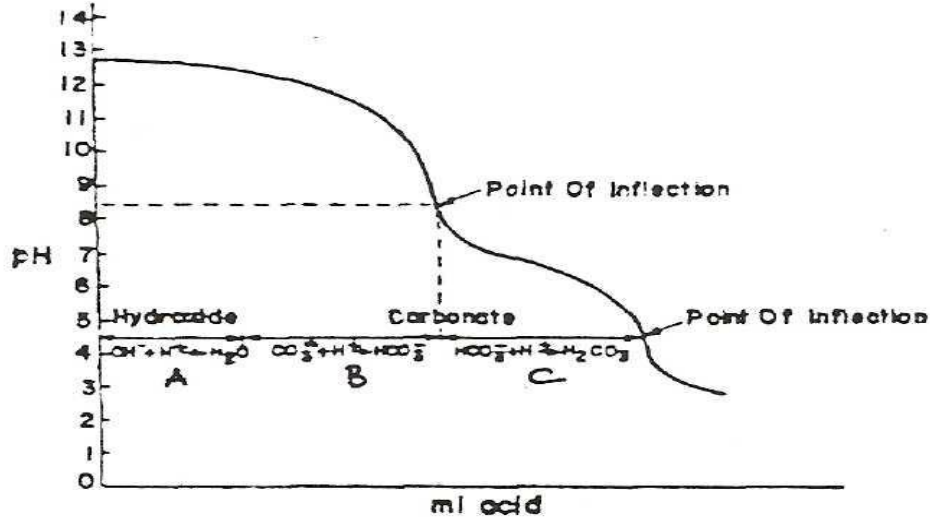
| Alkalinite | $[HCO_3^-]$ | $[CO_3^{2-}]$ | $[OH^-]$ |
|------------|-------------|---------------|----------|
| P=0 | M | 0 | 0 |
| 2P<M | M-2P | 2P | 0 |
| 2P=M | 0 | 2P | 0 |
| 2P>M | 0 | 2(M-P) | 2P-M |
| P=M | 0 | 0 | P |

P:Phenol alkalinite ; M:Methyl-orange alkalinite



- pH>10 phenol dönüm noktası sadece,
- pH≥8.5 phenol=Toplam titrasyon/2
Karbonat alkalinitesi=Toplam alkalinite

- pH>10 Hidroksit alkalitesi=Toplam alkalinite-Karbonat alkalitesi
- pH>8.3 pH<11, Bikarbonat alkalitesi= Toplam alkalinite-Karbonat alkalitesi
- pH<8.3 Bikarbonat alkalitesi= Toplam alkalinite



Şekil 6.2. Hidroksit-Karbonat karışımı için titrasyon eğrisi

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

1. Numunelerin hazırlanışında belirtilen konsantrasyon değerleriyle, tabloya göre hesaplanan OH^- , HCO_3^- ve CO_3^{2-} değerlerini karşılaştırdık. Aynı numunelerde farklı konsantrasyon sonuçları elde edilmesinin nedenlerini tartıştık.
2. Alkalinite tayini için indikatör metodunun yeterli olup, olmadığını, ayrıca alkalinite ölçmek için başka metodun bulunup, bulunmadığını ve bunların avantaj ve dezavantajlarını tartıştık.
3. Alkalinite verilerinin çevre mühendisliği pratiğinde kullanılabilirliğini tartıştık.

KAYNAKLAR

1. ŞENGÜL, F., MÜEZZİNOĞLU, A., SAMSUNLU, A., 1986. Çevre Mühendisliği Kimyası, DEÜ Mühendislik-Mimarlık Fakültesi Çevre Mühendisliği Bölümü, MM/ÇEV-86 EY122, İzmir.
2. USLU, O., TÜRKMAN, A., 1987. Su Kirliliği ve Kontrolü, T.C. Başbakanlık Çevre Genel Müdürlüğü Yayınları Eğitim Dizisi 1, İzmir.
3. APHA, AWWA, WPCF, 1990. Standart Methods for The Exam. of Water and Wastewater, 18. Ed.
4. MÜEZZİNOĞLU, A., ŞENGÜL F., 1993. Çevre Kimyası, DEÜ Çevre Müh. Bl., İzmir.
5. SAWYER, N., C., McCARTY, L., P., 1994. Chemistry for Environmental Engineering, 4th Ed.

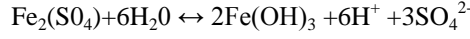
DENEY 7 ASİDİTE TAYİNİ

AMAÇ

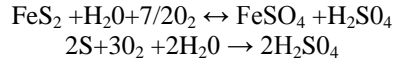
Deney numunesinde farklı asidik türlerinin tespiti amaçlanmaktadır.

TEORİ

Suyun proton verebilme kapasitesidir. Suyun asitliğini mineral asitler, bileşik halde olmayan çözünmüş gazlar, organik asitler, kuvvetli asit ve zayıf bazların tuzları meydana getirir. Endüstriye ait ve maden ocaklarındaki demir ve alüminyumun hidrolize olabilen tuzları da asit meydana getirirler.



Pritin ve kükürdün oksidasyonu;



reaksiyonları sonucu asit meydana gelir. Sudaki karbonat ve bikarbonat alkaliliğinin miktarı, standart asit ile titre edilerek bulunabilir. Karbonat, bikarbonat ve karbondioksit arasında bir denge vardır. Doğal suların büyük bir kısmı evsel atıksular ve çoğu endüstriyel atıklar CO_3^{2-} - HCO_3^- sistemi ile tamponlanır. Bazı sular da asitide ve alkalinite bir arada bulunabilir. Mineral asitleri bulunduğu pH çok düşüktür. pH değeri 8,5'den az olan tüm suların asitide içerdiği söylenebilir. Genellikle pH 8,2-8,4 arasında dönüm noktası veren fenolftalein referans olarak alınır. pH 7'de nötralize edilmesi gerekli CO_2 kalmakta ve tek basına H_2CO_3 pH değerini 4,5'in altına düşürmemektedir.

ALETLER VE MADDELER

1. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi
2. NaOH çözeltisi
3. Mezür
4. Beher
5. Büret

YÖNTEM

Tayin yapılacak suda serbest klor varsa 1 damla 0,1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ damlatılarak giderilir. 50mL numune alınır. 3-4 damla fenolftalein damlatılır. 0,02N NaOH ile pembe renk görülene kadar (pH=8,3) titre edilir. Daha sonra 50mL numune alınır. 3-4 damla metil oranj indikatörü damlatılır. 0,02N NaOH çözeltisi ile metil oranjin hafif renk değişimi (tuğla kırmızısı → portakal sarısı; pH=4,5) görülene kadar titre edilir.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

Hesaplamalar:

Toplam Asitide
(Fenolftalein Asitidesi)

$$\text{mgCaCO}_3/\text{L} = \frac{\text{A.N.50.1000}}{\text{mL numune}}$$

Burada;

A= İlk titrasyon sarfiyatı (beyaz → pembe)

N= NaOH çözeltisinin normalitesi dir.

Mineral Asitide

(Metil oranj Asitidesi)

$$\text{mgCaCO}_3/\text{L} = \frac{\text{B.N.50.1000}}{\text{mL numune}}$$

Burada;

B= İlk titrasyon sarfiyatı

(tuğla kırmızısı → portakal sarısı)

N= NaOH çözeltisinin normalitesi dir

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

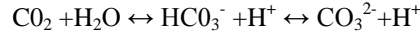
1. Asidite verisinin Çevre Mühendisliğinde kullanım amacı nedir?

DENEY 8**SERBEST KARBONDİOKSİT(CO₂) VE KLORÜR TAYİNİ****SERBEST KARBONDİOKSİT(CO₂) TAYİNİ****AMAÇ**

Suların CO₂ içeriği , korozif (aşındırıcı) etkiye sahip olduğundan önemli bir parametredir.

TEORİ

Sudaki karbondioksit, genellikle organik maddelerin aerobik veya anaerobik ortamda bozunmalarından ve suda yasayan hayvan ve bitkilerin solunumlarından suya karışır. Yeraltı suları ve tabakalaşmış göllerin ve rezervuarların alt kısımlarında önemli miktarlarda karbondioksit bulunmaktadır. CO₂ aerobik ve anaerobik bakteriyel yükseltgenmenin son ürünü olduğundan miktarı, çözülmüş oksijenle kısıtlı değildir. Suyun asitlerle kirlenmesi, sudaki karbonat, bikarbonat ve karbondioksit arasındaki dengeyi bozar ve serbest karbondioksit meydana gelmesine neden olur.



Yeraltı sularında 30-50 mg/L kadar olabilen CO₂ miktarı, yüzey sularında genellikle 10 mg/L'den azdır. Suların içerdiği CO₂ korozif etki gösterdiğinden önemlidir.

ALETLER VE MADDELER,

1. NaHCO₃ çözeltisi
2. Fenolftalein indikatörü
3. Na₂CO₃ çözeltisi
4. NaOH çözeltisi
5. Mezür
6. Büret
7. Pipet
8. Erlen

YÖNTEM

100mL numune alınır. Kör olarak da numune hacmi kadar 0,01N NaHCO₃ çözeltisi alınır. Numune ve köre 5 damla fenolftalein indikatörü ilave edilir. Renk kırmızı olursa serbest CO₂ yok demektir. Numune renksiz olursa yavaş yavaş karıştırarak kısa sürede (30 saniye) standart 0.0454N Na₂CO₃ çözeltisi veya 0.0227N NaOH ile titre edilir. Son noktası karşılaştırma çözeltisine göre belirlenir.

Bu titrasyon tekniği ile, yüksek miktarda serbest karbondioksit kapsayan numunedeki bir kısım karbondioksit uçarak kaybolabilir. Bu durumda, birinci titrasyonda kullanılan standart alkali çözeltisi kadar, ikinci bir numuneye konur ve buna 5-6 damla indikatör ilave edildiğinde numune renksiz kalırsa, buna kafi derecede alkali titrasyon çözeltisi ilave edilerek son noktasına erişilir. Buradan alınan ikinci sonuç daha güvenilir olacaktır.

REAKTİFLER

Standart sodyum karbonat çözeltisi, 0.0454 N: 140 °C'de kurutulmuş susuz Na₂CO₃'tan 2.407 g tartılır, karbondioksitsiz destile suda çözülür, balon jodede 1 litreye tamamlanır. Çözelti günlük olarak hazırlanır ya da CO₂'ten korumak için pyreks şişede saklanır. Çözeltinin 1 ml'si 1 mg CO₂'e eşdeğerdir.

Standart sodyum hidroksit çözeltisi, 0.0227 N: 22,7 ML sodyum hidroksit suda çözülür, balon jodede 1 litreye tamamlanır.

Sodyum bikarbonat çözeltisi, 0.01 N: 0.1 g susuz sodyum bikarbonat (NaHCO₃) karbon dioksitsiz suda çözülür, balon jodede 100 ml'ye tamamlanır.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

Hesaplamalar:

Titrasyon çözeltisi Na₂CO₃ ise

$$\text{mg CO}_2/\text{L} = \frac{\text{A.N.22000}}{\text{ml numune}}$$

Titrasyon çözeltisi NaOH ise

$$\text{mg CO}_2/\text{L} = \frac{\text{A.N.44000}}{\text{ml numune}}$$

A= Numune sarfiyatı

N=Titrantın normalitesi'dir.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

1. Sularda Serbest karbondioksit tayin yöntemleri nelerdir?
2. CO₂ aşındırıcı etki oluşturmasının ve bu etkinin giderilme yöntemlerini tartışınız.

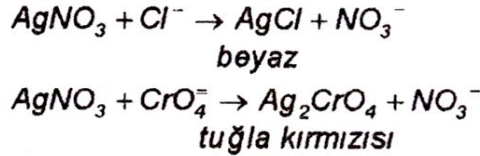
KAYNAKLAR

APHA, AWWA, WPCF, 1990. Standart Methods for The Exam. of Water and Wastewater, 18. Ed.

KLORÜR TAYİNİ

AMAÇ

Klorür, kromatlı nötr ve hafif kalevi ortamda gümüş nitratla(AgNO₃) titre edilir. Gümüş klorür(AgCl) çöker ve dönüm noktasında kırmızı renkli kromat meydana gelir. Oluşan kimyasal reaksiyonlar aşağıdaki şekildedir:



TEORİ

Bütün doğal sularda klorür bulunur ve çoğunda konsantrasyon oldukça düşüktür. Klorür miktarı genellikle sülfat ve bikarbonattan daha azdır. Ancak yüksek klorürlü yeraltı suyu, deniz suyu veya endüstri atıklarının karıştığı bazı sularda klorür yüksek olabilir. Doğal sularda klorür konsantrasyonu 5 ppm'i geçmez. Eğer sudaki klorür NaCl tuzundan ileri geliyorsa 250mg/L Cl⁻ konsantrasyonu suda belirgin bir tuzluluk tadı oluşturmaya yeterlidir. Atık sulardaki klorür içeriği, içme sularına kıyasla çok fazladır. Yüksek klorür içeriği metalik borulara ve aksama zararlı olmaktadır. Tuzlu atık sular zirai alanlar ve bitkiler için de oldukça zararlıdır.

Dikkat edilecek noktalar:

1-Kromat indikatörü ortamda oldukça sınırlı oranlar içinde bulunması gerekir. Sarı renkli kromat iyonunun konsantrasyonu büyük olursa çözeltinin sarı rengini maskeler. Kromat iyonunun konsantrasyonu az olursa bunu çöktürmek için Ag⁺ gerekeceğinden hatalı sonuç elde edilir.

2-Ortamın pH'sı 6,5-10 arasında olmalıdır. pH 6,5'den düşük olursa Ag₂CrO₄'ın çözünürlüğünü artırır, pH 10'dan büyük olursa Ag₂O oluşur.

REAKTİFLER

Alüminyum hidroksit süspansiyonu: 125 g alüminyum potasyum sülfat $AlK(SO_4) \cdot 12H_2O$ veya alüminyum amonyum sülfat $AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, 1 litre destile suda çözülür. 60 °C'ye kadar hafifçe ısıtılır ve 55 ml konsantre NH_4OH yavaşça ve karıştırarak ilave edilir, 1 saat bekletilir. Daha sonra karışım büyük bir şişeye aktarılır, çökelek klorür içermeyene kadar destile su ile yıkanır. Taze olarak hazırlandığında süspansiyon yaklaşık olarak 1 L'lik bir hacim kapsar.

Fenolftalein indikatör çözeltisi: 5 g fenolftalein disodyum tuzu destile suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır. Gerekirse hafif pembe renk oluşana kadar 0.02 N NaOH damlatılır.

Potasyum Kromat İndikatör Çözeltisi: 50 gr $K_2Cr_2O_4$ damıtık suda çözülür ve kırmızı çözelti meydana gelinceye kadar gümüş nitrat çözeltisi ilave edilir. 12 saat bekletilerek süzülür ve süzüntü damıtık su ile seyreltilerek 1 litreye tamamlanır.

Standart Gümüş Nitrat Çözeltisi(0,0141N): 2,396 gr $AgNO_3$ damıtık suda çözülerek 1000 ml'ye tamamlanır.0,0141 N NaCl 'e karşı standardize edilir.Kahve renkli şişede saklanır.Tam 0,0141 N standart gümüş nitrat çözeltisinin 0,5 mg klorüre eşdeğerdir.

Standart Sodyum Klorür Çözeltisi(0,0141N): 0,8241 g NaCl (140°Cde kurutulmuş) kapsamında klorür bulunmayan suda çözülür ve 1000ml'ye tamamlanır. Bu çzeltinin 1 ml'si 0,5 mg Cl⁻ kapsar.

Sodyum hidroksit, NaOH 1 N: 40 gr NaOH, destile suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

Sülfürik asit, H₂SO₄ 1 N: Karıştırarak 28 ml derişik H₂SO₄ dikkatli bir şekilde destile suya ilave edilir ve 1 litreye tamamlanır.

Hidrojen peroksit, H₂O₂: % 30'luk.

YÖNTEM

İletkenlik değerine göre alınan su renkli ise 3 mL alüminyum hidroksit($Al(OH)_3$) süspansiyonu konarak renk giderilir. Eğer sülfür varsa 1mL hidrojen peroksit(H_2O_2) çözeltisi ilave edilerek 1 dakika karıştırılır. Daha sonra fenolftalein damlatılır ve tam renksiz hale gelene kadar sülfürik asit(H_2SO_4) veya sodyum hidroksit($NaOH$) çözeltisi ile 1mL potasyum kromat(K_2CrO_4) konur. Gümüş nitrat($AgNO_3$) çözeltisiyle sarıdan tuğla kırmızısına dönene kadar titre edilir.

Tablo: İletkenliklere göre alınacak numune miktarları

| ECx10 ⁶ micromhos/cm | Alınacak miktar (mL) |
|---------------------------------|----------------------|
| 0-500 | 50 |
| 500-1000 | 25 |
| 1000 - 2500 | 10 |
| 2500 - 5000 | 5 |
| 5000-10000 | 2.5-1 |

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

Hesaplamalar:

$$\text{Klorür(mg/L)} = \frac{(A-B) \cdot N \cdot 35450}{\text{ml numune}}$$

Burada;

A= Numune için harcanan $AgNO_3$ sarfiyatı

B= K r iin harcanan AgNO_3 sarfiyatı
N= AgNO_3  zeltisinin normalitesi dir.

TARTIŐMA VE SONULAR

1. Klor r tayin y ntemlerini tartıŐınız.
2. Hazırlanan  zeltilerin saklama koŐullarını araŐtırdınız.

KAYNAKLAR

APHA, AWWA, WPCF, 1990. Standart Methods for The Exam. of Water and Wastewater, 18. Ed.

DENEY 9**SULARIN DEZENFEKSİYONU VE SERBEST KLOR TAYİNİ****AMAÇ**

Sularda klorun önemi ve iyodometrik yöntemle su numunelerinde klor derişimlerinin belirlenmesi.

TEORİ

Bir suyun ihtiva ettiđi sađlıđa zararlı mikroorganizmaların sudan giderilmesi işlemine suyun dezenfeksiyonu denilmektedir. Dezenfeksiyon ile sterilizasyon terimleri birbiriyle karıştırlmamalıdır. Sterilizasyon, dezenfeksiyondan daha ileri kademe olup sporlar dahil sudaki bütün canlıların öldürülmesi işlemidir. içme sularının dezenfekte edilmesinin amacı; sudan geçen bulaşıcı hastalıklarının önlenmesidir. Suların dezenfeksiyonu birkaç şekilde yapılabilir.

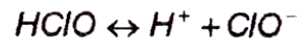
Çökeltme, yumaklaştırma ve filtrasyon gibi işlemlerle mikroorganizmaların kısmen azaltılması mümkündür. Ancak asıl mikroorganizma giderme usulleri aşağıda belirtilmiştir:

- Kaynatma ve benzeri fiziki işlemler,
- Ultraviyole ışınlarıyla dezenfeksiyon,
- Bakır ve gümüş gibi metal iyonlarıyla,
- Halojenler(klor, brom, iyot), ozon, potasyum permanganat gibi oksidantlar ile dezenfeksiyon.

Ancak dezenfektanın seçiminde ve kullanımında aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir:

- Dezenfektanın cinsi,
- Gerekli temas süresi,
- Suyun sıcaklığı ve kimyasal özellikleri,
- Giderilecek mikroorganizmaların cins ve özellikleri.

Klor normal ısı ve basınçta sarımsı-yeşil bir gaz olup, havadan ağırdır. Çok keskin bir kokusu vardır ve aktif bir elementtir. Su olması halinde, normal sıcaklıkta bütün elementlere tesir eder. Sadece asal gazlar ve oksijenle reaksiyona girmez. Oda sıcaklığında kuru klor, platin, altın ve gümüş gibi metallerle bakır ve demir ile bir reaksiyon oluşturmaz. Bu sebeple kuru kloru bakır ve demir borulardan nakletmek, çelik kaplarda muhafaza etmek mümkündür. Klor, suda serbest ve bağlı klor halinde bulunur. Klor suda hemen hidrolize olur ve aşağıdaki reaksiyonlar gereğince suyun pH değerini bir miktar düşürür ve alkaliliđi azaltır.



Serbest klor suyun pH'ı ile ilgili olarak hipoklorit ve hidroklorik asiti ifade eder. Bağlı klor da yine suyun pH'ı ile ilgili olarak kloramin türevlerini (monokloramin- NH_2Cl ; dikloramin- $NHCl_2$; trikloramin- NC_3) ve diğer türevlerini ihtiva eder. Analizde sonuçlar, klor(Cl_2) olarak verilir.

Klorlama bir çok içme, kullanma ve kanalizasyon sularının deşarjından önce uygulanır. Teknikte özellikle ağartma operasyonlarında serbest klor veya klor bileşikleri kullanılır. Kuvvetli ışık klorun parçalanmasını kolaylaştırır. İçme sularında bulunan serbest klor artığının az miktarının tehlikeli olmadığı ancak balıklar için tehlikeli olduğu rapor edilmiştir. Klorun balıklardaki zehirlik derecesi pH, sıcaklık, çözülmüş oksijen değerine ve diğer kirliliklere bağlıdır. Kullanılmış ve endüstri sularında çoğunlukla çamur meydana getiren diğer organizmaların ve bakterilerin kontrolü, klorlanarak yapılır. Serbest klor artığı gıda proseslerinde lezzeti etkileyebilir. Sulama sularında bulunan normal miktardaki klorun bitkilere zararlı etkisi yoktur.

Metodun Esası:

Klor, pH'sı 8 veya daha düşük olan potasyum iyodür çözeltisinden iyotu serbest hale getirecektir. Serbest hale geçen iyot, nişasta indikatörü kullanılarak standart sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Reaksiyon tercihen pH 3-4 aralığında yürütülür. Nötral titrasyon demir, mangan ve nitrit iyonlarının bozucu etkilerini minimuma

indirmesine rağmen asit titrasyonu toplam atık klor miktarının tayini için en etkili yöntemdir. Asit titrasyonu için asetik asit kullanılır, yalnızca bozucu etki gösteren maddelerin yokluğunda sülfürik asit kullanılır.

KULLANILAN MALZEMELER

1. Beher
2. Erlen
3. Pipet
4. Büret

REAKTİFLER

Asetik asit (derişik)

Potasyum iyodür (KI) kristalleri

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

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

Bi iyodat yöntemi: 3,249 g. İyi kalitede susuz potasyum bi iyodat ($\text{KH}(\text{IO}_3)_2$) veya 103°C 'de 1 saat kurutulmuş, 3,567 g. KIO_3 , 1000 mL saf suda çözülür 0,1 N çözelti elde edilir. Bu çözelti cam şişede depolanır. 80 mL distile suya, sabit karıştırma şartlarında, 1 mL derişik H_2SO_4 , 10 mL 0,1 N Bi iyodat ($\text{KH}(\text{IO}_3)_2$) ve 1 g. KI eklenir. Serbest iyotun rengi olan sarı renk oluşuncaya kadar, 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ile hemen titre edilir. 1 mL nişasta indikatör çözeltisi ilave edilir. Nişastanın iyotla oluşturduğu mavi renk kaybolana kadar titrasyona devam edilir.

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

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

Standart 0.1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisinden seyreltilerek 0.01 N veya 0.025 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi hazırlanır. 4 g. Sodyum borat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$) ve 10 mg. Civa iyodür (HgI_2) ilave edilerek 1 L'ye tamamlanır. Normalitenin doğrulanması her kullanımdan önce yukarıda açıklandığı gibi 0.01 N veya 0.025 N iyot veya potasyum dikromat kullanılarak standartlaştırılır (ayarlanır).

Çözeltilerden seyreltme işlemi yapılırken seyreltme oranının 1+4 'ü geçmemesi önerilir. Titrasyon işlemi hızlandırmak için otomatik büret kullanılabilir. 0,01 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 354,5 \mu\text{g Cl}_2\text{-Cl/1 mL}$ 0,025 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 = 886,3 \mu\text{g Cl}_2\text{-Cl/1 mL}$

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

YÖNTEM

Numune ve kör için 1000mL numune bir erlene alınır. 5mL asetik asit ilave edilip karıştırıldıktan sonra 1g KI eklenir. 0,01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile titre edilir. Numunenin rengi açık sarı olduğunda 4-5 damla nişasta çözeltisi ilave edilir ve numune koyu maviden rensiz olana kadar titre edilir.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

$$Cl_2 \text{ (mg / L)} = \frac{(A \pm B) \times N \times 35450}{mL \text{ numune}}$$

NOT: Kör olarak kullanılan numunede mavi renk oluşmaz ise; 0.0282N Standart İyot çözeltisi ile mavi renk oluşana kadar titre edilir(x mL), daha sonra 0,01N Na₂S₂O₃ çözeltisi ile deneyde yapılan işlemler tekrar edilir(y mL). Sarfiyatlar arasındaki fark(|x-y|=B) A sarfiyatına eklenerek sonuç hesaplanır.

Burada;

A=Numune için sarf edilen Na₂S₂O₃ hacmi

B=Kör için sarf edilen Na₂S₂O₃ hacmi

N=Na₂S₂O₃ çözeltisinin normalitesi' dir.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

1. Kırılma noktası klorlaması nedir? Açıklayınız.
2. Klor ile dezenfeksiyonun avantaj ve dezavantajları nelerdir?
3. Serbest klor tayinin Çevre Mühendisliğinde kullanımını açıklayınız.

KAYNAKLAR

1. APHA, AWWA, WPCF, 1990. Standart Methods for The Exam. of Water and Wastewater, 18. Ed.
2. MÜEZZİNOĞLU, A., ŞENGÜL F., 1993. Çevre Kimyası, DEÜ Çevre Müh. Bl., İzmir.
3. SAWYER, N., C., McCARTY, L., P., 1994. Chemistry for Environmental Engineering, 4th Ed.

DENEY 10

SERTLİK TAYİNİ

AMAÇ

Sulardaki sertliğin Fransız sertliği olarak hesaplanması.

TEORİ

Su, sahip olduğu fiziksel ve kimyasal özellikleri nedeni ile canlılar için hayati önem taşıyan ve organizmalarda çok bulunan bir moleküldür. Çocuk ağırlığının %80'i ve erişkin ağırlığının %55-60 kadarı sudur.

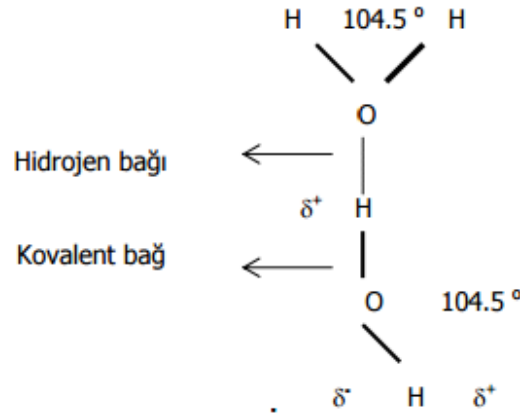
Su polar bir moleküldür, moleküldeki e- (elektron) dağılımı asimetriktir. Oksijen atomu kısmi (-) yük (-), hidrojen atomu kısmi (+) yük (+) taşır.

Suyun polar özelliği inorganik ve organik bileşikler için iyi bir çözücü olmasını sağlar. Birçok tuz ve biyokimyasal madde olan polioller, polihidroksi aldehytlar ve ketonlar (karbohidratlar), karboksilik asitler, hidrosit asitler ve aminoasitler su da iyi çözünür.

Besin maddelerinin taşınması, enzimlerce yürütülen metabolik olaylar ve kimyasal enerjinin transferi için su uygun bir ortamdır.

Suyun yoğunluğu sıcaklıkla değişir (+3.98 ° C ye kadar artar ve tam 1 olur, ondan sonra tekrar azalır). Su donduğu zaman (0 ° C) hacmi %10 kadar artar. Buz daha hafif olduğundan yüzeyde bir tabaka oluşturur ve su üzerinde yüzer. Böylece alttaki suyun sıcaklığı, donma noktasının üzerinde bir değerde tutularak göl ve nehirlerdeki canlılar donmaktan korunmuş olur. Başka maddelerde durum bunun tam aksidir yani madde sıvı hale geldiği zaman hacmi %10 kadar genişler.

Suyun donma ve erime ısısının yüksek olması, çevre sıcaklığının, fazla değişmesini önlemesi bakımından önemlidir. Su donarken 1 g'ı 80 kalori gibi oldukça büyük bir ısı enerjisini dışarı verir, çevre sıcaklığının birdenbire düşmesini önler. Havalar ısınca kışın donmuş olan buzlar erirken dışarıdan ısı enerjisi olarak ortam sıcaklığının birden bire yükselmesini önler.



Şekil 1. İki su molekülü arasındaki hidrojen bağı.

Bir su molekülündeki H ve O 'leri arasında kovalent bağ bulunurken, su moleküllerinin H ve O 'leri arasında bulunan kimyasal bağ hidrojen bağıdır. Hidrojen bağı bünyesinde en az bir tane ortaklanmamış e- çifti içeren ve elektronegatifliği yüksek bir atoma bağlı en az bir tane H atomu bulunduran moleküller arasında gerçekleşir. Hidrojen bağı, tipik bir kovalent bağ türünün yaklaşık %10'u kadar güçlü olup, enerjisi 12-42 kJ mol⁻¹ dir ve hücre içinde biyomoleküllerin üç boyutlu yapılarını kazanmalarında önemli yer tutar.

Bütün bu özelliklerin yanında doğal sularda bulunan kalsiyum, magnezyum, karbonat ve bikarbonat iyonlarının da canlılar açısından önemi büyüktür. Ca⁺⁺ iyonu yüksek bitkiler ve algler için önemli bir besindir. Sucul hayvanlarda hücre membranlarının suya geçirgenliklerini azaltılması membranların yapısal ve fonksiyonel bütünlüklerini sürdürebilmesi için gereklidir.

Mg⁺⁺ iyonunda sucul ortamda verimliliği artırır. Klorofilin yapısında da yer aldığından bitkiler için gerekli olan bir katyondur. Bileşik yaptığı anyonlara bağlı olarak zararlı etkisi görülebilir. Suyun sabunu tüketebilme (köpük yapmadan) özelliği sertliği diye tanımlanır. Doğal kaynaklardaki su havadan CO₂ alarak asidik özellik kazanır. Böyle bir su örneği Mg ve Ca tuzlarından oluşan kayalarla temasa geçince onların içindeki tuzları çözerler. Böyle Mg ve Ca tuzlarını belli oranlarda içeren sulara sert sular denir. Eğer sodyum ve potasyum bileşikli

sabunlar bu tür bir suya eklenirse Na ve K iyonları Mg ve Ca iyonları ile yer değiştirerek çökelek oluşumuna neden olurlar. Bu durum sertliğe neden olan iyonların hepsinin çökmesine kadar devam eder. Ortamda bulunan Mg ve Ca iyonlarının hepsi çöktükten sonra sabun köpürmeye başlar.

Su sertliği, sertliğe neden olan tuzların niteliklerine göre ikiye ayrılır:

- 1- Geçici sertlik: Ca ve Mg bikarbonatların neden olduğu sertliklere denir. Bu tür sertlikler suyun belirli bir süre kaynatılmasıyla giderilebilir. Kaynatma sonunda çözünür. Bikarbonat tuzu, suda az çözünen karbonat tuzuna dönüşür ve dolayısıyla çökme olur.



- 2- Kalıcı Sertlik: CaCl_2 ve MgCl_2 , SO_4^{-2} , PO_4^{-3} veya Silikat tuzlarından meydana gelen sertliktir. Bu tür sertlikler kaynatılmayla giderilmez.

Kalıcı ve geçici sertliğin toplamına sertlik bütünü denir. Sertlik tanımı olarak değişik tanımlar kullanılmaktadır. Bunlar;

Alman Sertliği : 100 ml su içinde 1 mg CaO'ya eşdeğer kalsiyum iyonlarının miktarına denir.
Fransız sertliği : 100 ml su içinde 1 mg CaCO_3 'e eşdeğer kalsiyum iyonlarının miktarına denir.
İngiliz Sertliği : 70 ml su içinde 1mg CaCO_3 'e eşdeğer kalsiyum iyonlarının miktarına denir.
1 Alman Sertliği = 1,25 İngiliz Sertliği = 1,79 Fransız Sertliği

Suların sertlik derecelerine göre sınıflandırmaları:

| Özellik | Alman sertliği | Fransız Sertliği |
|----------------|-----------------------|-------------------------|
| Çok yumuşak | 0-4 | 0-7.2 |
| Yumuşak | 4-8 | 7.2-14.5 |
| Orta Yumuşak | 8-12 | 14.5-21.5 |
| Sert | 12-18 | 21.5-32.5 |
| Çok Sert | 18-30 | 31.5-54.0 |

REAKTİFLER

0,02 N EDTA (Etilendiamintetraasetik asit) : 3,72g/1000ml

Amonyak Amonyum Klorür Tampon Çözeltisi: 6,92 g Amonyum Klorür + 57 ml Derişik Amonyak + 100 ml hacime kadar Distile su ile tamamlanır.

Eriochrome Black T: 1 g Eriochrome Black T ve 10 g NaCl havanda iyice ezilerek karıştırılır.

YÖNTEM

1. 50 ml su örneği alınarak bir erlene konur
2. 1 ml tampon çözelti ilave edilir
3. Spatül ucu ile bir miktar Eriochrome Black T indikatörü konur
4. 0,02 N EDTA çözeltisi ile renk kırmızıdan maviye dönene kadar titre edilir
5. Harcanan EDTA miktarı ml olarak kaydedilir. Aynı su örneklerini 5 dakika kaynattıktan sonra yukarıdaki işlemleri bu örneklere de uygulayın.

VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

Titrasyon sonucunda sertlik aşağıdaki gibi hesaplanır ;

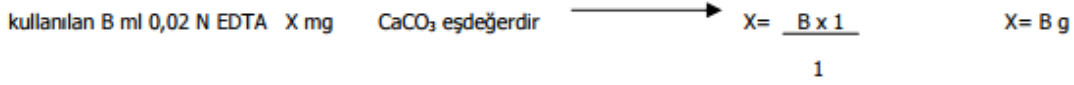
EDTA (di sodyum tuzu) nın molekül ağırlığı 372 g
 CaCO_3 ün molekül ağırlığı 100g



| | | |
|---------------------|------|-------------------------------|
| 1000 ml 0,02 N EDTA | 1 g | CaCO ₃ eşdeğer ise |
| 1 ml 0,02 N EDTA | 1 mg | CaCO ₃ eşdeğerdir |

| | | |
|------------------|------|-------------------------------|
| 1 ml 0,02 N EDTA | 1 mg | CaCO ₃ eşdeğer ise |
|------------------|------|-------------------------------|

Örneğin titrasyonu için



B= Titrasyonda harcanan EDTA çözültisinin ml olarak miktarı

A= Örnek hacmi (ml)

| | |
|-----------------|-------------------------------|
| A ml örnekte | B mg CaCO ₃ varsa |
| 1000 ml örnekte | X mg CaCO ₃ vardır |

| | | |
|-------|---------------------------|----------------------------------|
| 1 FS° | 10 | mg CaCO ₃ eşdeğer ise |
| X | $\frac{1000 \times B}{A}$ | mg CaCO ₃ eşdeğerdir |

$$X = \frac{1000 \times B \times 1 \text{ FS}^\circ}{A \times 10} = \frac{100 \times B}{A} \text{ FS}^\circ \text{ dir}$$

Deneyde 50 ml örnek kullanıldığı takdirde ; $X = 100 \times B / 50 = 2B \text{ FS}^\circ$ olur.

Buradan 50 ml su örneğinin 0,02 N EDTA çözültisi ile titrasyonu için yapılmış harcama bize doğrudan o suyun sertliğini verir.

TARTIŞMA VE SONUÇLAR

- 1.Sert sular ile ilgili problemler nedir, nasıl giderilir?
- 2.Kireç-soda yönteminde alkalinite ve toplam sertlik verilerinin önemini belirtiniz.
- 3.Sertlik verisinin Çevre mühendisliği için önemini tartışınız.

KAYNAKLAR

1. Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı, 1984, T. Gündüz, Ankara Üniv. Fen Fak. Yayınları, Ankara.
2. Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı, 1984, M. Demir, Ş. Demirci ve A. Usanmaz, M.E.B Yayınları.
3. Principles of Biochemistry ,1993, A.L. Lehninger, D.L. Nelson and M.M. Cox.,Worth Pub.Inc.N.Y.