

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

---

**ÇEVRE KİMYASI LABORATUVARI-II**

**Prof. Dr. Gülfem BAKAN  
Arş.Gör.Arife ŞİMŞEK**

**SAMSUN / 2019**

### LABORATUAR UYGULAMASINDA DİKKAT EDİLECEK NOKTALAR

- Laboratuvar ortamında çalışanların sağlık ve güvenliği ile yürütülen çalışmaların başarısı için temel güvenlik kurallarına uyulması büyük önem taşımaktadır.
- Laboratuvarda çalışılırken önlük giyilmesi zorunludur.
- Laboratuvar çalışması süresince tüm öğrencilerin titiz ve dikkatli davranması çalışma güvenliği açısından oldukça önemlidir.
- Laboratuvar malzemeleri, daha sonra kullanan kişinin güvenliği açısından kesinlikle kirli ve içinde kimyasal madde ile bırakılmamalıdır.
- Laboratuvar çalışmalarının bitiminde, kullanılan tezgahlar ve malzemeler temizlenmelidir. **Her öğrenci, laboratuvar ekipmanlarını ve deney masasını düzenli bir şekilde bırakmakla yükümlüdür.**
- Çalışma tamamlandıktan sonra, laboratuvar koşulları mevcut haline tekrar getirilene kadar gerekli düzen ve temizlik öğrencinin sorumluluğundadır.

### Laboratuvar Çalışmalarında Öğrencinin Temin Etmesi Gereken Malzemeler;

1. Laboratuvar önlüğü ve ilgili deney föyü,
2. Küçük not defteri (Ajanda kullanılması önerilir.)
3. Cam kalemi ve Etiket
4. Hijyen amaçlı temizlik malzemeleri  
Eldiven (vinil), antibakteriyel sıvı sabun, rulo havlu veya tuvalet kağıdı vb.  
(Tercihen iyi kalitede olmaları önerilir.)

### Deney Raporu Yazım Klavuzu

1. **Kapak;** dersin adı, deney adı ve tarihi, hazırlayan öğrencilerin adı-soyadı, öğrenci numarası, grup numarası ve imzası, sorumlu öğretim üyesi ve araştırma görevlisinin adı yazılmalıdır.
2. **İçerik;** raporda yer alan bölümler ve alt bölümleri sayfa numaraları ile birlikte verilir.
3. **Deneyin Amacı ve Önemi**
4. **Genel Bilgi;** bu bölümde yazılacak temel bilgiler kesinlikle kaynak gösterilerek yazılmalı ve rapor sonunda kaynaklar belirtilmelidir.
5. **Deney Yöntemi;** kullanılan araç ve gereçler, kimyasallar yazılır ve deneyin yapılış şekli anlatılır.
6. **Veri Analizi;** hesaplamalar yapılır, gerekli açıklamalarla birlikte tablo ve grafikler oluşturulur.
7. **Sonuç ve Tartışma (Yorum);** deney sonucunda elde edilen veriler için değerlendirme yapılır, sebep-sonuç ilişkisi kurulur ve deney föyünde istenen sorulara cevap aranır.
8. **Kaynaklar;** metin içerisinde hangi kaynaktan yararlandığı, gerekli yerlerde köşeli parantez içerisinde rakamla, [1] gibi gösterilmelidir. Rapor sonunda ise kaynaklar başlığı altında sırasıyla kaynağın ne olduğu açıkça belirtilmelidir.

**Rapor hazırlanırken;** raporu bir zorunluluk olarak görüp konu başlığına göre tek bir kaynaktan araştırma yapmak, kaynak araştırmasında sadece interneti kullanmak, internet sayfasındaki gerekli gereksiz her türlü bilgiyi aynen kopyalamak gibi hatalardan kaçınılmalıdır.

**Raporun Tamamı;** Times New Roman, 12 punto, iki yana yaslı ve 1 satır aralığı ile yazılacaktır.

- Öğrenci, ilgili deneye hazırlıklı gelmeli, deney başlangıcında ve sonunda yapılacak kısa süreli sınavlara (quiz) katılmalıdır.

ÇEVRE KİMYASI LABORATUVARI\_II DENEY / UYGULAMA TAKVİMİ

<b>DENEY / UYGULAMA</b>	<b>Tarih</b>
1. ÇEVRE KİMYASINDA KULLANILAN GENEL ALETLER	19 ŞUBAT 2019
2. SPEKTROFOTOMETRE KALİBRASYONU	26 ŞUBAT 2019

2018/2019 BAHAR DÖNEMİ

3. KOLORİMETRİK FOSFAT TAYİNİ	05 MART 2019
4. HİDROJEN PEROKSİT YÖNTEMİYLE SO <sub>2</sub> TAYİNİ	12 MART 2019
5. SÜLFAT TAYİNİ	19 MART 2019
6. GRIESS REAKTİFİ İLE AZOT OKSİT TAYİNİ	26 MART 2019
7. YAĞ –GRES TAYİNİ	02 NİSAN 2019
<b>ARA SINAV HAFTASI</b>	06 - 14 NİSAN 2019
8. ORGANİK MADDE TAYİNİ	16 NİSAN 2019
9. BİYOLOJİK OKSİJEN İHTİYACI TAYİNİ	30 NİSAN 2019
10. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI TAYİNİ	07 MAYIS 2019
<b>Uygulama Dersi (Problem Set Çözümü)</b>	14 MAYIS 2019

## DENEY 1

### SPEKTROFOTOMETRE KALİBRASYONU

#### DENEYİN AMACI

1. Tipik bir enstrümana kalibrasyon yönteminin uygulanışı
2. Spektrofotometrenin çalıştırılmasının gösterilmesi, absorpsiyon spektromunun tayini ve en uygun dalga boyunun seçimi ile standart kalibrasyon eğrisinin oluşturulması ve kullanımı.

#### TEORİ

## Çevre Kimyası Laboratuvarı\_II

"Beer Lambert Kanunu" , bir solüsyondan geçen ışık miktarının, solüsyon konsantrasyonu ile olan ilişkisini anlatan bir kanundur. Bu kanunun ifadesi ise:

$A = a * b * c$  şeklindedir. Burada,

A = absorptans,

a = absorptivite,

b = hücre boyu,

c = konsantrasyon anlamına gelir.

Bir solüsyonu, kantitatif olarak spektrofotometrik bir yöntemle analiz etmek için, absorptasyonu ölçen doğru dalga boyunun tayini ve sistemin "Beer Kanunu"na uymasını sağlamak için baştan bir çok ön ölçümlerin yapılması gereklidir.

### ALETLER

- Spektrofotometre
- Küvetler ( 2- 1 cm. çapında)
- Pipetler
- Erlen
- Beherler

### REAKTİFLER

Aşağıdaki çözeltileri hazırlayınız :

1. 0.05 N KOH : 3,3 gr AR saflığında KOH/l saf suda çözünüz.
2. 40 mg/ l potasyum kromat solüsyonu ( stok) : 20 mg AR saflığında  $K_2CrO_4$  / 500 ml 'yi 0.05N KOH içinde çözünüz.
3. 4 tane 50 ml'lik erlenlere 10 ml, 20 ml, 30 ml ve 40 ml  $K_2CrO_4$  solüsyonunu sırayla ekleyiniz. Daha sonra herbirini 50 ml ' ye 0.05 N KOH ile seyreltiniz. Şimdi solüsyonlar 8 mg/l, 16 mg/l, 24 mg/l ve 32 mg/l standart potasyum kromat solüsyonu içermektedir.

### YÖNTEM

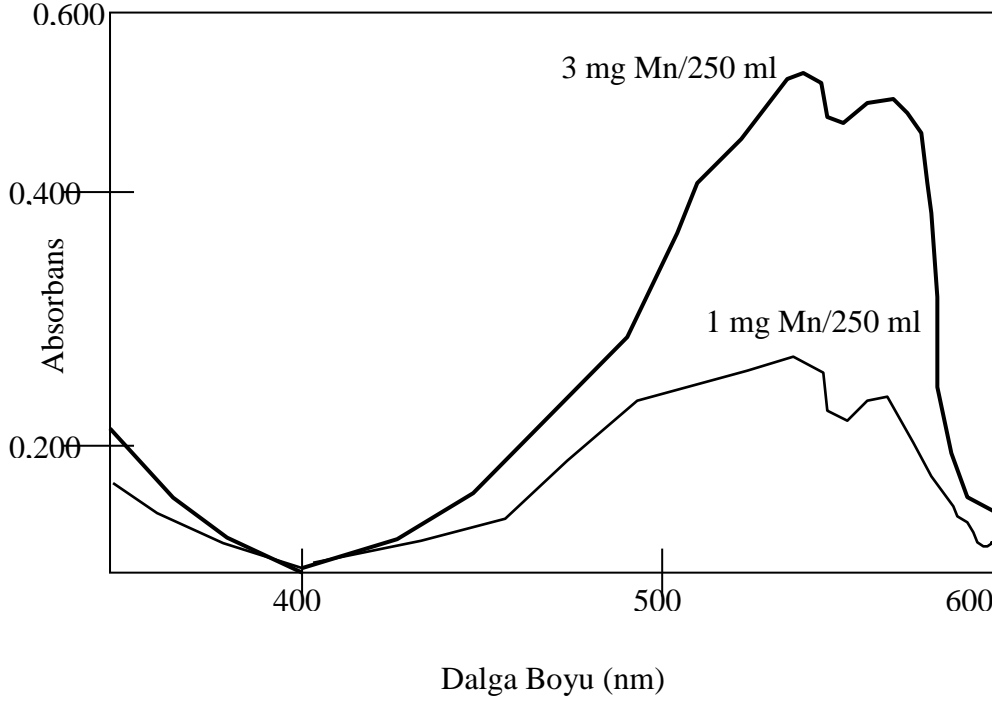
Enstrümanın sağlıklı çalıştığını kontrol etmek için günlük yapılması gereken dalga boyu kalibrasyon doğrulaması, haftalık absorblama kontrolü ve veri gerektiğinde ışık geçirgenliğinin doğrulaması gerekir.

#### A) Dalga boyu kalibrasyonunun doğrulanması :

1. Holmium oxide filtresi standart dalgaboyu olarak kullanılarak dalgaboyu kalibrasyonu yapılabilir. Holmium oxide camı belirgin bilinen dalgaboylarında spektrumun hem " görünen (visible) " , hem de " ultriviolet, UV " bölgelerinde oluşan keskin absorpsiyon bantları içerir.

2. Aşağıdaki şekilde spekturumu kullanılarak dalgaboyu kalibrasyonu doğrulanır.

3.  $\text{KMnO}_4$  solüsyonu monokromatik radyasyonda "Beer" kanununu izler ve spektrofotometrenin kalibrasyonunda kullanılabilir.  $\text{KMnO}_4$  'in spektrumu Şekil 1 'de verilmiştir.



#### B. Absorblama Kontrolü :

Spektrofotometrik ölçümlerin değişik safhalarını standardize etmek için bir set nötür durağan yoğunlukta filtreler veya sıvı filtreler geliştirilmiştir. Eğer bu filtreler yoksa,

1. Standart potasyum kromat test solüsyonu, 0.05 N KOH içinde ve 32 mg/l konsantrasyonunda, bu filtrelerin yerine kullanılabilir.

2. Spektrofotometre absorblama doğrulaması için aşağıdaki yöntemle göre kullanılabilir :

i - Aleti açtıktan sonra ısınması için 15 dk. bekleyiniz.

ii - Aleti " absorbance " konumuna getiriniz.

iii - İstenen dalga boyunu seçiniz.

iv - Şahit numune (Blank) ile aletin 0.000 ayarını yapınız.

v - Numunenin bulunduğu hücreyi yerine yerleştirip absorbans değerini okuyunuz.

vi - Dalga boyunu değiştirerek, her dalga boyunda numune ölçümünü tekrarlayınız.

vii- 0.05 N KOH içinde standart test solüsyonu olan potasyum kromatın (32 mg/l) absorpsiyon spektrumunu tayin ediniz.

viii - Absorpsiyon spektrumunu çiziniz ve kantatif analiz için en uygun dalga boyunu seçiniz.

#### C - Fotometrik Doğrusallık Kontrolü :

1. Fotometrik doğrusallık, absorblamaya karşılık konsantrasyon değerleri çizilerek kontrol edilebilir, bunun için bir seri özel bilinen konsantrasyondaki asit veya alkali kromat, nitrophenol ve kobalt-ammonyum sülfat solüsyonları ile değişik konsantrasyonlarda test solüsyonu olarak kullanılabilir.

2. Alkaline-potasyum kromat çözeltisinde fotometrik doğrusallığı kontrol için aşağıdaki şekilde kullanılabilir :

i - Aleti açtıktan sonra ısınması için 15 dk. bekleyiniz.

ii - Aleti " absorbance " konumuna getiriniz.

iii - Tungsten lambasını çeviriniz ve kaynak seçici yerini " visible " konumuna getiriniz.

iv- Dalga boyunu 370 nm 'ye ayarlayınız.

v - Şahit numune ile aletin 0.000 ayarını yapınız.

vi - Küveti iki kez 8 mg/l  $K_2CrO_4$  standart çözeltisiyle çalkalayınız ve sonra bu çözeltiyle tekrar doldurup absorblama değerini okuyunuz.

vii - Bu işlemleri diğer hazırlanan standart  $K_2CrO_4$  çözeltileri içinde tekrarlayınız.

viii - Absorblamaya karşılık  $K_2CrO_4$  konsantrasyon (mg/l) değerlerini grafik kağıdına çiziniz.

#### D - Işık Geçirgenliğinin Doğrulanması :

"Beer Kanunu'ndan Sapma" dedektörü, belirtilen dalga boyu haricindeki dalga boylarında kıran ışıktır. Genel etkisi görünen absorblama değerini düşürür. Herhangi verilen bir analizde, bu değişim, doğrusallığın sağlandığı grafiğin en son ve en yüksek konsantrasyon aralığında gözlenebilir. Eğer bu gözlenmişse, "Beer Kanunu'ndan Sapma" doğrulanması ölçüm yapılan dalga boyu yakınında yapılmalıdır. Bunun için aletin kullanım klavuzunda verilen yöntem kullanılmalıdır.

#### VERİLER

1. Absorblama doğrulaması için absorblama değerlerini, 10 nm dalga boyu artışlarıyla gösteren 320 - 400 nm arasındaki dalga boylarındaki okumaları içeren bir tablo hazırlayınız. Daha sonra en uygun dalga boyunu seçiniz.

2. Fotometrik doğrusallık için ise 40 - 24 - 16 - 8 mg/l  $K_2CrO_4$  konsantrasyonlarındaki absorblama değerlerini seçilen dalga boyunda tablo halinde belirtiniz ve ayrıca bilinmeyen numunenin konsantrasyonunu mg/l  $K_2CrO_4$  olarak veriniz.

#### VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1.  $K_2CrO_4$ 'ün absorpsiyon spektrumunu çiziniz ve kantitatif analizler için en uygun dalgaboyunu seçiniz. Bunu laboratuvar asistanınızla doğrulayıp, yöntemin "C" kısmını yapmaya öyle başlayınız.

2. Absorblamaya karşılık  $K_2CrO_4$  konsantrasyonu ( mg/l) olarak seçilen dalga boyunda bir grafik çiziniz.

3. Bilinmeyen potasyum kromat (  $K_2CrO_4$ ) solüsyonunun konsantrasyonunu " C " adımımdan elde ettiğiniz standart kalibrasyon eğrisinden okuyunuz.

### **TARTIŞMA SORULARI**

1. Spektrofotometrik analizlerin çevre mühendisliğinde kullanımını tartışınız.

2. Herhangi bir spektrofotometrik analiz öncesinde spektrofotometrenin kalibrasyonunun önemini tartışınız.

## **DENEY 2 KOLORİMETRİK FOSFAT ANALİZİ**

### **DENEYİN AMACI**

1. Optimum dalga boyunun seçimine göre uygun yöntemi gösterme
2. Kolorimetrik analizlerin genel prensiplerinin gösterilmesi
3. Sudaki fosfat konsantrasyonunun tayini

### **TEORİ**

Fosfor, genelde kirli sularda, ortofosfat ve polifosfat hallerinde bulunur. Bütün polifosfatlar, sulu çözeltilerde göreceli olarak hidroliz olup, ortofosfata dönüşürler. Bu dönüşümün hızı sıcaklığa bağlıdır ve sıcaklık kaynama noktasına yaklaştıkça hızlanır. Ayrıca bu hız, çözeltinin pH sını düşürerek de hızlandırılabilir.



Mühendislik uygulamalarında, genellikle orto, poli ve organik formdaki fosfor türü miktarlarının bilinmesi gerekmektedir. Ortofosfat analizlerinde, polifosfatların analiz üzerindeki girişimleri önemsizdir ve ortofosfatlar yeterli derecede bir hassasiyetle ölçülebilmektedir. Poli ve organik formdaki fosfor türleri ise toplam fosfor analizlerinde ortofosfat formuna dönüştürülür.

Ortofosfat formda bulunan fosfor ( ve ) gravimetrik, volumetrik ve kolorimetrik metotlar kullanılarak kantitatif olarak ölçülebilmektedir. Suda çok yüksek fosfat miktarı bekleniyorsa tayin için gravimetrik metot kullanılabilir. Ancak, böyle yüksek konsantrasyonlu durumlar mühendislik uygulamalarında çok sıkça karşımıza çıkmamaktadır. Volumetrik metot ise fosfat konsantrasyonunun 50 mg/L'yi aştığı durumlarda kullanılmaya uygundur. 50 mg/L'yi aşan durumlara, buhar kazanlarında ve anaerobik çürütücülerin üst kısımlarında biriken sularda rastlanmaktadır. Bu metot bir çökelek oluşturma, çökeleğin süzülmesi, sulandırılması ve titrasyonundan ibarettir. Ancak çok vakit alır. Su ve atıksu analizlerinde kolorimetrik metotlar önerilir. =-44243HPO,POH,POH-34PO

Ortofosfat tayininde üç kolorimetrik metot kullanılmaktadır. Bu metotlar, esasen aynı olmasına rağmen, renk oluşumu için kullanılan reaktiflerde farklılık gösterirler.

Kullanılan kolorimetrik yöntemler aşağıda sıralanmıştır:

A-Vanadomolibdofosforik Asit Kolorimetrik Yöntemi

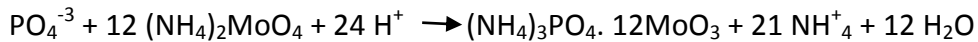
B-Kalayklorür Yöntemi

C-Askorbik Asit Yöntemi

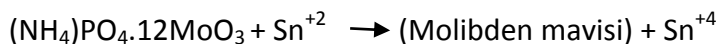
Kolorimetrik "vanadomonlybdophosphoric" asit metodu ortofosfatların ölçümü için seçilmiştir. Vanadyumun bulunduğu ortamda sarı renk oluşur. Bu sarı rengin yoğunluğu fosfat konsantrasyonuyla doğru orantılıdır. Bu metod düşük fosfat iyonu konsantrasyonları için kullanılır (4-18 mg/l). Renk yoğunluğunun ölçümü spektrofotometre kullanılarak yapılır. Bu metodu kullanarak, numuneye önceden filtrasyon, hidroliz ya da sindirme işlemi yapmadan, ortamdaki toplam çözünmüş ve askıdaki ortofosfat değeri bulunur.

Bu deney föyünde B-Kalayklorür Yöntemi üzerinde durulmuştur. Bu metotta gerçekleşen kimyasal işlemler aşağıdaki gibidir. Fosfat içeren numuneye öncelikle amonyum molibdat ilave edilir.

Ortofosfat, aşağıda görüldüğü gibi, asidik çözelti içinde amonyum molibdat ile birleşip, amonyum fosfo molibdat oluşturur.



Ortama eklenen kalay klorürle birlikte amonyumfosfomolibdattaki molibden indirgenerek mavi renk verir. Oluşan renkli bileşik molibden mavisini ya da heteropolik mavi olarak adlandırılır. Kalay klorürün kullanıldığı işlem sırasında gerçekleşen kimyasal reaksiyon kantitatif olarak aşağıdaki şekilde ifade edilebilir.



Bir çözeltinin spektrofotometrik metotla kantitatif olarak analiz edilebilmesi için, absorbans ölçümlerinin yapılacağı dalga boyunun seçimi ve sistemin "Beer Kanunu"na uymasını sağlamak için bir çok ön ölçümlerin yapılması gerekir. Dalga boyu seçimi genelde absorpsiyon spektrumunun analizine dayanır ki bu da bir çözeltinin absorplama karakterlerini

dalga boyunun bir fonksiyonu olarak belirtir. Maksimum hassasiyet, maksimum absorpsiyonun ulaştırıldığı dalga boyunda elde edilir. Mümkünse, absorpsiyon spektrumunun düz kısmına denk gelecek yerden bir dalga boyu seçilir.

Bu seçilen dalga boyu kullanılarak, değişik konsantrasyonlardaki bir seri çözeltinin absorbans değeri ölçülür. Orjinden geçen bir doğru olan absorbansa karşılık konsantrasyon çizimi, Beer Kanunu'nun bu çözeltiye uygulanabilirliğini gösterir. Optimum dalga boyu bulunduktan sonra, tüm tayinler bu seçilen dalga boyunda yapılmalıdır.

Bu yöntem 30 g/l'ye kadar düşük konsantrasyonlarda fosfat tayininde kullanılır. As ( $>0,1$  mg/l),  $Cr^{+6}$  ( $>10$  mg/l),  $NO_2^-$  ( $>10$  mg/l),  $Na_2S$  ( $>1$  mg/l) ve  $S_2O_3^{2-}$  ( $>10$  mg/l) konsantrasyonlarında bozucu etkiye sahiptir.

#### ALETLER

- Spektrofotometre (690nm 'de 1 cm ışık yollu küvet)
- Pipetler, balon joje ve erlenler

#### REAKTİFLER

1. Amonyum molibdat: 175 mL distile su içinde 25 g  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$  çözülür. 280 mL konsantre sülfürik asit 400 mL distile suya boşaltılır. Asit çözeltisi soğutulur ve üzerine amonyum molibdat çözeltisi eklenip 1 L'ye tamamlanır.
2. Kalay klorür çözeltisi: 2,5 g taze  $SnCl_2 \cdot 2H_2O$  100 mL gliserol içinde çözülür. Su banyosunda ısıtılırken bir yandan da cam çubuk ile karıştırılarak çözünme işlemi hızlandırılır. Bu reaktif stabil olduğunda korumaya ya da özel teçhizata ihtiyaç duyulmaz.
3. Standart fosfat çözeltisi : 219,5 mg  $KH_2PO_4$  saf su içinde çözünür ve litreye tamamlanır (1 ml = 50  $\mu$ g  $PO_4$ -P).
4. Bilinmeyen çözeltiler:
  - a) 0,2 g , fosfat içeren bir deterjan çözünüp, 1 L'ye tamamlanır. Ayrıca üzerine 0,02 g kömür tozu eklenir.
  - b) 0,2 g fosfat içeren bir kaba litrelik çözeltiye ise 0,02 g cam tozu eklenir.

#### YÖNTEM

- i. Çözeltinin absorpsiyon spektrumunu belirlenmesi (kantitatif analizler için uygun dalga boyu bulunur ve deneye devam etmeden önce bu seçilen dalga boyunu kontrol edilmelidir.)
- ii. Aşağıdaki yöntemi kullanarak seçilen optimum dalga boyunda kalibrasyon eğrisi hazırlayınız.

Kalibrasyonun hazırlanışı: Stok çözeltiden 0,1-0,2-0,4-0,8-1,2-1,6-2,0-3,0-4,0 ml alıp saf suyla 100 ml'ye seyreltilir. Böylece sırasıyla 0,05-0,1-0,2-0,4-0,6-0,8-1,5-2,0 mg/l  $PO_4$ -P konsantrasyonlarında standart çözeltiler hazırlanmış olur.

Bu çözeltilerin her birine sırasıyla 4 mL amonyum molibdat çözeltisi, 2 mL (8 damla) kalay klorür çözeltisi eklenirken zamanlayıcı başlatılır. Kalay klorür çözeltisinin eklenmesinin üzerinden 10–12 dakika geçtikten sonra bütün çözeltilerde 690 nm dalga boyunda absorpsiyon ölçümü yapılır. Elde edilen absorpsiyon değerleri konsantrasyona

karşı grafik kağıdına yerleştirilerek lineer regresyon (En Küçük Kareler) metoduyla kalibrasyon eğrisi denklemi çıkarılır.

- iii. Bilinmeyen numuneleri gözenek boyutu bilinen filtre kağıtlarından süzünüz. Bu numuneleri filtreli ve filtresiz olarak ii. adımda olduğu gibi ölçünüz.

### VERİLER

1. Absorbans kontrolü için 350nm ile 700 nm dalga boyları arasında 25nm artışlarla absorbans değerlerini gösteren bir tablo oluşturunuz.
2. Kalibrasyon eğrisi için okunan belli konsantrasyonlara karşılık gelen absorbans değerlerinin sıralandığı bir tablo oluşturunuz.

### VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

1. PO<sub>4</sub>-P için absorpsiyon spektrumunu çizin ve kantitatif analizler için en iyi dalga boyunu seçiniz.
2. Absorbansa karşılık PO<sub>4</sub>-P konsantrasyonlarının (mg/l) seçilen dalga boyundaki okumalarını lineer grafik kağıdına çizin.
3. Standart kalibrasyon eğrisi ve denklemini kullanarak, bilinmeyen numunelerin PO<sub>4</sub>-P konsantrasyonlarını tayin ediniz.

### TARTIŞMA SORULARI

1. Gözenek boyutu bilinen bir ortamda filtrasyon yapılmasının önemini açıklayınız.
2. Filtreli ve filtresiz bilinmeyen numunelerin PO<sub>4</sub>-P konsantrasyon değerlerini karşılaştırınız.
3. Elde edilen sonuçlardaki kömür tozu ve cam tozunun etkilerini tartışınız.
4. Fosfat tayininin çevre mühendisliği pratiğindeki önemini tartışınız.

## DENEY 3

### HİDROJEN PEROKSİT (H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>) YÖNTEMİ İLE SO<sub>2</sub> TAYİNİ

#### DENEYİN AMACI

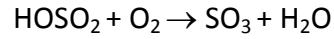
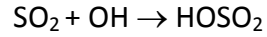
Laboratuvarda kükürtdioksit miktarının tespiti.

#### TEORİ

##### Kükürt Oksitler

Gaz kirleticiler arasında kükürt oksitler en çok bilinen birincil hava kirleticilerindendir. Bunlar çoğunlukla fosil yakıtların yanması sonucunda meydana gelmektedirler. SO<sub>2</sub> atmosfere salındıktan sonra bir dizi reaksiyona uğramaktadır. Bu reaksiyonlardan biri de OH serbest radikali ile olanıdır.

Burada;



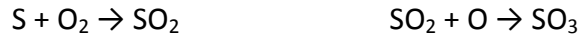
meydana gelir.  $\text{SO}_3$  aşağıda görüldüğü gibi havadaki su buharı ile reaksiyona girerek asit yağmurlarının temel sebebi olan sülfürik asite dönüşür.

Böylece;

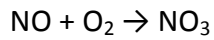


Kükürt, atmosferde üç şekilde bulunur: Kükürt dioksit,  $\text{SO}_2$ ; Hidrojen sülfür,  $\text{H}_2\text{S}$ ; ve değişik sülfatlar,  $\text{H}_2\text{S}$  esas olarak doğada kaynaklarda çıkar. Sülfatlar deniz dalgalarının hava ile yaptığı tozlanmadan ve  $\text{SO}_2$ 'nin oksitlenmesinden meydana gelir.

Kükürt dioksit, renksiz, boğucu kokulu bir gazdır. Havada bulunabilen çeşitli katı partiküllerin yüzeylerinde reaksiyon gösterir. Suda hemen çözünür, havadaki su damlacıkları ile okside olur. Fosil kökenli yakıtların yanması ile açığa çıkan kükürt, havada derhal oksidasyona uğrar. Bu oksidasyon iki aşamada gerçekleşir:



Ortamda herhangi bir katalizör madde bulunmadığı durumda, kükürt dioksit yavaş bir reaksiyonla kükürt trioksite dönüşür. Bu dönüşüm ortamda oksijen, ozon veya hidrokarbon serbest radikallerinin bulunması durumuna göre değişim gösterir. Örneğin, ortamda azot monoksitin konsantrasyonuna bağlı olarak iki ayrı reaksiyon oluşabilir.

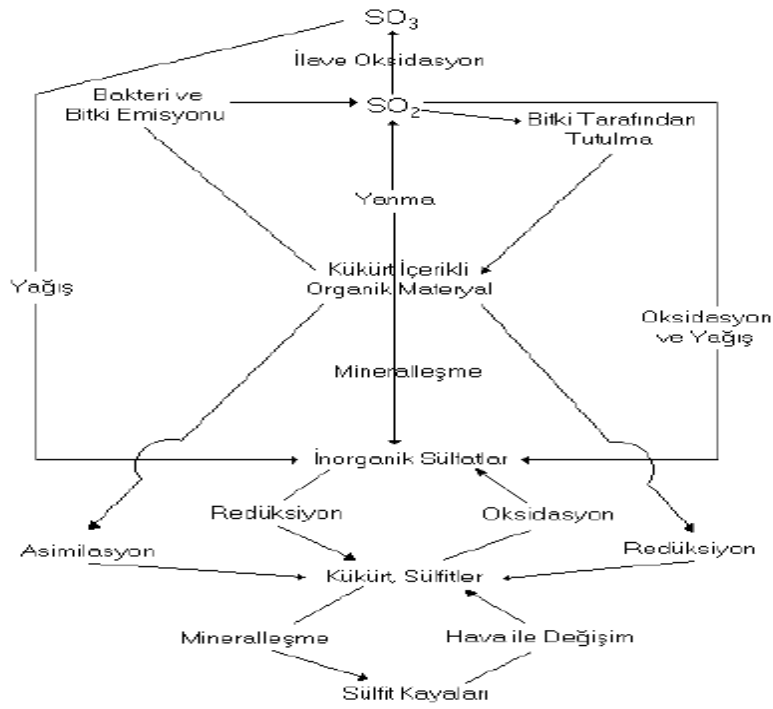


**Kükürt Trioksit:** Sıcak ve soğuk suda eriyen renksiz bir gazdır. Atmosferde derhal sülfürik asite ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) dönüşmesinden dolayı atmosferdeki kalış süresi çok kısadır. Su ile asit oluşturması nedeni ile kirletici olarak önem taşımaktadır.

Atmosferde sıklıkla bulunan ve insan aktiviteleri sonucunda atmosfere karışan diğer kükürt bileşikleri; hidrojen sülfür ( $\text{H}_2\text{S}$ ), kükürtün merkaptan formu (örneğin: metil merkaptan) dur. Kükürt dioksit, esas olarak suni işlemlerle olur. Bu nedenle atmosferdeki bu gazın miktarını minimumda tutmak çevre önlemlerinin başında gelmektedir. Temel olarak, kömür ve petrolün santrallerde yakılması yanında endüstride pek çok alanda kullanılmasına rağmen santraller dünyada bu emisyonun % 70'ini vermektedir.

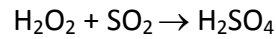
Kükürt dioksit bölgelerde, değişik yoğunlukta olabilmektedir. Ölçüm ve değerlendirilmesi genellikle ppm (parts per million) hacimsel olarak yapılmaktadır. Şehirlerdeki ağır sanayi

alanlarında genellikle 3.2 ppm'e ulaşılmakta 11 ppm tepe değeri kaydedilebilmektedir. 0.6 ppm yoğunluk, insanların sağlığında herhangi bir rahatsızlık yapmamaktadır. Bununla beraber birçok insanda kükürtün hissedilmesi 5 ppm de başlamaktadır. 10 ppm sınırları etkiler. Bir saatlik temas, 10 ppm de solunum problemlerine ve ifrazat artışına neden olur. Daha yüksek sıcaklıkta ve rutubette etki, daha şiddetli ve ciddi olur. Doğadaki kükürt ve kükürt dioksit dönüşüm siklusu aşağıda şematik olarak gösterilmektedir.



## YÖNTEM

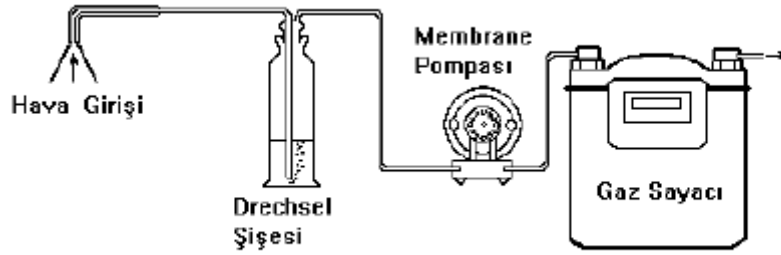
Bu metod ile SO<sub>2</sub> konsantrasyonu 0.01-10 ppm arasında ise tayin yapılır. H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> kuvvetli yükseltgeyici olup SO<sub>2</sub>'yi H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>'e yükseltir.



Yöntemin ilkeleri İngiliz Standartlar Enstitüsünce kabul edilmiştir. Havadaki SO<sub>2</sub>, seyreltik H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi içine emilerek H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> şekline dönüştürülmektedir. Çözeltinin asiditesi standart alkali ile titrasyon sonucu saptanır ve sonuç µg/m<sup>3</sup> SO<sub>2</sub> olarak verilir.

## DENEYİN YAPILIŞI

Bu deneyde numune alıcısı olarak BULAP-SO<sub>2</sub> ve duman örnekleyicisi kullanılacaktır. Gaz yıkama şişesine 100 ml % 0,3' lük H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi konur. Laboratuvarda gerçekleştirilen SO<sub>2</sub> tayininde, belirli miktarda saf kükürt (S) bir yanma odasında yakılır. Numune alma hunisi saf kükürdün yanması sonucu açığa çıkacak olan SO<sub>2</sub> dumanını toplayacak şekilde yerleştirilmelidir. Ne kadar süre numune alınacaksa zaman ayarı yapılarak alet çalıştırılır. Süre sonunda alet durdurularak gaz yıkama şişesi alınır.



Şekil: Absorblama çözeltisi içinde SO<sub>2</sub> örnekleme için kullanılan ekipman

Aletten alınan gaz yıkama çözeltisinden 10, 20 ve 50 ml numune alınarak 100 ml' ye seyreltilir. Çözeltilere 1-2 damla BDH indikatörü damlatılarak rengi kör numunenin rengine ulaşıncaya kadar standart alkali çözeltisi (0.01 N Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>) ile titre edilir. Sarfiyatlar kaydedilir ve 3 sonucun ortalaması alınır.

### Renk Karşılaştırılması İçin Kontrol Numunesinin Hazırlanması

150 ml' lik bir erlen içine 50 ml taze H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> stok çözeltisinden alınır. Bu kontrol numunesinin Ph= 4.5 olup titrasyonu gerektirmez. 1-4 damla BDH = 4.5 indikatörü damlatıldığında nötral gri renk elde edilir. Titrasyon işleminin doğruluğunu artırmak için her zaman kontrol numunesi kullanılması önerilir. Yapılan bu işlem aynı zamanda H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi ve indikatörden gelebilecek hataları da ortaya çıkarır.

### Gerçek Numunenin Titrasyonu

Kontrol numunesine damlatılan indikatör miktarı kadar indikatör gerçek numuneye de damlatılır. Genellikle ortamdaki asitlik derecesine bağlı olarak renk pembe olacaktır. Şayet çok az miktarda SO<sub>2</sub> varsa pembemsi bir gri renk oluşacaktır. SO<sub>2</sub> yoksa nötral gri, mavi ise

toplanan hava numunesi içinde amonyak gibi bir alkalinin varlığı anlaşılır. Daha sonra kontrol ve numune çözeltileri beyaz bir zemin üzerine konularak gün ışığında titrasyon işlemi uygulanır.

Numune nötral gri ise ' 0-0 ' şayet pembe ise büretten 0.01 N. Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> ilave edilerek kontrol numunesi rengi elde edilinceye kadar titrasyona devam edilir. İlave edilen alkali miktarı ml olarak kaydedilir. Şayet çok sayıda numunenin titrasyonu yapılacaksa karşılaştırma için aynı kontrol numunesi kullanılır.

### VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

$$SO_2(\mu g / m^3) = \frac{N \times S \times 32000}{V_h}$$

N= Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> çözeltilisinin normalitesi,

S= Standart alkali sarfiyatı (ml),

32000= 1 ml 0.01 × Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>' e eşdeğer µg SO<sub>2</sub> değeri,

V= Alınan hava numunesinin hacmi (m<sup>3</sup>)

### TARTIŞMA SORULARI

1. SO<sub>2</sub> ölçüm yöntemlerini nelerdir? Araştırınız.
2. Hava kalitesi ölçümünde kullanılan kirletici parametreler nelerdir?

### DENEY 4

### ENDÜSTRİYEL ATIKSULARDA SÜLFAT TAYİNİ

#### DENEYİN AMACI

1. Suyun içindeki maddeleri çöktürmek ve değişik yöntemlerle ölçmenin uygulanırlığını göstermek,
2. Analiz yönteminin seçiminin bir çok faktöre bağımlı olduğunu göstermek.

#### TEORİ

##### A- Gravimetrik Yöntem

Gravimetrik (ağırlık esasına dayalı) yöntemle sülfat tayini, standart metot olarak tercih edilen ve sülfat konsantrasyonunun 10 mg/L'nin üstündeki numunelerde daha hassas sonuç veren bir yöntemdir. Sülfat, hidroklorik asit ortamda, "**baryum klorür**" eklenmesiyle baryum sülfat olarak çöktürülür.



Çökelti kaynama noktasına taşınır ve numunelere azar azar artan miktarlarda BaCl<sub>2</sub> eklenir. Numuneler, BaCO<sub>3</sub> çökeleği oluşmasını önlemek için asidik ortama getirilir.

BaSO<sub>4</sub> çökeleği koloidal durumda hissedilir bir bağımlılığa sahiptir ki bu sıradan bir filtrasyon işlemiyle ayrılamaz.

Kaynama noktası civarında numunelerin birkaç saat bekletilmesi genelde koloidal yapıdan kristal yapıya dönüşmesini sağlar, daha sonra fitle işlemi yapılır.

Sülfatın, gravimetrik tayininde, askıdaki silika maddesi, baryum klorür çökeltinin fazlası, nitrat, sülfat ve su, deneye *pozitif hata* veren kaynaklardır. Bunun yanında, alkali metal sülfat, sık sık düşük sonuçlar elde edilmesine yol açar.

### **B- Spektrofotometrik Yöntem**

Sülfat tayininin bu yöntemi, baryum sülfatın koloidal formda çökme yönündeki hareketine dayalıdır ve bu bağımlılık gliserin içeren "NaCl-HCl" çözeltisinin ve diğer organik bileşiklerin bulunduğu ortamlarda oluşur. Bu yöntemin hem çok hızlı, hem de geniş uygulanabilirliği vardır. Çünkü, sülfat konsantrasyonu 10 mg/L üstünde olan numunelerden küçük miktarlarda alınır ve seyreltmeyle istenen hacimde numune elde edilir. Renk ve askıdaki madde, bu yöntemle girişim yaparak (enterfere) fazla miktarda etki edebilir, bu nedenle analiz öncesi filtrasyon gereklidir.

### **ALETLER**

#### *A- Gravimetrik yöntem*

- Analitik tartı (0,1 mg hassasiyette)
- Kurutma etüvü
- Fırın
- Desikatör
- Fitle kağıdı (hassas çökeltme yapmak için yeterli yapıda)
- Filtrasyon aleti

#### *B- Spektrofotometrik yöntem*

- Spektrofotometre (420 nm ölçüm dalga boyu)
- Manyetik karıştırıcı
- Kronometre
- Ölçü kaşığı (0,2 -0,3 mL kapasiteli spatül)

### **REAKTİFLER**



*A- Gravimetrik yöntem*

1. Methyl-red indikatörü: 100 mg metilen kırmızısı sodyum tuzu saf suda çözülür ve 100 mL'ye seyreltilir.
2. HCl: derişik
3. Baryum klorür çözeltisi: 100 g  $BaCl_2 \cdot 2H_2O$  1 litre saf suda çözülür. Membran filtreden veya sert dokunmuş filtre kağıdından süzülür. Bu çözeltinin 1 mL'si 40 mg sülfatı çöktürmeye yarar.
4. Gümüş Nitrat-Nitrik Asit çözeltisi: 8,5 g  $AgNO_3$  ve 0,5 mL derişik  $HNO_3$ , 500 mL saf suda çözülür.
5. Su numunesi

*B- Spektrofotometrik yöntem*

1. Ortam Reaktifi: 50 mL gliserin, 30 mL derişik HCl, 300 mL saf su, 100 mL %95'lik etil alkol veya izopropil alkol, 75 g NaCl karıştırılarak hazırlanır.
2. Baryum Klorür Kristalleri
3. Standard Sülfat Çözeltisi: 0,1479 g  $Na_2SO_4$  1 litre saf suda çözülür.  
*Bu çözeltinin 1 mL'si 0,1 mg sülfata eşdeğerdır.*

**YÖNTEM**

*A- Gravimetrik yöntem*

1. 250 mL'lik balon jojelerdeki numunelere HCl eklenip, asiditesini pH 4.5-5.0 ayarlanır, metil- kırmızısı indikatörü kullanılır.
2. Toplam numune hacmini 150 mL'ye tamamlamak için ekstra 1-2 mL HCl eklenir.
3. Çözeltiyi karıştırarak kaynama noktasına kadar ısıtıp, çökeltme tamamlanıncaya kadar ortama sıcak baryum klorür çözeltisi eklenir.
4. Eğer çökelek miktarı az ise 2-5 mL fazladan baryum klorür çökeltisi eklenir.
5. İki saat boyunca çökeleği 80-90 °C'de sindirin.
6. Bir kaç kez sıcak saf su ile yıkayarak çökeleği filtreden süzünüz ve 800 °C'de en az yarım saat tutup, kurutunuz ancak filtre kağıdının ateş almasına izin vermeyiniz.

*B- Spektrofotometrik yöntem*

Kristallerin oluşmasını takiben, baryum sülfat çözeltisinin ışık absorpsiyonu spektrofotometre ile 420 nm'de ölçülür ve hazırlanan kalibrasyon (0, 5, 10, 20, 30, 40 mg sülfat içerecek şekilde seri standart hazırlanır) grafiğinden numunenin sülfat konsantrasyonu belirlenir.

**VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR**

1. Sülfat iyonu konsantrasyonunu hesaplayınız.

$$A - \text{Gravimetrik (mg/L) } SO_4^{-2} = \frac{\text{mg BaSO}_4 \times 0.4115 \times 1000 (\text{mL/L})}{\text{mL numune}}$$

$$B - \text{Spektrofotometrik (mg/L) } SO_4^{-2} = \frac{\text{mg } SO_4^{-2} \times 1000 (\text{mL/L})}{\text{mL numune}}$$

2. Hata hesaplamasını yapınız.

### TARTIŞMA SORULARI

1. Sudaki sülfat iyonu konsantrasyonu için analiz yöntemlerini karşılaştırınız.
2. Sülfat tayininin çevre mühendisliği pratiğinde kullanılabilirliği nedir? Tartışınız.
3. Çevre kimyası analizlerinde sindirim (*digestion*) işleminin önemini tartışınız.

## DENEY 5

### GRİESS REAKTİFİ İLE AZOT DİOKSİT TAYİNİ

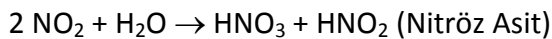
#### DENEYİN AMACI

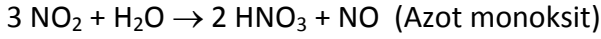
Hava kirliliğine neden olan azot dioksinlerin konsantrasyonlarının tespiti.

#### TEORİ

##### Azot Oksitler

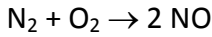
Azot oksitler, değişik yapılarda görülmektedir ve bunların tamamına  $NO_x$  denmektedir. Bunlar; azot monoksit (NO), nitroz oksit ( $N_2O$ ), azot dioksit, ( $NO_2$ ), azot sesquioksit ( $N_2O_3$ ), azot tetrosit ( $N_2O_4$ ) ve azot pentoksit ( $N_2O_5$ )' dir. Hava kirliliğinde azot monoksit ve azot dioksit büyük önem taşırlar ve sadece bu iki azot oksit türü atmosfere büyük miktarlarda verilir. Havadan daha ağır olan  $NO_2$  suda hızla çözünür, nitrik asit oluşur.





Nitrik ve nitroz asit, yağışlarla yeryüzüne düşer veya atmosferdeki amonyakla birleşerek amonyum nitrat oluştururlar ( $\text{NH}_4 \text{NO}_3$ ). Bu durumda  $\text{NO}_2$  bitkiler için gübre görevi görür.  $\text{NO}_2$  aynı zamanda güneş ışıklarının ultraviyole bölümünün iyi bir absorplayıcısı olduğu için ozon ( $\text{O}_3$ ) gibi ikincil hava kirleticilerinin oluşumunda önemli rol oynar.

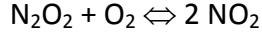
Azot monoksit ( $\text{NO}$ ) atmosfere  $\text{NO}_2$  den daha büyük miktarlarda deşarj edilir.  $\text{NO}$ , yanma proseslerinde atmosferik  $\text{N}_2$  ile  $\text{O}_2$ ' nin reaksiyonundan meydana gelir.



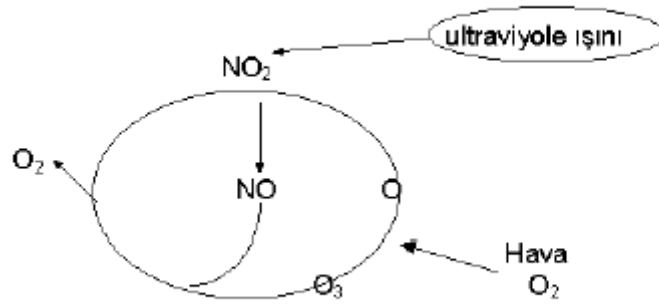
Azot oksit: bütün fosil yakıtların yanmasında oluşur. Oluşması yanma sıcaklığına özellikle yüksek sıcaklığa bağlıdır. Aynı zamanda yanma işleminde oksijen yoğunluğu da etkindir. Büyük kirlilik yüksek sıcaklıkta  $\text{NO}$ ' nın meydana geldiği motorlu araçlarda olur. Daha az kirletici olarak daha düşük sıcaklıkta kömür ve petrol ürünlerinin yakıldığı santrallerdir. Atmosferde  $\text{NO}$  süratle oksijenlenerek  $\text{NO}_2$ 'ye dönüşür. İşlem fotokimyasal olarak özellikle gün ışığında süratlenir. Azot dioksit insan hayatında  $\text{NO}$  göre daha tehlikelidir. Canlılarda kanın temelini teşkil eden ve organizmaya oksijen taşıyan hemoglobinle birleşir, onu etkisiz hale getirir. Asit halinde, akciğerlerde aynı yoğunlukta  $\text{CO}$  göre daha toksiktir. Atmosferik görüntüleri azaltır. Yoğunluk, azot dioksitin 0.4 ppm ve üstünde olmasıyla, kişiler, kokusuyla azot dioksiti algılayabilirler. Bununla beraber 0.06 ile 0.1 ppm'lik  $\text{NO}_2$  gazı sürekli solunulursa solunum hastalıklarına yol açar. 150 ile 200 ppm birkaç dakika solunulursa kılcal akciğer bronşlarını tahrip eder. 500 ppm birkaç dakika temas akut tehlikeli ödemlere neden olur. Yeryüzünde atmosfere suni olarak çok büyük miktarlarda  $\text{NO}_x$  kirleticilerinin atılmasının yanında doğal olarak da bakteri faaliyetleriyle daha az miktarda  $\text{NO}_x$  ortaya çıkmaktadır.

İç ortamdaki azot oksit kaynakları ise; tütün içimi, gaz (likit doğal-gaz yağı gibi) yakıtları kullanan soba ve evsel cihazlardır. Yukarıda belirtilen aktiviteler sonucunda dış ortama verilen azot monoksit, atmosferde azot dioksite oksitlenir. Bu oksidasyon, ozon gibi atmosferik oksitleyicilerin katalizörlüğü ile hızlanır. Gerek atmosferdeki konsantrasyonu, gerekse özelliği nedeni ile insan sağlığına en fazla olumsuz etki gösteren azot bileşiği azot dioksittir. Ülkelerin gelişmişlik statüleri; bu statünün sembolü olarak kullanılan azot oksitin konsantrasyonu ile tanımlanmaktadır. Azot monoksit gaz halinde renksiz, likit halde iken mavi renkli olan, havanın yapısında eser miktarda bulunan bir bileşiktir. Azot dioksit gaz halinde iken kahve renkli, likit halde sarı renkli olup; havada, azot monoksitin oksidasyonu ile

oluşur. Ultra viyole ışınlarını fazla miktarda absorbe etme özelliğine sahiptir. Azot monoksitin, azot dioksite dönüşümü aşağıdaki reaksiyonla açıklanmaktadır:



Azot monoksitin oksitlenmesi, ortamdaki azot monoksitin ve oksijenin konsantrasyonuna bağlıdır. Havadaki azot monoksitin azot dioksite dönüşümü güneş ışığı, hidrokarbon ve ozonun varlığına bağlı olarak artar. Gündüz saatlerinde atmosfere verilen azot monoksitin, güneş ışığı ve hidrokarbonların etkisi ile azot dioksite dönüşümü aşağıda şematik olarak gösterilmektedir.



### Havada Bulunuşu

Yapılan çeşitli araştırmalar sonucunda, azot dioksit konsantrasyonuna ilişkin olarak belirlenen değerler;

- doğal (background) seviyesinin 0.4-9.4 µg/m<sup>3</sup> limitleri arasında olduğu
- yarım saatlik ortalama 850 µg/m<sup>3</sup> (0.45 ppm)
- 24 saatlik maksimum 400 µg/m<sup>3</sup> (0.21 ppm)
- kentsel alanlarda yıllık ortalama konsantrasyon limitleri 20-90 µg/m<sup>3</sup> (0.01-0.05 ppm) olarak tesbit edilmiştir.

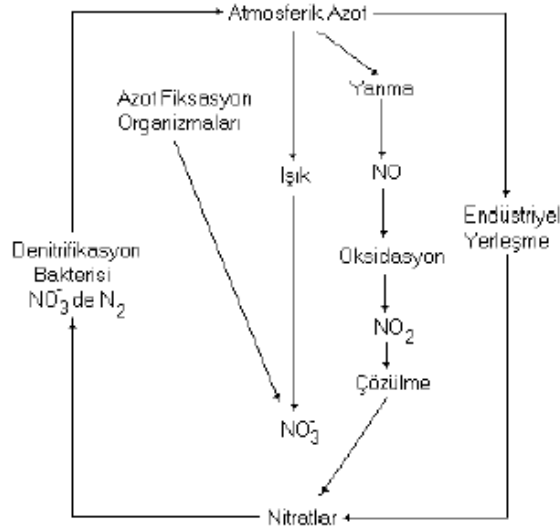
Kentsel alanlardaki azot dioksit konsantrasyonu; günün saatlerine, mevsimlere ve meteorolojik şartlara göre değişim gösterir. Kentlerde, trafiğin yoğun olduğu bölgelerde saatlik ortalama değer olarak 0.5 ppm gibi yüksek azot dioksit konsantrasyonu ölçülebilmektedir. Sigara içilmesi, likit ve gaz tipi yakıtların ısınma ve pişirme amacıyla kullanımı sonucunda bireysel olarak azot dioksit maruziyetinin artması söz konusu olmaktadır. Borusuz tipte ısınma araçlarının kullanımı sonucunda; iç ortamda oluşan azot oksit konsantrasyonu, dış ortamdaki konsantrasyondan çok daha fazla seviyeye

ulaşmaktadır. Daha önceden de belirtildiği gibi, atmosferdeki nem ile azot oksitleri veya kükürt dioksit reaksiyonu sonucunda asit aerosollerinin veya asit yağmurunun oluşumu söz konusu olmaktadır. Bu oluşumun çevre üzerindeki tahrip edici etkileri net olarak gözlenmektedir.

### Çevrede Azot Taşınımı

İnsan faaliyetleri sonucunda çevrede belirli konsantrasyonda meydana gelen azot oksitleri; azot çevrimi olarak adlandırılan azot taşınımı ve denge oluşum olaylarında yer almaktadır. Azot, hayat için temel bir madde olmasına rağmen, bitkiler tarafından doğrudan doğruya asimile edilemez. Azotun, nitratlara veya amonyağa dönüşümünün tamamlanması amacıyla fazlası ile kullanılması olayına azot yerleşmesi (fixation) denilmektedir. Atmosferik azotun oksitlerine dönüşümü yanma işlemleri ile meydana gelmektedir. En önemli azot yerleşmesi olayı biyolojik olarak gerçekleşir. Örneğin, bezelye, fasulye ve yoncanın köklerinde bulunan bir bakteri aracılığı ile serbest azot, azot bileşiklerine dönüşmektedir.

- Atmosferik azot çevrimi şematik olarak aşağıda belirtilmektedir.



## YÖNTEM

### Deneyin Yapılışı

20 ml renksiz griess reaktifi 100 ml' lik yıkama şişesine konur. Net bir pembe renk oluşuncaya kadar 5 L/dak' yı aşmayan bir hızla 10-20 ml hava çekilir. Numunenin çekilmesinden sonra

çözelti 25 ml' lik bir balon jöjeye boşaltılır. Taze griess reaktifi ile 25 ml' ye tamamlanır. 15 dakika bekletildikten sonra 530 nm' de absorbanı ölçülür.

### **Kalibrasyon Eğrisinin Hazırlanması**

0,3 g sodyum nitrit ( $\text{NaNO}_2$ ) 1 L destile suda çözülür. 1:20 oranında seyreltilir. Bu çözeltinin 1 ml' si 10  $\mu\text{g}$  nitrite karşılık gelir. 0-10 ml'lik kalibrasyon çözeltileri griess reaktifi ile 25 ml' ye tamamlanarak absorbanları ölçülür.

### **VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR**

Sonuç kalibrasyon grafiğinden hesaplanır. Kalibrasyon serisindeki 1 mol nitrit hava numunesindeki 2 mol nitrit' e karşılık gelir.

### **TARTIŞMA SORULARI**

1. Çevre mühendisliğinde azot çevriminin önemini açıklayınız.
2. Doğada bulunan azot türleri nelerdir?

## **DENEY 6 YAĞ –GRES TAYİNİ**

### **DENEYİN AMACI**

Laboratuvarında su örneklerinin yağ içeriğini ayırma hunisi kullanarak belirlemek

### **TEORİ**

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

Doğal sıvı ve katı yağlarda yer alan bileşikleri bazı yapısal ve işlevsel özellikler dikkate alındığında aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür.

- Yağ Asitleri
- Yağ Asitlerinde İzomeri
- Gliseritler
- Fosfolipitler
- Serebrosidler
- Steroller
- Mumlar

- Renk Maddeleri (Lipokromlar)
- Doğal Antioksidanlar

Bu yağlardan en önemli olanı şüphesiz yağ asididir. Bu yüzden yağ asidi kavramını biraz daha yakından inceleyelim. Yağ asitleri değişik uzunlukta düz zincirlerden meydana gelmiş monobazik organik asitlerdir. Her yağ asidi bir alkil ve bir karboksil grubundan oluşur. Bileşiğe asidik karakteri kazandıran karboksil grubudur. Trigliseritlerin yapı taşlarını oluştururlar. Bu nedenle yağların karakteri sahip oldukları yağ asitlerine ve bunların bulunma oranlarına bağlıdır. Bugüne kadar yapısı tanımlanmış yağ asitleri 200 den fazladır. Bunlar çok farklı yapılarda ve özelliklerde olmalarına karşın belirli gruplar halinde incelendiklerinde homolog seriler oluşturdukları görülür. Zincir yapılar dikkate alındığında yağ asitleri aşağıdaki gibi sınıflandırılabilir.

- Düz zincirli yağ asitleri
- Substitüe olmuş yağ asitleri
- Halka içeren yağ asitleri
- Dallanmış zincirli yağ asitleri

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

### **Yağ Ve Gresin Çevre Mühendisliği Açısından Önemi**

Evsel ve endüstriyel atıksuların ve çamurların yağ ve gres içeriği, bu tip maddelerin toplanmasında ve arıtılmasında oldukça önemlidir. Yağ ve gres sudaki çözünürlüğünün az oluşu nedeniyle sıvı fazdan ayrılma eğilimi gösterir ve üst faz oluşturur. Yağ ve gres, suda ayrışmaları oldukça yavaş olup, buldukları ortamlardan kolayca gitmezler. Bu nedenle birçok sucul ortamlarda problemler doğururlar.

Et kesme ve paketlenme endüstrilerinden gelen atıklar, önemli ölçüde yağlar içermektedir. Bu tip atıklar, kanalizasyon sistemlerinin tıkanması ile taşıma kapasitesi üzerinde ters etki yapar. Bu nedenle, yağ ve gresli maddelerin alıcı sulara ve kanalizasyon sistemlerine verilmesinde bazı kurallar ve kısıtlamalar konulmuştur. Tüm yağ ve gres atığı oluşturan endüstrilerde ön arıtma işlemlerinin uygulanması zorunluluğu getirilmiştir. Bu ön arıtma sırasında yağ-gresin deşarjından önce geri kazanılması/arıtılması için gerekli işlemlerin yapılması zorunluluğu vardır.

Yağ ve gres ön çökeltim havuzunda köpük halinde ayrılırlar. Bu nedenle yüksek yağ ve gres içeriği taşıyan endüstrilerde köpük problemi oldukça önemli olmakla birlikte çamurun vakum filtrasyonu da oldukça güç olur.

Yağ ve gresler, anaerobik parçalanmaya özellikle dirençlidirler. Çamur içerisinde bulduklarında, çürütücülerde aşırı köpüklenme olmasına neden olabilir, filtrenin gözeneklerini tıkayabilir ve çamurun arazide gübre olarak kullanılmasını bozabilirler. Bu maddeler atıksular içerisinde veya arıtılmış atıksular içerisinde boşaltıldıklarında, çoğu zaman yüzeyde film tabakasının ve kıyılarda birikimlerin oluşmasına neden olur. Bir atıksuda mevcut

yağ ve gres miktarının belirlenmesinden, tesis verimliliğinde karşılaşılan güçlüklerin üstesinden gelinmesinde ve deşarj kaliteleri tutturma açılarından yararlanır.

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

Membran ile bir arıtım yapacağımız zaman özellikle yağ ve gresi gidermemiz gerekir. Aksi takdirde yağ ve gres membranın tıkanmasına neden olabilir.

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

Evsel atıksu arıtma tesislerinde yağlar, normal olarak birincil çökeltme havuzunda su üzerinde yüzerler. Bu nedenle, ön çökeltme havuzunda bir köpük ve yağ toplayıcı sistem bulunur. Endüstri tesisleri prosesleri gereği yağlı ve petrolü atıklar üretiyorsa yağların yağ kapanlarıyla kaynakta tutulması sağlanmalıdır. Yağ kapanları, mümkün mertebe ana proses ünitelerine yakın yapılmalı ve yağların diğer atıklara karışması önlenmelidir.

Kayda değer oranda yağ ve gres üreten endüstrilerin (gıda ve sabun endüstrileri, rafineriler vb.) atıksu arıtma tesislerinde genellikle bir yağ ayırıcı bulunur.

### **ARAÇ VE GEREÇLER:**

1. Ayırma Hunisi
2. Filtre Kağıdı
3. Porselen kroze
4. Su Banyosu
5. Desikatör
6. Pipet
7. Beher

### **REAKTİFLER:**

- a) Hidroklorik asit, HCl (1+1)
- b) Hekzan kaynama noktası 47°C. Buharlaştırma sırasında çözücü ölçülebilir miktarda artık bırakmamalıdır. Gerekiyorsa damıtılır.

### **DENEYİN YAPILIŞI**

- Yaklaşık 1 lt numune alınır. Çok düşük yağ içerikleri için daha fazla su numunesi de alınabilir.
- Numunenin pH'ı 2 veya daha düşük değere getirmek için genelde 5 ml HCl ilave edilir.
- Ayırma hunisine 1L /30 ml hexane eklenir.
- 2 dk çalkalanır.



- 2 tabakanın ayrılması için 10-15 dk beklenir.
- Altta kalan kısım süzülerek porselen krozeeye alınır.
- 65 – 70 °C de 1 saat buharlaştırılır.

#### VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR

$$\text{Yağ - Gres (mg/L)} = \frac{(A - B) \cdot 1000}{\text{Numune Hacmi(ml)}}$$

Burada,

A: Toplam ağırlık, mg

B : Balon jojenin darası, mg

#### TARTIŞMA SORULARI

1. Yağ-gres tayin yöntemleri nelerdir?
2. Soxhlet cihazı nedir?

#### DENEY 7

#### ORGANİK MADDE TAYİNİ

##### DENEYİN AMACI

Su ve atıksularda bulunan organik madde içeriğini ve organik kirliliği belirlemek.

##### TEORİ

##### Genel Bilgiler:

Toplam organik madde tayini, suda minimum miktarda bulunan ve indirgeyici olan maddelerin ölçümüdür. Aşağıda önerilen methodda, asidik çözeltide potasyum permanganatın fazlasının kaynayan su banyosu içerisinde 30 dakikalık bir zaman aralığında, numune tarafından harcanan oksijen miktarı olarak tarif edilir.

Tekstil sanayinde kullanılan yıkama suyunda 8mg/L'den fazla toplam organik maddenin fena koku verdiği rapor edilmiştir, içki ve bira sanayinde 0,5-5,0mg/L arasındaki konsantrasyonlarda toplam organik madde içeren su kullanılır.

##### Metodun Esası:

Asitli ortamda permanganat kullanarak suda bulunan organik maddelerin oksitlenmesine dayanır. Oksidasyon aracı olarak potasyum permanganat kullanılır. Oksidasyon işleminden

sonra, çözeltilerde geri titrasyon yapılarak, numunenin organik madde içeriği oksijen cinsinden bulunur

#### **KULLANILAN KİMYASALLAR:**

**Standart Potasyum Permanganat Çözeltisi(0,01N):**0,395g potasyum permanganat damıtık su ile 1 litreye tamamlanır. 0,01 N amonyum okzalat çözeltisine karşı ayarlanır.

**Seyrettik Sülfürik Asit Çözeltisi:** 1 litre derişik sülfürik asit 3 litre damıtık su ile seyreltilir.

**Amonyum Okzalat Çözeltisi(0,01N):**0,8882g amonyum okzalat ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.H<sub>2</sub>O) tartılıp damıtık su ile 1 litreye tamamlanır. Bu çözelti permanganat çözeltisinin ayarlanmasında kullanılır. Bu çözeltinin 1mL'si 0,0001g oksijene eşdeğerdir.

**Potasyum Permanganat Çözeltisinin Okzalatla Ayarlanması:**5mL 0,01 N okzalat çözeltisi bir ertene alınır, 5mL seyrettik sülfürik asit çözeltisi ilave edilir. Kaynama sıcaklığına kadar(60-70°C) ısıtılır ve 0,01 N KMnO<sub>4</sub> çözeltisi ile permanganatın pembe rengi sabit kalana kadar titre edilir. Titrasyonda harcanan permanganat miktarından faktör aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$F = \text{Alınan Okzalat Çözeltisi(mL)} / \text{Harcanan Permanganat Çözeltisi(mL)}$$

#### **VERİ ANALİZİ VE HESAPLAMALAR:**

$$\text{Organik madde (mg O}_2\text{/L)} = \frac{8 \times 1000 \times B \times 0,01}{\text{ml numune}}$$

B = Titrasyonda harcanan 0,01 N KMnO<sub>4</sub> miktarı(mL) dir.

#### **TARTIŞMA SORULARI**

1. Oksidasyon nedir?
2. Çevre Mühendisliğinde Organik madde tayini ne amaçla yapılır?

#### **DENEY 8**

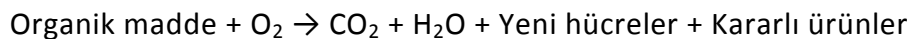
#### **BIYOKİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI ( BOİ)**

#### **DENEYİN AMACI**

1. Sularda biyolojik olarak parçalanabilir organik madde miktarını bulmak.
2. Alıcı su ortamlarında kirlenme potansiyelinin belirlenmesi ve ortamın özümleme kapasitesinin tayin edilmesinde BOİ parametresinin önemini ortaya koymak.

#### **TEORİ**

Biyolojik olarak parçalanabilir organik maddeler su içine serbest bırakıldığı zaman, mikroorganizmalar özellikle de bakteriler en basit organik ve inorganik maddeler içine alınarak parçalanmış atıklar üzerinde beslenirler. Bu bozunma, aerobik ortamda meydana geldiğinde, oksijen varlığında bu CO<sub>2</sub>, SO<sub>4</sub>, PO<sub>4</sub> ve NO<sub>3</sub> gibi kararlı ürünler üreten bir süreçtir. Aerobik bozunmanın basitleştirilmiş ifadesi aşağıdaki gibi verilir :



Ortamda oksijen yetersiz olduğunda, meydana gelen anaerobik bozunma, tamamen farklı mikroorganizmalar tarafından yerine getirilir. Bu bozunma sonunda  $H_2S$ ,  $NH_3$  ve  $CH_4$  gibi yüksek derecede itiraz edilebilir kararsız ürünleri üretirler. Anaerobik ayrışma aşağıdaki gibi ifade edilir :

Organik madde  $\rightarrow CO_2 + CH_4 +$  Yeni hücreler + Kararsız ürünler

Denklemlerden de görüldüğü gibi, suda organik maddenin bulunması değil, organik maddenin parçalanmasının sonuçları sorun yaratmaktadır. Bu parçalanma sırasında oksijen tüketilmektedir. Tüketilen bu oksijenin yeniden kazanılması, yüzeysel sularda çok yavaş olmakta, yeraltı sularında ise mümkün olmamaktadır. Suda bulunan organik maddenin değil, bu organik maddenin oksidasyonu için gerekli oksijen miktarının bilinmesi daha anlamlı olacaktır.

Aerobik olarak mikroorganizmalar tarafından organik maddelerin oksitlenmesi için gerekli oksijen miktarı, Biyokimyasal Oksijen İhtiyacı (BOİ) olarak adlandırılır. BOİ değerleri, suların özelliklerine ait standartlarda her hal için belirlenmesi gereken esas unsurlar arasında belirtilmekte ve kirlilik derecesinin bir göstergesi olarak kullanılmaktadır.

### **GİRİŞİMLER VE GİDERİLMESİ:**

Genel olarak oksijen ile yükseltgenebilen bütün maddeler engelleyici rol oynar. Serbest klor, ağır metaller, hidroksil alkaliliği, mineral asitle, zehirli maddeler ve biyolojik reaksiyonu yavaşlatan maddeler girişime neden olurlar.

- 1) Numunenin pH değeri 7'ye getirilerek asitlik ve alkaliligin etkisi giderilir,
- 2) Numuneye gerekli miktarda sodyum tiyosülfat veya sodyum sülfid ilave edilerek serbest klorun etkisi giderilir,
- 3) Numune gerekli oranda seyreltilerek veya miktarı artırılarak zehirli maddelerin engelleyici etkisi giderilir veya en az düzeye indirilmeye çalışılır.
- 4) Setin sıcaklığının sabit olmaması, yetersiz bakteri miktarı, sistemin yeterli şekilde bağlanmamasından meydana gelen gaz kaçakları diğer girişim nedenleridir.

### **GEREKLİ REAKTİFLER ve ALETLER**

Deneyde aşağıdaki çözeltiler kullanılmaktadır.

Fosfat tampon Çözeltisi: 8.5 g  $KH_2PO_4$ , 21.75 g  $K_2HPO_4$  , 33.4 g  $Na_2SO_4 \cdot 7H_2O$  ve 1.7 g  $NH_4Cl$  500 ml saf suda çözülür ve 1 litreye seyreltilir. pH ayarlamaya bağlı olmaksızın 7.2 olmalıdır.

Magnezyum sülfat çözeltisi: 22.5 g  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$  saf suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

Kalsiyum klorür çözeltisi: 27.5 g CaCl<sub>2</sub> saf suda çözülür ve 1 litreye seyreltilir.

Ferri klorür çözeltisi: 0.25 g FeCl<sub>3</sub> 6H<sub>2</sub>O saf suda çözülür ve 1 litreye tamamlanır.

Manğan sülfat çözeltisi: 364 g MnSO<sub>4</sub> H<sub>2</sub>O saf suda çözülür, filtre edilir ve 1 litreye tamamlanır.

Alkali iyodür azodür çözeltisi: 500 g NaOH ve 135 g NaI saf suda çözülür ve 1 litreye seyreltilir. 40 ml saf suda çözünmüş 10 g NaN<sub>3</sub> buna ilave edilir.

Nişasta çözeltisi: 100 ml sıcak saf suda 2 g analitik saflıkta çözünebilir nişasta ve koruyucu olarak 0,2 g salisilikasit çözülür.

Sodyum tiyosülfat çözeltisi: 6,205 g Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub>5H<sub>2</sub>O saf suda çözülür. 1,5 ml 6N NaOH ya da 0,4 g katı NaOH eklenir. 1000 ml'ye seyreltilir.

Sülfürik asit: Derişik

### **Kullanılan Araç ve Gereçler**

- İnkübasyon şişeleri (250-300 ml kapasiteli özel BOİ şişeleri)
- 20±1 °C sıcaklığında ayarlanabilen inkübatör veya termostatik kontrollü etüv.
- Büret, Pipet, Mezür ve Erlen

### **DENEYİN YAPILIŞI**

#### Seyreltme Suyunun Hazırlanması

İstenen hacimde damıtık su, uygun bir kaba alınır ve her litreye karşılık 1 ml fosfat tamponu, 1 ml MgSO<sub>4</sub> çözeltisi, 1 ml CaCl<sub>2</sub> çözeltisi ve 1 ml FeCl<sub>3</sub> çözeltisi ilave edilir. Bu karışım hava pompası yardımıyla havalandırılır (1 gece kadar). Seyreltme suyu yaklaşık 3 mg/l çözünmüş oksijen kaplamalı, pH'ı nötrale yakın olmalı ve oksijen ihtiyacı 1 mg/l'nin üstüne çıkmamalıdır.

Evsel atıksularda aşya gerek yoksa da, endüstri atıkları için hazırlanmış aşya kültürleriyle aşlama yapılmalıdır. Eğer aşya doğrudan seyreltme suyuna katılacaksa, her litre+seyreltme suyuna 1,5 – 3,5 mL aşya katılmalıdır. Aşya oksijen ihtiyacı BOİ hesabında dikkate alınmalıdır.

#### Seyreltme Oranı:

Kirlenmiş nehir suları seyreltme yüzdesi %25-100 olabilir (Numune kanalizasyon suyu ise 0,5 ya da 1 mL alınarak seyreltme suyu ile şişe hacmi boyunca tamamlanır).

Göl suyu, nehir suyu, çay suyu için suyun durumuna göre seyreltme yüzdesi; %10-20 veya %50 olabilir (Numune akarsu ise 5 mL yada 10 ml alınarak seyreltme suyu ile şişe hacmi boyunca tamamlanır).

### **Çözünmüş Oksijen Tayini (1. ve 5. günlerde ayrı olarak yapılır)**

Değişik hacimli BOİ şişelerinde gerekli seyreltme oranları yapılır ve şişeler hava kabarcığı kalmayacak şekilde kapatılır. Her numuneden iki takım hazırlanır. Ayrıca iki şişe

de ağzına kadar seyreltme suyu ile doldurularak gelen numunelerin körü hazırlanmalıdır. Hazırlanan birinci takım inkübatöre tarih belirtilerek 5 gün sonra aşağıdaki işlemleri yapmak üzere konulur. Diğer ikinci takım şişelere **1 mL Mangan sülfat** çözeltisi, **1 mL Alkali iyodür azodür** çözeltisi şişelerin tam dibine doğru uzun bir pipet yardımıyla eklenir. Şişelerin kapağı kapatılarak en az 15 defa alt üst edilerek karıştırılır. Çökelek oluştuğunda şişelerin kapağı açılarak derhal **1 mL derişik sülfürik asit** çözeltisi eklenir. Daha önce oluşmuş çökeleğin tamamen çözünmesi için şişelerin kapakları tekrar kapatılarak 10-15 kere alt üst edilir. Çökelek çözüldükten sonra şişedeki çözeltiden 200 ml ölçülerek bir erlene alınır.

İnkübatörden çıkarılan numunenin çözünmüş oksijen konsantrasyonunun en az 1 mg/L ve birinci gün tayin edilen çözünmüş oksijen ile besinci gün sonunda tayin edilen çözünmüş oksijen konsantrasyonları farkının en az 2 mg/L olması istenir. Deneyler sonucunda BOİ hesaplamasında aşağıdaki formül kullanılır.

$$\frac{mg}{L} BOİ = \frac{\left(\frac{mg}{L} \text{Başlangıç çözünmüş oksijen değeri}\right) - \left(\frac{mg}{L} \text{5. gün çözünmüş oksijen değeri}\right)}{\frac{ml \text{ numune}}{ml BOİ şişesi hacmi}}$$

## TARTIŞMA SORULARI

1. BOİ<sub>5</sub> deneyinin doğru şekilde sonuçlandırılabilmesi için optimize edilmesi gereken koşullar nelerdir, kısaca açıklayınız.
2. İnkübasyon süresi olarak 5 gün seçilmesinin en önemli nedeni nedir, tartışınız.
3. BOİ<sub>5</sub> deneyinde seyrelme yapmaya neden ihtiyaç duyulur, tartışınız.
4. BOİ<sub>5</sub> deneyinde aşılama hakkında araştırma yapınız, aşılama düzeltmesi nasıl yapılmalıdır, tartışınız.

## DENEY 9 KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (KOİ)

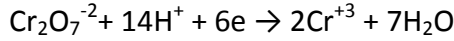
### DENEYİN AMACI

Atık sularda kimyasal oksijen ihtiyacının belirlenmesi

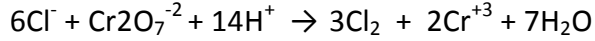
### TEORİ

Kimyasal oksijen ihtiyacı, mikroorganizmaların aracılığı olmadan atık bir suyun oksijen ile beslenen kısımlarının oksijen harcanmasıdır. Sudaki birçok organik maddeler H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile asitlendirilmiş ortamda potasyum bikromat (ya da potasyum permanganat) ile geri soğutucu altında 2 saat süre ile ısıtılırsa tamamen kimyasal yükseltgenmeye uğrarlar. Potasyum bikromatın fazlası ferroin indikatörü eşliğinde ayarlı amonyum demir 2-sülfat çözeltisi ile geri titre edilerek KOİ parametresi tayin edilir. Yükseltgenme sırasında bikromat iyonu aşağıdaki denkleme göre krom(3)'e indirgenir

## Çevre Kimyası Laboratuvarı II



Tepkimenin yeterli hızda oluşabilmesi için katalizör olarak  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  katılmalıdır. Atık suda klorür iyonları bulunuyorsa,



denklemine göre, klor iyonları da reaksiyona girerek sonucu etkileyebileceği ve aynı zamanda  $\text{Ag}^+$  iyonları ile çökerek  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ 'ün katalitik etkisini kaldırabileceği için; klor iyonları daha önce civa iyonlarıyla çöktürülerek ortamdan ayrılmalıdır.

### Metod Seçimi

Dikromat reflux metodu çeşitli oksidasyon maddelerini kullanan diğer metodlara kıyasla tercih edilir. Çünkü çeşitli tipteki numunelere uygulanabilme kolaylığı vardır, oksitleme gücü yüksektir ve deney süresi kısadır. KOİ testinin kontrol ve sürekli kaydetme amacı ile kullanımında BOİ ve organik karbon gibi diğer parametrelerle korelasyonunun önceden belirlenmesi gereklidir. KOİ tayininde, çoğu organik bileşiklerin teorik oksijen ihtiyacı değerinin %95-100'ü oranında kimyasal oksidasyon gerçekleştirilebilmektedir. KOİ tayininde piridin okside edilemez. Benzen ve diğer uçucu organik maddeler, eğer oksidasyon maddesi ile yeterli temas süresi sağlanırsa, okside edilebilirler. Organik maddenin karbonlu kısmı okside olurken, amonyak kısmı, ister atıkta bulunsun isterse azotlu organik maddede olsun okside edilemez.

### Gerekli Reaktifler

Standart potasyum dikromat çözeltisi (0,25N) : 12.259 g ( $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ), 103 °C'de 2 saat kurutulup destile suda çözülür ve 1000 mL' ye seyreltilir.

Gümüş sülfat: Reaktif veya teknik saflıkta, kristal veya toz halde.

Sülfürik asit reaktifi: 1 L derişik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  üzerine 10,2326 g  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$  ilave edilir ve bir-iki gün  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ 'ün çözünmesi için beklenir.

Sülfürik asit: Derişik (%96 saflıkta)

Feroin indikatör çözeltisi: 1,485 g 1.10-fenantrolin monohidrat ve 0,695 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  destile suda çözülür ve 100 ml'ye seyreltilir. Bu indikatör çözeltisi renkli şişede saklanmalıdır.

Standart demir amonyum sülfat titrasyon maddesi (yaklaşık 0.25N):

98g  $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , destile suda çözülür, 20 ml derişik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ilave edilir, soğutulur, 1000 ml'ye seyreltilir. Bu çözelti günlük olarak standart  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  çözeltisine karşı standardize edilir.

10 ml standart  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  çözeltisi 100 ml' ye seyreltilir. 30 ml derişik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  katılır ve soğutulur. Demir amonyum sülfat titrasyon maddesi ile 0.10-0 15 ml (2-3 damla) feroin varlığında titre edilir.

$$\text{Demir Amonyum Sülfat (DAS) Normalitesi} = \frac{[\text{Titre edilen } 0.25 \text{ N } \text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7 \text{ çözeltisi hacmi, ml}] \times 0.25}{\text{Titrasyonda kullanılan demir amonyum sülfat hacmi, ml}}$$

### Kullanılan araç ve gereçler

Geri soğutucu aparatı: 250-500 ml'lik şilifli erlen ve 300 mm' lik şilifli cam geri soğutucudan oluşur. Soğutucu, erlen üzerine dikey olarak yerleştirilir.

Elektrikli ısıtıcı

Otomatik büret

KOİ balonları ve erlenler

### **DENEYİN YAPILIŞI**

#### 50 mg/l veya daha büyük KOİ içeren numunelere uygulanan işlem:

50 ml veya destile su ile 50 ml' ye seyreltilmiş numune 500 ml'lik KOİ balonuna konur. 1 g cıva sülfat katılır, karıştırılır. 5 ml sülfürik asit reaktifi katılır, cıva sülfat çözünene kadar karıştırılır, soğutulur ve 25 ml 0.25 N K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> çözeltisi ilavesiyle karıştırılır. KOİ balonu geri soğutucuya bağlanır ve soğutma suyu devresi açılır. Kalan 70 ml sülfürik asit KOİ balonunun ağzından ilave edilir ve hemen geri soğutucu kapatılarak kaynatmaya başlanır. Eğer numune hacmi 50 ml'den az ise, tablodaki oranları uygulayarak reaktif hacimleri seçilir.

Karışım geri soğutucu altında 2 saat süre ile kaynatılır. Kaynatma tamamlanınca kondenser soğutulur ve yıkanır. KOİ balonunun içindeki çözelti hacmi saf su ile yaklaşık iki katına seyreltilir, oda sıcaklığına kadar soğutulur. Daha sonra 0,10-0,15 ml (2-3 damla) ferroin ilavesi ile demir amonyum sülfat titrasyon çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon dönüm noktası olarak mavi yeşilden kırmızı-kahverengiye doğru ilk renk değişiminin olduğu an esas alınır ve titrasyona son verilir.

Aynı şekilde saf su ile şahit numune hazırlanır, benzer şekilde reaktifler katılır ve geri soğutucu altında kaynatılır. Seyreltilerek, titrasyon işlemine tabi tutulur.

#### 50 mg/l 'den daha düşük KOİ içeren numunelere uygulanan işlem:

Yukarıda a bölümünde tanımlanan işlemler aynen uygulanır. Ancak deney sırasında 0.025 N K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> ve titrasyonda 0,025 DAS kullanılmalıdır. Bu deney sırasında çok hassas davranmak gerekir. Kaptan veya havadan gelebilecek herhangi bir organik madde önemli hatalara neden olabilir.

### **Veri Analizi Ve Hesaplamalar**

Deney sonucunun hesaplanması için aşağıdaki ifadeden yararlanılır

$$mgKOI / L = \frac{(A - B) * N * 8000}{ml.numune}$$

Burada;

A: Şahit numune için kullanılan DAS çözeltisi miktarı, mL

B: Numune için kullanılan DAS çözeltisi miktarı, mL

N: DAS çözeltisinin normalitesidir.

**Tablo-1** Çeşitli numune hacimleri için KOİ deneyinde kullanılacak reaktif miktarları ve normaliteleri

Numune (ml)	0.25N Standart dikromat (ml)	Sülfürik asit reaktifi (ml)	HgSO <sub>4</sub> (g)	DAS'ın Normalitesi	Titrasyon ön. Son numune hacmi, (ml)
10.0	5.0	15	0.2	0.05	70
20.0	10.0	30	0.4	0.10	140
30.0	15.0	45	0.6	0.15	210
40.0	20.0	60	0.8	0.20	280
50.0	25.0	75	1.0	0.25	350

### TARTIŞMA VE SORULAR

1. KOİ verisini BOİ değerinden ayıran hususlar nelerdir, tartışınız.
2. KOİ verisinin uygulama alanlarına örnekler veriniz.
3. KOİ deneyinde hatalı sonuca neden olabilecek anorganik girişimler nasıl giderilebilir, tartışınız.

### 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 Dizisi1, İzmir.
3. APHA, AWWA, WPCF, 1990. Standart Methods for The Examination of Water and Wastewater, 18. Ed.
4. MÜEZZİNOĞLU, A., ŞENGÜL F., 1997. Çevre Kimyası (3. baskı), DEÜ Çevre Müh. Bl., İzmir.
5. SAWYER, N., C., McCARTY, L., P., 1994. Chemistry for Environmental Engineering, 4th Ed.
6. Laboratory Manual for the Examination of Water, Wastewater, and Soil, 2. Basım, Rump, H.H. ve Krist, H., VCH Verlagsgesellschaft