



**BARTIN ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**



**ÇEVRE KİMYASI LABORATUARI-II
DENEY FÖYÜ**

İÇİNDEKİLER

- 1. TÜRBİDİMETRİK YÖNTEMLE SÜLFAT TAYİNİ**
- 2. BİYOLOJİK OKSİJEN İHTİYACI (BOİ)**
- 3. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI (KOİ)**
- 4. YAĞ-GRES TAYİNİ**
- 5. TOPLAM KATI MADDE TAYİNİ (TKM)**
- 6. KJELDAHL METODUNA GÖRE AZOT TAYİNİ**

1. TÜRBİDİMETRİK YÖNTEMLE SÜLFAT TAYİNİ

DENEY NO: 1

A. Giriş

Evsel ve endüstriyel sulardaki sülfat, kazan ve ısıtıcıları zarar verdiği için önemlidir. Sülfat doğal sularda g/L mertebesine varan konsantrasyonlarda bulunabilir. Evsel su kaynaklarındaki sülfat miktarı (SO_4^{2-}), yüksek konsantrasyonlarda bulunduğu zaman insanlar üzerinde olumsuz etkiler oluşturur. Bundan dolayı sularda sülfat içeriği üst değeri 250ppm tavsiye edilmiştir. Endüstriyel atıklarda çok daha yüksek konsantrasyonlarda bulunabilir.

Analiz Yöntemleri

0.1 mg/L sülfat konsantrasyonları için iyon kromatografisi ve kapiler iyon elektroforezi kullanılır.

10 mg SO_4^{2-} / L' nin üzerinde gravimetrik yöntem; 1–40 mg SO_4^{2-} / L aralığında ise turbidimetrik yöntem kullanılır.

Analizi Bozan Etkenler

Turbidimetrik yöntemi renk veya aşırı asılı katı madde içeriği bozar. 500 mg/L' nin üzerinde SiO_2 (+) katkı yapar ve organik içerik BaSO_4 'ün tam oluşmasını engelleyebilir. İçme sularında interferans yoktur. Örnekler 4 °C' de saklanır.

Reaktifler

a) Tampon Çözelti A: 30 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5 g $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 1,0 g KNO_3 ve 20 mL asetik asid (%99) 500 mL suda çözülür ve litreye tamamlanır.

b) Tampon çözelti B (SO_4^{2-} konsantrasyonu 10 mg / L' den az ise kullanılır): 30 g $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, 5 g $\text{NaCH}_3\text{COO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, 1,0 g KNO_3 , 0,111 g Na_2SO_4 ve 20 mL asetik asid (%99) 500 mL suda çözülür ve litreye tamamlanır.

c) Baryum klorür, BaCl_2 : 20–30 mesh' lik kristaller. Yeknesak bulanıklılık bu dane büyüklüğü ile sağlanır.

d) Ayarlı Sülfat Çözeltisi: Aşağıdaki yollardan biri ile hazırlanır:

d.1. 10,4 mL ayarlı 0.0200 N H_2SO_4 destile su ile 100 mL' ye tamamlanır; veya

d.2. 0,1479 g susuz Na_2SO_4 destile suda çözülerek litreye tamamlanır.

B. İşlem

1. BaSO₄ Bulanıklığının Oluşturulması: 100 mL örnek 250 mL' lik bir erlene alınır. 20 mL tampon çözelti konarak karıştırılır. Karıştırırken, bir spatül BaCl₂ kristali eklenir ve süre tutulur. 60 ±2 saniye süre ile sabit hızda karıştırılır.

2. BaSO₄ Bulanıklığının Ölçülmesi: Süre sonunda örnek küvete konur ve bulanıklık 5±0.5 dakika içinde ölçülür.

3. Kalibrasyon Eğrisinin Hazırlanması: 0-40 mg / L SO₄²⁻ aralığında 5 mg /L' lik aralıklarla hazırlanan standart çözeltilerle kalibrasyon eğrisi çizilir.

4. Örneğin Renk ve Bulanıklığının Etkisi: Örneğin renk ve bulanıklılığı denemeyi BaCl₂ kullanmadan yaparak belirlenir.

Tampon A kullanılırsa, BaCl₂'süz örneğin absorpsiyonunu çıkararak, kalibrasyon eğrisinden SO₄²⁻ konsantrasyonu bulunur.

Tampon B kullanılırsa, örneğin SO₄²⁻ konsantrasyonundan, BaCl₂'süz örneğe karşılık olan SO₄²⁻ konsantrasyonu çıkarılır.

C. Hesaplama

$$\text{mg SO}_4^{2-} / \text{L} = \text{mg SO}_4^{2-} \times 1000 / V_{\text{mL örnek}}$$

Kaynaklar:

1. 'Standart Methods for the Examination of Water and Wastewater', Sixteenth Edition, APHA, 1985.
2. 'Çevre Mühendisliği Kimyası', Prof. Dr. Ahmet SAMSUNLU, Birsen Yayınevi.

2. BİYOLOJİK OKSİJEN İHTİYACI (BOİ)

DENEY NO: 2

A. Giriş

Amaç

- Bir atıksu numunesinin 5 günlük BOİ'sini belirlemek ve bunu sınırlayan değişkenleri saptamak.
- BOİ analizinin çevre mühendisliğindeki önemini kavramak.

Ön Bilgi

BOİ, belirli bir sürede (5 gün) ve belirli bir sıcaklıkta (20 oC) aerobik bakteriler tarafından parçalanabilen organik maddeler için tüketilen oksijen miktarıdır. BOİ, sudaki kirlilik yükünün genel bir göstergesidir. Bu test, ayrıca, hem biyolojik olarak arıtılabilirlik kapasitesini belirlemeye hem de bir arıtma tesisinin ne ölçüde başarılı olduğunu öğrenmeye yarayan önemli bir biyoanaliz yöntemidir.

BOİ testinde doğal şartlar olabildiğince benzetilmeye çalışılır ancak numunelerin havayla teması önlenmelidir. Mikroorganizmaların karbonun sınırlayıcı değişken olduğundaki oksijen ihtiyacı belirlenir. BOİ testi doğadaki mikroorganizmalarla beslenen bir sistemi ve herhangi bir engelleyici (zehirli, toksik) koşulun olmadığı farz edilerek yapılır. Aynı mantıkla N, P gibi minerallerin de var olduğu farz edilir. Yeterli mikroorganizma barındıran atık sular için (evsel atık su gibi) aşısız BOİ testi uygulanabilir. Ancak sanayi kaynaklı atık sular için aşılama (aerobik bakteri kültürü) yapılması gerekir.

Suyun 20 derecedeki çözünürlüğü kısıtlı (9 mg/L) olduğu için numuneleri seyreltmek gerekir. Çünkü çözünmüş oksijenin tamamen tükenmemesi istenir. Bu yüzden BOİ ölçümlerinde hangi konsantrasyonlar için ne kadar seyreltme gerektiğinin hesaplanması gerekir. Numunedeki oksijen değerleri biyolojik hareketlilik yüzünden anlık olarak değişebilir ve düşük sonuçların elde edilmesiyle sonuçlanabilir. Bu yüzden genel eğilim, analizin derhal veya donmaya yakın bir sıcaklıkta muhafaza edilip analiz öncesi 20 ± 3 oC'ye getirilerek yapılmasıdır.

Deney öncesi bütün numunelerin pH değeri, önceki deneyimler pH'ın kabul edilebilir aralıkta olduğunu göstermediği müddetçe, ölçülmelidir. Bu deneyde girişim (inhibisyon) yapabilen birçok madde vardır. Bu nedenle deneyin gerçek prosedürü girişimlere ve numunenin doğasına bağlıdır. Bu yüzden aşağıdaki özel durumlar için düzeltmeler yapılmalıdır.

- a. Yüksek ya da düşük pH'a sahip numuneler:** Sülfürik asit (H₂SO₄) veya sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi kullanılarak pH değeri 6.5 ila 7.5 arasına getirilir.
- b. Artık klor bileşikleri içeren numuneler:** Na₂SO₃ çözeltisi eklenerek yok edilir (NOT: Fazla Na₂SO₃ oksijen ihtiyacına sebep olur).
- c. Zehirli madde içeren numuneler:** Mikroorganizmalar için toksik (zehir) etki yapan metaller giderilmelidir.
- d. Çözünmüş Oksijene aşırı doymuş numuneler:** Böyle numuneler, kısmi dolu bir şişede yaklaşık 20oC'de hızlı bir şekilde çalkalanarak veya temiz, filtre edilmiş basınçlı havayla havalandırılarak, ÇO 20oC'deki doyma noktasına getirilir.
- e. Sıcaklık:** Numuneler seyreltme yapılmadan önce 20 ± 1 oC'ye getirilir.
- f. Nitrifikasyonun engellenmesi:** Şişeler kapatılmadan önce 3 mg 2-kloro-6-(trikloro metil) piridin (TCMP) eklenir.

B. Kullanılacak Araç/Cihaz/Malzemeler

- ÇO metre
- İnkübatör (20oC)
- BOİ şişeleri
- Oksitop
- Çeşitli cam malzemeler

C. Yan Reaktifler (Ayaçlar)

Yan Reaktiflerin Birçoğu Sudaki Ozmotik Şartların sağlanması için eklenmelidir.

1. Fosfat tampon çözeltisi: 8,5 g KH₂PO₄, 21,75 g K₂HPO₄, 33,4 g Na₂HPO₄.7H₂O ve 1,7 g NH₄Cl yaklaşık 500 mL distile suda çözülür, pH 7,2 olacak şekilde 1 L hacme seyreltilir.
2. Magnezyum sülfat çözeltisi: 22,5 g MgSO₄.7H₂O distile suda çözülür ve 1 L hacme seyreltilir.
3. Kalsiyum klorür çözeltisi: 27,5 g CaCl₂distile suda çözülür ve 1 L hacme seyreltilir.
4. Demir klorür çözeltisi: 0,25 g FeCl₃.6H₂O distile suda çözülür ve 1 L hacme seyreltilir.

5. Asit ve alkali çözeltiler, 1N: Alkali veya asidik atık numunelerinin nötralizasyonu için

A. Asit – 28 mL konsantre sülfürik asit yavaşça ve karıştırılarak distile suya eklenir. 1 L hacme seyreltilir.

B. Alkali – 40 g sodyum hidroksit distile suda çözülür. 1 L hacme seyreltilir.

6. Nitrifikasyon inhibitörü: 2-kloro-6-(triklorometil) piridin (TCMP).

7. Seyreltme suyu: Deiyonize ya da distile su doygunluğa ulaşana kadar havalandırılır.

Seyreltme suyu şahitleri 24 saatten fazla saklanmamalıdır. Havalandırma, bir hava pompasına bağlı difüzör kullanılarak ya da seyreltme suyunu kısmen dolu bir kapta şiddetle çalkalayarak sağlanır. Kullanılacağı sırada seyreltme suyu sıcaklığı 20 ± 3 °C olmalıdır. Saklama ve havalandırma sırasında organik madde bulaşmaması için azami dikkat gösterilmelidir. Seyreltme oranı numunenin tahmini BOİ'sine göre belirlenir.

Örneğin; 20°C'de oksijenin sudaki çözünürlüğünün 9 mg/L olduğu ve deney sonunda en az 1 mg/L oksijenin kalacağı kabulü ile seyreltme oranı, BOİ'si 500 mg/L olan bir atıksu numunesi için 55 ile 100 aralığındadır (80 kat seyreltme yapılabilir). Deney sonunda istenen düzeyde oksijen kalması için farklı seyreltme katsayıları ile çalışılabilir.

D. Oksitop İle Ölçüm

Oksitop, biyolojik olarak giderilen organik maddenin parçalanmasıyla açığa çıkan CO₂'nin kısmî basıncının ölçülmesi prensibiyle çalışır. Suyun buhar basıncının oluşturacağı girişim NaOH tabletleri ile giderilir. BOİ şişelerine balık atıldıktan sonra, oksitop ile şişenin kapatılması ve S ve M tuşlarına aynı anda basılması ile reaksiyonun başladığı kabul edilir. Bu oksitoplarda, evsel atıksu numuneleri için, genellikle, seyreltme yapmaksızın 164 mL numune hacmi kullanılır.

E. İşlem Sırası – BOİ Şişeleri

1. Numune üzerine, suyun litresi başına birer mL KH₂PO₄ tampon, MgSO₄, CaCl₂ ve FeCl₃ çözeltileri eklenir.
2. 10 mg/L olacak şekilde nitrifikasyon inhibitörü eklenir.
3. pH 6,5-8,5 arasında değilse asit ya da alkali çözeltiyle pH 7'ye getirilir.
4. Yeterli miktarda aşı ilave edilir (1-2 mL).

5. Kullanmadan önce seyreltme suyu sıcaklığı 20 ± 3 °C'ye getirilir. ÇO'ya doyması sağlanır. Numune üzerine 1 L olacak şekilde tamamlanır.
6. En az 3 paralelde aynı numuneler hazırlanır ve hava almasını engellemek için suyla tamamlanır, inkübatöre konur.
7. 3 şişeden birinde 15 dakika içinde ÇO tayini yapılır, kaydedilir.
8. 5 günün sonunda aşdaki/seyreltme suyundaki ve numunelerdeki ÇO değerleri ölçülür.

F. İşlem Sırası - Oksitop

1. Yeterli miktarda BOİ şişesi ve atıksu numunesi hazırlanır.
2. pH 6,5-8,5 arasında değilse asit ya da alkali çözeltiyle pH 7'ye getirilir.
3. Analizi yapılacak evsel atıksu ve NaOH tabletleri BOİ şişesine konur ve oksitop ile ağzı kapatılır.
4. Oksitop'un iki tuşuna aynı anda basılarak ölçüm işlemine başlanır. Tüketilen oksijen miktarı günlük kaydedilir.

G. Sonuçlar Ve Hesaplama

BOİ değeri aşağıdaki formüle göre hesaplanır.

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

D1: Aşılı seyrelmiş atık suyun numune hazırlandıktan sonra 15 dakika içinde ölçülmüş çözülmüş

oksijen değeri (mg/L)

D2: Aşılı seyrelmiş atıksuyun inkübasyondan sonraki çözülmüş oksijen değeri (mg/L)

B1: Seyrelmiş aşının hazırlandıktan sonra 15 dakika içindeki çözülmüş oksijen değeri (mg/L)

B2: Aşı numunesinin inkübasyondan sonraki çözülmüş oksijen değeri (mg/L)

f = Numunedeki aşı yüzdesinin kontroldeki aşı yüzdesine oranı (D1'deki aşı % / B1'deki aşı %)

P: Seyreltme oranı

- 2) Oksitop ile ölçümde; 5 günün sonunda ölçüm sonucu oksitop ölçüm füyündeki faktör ile çarpıldıktan sonra kaydedilir.

H. Kaynaklar:

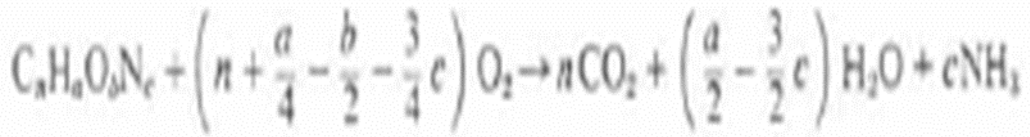
1. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Ed. APHA, AWWA, WPCF, 1998, pp.2.26-2.29.
2. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ, Çevre Mühendisliği Bölümü,Çevre Kimyası Laboratuvarı Dersi Notları

3. KİMYASAL OKSİJEN İHTİYACI

Deney No:3

A. Giriş

Kimyasal Oksijen İhtiyacı (KOİ), evsel ve endüstriyel atık suların organik kirlilik derecesini belirlemede kullanılan en önemli parametrelerden biridir. Tabiatta organik maddeler aşağıdaki denklemdeki gibi karbonlu maddeler oksitlenerek kararlı maddeler olan karbondioksit ve suya dönüşmektedir.



KOİ, atıksu örneğinde kuvvetli bir yükseltgen yardımı ile yükseltgenebilen organik maddelerin oksijen eşdeğerini bulmak için yapılan tayin yöntemidir. Bu analiz, sulardaki karbonlu maddelerin karbondioksite dönüşene kadar ilave edilecek oksijeni ifade etmektedir. Analizde oksijen yerine yüksek oksitleyici özellikte oksidant kimyasal kullanılır. Oksidasyonun hızlandırılması ve tamamlanması için kuvvetli asidik ve yükseltmiş sıcaklık şartlarında, katalizörlerin de mevcudiyetinde reaksiyon gerçekleştirilir. Testte elde edilen bilgi ise, sudaki kirletici maddedeki karbonu gidermek için harcanan oksidan miktarıdır. Harcanan oksidant miktarı, oksijen ihtiyacı yani oksijen olarak ifade edilir. Sonuçta analizle elde edilen oksijen ihtiyacı atıksuyun içindeki karbon miktarının (konsantrasyon) dolaylı bir ölçüsü olur. Ancak bu analizde organik bileşikler, yukarıda ifade edilen yüksek oksitleyici şartlara direnç gösterirler. Dolayısıyla, bu analiz, suyun içindeki tüm karbonun bir ölçüsü olmaz. Ancak kimyasal oksidantla oksitlenebilen karbonları kapsar. Sularda bulunan karbonu doğrudan ölçmenin yolu, TOK ölçümleridir.

Bununla birlikte, analiz ortamında bir katalizör yoksa asetikasit gibi bazı organik maddelerin yükseltgenmesi çok zorlaşır. Bunun aksine selüloz gibi bazı biyolojik organikler yükseltgenir. Azot içeren bileşiklerin karbon içeren kısımlarında tayin edilebilmekle beraber, amonyak veya proteinden açığa çıkan amonyağın asidik bikromatla yükseltgenmesi gerçekleşmez. Zehirli maddeler içeren bazı atık suyun organik yükü hakkında bir fikir verir. KOİ tayininde kullanılan yöntem her defasında aynı şekilde uygulanmalıdır. Yükseltgeme süresi ve reaktif kuvveti sabit olmalıdır.

Bikromat ile geri soğutuculu kaynatma yöntemi KOİ tayininde kullanılır. Bu yükseltgen değerlerine üstünlük gösterir. Çünkü çok geniş örnek tiplerine uygulanabilir ve kullanılması kolaydır. Bu analiz yönteminin bir arıtma tesisinin çıkış suyundaki uygulamaları önemli fayda sağlar.

KOİ tayini sonucu, BOİ' den farklı olarak biyolojik yollarla ayrışmayan bazı maddeleri de içerdiğinden, KOİ her zaman BOİ' den büyük elde edilir. KOİ, nehir ve endüstriyel atıkların incelenmesi çalışmalarında önemli ve çabuk sonuç veren bir parametredir. Atıkların toksik madde içermemesi ve sadece kolaylıkla ayrışabilecek organik maddeleri içermesi halinde bulunan KOİ değeri, yaklaşık olarak nihai BOİ(karbonlu) değerine eşit çıkar.

B. Prensiptir

Organik maddelerin birçoğu kaynar kromik ve sülfatasidi karışımı ile parçalanır. Örnek bilinen miktarda potasyum bikromat ve sülfat asidi ile geri soğutucu altında kaynatılır ve aşırı bikromat, demir(II)amonyum sülfat ile titre edilir. Yükseltgenebilen organik madde miktarı, oksijen eşdeğeri şeklinde ölçülür ve harcanan potasyum bikromat ile orantılıdır.

C. Analizi Bozan Etkenler ve Olumsuzluklar

Düz zincirli alifatik bileşikler gümüş sülfat katalizörlüğünde oksidlenirse de, oksidasyona direnirler. Ancak, gümüş sülfat klorürlerle, bromürlerle veya iyodürlerle bu analiz işlemi ile ancak kısmen okside olabilen çökeltiler verecek şekilde reaksiyon verir ve kataliz etkisi azalır. Aromatik hidrokarbonlar varlığında katalizör kullanmanın anlamı yoktur. Ancak, düz zincirli alkol ve asitler varlığında katalizör kullanılması temeldir.

Örnek içinde klorürlerin varlığının getirdiği zorluk özellikle 2000 mg Cl-/L den fazla klorürle gözlenir. Ortama geri soğutucu altında kaynatmadan önce civa (II)sülfat konulursa, klorür iyonları bağlanır. Oluşan kompleks oksidanla daha fazla reaksiyon vermez.

NO₂-N'unun mg'ı başına 1,14 mg O'lik KOİ artışı olur. Bunu engellemek için NO₂-N'nun mg'ı başına 10 mg sülfamik asid konur.

Amonyak ve türevleri yükseltgenmezler; ancak, elementel klorla reaksiyona girerler ve klorür etkileşimini formüllendirmeyi zorlaştırırlar.

D. Uygulama

Yöntem, 50 mg/L veya daha fazla KOİ değerlerini derişik bikromat ile tayin etmekte kullanılabilir. Seyreltik bikromat ile 10 mg/L nin altındaki değerler daha az doğru olarak bulunabilir; bu takdirde ancak KOİ düzeyi belirlenebilir.

E. Örnekleme ve örnek saklanması

Kararsız örnekler gecikmeksizin analizlenmelidir. Çökebilene askıda katı maddeleri bulunan örnekler bir karıştırıcı yardımı ile iyice homojenize edilmelidir. Analizde bir gecikme olacaksa, örnek sülfat asidi ile asidlendirilerek ($\text{pH} \leq 2$) korunmalıdır. Balonjojelerdeki başlangıç seyreltmeleri, yüksek KOI 'li örneklerin küçük hacimde örneklenmemesinden ileri gelen hataları engellemek için yapılmalıdır.

F. Reaktifler

1. Ayarlı Potasyum Bikromat Çözeltisi (0.04167M; 0,250N): 12,259 g $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ (103 °C da 2 saat kurutulmuş), destile suda çözülür ve 1000 mL e seyreltilir.
2. Sülfat Asidi reaktifi: 22 g gümüş sülfat, 2.25 L derişik sülfat asidi içinde çözülür.
3. Ayarlı demir (II) amonyum sülfat Çözeltisi (0,25 M): 98 g $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ destile suda çözülür; 20 mL derişik sülfat asidi eklenir; soğutulur ve 1000 mL'e seyreltilir. Bu çözelti günlük olarak ayarlanmış potasyum bikromata karşı ayarlanır.
4. Ferroin İndikatör Çözeltisi: 1,485 g 1,10-fenantrolin monohidrat ve 0,695 g $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ suda çözülür ve 100 mL e seyreltilir.
5. Gümüş(I) sülfat (Ag_2SO_4)
6. Civa(II) sülfat (HgSO_4)
7. Sülfamik asid (Yalnızca nitrit girişimi engellenecek ise kullanılır.)
8. Potasyum hidrojen ftalat standardı ($\text{HOOC}_6\text{H}_4\text{COOK}$)

G. İşlem

250 ml lik şilifli kaynatma erleni içine 0,4 g HgSO_4 konulur. 20,0 mL örnek çözelti ve 2 ml derişik H_2SO_4 eklenir ve iyice karıştırılır. Örnek üzerine 10,0 mL ayarlı potasyum bikromat çözeltisi konulduktan sonra, dikkatle gümüş sülfat içeren 28 mL derişik sülfat asidi karıştırarak ilave edilir. Cam boncuklardan birkaç tane kaynama taşı olarak görev yapmak üzere konulur. (Dikkat: Sülfat asidi ilavesi sırasında sık sık karıştırarak ve arada gerekiyorsa erleni soğuk su altında soğutarak ısınmadan kaynaklanan organik madde kayıplarından ve ısıtma sırasında ortaya çıkabilecek tehlikeli sıçramalardan sakınılabılır.) (0,4 g civa sülfat kullanılması 40 mg klorür iyonunu bağlamak için yeterlidir. Daha fazla klorür varsa (civa sülfat: klorür) oranını (10: 1) tutacak şekilde civa sülfat eklenmelidir. Az miktarda çökelti meydana gelirse dahi, bu durum analizi etkilemez). Erlen geri soğutucuya bağlanır ve karışım

2 saat kaynatılır. Daha kısa kaynatma süreleri ancak maksimum KOİ'e erişilebildiği hallerde uygulanır. Süre sonunda karışım destile su ile yaklaşık 150 mL'e seyreltilir. Oda sıcaklığına soğutulur, kondenser su ile yıkanır. Ortamda reaksiyona girmeden kalmış aşırı bikromat, ayarlı demir(II) amonyum sülfat çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon sırasında 2-3 damla ferroin indikatörü kullanılır. Ferroin miktarı analizi pek etkilemez ise de her örneğe eşit miktarda katılmalıdır. Renk değişimi keskindir ve mavi-yeşil çözelti kırmızımsı-kahve renge döner. Son nokta olarak en az bir dakika dayanan renk dönüşü alınır; rengin birkaç dakika sonra tekrar mavi-yeşil'e dönmesi dikkate alınmaz. Örneklerle eşzamanlı olarak, 20 mL destile su içeren bir boş örnek (saf su) ayrıca geri soğutucu altında kaynatılır. Benzer işlemlerden geçirerek titrasyon yapılır.

H. Hesaplama

$$\text{KOİ mg O/L} = (A-B) \cdot N \cdot 8000 / \text{Vml örnek}$$

A: mL demir(II) amonyum sülfat çözeltisi (boş örnek için harcanan)

B: mL demir(II) amonyum sülfat çözeltisi (örnek için harcanan)

N: Demir(II) amonyum sülfatın normalitesi

İ. Kaynaklar:

1. 'Standart Methods for the Examination of Water and Wastewater', Sixteenth Edition, APHA, 1985.
2. 'Chemistry for Environmental Engineering', P. L. McCarty, C.N. Sawyer, Mc Graw Hill, 1978.
3. 'Çevre Mühendisliği Kimyası', Prof. Dr. Ahmet SAMSUNLU, Birsen Yayınevi.

4. YAĞ-GRES TAYİNİ

Deney No: 4

A. Giriş

Evsel ve endüstriyel atıksuların ve çamurların gres içeriği, bu tip maddelerin toplanmasında ve arıtılmasında oldukça önemlidir. Gres, sudaki çözünürlüğünün az olması ve sıvı fazdan ayrılma eğilimi nedeni ile özel bir önemi olduğundan burada incelenmek üzere seçilmiştir. Gresin bu özellikleri, flotasyon işlemleri ile kolaylıkla ayrılmasında bir avantaj olmakla beraber, atıksuların borularda naklini, onların biyolojik arıtma ünitelerinde parçalanmasını ve alıcı sulara verilmesini karışık ve zor bir işlem haline sokar.

Et kesme ve paketleme endüstrilerinden gelen atıksular, özellikle koyun ve ineklerin kesiminden gelen ağır yağları içermektedirler. Bu tip atıksular kanalizasyon borularının cidarlarına tutunarak taşıma kapasitesi üzerine olumsuz etki yaparlar. Bu nedenle, gresli maddelerin alıcı sulara ve kanalizasyon sistemlerine verilmesinde (desarjında) bazı kurallar ve kısıtlamalar konulmuştur, gelişmiş ülkelerde ön arıtma işlemlerinin tüm gres artığı üreten endüstrilerde uygulanması zorunluluğu getirilmiştir. Bu ön arıtma sırasında gresin veya yağın desarjına izin verilmeden önce geri kazanılması için gerekli işlemlerin yapılması zorunluluğu vardır.

Gres, arıtma tesislerinde çeşitli problemlere neden olmaktadır. Çok az tesis, gresin çöpe verilerek uzaklaştırılması veya yakma vasıtası ile ayrılması olanaklarına sahiptir. Ön çökeltme tanklarında yüzeyden sıyrıcı yardımıyla köpük halinde ayrılan gresli maddeler, yine tesiste çökelen katı maddelerle birlikte uzaklaştırma ünitelerine sevk edilirler. Çamur çürütme tanklarında, gres yoğun köpük tabakasında ayrılmak ve yüzeye doğru yüzmek eğilimindedir. Yüksek gres içerikli atık-sulardan en önemlisi olan et, bitkisel yağ ve margarin endüstrilerinden gelen atık-sularda, köpük problemi oldukça önemli olup, evsel kanalizasyon sistemlerine bu tip atıksuların doğrudan verilmesi sakıncalıdır. Yüksek gres içeriği olan çamurun vakum filtrasyonu da çok güçtür.

Gresin tümü ön çökeltme tankları vasıtası ile sudan uzaklaştırılmaz. Önemli miktarda gres, saflastırılmış suda çok ince emülsiyon halinde dağılmıştır. *kincil arıtma ünitelerinde biyolojik arıtma esnasında, emülsiyon olmuş maddeler çoğunlukla parçalanırlar ve neticede ince dağılmış gres parçacıkları, suda ayrılmak üzere geniş floklarla birleşmek üzere serbest kalırlar. Aktif çamur tesislerinde gres çoğunlukla "Gres Kürecikleri" içine birikir ve bunlar

yüzerek, son çökeltme tanklarında hos olmayan bir görüntü arz ederler. Damlatmalı filtre ve aktif çamur proseslerinin her ikisi de sıvıdan biyolojik kütledeki hücrelere oksijen transferini engelleyen fazla miktarlardaki greslen olumsuz yönde etkilenirler. Bu olay bazen "bogulma" faaliyeti olarak isimlendirilir. Son çökeltme tanklarında yüzen gresin ayrılması yüksek hızlı bazı arıtma tesislerinde problem yaratır. Burada sorun artığın içerdiği gres miktarına göre sahip olduğu biyolojik büyüme hızının, kısa süren kalıs süresi yanında sınırlı olusudur. Bu yüzden az miktardaki biyolojik kütle emülsiyon haldeki maddeleri parçalamak için yeterli değildir. Aynı zamanda gresi absorblamak veya oksitlemek için gerekli zaman da mevcut değildir. Sonuç olarak, son çökeltme tanklarındaki veya daha kötüsü alıcı sulardaki durgun şartlar altında gres serbest halde ayrılacaktır.

B. Yag Ve Gresin Çevre Mühendisliđi Açısından Önemi

Evsel ve endüstriyel atıksuların ve çamurların yag ve gres içeriđi, bu tip maddelerin toplanmasında ve arıtılmasında oldukça önemlidir. Yag ve gres sudaki çözünürlüğünün az olusu nedeniyle sıvı fazdan ayrılma eğilimi gösterir ve üst faz olusturur. Yag ve gres, suda ayrışmaları oldukça yavas 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 zorunluluđu getirilmiştir. Bu ön arıtma sırasında yağ-gresin desarjından önce geri kazanılması/arıtılması için gerekli işlemlerin yapılması zorunluluđu vardır. Yağ ve gres ön çökeltim havuzunda köpük halinde ayrılırlar. Bu nedenle yüksek yağ ve gres içeriđi 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 bosaltıldıklarında, 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 desarj kaliteleri tutturma açılarından yararlanılır. Atıksu arıtma tesislerinde ön arıtma olarak; atıksudaki kâğıt, paçavra, plastik, metal gibi iri katı maddeler ile

kum ve yağ-gres gibi maddelerin ayrılması işlemleri uygulanmaktadır. Bu maddeler bu asamada 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 kaynağa 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.

C. Deneyin Yapılışı

- ✓ Etüvde 103-105 °C'de kurutulmuş desikatörde bekletilmiş bir beher/kapsül tartılır.
- ✓ Ayırma hunisine 50 ml analizlenecek örnek alınır.
- ✓ Üzerine yaklaşık 20 ml kadar hegzan katılır.
- ✓ Çalkalanarak yağın hegzan fazına geçmesi sağlanır.
- ✓ Bir müddet dinlendikten sonra örnek kısmı atılır.
- ✓ Hegzan fazı tartılan beher/kapsül içine alınır.
- ✓ Çeker ocakta hegzan tamamen uçana kadar ısıtılır.
- ✓ Beher tekrar tartılır.
- ✓ İki tartım arası fark alınır ve % yağ hesaplanır.

D. Örnek Olarak Hesaplama:

Boş beher tartımı	= 48,8074 gr
Beherin son tartımı	= 48,8094 gr
Yağ miktarı	= 0,0020 gr = 2 mg
Yağ yüzdesi	= 2 mg X 100 ml / 50 ml = % 4 yağ.
Yağ Derişimi	= 40 mg/lt

E. Kaynaklar:

1. M.Hilmi EREN Laboratuvar Deney Raporu
2. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ, Çevre Mühendisliği Bölümü,Çevre Kimyası Laboratuvarı Dersi Notları

5. TOPLAM KATI MADDE TAYİNİ

Deney No: 5

A. Giriş

Toplam Katı Madde, su numunesi içerisindeki çökebilen ve çökemeyen katı maddelerin toplamıdır. Genellikle sediment maddeleri, kaya zerreleri, çamur veya kil mineralleri, kolloidal organik madde parçaları ve planktonlardan ibarettir. İnsan faaliyetleri sonucu olarak yüzey sularındaki askıda katı maddelerin miktarı artabilir. Aynı zamanda tarım arazilerinde meydana gelen erozyon da askıda katı madde miktarını artırır. Suda bulunan Toplam Askıda Katı madde belli bir miktardan sonra genellikle suyun fiziksel olarak kirlenmesine sebep olur. Dolayısıyla suyun bulanıklaşmasını, yoğunlaşmasını, toksisitesini artırabileceği gibi ışık geçirgenliğini ve oksijen miktarını azaltarak fauna ve flora üzerine çökerek su canlılarına zarar verir. Askıda katı maddelerin etki derecesi bu maddelerin türüne, miktarına, su canlılarının cinsi ve büyüklüğüne göre değişmektedir.

B. Analiz Yöntemleri

Toplam Katı Madde (Buharlaştırma Kalıntısı) (103-105 OC)

İyi karıştırılmış bir numune sabit tartıma getirilmiş bir kapsül içinde buharlaştırılır ve 103-105

oC'de sabit bir ağırlık elde edilene kadar kurutulur. Boş kapsüldeki ağırlık artışı toplam katıyı (buharlaştırma kalıntısını) ifade eder.

C. Numunelerin Korunması

Askıda katı maddelerin şişenin cidarlarına yapışmaması için dayanıklı cam veya plastik şişe kullanılır. Kimyasal olarak koruma yöntemi olmadığından, analiz mümkün olan en kısa sürede yapılmalıdır. Katıların mikrobiyolojik bozunmasını önlemek için buzdolabında +4 oC'de saklanmalıdır.

D. Girişimler Ve Giderilmeleri

Filtre kağıdındaki çok fazla kalıntı, suyu tutacak ve kurutma süresinin uzamasını gerektirecektir. Suda yüzen homojen olmayan büyük parçalar; yaprak, odun, topaklanmış

maddeler vs. süzmeden önce uzaklaştırılmalıdır. Aksi halde hatalı, yüksek sonuçlara neden olurlar. Ayrıca görülebilir yüzen yağ ve gresler de analizden önce homojenizatörle karıştırılarak dağıtılmalıdır.

E. Deneyin Yürütülüşü

Toplam Katı Madde (Buharlaştırma Kalıntısı) (103-105 OC)

- 1- Buharlaştırma kabı 103-105oC'de sabit tartıma getirilir.
- 2- kalıntı verebilecek miktarda iyice karıştırmış numuneden kapsüle belirli bir miktar alınarak buharlaştırma kabına konur. Genellikle 220-500 ml numune yeterlidir.
- 3- Kalıntı 103 - 105oC'de etüvde kurutulduktan sonra desikatörde soğutulur ve tartılır.

F. Hesaplama :

Sonuçlar aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanır:

$$\text{Buharlaştırma Kalıntısı (mg/l)} = (A-B) \times 1000 / V$$

A= Buharlaştırma kabı ve kalıntının toplam tartımı (mg)

B= Buharlaştırma kabının boş tartımı (mg)

V= Numunenin hacmi (ml)

G. Kaynaklar:

1. Standard Methods 1989 S.2-75, GEMS S.22
2. ERCİYES ÜNİVERSİTESİ, Çevre Mühendisliği Bölümü, Çevre Kimyası Laboratuvarı Dersi Notları

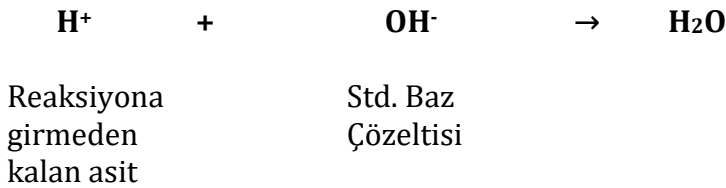
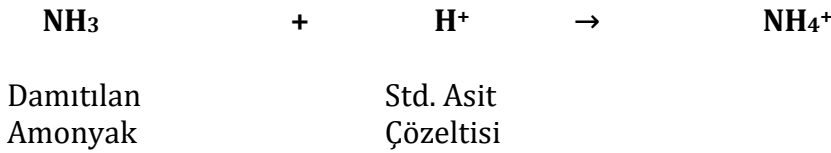
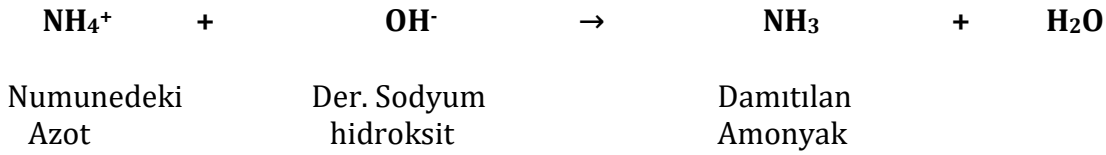
6.KJELDAHL METODUNA GÖRE AZOT TAYİNİ

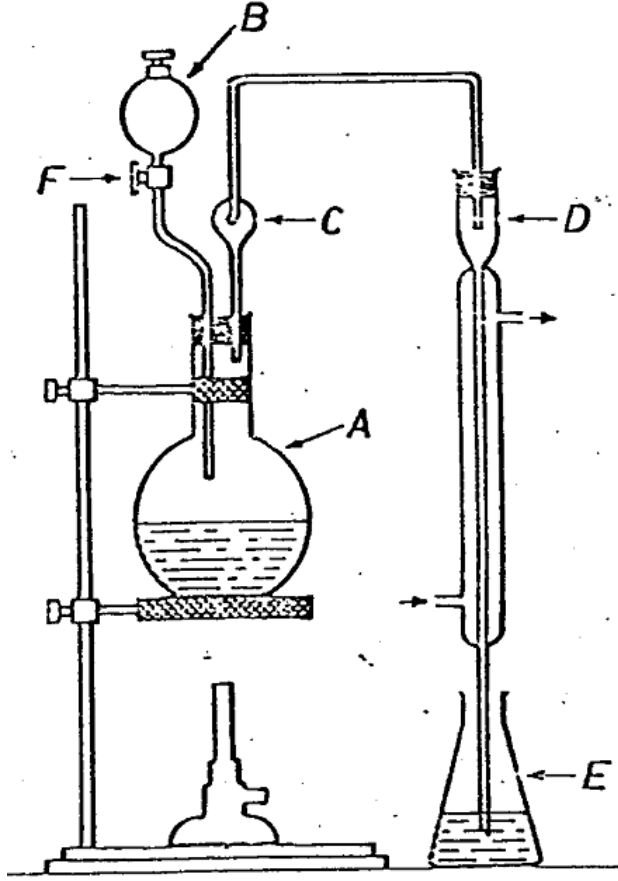
Deney No: 6

A. Giriş

Kjeldahl metoduna göre azot tayininde; numune derişik H_2SO_4 ile yakılarak, numune içindeki organik maddeler yükseltgenir ve numunedeki azot, amonyum tuzlarına dönüştürülür. Yakma işlemi sırasında reaksiyon hızını artırmak için ortama K_2SO_4 , HgO gibi kimyasal maddeler ilave edilir. Daha sonra, numune üzerine derişik $NaOH$ çözeltisi katılarak serbest kalan NH_3 damıtılır ve damıtılan NH_3 , hacmi ve konsantrasyonu bilinen standart bir asit çözeltisi içinde tutulur. Amonyak tarafından nötrleştirilmeden kalan asidin miktarı, standart bir baz çözeltisi kullanılarak geri titrasyonla tayin edilir.

Bu metotla, aminlerde, proteinlerde ve amidlerde bulunan amonyak azotları tayin edilir. Nitro, azo ve siyano gruplarındaki azotlar için, metotta bazı deęişikler yapmak gerekir.





- A: Numune konulan reaksiyon balonu
B: NaOH çözeltisi konulan ayırma hunisi
C: Sıçrama tutucu veya Tuzak
D: Geri soğutucu
E: İçinde standart asit çözeltisi bulunan toplama kabı
İşlem sırasında oluşan reaksiyonlar aşağıdaki gibidir;

B. Deneyin Yapılışı

Numune, 100 mL'lik bir balonjojeye alınarak saf suyla hacmi 100 mL'ye tamamlanır. Bu numuneden bir pipetle alınan numune (S), damıtma balonuna konur ve saf suyla seyreltilir. Toplayıcıya bir pipet yardımıyla 50 mL (S₁) standart 0,1N HCl çözeltisi konur ve saf suyla seyreltilir. Soğucunun ucu toplayıcı içindeki asit çözeltisine batırılır. Ayırma hunisine 20 mL %20'lik NaOH çözeltisi konur ve musluğu açılır ve numune içine akması sağlanır. Damıtma balonuna kaynamayı düzenli olarak sağlayacak şekilde su buharı gönderilir. Damıtma işlemi 20-30 dakika sürdürülür ve bu süre içinde amonyağın tamamı toplayıcı içine geçer. Toplayıcı içindeki asit çözeltisi içine metil kırmızısı indikatörü damlatılır ve standart 0,1 N NaOH çözeltisi ile titre edilir. Titrasyonda dönüm noktası kırmızıdan açık sarıya döndüğü renktir. Harcanan 0,1 N NaOH hacmi bulunur (S₂). İşlem iki kez tekrarlanır.

C. Hesaplama

$$T \text{ (Azot miktarı, g)} = \frac{(N_1 * F_1 * S_1 - N_2 * F_2 * S_2) * E}{1000} * \frac{100}{S}$$

N₁: HCl çözeltisinin normalitesi (0,1N)

F₁: HCl çözeltisinin faktörü

S₁: HCl çözeltisinin hacmi (50mL)

N₂: NaOH çözeltisinin normalitesi (0,1N)

F₂: NaOH çözeltisinin faktörü

S₂: Titrasyonda harcanan NaOH çözeltisinin hacmi (mL)

E: Numuneden alınan hacim (mL)