



BARTIN ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ



ÇEVRE KİMYASI LABORATUARI-I
DENEY FÖYÜ

DENEY NO 1

0.1 N HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

Derişik hidroklorik asit çözeltisi ağırlık olarak yaklaşık % 37 oranında HCl ihtiva eder. Bu da yaklaşık 10 N HCl'dir.

Derişik (% 37) saf hidroklorik asitten 9 mL bir pipet yardımıyla ölçülerek 500 mL saf su içeren 1 litrelik bir balonjojeye aktarılır, litreye tamamlanır ve çalkalanarak karıştırılır. Bu yaklaşık 0,1 N bir çözelti verir.

Ayarlama:

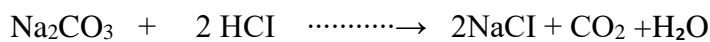
Yaklaşık 0,1 N HCl çözeltisinin faktörünü ve dolayısıyla tam normalitesini bulmak için temel kıyas maddelerine karşı ayarlama yapılır. Burada kullanılacak olan madde susuz, saf sodyum karbonat (Na₂CO₃)'tır. Saf Na₂CO₃, bünyesindeki adsorblama ihtimali olan nemi uzaklaştırmak için bir kroze alınıp etüvde 260-270 °C'de 1 saat kurutulur (Sodyum karbonatın sodyum bikarbonat içermediği düşünülüyorsa, kurutma işlemi 160-170 °C 'de yapılabilir). Desikatöre alınıp, soğuması için bir müddet bekledikten sonra, dördüncü haneye kadar doğru tartılmış 0,2-0,3 g dolayında iki tartım alınır. Tartılan Na₂CO₃, 250 mL'lik erlene alınarak 50 mL saf su ilave edilerek çözülür. 1-2 damla metil oranj indikatörü damlatılır.

Kuru bir 50 mL'lik büret, ayarlanacak HCl çözeltisi ile birkaç defa yıkandıktan sonra doldurulur. Erleneki Na₂CO₃ çözeltisine büretten damla damla HCl ilave edilir. Bu sırada erlen sürekli çalkalanarak karışma sağlanır. HCl ilave etmeye çözeltinin rengi pembe oluncaya kadar devam edilir. Bundan sonra 0,2 mL daha HCl ilave edilip çözelti karbon dioksitin uzaklaşması için kaynatılır. Kaynatma sırasında renk tekrar sarıya dönerse, çözelti soğutulduktan sonra 1-2 damla daha HCl ilave edilerek nötralizasyon tamamlanır.

Böylece, birinci tartımda harcanan titrasyon çözeltisi (HCl) hacmi (S₁ mL) bulunur.

Aynı işlemler, ikinci tartım Na₂CO₃ ile de tekrarlanır (S₂ mL) . Her iki tartım için faktör hesaplanarak ortalaması alınır.

Titrasyon reaksiyonu:



Sodyum karbonat eşdeğer ağırlığı, formül ağırlığının yarısı olan 52,997 gramdır.

$$T = \frac{N \cdot E \cdot F \cdot S}{1000} \quad F = \frac{T \cdot 1000}{N \cdot E \cdot S}$$

F = HCl çözeltisinin faktörü

T = Na₂CO₃ miktarı

N = HCl çözeltisinin normalitesi

E = Na₂CO₃'ün eşdeğer ağırlığı (52.997 g)

S = Titrasyonda sarfedilen HCl çözeltisinin hacmi (mL)

0.1 N DEMİR (II) ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

28 gram demir(II)sülfat (FeSO₄.7H₂O formül ağırlığı 278,02 g) üzerine hidrolizi ve bazik tuzların çökmesini önlemek için 5 mL 3M sülfirik asit çözeltisi ilave edilir ve 1 L'lik balonjode saf su ile litreye tamamlanıp iyice çalkalanır.

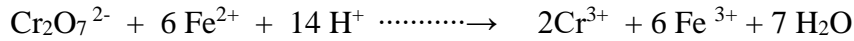
Ayarlama :

Hazırlanan demir (II) sülfat çözeltisi, potasyum bikromat (K₂Cr₂O₇) ile titre edilir ve faktörü hesaplanır.

Analitik saflıkta (K₂Cr₂O₇)'den alınan 2 gr dolayında numune bir saat camı üzerinde, etüvde 150-160 °C 'de 1-2 saat süreyle kurutulur. Desikatöre alınır, soğuması beklenir. Dördüncü hanesine kadar dikkatle tartılmış 0,2 gr dolayında 2 tartım alınır. Bunlar 250 mL'lik erlene alınarak saf suda çözülür. Çözöldükten sonra üzerine 20 mL derişik H₂SO₄ eklenir. Soğuduktan sonra 2-3 damla ferroin indikatörü eklenir.

Ayarlanacak olan demir(II)sülfat çözeltisi, aynı çözelti ile birkaç defa çalkalanıp 50 mL'lik bürete aktarılır. Titrasyona başlanır. Başlangıçta sarı renk önce yeşile daha sonra maviye döner ve kahverengi olur. Dönüm noktası kahverenginin oluştuğu noktadır. Aynı işlemler ikinci tartım için tekrar edilir.

Titrasyon reaksiyonu :



Bu reaksiyonda potasyum bikromatın eşdeğer ağırlığı formül ağırlığının 1 / 6'sıdır (294,24 / 6 =49,04 gr) .

$$F = \frac{T \cdot 1000}{N \cdot E \cdot S}$$

F = Demir(II)sülfat çözeltisinin faktörü

T = K₂Cr₂O₇ 'nin ağırlığı (g)

N = Demir(II)sülfat çözeltisinin normalitesi (0.1)

E = K₂Cr₂O₇ 'nin eşdeğer ağırlığı (49,04 g)

S = Titrasyonda sarfedilen Demir(II)sülfat çözeltisinin hacmi (

DENEY NO: 2

ALKALİNİTE

GİRİŞ

Alkalinite, örnekteki iyon ve moleküllerin disosiasyon veya hidrolizinden ileri gelen hidroksil iyonlarının ayarlı asid çözeltisi ile belirli bir pH son noktasına kadar titrasyonu ile belirlenir.

Alkalinite 20 mg CaCO₃/L' den daha küçük ise eşdeğer noktanın ötesinde titre eden ayarlı asid aşırısı ile orantılı olarak ekstrapolasyonla bulunur. Bunun için, dikkatle ölçülen pH'ı 0.3 birim düşüren ayarlı asid miktarı bulunur. pH daki bu değişim [H⁺]'unun iki katına çıkmasına karşılıktır.

Sularda alkalinite başlıca karbonat ve bikarbonat içeriği ile belirlenir. Fenolftalein veya metakresol moru (pH:8.3), bromkrezol yeşili veya bromkrezol yeşili / metil kırmızısı karışık indikatörü (pH:4.5) titrasyonlarda kullanılır.

Tayini bozan etkenler: Cam elektrodu kaplayan maddeler (yağ-gres,asılı katılar vb.) pH ölçümünü etkiler; elektrodun dengeye gelmesi zaman alır. Elektrodlar sık sık yıkanır. Örnek süzülmez, seyreltilmez, derişiklendirilmez veya deęiştirilmez.

Reaktifler

- 1- Sodyum Karbonat Çözeltisi, 0,05 N: 3-5 g Na₂CO₃ primer standard 250°C da 4 saat kurutulur ve desikatörde soğumaya bırakılır. mg'a kadar duyarlılıkla 2,5 ± 0,2 g tartılarak, 1 litrelik balonjojede çözümlenerek litreye tamamlanır. Bu çözelti bir hafta dayanıklıdır.
- 2- Ayarlı 0,1 N HCl
- 3- Alkollü fenolftalein çözeltisi (pH 8,3 indikatörü)

İŞLEM

Örnek, 100 ml'lik balonjojeye alınarak saf su ilavesiyle hacim 100 ml'ye tamamlanır. Bu örnekten, bir pipet yardımıyla 10 ml alınır, 250 ml'lik erlene konulup 50 ml'ye seyreltilir. 2-3 damla fenolftalein katılarak ayarlı 0,1 N HCl çözeltisi ile kırmızı renk kayboluncaya kadar titre edilir. Tüketilen HCl hacmi kaydedilir.

Hesaplama

$$\text{Alkalinite, mg CaCO}_3 / \text{L} = \frac{A \times N \times 50 \times 1000 \times 10}{V_{\text{mL}} \text{ Örnek}}$$

A = Kullanılan ayarlı asid çözeltisinin (HCl) hacmi, mL

N = Ayarlı asidin normalitesi (0,1 N)

DENEY NO 3

ASKIDA KATI MADDE (AKM):

Filtrasyon Prosesi

Filtrasyon, su kaynağından gelen veya arıtma işlemleri sırasında oluşan kil ve silt taneleri, mikroorganizmalar, kolloid ve çöken hümitik maddeler, suyun yumuşatılmasında kullanılan kalsiyum karbonat ve magnezyum hidroksit çökeltileri gibi askıda katı parçacıklarının gideriminde yaygın olarak kullanılan temel işlemlerden biridir. Filtrasyon, temiz su arıtımında ana ünitelerden birini oluşturur. Ancak son yıllarda atıksu arıtımında da önem kazanmaktadır. Atıksu arıtımında hem kimyasal hem de biyolojik arıtma için askıda katı madde kalıntılarının (Partiküler BOI'yi de içeren) gideriminde kullanılmaktadır. Atıksu arıtımında filtrasyon bir ileri arıtma yöntemidir. İstenen çıkış suyu kalitesine ve atıksu özelliklerine bağlı olarak birincil arıtmayı ve ikincil arıtmayı takiben kullanılabilir.

Çevre Mühendisliğinde filtrelerin ilk kullanımı içme suyu arıtımı amacıyla olmuştur, çünkü atıksu arıtımı çok daha fazla parametreden etkilenir ve kompleks bir sistem dizaynı gerektirir. Genel olarak atıksu filtrelerinde daha büyük, daha ağır ve daha farklı boyutlarda taneler filtre malzemesi olarak kullanılır ve tüm bu parametreler uygulanacak atıksu kompozisyonuna ve yüküne bağlı olarak dizayn edilir.

Filtreler farklı kriterler esas alınarak sınıflandırılırlar; Dolgu malzemesine göre sınıflandırma yapıldığında ince malzemeli, kalın malzemeli, karışık malzemeli ve diatomit filtreler olmak üzere dört grupta incelenirler. Su akış yönüne bağlı olarak ise giriş akımının aşağıdan yukarıya doğru olduğu yukarı akışlı filtreler ve giriş akımının yukarıdan aşağıya doğru olduğu aşağı akışlı filtreler olmak üzere isimlendirilirler. Hidrolik yapı esas alınarak yapılan gruplandırma da ise filtreler, yerçekimi ile çalışan ve basınçlı filtreler olmak üzere ikiye ayrılırlar. Akım hızı kontrolüne göre ise sabit akımlı ve yük kaybı arttıkça hızın azalmasına izin verilen azalan hızlı akımlı filtreler olmak üzere ikiye ayrılır.

Filtrasyon sırasında, koşullara bağlı olarak aktif olan, farklı tutunma mekanizmaları vardır. Mekanik olarak tutunma, çökme, difüzyon, atalet ve hidrodinamik kuvvetler etkisiyle tutunma gibi mekanizmalar, tek tek veya birlikte her bir partikülün tutunma işlemi sırasında etkili olur (Yao Kuan-Mu vd., 1971, Camp, 1964).

Filtrasyon prosesinde dikkate alınacak parametrelerin en önemlileri şunlardır;

- 1) Giriş karakterizasyonu
- 2) Filtre malzemesinin özellikleri
- 3) Akım hızı (Yüzey yükü)

Giriş Konsantrasyonunun artması ile filtrenin tıkanma süresi kısalmır. Düşük giriş konsantrasyonlarında çalışılması ise filtre işletim süresini ve buna bağlı olarak maliyeti arttırır.

Filtre malzemesi özelliklerinden en önemlileri malzeme boyutu ve porozitesidir. Filtre boyutu küçüldükçe filtrasyon verimi artar. Fakat yük kayıpları da artacağından filtre çabuk tıkanır. Büyük boyutlu filtre malzemesi kullanıldığında ise filtrenin tutma kapasitesi düşer , fakat işletim süresi artar.Filtre malzemesi hem temiz filtre yük kaybına etki eder, hem de filtre doldukça oluşan yük kaybı artışını belirler. Ayrıca çıkış suyu kalitesini de belirler.

Filtrelerde yüzey yükü filteye giriş debisinin filtre yüzey alanına oranıdır. Yüzey yükü arttıkça suyun filtreden geçmesi zorlaşır. Düşük yüzey yüklerinde su kolayca filtreden geçer ve yük kayıpları daha uzun sürelerde oluşur. Görüldüğü gibi filtre dizaynı pek çok farklı parametreye bağlı olup, bu parameteler de birbirleriyle sürekli ilişki içindedir. Bu nedenle filtrasyon uygulamalarında pilot ölçekli ön çalışmalar yapılmalıdır. Pilot ölçekli çalışmalarla tüm değişkenlerin birbirleriyle ilişkileri incelenerek, filtrasyon için en uygun çalışma koşulları belirlenebilir.

Uygulama Düzeneği

Bu uygulama kapsamında bir pilot ölçekli filtrasyon çalışması incelenecektir. Deney düzeneği 3 cm çapında ve 1 m boyunda pleksiglas kolon içine yerleştirilmiş olan kum filtreden oluşmaktadır. Filtreye atıksu peristaltik pompa ile beslenecektir. Filtreden AKM oranı yüksek atıksu geçirilecek ve filtrasyon verimi incelenecektir. Filtre giriş ve çıkış AKM konsantrasyonları ölçülerek , aradaki fark, filtre giderim verimi olarak belirlenecektir. AKM analizi, standart metodlar esas alınarak yapılacaktır (Standart Methods,1995).

Askıda Katı Madde Ölçüm Yöntemi

Araç ve Gereç:

Etüv
Analitik Terazı (0.1 mg duyarlılığında)
Filtreler
Süzme seti
Desikatör

Deneyin yürütülüşü;

Filtre süzme seti üzerine yerleştirilir. Vakum uygulanarak, 3 kez 20'şer ml. damıtık su ile yıkanır. Filtrede hiç su kalmayınca kadar vakum uygulaması sürdürülür ve yıkama suları dökülür. Filtre porselen kröze içine alınarak etüvde 103-105 °C 'de bir saat kurutma yapılır. Kullanılınca kadar desikatörde tutulur. Kullanmadan hemen önce tartılır. İyice karıştırılmış örnekten 100 ml. alınır (Alınacak numune miktarı AKM konsantrasyonu 10-200 mg arasında çıkacak şekilde seçilmelidir). Alınan numune ,vakum uygulanarak süzme seti yardımıyla filtreden süzülür. Filtre

dikkatle alınır ve porselen krözenin üzerine konur. Etüvde 103-105 °C 'de bir saat kurutma yapılır. Desikatörde en az 30 dak. kurutulduktan sonra tartma işlemi yapılır. Tartma işlemi ardışık iki tartım arasında fark kalmayınca kadar veya ağırlık kaybı 5 mg'dan az olana kadar tekrarlanır.

Hesaplama: Toplam askıda katı madde, mg/lt = (A-B) . 1000 / ml numune

A: Filtre + kalıntı ağırlığı (mg)

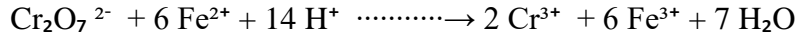
B: Filtre darası (mg)

DENEY NO: 4

Cr⁶⁺ TAYİNİ (Volumetrik)

GİRİŞ

Bir çözeltilde bulunan Cr⁶⁺ iyonu, ayarlı Demir(II) standart çözeltisi kullanılarak tayin edilebilir. Titrasyon reaksiyonu:



Bu reaksiyonda, Cr⁶⁺ 'nın eşdeğer ağırlığı atom ağırlığının 1/3 'üdür (52/3=17,33 g).

DENEYİN YAPILIŞI:

Örnek, 100 mL'lik balon jøjeye alınarak saf su ilavesiyle hacim 100 mL'ye tamamlanır. Bu örnekten, bir pipet yardımıyla 15 veya 20 mL alınır (S) , 250 mL'lik erlene konular 50 mL'ye seyreltilir. 15-20 mL derişik H₂SO₄ eklenir. Soğuduktan sonra 2-3 damla ferroin indikatörü katılır.

Ayarlı 0,1 N demir(II)sülfat çözeltisi, aynı çözeltili ile birkaç defa çalkalanan 50 ml'lik bürete aktarılır. Titrasyona başlanır. Başlangıçta sarı olan renk önce yeşile daha sonra maviye döner ve kahverengi olur. Dönüm noktası, kahverenginin oluştuğu noktadır. Tüketilen Demir(II)Sülfat hacmi kaydedilir(S_{Fe(II)}).

HESAPLAMA:

$$T_{\text{Cr}^{6+}} = \frac{N \cdot F \cdot S_{\text{Fe(II)}} \cdot E}{1000} \cdot \frac{100}{S}$$

F = Demir (II) sülfat çözeltisinin faktörü

T = Cr⁶⁺ 'nın ağırlığı (g)

E = Cr⁶⁺ 'nın eşdeğer ağırlığı (17,33 g)

N =Demir(II) sülfat çözeltisinin normalitesi (0,1)

S_{Fe(II)}=Titrasyonda sarfedilen Demir(II) sülfat çözeltisinin hacmi(ml)

S =Örnek çözeltiliden çekilen hacim (mL)

DENEY NO: 5

KLORÜR TAYİNİ (Volumetrik)

GİRİŞ

Prensip, nötral veya hafifçe bazik çözeltide potasyum kromat, gümüş nitrat ile klorür iyonları arasındaki reaksiyonun son noktasını belirlemek için kullanılabilir. Kırmızı renkli gümüş kromatın çökmesinden önce gümüş klorür kantitatif olarak çöker.

Analiz Yöntemleri

Argentometrik yöntem oldukça temiz sularda, potansiyometrik metod renkli ve bulanık sularda; ferrisiyanür yöntemi ve akışa enjeksiyon analizi çok sayıda örnekle otomatik olarak ve ayrıca iyon kromatografisi ve kapiler iyon elektroforez kullanılır.

Tayini Bozan Etkenler

İçme sularında bulunan değişik maddelerin miktarları analizi bozacak düzeyde değildir. Bromür, iyodür ve siyanür eşdeğer klorür konsantrasyonlarında kabul edilir. Sülfür, tiyosülfat ve sülfid iyonları analizi bozar. Bununla birlikte, sülfid nötral çözeltide hidrojen peroksit ile muamele ederek giderilebilir. Aynı yükseltgenle sülfür ve tiyosülfatı gidermek için ortam bazik olmalıdır. 25 mg/L nin üzerindeki ortofosfat gümüş fosfat çökmesi nedeni ile analizi bozar. 10 mg/L nin üzerindeki demir son noktanın farkedilmesini engeller.

Örneklerin Korunması

Özel bir koruma gerektirmez. Örnekler, cam veya PE, PP şişelerde saklanır.

Reaktifler

1.Klorürsüz su, tamamen pireksden yapılmış bir destilasyon düzeni kullanılarak destile su yeniden destillenir. Karışık bir iyon değiştirici kolondan geçirerek de klorürsüz su elde edilebilir.

2.Potasyum kromat indikatör çözeltisi, 50 g K_2CrO_4 az destile suda çözülür. Belirgin bir kırmızı çökelti meydana gelinceye kadar gümüş nitrat çözeltisi eklenir; 12 saat beklenir, süzülür ve destile su ile litreye tamamlanır.

3. Ayarlı Gümüş nitrat Çözeltisi: 0.0141 N: 2,395 g $AgNO_3$ destile suda çözülür ve litreye tamamlanır. 0,0141 N NaCl'e karşı ayarlanır. Kahverengi şişede saklanır. 0,0141 N standard gümüş nitrat çözeltisinin 1.00 mL si 0.500 mg klorüre eşdeğerdir.

4. Ayarlı Sodyum klorür Çözeltisi: 0.0141 N: 0,8241 g 140°C da kurutulmuş NaCl, klorürsüz suda çözülür ve litreye tamamlanır. 1.00 mL = 0.500 mg Cl⁻.

5. Sodyum hidroksid, 1 N: 40 g NaOH suda çözülür ve litreye seyreltilir.

6. Sulfat asidi, 1 N: Karıştırarak 28 mL derişik sulfat asidi destile su içine dikkatle dökülür ve litreye seyreltilir.

Deneyin Yapılışı:

Örnek, 100 ml'lik balonjojeye alınarak saf su ilavesiyle hacim 100 mL'ye tamamlanır. Bu örnekten, bir pipet yardımıyla 15 veya 20 mL alınır (V_{örnek}), 250 mL'lik erlene konular 50 mL'ye seyreltilir. pH 7-10 aralığındaki örnekler doğrudan titre edilebilir. Bu pH aralığında olmayan örnekler, sulfat asidi veya sodyum hidroksid çözeltileri ile ayarlanır. 1,0 mL potasyum kromat indikatör çözeltisi eklenir. Ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile pembemsi-sarı son noktaya kadar titre edilir. Gümüş nitrat çözeltisi ayarlanır ve boş örnek değeri yukarıdaki yöntemle belirlenir. 0,2-0,3 mL lik harcama boş örnek için uygun değerdir.

Hesaplama

$$T_{\text{Klorür}} (\text{g}) = \frac{\text{N. F. (A-B). 35,45}}{1000} \times \frac{100}{V_{\text{örnek}}}$$

N= AgNO₃'ın normalitesi

F= AgNO₃'ın faktörü

A= Örnek için harcanan AgNO₃ sarfiyatı (mL)

B= Boş örnek için harcanan AgNO₃ sarfiyatı (mL)

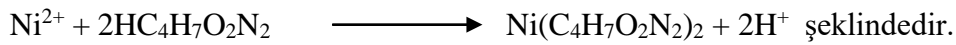
DENEY NO 6

NİKEL TAYİNİ (Gravimetrik)

GİRİŞ

Bu tayinde organo analitik reaktiflere bir örnek oluşturan dimetglioksim ile çöktürme yapılır.

Şematik formül;



Bu molekülde azot atomları donör olup üzerindeki ortaklanmamış elektron çiftleri bağ oluşturur. Bu tür organik ligandlara kelatlayıcı ligand, oluşan komplekse kelat kompleksi denir. Aynı bir organik bileşikte birden fazla kompleksleyici atomun varlığı, kararlı kelat kompleksi oluşumuna yol açabilir. Nikel dimetilglioksim kelat kompleksinde de molekül içi hidrojen köprüleri son derece kararlı beşli halkalar oluşturur. Böylece kristalize pembe bir çökelti ele geçer ve %20,32 nikel içerir.

Co, Zn ve Cu ile amonyak çözeltilerinin aşırı miktarda çökmeyi kısmen engeller; özellikle bu elementler varlığında bunların çözünür bileşikleri için reaktif fazlası eklenmelidir. Co, Mn ve Zn varlığında daha iyi sonuçlar alabilmek için çöktürme sırasında sodyum ve amonyum asetat katılır; ancak Fe^{3+} , Al^{3+} ve Cr^{3+} ortamda bulunmalıdır. Bu iyonların varlığında tartarat ve sitrat ile kompleks oluşturularak maskeleye yapılır. Dimetilglioksim ile güç çözünen tuzlar veren Pd ve Au, zayıf amonyaklı çözeltide kısmen çöktürülür; zayıf asidik çözeltide ise palladyum tamamen, altın ise kısmen çöktürülür. Bizmut ise kuvvetli kalevi çözeltiden çöktürülür. Genel olarak H_2S grubu metallerin bulunmaması söylenebilir. Fe^{2+} iyonları ise NH_3 'lü çözeltide kırmızı renkli çözünür bir kompleks oluşturur ve fazla Fe^{2+} pozitif hataya yol açar. Silis ve tungsten ise ancak birkaç mg'ın üzerindeki miktarlarda reaksiyonu bozarlar.

Gravimetrik işlemlerde dimetilglioksimin mutlak etanoldeki %1'lik çözeltisi kullanılır ve bu çözeltinin 1 ml'si 2,5 mg nikeli çöktürmeye yeterlidir. Gravimetrik işlem sonucu tartılan ürün, $\text{Ni}(\text{C}_4\text{H}_7\text{O}_2\text{N}_2)_2$ olup, nikel için gravimetrik faktör 0,2032'dir.

Örnek, 100 ml'lik balonjojeye alınarak saf su ilavesiyle hacim 100 ml'ye tamamlanır. Bu örnekten, pipet yardımıyla 20 ml alınır (S) ve 500 mL'lik behere aktarılır. Hacim 150-200 ml'ye tamamlanır, 1-2 ml % 5'lik HCl, 20 ml %10'luk NH₄Cl çözeltisi ilave edilir.

Amonyak ilavesiyle hafif amonyak kokana kadar nötralleştirilen çözeltiliye çökme sona erinceye kadar %1 'lik dimetilglioksim (1 gram dimetilglioksim 100 ml % 95'lik alkolde çözülerek elde edilir) çözeltisi ilave edilir. Bu arada beherden yine hafif amonyak kokusu gelmelidir. 15-20 dakika kendi haline bırakılan çökeleğin üstündeki berrak çözeltiliye birkaç damla daha dimetilglioksim ilave edilerek çökmenin tam olup olmadığı kontrol edilir. Çökme yoksa, çökelek 1 saat kadar su banyosunda bekletilir ve 110-120 °C 'de sabit tartıma getirilmiş olan Gooch krozesinden süzülür. Çökelek sıcak su ile yıkanır. Sarı renkli süzüntüye az miktarda dimetilglioksim çözeltisi katılarak çökmenin tam olup olmadığı kontrol edilir.

Bundan sonra, Gooch krozesi 110-120 °C 'da (en az 1 saatte) sabit tartıma getirilir. Aradaki fark nikeldimetilglioksimat miktarıdır.

HESAPLAMA

1 gram tartım = 0,2032 gram Nikel

DENEY NO 7

SERTLİK TAYİNİ (Volumetrik)

GİRİŞ

Toplam sertlik, uygulanan genel pratik anlayışa göre, Ca^{2+} ve Mg^{2+} konsantrasyonlarının toplamı olarak mg $CaCO_3/L$ cinsinden ifade edilir.

Sertlik sayısal olarak karbonat ve bikarbonat alkalinitesinin toplamından daha büyük olduğu zaman, toplam alkaliniteye eşdeğer sertlik “**karbonat sertliği**”; bunun aşırısı olan sertlik ise “**karbonat olmayan sertlik**” olarak isimlendirilir.

Sertlik sayısal olarak karbonat ve bikarbonat alkalinitesi toplamına eşitse veya daha az ise, tüm sertlik karbonat sertliğidir ve karbonat olmayan sertlik yoktur.

EDTA İLE TİTRİMETRİK SERTLİK TAYİNİ

Eriochrom Black T veya Calmagite ile pH $10,0 \pm 0,1$ de Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının verdiği şarap kırmızısı kompleks, EDTA ile titrasyonda bozularak mavi renk verir.

Tayini Bozan Etkenler

Bazı katyonlar son noktanın belirlenmesini zorlaştırırlar. Yüksek konsantrasyonda ağır metal varsa, sertlik hesap yolu ile bulunur. Çözeltideki asılı katılar ve kolloidal organik maddeler son noktanın belirlenmesini zorlaştırabilir. Bunu engellemek için buhar banyosunda örnek kuruluğa kadar buharlaştırılır ve $550^{\circ}C$ de organik madde tamamen okside olana kadar ısıtılır. Artık, 20 mL 1 N HCl de çözülür; 1 N NaOH ile pH 7 yapılır; 50 mL'e seyreltilir ve sertlik için analizlenir.

Titrasyon Koşulları: Titrasyon oda sıcaklığında yapılır. Titrasyon 5 dakika içinde tamamlanmalıdır.

Reaktifler

1. Tampon Çözelti: (a) 16,9 g NH_4Cl , 143 mL derişik amonyum hidroksidde çözülür. 1,25 g EDTA-Mg tuzu eklenir ve destile su ile 250 mL e seyreltilir.

2. EriochromeBlack T (1-(1-Hidroksi-2-naftilazo)-5-nitro-2-naftol-4-sulfonik asid)_Erio T'nin bazik çözeltileri oksidanlara karşı duyarlıdır ve sulu veya alkollü çözeltileri dayanıksızdır. 0,5 g boyarmadde 100 g trietanolamin içinde veya etilenglikol monometil eter içinde çözülür. Titre edilecek 50 mL örneğe 2 damla konur.

3. Ayarlı EDTA Çözeltisi, 0,01 M: 3,723 g disodyum etilendiamintetraasetat, dihidrat (EDTA) destile suda çözülür ve 1000 mL e seyreltilir. Ayarlı Ca çözeltisine karşı ayarlanır.

Çözelti PE veya borosilikat cam şişelerde saklanır.

DENEYİN YAPILIŞI:

Örnek, 100 ml'lik balonjojeye alınarak saf su ilavesiyle hacim 100 ml'ye tamamlanır. Bu örnekten, 25,0 mL (V) alınıp destile su ile 50 mL e seyreltilir. 1-2 mL tampon çözeltisi eklenir. Genellikle 1 mL tampon çözeltinin pH'ını $10,0 \pm 0,1$ yapmak için yeterlidir. 1-2 damla indikatör çözeltisi veya kuru-toz indikatör eklenir. Ayarlı EDTA çözeltisi ile sürekli karıştırarak yavaşça, son kırmızılık kayboluncaya kadar titre edilir. Son birkaç damla 3-5 saniye ara ile eklenir. Son noktada çözelti mavi olur.

Hesaplama

$$T_{\text{Kalsiyum}} (\text{g}) = \frac{\text{N. F. } S_{\text{EDTA}} \cdot (40,08/2)}{1000} \times \frac{100}{V_{\text{örnek}}}$$

S: Örnek için harcanan EDTA hacmi (mL)

N: EDTA'nın konsantrasyonu

F: EDTA'nın faktörü

V: Örnek hacmi (mL)