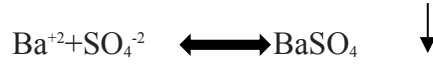


GRAVİMETRİK SÜLFAT (SO₄⁼) BELİRLENMESİ

GENEL BİLGİLER

Sülfat hafif asitli ortamda baryum klorür çökeltisiyle çöktürölüp, baryum sülfat halinde tayin edilir.



Çöktürme esnasında kullanılan su ve ayraçlar daha önceden sülfat bakımından kontrol edilir. Çünkü sülfat da klorür gibi yaygın bir iyondur. Çökeleđi süzmek gerekirse kâğıt süzgeç yerine cam veya Gooch süzgeç krozelere kullanma daha doğru olur. Çünkü süzgeç kâğıdı kullanıldığı zaman çökeleđin sabit tartıma getirilmesi esnasında,



reaksiyonu cereyan edebilir. Bu şekilde ayrılmış olan sülfürün önemli bir kısmı ısıtma esnasında hava oksijeniyle yükseltgenerek tekrar baryum sülfat haline dönerse de reaksiyonun tamamlanması çok uzun zaman alır.



Özellikle kararmış süzgeç kâğıdını iyice yakmadan, sıcaklığın birden yükseltilmemesi gerekir. Onun için çökelek başlangıçta çok hafif alevde kurtulmalı, ondan sonra sıcaklık biraz yükseltilerek kömürleşmiş kâğıdın yanması temin edilmeli ve en sonunda sıcaklık 900 °C ye çıkarılmalıdır. Çökeleđi daha yüksek sıcaklıklara kadar ısıtmak doğru değildir. Çünkü baryum sülfat krozenin sırasında çözünür. Her ihtimale karşı baryum sülfat kül edildikten sonra kroze soğutulup içine birkaç damla sülfirik asit konmalı ve tekrar ısıtılarak sabit tartıma getirilmelidir.



Sülfürik asidin ikinci asitliği orta kuvvette olduğundan, baryum sülfat asitli ortamda bir miktar çözünür.

Bundan dolayı sülfat çözeltisi asidik ise nötral yapılmalı ve ondan sonra pH'ı 5 civarına ayarlanmalıdır.

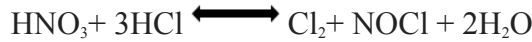
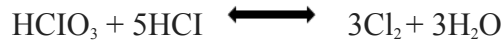
BaSO₄ ince taneli olduğundan süzme işlemi sona ermeden, süzütünün ortasına bir baget sokarak karıştırılmalıdır. Süzüntüye baryum sülfat tanecikleri geçmişse, bunlar anaforun etrafında toplanırlar. Böyle hallerde süzüntü bir kere daha süzülür.

Süzme esnasında şayet huninin kenarına baryum sülfat sıçramışsa, bir parça külsüz süzgeç kâğıdıyla alınıp esas çökeleğin üzerine ilave edilir ve çökelekle beraber yıkanır.

BaSO₄ 105-110°C de bile kurutmak mümkünse de son su eserleri ancak 700°C de bertaraf edilebilir.

Örnekte fazla miktarda sülfat iyonu bulunması halinde süzme yöntem yerine çökelek santrifüj yöntemi ile sıvıdan ayrılabilir.

Reaksiyonu bozan iyonlar: Sülfatın baryum sülfat halinde çöktürülüp sabit tartıma getirilmesi oldukça kolay olmakla beraber, saf baryum sülfat çökeleği elde etmek çok güçtür. Çünkü pek çok anyon ve katyon BaSO₄ tarafından adsorbe edilir. Adsorbe edilen başlıca anyonlar, PO₄⁻³, CrO₄⁻², ClO₄⁻, NO₃⁻, ClO₃⁻, BrO₃⁻, Cl⁻, Br⁻, I⁻, SCN⁻, CH₃COO⁻, NO₂⁻, Fe(CN)₆⁻³ ve Fe(CN)₆⁻⁴ dir. Asitli ortamda çalışma bazı adsorpsiyonları azaltırsa da tamamen ortadan kaldıramaz. Özellikle F⁻, PO₄⁻³ ve CrO₄⁻² asitli ortamda bile büyük ölçüde adsorbe edilirler. Yukarıdaki iyonlardan bazıları çöktürme işleminden önce sülfatsız derişik HCl ilave etmekle ya kısmen veya tamamen ortamdaki uzaklaştırılırlar veya yükseltgenme basamakları değiştirilerek katyon haline dönüştürülürler.

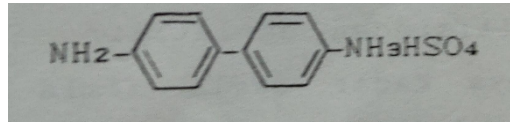


Katyonlar adsorbe edilme derecelerine göre şöyle sıralanırlar:

Cd⁺², Mn⁺², Fe⁺³, Cr⁺³, Zn⁺², Al⁺³, Fe⁺², K⁺, Ni⁺², Na⁺, Li⁺ ve Mg⁺², K⁺ un çok yüklü iyonlar arasına girmesine sebep, yarıçapının Ba⁺² nin yarıçapına çok yakın olmasıdır. Bu iyonlardan da birçokları, çöktürmeden önce ya ortama bir hidroksi organik asit ilave ederek (Sitrik, tartarik, salisilik asit gibi) kompleks içine alınırlar veya çöktürülerek ortamdaki

uzaklaştırılırlar [$\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Cr}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$, $\text{Cd}(\text{OH})_2$ gibi]. Çöktürme esnasında önemi oranda sülfat iyonu, hidroksitlerle bazik tuzlar halinde çökerse de bu mahzur çift çöktürmeyle bertaraf edilebilir. Fe^{+3} çoğu zaman $\text{H}_2\text{N}-\text{OH}$ ile daha az bozucu olan Fe^{+2} ye dönüştürülür.

Bunlardan daha iyisi sülfat çözeltisi bir katyonik iyon değıştiricisinden geçirilir ve katyonlar ortamdaki uzaklaştırılır. Bu arada ortama katyonlar yerine proton girdiğinden, ortamın pH ının tekrar ayarlanması (5 civarına getirilmesi) gerekir. Bundan başka, sülfat benzidinle benzidinyum bisülfat halinde ortamda bulunan diğeri anyonlardan da uzaklaştırılabilir.



NaOH ile muamele edilen benzidinyum bisulfattan benzidin, ekstraksiyon metoduyla ayrılır. Bu hayli uzun bir yol olduğundan pek tercih edilmez. Benzidinyum bisülfatın çöktürülüp ayarlı bazla titre edilmesi de mümkündür.

Hatayı azaltmak için başvurulmuş diğeri bir husus da ortamın asiditesini artırmaktır. $(\text{NH}_4)\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ içindeki sülfatı tayin etmek söz konusu olduğunda zaman zaman gayet tabii pH, 5 civarında çalışılmaz. Çünkü $\text{Fe}(\text{OH})_3$ de çökmüş olur. Bu gibi hallerde pH, 2 nin altında çalışmak gerekir. Ama bu defa da baryum sülfatın çözünürlüğü artar.

GEREKLI ALET-EKIPMAN VE COZELTILER

1. Deneyin yapılacağı sıvı örnek veya katı örneğinin hazırlanan çözeltisi
2. Santrifüj ve tüpleri
3. 1N BaCl_2 çözeltisi
4. Su banyosu
5. 0,1 mg a hassas analitik terazi
6. Kurutma dolabı
7. Desikatör
8. %50 lik etil alkol çözeltisi
9. Yaklaşık 0,1 M HCl çözeltisi
10. Metil kırmızısı (metil red) indikatörü

DENEYİN YAPILIŞI

1. Santrifuj tüpleri numaralanır ve analitik terazide tartılır
2. Tüplere içerisinde, sülfat iyonları bulunan test çözeltisinden (örnek sıvıdan) 5 er ml konur.
3. Örnek çözeltilerin üzerine birkaç damla metil kırmızısı indikatör çözeltisinden damlatılır. Sonra indikatör rengi kırmızı oluncaya kadar damla damla HCl çözeltisi ilave edilerek asitlendirilir. Kırmızılık görülür görülmez damlatmaya son verilmelidir.
4. Tüpler 30 dakika sıcak su banyosunda tutulur ve sonra üzerlerine 1 ml 1N BaCl₂ çözeltisi damla damla ilave edilir (Bu işlem ağır yapılırsa çökelek iri tanecikli oluşur). BaCl₂ ilavesinden sonra tüpler su banyosundan çıkartılır.



5. Su banyosundan çıkan tüpler 1 saat kendi halinde soğumaya bırakılır.
6. Sonra 15 dakika 4000 devirde santrifüjleme yapılır. Üstteki berrak kısımda 1-2 damla BaCl₂ çözeltisi ile çökelmenin tam olup olmadan kontrol edilir. Çökelme tam değilse 1 ml daha BaCl₂ ilave edilir ve tekrar santrifüjlenir.
7. Üstteki berrak kısım dökülür ve tüplere 5 ml %50 lik etil alkol pipetlenir. Tüpler tüp çalkalama aletinde veya elde çökelek iyice dağılıncaya kadar çalkalanır ve yeniden santrifüje edilir.
8. Berrak alkol çözeltisi dökülür ve çökelek tüp ile 105°C de kurutma dolabında sabit tartama kadar (muhtemelen 1 gece) kurutulur.
9. Tüp+çökelek desikatör içerisinde soğutulur ve tartılır.
10. Çökelek ağırlığı üzerinden örnek çözelti içerisindeki SO₄⁻² konsantrasyonu hesaplanır.

NOT: HCl konmasının yararları;

1. Nötr veya bazik ortamda BaCO₃ ve Baryum fosfat da çökebilir.
2. Asit ortamda çökelek kristalleri daha iri oluşur

ÖRNEK PROBLEM

Tüp darası 14,2586 gr ve tüp+çökelek 14,2675 gr ise örnek çözeltinin litresindeki SO_4^{2-} miktarını ppm ve meq/lt cinsinden bulunuz.

ÇÖZÜMÜ

[Tüp+çökelek] – [Tüp darası] = 14,2675-14,2586=8,9 mg =Çökelek ağırlığı (BaSO_4) olarak bulunur.

$$\begin{array}{r} 233 \text{ mg BaSO}_4 \text{ da} \quad 96 \text{ mg SO}_4^{2-} \text{ varsa} \\ 8,9 \text{ mg BaSO}_4 \text{ da} \quad \underline{\quad A \text{ mg SO}_4^{2-} \text{ vardır.} \quad} \\ A = 8,9 \times 96 / 233 = 3,67 \text{ mg SO}_4^{2-} \text{ vardır.} \end{array}$$

Bu miktar 5 ml örnek içerisindeki SO_4^{2-} miktarıdır. 1 lt çözeltide ise $200 \times 3,67 = 734 \text{ mg/lt SO}_4^{2-}$ bulunur. Bu da SO_4^{2-} 'in 734 ppm bulunduğunu gösterir.

$$\text{meq/lt} \times \text{Eq.} = \text{mg/lt (ppm) dir.}$$

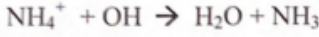
$$\text{O halde meq/lt} = \text{ppm/Eq olur.}$$

$$\text{SO}_4^{2-} \text{ meq/lt} = 734/96 = 7,65 \text{ bulunur.}$$

NOT: Elektrolit çözeltilerinde (örneğin göl, dere v.s sularında) meq/lt olarak anyonların toplam ile katyonların toplamı eşittir. Bütün anyon ve katyonların analizinin yapıldığı örneklerde, sonuçların kontrolü bakımından, ppm yerine meq/lt cinsinden hesaplama daha yararlı olabilir.

DENEYİN ADI : NO₃⁻-N ve NH₄⁺-N'in su buharı destilasyonu ile birlikte belirlenmesi.

DENEYİN YAPILIŞI :



1. İçerisinde NH₄⁺-N ve NO₃⁻-N bulunan örnek, destilasyon balonuna aktarılır (20 ml).
2. Destilasyon balonu destilasyon setine takılır. Destilasyon balonunun yan kapakçığından 0,5 gr (~yarım kaşık) MgO ilave edilir ve kapak hemen kapatılır.
3. Destilasyon setinin çıkış kısmına 250 ml lik erlen içinde hazırlanan önlük çözeltisi konulur.
4. Önlük çözeltisi 20 ml borik asit ve 3-4 damla indikatör çözeltiden oluşmaktadır. Önlük çözeltisinin rengi pembedir.
5. Destilasyon balonu ve önlük çözeltisi yerine konduktan sonra destilasyon başlar.
6. Yaklaşık 10 dk. sonra önlük çözeltisinin rengi pembeden yeşile döner. Biraz daha bekledikten sonra önlük çözeltisi alınıp 0,01 N H₂SO₄ çözeltisi ile titre edilir. Sarfiyat kaydedilir ve amonyum azotu miktarı, verilen formüle göre hesaplanır.

$$\text{NH}_4\text{-N} = (\text{S} \times 0,14 \times 1000) / \text{V}$$

7. NH₄⁺-N tayini yapıldıktan sonra destilasyon balonu destilasyon setinden çıkarılmadan destilasyon setinin çıkışına yeni bir önlük çözeltisi konur. Destilasyon balonunun yan kapakçığından 0.5 g devarda eklenerek destilasyona devam edilir.

8. Yaklaşık 10 dk. sonra önlük çözeltisinin rengi pembeden yeşile döner. Biraz daha bekledikten sonra önlük çözeltisi alınıp 0,01 N H₂SO₄ çözeltisi ile titre edilir. Sarfiyat kaydedilir ve amonyum azotu miktarı, verilen formüle göre hesaplanır.

$$\text{NO}_3\text{-N} = (\text{S} \times 0,14 \times 1000) / \text{V}$$

TOPLAM AZOT TAYİNİ

Prensip

Bu metot Sülfürik Asit (H_2SO_4) ile Potasyum Sülfat (K_2SO_4) ve Bakır Sülfat ($CuSO_4$) katalizörlüğünde Organik bileşiklerdeki Amonyak Azotunun ve Serbest Amonyakın, Amonyum iyonuna çevrilmesi prensibine dayanır. Çözeltiyeye baz ekleyerek alkaline ortam yaratılır ve Amonyak (NH_3) distile edilerek Borik Asit (H_3BO_3) veya Sülfürik Asit (Sülfürik Asit) tarafından absorbe edilir. NH_3 Standard mineral asitle titre edilerek tayin edilebilir.

Numunelerin Muhafazası

Taze numunelerde daha güvenilir sonuçlara ulaşılabilir. Hemen analiz mümkün değilse numunenin H_2SO_4 ile pH 1,5–2 olacak şekilde asitlendirilmesi gerekmektedir.

Bozucu Etkiler

1 Nitrat (NO_3), Kjeldahl digestionu sırasında ortamda 10 mg/L üzerindeki Nitrat, Amonyak okside ederek N_2O oluşmasına neden olduğundan negatif bozucu etkiye oluşturmaktadır. Tam aksine organik maddenin yeterli oksidasyonunun olmamasından dolayı Nitrat Amonyaka indirgenerek pozitif bozucu etkiye neden olabilir. Önemli bozucu etkilerin olduğu durumlar çok iyi tanımlanmamış ve bu etkileri elimine etmek için kullanılacak yöntem tanımlanmamıştır. Bu nedenle analize başlamadan önce NO_3 tayini yapılması gereklidir. NO_3 konsantrasyonu 10mg/L ve üzerinde ise kjeldahl azotu tayini yapılamaz.

2 İnorganik tuzlar ve katılar, Bu analizde $380^\circ C$ 'lık bir yakma sıcaklığı oluşturulacaktır, numune içerisinde yüksek miktarda tuz ve katı olması durumunda sıcaklık $400^\circ C$ veya daha üzerine de çıkabilir. Bu sıcaklık derecesinde azotun pyrolitik kaybı başlayacağından hatalı sonuçlar elde etmek mümkündür. Bu nedenle içinde tuz ve katıların olduğundan şüphelenilen numunelere fazladan H_2SO_4 ekleyerek asit-tuz dengesi sağlamak suretiyle tuz etkisini ortadan kaldırmak mümkündür. 1 mL ilave asit bu etkiyi ortadan kaldıracaktır. Asidin gereğinden fazla eklenmesi de sıcaklığın $380^\circ C$ 'e ulaşmamasına neden olabileceğinden digestion yeterli olmayacaktır. Bu nedenle analizin nihai distilasyon aşamasından önce NaOH çözeltisi eklenerek fazla asidin etkisi ortadan kaldırılabilir. Aşırı tuzlu numunelerde yakma sırasında tuzlar çökelek oluşturacaktır, bu durumda digestion sonrasında fazladan seyreltme suyu eklemek gerekir.

3 Organik madde, yakma işlemi sırasında numunede bulunan organik maddeler H_2SO_4 ün etkisiyle CO_2 ve H_2O 'ya dönüşecektir. Organik madde fazla olduğunda, fazlaca asit tüketilecek, tuzun aside oranı artacak ve digestion için gereken sıcaklık da yükselecektir. Fazladan asit eklendiğinde ise sıcaklık $400^\circ C$ veya daha üzerine de çıkabilir. Bu sıcaklık derecesinde azotun pyrolitik kaybı başlayacağından, hatalı sonuçlar elde edilecektir. Bu hataları önlemek için her 3 g KOİ için 10 mL konsantre H_2SO_4 eklemek yeterli olacaktır. Bu uygulamada NaOH çözeltisi ilavesi distilasyon pH'ını yüksek tutabilmek açısından gerekli olabilir.

Aynı zamanda çözeltilerin içerisinde amonyak olması ihtimaline karşılık blank çözeltilerin de aynı işlemlere tabi tutulması gereklidir.

Kullanılan Cihaz ve Malzemeler

-Kjeldahl yakma sistemi, 380 °C derece ısıtma ünitesi, geri soğutucusu, destilat toplama yeri ile komple set,

-Kjeldahl balonu,

-Büret

Kullanılan Kimyasal ve Reaktifler

-Azot katalizörü: 80 gr potasyum sülfat+5 gr bakır sülfat+7,5 gr demir II sülfat karıştırılarak oluşturulur.

-Sodyum Hidroksit: %35'lik NaOH

-Önlük İndikatör %2'lik borik asit çözeltisi, içerisinde 200-300 ml saf su bulunan 1000 ml hacimli balon jöje içine 20 gr H₃BO₃ konularak hazırlanır.

-Standart H₂SO₄ titrasyon çözeltisi (0.02 N), 200 ml 0,1 N standart sülfürik asit 1000 ml ye seyreltilerek hazırlanır.

Deneyin Yapılışı

Digestion-YAŞ YAKMA

- 20 ml analiz numunesini Kjeldahl balonu içine aktarın.

Numune üzerine azot katalizörü ilave edilir ve 380 – 400 °C derece sıcaklıkta yaklaşık 1-2 ml kalıncaya kadar kjeldahl yakma sistemi ile digest edin (digest işleminin tamamlanması ile birlikte yoğun ve beyaz şekilde sülfür dumanları çıkmaya başlayacaktır. Bazı kararlı organik maddelerin tamamen parçalanması için duman tütmesinden sonra 30 dakika daha digest işlemine devam edilmesi gerekir).

- Digest işlemi sonrası balonu soğumaya bırakın.

-Soğutulan numune üzerine sırası ile 25 ml saf su ve 50 ml NaOH eklenir.

Destilasyon

- Buharlaşan numunelerin toplanması için 250 ml hacimli erlen içine 20 ml borik asit ve 3-4 damla indikatör çözeltisi ilave edilerek numune toplama kısmına yerleştirilir.

- Kjeldahl balonu destilasyon sistemine takılır, geri soğutucu suyu açılır ve destilasyon işlemi başlatılır.

- Numune 6-10 ml/dk 'lık bir hızla distile edilir. Destilasyon sırasında numune toplama aparatı indikatör çözelti içinde olmalıdır.

- Erlen içindeki toplam sıvı miktarı 40 ml olduğunda destilasyon işlemine son verilir. (4 dk)

CEV 2026 ÇEVRE KİMYASI II LABORATUVAR NOTLARI

- Distile edilen sıvının toplandığı kap biraz daha aşağı indirilmek suretiyle numune toplama aparatı ile destile edilen sıvı arasındaki kontak kesilir ancak destilasyon 1–2 dakika daha kondenser ve alıcı tüp içerisinde kalan sıvının temizlenebilmesi için sürdürülür.

Titration

- 0.02 N H₂SO₄ kullanılarak distile edilen sıvı indikatör pembeden yeşil rengine dönünceye kadar titre edilir. Sarfiyat kaydedilir.

Kjeldahl –N (mg/l)= S*N*14*1000/ml örnek hacmi

Top. N= Kjeldahl N+Nitrat Azotu

Kjeldahl azotu=Organik Azot + Amonyum Azotu

TOPLAM FOSFOR&ORTO-FOSFAT ANALİZ YÖNTEMİ TALİMATI

YÖNTEMİN PRENSİBİ

Doğal sular ve atık sularda fosfor genellikle fosfatlar halinde bulunur. Bunlar orto-fosfatlar, kondanse fosfatlar(piro, meta ve diğer polifosfatlar) ve organik bağlı fosfatlardır. Orto-fosfat tayini için süzölmüş numunede çalışılır (numune berrak ise süzme işlemine gerek yoktur). Toplam fosfor tayini için süzölmemiş numunede çalışılır. Organik bağlı fosforları orto fosfata çevirerek toplam fosfor tayini yapmak için parçalama işlemi gerçekleştirilir. Parçalama işleminde "Persülfat Sindirme" işlemiyle numunede organik halde bulunan fosfor iyonları orto-fosfata oksitlenir. Orto-fosfat iyonları asidik ortamda molibdat ve antimon iyonları ile antimon fosfomolibdat kompleksini oluşturur. Bu kompleksin askorbik asitle indirgenmesi sonucu oluşan molibden mavisi kompleksinin spektrofotometrede absorbansının ölçülmesi ile orto-fosfat derişimi tayin edilir.

GİRİŞİMLER VE GİDERİLMESİ

Fosfat analizi için kullanılacak cam malzeme temizliğinde fosfat içeren deterjanlar kesinlikle kullanılmaz.

Derişimleri 0,1mg/Lt nin altında olan arsenatlar, molibdatla reaksiyona girerek fosfatın molibdatla oluşturduğu mavi renge benzer rengi oluştururlar ve sonucu etkilerler.

Cr +6 ve NO₂ iyonları 1mg/Lt nin altında %3 daha düşük etki oluşturacak şekilde girişim yaparlar. Sülfid (Na₂S) ve silikatlar, fosfat derişiminin 1.0-10 mg/Lt olduğu aralıkta girişim etkisi göstermezler.

ANALİZDE KULLANILAN CİHAZLAR

- ◆ Hot plate,
- ◆ UV-Spektrofotometre
- ◆ pH-metre
- ◆ Süzme seti

ANALİZDE KULLANILAN REAKTİFLER VE HAZIRLANIŞI

a- Stok Fosfat Çözeltisi (50 ppm: 1.00 ml =50.0 µg PO₃⁴⁻ -P) 219,5 mg susuz KH₂PO₄ deiyonize suda çözülerek 1000 ml'ye seyreltilir (1.00 ml=50µg PO₃⁴⁻ -P)

b- Standart Fosfat Çözeltisi (2.50 ppm: 1.00 ml =2.50 µg P) 50.0 ml stok fosfat çözeltisinden alınarak deiyonize suyla 1000 ml 'ye tamamlanır. (Günlük hazırlanır.)

c- 5 N H₂SO₄ çözeltisi 70 ml derişik H₂SO₄ asit dikkatli bir şekilde 500 ml deiyonize suya ilave edilir.

d- Potasyum persülfat K₂S₂O₈ (katı)

e- **NaOH / 1N** 40g NaOH 1 lt suda çözülür.

f- **Fenolfitalin indikatör çözeltisi(5g/lik)** (EPA Method 365.1Rev 2.0)

0,5g fenolfitalin 50ml etil alkol veya izopropil alkol ile 50ml saf sudan oluşan karışımda çözülür ve iyice karıştırılır.

g- **Potasyum antimon tartarat çözeltisi** 1,3715 g $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 1/2H_2O$ 400 ml deiyonize suda çözülür 500 ml'ye tamamlanır. Ağzı kapalı cam şişede saklanır.

h-**Amonyum molibdat çözeltisi:** 20 gr $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \cdot 4 H_2O$ 500 ml deiyonize suda çözülür. Ağzı kapalı cam şişede saklanır.

ı- **Askorbik asit çözeltisi:** 1.76 gr askorbik asit 100 ml deiyonize suda çözülür. Bu çözelti +4° C de 1 hafta kararlıdır.

Karışım çözeltisi: 100 ml karışım için:

50 ml 5N H_2SO_4

5 ml Potasyum antimon tartarat

15 ml Amonyum molibdat

30 ml Askorbik asit

Çözeltiler karışımdan önce oda sıcaklığında olmalı. Her bir çözelti ilave edilirken karıştırılır. Çözelti 4 saat için kararlıdır.

j- **Sülfürik asit çözeltisi:** 300 ml konsantre H_2SO_4 dikkatlice 600 ml su içerisine konur ve hacmi distile su ile 1 L' ye tamamlanır.

2.6. NUMUNE HAZIRLANMASI

Toplam fosfor numunesi hemen analiz edilmeyecekse H_2SO_4 ile pH < 2 yapılarak buzdolabında 28 gün muhafaza edilebilir. Orto-fosfat analizinde numune alındıktan hemen sonra 0,45µm membran filtreden süzülür ve buzdolabında 2 güne kadar muhafazası mümkündür veya -10°C de analize kadar muhafaza edilir.

Uygun şartlarda muhafaza edilen numunede toplam fosfor ve orto-fosfat tayini yapılabilir.

2.7. DENEYİN YAPILIŞI

2.7.1. Kalibrasyon Eğrisinin Oluşturulması

50 mg/l stok fosfat çözeltisinden 2,5mg/l standart çözelti hazırlanır. Bu standart çalışma çözeltisinden 50ml'lik balon jojelerde, 0.01mg/l, 0.03mg/l, 0.05mg/l, 0.1mg/l ve 0.3mg/l konsantrasyonlarında çalışma standartları hazırlanır. 8 ml karışım çözeltisi eklenerek hazırlanmış son hacim 50 ml'ye tamamlanır ve aynı şekilde saf su ile hazırlanmış blank çözeltisi ile standartlar en az 10 dakika en fazla 30 dakika bekledikten sonra 880 nm'de ikişer defa okutulur. Cihaz üzerinde kalibrasyon grafiği hazırlanır. Absorbans-fosfat konsantrasyon eğrisi orijinden geçen bir doğru olarak çizdirilir.

Orto Fosfat Tayini

Analize başlamadan önce UV cihaz açılır, lambanın ısınması sağlanır.

◆ Süzülen numuneden 50 ml'lik balon jojeye yaklaşık 40 ml. numune konulur, 8 ml. karışım çözeltilisinden konulup numune ile 50 ml 'ye tamamlanır ve karıştırılır. Aynı şekilde saf su ile blank ve Referans Malzemedden (RM) hazırlanan 0,1mg/L'lik kalite kontrol standardı 10 –30 dak arasında bekletildikten sonra spektrofotometrede 880nm'de absorbansı ölçülür. Eğer kalite kontrol standardı ile doğrulama sonucu limitler dahilinde çıkarsa numunenin analizi kabul edilir.

Toplam Fosfor Tayini

50 ml süzülmemiş numune 100 ml. behere alınır.

◆ 0.05 ml (1 damla) fenolftalein damlatılır. Eğer kırmızı renk gözlenmişse renk kaybolana kadar H_2SO_4 çözeltilisi ilave edilir. 1 ml H_2SO_4 çözeltilisi ve 0.5 gr $K_2S_2O_8$ potasyum peroksidisülfat koyulur. Numune hot plate üzerinde digest edilir.

◆ Son hacim yaklaşık 10 ml. olana kadar (AMP gibi organofosfatların sindirme digestion işlemi 1.5-2 saat sürebilir) kaynatmaksızın buharlaştırılır. Soğutulur.

◆ Numune saf su ile 30 ml'ye seyreltir, 0.05 ml(1 damla) fenolftalin indikatör çözeltilisi eklenir. Soluk pembe renk görülene kadar 1N NaOH ilave edilir. 1-2 damla 5 N H_2SO_4 ilavesiyle nötralize edildiğinde pembe renk kaybolacaktır. Numune 50 ml lik balona alınarak beher deiyonize suyla yıkanır, yıkama suyu balona ilave edilir. Bazı durumlarda çökelti (kalsiyum fosfat) görülse de süzme yapılmaz. İyice çalkalanır. 8 ml. karışım çözeltilisinden konulup saf suyla 50 ml 'ye tamamlanır ve karıştırılır. Aynı şekilde saf su ile blank ve RM 'den hazırlanan 0,1mg/L' lik kalite kontrol standardı 10 –30 dak arasında bekletildikten sonra spektrofotometrede 880nm'de absorbansı ölçülür. Eğer kalite kontrol standardı ile doğrulama sonucu limitler dahilinde çıkarsa numunenin analizi kabul edilir.

◆ Tahmin edilen konsantrasyona göre digest edilmiş numunenin tümü alınarak veya uygun hacimlerde numune seçilerek çalışmalar yapılır. Bu durumda seyreltme oranları hesaplamada dikkate alınır.

◆ Bulanık ve renkli numunelerden kaynaklanan girişimi önlemek için numuneye askorbik asit ve potasyum antimon tartarat hariç diğer karışım çözeltilisi reaktifleri eklenerek blank olarak okutulur. Okunan absorbans değeri, numunenin absorbansından çıkarılır.

HESAPLAMA

Yapılan okumalar sonunda cihaz üzerinde oluşturulmuş olan kalibrasyon eğrisinden mg/L olarak numune konsantrasyonu belirlenir. Seyreltme yapılarak hazırlanan numunelerde sonuç seyreltme faktörü ile çarpılarak değerlendirilir.

SONUÇLARIN KABUL KRİTERLERİ / DENEY TEKRARLAMA KOŞULLARI

Kalibrasyon eğrisinde 0.01-0.30 mg/l dışında kalan fosfor derişimlerinin tayininde sonuçlar kabul edilmez, seyreltme yapılarak deney tekrarlanır. Sonuç seyreltme faktörü ile çarpılarak değerlendirilir.

DENEYİN ADI : Askorbik Asit Yöntemi ile Ortofosfat Tayini

DENEYİN YAPILIŞI :

1. Ortofosfat tayini yapılmadan önce spektrofotometreden okuma yaparken, kıyaslamak için standart seri hazırlanır.

Standart Serinin Hazırlanması :

Önce stok fosfat çözeltisi hazırlanır. Bu amaçla 219,5 mg susuz KH_2PO_4 saf suda balon joje içerisinde çözülüp litreye tamamlanır. Bu çözeltinin 1 ml 'sinde $50 \mu\text{g PO}_4^{3-}\text{P}$ bulunmaktadır.

Hazırlanan stok fosfat çözeltisinden 50 ml alınarak balon joje içerisinde 1000 ml 'ye tamamlanır ve standart stok fosfat çözeltisi hazırlanır. Bunun 1 ml 'sinde $2,5 \mu\text{g PO}_4^{3-}\text{P}$ bulunmaktadır. Daha sonra hazırlanan stok fosfat çözeltisinden içerisinde ; 0,1 , 0,25 , 0,5 , 0,75 ve 1 ppm PO_4^{3-}P olacak şekilde standart çözelti şekli hazırlanır. Bu amaçla 50 ml'lik balon jøjeler içerisine aşağıdaki miktarlarda standart stok PO_4^{3-}P çözeltisi ilave edilerek çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

$M_1 \times V_1 = M_2 \times V_2$ prensibine dayanarak 0,1 ppm için;

$2,5 \times V_2 = 0,1 \times 50 = 2 \text{ ml}$
0,25 ppm \rightarrow = 5 ml
0,5 ppm \rightarrow = 10 ml
0,75 ppm \rightarrow = 15 ml
1 ppm \rightarrow = 20 ml

2. Standart seri hazırladıktan sonra karışım çözeltisi hazırlanır.

Karışım Çözeltisi :

- 50 ml 5 N H_2SO_4
- 5 ml potasyum antimonil tartarat
- 15 ml amonyum molibdat
- 30 ml askorbik asit

5 N H_2SO_4 hazırlamak için 70 ml derişik H_2SO_4 alınır. Balon joje içinde 500 ml 'ye tamamlanır.

Potasyum \rightarrow 1,3715 gr p.a.t. saf suda çözünür ve 500 ml 'ye tamamlanır.

Amonyum molibdat \rightarrow 20 gr amonyum molibdat saf suda çözülüp 500 ml 'ye tamamlanır.

Askorbik asit \rightarrow 1,76 gr askorbik asit 100 ml saf suda çözülür.

3. Örneğin asitliğini bazlığını ölçmek için 1 damla fenolftalein damlatılır. Eğer renk kırmızı olursa 5 N H_2SO_4 damlatılarak rengin gitmesi sağlanır. Böylece örnek uygun pH'ya getirilir.

4. Hazırlanan karışım çözeltisinden, hem örneğe hem standart seriye 8 ml eklenir.

5. 10 dk. sonra (30 dk'yı geçmeyecek şekilde) standart seri çözeltilerinin ve örneğin absorbans değerleri spektrofotometrede 880 nm dalga boyunda okunur.

TOPLAM VE SERBEST KLOR DENEY TALİMATI

TANIMLAR VE KISALTMALAR

Serbest Klor: klor, hipokloröz asit, hipoklorit iyonu veya çözünmüş elemental klor formunda bulunur.

Kombine(Bağlı) Klor: kloraminler ve organik kloraminler formunda mevcut toplam klorin fraksiyonudur.

Toplam Klor: serbest klor ve kombine klor şeklinde bulunur.

Kloraminler: bir, iki veya üç hidrojen atomunun klor atomlarına ikamesiyle oluşan amonyak türevleridir.

Not: Bu türevler, monokloramin (H_2Cl), dikloramin($NHCl_2$), nitrojen triklorür(NCl_3) ve bu belgede belirtilen yöntemle belirlenen tüm klorlu organik azot bileşikleridir.

Terim	Eş anlamlı Sözcük		Bileşikler
Serbest Klor	Serbest Klor	Aktif Serbest Klor	Elemental klor, hipokloröz asit
		Potansiyel Serbest Klor	Hipoklorit
Toplam Klor	Toplam Kalıntı Klor		Elemental klor, hipokloröz asit, hipoklorit ve kloraminler
Bağlı Klor	Kombine Klor		Toplam ve serbest klor farkı

YÖNTEMİN ESASI VE PRENSİBİ

1 mg Cl/L'den büyük konsantrasyonlar için iyodometrik yöntem kullanılır. Klor, pH 8'de veya daha düşük bir pH'da potasyum iyodür çözeltilisinden iyotu serbest bırakacaktır. Serbest iyot, indikatör olarak nişasta kullanılarak standart sodyum tiyosülfat ($Na_2S_2O_3$) ile titre edilir. Nötral pH'da tiyosülfatın sülfata oksidasyonu stokiyometrik bir reaksiyon olmadığı için titrasyon pH 3 veya 4 de gerçekleştirilir.

UYARILAR

Tespit edilebilen minimum konsantrasyon: 1000 mL örneğe 0,001N $Na_2S_2O_3$ kullanılıyorsa Cl₂/L olarak minimum tespit edilebilen konsantrasyon yaklaşık olarak 40 µg dır. 1 mg/L'nin altındaki konsantrasyonlar bu metotta kullanılan nişasta iyodür dönüm noktası ile doğru olarak tespit edilemez.

NUMUNE HAZIRLAMA

Sulu çözelti içindeki klor kararlı değildir ve numunelerin veya çözeltilerin, özellikle zayıf çözeltilerin klor içeriği hızla düşecektir. Güneş ışığına veya diğer güçlü ışığa maruz bırakmak veya çalkalamak klor miktarının azalmasını hızlandıracaktır. Bu nedenle, örneklemeden hemen sonra klor tespitine başlanmalıdır. Aşırı ışık ve çalkalamadan kaçınılmalıdır.

Numune: Mümkünse, örneklemeden sonra 5 dakika içinde tüm numuneleri analiz edilir. (ISO 5667-3). Numuneler sahada analiz edilemiyorsa, nakliye ve depolama için kloruz koyu cam şişeler kullanılır. Numune şişesini tamamen doldurulur. Laboratuvara vardıktan hemen sonra örnekler analiz edilir. Numunelerin maksimum saklama süresini belirlemek bu belgenin kullanıcıya kalmıştır. Her zaman parlak ışıktan, girişimden ve ısıdan kaçınılır.

Not: Bulanık numunelerin işlenmesi gerekiyorsa filtre edilir. Bu durumda, filtrasyon ekipmanı ve filtre malzemelerinin klor içermemesini sağlamak kullanıcının sorumluluğundadır. Bulanık numunelerin sahada filtrelenmesi ve basınçlı filtrasyon tekniklerinin (örn. Tek kullanımlık filtre kartuşlu şırınga) kullanılması tavsiye edilir.

KULLANILAN REAKTİFLER VE HAZIRLANIŞI

- Asetik asit, konsantre (glacial)
- Potasyum iyodür, KI, kristal
- Standart sodyum tiyosülfat, 0,1N: 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 1 L taze olarak kaynatılmış distile suda çözülür ve en azından iki hafta depolamadan sonra potasyum dikromat veya potasyum bi-iodate ile standardize edilir. Depolama işlemi mevcut olabilen bisülfid iyonlarının oksidasyonunu sağlamak içindir. Kaynamış distile su kullanılır ve bakteriyel bozulmayı minimuma indirmek için bir kaç mililitre kloroform (CHCl_3) ilave edilir.

0,1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ aşağıdaki yöntemlerden biriyle standardize edilir:

İyodat metodu: 3,429 g susuz potasyum bi-iodate veya $103 \pm 2^\circ\text{C}$ de kurutulmuş 3,567 g KIO_3 distile suda çözülür ve 0,1000N bir çözelti elde etmek için 1000 mL ye tamamlanır. Cam kapaklı bir şişede depolanır. 80 mL distile suya sabit bir şekilde karıştırarak 1 mL H_2SO_4 , 10 mL 0,1000N $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ ve 1 g KI ilave edilir. Vakit geçirmeden 0,1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ile serbest iyotun sarı rengi giderilinceye kadar titre edilir. 1 mL nişasta indikatör çözeltisi ilave edilir ve mavi renk gözden kayboluncaya kadar titrasyona devam edilir.

Dikromat metodu: 4,904 g susuz potasyum dichromate ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) distile suda çözülür ve 0,1000N bir çözelti elde etmek için 1000 mL' ye tamamlanır. Cam kapaklı bir şişede

depolanır. İşlemlere iodate metodunda olduğu gibi devam edilir. Ancak iodate yerine 10,00 mL 0,1000N $K_2Cr_2O_7$ kullanılır ve reaksiyon karışımı 0,1N $Na_2S_2O_3$ ile titre edilmeden önce 6 dakika karanlıkta dinlendirilir.

Standart sodyum tiyosülfat titrantı, 0,01N veya 0,025N: Bir süre beklemiş 0,1N $Na_2S_2O_3$ çözeltisi kaynatılmış distile su ile sulandırılarak 0,01N veya 0,025N $Na_2S_2O_3$ 'ın stabilitesi artırılır. 4 g sodyum borat ve 10 mg/L mercuric iyodür çözeltisi ilave edilir. Doğru bir çalışma için bu çözelti günlük olarak 0,01N veya 0,025N iodate veya $K_2Cr_2O_7$ kullanarak yukarıda anlatıldığı şekliyle günlük standardize edilir. Son seyrelmelerin 1 + 4'ten büyük olmaması için standart çözeltiler gerekli miktarlarda kullanılmalıdır. Birden fazla örneğin titre edilmesi gerekiyorsa işlemlerin hızlı yapılabilmesi için otomatik büret kullanılmadır.

0,0100N ve 0,0250N standartlar sırasıyla, $Cl_2/1,00$ mL olarak 354,5 μ g ve 886,3 μ g Cl^- a eşdeğerdir.

Nişasta indikatör çözeltisi: 5 g nişasta üzerine soğuk su ilave edilir ve bir havanda ince bir paste (peLe) haline gelinceye kadar öğütülür. 1 L kaynamış distile suya karıştırılır ve bir gece boyunca çökmesi beklenir. Temiz olan üst kısım kullanılır. Nişasta çözeltisinin litresine 1.25 g salisilik asit, 4 g çinko chloride veya 4 g sodyum propionate ve 2 g sodyum azid ilave edilerek çözeltinin bozulmaması sağlanır.

İyot standardı, 0,1N: 40 g KI 25 mL chlorine-demand-free (klora doymuş) suda çözülür, 13 g resublime iyot ilave edilerek çözülene kadar karıştırılır. 1 L' lik volumetrik erlene alınır ve erlendeki işaretli yere kadar seyreltilir.

Standardizasyon: 40-50 mL 0,1N arsenite çözeltisi bir erlen içine alınır ve indikatör olarak nişasta kullanılarak 0.1 N iyot çözeltisi ile titre edilir. Doğru sonuç elde etmek için son noktaya ulaşılmadan bir kaç dakika önce çözeltilen CO_2 akımı geçirerek veya doymuş çözeltiliye CO_2 ' i serbest bırakmak için bir kaç damla HCl ilave ederek, çözeltinin titrasyonun sonunda CO_2 ile doymuş olduğundan emin olunmalıdır.

Alternatif olarak 0,1000N iyot çözeltisi, standart bir çözelti olarak 12,69 g primer standart resublimed iyottan direk olarak da hazırlanır. I_2 katı maddeden ve çözeltilen kolayca uçabileceği için zaman geçirmeden yukarıda anlatıldığı gibi hazırlanan KI' e karıştırılır. Çözeltinin bulunduğu kabın ağzı açık bırakılmamalıdır.

Seyreltik iyot standardı, 0,0282N: 25 g KI, 1 L'lik volumetrik erlen içinde az bir distile su içinde çözülür. 0,0282N olan bir çözelti elde etmek için tam olarak standardize olmuş olan

0,1N iyot çözeltisinden gerekli miktarda ilave edilir ve chlorine-demand-free suyla 1 L'ye tamamlanır. Doğru bir çalışma için 5-10 mL arsenite veya $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi kullanarak yukarıda anlatılan standardizasyon yöntemi ile günlük olarak standardize edilir. Karanlıkta veya koyu renkli bir şişe içinde saklanır. Çözeltinin direk güneş ışığı ve kapak ile temasından kaçınılması gerekmektedir.

DENEYİN YAPILIŞI

- Örnek hacmi: 20 mL 0,01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ' den daha fazla ve son dönüm noktası için 0,2 mL nişasta-iyodür'den az olmayacak miktarları gerektirecek bir örnek hacmi seçilmelidir. 1'den 10 mg/L'ye kadar olan klor değerleri için 500 mL' lik bir örnek kullanılmalıdır.
- Titrasyon hazırlığı: Bir erlen veya porselen bir kap içine, 5 mL veya pH'yı 3 –4 arasına indirmeye yetecek miktardaki asetik asit konulur. Bir spatula ile yaklaşık 1 g KI eklenir. Örnek ilave edilir ve bir çubuk ile karıştırılır.
- Titrasyon: Titrasyon direk güneş ışığından uzakta yapılmalıdır. Sarı renk giderilene kadar bir büret kullanılarak 0,025N veya 0,01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ilave edilir. 1 mL nişasta çözeltisi ilave edilir ve mavi renk giderilinceye kadar titre edilir.
- Eğer titrasyon 0,01N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ yerine 0,025N ile yapılıyorsa, 1 damla 50 $\mu\text{g/L}$ 'ye eş değerdir.
- Blank'in titrasyonu: Kullanılan örnek hacmi ile aynı hacimde olan distile suya 5 mL asetik asit, 1 g KI ve 1 mL nişasta çözeltisi ilave edilir. Blank titrasyonu aşağıdaki yöntemlerden biriyle gerçekleştirilir.
- Eğer mavi renk oluşmuşsa 0,01N veya 0,025N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ile mavi renk kayboluncaya kadar titre edilir ve sonuç kaydedilir. B negatiftir.
- Eğer mavi renk yoksa 0,028N iyot çözeltisi ile mavi renk oluşuncaya kadar titre edilir. 0,01N veya 0,025N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ile geri titrasyon yapılır ve farklılık kaydedilir. B pozitifdir.
 - Klor konsantrasyonu hesaplanmadan önce blank titrasyonu (1) örnek titrasyonundan çıkarılır veya eğer gerekliyse blank titrasyonu (2) değerine net eşdeğer olan miktar ilave edilir.

HESAPLAMA

Geçici standartlar için klor çözeltisi standardizasyonu için:

Bir su örneğinde bulunan toplam klorun tespiti için:

A: Örnek için titrasyonun mililitresi

B: Şahit için titrasyonun mililitresi

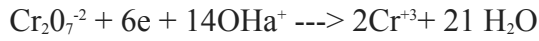
N: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ normalitesi

REDOKS REAKSİYONLARINA DAYANAN TİTRASYON METODLARI-II
POTASYUM BİKROMAT – DEMİR(II) TİTRASYONU İLE KOLAY OKSİDE
OLABİLEN ORGANİK KARBON MİKTARININ BELİRLENMESİ

GENEL BİLGİLER

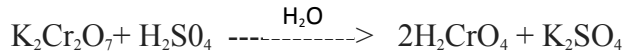
Potasyum bikromat ($K_2Cr_2O_7$) kuvvetli bir yükseltgendir. PS madde olarak kullanılabilir ve çözeltisi de dayanıklıdır. Seyreltik $K_2Cr_2O_7$ çözeltilerinin ortamdaki klorür iyonlarını elementel kloro yükseltgemesinin çok önemli bir özelliğidir. Klorür iyonları yanında Fe^{+2} iyonları standart $K_2Cr_2O_7$ çözeltisiyle kolayca belirlenebilir.

Potasyum bikromatla yapılan titrasyonların güç oluşu ve bu nedenle bikromatla yapılan titrasyonların permanganata nazaran az uygulanması titrasyon bitiş noktası tayin için uygun bir redoks indikatörünün kullanılması zorunludur. $Cr_2O_7^{2-}$ iyonunun rengi turuncudur. İndirgenme ürünü olan Cr^{+3} iyonlarının rengi ise yeşildir.

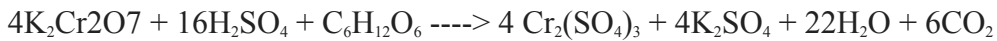


Redoks titrasyonlarında kullanılacak redoks indikatörü, belirlenecek indirgen maddeden çok daha az aktif olmalıdır. Ayrıca indirgen çok şeklinin, rengi yükseltgenmiş şeklinin renginden farklı olmalı renk değişimi kolaylıkla görülebilmelidir. Bikromatla yapılan titrasyonlarda indikatör olarak genellikle feroin veya sodyum difenilamin sülfonat' ın çözeltileri kullanılır. Feroin' in indirgen şekli koyu kırmızı, yükseltgenmiş şekli soluk mavidir. Sodyum difenilamin sülfonatın indirgen şekli renksiz, yükseltgenmiş şekli ise menekşe renklidir.

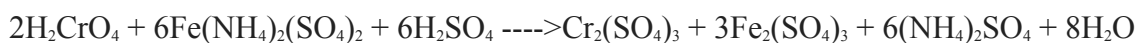
Potasyum bikromat derişik asit çözeltisi içerisinde kromik asit oluşturarak çözünür.



Kromik asit organik karbonla reaksiyona girerek CO_2 'ye yükseltger, eşdeğer sayıda CrO_4^{2-} , Cr^{+3} 'e indirgenir.



Organik karbon tayini amacıyla yapılan deneylerde C'un oksidasyonuna yetebilecek $Cr_2O_7^{2-}$ miktarının üzerinde bikro-mat anyonu bulunması halinde bir miktarı reaksiyona girmeden kalır. Kalan bu miktar Fe^{+2} çözeltisi ile titre edilerek belirlenebilir. Eğer baştan ortama katılan standart bikromat çözeltisi miktarı belli ise bu değer ve reaksiyona girmeyen



(artan) bikromat miktarından hesapla C'un oksidasyonu harcanan miktar bulunur. Dolayısıyla miktarı bulunmak istenen organik C konsantrasyonu da hesaplanabilir.

GEREKLİ ALET-EKİPMAN VE ÇÖZELTİLER

1. 1 N $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi (49,04 g saf (PA) ve kuru $K_2Cr_2O_7$ tartılır, içerisinde 700-800 ml saf su bulunan 1 litrelik balon jodede tamamen çözülür, balon çizgisine kadar saf su ile tamamlanır).
2. Difenilamin indikatörü (~ 0,5 g saf difenilamin 20 ml saf su içerisine katılır. Üzerine 100 ml derişik ve saf H_2SO_4 ilave edilir ve çözülür. İşlem 250 ml'lik balon jodede yapılabilir).
3. 0,5 N Demir amonyum sülfat ($Fe(NH_4)_2(SO)_2 \cdot 6H_2O$) çözeltisi (İçerisinde ~700 ml saf su bulunan 1 lt'lik 11k balon jodaye 20 ml derişik ve saf H_2SO_4 ilave edilir ve tam 196,1 g demir amonyum sülfat bu çözücüde çözülür. Sonra 1 lt'ye saf su ile tamamlanır).
4. Saf %96-98'lik H_2SO_4
5. Saf % 85'lik H_3PO_4 (orto fosforik asit)
6. 1000 ml'lik balon jodeler
7. 500 ml'lik erlenmayerler
8. 100, 250 ml'lik balon jodeler
9. Çeşitli dereceli pipetler ve tam ölçü pipetleri
10. Büret ve statif
11. Çeşitli mezürler

DENEYİN YAPILIŞI

1. 1g toz şeker saf su ile eritilerek balon joje içerisinde 100 ml'ye tamamlanır.
2. Bu çözeltiden 1 ml, 500'lük erlene pipetlenir (0,01 g şeker alınmış olur).
3. Üzerine 10 ml 1N $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ilave edilir
4. Erlenlere son olarak 5 ml derişik H_2SO_4 çözeltisi katılır ve yarım saat kendi haline bırakılır.
(kâğıt kaplı zeminde!)
5. İçinde örnek (şeker) bulunmayan bir erlen de kör deneme (blanck) olarak benzer şekilde hazırlanır.
6. Süre dolunca her iki örnek üzerine 150 şer ml saf su, 5 ml %85'lik H_3PO_4 ve 10'ar damla difenilamin indikatörü ilave edilir. Renk koyu kirli yeşil olur (H_3PO_4 titrasyon esnasında oluşan kırmızı renkli Fe^{+3} iyonları ile renksiz kompleks yapmak ve onları ortamda bloke etmek, dolayısı ile brütten ilave edilen Fe^{+2} 'lerin yükseltgenmesini kolaylaştırmak için katılır).

CEV 2026 ÇEVRE KİMYASI II LABORATUVAR NOTLARI

7. Her iki erlen muhtevası büretteki 0,5 N Fe⁺² çözeltisi ile parlak yeşil renge kadar titre edilir (Titrasyon bitişine yakın ortamın rengi mor-menekşe olur). Harcamalar kaydedilir.

8. Sonuç aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\%C = V \times [1 - (T \div S)] \times f$$
$$f = [(N \times 12 \times 100) \div (4000 \times g)]$$

V = K₂Cr₂O₇ çözeltisinden alınan hacim (ml)

T = Örnek için Fe⁺² harcaması (ml)

S = Kör deneme için Fe⁺² harcaması (ml)

f = Faktör

N = K₂Cr₂O₇ çözeltisinin normalitesi

12 ÷ 4000 = C'un meq değeri

g = Reaksiyona giren örnek ağırlığı (g)

ÖRNEK PROBLEM

İçerisinde kolay okside olabilir organik bileşik bulunan katı bir örnekten 0,5 g tartılıyor ve usulüne göre organik C belirleme deneyi yapılıyor. Kör deneme için 20,1 ve örnek için 15,8 ml demir (II) çözeltisi harcadığı görülüyor. Bikromat çözeltisi 1N miktarı 10 ml olduğuna göre katı örnek içerisinde %C kaçtır?

ÇÖZÜM

$$f = [(1 \times 12 \times 100) \div (4000 \times 0,5)] = 0,6$$

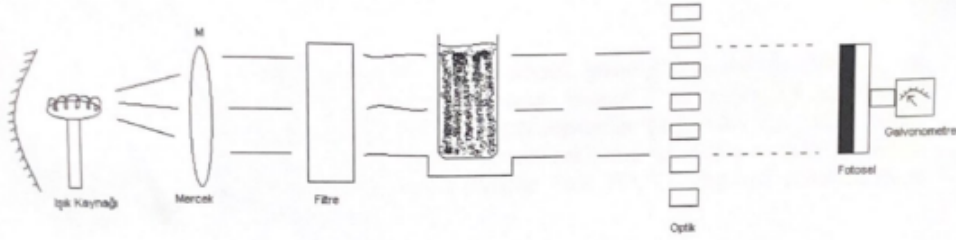
$$\%C = 10[1 - (15,8 \div 20,1)] \times 0,6 = 1,283 (\%) \text{ bulunur.}$$

DENEYİN ADI : Kolorimetrik Spektrofotometre ile Fosfor ve Florür Tayini

GENEL BİLGİ :

Kolorimetrik Spektrofotometre:

Sabit bir kaynaktan gelen beyaz ışık, optik filtreden geçerek belli dalga boyu gruplarına ayıran örneğe düşürülüp çözüldüden geçebilen ışınlar hassas bir hücre üzerinde (fotosel) elektrik enerjisine çevrilerek ölçülebilmesini sağlayan ekipmanlardır.



FOSFOR TAYİNİ :

DENEYİN YAPILIŞI :

1. Test küveti alınır ve içine 2 ml örnek ilave edilir.
2. Mikro pipetle 0,2 ml B reaktifinden eklenir.
3. C kapakçığı küvete takılıp çalkalanır ve kapakçığıdaki kimyasal maddenin örneğe geçmesi sağlanır. 10 dk beklenir.
4. Fosforu belirlemek için 690 nm dalga boylu filtre takılır.
5. Ekranda $PO_4 - P$ yazısı ayarlanıp, tüp düzeneğe yerleştirilir ve okuma yapılır.

FLORÜR TAYİNİ :

DENEYİN YAPILIŞI :

1. Test küveti alınır ve içine 5 ml örnek ilave edilir.
2. Florür testine karıştırılıp 1 dk beklenir.
3. 5 ml saf su cihaza takılıp sıfırlama yapılır (kalibrasyon).
4. 590 nm dalga boylu filtre kullanılır.
5. Ekranda görünen değer okunur.

YAĞ-GRES ANALİZ YÖNTEMİ TALİMATI

YÖNTEMİN PRENSİBİ

-Endüstriyel ürünler dışında yağ ve gres, hayvansal ve bitkisel kaynaklardan gelen yağlı madde ile petrol kaynaklı hidrokarbonlar olmak üzere iki önemli bileşenden oluşur. Numunenin asitlenmesi ile çözünebilen mineral sabunlar hidroliz olurlar. Katı veya viskoz gres sıvı numuneden süzülerek ayrılır. Yağ ve gres hekzan kullanılarak ekstrakte edilir. Çözücü uçurulduktan sonra bakiye 103°C'de kurutulur. Bakiyenin ağırlığından yağ ve gres miktarı bulunur. Bu metot, benzer fiziksel karakterleri taşıyan grupların hekzandaki çözünürlüğü esasına dayanır. Biyolojik lipitleri ve mineral hidrokarbonları içeren endüstriyel atık sular için uygundur. 103°C'nin altında veya 103°C'de buharlaşan maddeler için bu yöntem uygun değildir. Bu metodun dedeksiyon limiti 10 mg/L'dir.

GİRİŞİMLER VE GİDERİLMESİ

Organik boyalar, elementel sülfür, klorlu hidrokarbon türevleri ve kompleks aromatik bileşikler gibi benzer fiziksel özelliğe sahip maddeler asitlendirildiğinde hekzanda çözünerek ekstrakte olurlar ve yağ-gres gibi sonuç verirler. Tekrarlanabilir sonuçlar elde edebilmek ve greslerin farklı çözünürlüğü olduğu için, tarif edilen ekstraksiyon zamanına ve oranına tam olarak uyulmalıdır. Soğutma ve kurutma işlemlerindeki zaman uzatıldığında nem absorplanmasından dolayı ağırlıkta artma veya uçuculuktan dolayı ağırlıkta azalma olabilir.

NUMUNE HAZIRLANMASI

Numuneler derişik H₂SO₄ asit veya derişik HCl asit ile pH ≤ 2 yapılarak cam kapta 3±2°C'de en fazla bir ay muhafaza edilir.

DENEYİN YAPILIŞI

1. Numune 1:1'lik HCl veya 1:1 H₂SO₄ ile pH < 2'ye ayarlanır (genellikle atık sularda 5 mL HCl ilavesi 1 L numune için yeterlidir).
2. Numune bir ayırma hunisine aktarılır ve 30 mL çözücü (n-hekzan) ilave edilir. Ayırma hunisi, 2 dakika süre ile şiddetli bir şekilde çalkalanır ve faz ayrılması için beklenir. Sulu faz ve çok az miktarda organik faz orijinal numune kabına toplanır.
3. Ardından, ekstraksiyon sonrasında ayırma hunisinden elde edilen çözücü; içerisinde 10 g Na₂SO₄ içeren süzgeç kağıdından, darası alınmış bir destilasyon balonuna süzülür.
4. Ekstraksiyon sonrasında faz ayrılması görülmez ve organik faz içerisinde 5 mL den fazla bir kısım emülsiyon halinde kalırsa, çözücü ve emülsiyon fazı cam santrifüj tüpünde 5 dk, 2400 devir/dk kapasiteli bir cihazda santrifüjlenir. Elde edilen çözücü fazına madde 4'teki işlemler uygulanır.
5. Ekstraksiyon sonunda oluşan emülsiyon fazı 5 ml den az ise ayırma hunisinde kalan sulu faz ile emülsiyon kısmı (ve eğer her hangi bir katı var ise) hepsi birleştirilir.
6. Ekstraksiyon sonrasında elde edilen sulu faz, 30 mL organik çözücü ile 2 defa daha ekstrakte edilir ve 1. ekstraksiyon sonunda elde edilen destilasyon balonuna süzülür. Süzgeç

kağıdı içerisinde bulunan Na₂SO₄, 10-20 mL taze çözücü ile yıkanır ve süzüntüler destilasyon balonuna alınır.

8. Destilasyon balonunda bulunan organik faz, rotary evaporatörde ortalama 40°C, 350 mbar basınçta uçurulur.

9. Kuruluğa kadar buharlaştırılan çözücüye gerekirse 1dk. boyunca azot gazı ile vakum uygulanır. Ardından destilasyon balonu bir desikatörde 30 dakika soğutulur ve sabit tartıma geldikten sonra tartılır

Hesaplama

$$\text{Yağ ve Gres (mg/L)} = (B-A) \times 1000 \times 1000 / V$$

A= Beher darası (g)

B= Analiz sonrasında beherin ağırlığı (g)

V= Analiz numunesinin hacmi (mL)

