



## ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜNDE LABARATUAR ORTAMINDA YAPILAN ANALİZLER

### SÜLFAT TAYİNİ (4500-SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> D Gravimetrik Metod)

#### REAKTİFLER

- Metil kırmızı indikatör çözeltisi: 100 mg metil kırmızı sodyum tuzunu damıtılmış suda eritin ve 100 mL'ye seyreltin.
- Hidroklorik asit, HCl, 1+1.
- Baryum klorür çözeltisi: 100 g BaCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O'yu 1 L damıtılmış suda eritin. Kullanmadan önce bir membran filtreden veya sert yüzeyli filtre kağıdından süzün; 1 mL yaklaşık 40 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>'yi çökeltebilir.
- Gümüş nitrat-nitrik asit reaktifi: 8,5 g AgNO<sub>3</sub> ve 0,5 mL HNO<sub>3</sub>'ü 500 mL damıtılmış suda eritin.
- Silikon sıvısı.

#### PROSEDÜR

- Silikanın uzaklaştırılması: Silika konsantrasyonu 25 mg/L'yi aşarsa, numuneyi bir platin kapta buhar banyosunda neredeyse kuruyana kadar buharlaştırın. 1 mL HCl ekleyin, asit kalıntıyla tamamen temas edene kadar kabı eğin ve döndürün. Buharlaştırmayı kuruyana kadar sürdürün. 180°C'lik bir fırında kurutmayı tamamlayın ve organik madde varsa, bir brülörün alevinde kömürleştirin. Kalıntıyı 2 mL damıtılmış su ve 1 mL HCl ile nemlendirin ve buhar banyosunda kuruyana kadar buharlaştırın. 2 mL HCl ekleyin, çözünen kalıntıyı sıcak suda alın ve filtreleyin. Çözünmeyen silikayı birkaç küçük porsiyon sıcak damıtılmış suyla yıkayın. Süzüntüyü ve yıkamaları birleştirin. Kalıntıyı atın.
- Baryum sülfatın çökmesi: Berraklaştırılmış numunenin hacmini 250 mL hacimde yaklaşık 50 mg SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> içerecek şekilde ayarlayın. Numuneyi optimum seviyeye yoğunlaştırmak mümkün değilse daha düşük SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> konsantrasyonları tolere edilebilir, ancak bu gibi durumlarda toplam hacmi 150 mL ile sınırlayın. pH'ı HCl ile pH 4,5 ila 5,0'a ayarlayın, bir pH metre veya metil kırmızısı indikatörün turuncu rengini kullanın. 1 ila 2 mL HCl ekleyin. Kaynama noktasına kadar ısıtın ve hafifçe karıştırarak, çökeltme tamamlanana kadar ılık BaCl<sub>2</sub> çözeltisini yavaşça ekleyin; ardından yaklaşık 2 mL fazladan ekleyin. Çökelti miktarı azsa, toplam 5 mL BaCl<sub>2</sub> çözeltisi ekleyin. Çökeltiyi 80 ila 90°C'de, tercihen bir gece boyunca ama en az 2 saat boyunca sindirin.
- Filtrelerin hazırlanması:
  - 1) Fritli cam filtre—105°C veya daha yüksek sıcaklıkta tutulan bir fırında sabit ağırlığa kadar kurutun, kurutucuda soğutun ve tartın.
  - 2) Membran filtre—Filtreyi bir filtre kağıdı parçasına veya bir saat camına yerleştirin ve en az 85 kPa vakumu koruyarak 80°C'de bir vakumlu fırında veya 103 ila 105°C sıcaklıktaki geleneksel bir fırında sabit ağırlığa kadar kurutun. Sadece kurutucuda soğutun ve membranı tartın.
- Filtreleme ve tartma: BaSO<sub>4</sub>'ü oda sıcaklığında filtreleyin. Çökeltiyi, AgNO<sub>3</sub>-HNO<sub>3</sub> reaktifi ile test ederek gösterildiği gibi, Cl<sup>-</sup>'den arınana kadar birkaç küçük porsiyon ılık damıtılmış suyla yıkayın. Membran filtre kullanılıyorsa, çökeltinin tutucuya yapışmasını önlemek için filtrelemeden önce süspansiyona birkaç damla silikon sıvısı ekleyin. Filtreyi kurutun ve filtreyi hazırlarken kullanılan aynı prosedürle çökeltiyi kurutun. Bir desikatörde soğutun ve tartın.



## HESAPLAMA

Sülfat (mg/L) = (mg Baryum Sülfat×411.6) / (mL örnek)

## KLORÜR TAYİNİ (4500-Cl-B ARJENTOMETRİK METOD)

### REAKTİFLER

- Potasyum kromat indikatör çözeltisi: 50 g  $K_2CrO_4$ 'ü biraz damıtılmış suda eritin. Kesin kırmızı bir çökelti oluşana kadar  $AgNO_3$  çözeltisi ekleyin. 12 saat bekletin, süzün ve damıtılmış suyla 1 L'ye seyreltin.
- Standart gümüş nitrat titrantı, 0,0141M: 2,395 g  $AgNO_3$ 'ü damıtılmış suda eritin ve 1000 mL'ye seyreltin. NaCl'ye karşı standardize edin; 1,00 mL = 500  $\mu g$  Cl<sup>-</sup>. Kahverengi bir şişede saklayın.
- Standart sodyum klorür, 0,0141M: 824,0 mg NaCl'yi (140°C'de kurutulmuş) damıtılmış suda çözün ve 1000 mL'ye kadar seyreltin; 1,00 mL = 500  $\mu g$  Cl<sup>-</sup>.
- Girişimin giderilmesi için özel reaktifler:
  - Alüminyum hidroksit süspansiyonu: 125 g alüminyum potasyum sülfat veya alüminyum amonyum sülfat,  $AlK(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$  veya  $AlNH_4(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ 'yu 1 L damıtılmış suda eritin. 60°C'ye ısıtın ve 55 mL konsantre amonyum hidroksiti ( $NH_4OH$ ) yavaşça karıştırarak ekleyin. Yaklaşık 1 saat bekletin, büyük bir şişeye aktarın ve çökeltiyi, klorürden arınana kadar, iyice karıştırarak ve damıtılmış suyla aktararak ardışık eklemelerle yıkayın. Taze olarak hazırlandığında, süspansiyon yaklaşık 1 L'lik bir hacim kaplar.
  - Fenolftalein indikatör çözeltisi.
  - Sodyum hidroksit, NaOH, 1N.
  - Sülfürik asit,  $H_2SO_4$ , 1N.
  - Hidrojen peroksit,  $H_2O_2$ , %30.

### PROSEDÜR

- Numune hazırlama: 100 mL'lik bir numune veya 100 mL'ye seyreltilmiş uygun bir kısım kullanın. Numune çok renkliyse, 3 mL  $Al(OH)_3$  süspansiyonu ekleyin, karıştırın, çökmeye bırakın ve süzün. Sülfür, sülfid veya tiyosülfat mevcutsa, 1 mL  $H_2O_2$  ekleyin ve 1 dakika karıştırın.
- Titrasyon: Numuneleri doğrudan pH aralığı 7 ila 10'da titre edin. Numune pH'ını bu aralıktaki değilse  $H_2SO_4$  veya NaOH ile 7 ila 10'a ayarlayın. Ayarlama için tercihen klorüzsüz tipte bir referans elektrotlu bir pH ölçer kullanın. (Sadece klorür tipi bir elektrot varsa, ayarlama için gereken asit veya alkali miktarını belirleyin ve bu numune kısmını atın. Aynı bir kısmı gereken asit veya alkali ile işleyin ve analize devam edin.) 1,0 mL  $K_2CrO_4$  indikatör çözeltisi ekleyin. Standart  $AgNO_3$  titrantıyla pembemsi sarı bir uç noktaya kadar titre edin. Uç nokta tanımada tutarlı olun.  $AgNO_3$  titrantını standartlaştırın ve yukarıda belirtilen titrasyon yöntemiyle reaktif blank değerini belirleyin. 0,2 ila 0,3 mL'lik bir blank normaldir.



## HESAPLAMA

Klorür mg/L= (A-B)×N×35450/ mL numune

Burada:

A — mL sarfiyat,

B = mL kör numune için sarfiyat,

N = AgNO<sub>3</sub> normalitesi.

## ORTO FOSFAT TAYİNİ (4500-P D KALAY Klorür METODU)

### REAKTİFLER

a. Fenolftalein indikatör sulu çözeltisi.

b. Kuvvetli asit çözeltisi: Bölüm 4500-

P.B.2W'de belirtildiği şekilde hazırlayın.

c. Amonyum molibdat reaktifi I: 25 g (NH<sub>4</sub>)<sub>5</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O'yu 175 mL damıtılmış suda çözün. Dikkatlice 280 mL konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>'ü 400 mL damıtılmış suya ekleyin. Soğutun, molibdat çözeltisini ekleyin ve 1 L'ye seyreltin.

d. Kalay klorür reaktifi I: 2,5 g taze SnCl<sub>2</sub>.2H<sub>2</sub>O'yu 100 mL gliserolde çözün. Bir su banyosunda ısıtın ve çözünmeyi hızlandırmak için bir cam çubukla karıştırın. Bu reaktif stabildir ve ne koruyucu ne de özel saklama gerektirir.

e. Standart fosfat çözeltisi: Bölüm 4500-P.C.3e'de belirtildiği şekilde hazırlayın.

•/ Ekstraksiyon için reaktifler:

1) Benzen-izobütanol çözücü: Eşit hacimlerde benzen ve izobütanol karıştırın. (DİKKAT—Bu çözücü son derece yanıcıdır.)

2) Amonyum molibdat reaktifi II: Yaklaşık 500 mL damıtılmış suda 40,1 g (NH<sub>4</sub>)<sub>5</sub>Mo<sub>7</sub>O<sub>24</sub>.4H<sub>2</sub>O 'yu eritin. Yavaşça 396 mL amonyum molibdat reaktifi I ekleyin. Soğutun ve 1 L'ye seyreltin.

3) Alkollü sülfürik asit çözeltisi: Sürekli karıştırarak 980 mL metil alkole dikkatlice 20 mL konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ekleyin.

4) Kalay klorür reaktifi II'yi seyreltin: 8 mL kalay klorür reaktifi I'i 50 mL gliserol ile karıştırın. Bu reaktif en az 6 ay stabildir.

### PROSEDÜR

a. Ön numune işlemi: 200 µg P'den fazla olmayan ve renk ve bulanıklıktan arınmış 100 mL numuneye 0,05 mL (1 damla) fenolftalein indikatörü ekleyin. Numune pembeye dönerse, rengi gidermek için damla damla kuvvetli asit çözeltisi ekleyin. 0,25 mL'den (5 damla) fazla gerekiyorsa, daha küçük bir numune alın ve önce pembe rengi asitle giderdikten sonra damıtılmış suyla 100 mL'ye seyreltin.

b. Renk gelişimi: Her eklemeden sonra iyice karıştırarak 4,0 mL molibdat reaktifi I ve 0,5 mL (10 damla) kalay klorür reaktifi I ekleyin. Renk gelişimi ve renk yoğunluğu oranı, son çözeltinin sıcaklığına bağlıdır,



her 1°C artış yaklaşık %1 renk artışı üretir. Bu nedenle, numuneleri, standartları ve reaktifleri birbirinden 2°C uzaklıkta ve 20 ila 30°C arasındaki sıcaklık aralığında tutun.

c. Renk ölçümü: 10 dakika sonra, ancak 12 dakikadan önce, tüm belirlemeler için aynı spesifik aralığı kullanarak, rengi 690 nm'de fotometrik olarak ölçün ve damıtılmış su kullanarak bir kalibrasyon eğrisiyle karşılaştırın. Çeşitli konsantrasyon aralıkları için uygun ışık yolu uzunlukları aşağıdaki gibidir:

| Konsantrasyon (mg/L) | Küvet Kalınlığı (cm) |
|----------------------|----------------------|
| 0,3-2                | 0,5                  |
| 0,1-1                | 2                    |
| 0,007-0,2            | 10                   |

Reaktifler ve damıtılmış su üzerinde her zaman bir kör çalıştırın. Renk ilk başta kademeli olarak geliştiği ve daha sonra kaybolduğu için, örnek ve standartlar için eşit zamanlama koşullarını koruyun. Her örnek setiyle veya testlerin yapıldığı her gün en az bir standart hazırlayın. Kalibrasyon eğrisi, 0,3 ila 2,0 mg/L aralığının üst konsantrasyonlarında düz bir çizgiden sapabilir.

d. Çıkarma: Arttırılmış hassasiyet istendiğinde veya girişimlerin üstesinden gelinmesi gerektiğinde, fosfatı şu şekilde çıkarın:

40 mL'lik bir örneği veya o hacme kadar seyreltilmiş bir örneği 125 mL'lik bir ayırma hunisine pipetleyin. 50,0 mL benzen-izobütanol çözücüsü ve 15,0 mL molibdat reaktifi II ekleyin. Huniyi hemen kapatın ve tam 15 saniye boyunca kuvvetlice çalkalayın. Yoğunlaşmış fosfat mevcutsa, herhangi bir gecikme ortofosfata dönüşümünü arttıracaktır. Tıkacıyı çıkarın ve emniyet ampullü bir pipet kullanarak 25,0 mL ayrılmış organik tabakayı çekin. 50 mL'lik bir hacimsel şişeye aktarın, 15 ila 16 mL alkollü H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi ekleyin, çalkalayın, 0,50 mL (10 damla) seyreltik kalay klorür reaktifi II ekleyin, çalkalayın ve alkollü H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile işareteye kadar seyreltin. İyice karıştırın. 10 dakika sonra, ancak 30 dakikadan önce, 625 nm'de boşluğa karşı okuyun. Kör numuneyi, numune için kullanılan aynı prosedürle 40 mL damıtılmış su ile hazırlayın. Fosfat konsantrasyonunu, numuneler için kullanılan aynı prosedürle bilinen fosfat standartlarını alarak hazırlanan bir kalibrasyon eğrisinden okuyun.

## HESAPLAMA

Fosfat (mg/L) = mg fosfat\*1000/ mL numune

## ASKIDA KATI MADDE (2540-D 103-105 °C)

### PROSEDÜR

a. Cam elyaf filtre diskinin hazırlanması: Önceden hazırlanmış cam elyaf filtre diskleri kullanılıyorsa, bu adımı atlayın. Diski buruşuk tarafı yukarı bakacak şekilde filtrasyon cihazına yerleştirin. Vakum uygulayın ve disk üç ardışık 20 mL'lik reaktif sınıfı suyla yıkayın. Tüm su izlerini gidermek için emmeye devam edin, vakumu kapatın ve yıkamaları atın. Filtreyi filtrasyon cihazından çıkarın ve inert bir alüminyum tartım kabına aktarın. Bir Gooch potası kullanılıyorsa, pota ve filtre kombinasyonunu çıkarın. 103 ila 105°C'de bir fırında 1 saat kurutun. Uçucu katılar ölçülecekse, bir mufla fırında 550°C'de 15 dakika tutuşturun. Sıcaklığı dengelemek ve tartmak için desikatörde soğutun. Kurutma veya tutuşturma, soğutma, kurutma ve tartma döngüsünü sabit bir ağırlık elde edilene veya ağırlık değişimi önceki tartımın %4'ünden veya 0,5 mg'dan az olana kadar tekrarlayın. Gereken kadar kurutucuda saklayın.



b. Filtre ve numune boyutlarının seçimi: 2,5 ila 200 mg arasında kurutulmuş kalıntı elde etmek için numune hacmini seçin. Filtrelenen hacim minimum verimi karşılamıyorsa, numune hacmini 1 L'ye kadar artırın. Tam filtrasyon 10 dakikadan fazla sürerse, filtre çapını artırın veya numune hacmini azaltın.

c. Numune analizi: Filtreleme aparatını ve filtreyi monte edin ve emmeye başlayın. Filtreyi oturtmak için az miktarda reaktif sınıfı suyla ıslatın. Mümkünse daha düzgün (tercihen homojen) bir partikül boyutu elde etmek için, daha büyük partikülleri kesmeye yetecek hızda manyetik karıştırıcıyla numuneyi karıştırın. Santrifüj kuvveti, partikülleri boyuta ve yoğunluğa göre ayırabilir ve numune çekme noktası değiştiğinde düşük hassasiyete neden olabilir. Karıştırırken, oturtulmuş cam elyaf filtreye ölçülmüş bir hacim pipetleyin. Homojen numuneler için, kabın yaklaşık orta noktasından pipetleyin ancak girdapta değil. Hem orta derinlikte hem de duvar ile girdap arasında bir nokta seçin. Filtreyi üç ardışık 10 mL'lik reaktif sınıfı suyla yıkayın, yıkamalar arasında tamamen boşaltılmasına izin verin ve filtrasyon tamamlandıktan sonra yaklaşık 3 dakika emmeye devam edin. Yüksek çözünmüş katılara sahip numuneler ek yıkamalar gerektirebilir. Filtreyi filtrasyon cihazından dikkatlice çıkarın ve destek olarak bir alüminyum tartım kabına aktarın. Alternatif olarak, Gooch potası kullanılıyorsa pota ve filtre kombinasyonunu pota adaptöründen çıkarın. Bir fırında en az 1 saat 103 ila 105°C'de kurutun, sıcaklığı dengelemek için bir desikatörde soğutun ve tartın. Sabit bir ağırlık elde edilene veya ağırlık değişimi önceki ağırlığın %4'ünden veya 0,5 mg'dan az olana kadar kurutma, soğutma, kurutma ve tartma döngüsünü tekrarlayın, hangisi daha azsa. Tüm numunelerin en az %10'unu iki kez analiz edin. İki kez yapılan belirlemeler ortalama ağırlıklarının %5'i içinde olmalıdır. Uçucu katılar belirlenecekse, kalıntıyı 2540E'ye göre işleyin.

## HESAPLAMA

Toplam Askıdaki Katı Madde=(A-B)\*1000/ mL numune

Burada:

A = Filtrenin ağırlığı + kurumuş kalıntı, mg, ve

B = Filtrenin ağırlığı, mg.

## NİTRAT ANALİZİ (4500-NO<sub>3</sub><sup>-</sup>)(SPEKTROFOTOMETRİK METOD)

### REAKTİFLER

a. Nitratsız su: Tüm çözeltileri ve seyreltmeleri hazırlamak için en yüksek saflıkta yeniden damıtılmış veya damıtılmış, deiyonize su kullanın.

b. Stok nitrat çözeltisi: Potasyum nitratı (KNO<sub>3</sub>) 105°C'de 24 saat boyunca bir fırında kurutun. 0,7218 g'ı suda çözün ve 1000 mL'ye seyreltin; 1,00 mL = 100 µg NO<sub>3</sub>-N. 2 mL CHCl<sub>3</sub>/L ile muhafaza edin. Bu çözelti en az 6 ay boyunca stabildir.

c. Ara nitrat çözeltisi: 100 mL stok nitrat çözeltisini suyla 1000 mL'ye seyreltin; 1,00 mL = 10,0 µg NO<sub>3</sub>-N. 2 mL CHCl<sub>3</sub>/L ile muhafaza edin. Bu çözelti 6 ay boyunca stabildir.

d. Hidroklorik asit çözeltisi, HC1, 1N.



## PROSEDÜR

- Numunenin işlenmesi: Gerekirse filtrelenmiş 50 mL berrak numuneye 1 mL HCl çözeltisi ekleyin ve iyice karıştırın.
- Standart eğrinin hazırlanması: Aşağıdaki ara nitrat çözeltisi hacimlerini 50 mL'ye seyrelterek 0 ila 7 mg NO<sub>3</sub>-N/L aralığında NO<sub>3</sub><sup>-</sup> kalibrasyon standartlarını hazırlayın: 0, 1.00, 2.00, 4.00, 7.00 . . . 35.0 mL NO<sub>3</sub><sup>-</sup> standartlarını numunelerle aynı şekilde işleyin.
- Spektrofotometrik ölçüm: Sıfır absorbans veya %100 geçirgenliğe ayarlanmış yeniden damıtılmış suya karşı absorbansı veya geçirgenliği okuyun. NO<sub>3</sub><sup>-</sup> okumasını elde etmek için 220 nm dalga boyunu ve çözünmüş organik maddeden kaynaklanan girişimi belirlemek için 275 nm dalga boyunu kullanın.

## HESAPLAMA

Örnekler ve standartlar için, 220 nm'deki okumadan 275 nm'deki absorbans okumasının iki katını çıkararak NO<sub>3</sub><sup>-</sup>'e bağlı absorbansı elde edin. NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-N standart konsantrasyonuna karşı NO<sub>3</sub><sup>-</sup>'e bağlı absorbansı çizerek bir standart eğri oluşturun. Düzeltilmiş örnek absorbanslarını kullanarak, örnek konsantrasyonlarını doğrudan standart eğriden elde edin. NOT: Düzeltme değeri 220 nm'deki okumanın %10'undan fazlaysa, bu yöntemi kullanmayın.

## KOI (5220 D KAPALI REKLAKS KOLORİMETRİK METOD)

### REAKTİFLER

- Sindirim solüsyonu, yüksek aralık: Yaklaşık 500 mL damıtılmış suya 10,216 g K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, birincil standart sınıf, daha önce 2 saat boyunca 150°C'de kurutulmuş, 167 mL konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 33,3 g HgSO<sub>4</sub> ekleyin. Çözün, oda sıcaklığına soğutun ve 1000 mL'ye seyreltin.
- Sindirim solüsyonu, düşük aralık: a'daki gibi hazırlayın, ancak yalnızca 1,022 g potasyum dikromat kullanın.
- Sülfürik asit reaktifi: Konsantre H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>'e 5,5 g Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>/kg H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oranında Ag<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, reaktif veya teknik sınıf, kristaller veya toz ekleyin. Çözülmesi için 1 ila 2 gün bekletin. Karıştırın.
- Sülfamik asit: NO<sub>2</sub>'den kaynaklanan önemli bir girişimi ortadan kaldırmak için, kullanılan örnek hacminde bulunan her mg NO<sub>2</sub>-N için 10 mg sülfamik asit ekleyin; damıtılmış su blankını içeren reflü kabına aynı miktarda sülfamik asit ekleyin.
- Potasyum hidrojen ftalat standardı: Potasyum hidrojen ftalat (KHP) standardı, HOOC<sub>6</sub>H<sub>4</sub>COOK: Hafifçe ezin ve ardından KHP'yi 110°C'de sabit ağırlığa kadar kurutun. 425 mg'ı damıtılmış suda eritin ve 1000 mL'ye seyreltin. KHP'nin teorik KOI'i 1,176 mg O<sub>2</sub>/mg'dır ve bu çözeltinin teorik KOI'si 500 µg O<sub>2</sub>/mL'dir. Bu çözelti buzdolabında saklandığında stabildir, ancak süresiz değildir. Görünür biyolojik büyümenin gelişmesine karşı dikkatli olun. Uygulanabilirse, çözeltiyi steril koşullar altında hazırlayın ve aktarın. Genellikle haftalık hazırlık yeterlidir.

## PROSEDÜR

- Numunelerin işlenmesi: Tablo'da belirtildiği gibi uygun hacimde numune ve reaktifleri tüpe veya ampule ölçün.



Tablo. Çeşitli sindirim kapları için örnek ve reaktif miktarları

| Parçalama Tüpü     | Numune mL | Parçalama Çözeltisi mL | Sülfürik asit reaktifi mL | Toplam Çözelti Hacmi mL |
|--------------------|-----------|------------------------|---------------------------|-------------------------|
| 16*100 mm          | 2,5       | 1,5                    | 3,5                       | 7,5                     |
| 20*150 mm          | 5         | 3                      | 7                         | 15                      |
| 25*150 mm          | 10        | 6                      | 14                        | 30                      |
| Standart 10 mL tüp | 2,5       | 1,5                    | 3,5                       | 7,5                     |

b. Blankı ve bir veya daha fazla standardı hazırlayın, sindirin ve soğutun. Güvenlik önlemlerine dikkat edin. Her bileşenin hacminin bilinmesi ve toplam hacmin her reaksiyon kabı için aynı olması kritik öneme sahiptir. Hacimsel kontrol zorsa, sindirilmiş numuneyi aktarın, bilinen bir hacme kadar seyreltin ve okuyun. Sindirim tüplerinde önceden karıştırılmış reaktifler ticari olarak mevcuttur.

c. Dikromat indirgemesinin ölçümü: Çökelti oluşumunu önlemek için numuneyi yavaşça oda sıcaklığına soğutun. Numuneler soğuduktan sonra, sindirim sırasında oluşan basıncı azaltmak için gerekirse havalandırın. Yoğunlaşmış suyu birleştirmek ve çözünmeyen maddeleri yerinden oynatmak için reaksiyon kaplarının içeriğini karıştırın. Askıda kalan maddenin çökmesini bekleyin ve optik yolun temiz olduğundan emin olun. Her numune blank ve standartının seçilen dalga boyunda emilimini ölçün (420 nm veya 600 nm). 600 nm'de, sindirilmemiş bir blank'ı referans solüsyonu olarak kullanın. İyi analitik reaktifleri doğrulamak ve blank KOI'yi belirlemek için sindirilmiş bir blank'ı analiz edin; blank KOI'yi numune KOI'sinden çıkarın. Alternatif olarak, blank'in düşük KOI'ye sahip olduğu belirlendikten sonra sindirilmiş blank'ı referans solüsyonu olarak kullanın. 420 nm'de, referans solüsyonu olarak reaktif su kullanın. Tüm numuneleri, boşlukları ve standartları bu solüsyona göre ölçün. Dikromat içeren sindirilmemiş bir boşluğun absorpsiyon ölçümü, numuneyi reaktif suyla değiştirerek, başlangıçtaki dikromat absorpsiyonunu verecektir. KOI değeri olan herhangi bir sindirilmiş numune, boşluk veya standart, dikromat iyonundaki azalma nedeniyle daha düşük absorbans verecektir. Reaktif kalitesini sağlamak ve belirli bir sindirim sırasında absorbanstaki azalmaya reaktiflerin katkısını belirlemek için, reaktif suyla değiştirilmiş bir boşluğu analiz edin. Belirli bir sindirilmiş numunenin ve sindirilmiş boşluğun absorbansları arasındaki fark, numune KOI'sinin bir ölçüsüdür. Standartlar çalıştırıldığında, sindirilmiş boşluk absorpsiyonu ve sindirilmiş standart absorbansının her standart için KOI değerlerine göre farklarını çizin.

c. Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması: Her konsantrasyon aralığını kapsayacak şekilde en az beş standart hazırlayın. Hacim reaktif su ile tamamlayın; numuneler için kullanılanla aynı reaktif hacimlerini, tüp veya ampul boyutunu ve sindirim prosedürünü kullanın. Her yeni tüp veya ampul partisi için standartlar kalibrasyon eğrisinden %5 oranında farklı olduğunda yeni kalibrasyon eğrisi hazırlayın. Eğriler doğrusal olmalıdır. Ancak, kullanılan cihaza ve ihtiyaç duyulan genel doğruluğa bağlı olarak bazı doğrusal olmayan durumlar olabilir. Numuneler, standartlar ve boşluklar aynı hacim ve optik yol uzunluğu koşulları altında çalıştırılırsa, KOI'yi aşağıdaki gibi hesaplayın:

$$KOI \text{ mg O}_2/\text{L} = \text{mg O}_2 \text{ in final hacim} \times 1000 / \text{mL numune}$$

Küçük örnek boyutu nedeniyle örnekleri tercihen iki kez analiz edin. Homojen olmayan örnekler doğru analiz için birden fazla belirleme gerektirebilir. Bunlar, örneğin durumu aksi yönde bir şey gerektirmediği sürece yüksek seviyeli KOI testi için ortalamalarından  $\pm 5\%$ 'ten fazla farklı olmamalıdır. Düşük seviyeli prosedürde, 25 mg/L'nin altındaki sonuçlar nicel olmaktan ziyade nitel olma eğiliminde olabilir.



## TOPLAM SERTLİK (2340 C TİTRİMETRİK METOD)

### 2. Reaktifler

#### a. Tampon çözelti:

1) 16,9 g amonyum klorürü ( $\text{NH}_4\text{Cl}$ ) 143 mL konsantre amonyum hidroksitte ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) çözün. 1,25 g EDTA magnezyum tuzu (ticari olarak mevcuttur) ekleyin ve damıtılmış suyla 250 mL'ye seyreltin.

2) EDTA magnezyum tuzu yoksa, 1,179 g etilendiamintetraasetik asit dihidrat disodyum tuzunu (analitik reaktif sınıfı) ve 780 mg magnezyum sülfatı ( $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ) veya 644 mg magnezyum klorürü ( $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) 50 mL damıtılmış suda çözün. Bu çözeltiyi 16,9 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  ve 143 mL konsantre  $\text{NH}_4\text{OH}$ 'ye karıştırarak ekleyin ve damıtılmış suyla 250 mL'ye seyreltin. En yüksek doğruluğu elde etmek için, uygun miktarda EDTA veya  $\text{MgSO}_4$  veya  $\text{MgCl}_2$  ekleyerek tam eşdeğerliğe ayarlayın. Çözelti 1) veya 2)'yi plastik veya borosilikat cam bir kaptan en fazla 1 ay saklayın. Amonyak ( $\text{NH}_3$ ) kaybını veya karbondioksit ( $\text{CO}_2$ ) toplanmasını önlemek için sıkıca kapatın. Ampulle çalışan bir pipet aracılığıyla tampon çözeltisini dağıtın. Örneğe eklenen 1 veya 2 mL, titrasyon bitiş noktasında pH  $10,0 \pm 0,1$ 'i üretmediğinde tamponu atın.

3) Tatmin edici alternatif "kokusuz tamponlar" da ticari olarak mevcuttur. EDTA'nın magnezyum tuzunu içerirler ve  $\text{NH}_4\text{Cl}$ - $\text{NH}_4\text{OH}$  tamponundan nispeten kokusuz ve daha kararlı olma avantajına sahiptirler. Genellikle daha yavaş reaksiyonlar nedeniyle  $\text{NH}_4\text{Cl}$ - $\text{NH}_4\text{OH}$  kadar iyi bir son nokta sağlamazlar ve bu yöntem otomatikleştirildiğinde uygun olmayabilirler. 55 mL konsantre  $\text{HCl}$ 'i 400 mL damıtılmış suyla karıştırarak ve ardından yavaşça ve karıştırarak 300 mL 2-aminoetanol (alüminyum ve daha ağır metallerden arındırılmış) ekleyerek bu tamponlardan birini hazırlayın. 5,0 g EDTA magnezyum tuzu ekleyin ve damıtılmış suyla 1 L'ye kadar seyreltin.

b. Kompleksleştirici maddeler: Çoğu su için kompleksleştirici maddeye gerek yoktur. Bazen karışan iyonlar içeren su, son noktada net, keskin bir renk değişimi sağlamak için uygun bir kompleksleştirici madde eklenmesini gerektirir. Aşağıdakiler yeterlidir:

1) İnhibitör I: Asit örneklerini tampon veya 0,1 N NaOH ile pH 6 veya daha yükseğe ayarlayın. 250 mg sodyum siyanür ( $\text{NaCN}$ ) toz halinde ekleyin. pH  $10,0 \pm 0,1$ 'e ayarlamak için yeterli tampon ekleyin.

(DİKKAT:  $\text{NaCN}$  son derece zehirlidir. Kullanımında ekstra önlemler alın. Bu inhibitörü içeren solüsyonları, uçucu zehirli hidrojen siyanürü serbest bırakmak için asit bulunmadığından emin olduktan sonra bol miktarda suyla birlikte giderden aşağı boşaltın.)

2) İnhibitör II: 5,0 g sodyum sülfür nonahidratı ( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ ) veya 3,7 g  $\text{Na}_2\text{S} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'yu 100 mL damıtılmış suda çözün. Sıkıca oturan bir kauçuk tıpa ile havayı dışarıda bırakın. Bu inhibitör hava oksidasyonu yoluyla bozulur. Önemli miktarda ağır metal mevcut olduğunda son noktayı gizleyen bir sülfür çökeltisi üretir. Aşağıdaki 3b'de 1 mL kullanın.

3)  $\text{MgEDTA}$ : 1, 2-sikloheksandiamintetraasetik asidin magnezyum tuzu. 100 mL numune başına 250 mg ekleyin ve tampon çözeltiyi eklemeyen önce tamamen çözün. Bu kompleksleştiriciyi, son noktayı etkileyen ancak sertlik değerine önemli ölçüde katkıda bulunmayacak konsantrasyonlarda müdahale eden maddeler mevcut olduğunda toksik veya kokulu inhibitörleri kullanmaktan kaçınmak için kullanın. Bir tampon ve bir kompleksleştirici madde içeren ticari preparatlar mevcuttur. Bu tür karışımlar titrasyon sırasında pH  $10,0 \pm 0,1$ 'i korumalı ve numune titre edildiğinde net, keskin bir son nokta vermelidir.



c. Göstergeler: Birçok tür gösterge çözümü savunulmuştur ve analist bunların doğru değerler verdiğini gösterirse kullanılabilir. Gösterge çözümlerindeki başlıca zorluk yaşlanmayla bozulmalarıdır ve belirsiz son noktalar verir. Örneğin, Eriochrome Black T'nin alkalın çözeltileri oksidantlara karşı hassastır ve sulu veya alkollü çözeltiler kararsızdır. Genel olarak, keskin bir son nokta sağlayan en az gösterge miktarını kullanın. Bireysel olarak optimum gösterge konsantrasyonunu belirlemek analistin sorumluluğundadır.

1) Eriokrom Siyah T: I-(I-hidroksi-2-naftilazo)-5-nitro-2-naftol-4-sülfonik asidin sodyum tuzu; Renk İndeksi'nde 203 numara, 0,5 g boyayı 100 g 2,2',2''-nitrilotrietanolda (trietanolamin olarak da adlandırılır) veya 2-metoksietanolde (etilen glikol monometil eter olarak da adlandırılır) çözün. Titre edilecek 50 mL çözeltiye 2 damla ekleyin. Gerekirse hacmi ayarlayın.

2) Calmagite: I-(I-hidroksi-4-metil-2-fenilazo)-2-naftol-4-sülfonik asit. Bu, sulu çözeltide stabildir ve Eriochrome Black T ile aynı renk değişimini üretir, ancak daha keskin bir uç noktası vardır. 0,10 g Calmagite'i 100 mL damıtılmış suda çözün. Titre edilecek 50 mL çözeltiye 1 mL kullanın. Gerekirse hacmi ayarlayın.

3) Aşırı indikatörden kaçınmak için dikkat edilirse, indikatörler 1 ve 2 kuru toz formunda kullanılabilir. Bu indikatörlerin ve inert tuzlar ticari olarak mevcuttur.

Bu göstergelerin uç nokta renk değişimi net ve keskin değilse, genellikle uygun bir kompleksleştirici ajan gerektiği anlamına gelir. NaCN inhibitörü uç noktayı keskinleştirmiyorsa, gösterge muhtemelen hatalıdır.

d. Standart EDTA titrant, 0.01 M: 3.723 g analitik reaktif dereceli disodyum etilendiamintetraasetat dihidrat, ayrıca (etilenedinitrilo) tetraasetik asit disodyum tuzu (EDTA) olarak da adlandırılır, damıtılmış suda çözün ve 1000 mL'ye seyreltin. Aşağıda açıklandığı gibi standart kalsiyum çözeltisine karşı standartlaştırın. Titrant, sertlik üreten katyonları yumuşak cam kaplardan çıkardığı için, polietilen (tercihen) veya borosilikat cam şişelerde saklayın. Periyodik yeniden standardizasyon ve uygun bir düzeltme faktörü kullanarak kademeli bozulmayı telafi edin.

e. Standart kalsiyum çözeltisi: 1.000 g susuz  $\text{CaCO}_3$  tozunu (ağır metaller, alkaliler ve magnezyum açısından düşük birincil standart veya özel reaktif) 500 mL'lik bir erlenmeyer şişesine tartın. Şişenin boynuna bir huni yerleştirin ve tüm  $\text{CaCO}_3$  eriyene kadar azar azar 1 + 1 HCl ekleyin. 200 mL damıtılmış su ekleyin ve  $\text{CO}_2$ 'yi dışarı atmak için birkaç dakika kaynatın. Soğutun, birkaç damla metil kırmızı indikatörü ekleyin ve gerektiği gibi 3N  $\text{NH}_4\text{OH}$  veya 1 + 1 HCl ekleyerek ara turuncu renge ayarlayın. Kantitatif olarak aktarın ve damıtılmış suyla 1000 mL'ye seyreltin; 1 mL = 1.00mg  $\text{CaCO}_3$ .

/ Sodyum hidroksit, NaOH, 0,1 M.

## PROSEDÜR

a. Kirli su ve atık su örneklerinin ön arıtımı: Nitrik asit-sülfürik asit veya nitrik asit-perklorik asit sindirimi kullanın.

b. Örneğin titrasyonu: 15 mL'den az EDTA titrant gerektiren bir örnek hacmi seçin ve titrasyonu tampon eklenme zamanından itibaren 5 dakika içinde tamamlayın. 25,0 mL örneği damıtılmış suyla bir porselen güveçte veya başka uygun bir kapta yaklaşık 50 mL'ye seyreltin. 1 ila 2 mL tampon çözeltisi ekleyin. Genellikle 1 mL, 10,0 ila 10,1 pH elde etmek için yeterli olacaktır. Titrasyonda keskin bir uç nokta renk değişiminin olmaması genellikle bu noktada bir inhibitör eklenmesi gerektiği veya indikatörün bozulduğu anlamına gelir. 1 ila 2 damla indikatör solüsyonu veya uygun miktarda kuru toz indikatör formülasyonu ekleyin. Standart EDTA titrantını son kırmızımsı ton kaybolana kadar sürekli karıştırarak yavaşça ekleyin. Son birkaç damlayı 3 ila 5 saniyelik aralıklarla ekleyin. Son noktada solüsyon normalde



mavidir. Gün ışığı veya gün ışığı floresan lambası şiddetle tavsiye edilir çünkü sıradan akkor ışıklar son noktada mavi renkte kırmızımsı bir ton üretme eğilimindedir. Yeterli örnek varsa ve girişim yoksa, örnek boyutunu artırarak doğruluğu artırın.

Hardness (EDTA) as mg CaCO<sub>3</sub>./L =  $A \times B \times 1000 / \text{mL sample}$

Burada:

$A$  = mL titrant sarfiyatı,

$B$  = 1.00 mL EDTA titrantının mg CaCO<sub>3</sub> equivalent değeri.

### ASİDİTE TAYİNİ (2310 B TİTRİMETRİK METOD)

#### REAKTİFLER

a. Karbondioksitsiz su: Tüm stok ve standart çözeltileri ve seyreltme suyunu taze kaynatılmış ve oda sıcaklığına soğutulmuş damıtılmış veya deiyonize su ile standartlaştırma prosedürü için hazırlayın. Suyun son pH'ı 2-6,0 olmalı ve iletkenliği <2 µmhos/cm olmalıdır.

b. Potasyum hidrojen ftalat çözeltisi, yaklaşık 0,05N; 15 ila 20 g birincil standart KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>'ü yaklaşık 100 mesh'e ezin ve 120°C'de 2 saat kurutun. Bir desikatörde soğutun. 10,0 ± 0,5 g'ı (en yakın mg'a kadar) tartın, 1 L hacimsel bir şişeye aktarın ve 1000 mL'ye seyreltin.

c. Standart sodyum hidroksit titrantı, 0,17N: Çözeltiyi Masa Reaktiflerinin Hazırlanması altında belirtildiği gibi yaklaşık 0,17N'a hazırlayın (ön kapağın içine bakın). 25 mL'lik bir büret kullanarak 40,00 mL KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> çözeltisini titre ederek standardize edin. pH 8,7'ye yakın olması gereken dönüş noktasına kadar titrasyon yapın. NaOH'nin normalitesini hesaplayın:

$$\text{Normality} = A \times B \times 204.2 \times C$$

where:

$A$  = g KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> 1-L içerisindeki ağırlığı,

$B$  = mL KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> titrasyon için alınan hacmi, ve

$C$  = mL NaOH harcanan.

Ölçülen normaliteyi daha sonraki hesaplamalarda kullanın veya şu şekilde ayarlayın 0,1000N; 1 mL = 5,00 mg CaCO<sub>3</sub>.

d. Standart sodyum hidroksit titrantı, 0,02N: 200 mL 0,1N NaOH'yi 1000 mL'ye seyreltin ve bir soda kireç tüpü veya sıkı kapakla atmosferik CO<sub>2</sub>'den korunan bir poliolefin şişesinde saklayın. 15,00 mL KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub> çözeltisi ve 50 mL büret kullanarak KHC<sub>8</sub>H<sub>4</sub>O<sub>4</sub>'e karşı standardize edin. Normaliteyi yukarıdaki gibi hesaplayın. 1 mL = 1,00 mg CaCO<sub>3</sub>.

e. Hidrojen peroksit, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, %30.

Bromfenol mavisi indikatör çözeltisi, pH 3,7 indikatörü: 100 mg bromfenol mavisi, sodyum tuzunu 100 mL suda çözün.

g. Metakresol mor indikatör çözeltisi, pH 8.3 indikatörü: 100 mg metakresol morunu 100 mL suda çözün.



h. Fenolftalein indikatör çözeltisi, alkollü, pH 8.3 indikatörü.

i. Sodyum tiyosülfat: 25 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'yu çözün ve damıtılmış suyla 1000 mL'ye seyreltin.

## PROSEDÜR

Numune hidrolize edilebilir metal iyonlarından ve polivalent katyonların indirgenmiş formlarından arınmışsa, b, c veya d'ye göre analize devam edin. Numunenin bu tür maddeler içerdiği biliniyorsa veya şüpheleniliyorsa, a'ya göre ön işlem yapın.

a. Sıcak peroksit işlemi: Uygun bir numuneyi titrasyon şişelerine pipetleyin. pH'ı ölçün. pH 4,0'ın üzerindeyse, pH'ı 4'e veya daha aza düşürmek için 5 mL'lik 0,02N sülfürik asit ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) artışı ekleyin. Elektrotları çıkarın. 5 damla %30  $\text{H}_2\text{O}_2$  ekleyin ve 2 ila 5 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutun ve 4d'deki prosedüre göre standart alkali ile pH 8,3'e kadar titre edin.

b. Renk değişimi: Kriterlerine göre numune boyutunu ve titrantın normalliğini seçin. Gerekirse numuneyi oda sıcaklığına ayarlayın ve pipet ucunu şişenin dibine yakın tutarak bir pipet kullanarak numuneyi bir erlenmeyer şişesine boşaltın. Serbest kalıntı klor varsa 0,05 mL (1 damla) 0,1 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çözeltisi ekleyin veya ultraviyole radyasyonla yok edin. 0,2 mL (5 damla) indikatör çözeltisi ekleyin ve eşdeğerlik noktasının kalıcı renk değişimi özelliğine sahip olana kadar beyaz bir yüzey üzerinde titre edin. Uygun pH aralığı için belirlenmiş ticari indikatör çözeltileri veya katılar (3,7 veya 8,3) kullanılabilir. Numuneyle kullanılan indikatörün aynı konsantrasyonunu belirlenmiş pH'ta bir tampon çözeltisine ekleyerek bitiş noktasındaki rengi kontrol edin.

c. Potansiyometrik titrasyon eğrisi:

1) Elektrotları ve titrasyon kabını damıtılmış suyla yıkayın ve boşaltın. Kriterlerine göre numune boyutunu ve titrantın normalliğini seçin. Gerekirse numuneyi oda sıcaklığına ayarlayın ve pipet ucunu titrasyon kabının tabanına yakın tutarak pipet boşaltma numunesi kullanın.

2) Numunenin pH'ını ölçün. Standart alkaliyi 0,5 mL veya daha az artışlarla ekleyin, böylece artış başına 0,2 pH biriminden daha az bir değişiklik meydana gelir. Her eklemekten sonra manyetik bir karıştırıcıyla iyice ama nazıkçe karıştırın. Sıçratmaktan kaçının. Sabit bir okuma elde edildiğinde pH'ı kaydedin. Titrant eklemeye devam edin ve pH 9'a ulaşana kadar pH'ı ölçün. Titrasyon eğrisini, gözlenen pH değerlerini eklenen kümülatif mililitre titrantına göre çizerek oluşturun. Bir veya daha fazla dönüm noktası gösteren düzgün bir eğri elde edilmelidir. Düzensiz veya düzensiz bir eğri, ardışık alkali eklemeleri arasında dengeye ulaşılmadığını gösterebilir. Eğriden belirli bir pH'a göre asitliği belirleyin.

d. pH 3,7 veya 8,3'e potansiyometrik titrasyon: Numuneyi ve titrasyon tertibatını belirtildiği gibi hazırlayın. Ara pH değerlerini kaydetmeden önceden seçilmiş uç nokta pH'ına titrasyon yapın. Uç noktaya yaklaşıldığında daha küçük alkali eklemeleri yapın ve bir sonraki eklemeyi yapmadan önce pH dengesine ulaşıldığından emin olun.

## HESAPLAMA

Asitlik, mg  $\text{CaCO}_3$ /L olarak =  $[(A \times B) - (C \times D)] \times 50000/\text{mL numune}$

A = kullanılan mL NaOH titrant,

B = NaOH'nin normalitesi,



C = Kullanılan mL  $H_2SO_4$  ve

D =  $H_2SO_4$ 'ün normalitesi.

Kullanılan son noktanın pH'ını şu şekilde bildirin: Değeri negatif olarak bildirmek için asitlik. Bu negatif değer in mutlak değeri net alkaliniteye eşdeğer olmalıdır.

### ALKALİNİTE TAYİNİ (2320 TİTRASYON METODU)

#### REAKTİFLER

a. Sodyum karbonat çözeltisi, yaklaşık 0.05N: 3 ila 5 g birincil standart  $Na_2CO_3$ 'ü 250°C'de 4 saat kurutun ve bir desikatörde soğutun.  $2,5 \pm 0,2$  g (en yakın mg'a kadar) tartın, 1 L hacimli bir şişeye aktarın, şişeyi işarete kadar damıtılmış suyla doldurun ve reaktifi eritin ve karıştırın. 1 haftadan uzun süre saklamayın.

b. Standart sülfürik asit veya hidroklorik asit, 0,1 N; Masa Reaktiflerinin Hazırlanması bölümünde belirtildiği gibi yaklaşık normallikte asit çözeltisi hazırlayın (ön kapağın içine bakın). 40,00 mL 0.05 N  $Na_2CO_3$  çözeltisini yaklaşık 60 mL su ile bir beherde, pH'ı yaklaşık 5'e potansiyometrik olarak titre ederek standartlaştırın. Elektrotları çıkarın, aynı behere durulayın ve bir saat camı kapağının altında 3 ila 5 dakika boyunca yavaşça kaynatın. Oda sıcaklığına soğutun, kapak camını behere durulayın ve pH dönüm noktasına kadar titrasyon işlemini tamamlayın. Normallliği hesaplayın:

Normallik,  $N = A \times B / 53,00 \times C$

Burada:

A = Tartılan g  $Na_2CO_3$ ,

B = Titrasyon için alınan mL  $Na_2CO_3$  çözeltisi ve

C = Kullanılan mL asit.

Hesaplamalarda ölçülen normaliteyi kullanın veya 0,1000N'ye ayarlayın; 1 mL 0,1 N çözeltisi = 5,00 mg  $CaCO_3$ .

c. Standart sülfürik asit veya hidroklorik asit, 0.02N: 200,00 mL 0,1000N standart asidi damıtılmış veya deiyonize su ile 1000 mL'ye seyreltin. Prosedürüne göre 15,00 mL 0,05N  $Na_2CO_3$ 'ün potansiyometrik titrasyonu ile standardize edin; 1 mL = 1,00 mg  $CaCO_3$ .

d. Bromkresol yeşil indikatör çözeltisi, pH 4,5 indikatör: 100 mg bromkresol yeşili, sodyum tuzunu 100 mL damıtılmış suda eritin.

e. Karışık bromkresol yeşili-metil kırmızısı indikatör çözeltisi? Sulu veya alkollü çözeltiyi kullanın:

1) 100 mg bromkresol yeşili sodyum tuzunu ve 20 mg metil kırmızısı sodyum tuzunu 100 mL'de eritin damıtılmış su,

2) 100 mg bromkresol yeşili ve 20 mg metil kırmızısını 100 mL %95 etil alkol veya izopropil alkolde çözün.

f. Metakresol moru indikatör çözeltisi, pH 8.3 indikatörü: 100 mg metakresol morunu 100 mL suda çözün.

g. Fenolftalein çözeltisi, alkollü, pH 8.3 indikatörü.



h. Sodyum tiyosülfat, 0,1 N

## PROSEDÜR

a. Renk değişimi: Asidite bölümüne bakınız.

b. Potansiyometrik titrasyon eğrisi: Asitliği belirleme prosedürünü izleyin (Asidite bölümüne bakınız), standart NaOH için uygun standart asit çözeltisi normalitesini değiştirin ve titrasyona pH 4,5 veya daha düşük olacak şekilde devam edin. Örneği filtrelemeyin, seyreltmeyin, konsantre etmeyin veya değiştirmeyin.

c. Önceden seçilmiş pH'a potansiyometrik titrasyon: Uygun uç nokta pH'ını belirleyin. Örneği ve titrasyon tertibatını hazırlayın (Asidite bölümüne bakınız). Ara pH değerlerini kaydetmeden ve gereksiz gecikme olmadan uç nokta pH'ına titrasyon yapın. Uç noktaya yaklaşıldığında daha az asit ekleyin ve daha fazla titrant eklemekten önce pH dengesine ulaşıldığından emin olun.

d. Düşük alkalinitenin potansiyometrik titrasyonu: 20 mg/L'den düşük alkaliniteler için, yukarıdaki prosedürüne göre 100 ila 200 mL'yi 10 mL'lik bir mikrobüret ve 0.02N standart asit çözeltisi kullanarak titre edin. Titrasyonu 4,3 ila 4,7 aralığındaki bir pH'ta durdurun ve hacmi ve tam pH'ı kaydedin. pH'ı tam olarak 0,30 pH birimine düşürmek için dikkatlice ek titrant ekleyin ve hacmi tekrar kaydedin.

## HESAPLAMA

Alkalinite, mg  $\text{CaCO}_3/\text{L} = A \times N \times 50000 / \text{mL numune}$

Burada,

A: Harcanan asidin mL miktarı

B: Asidin normalitesi

b. Düşük alkalinitenin potansiyometrik titrasyonu:

Toplam alkalinite, mg  $\text{CaCO}_3/\text{L} = (2 B - C) \times N \times 50000 / \text{mL numune}$

Burada:

A = kullanılan mL standart asit ve

W = standart asidin normalitesi

B = ilk kaydedilen pH'a mL titrant,

C = pH'ı 0,3 birim daha düşük seviyeye ulaştırmak için toplam mL titrant ve

N = asidin normalitesi.

**Tablo 1:** Alkaliniteye Katkıda Bulunan Temel İyon Türlerinin Titrasyon Sarfiyatlarından Hesaplanması



| SARFIYAT  | $\text{OH}^-$<br>ALKALİNİTESİ | $\text{CO}_3^{2-}$<br>ALKALİNİTESİ | $\text{HCO}_3^-$<br>ALKALİNİTESİ |
|-----------|-------------------------------|------------------------------------|----------------------------------|
| $P = 0$   | 0                             | 0                                  | T                                |
| $P < T/2$ | 0                             | 2P                                 | T-2P                             |
| $P = T/2$ | 0                             | 2P                                 | 0                                |
| $P > T/2$ | 2P-T                          | 2(T-P)                             | 0                                |
| $P = T$   | T                             | 0                                  | 0                                |

### YAĞ-GRESS (5520 B GRAVİMETRİK METOD)

#### REAKTİFLER

- Hidroklorik veya sülfürik asit, 1:1: Eşit hacimlerde asit ve reaktif suyu karıştırın.
- n-Heksan, kaynama noktası 69°C. Çözücü buharlaşmada ölçülebilir kalıntı bırakmamalıdır; gerekirse damıtın. Çözücüyü kaplar arasında aktarmak için plastik boru kullanmayın.
- Metil-ten-bütil eter (MTBE), kaynama noktası 55°C ila 56°C. Çözücü buharlaşmada ölçülebilir kalıntı bırakmamalıdır; gerekirse damıtın. Çözücüyü kaplar arasında aktarmak için plastik boru kullanmayın.
- Sodyum sülfat,  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ , susuz kristal.
- Çözücü karışımı, %80 n-heksan/%20 MTBE, v/v.

#### PROSEDÜR

Bir numune laboratuvara getirildiğinde, numune şişesini su menisküsünden işaretleyin veya daha sonra numune hacmini belirlemek için şişeyi tartın. Numune daha önce asitlendirilmemişse, 1:1 HCl veya 1:1  $\text{H}_2\text{SO}_4$  ile pH 2 veya daha düşük bir değere asitleştirin. Sıvı hunisi kullanarak numuneyi ayırma hunisine aktarın. Numune şişesini 30 mL'lik ekstraksiyon çözücüsüyle (ya %100 n-heksan ya da çözücü karışımı) dikkatlice durulayın ve ayırma hunisine çözücü yıkamaları ekleyin. 2 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın. Katmanların ayrılmasını bekleyin. Sulu katmanı ve az miktarda organik katmanı orijinal numune kabına boşaltın. Çözücü katmanını, her ikisi de çözücüyle yıkanmış olan bir filtre kağıdı ve 10 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  içeren bir huniden, temiz, taranmış bir damıtma şişesine boşaltın.

a. Berrak bir çözücü tabakası elde edilemiyorsa ve yaklaşık 5 mL'den fazla bir emülsiyon varsa, emülsiyonu ve çözücü katmanlarını bir cam santrifüj tüpüne boşaltın ve yaklaşık 2400 rpm'de 5 dakika santrifüj edin. Santrifüjlenmiş malzemeyi uygun bir ayırma hunisine aktarın ve çözücü katmanını, her ikisi de önceden yıkanmış olan bir filtre kağıdı ve 10 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  içeren bir huniden, temiz, taranmış bir damıtma şişesine boşaltın. Sulu katmanları ve kalan emülsiyonu veya katları ayırma hunisinde yeniden birleştirin.

b. <5 mL emülsiyon içeren numuneler için, önceden nemlendirilmiş filtre kağıdı ve 10 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  içeren bir huniden yalnızca berrak çözücüyü boşaltın. Sulu katmanları ve kalan emülsiyonu veya katları ayırma



hunisinde yeniden birleştirin. Her seferinde 30 mL çözücü ile iki kez daha ekstrakte edin, ancak önce numune kabını her çözücü kısmıyla durulayın. Emülsiyon sonraki ekstraksiyon adımlarında devam ederse santrifüjleme adımını tekrarlayın.

Ekstraktları katranlanmış damıtma şişesinde birleştirin ve şişeye filtre ve Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>'ün ek 10 ila 20 mL çözücü ile son bir durulamasını ekleyin. Her iki çözücü sistemi için de çözücüyü şişeden 85°C'de bir su banyosunda damıtn. Çözücü geri kazanımını en üst düzeye çıkarmak için, damıtma şişesini bir damla ucuyla donatılmış bir damıtma adaptörüyle takın ve çözücüyü buz banyosuyla soğutulmuş bir alıcıda toplayın. Görünür çözücü yoğunlaşması durduğunda, şişeyi su banyosundan çıkarın. Su banyosunu örtün ve şişeleri kapağın üstünde kurutun, su banyosu hala 85°C'de olacak şekilde, 15 dakika boyunca. Son 1 dakika boyunca uygulanan vakumla şişeden hava çekin. En az 30 dakika boyunca kurutucuda soğutun ve tartın. İlk numune hacmini belirlemek için, numune şişesini işarete kadar suyla doldurun ve ardından 1 L'lik dereceli bir silindire su dökün veya boş kabı ve kapağı tartın ve numune hacmini ilk ağırlıktan (1,00 numune yoğunluğu varsayarak) farkına göre hesaplayın.

#### HESAPLAMA

Organik çözücü kalıntıdan arınmışsa, taranmış damıtma şişesinin ağırlık kazancı yağ ve gres nedeniyledir. Taranmış şişenin toplam ağırlık kazancı, A, çözücü boşluğundan hesaplanan kalıntı, B düşüldükten sonra, numunedeki yağ ve gres miktarıdır:

Yağ ve gress (mg/L) = (A-B) X 1000/ mL örnek

#### BOR TAYİNİ (TİTRİMETRİK METOD)

Bor analizi yapılmak istenen ve filtrelenmiş örnekten 1-5 ml alınarak 100 ml'lik behere aktarılmıştır ve üzerine 50 ml saf su ilave edilmiş, daha sonra bu numunenin pH'sı 7,6 değerine ayarlandıktan sonra pH düşüşü sabitleninceye kadar mannitol ilave edilmiştir. Bu sabitlenmeden sonra 0,05 M KOH ile pH değeri tekrar 7,6 oluncaya kadar titre edilmiştir. Titrasyonda kullanılan KOH çözeltisi günlük olarak standardize edilmiştir. Bor konsantrasyonu aşağıdaki formülle hesaplanmıştır.

$$(\text{Bor,mg/L}) = \frac{(V_1 - V_2) \times 0,540675 \times 1000 \times Sf}{V_3}$$

Burada: V<sub>1</sub> potasyum hidroksit sarfiyatı (ml), V<sub>2</sub> saf su için sarfiyat (0,05 ml), Sf standardizasyon sabiti, V<sub>3</sub> behere konulan bor çözeltisi hacmi (ml). Yüzde arıtım verimi hesabı aşağıdaki formülle yapılmıştır.

#### pH-RENK-BULANIKLILIK-İLETKENLİK ÖLÇÜMÜ

- pH ölçümü pH metre ile yapılacaktır.
- Bulanıklılık ölçümü spektrofotometrede veya türbidimetrede yapılacaktır.
- Renk ölçümü spektrofotometrede Pt-Co biriminde yapılacaktır.
- İletkenlik ölçümü multi parametre ölçer kullanarak iletkenlik probu ile yapılacaktır.