

M.H ilmi EREN

04 - 98 - 3636

www.geocities.com/mhilmieren

Çevre Kimyası

Salı 7.Deney Grubu

DENEY RAPORU

DENEY ADI Askıda Katı Madde Tayini ve Nessler Yöntemi İle Amonyak Tayini (5 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 04 Mayıs 2004 Salı (Telafi:18 Mayıs 2004 Salı)

AMAÇ Atık su örneklerindeki askıda katı madde miktarının bulunması, Amonyak azotunun nessler yöntemi ile tayin edilmesi ve çevresel etkilerinin incelenmesi.

TEORİK BİLGİ

Askıda Katı Madde

Doğal ve atık sulardaki askıda veya çözünmüş haldeki maddeler katı maddeler olarak adlandırılır. Katı maddeler buharlaştırma işleminden ve 103-105 C'de kurutmadan sonra kalan katı maddedir. Yüksek derişimli askıda katı madde arıtma sistemlerinde olumsuz etkilere yolaçar. Alıcı su ortamlarında katı madde miktarları fazla olursa çökelmelere ve fazla miktarda dip çamuru oluşmasına yol açar.

Çözünmüş ve çözünmemiş katı maddelerin tayini filtrelenmiş ve filtrelenmemiş örneklerde yapılır. Sularda çözünmüş katı maddeler anorganik tuzlar ve organik maddeler den oluşmaktadır. Bunlar askıda veya kolloidal haldedir. Çözünmemiş katı maddeler çökelemeyen ince askıda katı maddeler ve kendi ağırlıklarıyla çökelebilen katı maddeler olarak iki gruba ayrılırlar. Yer çekimi etkisiyle sudan daha ağır olan katı maddeler çöker. Atık sularda çökelebilen katı maddeler ölçülerek çökeltme ünitesinin hacim gereksinimi belirlenir.

Askıda katı maddeler Gooch Krozelerinden filtrasyon vasıtasıyla tayin edilebilir. Örnek kağıt filtrelerden filtrelenir ve sulu kısımdaki toplam katı madde belirlenir. Filtre edilmemiş toplam katılar ile filtrelenmiş örnekteki toplam katı madde arasındaki fark, örnekteki askıda katı madde derişimini verir.

Askıda katı maddeler nehir kirlenmesi kontrol çalışmalarında çökelebilir katı maddeler olarak dikkate alınır. Bunlar zamanla çökelerek biyolojik ve kimyasal floklaşmaya dolayısıyla çökelerek birikmeye yol açar.

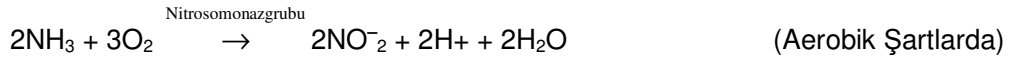
Katı madde miktarı suyun yumşatma işleminde seçilecek yöntemi belirlemede önemlidir. Biyolojik arıtmaya gidecek kirlilik yükünü hesaplamada da askıda katı madde tayini uygulanır.

GIDA SANAYİİ ATIK SULARININ ALICI ORTAMA DEŞARJ STANDARTLARI

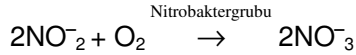
PARAMETRE	BİRİM	KOMPOZİT NUMUNE 2 SAATLİK	KOMPOZİT NUMUNE 24 SAATLİK
GIDA SANAYİİ MAKARNA ÜRETİMİ			
ASKIDA KATI MADDE (AKM)	(mg/l)	120	100
GIDA SANAYİİ MAYA ÜRETİMİ			
ASKIDA KATI MADDE (AKM)	(mg/l)	200	100

Azot Dönüşümü ve Nitrifikasyon

Azot doğal dolanımı olan, bakteriler tarafından tüketilmek suretiyle veya kimyasal yollardan değişik oksidasyon kademelerinde bileşikler oluşturabilen bir maddedir. Farklı oksidasyon seviyelerinde hemen tüm canlı hücrelerin yaşama ve üremeleri için gerekli bir besin maddesidir. Azot, amino asitlerle, bunlardan türeyen proteinler başta olmak üzere, amin, amid, nitro bileşikleri gibi organik maddelerin yapısına girebilen elementtir. Anorganik azotlu maddeler ise değerlik sayısına göre azot azot ihtiva edebilirler.



Oluşan NO_2^- çok hızlı bir reaksiyonla nitrata okside edilir.



Doğal azot çevrimi ile yükseltgenme yönünde olan reaksiyonlar aerobik, indirgenme yönünde olanlar anaerobiktir. $\text{NH}_3 \rightarrow \text{NO}_3^-$ dönüşümü **nitrifikasyon** olarak adlandırılır.

Nitrifikasyon koşulların elverişli olması halinde meydana gelen; yüzeysel sularda, bunlara karışan arıtılmış sularda ve dıştan havalandırmayla arıtma sağlayan biyolojik atık su arıtma tesislerinde fazladan çözünmüş oksijen kaybına yol açan, istenmeyen bir proses olmakla birlikte; amonyağın tasfiyesi için de uygun ve doğal bir arıtma yöntemidir.

Diğer taraftan aerobik koşullarda nitrifikasyonun tersi, son aşamada havanın doğal bileşeni olan azotun oluşup havaya çıkmasıyla biten denitrifikasyon reaksiyonu ile oluşur. Bu reaksiyon anaerobik koşullar içeren bataklık yerlerde suda NO_3^- konsantrasyonlarının azalmasına yol açar.

Denitrifikasyonun yararı, alıcı sularda istenmeyen alg ve diğer bitkilerin gelişmesine yol açan azot bileşiklerinin uzaklaştırılmasını sağlamaktır. Amonyak ve organik azot aerobik şartlarda önce nitrit ve nitratlara dönüştürülür. Daha sonra, atık anaerobik şartlara dönüştürülür. Buradan nitrifikasyon olayı sonucu nitratlar ve nitritler azot gazına indirgenir ve atmosfere verilir. Denitrifikasyonun olması için ortamda uygun organik maddeler bulunmalı ve azot bileşiklerinin indirgenmesi sırasında enerji elde etmek amacı ile bu organik maddeler bakteriler tarafından okside edilmelidir. Bu amaçla en çok kullanılan organik madde metil alkoldür.

Azot Kirliliği

Azot formlarındaki deęişme sulardaki mikroorganizma konsatrasyonlarının zamanla azalmasından kaynaklanmaktadır.

$\text{NH}_3 \rightarrow \text{NO}_2^- \rightarrow \text{NO}_3^-$ dönüşümünün belli aşamaları bir süre geçtikten sonra oluşabileceğinden suda NH_3 bulunması yeni kirlenmeye, muhtemelen sakıncalı mikroorganizmaya, NO_3^- bulunması ise eskimiş bir kirlenmeye ve muhtemelen daha az sakıncalı mikroorganizma sayısına işaret eder. Özellikle yüzeysel sularda organik azot fazlalığı, doğrudan fekal bulaşmayı gösterebilir.

NO_3^- iyonlarının sularda fazla bulunmasının bebeklerde kalp ve dolaşım bozuklukların yol açtığı öne sürülmektedir. EPA NO_3^- azotu için sınırı 10 mg/lt olarak kalmasını istemektedir. TSE'ye göre azot limitleri su kalitesine göre aşağıda verilmiştir.

Su Kalite Parametreleri	Su Kalite Sınıfları			
	I	II	III	IV
Sıcaklık (°C)	25	25	30	30
Amonyum azotu (mg NH_4^+ -N/l)	0.2c	1c	2c	2
Nitrit azotu (mg NO_2^- -N/l)	0.002	0.01	0.05	0.05
Nitrat azotu (mg NO_3^- -N/l)	5	10	20	20
Organik karbon (mg/l)	5	8	12	12
Toplam Kjeldahl-azotu (mg/l)	0.5	1.5	5	5

GÖLLER, GÖLETLER, BATAKLIKLAR VE BARAJ HAZNELERİNİN ÖTROFİKASYON KONTROLÜ SINIR DEĞERLERİ		
İstenen özellikler	Doğal koruma alanı ve rekreasyon	Çeşitli kullanımlar için (doğal olarak tuzlu, acı ve sodalı göller dahil)
AKM (mg/l)	5	15
Toplam azot (mg/l)	0.1	1

Azotlu maddelerin biyolojik arıtma sistemlerinde bulunması istenmektedir. Diğer taraftan kirlenmiş sularla atılıp yüzeysel sulara karışan azotlu maddeler karbon, fosfor gibi genelde aynı kaynaklı sayılabilecek diğer maddelerle su ortamlarında aşırı beslenme ile **ötrofikasyona** neden olmaktadır. Su ortamında üreyen algler ölerek çökelmekte, dip çamurunun yükselmesine neden olmakta, bataklık oluşmakta ve suyun bulanıklaşarak oksijen iletimini engellemektedir. Bunun sonucunda da kötü koku ve renk bozulmaları ortaya çıkmaktadır. Kirletilmiş körfezlerdeki oluşumlar böyle gerçekleşmektedir. Bu kirliliğin azaltılması ise azotlu maddeleri belli bir oranın altına düşürülmesi ile mümkündür

Organik azot: Kjeldahl yöntemi uygulanır.

Amonyak azotu: Nessler yöntemi ile kolorimetrik olarak yapılabilir.

Nitrit azotu: Nitrit bir geçiş fazı olduğundan suda çok az bulunan bir iyondur. Bu nedenle kullanılan yöntem çok duyarlı olmalı. Nitrit tayini için NH_3 elektroduna benzer şekilde, ancak asit koşullarda azot oksit (NO , NO_2 , N_2O_3 , N_2O_4) gazlarına duyarlı bir membran içeren özel gaza duyarlı elektrot başarılı sonuçlar verir. Ayrıca standart tayin yöntemi olan modifiye Griess-Ilosvay diazotizasyon yönteminde nitrit azotu kolorimetrik olarak tayin edilebilir. Oluşan koyu kırmızı renk nitrit azotunun bir fonksiyonudur. Renk spektrofotometrik olarak ölçülebilir.

Nitrat Azotu: Ençok araştırma konusu olan ve analizi en zor olan iyonların başında gelir. Nitrat tayininde sudaki diğer iyonlar ve miktarlarına göre yöntem belirlenir

1.UV Spektrofotometresi İle: NO_3^- iyonu 220 nm'de Uv ışınları absorblar. Örneğin ışını absorblama miktarına göre nitrat azotu miktarı bulunur.

2.Nitrat Elektrodu İle: Nitrat elektrodu düşük miktarlarda nitratı bile ölçebilen sıvı membranlı elektrottur.

3.Kadmiyum İndirgeme Metodu İle: Kadmiyum ile doldurulmuş bir kolondan geçirilen nitratlar indirgenerek nitrite dönüştürülür ve nitrit şeklinde tayin edilir.

4.Brusin Metodu İle: Brusin doğal bir organik maddedir ve asidik şartlarda ve sıcakta nitrat ile sarı renk veren bir kompleks oluşturur. Spektrofotometrik olarak renk yoğunluğu ölçülerek nitrat miktarı hesaplanır.

5. Kromotropik Asit : İki molekül nitrat ve bir molekül kromotropik asit arasında oluşan reaksiyon sonucu oluşan sarı renk spektrofotometrik olarak ölçülür.

Ayrırma Yöntemleri

Ekstraksiyon: Ekstraksiyon; çözeltilerden çözülmüş maddenin ayrıştırılması, karışımlardan çözülmüş safsızlıkların uzaklaştırılması ve sulu bir çözeltiden karışmayan bir çözücü ile organik bir bileşiğin ayrıştırılması amacıyla kullanılır.

Kristalizasyon: Organik bir maddenin saflaştırılmasında kullanılır. Oda sıcaklığında çözünmeyen ve çözücünün kaynama noktasına yakın sıcaklıkta çözünebilir bir çözücü seçilir. Bazen iki çözücü de kullanılır.

Süblimasyon: Bazı sulu sulu sıvı hale geçmeden gaz hale geçme özelliğinden yararlanır. Bu tip bir madde içeren karışım ısıtıldığında süblimleşebilen madde soğuk bir yüzeyde yoğunlaştırılarak tekrar katı hale dönüştürülür. Böylece ayrılmış olur.

Çöktürme: Çözünme, adsorbsiyon ve birlikte çökme gibi olumsuz yanları olduğu için az kullanılan bir ayırma yöntemidir. Çöktürmenin kantitatifliği çökecek iyon derişimi ile bileşimin çözünürlük çarpımı ve çöktürücü reaktifin denge derişimine bağlıdır.

Kompleksleştirme: En önemlisi tartaratlı ya da sitratlı ortamda ayırmadır. Her iki anyondan birinin bulunduğu çöeltide OH'ların çoğu koloidal ya da katyonları komplekslettiği için çökelmezler.

Değerlik Değiştirerek Ayırma: Bazı iyonların değerliklerini değiştirerek çökelmelerini ya da çöeltide kalmalarını sağlamak mümkündür. Civa ve gümüş karışımından gümüşü gümüşklorür halinde ayırmak için +1 değerli civa nitrik asit ile +2 değerliğe yükseltgenir.

İyon Değiştiricilerle Ayırma : İçerdikleri gaz iyonları çöeltideki iyonlarla değiştirebilen ve çözünmeyen katı maddelere iyon değiştirici denir. İyon değiştiriciler genellikle makro moleküler örgüler olup sentetik olarak hazırlanan reçinelerdir. Katyon ve nayon değiştirici olarak iki tür reçinde vardır.

Distilasyon: Kaynama noktaları farklılıklarından faydalanarak yapılan bir ayırma yöntemidir. Fraksiyonlu distilasyon ve su buharı destilasyonu gibi kısımları vardır. Su buharı distilasyonu kaynama noktaları çok düşük olan maddeleri ayırmada kullanılır.

Kromotografi: Kimyasal maddeleri farklı adsorblanma özelliğinden faydalanarak yapılan bir ayırma yöntemidir. İncelenecek karışım gaz veya sıvı fazda çözüldükten sonra durgun bir faz üzerinden geçirilir. Durgun faza afinitesi fazla olan bileşik yavaş ilerler. Böylece birbirlerinden ayrılmış olur. Kromotografik yöntemler mobil ve stasyoner fazın özelliklerine göre, ayırım mekanizmasına göre çeşitli türlere ayrılır.

DENEYİN YAPILIŞI

Standart çözeltiler için 6 adet Nessler tüpüne 1 ml'si 1,0 mg amonyak azotuna karşılık gelen stok amonyum çözeltisinden 0 ; 0,7 ; 1,0 ; 2,0 ; 3,5 ; 5,0 ml eklenerek ve 50 ml'ye tamamlanır. Üzerine 1'er ml Nessler reaktifi eklenir. Örnek çözeltiyeye de aynı işlem uygulanır. Örnek çöeltide oluşan renk standartlar ile karşılaştırılarak hangi derişim aralığında olduğu belirlenir.

Örneğin derişiminin 3,5 mg – 5 mg amonyak azotu içeren standartlar arasında olduğu renkler karşılaştırılarak görülmüştür.

SONUÇ

Amonyak azotu tayininde Nessler metodu duyarlılık üst sınırı 5 mg/lit, alt sınırı ise 20 µg/lit dir. Amonyak azotu 10 mg/lit'den fazla ise damıtma ve seyreltmeden sonra titrasyon metodu uygulanabilir. Amonyak azotu miktarı 20 µg/lit den az ise fotometrik yöntem kullanılabilir.

