

**M.H ilmi EREN**

**04 - 98 - 3636**

www.geocities.com/mhilmieren

Çevre Kimyası

Salı 7.Deney Grubu

## **DENEY RAPORU**

**DENEY ADI** KJELDAHL YÖNTEMİ İLE AZOT MİKTARI TAYİNİ (6 No'lu deney)

**DENEY TARİHİ** 11 Mayıs 2004 Salı

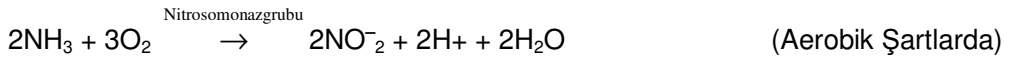
**AMAÇ** Azot içeren organik maddelerin içerdiği azotu amonyağa dönüştürerek azot miktarının bulunması.

### **TEORİK BİLGİ**

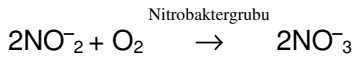
#### **Azot Dönüşümü ve Nitrifikasyon**

Çeşitli içme ve kullanım sularıyla yüzeysel suların ve kirlenmiş su kütlelerinin içerdiği çeşitli organik ve inorganik azotlu bileşiklerin ölçümü birçok bakımdan önem taşır. İçme suyunda bulunan NH<sub>3</sub> konsantrasyonu muhtemel taze bir fekal kirlenmeye işaret eder. Kirlenmenin yaşı mikrobiyolojik su kalitesi ile ilgilidir.

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<sub>2</sub><sup>-</sup> çok hızlı bir reaksiyonla nitrata okside edilir.



Doğal azot çevrimi ile yükseltgenme yönünde olan reaksiyonlar aerobik, indirgenme yönünde olanlar anaerobiktir. NH<sub>3</sub> → NO<sub>3</sub><sup>-</sup> 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  $\text{NO}_3^-$  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 değişme sulardaki mikroorganizma konsantrasyonlarının zamanla azalmasından kaynaklanmaktadır.

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

$\text{NO}_3^-$  iyonlarının sularda fazla bulunmasının bebeklerde kalp ve dolaşım bozuklukların yol açtığı öne sürülmektedir. EPA  $\text{NO}_3^-$  azotu için sınırı 10 mg/lit 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 $\text{NH}_4^+$ -N/l)	0.2c	1c	2c	2
Nitrit azotu (mg $\text{NO}_2^-$ -N/l)	0.002	0.01	0.05	0.05
Nitrat azotu (mg $\text{NO}_3^-$ -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

<b>GÖLLER, GÖLETLER, BATAKLIKLAR VE BARAJ HAZNELERİNİN ÖTROFİKASYON KONTROLÜ SINIR DEĞERLERİ</b>		
İstenen özellikler	Doğal koruma alanı ve rekreasyon	Çeşitli kullanımlar için (doğal olarak tuzlu, acı ve sodalı göller dahil)
pH	6.5-8.5	06-10
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

### **Azot Analizi**

Azot analiz yöntemleri genelde dört önemli azot formu ile ilgilidir. Bunlar amonyak azotu, nitrat azotu, nitrit azotu ve organik azot formları olup yüzeysel sularda ve kirletilmiş sularda ölçülmesi gereken azot şekilleridir.

Organik azot analizinde genelde Kjeldahl metodu uygulanır. Özel proses atığı sularda evsel atıklarda olan polipeptit ve aminoasitler bu yöntemle analizlenebilir. Yöntemde çeşitli oksitleyici koşullarda organik bileşikteki zotu  $NH_3$ ' e dönüştürmekle işe başlanır. Oksidasyon derişik  $H_2SO_4$  ile bu asidin kaynama noktasının üzerindeki bir sıcaklıkta  $340\text{ }^\circ C$  yapıldığından asidin K.N.'nın  $K_2SO_4$  potasyum sülfat eklenerek yükseltilmesi gerekmektedir.

Reaksiyonun bitmesi suyun buharlaşıp, sülfrik asit buharlarının çıkmaya başladığından, organik maddelerin parçalanarak karbondioksit olarak çıkmasından 20 dk sonra (bulanıklığın giderek berraklaşması) olur. Bu durrumda tüm azotlu bileşikler  $NH_3$ ' e dönüştüğünden, önce  $H_2SO_4$  'ün fazlası fenolftalein indikatörü kullanılarak nötralize edilir. Daha sonra pH 7 civarında suda kalan amonyak azotu normal amonyak tayin yöntemi ile belirlenir.

## DENEYİN YAPILIŞI

0,5 gr üre tartılır. 10 ml saf su ve 0,5 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> eklenir. 15 dk ısıtılır. Soğuduktan sonra 2 damla fenolftalein indikatörü damlatılarak %8'lik NaOH'dan renk pembe oluncaya kadar 5 ml'lik ilaveler yapılır. Böylece nötrleşme sağlanmış olur. İşlem sırasında amonyağın uçmaması için çözelti çalkalanmaz. Örnek tekrar ısıtılır. Bir erlene 0,1 M 50 ml HCl konulur. Kabarcık bitene kadar ısıtmaya devam edilir. 0,1 M NaOH ile 2 damla fenolftalein damlatılarak titrasyon yapılır.

Sarfiyat **35,8 ml** olarak bulunmuştur.

$$\begin{aligned}\text{Gram Azot} &= V_{\text{HCl}} \times C_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \times C_{\text{NaOH}} \times 10^{-3} \times 14 \\ &= 50 \text{ ml} \times 0,1 \text{ M} - 35,8 \text{ ml} \times 0,1 \text{ M} \\ &= 1,42 \text{ mg}\end{aligned}$$

$$\begin{aligned}\% \text{ N} &= (1,42 \text{ mg} / 500 \text{ mg}) \times 100 \\ &= \% 0,28 \text{ N}\end{aligned}$$

## SONUÇ

Kjeldahl Metodu ile organik azot miktarının belirlenmesi analizi yapılmıştır. Analizde organik maddenin sülfirik asit ile yeterince bozundurulması ve azotların amonyak haline dönüşmesinin organik azot miktarının doğru olarak belirlenmesi için önemli olduğu görülmüştür. Ayrıca bozundurma sonrası oluşan amonyağın uçmaması için örnek kabının çalkalanmaması gerektiği görülmüştür. Çözelti içindeki gazın basıncı ve açık hava basıncı farkından dolayı örneğin Kjeldahl balonuna geri kaçmamasına özen gösterilmesi gerektiği anlaşılmıştır.

