



## Sülfat Tayini (SO<sub>4</sub>)

**A. METODUN KAYNAĞI:** Standard Methods, 4500-SO<sub>4</sub>-C (Turbidimetric)

### **B. METODUN ÖZETİ:**

Sülfat iyonu doğal sularda çok sık rastlanan ve konsantrasyonu litrede bir kaç mg'dan, bir kaç bin mg'a kadar değişen miktarlarda bulunan bir iyondur. Yeraltısuyunda bulunan sülfatın başlıca kaynağı jips ve anhidrittir. Ayrıca piritin oksidasyonu ile de sülfat oluşabilir. Jips suda çok çözünen bir maddedir. Soğuk suda 2000 mg/l'ye kadar çözünebilir. Bu yüzden sulardaki sülfatın en önemli kaynağı jipstir.

Sulardaki sülfatlar, jips ve diğer tuzlardan süzülme yoluyla yada sülfür, sülfid ve tiyosülfatların oksitlenmesinden, konutsal ve endüstriyel atıklardan (özellikle tabakhane, kağıt ve tekstil sanayi yada SO<sub>4</sub> veya H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> kullanılan tesislerde) meydana gelebilir. **Suların içinde bulunan Pb, Ba, Sr ve Ca Sülfatlar çözünmez, ancak Na, K ve amonyum sülfatlar çok fazla çözünür haldedirler.** Sülfatların müşil etkisi, koroziyifliğı ve taş (kabuk) yapma özellikleri nedeniyle sularda fazla miktarda bulunması istenmez.

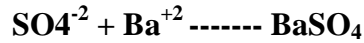
Yakıtların yanmasıyla atmosferik kükürt dioksit (SO<sub>2</sub>) meydana gelir. Minerallerin kavrulması işleminden sülfat sulara verilir. Kükürt trioksit (SO<sub>3</sub>) kükürt dioksitin katalitik oksitlenmesiyle meydana gelir ve su buharıyla birleşerek H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> teşekkül eder. Buda asit yağmuru veya karı şeklinde çöker. Suda sülfat genellikle yüksek konsantrasyonlarda bulunabilir, çünkü kayalardan çözeltilmeye geçen katyonlar genellikle sülfatla, çözünebilen bileşikler verirler. Suda yüksek sülfat konsantrasyonu dağıtma sistemlerindeki, bilhassa düşük alkalinite olduğu zaman, metallerin korozyonuna sebep olur. Fazla sülfatlı suların beton ile teması sonucunda, betonla sülfat reaksiyona girerek **sülfat korozyonu** denilen olay meydana gelmektedir.

Bu olay betonun dağılmasına ve dökülmesine yol açtığı için son derece önemlidir. Sülfat indirgenmesi, sülfatın çeşitli mikroorganizmaların etkisi ile bozunması ve sülfürlere dönüşmesidir. Böyle sularda sülfür kokusu yanında kısmen daha yüksek CO<sub>2</sub> görülür.



### C. ÖLÇÜM HESABI

Sülfat tayini için en yaygın kullanılan yöntemler gravimetrik ve türbidimetrik yöntemlerdir. Bu deneyde türbidimetrik yöntem kullanılacaktır. Türbidimetrik analiz koloidal parçacıklar içeren bulanık bir çözeltinin ışığı saçma özelliğini temel alır. Çözeltinin bulanıklığı ile bu bulanıklığı yaratan maddenin derişimi arasında bir ilişki vardır. Bu ilişki kalibrasyon eğrilerinin hazırlanması ile belirlenir. Suda bulunan sülfat iyonu, suya  $Ba^{+2}$  iyonlarının eklenmesi ile asidik koşullarda  $BaSO_4$  kristalleri oluşturur.



$BaSO_4$  kolloid bir çözelti oluşturur. Suda ne kadar çok  $SO_4^{-2}$  iyonu varsa,  $Ba^{+2}$  eklenmesinden sonra ( $BaCl_2$  şeklinde) o kadar fazla bulanıklık oluşur.

### D. NUMUNELERİN KORUNMASI

Organik maddelerin varlığında belli bakteriler  $SO_4^{-2}$  iyonunu  $S^{-2e}$  indirger. Bunun için numuneler  $+4^0C$ 'de korunmalıdır.

### E. GİRİŞİMLER VE GİDERİLMELERİ

Bu yöntem ile 1-200mg/L arası derişimler ölçülebilir. Ancak 40mg/L üzerindeki sülfat derişimlerinde,  $BaSO_4$  süspansiyonunun stabilitesi azaldığından, methodun güvenilirliği düşmektedir. Renkli ve askıda katı maddeler yüksek derişimlerde girişim yapabilir. Girişim oluşturan diğer bir madde 500mg/L üzerinde derişimlerde  $SiO_2$ 'dir. Yüksek derişimlerde organik madde de  $BaSO_4$  kolloidlerinin oluşumlarını engelleyebilir.

### F. REAKTİFLER:

**Asetatlı Tampon Çözeltisi :** 30 g  $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ , 5 g  $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ , 1 g  $KNO_3$  ve 20 ml  $CH_3COOH$  500 ml saf suda çözülerek 1 litreye tamamlanır. Eğer  $SO_4^{-2}$  konsantrasyonu 10 mg/l'den daha az ise bu çözelti hazırlanırken 0.111 g  $Na_2SO_4$  eklenmelidir.

**Baryum Klorür:** Kristal  $BaCl_2$ .

**1-Stok Sülfat Çözeltisi :** 0.1479 g susuz  $Na_2SO_4$  saf suda çözülerek 1 litreye tamamlanır. 1 ml=100  $\mu g$   $SO_4^{-2}$  (100 mg/l)



## G. DENEYİN YÜRÜTÜLÜŞÜ

Kalibrasyon eğrisinin hazırlanması için, 1 kör çözelti ve 5 tane standarda gerek vardır. Kör ve standartların hazırlanması sırasında 50mL'lik balon jöjeler kullanılır. Daha sonra örnekler 50mL erlene aktarılır. 100 ppm'lik stok çözeltiden aşağıda belirtilen hacimler 500 ml'ye alınarak 5-40 ppm arasında standartlar hazırlanır.

<b>Konsantrasyon</b>					
<b>C (mg/l)</b>	<b>5</b>	<b>10</b>	<b>20</b>	<b>30</b>	<b>40</b>
<b>V (mg/l)</b>	<b>25</b>	<b>50</b>	<b>100</b>	<b>150</b>	<b>200</b>
<b>Absorbans</b>	<b>0.040-0.050</b>	<b>0.090-0.100</b>	<b>0.180-0.200</b>	<b>0.280-0.300</b>	<b>0.380-0.400</b>

- Numune ve hazırlanan standartlardan 50 ml alınır.
- 50 ml saf su üzerine 10 ml asetatlı tampon çözeltisi ilave edilerek spektrofotometre 420 nm'de zero'lanır.
- Standartlardan başlayarak; sırayla önce en düşük standardın üzerine 10 ml asetatlı tampon çözeltisi eklenir. Manyetik karıştırıcıda karıştırma esnasında, yaklaşık 1 g (1 spatül) BaCl<sub>2</sub> kristali eklenir. Sabit hızda 1 dk. karıştırılır. Spektrofotometrede 420 nm dalga boyunda okunan absorbansı kaydedilir.
- Diğer standartların ayrı ayrı herbirine ve numuneye de aynı işlemler yapılır. (Karıştırma sonunda spektrofotometrede okuma  $5 \pm 0.5$  dakikada tamamlanmalıdır.)
- Hazırlanan Kalibrasyon grafiğinden konsantrasyonu bilinmeyen numunenin konsantrasyonu hesaplanır.