

1. SU ANALİZLERİ

1.1.Sularda Sertlik Tayini

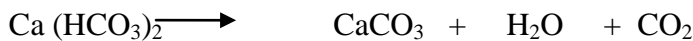
Suyun sağlandığı kaynaklar, yağış suyu, (kar, yağmur vb.) yüzey suyu (göl, ırmak vb.) deniz suyu ve yer altı suyu (kaynak, kuyu vb) olmak üzere dört grupta sınıflandırılmaktadır. Gıda endüstrisinde en çok yer altı suları kullanılmaktadır. Suyun doğal bileşimi; bölgeye düşen yağışa, suyun yeraltında iken veya çıkarılırken ya da yeryüzüne çıkarken temas ettiği maddelere bağlı olarak değişmektedir. Kullanım suyu açısından, sudaki organik madde, inorganik madde ve mikroorganizma yükü önemlidir. Genel olarak kaynak derinleştikçe sudaki inorganik bileşikler artmakta, yüzeye doğru çıkıldıkça azalmaktadır. Buna karşılık organik madde ve mikroorganizma yükü kaynak derinleştikçe azalmakta ve yüzeye çıkıldıkça artmaktadır.

Gıda ile doğrudan ilişkide bulunan kullanım suyunun kimyasal özellikler (pH, çözülmüş haldeki katı madde veya gazlar, sertlik derecesi gibi), fiziksel özellikler (renk, koku, tat, bulanıklık gibi), ve mikrobiyolojik özellikler (içerdiği algler, patojen ve patojen olmayan mikroorganizmalar gibi) bakımından içme suyu niteliğinde olmadı genel bir kuraldır. İçme suyunda aranılan niteliklerle ilgili mevzuat ile belirtilmektedir. Ülkemizde içme suyu ile ilgili belirlemeler, TS 266 nolu İçme Suyu Standardı ile Sağlık Bakanlığı'nın "İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik" te bulunmaktadır.

Suyun sertliği geçici ve kalıcı sertlik olmak üzere ikiye ayrılır ve suda sertlik çözülmüş Ca^{+2} ve Mg^{+2} tuzlarından ileri gelir.

1.1.1. Geçici sertlik

Kalsiyum ve magnezyum karbonat ve bikarbonatlarından ileri gelen sertliktir. Buna karbonat sertliği de denilmektedir. Geçici sertlik, suyu kaynatmakla giderilebilir. Geçici sertliği oluşturan kalsiyum ve magnezyum bikarbonat tuzu, ısı ile ayrıştığında $CaCO_3$ ve $Mg(OH)_2$ oluşmaktadır. Bu iki bileşik çökelerek ayrılmaktadır. Oluşan her iki çözeltinin çözünürlüğü sıcaklıkla ters orantılıdır.



1.1.2. Kalıcı sertlik

Kalsiyum ve magnezyumun klorür, nitrat, sülfat, silikat ve fosfatlarından ileri gelen sertlikler suyu kaynatmakla giderilmez.

Sertlik bütünü ise;

$$\text{Sertlik bütünü} = \text{Kalıcı sertlik} + \text{Geçici sertlik}$$

Gıda endüstrisinde su çok amaçlı kullanılmaktadır. Gıda endüstrisinde suyun kullanım amacına göre sınıflandırılması Çizelge 1.1’de verilmiştir.

Çizelge 1.1. Gıda endüstrisinde suyun kullanım amacına göre sınıflandırılması

İçme suyu	Kullanım suyu	Diğer
a) Hammedde taşıma suyu	a) Yangın söndürme	
b)Yıkama suyu	b)Atık uzaklaştırma	
c) Hazırlama suyu		
--haşlama		
--yumuşatma		
--salamura		
--soğutma		
--şurup		
d)Dolaylı Isıtma ve Soğutma		
--otoklav		
--plakalı veya tubular ısı		
değiştirici		
kutu soğutma		
e) Temizleme		
--işletme		
--araç ve gereç		
f)Kazan Besleme		

1.1.3. Sertlik Birimleri

Sularda sertliğin kimyasal birimi Dünya Sağlık Teşkilatı'nca mval/l olarak benimsenmiştir. Bunun dışında Alman sertlik derecesi, Fransız sertlik derecesi, İngiliz sertlik derecesi, Amerikan sertlik derecesi veya ppm birimleri de kullanılmaktadır.

Alman sertlik derecesi: 100 mL'sinde 1 mg CaO'e eşdeğer Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonu içeren suyun sertliğine 1 Alman sertlik derecesi (1 A°S) denir.

Fransız sertlik derecesi: 100 mL'sinde 1 mg $CaCO_3$ 'a eşdeğer Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonu içeren suyun sertliğine 1 Fransız sertlik derecesi (1 F°S) denir.

İngiliz sertlik derecesi: 70 mL'sinde 1 mg $CaCO_3$ 'a eşdeğer Ca^{+2} ve Mg^{+2} iyonu içeren suyun sertliğine 1 İngiliz sertlik derecesi (1 İ°S) denir.

1 Alman sertlik derecesi = 1,25 İngiliz sertlik derecesi

1 Alman sertlik derecesi = 1.78 Fransız sertlik derecesi

Bu birimlerin birbirine dönüştürülmesinde kullanılan katsayılar Çizelge 1.2'de yer almaktadır. Suların sertlik derecelerine 6 gruba ayrılmaktadır (Çizelge 1.3).

Çizelge 1.2. Değişik sertlik birimlerinin birbirine dönüşüm katsayısı

	mval / L	ASD	İSD	FSD	ppm
mval / L	1.000	2.800	0.3510	5.000	50.000
ASD	0.357	1.000	1.250	1.790	17.850
İSD	0.286	0.800	1.000	1.430	14.300
FSD	0.200	0.560	0.700	1.000	10.000
ppm	0.020	0.056	0.070	0.100	1.000

Çizelge 1.3. Sertlik derecelerine göre suların sınıflandırılması

Sertlik Bütünü (ASD)	Tanım
0-4	Çok yumuşak
4-8	Yumuşak
8-12	Orta sert
12-18	Oldukça sert
18-30	Sert
>30	Çok sert

1.1.4. Geçici sertlik tayini

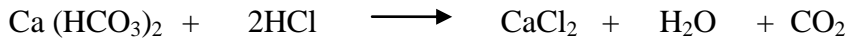
Gerekli çözeltiler

*HCl çözeltisi (0,1 N)

*Metiloranj: 0.5 g metiloranj (Na-tuzu) 100 ml damıtık su içinde çözülür.

Deneyin yapılışı:

Sertliği tayin edilecek su filtre kağıdından süzülür. Daha sonra 100 ml süzüntü alınır. Üzerine 1-2 damla metiloranj damlatılır ve 0.1 N HCl ile kırmızı renge kadar titre edilir, ısıtılır. Isıtma sonucunda rengin sarıya dönmesi halinde yeniden asit ilave edilerek titrasyona devam edilir.



Sonucun hesaplanması:

Geçici sertlik (A°S) = a x f x 2,8 (A°S)

a= titrasyonda harcanan 0.1 N HCl çözeltisi (mL)

f= kullanılan HCl çözeltisinin faktörü

1.1.5. Sertlik bütünü tayini

EDTA dört tane hidrojen iyonu verebilen bir organik asittir. EDTA' nın formülün H4Y şeklinde de gösterebiliriz. Titrasyonlarda EDTA' nın suda çözünür sodyum tuzu olan Na₂H₂Y.2H₂O kullanılır. Bu tuz birincil standart madde (çözeltiyi ayarlama da kullanılan çok saf madde) olarak kullanılır. Alkali metaller dışında tüm metal iyonlarıyla 1:1 mol oranında kompleks verir.

Kompleks oluşum sabiti oldukça küçük olan Ca⁺², Mg⁺² gibi iyonların EDTA ile titrasyonu bazik ortamda yapılırken, kararlı kompleks oluşturan Zn⁺², Ni⁺², Al⁺³, Fe⁺³ gibi iyonların titrasyonu zayıf bazik veya asidik ortamlarda yapılabilir. Kompleks oluşumunun pH'a bağımlılığı nedeniyle titrasyon ortamının belli pH'a tamponlanması gerekir. EDTA titrasyonlarında ortamın pH'ı kadar kullanılacak indikatör de çok önemlidir. İndikatör olarak genellikle metal iyon indikatörleri kullanılır. Bu indikatörler metal iyonlarıyla renkli kompleksler yapan organik boyalardır. Eriochrome Black T (Erio T) bu tür indikatörlerin tipik örneğidir ve çok yaygın olarak kullanılır.

Gerekli çözeltiler:

***EDTA (0.1 N)**

***ErioT indikatörü**

Deneyin yapılışı:

Eriochrome Black T (Erio T) İndikatörünün Hazırlanması: Eriochrome Black T boyası, 1-(1-hidroksi-2- naftilazo)-5 nitro-2-naftol-4-sülfonik asidin soydum tuzudur. Renk indisinde No.203 ile ifade edilir. İndikatör çözeltisinin hazırlanmasında aşağıdaki formüllerden herhangi biri kullanılır:

- 20 gram NaCl tartılır. Havanda iyice toz haline getirilir. Bunun üzerine 0,1 g Eriochrome Black T eklenir ve havanda iyice öğütülerek karıştırılır. Ağzı kapalı bir şişede saklanır. Bir titrasyon için 30–40 mg yeterlidir.
- 0,5 g Eriochrome Black T'nin 100 mL %95 lik etil alkolde çözünmesi ile hazırlanabilir. Çözelti yaklaşık bir ay kullanılabilir. İçine eklenecek az miktardaki sodyum borat veya benzeri bir koruyucu (% 2'lik NH₄Cl ve % 2'lik NH₄OH çözeltisi, trietanol amin v.b) daha uzun süre saklanabilmesini sağlar.
- 0,5 g Eriochrome Black T, 100g trietanolamin (2,2',2''- nitrilotrietanol) veya 2-metoksimetanol (etilen glikol monmetil eter) içinde çözülür.

0,01 M EDTA Çözeltisinin Hazırlanması: 3,723 g EDTA disodyum tuzu hassas tartım yapılarak 1 litrelik balonjojeye konur. Önce az miktarda damıtık suda çözülür, daha sonra litreye tamamlanır.

Tampon Çözeltisinin Hazırlanması: Titrasyon ortamında pH'ın yaklaşık 10 dolayında olması gerekir. Bunun için bazik tampon çözeltisi kullanılır. Tampon çözeltisi hazırlamak için; 100 ml lik balon joje alınır. İçersine bir miktar saf su konur. Daha sonra 6,75 g NH₄Cl tartılarak ilave edilir. 58 mL derişik amonyak ilave edilir. Seviye çizisine kadar saf su ile doldurulur.

EDTA ile Sertlik Tayininin Uygulanışı:

Sertlik tayini yapılacak sudan 50 ml alınır ve 250 mL'lik bir erlene konur. Eriochrome Black T indikatörü katılır. 1 mL tampon çözeltisi eklenir. EDTA ile gök mavisi olana kadar titre edilir. Sudaki toplam sertlik (Sertlik bütünü) ppm (mg/L) CaCO₃ olarak hesaplanır.

Sonucun hesaplanması:

$$\text{Sertlik bütünü (ppm CaCO}_3) = \frac{V_{\text{EDTA}} \times N_{\text{EDTA}} \times (M_{\text{CaCO}_3} / 2) \times 1000}{\text{Alınan örnek miktarı (mL)}}$$

Burada;

V_{EDTA} : Harcanan EDTA'nın hacmi (mL)

N_{EDTA} : EDTA'nın normalitesi

M_{CaCO_3} : CaCO₃ molekül ağırlığı (100 g / mol)

1.1.6. Sularda sertliğin gıda endüstrisi açısından önemi

- Suyun geçici sertliği, içecek ve salamura hazırlamada asit miktarını etkilemektedir. 1 Alman sertlik derecesindeki su litrede 27 mg tartarik, 25 mg sitrik ve 32.1 mg laktik asidi nötrlemekte ve bu yolla çözeltiliye %0.15 oranında katılan sitrik asidin yaklaşık %33'ünün beklenen etkisi ortadan kalmış olmaktadır.
- Çok yumuşak su ise CaCO₃ koruyucu tabakasının oluşmasını ve sudaki karbonik asitlerin etkisiyle boruların korozyonuna neden olmaktadır.
- İçme suyu için en iyisi orta sertlikteki sudur. Yumuşak su tadı yavan olması, aşırı sert su ise bağırsak bozukluklarına neden olması yüzünden tercih edilmez.
- Sertlik derecesi yüksek su, ev işlerinde olduğu gibi, teknolojik işlemlerde de çoğu kez amaca uygun değildir. Sebzelerin haşlanması kullanılan yumuşatma suyunun sertliği çok önemlidir. Çok sert su işlenen sebzenin sertleşmesine neden olurken, çok yumuşak su ürünün yumuşayıp parçalanmasına neden olmaktadır. Bu nedenle, bir çok sebzenin haşlanmasında kullanılan suyun sertliği 8 -10 A°S derecesinde bulunmalıdır. Kurutulmuş meyve ve sebzelerin rehidrasyonu sert su kullanıldığında güçleşmektedir.
- Diğer taraftan pişirme, ısıtma, evaporasyon vb. işlemler sırasında sert sudan Ca, Mg, Fe ve Mn tuzu ayrılarak kazan taşı oluşmaktadır. Bu olay ısı iletimini güçleştirerek enerji kaybına ve bazen de sıcak su iletim borularının tıkanmasına neden olmaktadır.
- Şişe ve diğer araç- gerecin sabunla yıkanmasında kullanılan su sert olduğu takdirde yağ asitleri ile Ca ve Mg tuz oluşturmaktadır. Bu olay sonucunda köpük oluşumu azalmakta, yıkama etkisi düşmekte ve yüzeyde katı bir tabaka oluşmaktadır. Temizlikte %1 -3 konsantrasyonda NaOH içeren temizlik çözeltileri kullanıldığında

ise sudaki bikarbonatlar karbonatlara dönüşerek alet ve ekipmanların kısa sürede taşla kaplanıp kullanılmaz duruma gelmesine neden olmaktadır.

Yukarıda özet olarak değinilen nedenlerle, içme ve gıda endüstrisi kullanım suyunda sertliğin giderilmesi en önemli su hazırlama işlemini oluşturmaktadır.