

Bu kitaba sığmayan
daha neler var!

eba
www.eba.gov.tr



Karekodu okut, bu kitapla
ilgili EBA içeriklerine ulaş!

Teknoloji Yolculuğumuz



**BU DERS KİTABI MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞINCA
ÜCRETSİZ OLARAK VERİLMİŞTİR.
PARA İLE SATILAMAZ.**

ISBN: 978-975-11-7836-7

Bandrol Uygulamasına İlişkin Usul ve Esaslar Hakkında Yönetmeliğin Beşinci Maddesinin
İkinci Fıkrası Çerçevesinde Bandrol Taşınması Zorunlu Değildir.

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI ENDÜSTRİYEL NİCEL ANALİZ 11-12 Ders Materyali

MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ
KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

**ENDÜSTRİYEL
NİCEL ANALİZ**

11-12
DERS MATERYALİ



MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ
KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

ENDÜSTRİYEL NİCEL ANALİZ

DERS MATERYALİ

YAZARLAR

Alper GÜLGEN

Burcu ULUDERE

Hilal KARAKOCALIOĞLU

Hüseyin İCİK



MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI YAYINLARI.....: 9445

YARDIMCI VE KAYNAK KİTAPLAR DİZİSİ.....: 3105

Her hakkı saklıdır ve Millî Eğitim Bakanlığına aittir. Ders materyalinin metin, soru şekilleri kısmen de olsa hiçbir surette alınıp yayımlanamaz.

HAZIRLAYANLAR

DİL UZMANI	Mehtap İŞYAR
PROGRAM GELİŞTİRME UZMANI	Zeki BİLGİLİ
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME UZMANI	Kezban Saliha PEHLİVAN
REHBERLİK UZMANI	Gülşen YALIN
GÖRSEL TASARIM UZMANI	Mehmet KONUK
GRAFİK TASARIM UZMANI	Esra SARIARSLAN

ISBN: 978-975-11-7836-7

Millî Eğitim Bakanlığının 24.12.2020 gün ve 18433886 sayılı oluru ile Meslekî ve Teknik Eğitim Genel Müdürlüğünce ders materyali olarak hazırlanmıştır.

BASKI

Ayrıntı Basım Yayım ve Mat. Hiz. Sanayi Ticaret A.Ş.
Saray Mahallesi 126. Cadde No: 20
Kahramankazan/Ankara
Sertifika No: 49599



İSTİKLÂL MARŞI

Korkma, sönmez bu şafaklarda yüzen al sancak;
Sönmeden yurdumun üstünde tüten en son ocak.
O benim milletimin yıldızıdır, parlayacak;
O benimdir, o benim milletimindir ancak.

Çatma, kurban olayım, çehreni ey nazlı hilâl!
Kahraman ırkıma bir gül! Ne bu şiddet, bu celâl?
Sana olmaz dökülen kanlarımız sonra helâl.
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl.

Ben ezelden beridir hür yaşadım, hür yaşarım.
Hangi çılgın bana zincir vuracakmış? Şaşarım!
Kükremiş sel gibiyim, bendimi çiğner, aşarım.
Yırtarım dağları, enginlere sığmam, taşarım.

Garbın âfâkını sarmışsa çelik zırhlı duvar,
Benim iman dolu göğsüm gibi serhaddim var.
Ulusun, korkma! Nasıl böyle bir imanı boğar,
Medeniyet dediğin tek dişi kalmış canavar?

Arkadaş, yurduma alçakları uğratma sakın;
Siper et gövdeni, dursun bu hayâsızca akın.
Doğacaktır sana va'dettiği günler Hakk'ın;
Kim bilir, belki yarın, belki yarından da yakın.

Bastığın yerleri toprak diyerek geçme, tanı:
Düşün altındaki binlerce kefensiz yatanı.
Sen şehit oğlusun, incitme, yazıktır, atanı:
Verme, dünyaları alsan da bu cennet vatanı.

Kim bu cennet vatanın uğruna olmaz ki feda?
Şüheda fışkıracak toprağı sıksan, şüheda!
Cânı, cânânı, bütün varımı alsın da Huda,
Etmesin tek vatanımdan beni dünyada cüda.

Ruhumun senden İlahî, şudur ancak emeli:
Değmesin mabedimin göğsüne nâmahrem eli.
Bu ezanlar -ki şehadetleri dinin temeli-
Ebedî yurdumun üstünde benim inlemeli.

O zaman vecd ile bin secde eder -varsa- taşım,
Her cerîhamdan İlahî, boşanıp kanlı yaşım,
Fışkırır ruh-ı mücerret gibi yerden na'sım;
O zaman yükselerek arşa değer belki başım.

Dalgalan sen de şafaklar gibi ey şanlı hilâl!
Olsun artık dökülen kanlarımın hepsi helâl.
Ebediyyen sana yok, ırkıma yok izmihlâl;
Hakkıdır hür yaşamış bayrağımın hürriyyet;
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl!

Mehmet Âkif Ersoy

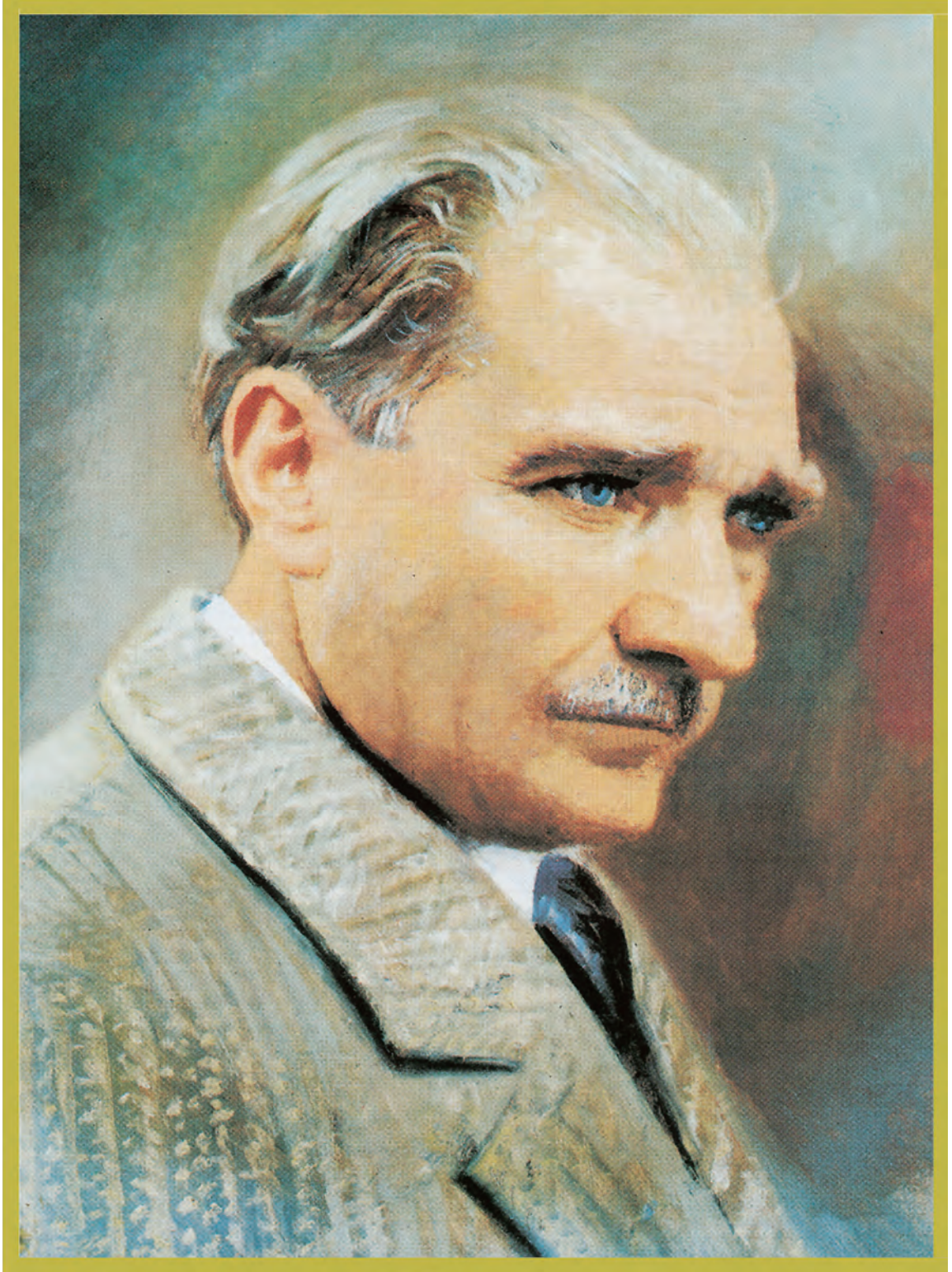
GENÇLİĞE HİTABE

Ey Türk gençliği! Birinci vazifen, Türk istiklâlini, Türk Cumhuriyetini, ilelebet muhafaza ve müdafaa etmektir.

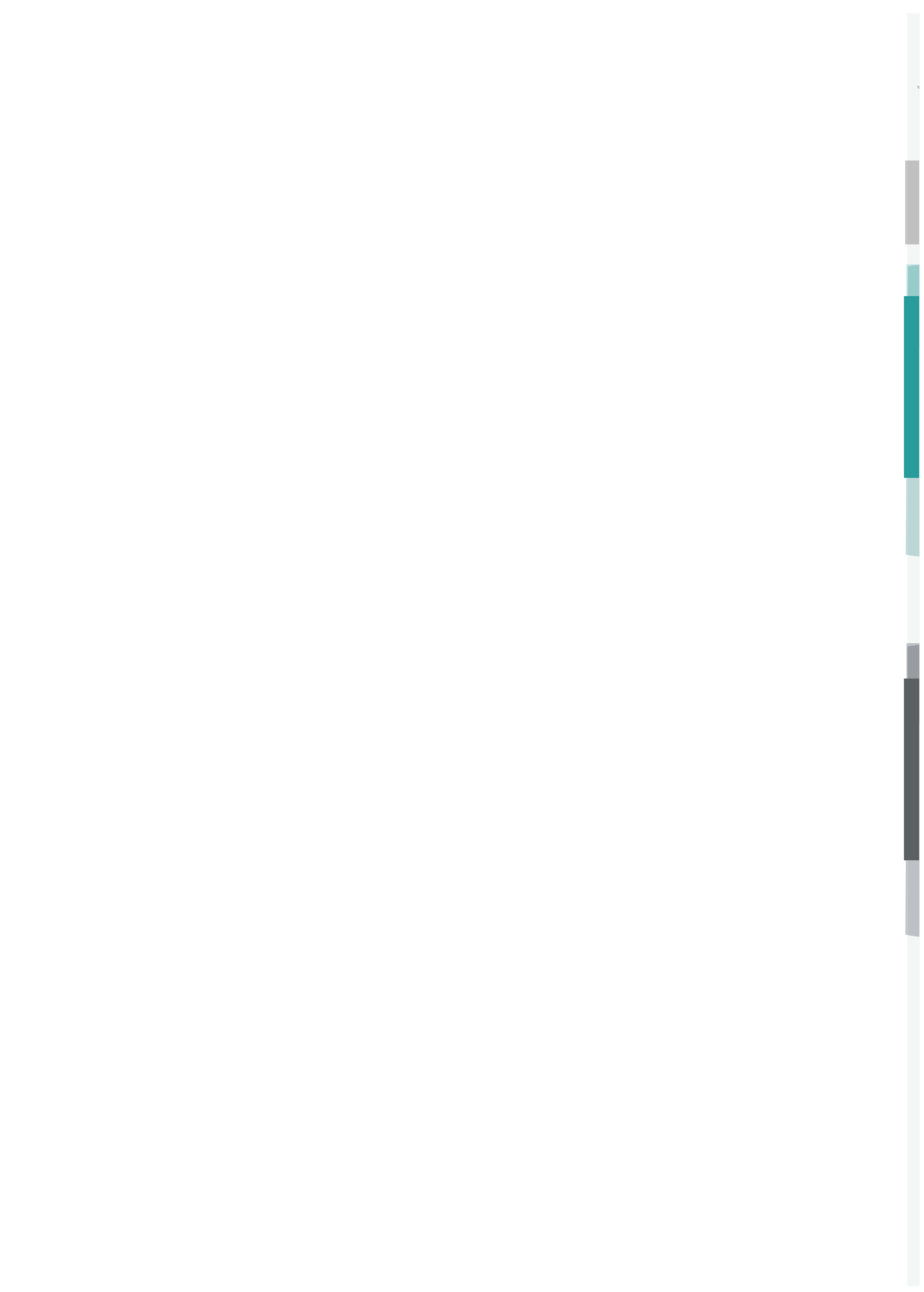
Mevcudiyetinin ve istikbalinin yegâne temeli budur. Bu temel, senin en kıymetli hazinendir. İstikbalde dahi, seni bu hazineden mahrum etmek isteyecek dâhilî ve hâricî bedhahların olacaktır. Bir gün, istiklâl ve cumhuriyeti müdafaa mecburiyetine düşersen, vazifeye atılmak için, içinde bulunacağın vaziyetin imkân ve şeraitini düşünmeyeceksin! Bu imkân ve şerait, çok namüsaî bir mahiyette tezahür edebilir. İstiklâl ve cumhuriyetine kastedecek düşmanlar, bütün dünyada emsali görülmemiş bir galibiyetin mümessili olabilirler. Cebren ve hile ile aziz vatanın bütün kaleleri zapt edilmiş, bütün tersanelerine girilmiş, bütün orduları dağıtılmış ve memleketin her köşesi bilfiil işgal edilmiş olabilir. Bütün bu şeraitten daha elîm ve daha vahim olmak üzere, memleketin dâhilinde iktidara sahip olanlar gaflet ve dalâlet ve hattâ hıyanet içinde bulunabilirler. Hattâ bu iktidar sahipleri şahsî menfaatlerini, müstevlîlerin siyasî emelleriyle tevhit edebilirler. Millet, fakr u zaruret içinde harap ve bîtap düşmüş olabilir.

Ey Türk istikbalinin evlâdı! İşte, bu ahval ve şerait içinde dahi vazifen, Türk istiklâl ve cumhuriyetini kurtarmaktır. Muhtaç olduğun kudret, damarlarındaki asil kanda mevcuttur.

Mustafa Kemal Atatürk



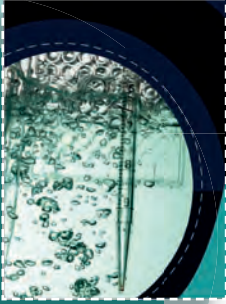
MUSTAFA KEMAL ATATÜRK





İÇİNDEKİLER

DERS MATERYALİNİN TANITIMI	12
GÜVENLİK İŞARETLERİ.....	16



1. ÖĞRENME BİRİMİ SULARDA FİZİKSEL KONTROLLER VE ANALİZLERİ..... 18

1.1. SU	20
1.1.1. Suyun Fiziksel Özellikleri	20
1.1.2. Suyun Kimyasal Özellikleri	20
1.2. SU ANALİZLERİ	21
1.2.1. Bulanıklık ve Renk Analizi	21
1.2.2. Sertlik Analizi.....	24
1.2.3. Karbonat ve Bikarbonat Analizi.....	28
1.2.4. Klorür Analizi	34
1.2.5. Sülfat Analizi	37
1.2.6. Organik Madde Analizi	41
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	44



2. ÖĞRENME BİRİMİ ÇİMENTO ANALİZLERİ46

2.1. ÇİMENTO	48
2.2. ÇİMENTONUN HAM MADDELERİ VE BİLEŞENLERİ	48
2.2.1. Kalsiyum Silikatlar ($C_2S - C_3S$)	48
2.2.2. Kalsiyum Alüminatlar ($C_3A - C_4AF$).....	49
2.2.3. Kalsiyum Sülfatlar ($C\bar{S}.2H$).....	49
2.3. ÇİMENTO ÇEŞİTLERİ.....	50
2.3.1. Portland Çimento	50
2.3.2. Puzolan Çimento	50
2.3.3. Portland Kompoze Çimento.....	50
2.3.4. Yüksek Fırın Cürüflü Çimento	51
2.3.5. Kompoze Çimento	51
2.4. ÇİMENTOYA YAPILAN ANALİZLER	51
2.4.1. SiO_2 Analizi	52
2.4.2. CaO Analizi	54
2.4.3. MgO Analizi.....	58
2.4.4. SO_3 Analizi	60
2.4.5. Fe_2O_3 Analizi	63
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	67



3. ÖĞRENME BİRİMİ CAM ANALİZLERİ70

- 3.1. CAM72
 - 3.1.1. Camın Bileşenleri 72
 - 3.1.2. Cam Çeşitleri73
- 3.2. CAMA YAPILAN ANALİZLER 75
 - 3.2.1. X Işını Floresans Spektroskopisi (XRF) Cihazı ile Cam Analizleri 75
 - 3.2.2. Cam Ham Maddelerine Yapılan Analizler78
 - 3.2.3. Mamul Camda Yapılan Analizler 79

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME81



4. ÖĞRENME BİRİMİ TİCARİ GÜBRE ANALİZLERİ.....82

- 4.1. GÜBRE 84
- 4.2. GÜBRE ÇEŞİTLERİ 85
 - 4.2.1. Organik Gübreler..... 85
 - 4.2.2. Kimyasal Gübreler 87
- 4.3. TİCARİ GÜBRELERE YAPILAN ANALİZLER..... 88
 - 4.3.1. Nem Analizi88
 - 4.3.2. Serbest Asitlik Analizi91
 - 4.3.3. Azot Analizi95
 - 4.3.4. Potasyum Analizi 98
 - 4.3.5. Fosfor Analizi 103

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 108



5. ÖĞRENME BİRİMİ SABUN ANALİZLERİ.....110

- 5.1. SABUN112
- 5.2. SABUNA YAPILAN ANALİZLER 114
 - 5.2.1. Toplam Serbest Alkali Analizi 114
 - 5.2.2. Etil Alkolde Çözünmeyen Madde Analizi117
 - 5.2.3. Nem (Rutubet) ve Uçucu Madde Analizi 120

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 122



6. ÖĞRENME BİRİMİ DETERJAN ANALİZLERİ124

6.1. DETERJANLAR126

6.2. DETERJANLARA YAPILAN ANALİZLER 128

6.2.1. Klorür Analizi 128

6.2.2. Köpüklenme Miktarı Analizi 131

6.2.3. Suda Çözünmeyen Madde Analizi 132

6.2.4. Toz Deterjanda Fosfat ve Silikat Analizi135

6.2.5. Çamaşır Suyunda Aktif Klor Analizi142

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME144



7. ÖĞRENME BİRİMİ GIDALARDA KİMYASAL ANALİZLER ...146

7.1. GIDA 148

7.2. GIDALARA YAPILAN ANALİZLER 148

7.2.1. Süt Ürünlerinde Yağ Analizi148

7.2.2. Peynirde Toplam Kuru Madde Analizi152

7.2.3. Peynirde Tuz Analizi155

7.2.4. Gıda Ürünlerinde Protein Analizi 157

7.2.5. Bitkisel Yağlarda Toplam Asitlik Analizi 162

7.2.6. Bitkisel ve Hayvansal Yağlarda İyot Sayısı Analizi 165

7.2.7. Meyve ve Sebze Mamullerinde Askorbik Asit Analizi170

7.2.8. Sirkede Toplam Asitlik Analizi 174

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME177

CEVAP ANAHTARI179

KAYNAKÇA.....181



DER S MATERYALİNİN TANITIMI

Öğrenme biriminin numarasını gösterir.

Öğrenme biriminin adını gösterir.

4. ÖĞRENME BİRİMİ

TİCARİ GÜBRE ANALİZLERİ

KONULAR

- 4.1. GÜBRE
- 4.2. GÜBRE ÇEŞİTLERİ
- 4.3. TİCARİ GÜBRELERE YAPILAN ANALİZLER

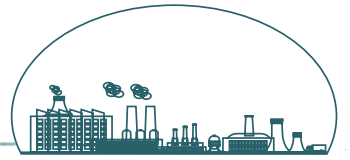
HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Bitkiler büyümek, yapraklanmak ve tohumlanmak için su ve gün ışığının yanında besine de ihtiyaç duyarlar. Bitkilerin besin ihtiyacını karşılamakta toprak yetersiz kaldığında takviye olarak gübre kullanılır. Bitki ve toprağın özellikleri dikkate alınarak seçilen gübrelerde nelere dikkat edilmelidir, tartışınız.

Öğrenme biriminde yer alan konuların başlıklarını ve sırasını gösterir.

Konuya dikkat çekmek, bilgi ve becerilere yönelik merak oluşturmak için yapılacak ön çalışmayı gösterir.

Etkileşimli kitap, video, ses, animasyon, uygulama, oyun, soru vb. ilave kaynaklara ulaşabileceğiniz karekodu gösterir.



3. ÖĞRENME BİRİMİ

3.1. CAM



Silis kumu, kalker, dolomit ve felspat gibi ham maddelerin belirli oranda karıştırılıp yüksek sıcaklıklarda eritilmesi ile oluşan saydam malzemeye cam adı verilir (Görsel 3.1). Cam, amorf yapılı bir katedir.

Cam, MÖ 2500 yılından beri bilinen ve çeşitli amaçlar için kullanılan bir maddedir. Arkeolojik kanıtlar camın Mezopotamya'da keşfedildiğini göstermektedir. Camı pencere ve dekoratif aksesuar olarak kullanan ilk medeniyet Roma'dır.

Cam, keşfedilişinden günümüze kadar, bir taraftan çeşitleri artarken, diğer taraftan da kullanıldığı yerler her geçen gün daha da genişlemiştir, zamanla vazgeçilmez bir tüketim maddesi haline gelmiştir. Gözden inşaat, uzaycilardan denizcilğe, otomotivden mobilyaya kadar çok farklı sektörlerde kullanılan önemli bir malzemedir. Şüphesiz, camın bu kadar geniş kullanımının nedeni, üstün niteliklere sahip olmasıdır.

Cam, yapısına katılan farklı maddelere göre farklı özellikler kazanır. Camlar kullanım amaçlarına göre çeşitli özelliklerde hazırlanmaktadır.

3.1.1. Camın Bileşenleri

Camın hemen hemen %90' ı kuvars, kalker ve sodadan oluşur. Camın üretim amaçlarına göre renk gibi farklı özellikler veren boraks, kurşun, kobalt, krom, uranyum, nikel, selenyum ve bakar oksitleri gibi çeşitli maddeler de eklenir. Camın bileşimine giren maddeler uç bubu ayrılabilir; Bunlar; cam haline gelebilen oksitler, eriticiler ve stabilizatörler biçiminde sınıflandırılır. Farklı renklere cam elde etmek için kullanılan yardımcı bileşenler de bulunmaktadır.

Cam Haline Gelebilen Oksitler

Bu oksitler ağırlıklı olarak kullanılabilir. SiO₂, ağırlıklı olarak cam üretiminde temel malzemedir. Cam üretiminde kullanılan kum, saf kuvars kumudur. Camın %70' kadar SiO₂, %10' ı bileşim ağırlıklı olarak kullanılır. Camın ısıya dayanma özelliğini katar. B₂O₃ içeren camlar **pyrex** (payreks) olarak adlandırılır ve laboratuvar malzemeleri yapımında kullanılır.


Eriticiler

Cam oluşturan maddelerin erime noktalarının düşmesini sağlayan maddelerdir. Erime sırasında ağırlıklı olarak camın yapısını değiştiricileri için **modifikatör** olarak da adlandırılır. Na₂CO₃ en yaygın kullanılan eriticidir. Yüksek sıcaklıkta karbonatın, CO₂ oluşturmaya üzere bozunması camın yapısında Na₂O olarak kalır.

== 76 ==

Öğrenme biriminin ayrıldığı bölümlerin adını ve numarasını gösterir.

2. ÖĞRENME BİRİMİ



1800'lü yıllarda başlatılan çimento, günümüz yapı sektörünün de çok kullandığı en önemli inşaat malzemelerindendir.

Çimento; Fe₂O₃, CaO, SiO₂, Al₂O₃ ve az miktarda MgO içeren ham maddelerin yüksek sıcaklıkta yakılduktan sonra alçı ve bazı maddelerin ilave edilip öğütülmesiyle elde edilen **bağlayıcı** bir malzemedir (Görsel 2.1). Bağlayıcılık görevini su ile reaksiyona girildikten sonra kazandığı için **hidrolik bağlayıcı** olarak da tanımlanır.

Çimento haline getirilen çimentonun, havada veya suda yavaş yavaş sertleşmesine geçtikten sonra herhangi bir maddede kullanılmadıkça yaklaşık olarak 10 saatte kavrılır.

== 77 ==

Konu ile ilgili dikkat çekici bilgilerin yer aldığı bölümdür.

BİLGİ NOTU Çimento kelimesi, Latince **yonulmuş taş kırıntısı** anlamındaki **caementum** kelimesinden türemiştir.

2.2. ÇİMENTONUN HAM MADDELERİ VE BİLEŞENLERİ

Çimento üretiminde mermer, kireç taşı, kili, silis ve demir cevheri gibi ham maddeler kullanılır. Ham maddeler ocaktan çıkarılıp kırılarak öğütüldükten sonra belirli oranlarda karıştırılır ve yüksek sıcaklıklarda pürlenerek klinker elde edilir. **Klinker**, çimentonun alçı katılmaya hazır olan, çeşitli mineralleri içeren kompleksi bir malzemedir. Klinkeri oluşturan en önemli mineraller **silikatlar** ve **alüminatlar**dır. Klinkere alçıtaşı ilave edilip tekrar öğütüldükten sonra çimento elde edilmiş olur. **İsoerit, uçucu kül, puzol** gibi başka katkıları da ilave edilebilir. Beş başlık altında sınıflandırılabilir.

TİCARİ GÜBRE ANALİZLERİ

ÖRNEK

Fosfat gübresinden tartılan 6 g numunenin saf suda çözülmesi ile hazırlanan 250 mL çözeltiden alınan 100 mL'lik kısım ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. Titrasyonda 3,6 mL NaOH sarfiyatı ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre gübre nin asitliliğini (mol H⁺/(g numune)) ve % P₂O₅ olarak hesaplayınız.

ÇÖZÜM

Harcanan titrant sarfiyatı, 3,6 mL = 3,6 · 10⁻³ L'dir. Bu durumda titre edilen çözeltideki H⁺ iyonu mol sayısı:

$$n(H^+) = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = 0,1 \cdot 3,6 \cdot 10^{-3} = 3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

Tartılan numune ile hazırlanan 250 mL çözeltinin 100 mL'isi titre edilmiştir. Titre edilen hacimdeki numune kütleleri aşağıdaki gibi belirlenir:

250 g çözeltide	6 g numune
100 g çözeltide	2,4 g numune bulunur.

Bu durumda numunede H⁺ derişimi

$$\frac{\text{mol H}^+}{\text{g numune}} = \frac{3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol H}^+}{2,4 \text{ g numune}} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ mol H}^+/\text{g numune}$$

P₂O₅ cinsinden asitliğe aşağıdaki gibi geçiş yapılır.

$$\frac{\%P_2O_5}{\text{g numune}} = \frac{\text{mol H}^+}{\text{g numune}} \cdot \frac{\text{mol H}_2PO_4}{3 \text{ mol H}^+} \cdot \frac{1 \text{ mol P}_2O_5}{2 \text{ mol H}_2PO_4} \cdot \frac{142 \text{ g P}_2O_5}{1} \cdot 100 \text{ g numune}$$
$$\%P_2O_5 = \frac{1,5 \cdot 10^{-4} \cdot 142 \cdot 100}{3/2} = 0,355$$

SIRA SİZDE

Kalite standartları analizi yapmak için laboratuvara gönderilen fosfat gübresinden 5 g tartılarak saf suda çözülüyor ve 250 mL çözelti hazırlanıyor. Çözeltiden alınan 100 mL kısım ayarlı 0,09 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. 12 mL NaOH sarfiyatı ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre fosfat gübresinin asitliliğini (mol H⁺/(g numune)) ve % P₂O₅ olarak hesaplayınız.

== 97 ==

İliktatlar (C₂S - C₃S)

hiyüm oksit, yaklaşık %20 sini silisyum dioksit oluşturur. Dikalsiyum pür silikat (3CaO.SiO₂) olmak üzere iki tür silikat vardır. Dikalsiyum nitron bir hafta den sonraki dayanımı, trikalsiyum silikatın oranı ile aynıdır. Dikalsiyum silikatın oranı arttıkça dayanım yüksek olmaktadır. Dikalsiyum silikatı temsil etmektedir.

== 52 ==

Öğrenme biriminde kullanılacak analiz hesaplamalarının daha iyi kavranabilmesi için örnek soruların ve çözümlerinin yer aldığı bölümdür.

Öğrencilerin analizle ilgili hesaplama yollarını pekiştirmesi amacıyla tasarlanan bölümdür.



Yapılacak laboratuvar çalışmasının amacını ve gerekli malzemeleri gösterir.

Laboratuvar çalışmaları yapılırken izlenen gerekli işlem basamaklarını gösterir.

Laboratuvar çalışmalarının değerlendirildiği bölümdür.

Öğrenme birimi ile ilgili farklı tarzda soruları içeren bölümdür.

1. ÖĞRENME BİRİMİ

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Klorür Analizi

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Suda klorür analizi yapmak.

Araç-Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, spor düzeneği, bağet.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, %4'lük $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi, 0,05 M $AgNO_3$ çözeltisi, $CaCO_3$ süspansiyonu, Saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti 0,05 M $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analizi yapılacak çeşme suyundan 50 mL alarak erlene koyunuz.
4. Çeşme suyu numunesinin üzerine 3-4 damla $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ekleyiniz.
5. Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile dönüm noktasına kadar titre ediniz.
6. Aynı bir erlene, dönüm noktasında görülen bulanıklığı yakın bir bulanıklıkta $CaCO_3$ süspansiyonu hazırlayınız.
7. Süspansiyondan aldığınız 50 mL üzerine, analite ilave ettiğiniz damla sayısı kadar $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ekleyiniz.
8. Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile dönüm noktasına kadar titre ediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Büretten okuduğunuz hacimleri kullanarak numunedeki klorür iyonunun derişimini bulunuz.
2. Sekizinci işlem basamağında meydana gelen tepkimeyi yazınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Aşağıda verilenlerden hangisi uygun kimyasal özelliklerinden biridir?
A) Bulanıklık B) Koku
C) Renk D) Sertlik
E) Tat
2. Suda bulanıklık tayini yapmak isteyen bir teknisyen
I. Türbidimetri
II. Potansiyometri
III. Nefelometri
yöntemlerinden hangilerini tercih etmelidir?
A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III
3. Sanayi bölgesinde yaşayan teknisyen Kiy-met, yağmur suyuna fiziksel analizler yapıyor. Seyreklik Na_2SO_4 çözeltisine farklı miktarlarda $BaCl_2$ ekleyerek farklılığı standart çözeltinin 420 mL dalgı boyunda absorban ölçümlerini yaparak bir kalibrasyon eğrisi elde ediyor. Yağmur suyundan aldığı numunenin aynı dalgı boyunda absorbanı ölçerek kalibrasyon eğrisi ile karşılaştırıyor.
Kiy-met yağmur suyuna hangi fiziksel analizi yapıyor?
A) Bulanıklık B) Koku
C) Renk D) Sertlik
E) Tat
4. Aşağıdakilerden hangisi suda geçici sertliğe neden olan bir bileşiktir?
A) $CaHCO_3$ B) $MgSO_4$
C) $Mg(NO_3)_2$ D) $CaCl_2$
E) $Mg(HCO_3)_2$

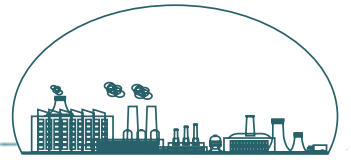
B) Suda karbonat ve bikarbonat tayini yapabilmek için hangisi kullanılır?
I. H_2SO_4
II. HCl
III. HNO_3
kuvvetli oksitleyicilerden hangileri kullanılabilir?
A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

C) Mohr metodu kullanılarak suda yapılan klorür analizi için hangisi doğrudur?
A) İndikatör olarak fluoresen maddesi kullanılır.
B) Titrant olarak Ag_2CrO_4 çözeltisi kullanılır.
C) Çok seyreklik olan numunelerde boş titrasyon yapılmalıdır.
D) Dönüm noktası çözeltinin beyaz olduğu andır.
E) Derişik HCl kullanılarak ortam asitlendirilir.

D) Mohr suyunun, organik madde analizi yapmak için 50 mL örnek alınarak ön işlemlerden geçiriliyor. Numune 0,0052 M ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. Analitin rengi kalıcı olarak permanganat rengine dönüştüğünde titrasyon sonlandırılıyor ve sırfiyet 5 mL olarak kaydediliyor. Mohr suyunun organik madde miktarı kaç mg/L olduğu tespit edildi? (O_2 , 32)
A) 5,2 B) 10,4
C) 15,6 D) 20,8
E) 41,6

B) Aşağıdaki soruyu cevaplayınız.

1. Memleketinden geçtiği bir kaynak suyundan (çilebilir plus sızdırmazlığı incelenmek isteyen teknisyen Ersa, su numunesine sırasıyla sertlik, sülfat, alkalinite ve klorür analizi yapıyor.
a) Sertlik analizi için su numunesinden 20 mL alan Ersa, numuneyi saf su ile seyreltmeden sonra üzerine tampon çözelti ve erikrom siyahı-T indikatörü ilave ediyor. 0,0049 M EDTA ile titrasyona başlıyor. 4 mL titrant ilavesinden sonra çözeltinin rengi mavimsi dönüyor. Gerekli hesaplamaları yapan Ersa, kaynak suyuna kaç Fransuz sertliğinde bulunuyor? ($CaCO_3$: 100)
- b) Sülfat analizi yapmak için gerekli hassaslığı yapan Ersa, sertlik analizindeki verileri kullanarak numunedeki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları titrasyonu için gerekli EDTA sarfiyatını not ediyor. Numuneden 20 mL alarak doymuş $BaCl_2$ çözeltisinin aşırıını (V hacim) ilave ediyor ve tüm sülfat iyonlarını çökmesini sağlıyor. Oluşan kanyımı süzerek süzünüyü erikrom siyahı-T indikatöründe EDTA ile titre ediyor. Renk mavimsi dönünce sarfiyatın 30,2 mL olarak kaydediyor. V hacmi kadar doymuş $BaCl_2$ çözeltisinin titrasyonunda 7 mL EDTA harıyor. Tüm titrasyonlar sonunda Ersa gerekli hesaplamaları yaparak SO_4^{2-} derişimini kaç mg/L buluyor? (SO_4^{2-} : 96)
- c) Numuneden 50 mL alan Ersa, alkalinite analizine başlıyor. Numune üzerine birkaç damla fenolftalein ekleyerek 0,0098 M HCl ile titre ediyor. 5 mL sarfiyat sonrası çözelti renksiz oluyor. Aynı erlen üzerine birkaç damla metil oranj ekleyerek titrasyona devam ediyor. Renk turuncu oluncaya büretten 3 mL daha titrant harcamışlığını görüyor. Ersa geliştirdiği kaynak suyunda hangi iyonların alkalinite neden olduğunu ve suyun bu iyonlardan kaç molar içerdiğini tespit ediyor?
- d) Mohr metodu ile klorür analizi yapmak için numuneden 20 mL alarak üzerine birkaç damla $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ekliyor. Ayarlı 0,0011 M $AgNO_3$ çözeltisi ile titrasyona başlıyor. Turuncu kurumsı renkli süspansiyon oluşumu gerçekleştiğinde 12 mL titrant sarfiyatını kaydediyor. Hazırladığı 20 mL $CaCO_3$ çözeltisi ile yaptığı boş titrasyonda indikatör için 0,6 mL $AgNO_3$ çözeltisi harıyor. Ersa, kaynak suyunda bulunan klorür derişimini gerekli hesaplamalar sonucu kaç mg/L buluyor? (Cl: 35,5)



DERS MATERYALİNDE KULLANILAN KISALTMALAR

ETDA	Etilen diamin tetra asetik asit
n	Mol sayısı
V	Hacim
m	Kütle
ff	Fenolftalein indikatörü
mo	Metil oranj indikatörü
(k)	Katı
(s)	Sıvı
(suda)	Suda çözülmüş
(g)	Gaz
CEM	Çimento kelimesinin İngilizce karşılığı olan cement kelimesinin kısaltılmışı
M_A	Molekül kütlesi
XRF	X ışını floresans spektroskopisi
DNA	Deoksiribo nükleik asit
RNA	Ribo nükleik asit
ATP	Adenozin trifosfat
DAP	Diamonyum fosfat
TSE	Türk Standartları Enstitüsü
AES	Atomik emisyon spektroskopisi
AOAC	Uluslararası Resmi Analitik Kimyacılar Derneği
C	Çözelti derişimi
F	Titration faktörü (çarpanı)
z	Tesir değeri

DERS MATERYALİNDE KULLANILAN

BİRİMLERİN KISALTMALARI

°C	Santigrat derece
cm	Santimetre
g	Gram
kcal	Kilokalori
kg	Kilogram
L	Litre
M	Molar
mg	Miligram
mL	Mililitre
mm	Milimetre
nm	Nanometre
ppm	Milyonda bir kısım
µm	Mikrometre

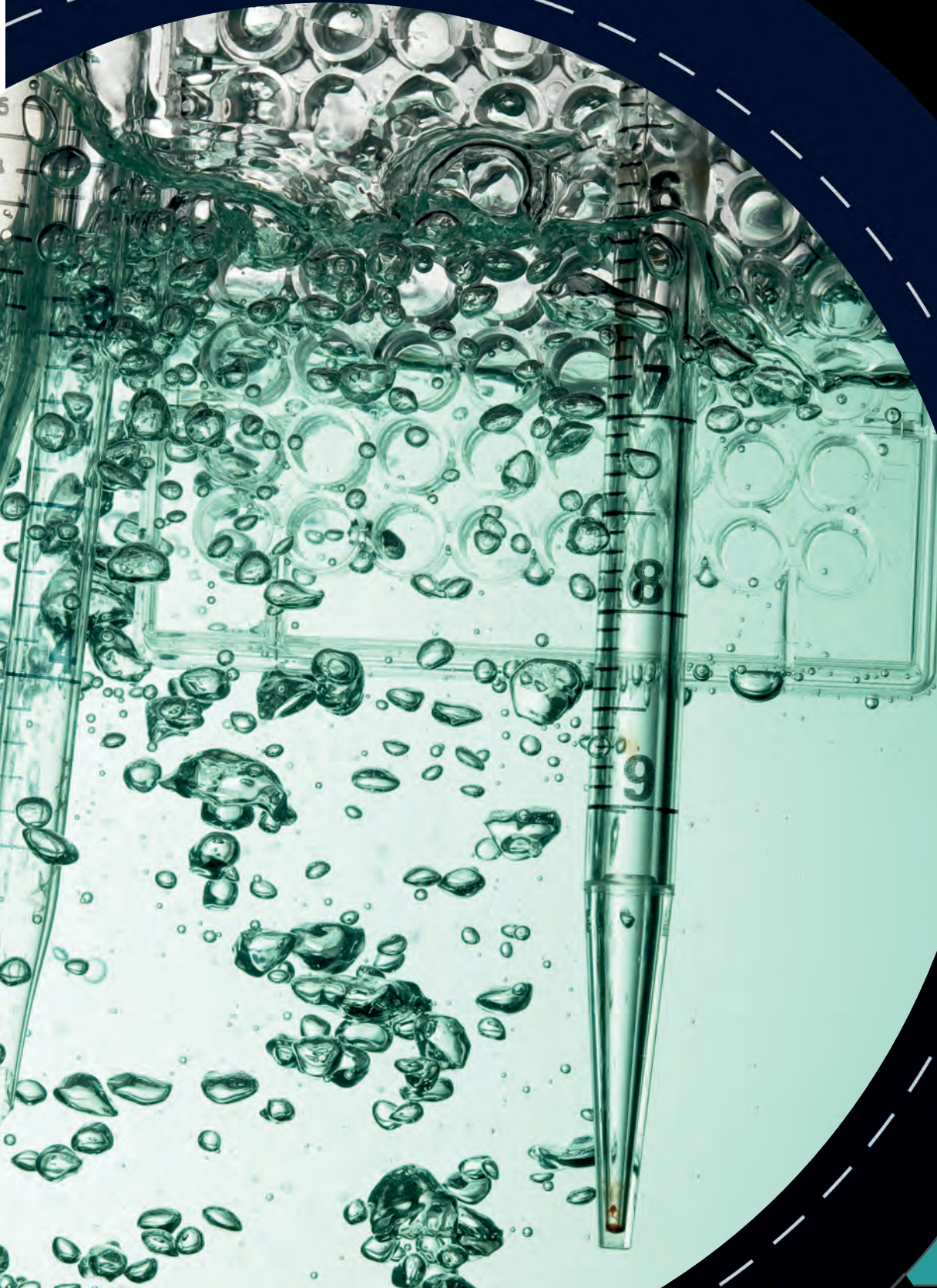


GÜVENLİK İŞARETLERİ VE ANLAMLARI

	Gözlük Kullan Gözlüksüz çalışmanın tehlikeli olacağını gösteren işarettir.
	Koruyucu Giysi İşlem sırasında kıyafetlere ve cilde zarar verebilecek maddelerin kullanılacağını, koruma amaçlı önlük ya da tulum giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	Elektrik Güvenliği İşlem esnasında şehir elektriğinin kullanılacağını, tedbirlerin alınıp iletken uçlara dokunulmaması gerektiğini gösteren işarettir.
	Yangın Güvenliği İşlem esnasında yangın çıkarabilecek malzemelerin kullanılacağını, tedbirlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	Sıcak Cisim Güvenliği İşlemlerde ısıtıcı ya da sıcak bir malzemenin kullanılacağını, el, ayak ve diğer organların yanmaması için gerekli önlemlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	Zehirli (Toksik) İşlemler sırasında kullanılacak maddelerin ağız, deri ve solunum yoluyla zehirlenmelere yol açabileceğini, kanserojen etkisi olduğunu, vücut ile temas ettirilmemesi gerektiğini gösteren işarettir.
	Patlayıcı İşlemler esnasında kullanılacak maddelerin kıvılcım, ısı, alev, vurma, çarpma ve sürtünmeye maruz kaldığında patlayabileceğini gösteren işarettir.
	Ekotoksik İşlemler esnasında doğaya ve canlılara zarar veren maddelerin kullanılacağını, çalışma bitiminde bu malzemelerin kontrollü bir şekilde imha edilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	Yanıcı ve Parlayıcı İşlemlerde yanıcı ve parlayıcı malzemelerin kullanılacağını, bu nedenle tutuşturucu özelliği olan maddelerden uzak tutulmaları gerektiğini gösteren işarettir.
	Basınç Altında Gaz İşlemlerde yüksek basınçlı gaz kullanılacağını, sıcakta patlayabileceğini, güneş ışığında bırakılmaması ve iyi havalandırılmış ortamlarda saklanması gerektiğini gösteren işarettir.



	Isı Güvenliđi İşlemler esnasında çok sıcak bir malzemenin kullanılacağını, bu nedenle eldiven giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	Duman Güvenliđi Kimyasal tepkimeler sonucu zararlı gazlar oluşabileceğini, bu nedenle koruyucu maske kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	Kesici ve Delici Cisim Güvenliđi İşlemler esnasında kesici ve delici araçların kullanılacağını, malzemeler kullanılırken dikkatli olunması gerektiğini gösteren işarettir.
	Kırılabilir Cam Güvenliđi İşlemlerde kırılabilir malzemelerin kullanılacağını, cam malzemeleri ani sıcaklık değişiminden ve yüksek ısıdan uzak tutmak gerektiğini gösteren işarettir.
	Göz Güvenliđi Çalışma ortamındaki buhar, toz, şiddetli ışık, yüksek sıcaklık vb. etkenlerden dolayı yüzün ve gözün zarar görebileceğini gösteren işarettir.
	Sağlık Etkisi İşlemler esnasında kullanılan maddelerin solunum zorluđuna, alerji ve astım belirtilerine yol açabileceğini, yetersiz havalandırma şartlarında uygun solunum cihazının takılması gerektiğini gösteren işarettir.
	Korozif İşlemler sırasında korozif (aşındırıcı) maddelerin kullanılacağını, çalışma anında gözleri, deriyi ve solunum yollarını koruyan donanımların kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	Tahriş Edici, Rahatsız Edici İşlemler esnasında deriye, göze ve solunum yollarına hasar verebilecek maddelerin kullanılacağını, önlemlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	Oksitleyici İşlemlerde, havasız ortamlarda bile alevlenmeye sebep olabilecek maddelerin kullanılacağını, bu malzemelerin sadece orijinal kutularında muhafaza edilmelerinin gerektiğini gösteren işarettir.
	Radyoaktif Kanserojen etki yapabilen radyoaktif malzemelerin kullanılacağını, bu işaretin bulunduğu maddelerden ve ortamlardan uzak durulması gerektiğini gösteren işarettir.



1. ÖĞRENME BİRİMİ

SULARDA FİZİKSEL KONTROLLER VE ANALİZLERİ

KONULAR

1.1. SU

1.2. SU ANALİZLERİ



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Satın alınan içme sularının etiketinde analiz değerleri, kimyasal analizler gibi başlıklar altında bir tablo bulunur. Tabloda çeşitli iyonların yanında mg/L cinsinden değerler ve renk, bulanıklık, pH gibi özellikler yer almaktadır. Bu değerlerin ve özelliklerin içme suları için önemi nedir, tartışınız.



1.1. SU



Görsel 1.1: Tatlı su kaynağı

Dünyamızın yaklaşık üçte ikisi sularla kaplıdır. Var olan suyun %97'si okyanus ve denizleri oluşturan tuzlu su iken %3'ü buzulları, göllerin bir kısmını, akarsuları ve yeraltı sularını oluşturan tatlı sudur (Görsel 1.1).

Her alanda ihtiyacımız olan su, belirli arıtım süreçleriyle günlük hayatımıza girer. Kullanım amaçlarına göre sular; içme suları ve kullanım suları olmak üzere ikiye ayrılır. Sular, fiziksel özellikleri ve kimyasal içeriklerine göre belirli alanlarda kullanılabilir.

1.1.1. Suyun Fiziksel Özellikleri

Suyun, renk, koku, tat, bulanıklık gibi duyu organları ile algılanabilen özellikleri fiziksel özellikler olarak sınıflandırılır.

Renk: Suda çözülmüş, belli dalga boyunda soğurma yapan maddeler suyun renkli görünmesine neden olur.

Bulanıklık: Su içinde bulunan askıda kalmış partiküller ve koloidal parçacıklar ışığı saçar (Tyndall saçılması). Bu durum ışığın su içinden dosdoğru geçememesine ve bulanık görünmesine neden olur. İçme ve kullanım sularının berrak olması istenir.

Koku: Su içinde çözülmüş organik ve inorganik uçucu bileşikler kokuya neden olur. İçme sularının kokusuz olması gerekir.

Tat: Su içinde bulunan organik maddeler ve mineraller suya farklı bir tat verir. İçme suyu içinde organik madde bulunması istenmez.

1.1.2. Suyun Kimyasal Özellikleri

Sertlik, alkalinite, pH, çözülmüş oksijen miktarı ve içeriğinde bulunan çeşitli iyonlar suların kimyasal özellikleri olarak sınıflandırılır.

Sertlik: Başta Mg^{2+} ve Ca^{2+} iyonları olmak üzere +2 ve +3 değerlikli metaller ile karbonat (CO_3^{2-}), bikarbonat (HCO_3^-), fosfat (PO_4^{3-}) gibi bazı anyonlar suya sertlik verir.

Alkalinite: Baziklik anlamına gelir. Genellikle CO_3^{2-} , HCO_3^- , OH^- , PO_4^{3-} gibi iyonlar, pH değerini yükselterek suyun alkali olmasını sağlar.

pH: Saf suyun pH değeri 7'dir. Su içinde bulunan çeşitli iyonlardan dolayı suyun pH değeri değişir. İçme ve kullanım sularının pH değerlerinin 5 ila 8,5 aralığında olması istenir.

Oksijen Kapasitesi: Çözülmüş oksijen, suda koku oluşumunu azaltarak iyi bir tat verir. Çözülmüş oksijen miktarının fazla olması korozyona neden olabilir.

Çeşitli İyonlar: Suda Cl^- , SO_4^{2-} , Na^+ , Ca^{2+} başta olmak üzere çözülmüş birçok iyon bulunur. Bu iyonların varlığı suyun tadı için önemli olmakla birlikte fazlası suyu tuzlu hâle getirir bu da suyun korozif etkisini artırır. Bazı iyonların çokluğu sağlık için risk oluşturur. NO_3^- , NO_2^- , CN^- , As^{3+} , Hg^{2+} gibi iyonlar ise toksik etkilerinden dolayı içme suyunda olmamalıdır.



1.2. SU ANALİZLERİ

Sular, kullanım alanına ve amacına göre çeşitli özelliklere ve referans değerlere uygun aralıkta olmalıdır.

1.2.1. Bulanıklık ve Renk Analizi

İçme ve kullanım sularının renksiz ve berrak olması gerekir. Bunun için çeşitli yöntemlerle bulanıklık ve renk analizleri yapılmaktadır.

Suda Bulanıklık Analizi

Su içinde bulunan koloidal hâldeki maddeler suyun bulanıklaşmasına neden olur. İçme ve kullanım sularında bulanıklık olmamalıdır. Bulanıklık analizi, **nefelometri** ve **türbidimetri** olmak üzere iki yöntemle yapılır.

Nefelometri, numunenin içinden geçen ışığın ne kadarının 90 ° açıyla saçıldığını ölçerek bulanıklık miktarını belirler. Bu yöntem içme suyu gibi düşük bulanıklıktaki sular için kullanılır.

Türbidimetri yönteminde sulu ortamdan geçen ışığın şiddetinde meydana gelen azalma ölçülerek bulanıklık belirlenir. Türbidimetrik yöntemde spektrofotometre kullanılır (Görsel 1.2). Atık su ve yağmur suyu gibi bulanık sular için türbidimetrik yöntem tercih edilir. Kısa dalga boylu ışık, uzun dalga boylu ışığa göre daha fazla saçıldığı için türbidimetrik bulanıklık ölçümü 400-450 nm arasındaki ışıkla yapılır.



Görsel 1.2: Spektrofotometre

Suyun bulanıklık şiddeti; formazin, hidrazin sülfat gibi suda süspansiyon oluşturan bir madde ile farklı derişimde hazırlanan kolloidlerin absorbans ölçümünden elde edilen kalibrasyon eğrisi kullanılarak belirlenir.

Suda Renk Analizi

Su içinde çözülmüş bazı mineraller ve kompleksler, renklenmeye neden olur. Cu^{2+} mavi, Cr^{3+} yeşil, Fe^{3+} iyonları suya kırmızı renk verir. Suyun rengi, içerdiği iyonların belli dalga boylarında ışığı soğurmasıyla oluşur. Yeterince yüksek derişimde çıplak gözle bu renklilik görülebilir. Seyreltik çözeltilerde, spektroskopik ölçümlerle absorpsiyona uğrayan dalga boylarına göre renk belirlenir. Bunların dışında suda bulunan koloidal partiküllerin kendi renklerinden ve farklı dalga boylarında ışığı farklı oranda saçmalarından dolayı renkli bir görünüm ortaya çıkar. Bu tip renklenmenin etkisinin belirlenmesi için filtreleme öncesi ve sonrası spektrofotometrede renk ölçümü yapılır. Arada fark olması, su içinde koloidal partiküllerden kaynaklanan renklenmenin olduğunu gösterir.

Ülkemizdeki kullanım sularında renk ölçümü genellikle **Pt-Co yöntemi** yöntemiyle yapılmaktadır. Bu yöntemde tek bir dalga boyunda (455 nm) absorbans ölçümü yapılarak renklilik belirlenir. 455 nm dalga boyundaki ışık mavi, bu dalga boyunda soğurma yapan çözelti sarı görünür. Özellikle atık sularda renklenme bu ölçükle belirlenir.

Renk ölçümünü daha kesin yapabilmek için üç farklı dalga boyunda ölçüm yapılmalıdır ve bu dalga boylarında soğurmanın yoğunluğuna göre çözeltinin rengine karar verilmelidir. **Tristimulus yöntemi** olarak bilinen yöntemde 590 nm, 540 nm ve 438 nm dalga boylarında absorbans ölçümü yapılarak renklilik belirlenir. Bu dalga boylarında soğurma yapan çözeltiler sırasıyla mavi, mor ve sarı renkli görülür.



1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Bulanıklık Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda bulanıklık analizi yapmak.

Araç Gereç: Spektrofotometre, balon jöje, beher, mezür, baget, pipet.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, 0,01 M $BaCl_2$ çözeltisi, 0,01 M Na_2SO_4 çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Spektrofotometre cihazını açıp dalga boyunu 420 nm'ye ayarlayınız. Saf su ile cihazı sıfırlayınız.
3. 100 mL'lik balon jöjeye 1 mL Na_2SO_4 çözeltisi ekleyip üzerini saf su ile tamamlayınız. Bu çözeltiyi 4 ayrı behere eşit olarak bölünüz.
4. Beherlerden birincisine 1 mL $BaCl_2$ çözeltisi ekleyip karıştırdıktan sonra hemen absorbands ölçümünü yapınız. Ölçüm sonucunu kaydediniz.
5. Diğer beherlere sırasıyla 2, 5 ve 10 mL $BaCl_2$ çözeltisi ekleyip aynı şekilde hemen absorbands ölçümlerini yapınız. Ölçüm sonuçlarını kaydediniz.
6. 420 nm dalga boyunda çeşme suyu ile absorbands ölçümü yapınız. Ölçüm sonucunu kaydediniz.
7. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamını temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Farklı derişimlerdeki $BaSO_4$ süspansiyonlarının absorbandslarını karşılaştırınız. Bu karışımların görünen bulanıklıkları ile absorbands değerleri arasındaki ilişkiyi yorumlayınız.
2. Çeşme suyundan elde edilen absorbands değeri ile suyun bulanıklığı arasında ilişki kurunuz.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Renk Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda renk analizi yapmak.

Araç Gereç: Spektrofotometre, balon jöje, beher, mezür, baget, pipet.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, 0,01 M CuSO_4 çözeltisi, 0,01 M CrCl_3 çözeltisi, 0,01 M FeCl_3 çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 3 adet 100 mL'lik balon jöjeye sırasıyla birer mL CuSO_4 , CrCl_3 ve FeCl_3 çözeltilerinden koyunuz. Her birini saf su ile 100 mL'ye tamamlayınız.
3. Hazırladığınız çözeltilerin spektrofotometrede farklı dalga boylarında absorbands değerlerini ölçerek en yüksek absorbands yaptıkları dalga boylarını belirleyiniz.
4. Bulduğunuz dalga boylarında saf suyun ve çeşme suyunun absorbands değerlerini ölçünüz.
5. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamını temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. CuSO_4 , CrCl_3 ve FeCl_3 çözeltileri ile yapılan ölçümlerde maksimum absorbands değerleri ile çözeltilerin görünen renklerini karşılaştırınız. Renkli görünen çözeltilerin renklerinin neden kaynaklandığını açıklayınız.
2. Çeşme suyunun absorbands değerlerini, sırasıyla saf su ve analizde kullanılan tuz çözeltilerinin absorbandslarıyla karşılaştırarak yorumlayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



1.2.2. Sertlik Analizi



Görsel 1.3: Çamaşır makinesinde kireçlenme

Su, doğal döngüsü esnasında toprakta var olan çeşitli mineralleri çözdüğü için içinde birçok iyon bulundurur. Bol miktarda +2 ve +3 değerlikli katyon bulunduran sulara **sert su** denir. Karbonat ve bikarbonat gibi anyonlar da sertliğe neden olur. İnsan sağlığına olumsuz etkisi bulunmayan sert suların içimi daha zordur. Sert sularda sabun az köpürdüğü için temizleyici etkisi düşüktür. Bundan dolayı sert sularda köpürebilen deterjanlar üretilmiştir. Sert suların olumsuz etkileri arasında mutfak gereçleri, çamaşır makinesi (Görsel 1.3) gibi çeşitli cihazları ve su şebekelerini kireçlendirmesi yer alır.

Su sertliği **geçici sertlik** ve **kalıcı sertlik** olmak üzere iki sınıfta incelenir.

Geçici Sertlik: Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının bikarbonatlarından kaynaklanan sertliktir. Kaynatma ile katyonlar CaCO_3 ve Mg(OH)_2 şeklinde çöktürülerek sudan uzaklaştırılabilir.

Kalıcı Sertlik: Kalsiyum ve magnezyum iyonlarının sülfat, klorür, nitrat, silikat gibi bileşiklerinden kaynaklanan sertliktir. Bu anyonlar kaynatılarak çökecek türlere dönüşmez bu nedenle kalıcı sertlik kimyasal yöntemlerle giderilir.

Sertlik Dereceleri

Geçici ve kalıcı sertliğin tümü **toplam sertlik** ile ifade edilir. Suyun sertlik tanımı genellikle CaCO_3 üzerinden yapıldığı için suya sertlik veren katyonların tümünün Ca^{2+} iyonu olduğu varsayılır. Toplam sertliğin çeşitli gösterimleri vardır. Bunlardan en yaygın olanları; İngiliz sertliği, Fransız sertliği ve Alman sertliğidir.

Fransız Sertlik Derecesi: 1 L suda bulunan 10 mg CaCO_3 değerine **1 Fransız sertliği** denir.

İngiliz Sertlik Derecesi: 0,7 L suda bulunan 10 mg CaCO_3 değerine **1 İngiliz sertliği** denir.

Alman Sertlik Derecesi: 1 L suda bulunan 10 mg CaO değerine **1 Alman sertliği** denir.

Tablo 1.1'de belirli değer aralıklarındaki farklı sertlik derecelerinde suların niteliği gösterilmektedir. Bu değerlere göre suların niteliği belirlenir.

Tablo 1.1: Sertlik Derecelerine Göre Suyun Niteliği

FRANSIZ SERTLİK DERESESİ	İNGİLİZ SERTLİK DERESESİ	ALMAN SERTLİK DERESESİ	SUYUN NİTELİĞİ
0 - 7	0 - 5	0 - 4	Çok yumuşak
7 - 14	5 - 10	4 - 8	Yumuşak
14 - 22	10 - 15	8 - 12	Hafif sert
22 - 32	15 - 22	12 - 18	Sert
32 - 54	22 - 35	18 - 30	Çok sert
>54	>35	>30	Çok aşırı sert

**ÖRNEK**

İçme suyu olarak kullanılması düşünülen bir su kaynağına yapılan analiz sonucu 5 mL numunenin içinde 0,5 mg CaCO₃ a denk gelen Ca²⁺ iyonları tespit edilmiştir.

Su kaynağının sertlik derecesini Fransız sertliği cinsinden hesaplayınız ve suyun niteliğini Tablo 1.1'den yararlanarak belirleyiniz.

**ÇÖZÜM**

5 mL su içinde 0,5 mg CaCO₃ var ise
1000 mL su içinde 100 mg CaCO₃ vardır.

10 mg CaCO₃ 1 Fransız sertliğine denk geldiğine göre
100 mg CaCO₃ 10 Fransız sertliğine denk gelir.

Tablo 1.1'e bakıldığında 7-14 Fransız sertliği arasındaki değerlerin yumuşak su olarak nitelendirildiği görülür.

**SIRA SİZDE**

Musluk suyuna yapılan analiz sonucunda 10 mL suyun içinde 3 mg CaCO₃ tespit edilmiştir.
Musluk suyunun sertlik derecesini İngiliz sertliği cinsinden bulunuz.

Suda Sertlik Giderme Yöntemleri

Sudaki toplam sertliği gidermek ve suyu daha kullanılabilir hâle getirebilmek için çeşitli yöntemlerden yararlanılır. Fosfat, damıtma, zeolit-permutit ve kireç-soda yöntemleri sertlik gidermede kullanılır.

Fosfat Yöntemi ile Sertlik Giderme: Sert suya eklenen sodyum fosfat tuzu ile magnezyum ve kalsiyum iyonlarının çökerek uzaklaşması sağlanır.

Damıtma Yöntemi ile Sertlik Giderme: Suyun damıtılması sırasında sertliğe neden olan tuzlar sudan ayrılır. Destilat olarak yumuşak su toplanır.

Zeolit-Permutit Yöntemi ile Sertlik Giderme: Endüstride en sık kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde sert suda bulunan magnezyum ve kalsiyum iyonları doğal veya yapay kristal yapıdaki alüminyum silikat (zeolit) yardımı ile çöktürülür ve sudan uzaklaştırılır.

Kireç-Soda Yöntemiyle Sertlik Giderme: En eski yöntemlerden biri olan bu yöntemde geçici sertlik kireç, kalıcı sertlik soda ile giderilir.



EDTA ile Sertlik Analizi

Sularda EDTA ile sertlik tayininde toplam sertlik CaCO_3 üzerinden hesaplanır. EDTA, alkali metaller hariç tüm metaller ile kompleks oluşturur ve komplekslerindeki stokiyometrik oran 1:1'dir. Primer standart madde olduğu için analizlerde sıklıkla kullanılır. Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları yüksek pH'lar da EDTA ile kompleks oluşturduğu için analiz yapılırken ortamın pH=10 değerine tamponlanması gerekir. Oluşan kompleks renksiz olduğu için analizde metal iyonu ile renkli kompleks veren indikatörler kullanılmalıdır. En yaygın kullanılan indikatör eriokrom siyahı-T'dir.

ÖRNEK

Şebeke suyundaki sertliği belirlemek için 0,005 M EDTA çözeltisi ile eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde titrasyon yapılıyor.

20 mL su numunesinin titrasyonunda 7 mL EDTA çözeltisi harcandığına göre şebeke suyunun sertlik derecesini Fransız sertlik derecesi cinsinden bulunuz. ($\text{CaCO}_3 : 100$)



ÇÖZÜM

EDTA metallerle 1:1 oranında kompleksleşme tepkimesi verir. Suda bulunan Mg^{2+} ve Ca^{2+} iyonlarının tümü kompleksleşir. Suyun sertlik tanımı CaCO_3 üzerinden yapıldığı için tümünün Ca^{2+} iyonu olduğu varsayılır.

$$n_{\text{EDTA}} = n_{\text{Ca}^{2+}} = n_{\text{CaCO}_3}$$

$$M_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} = M_{\text{CaCO}_3} \cdot V_{\text{CaCO}_3}$$

$$0,005 \text{ M} \cdot 7 \text{ mL} = M_{\text{CaCO}_3} \cdot 20 \text{ mL}$$

$$M_{\text{CaCO}_3} = 1,75 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

CaCO_3 in mol kütlesi $100 \text{ g} = 100 \cdot 10^3 \text{ mg}$ 'dir. 10 mg/L CaCO_3 çözeltisinin Fransız sertliği 1 olduğu için derişimin mg/L 'ye çevrilmesi aşağıdaki gibi yapılır.

$$\frac{\text{mg CaCO}_3}{\text{L su}} = \frac{1,75 \cdot 10^{-3} \text{ mol CaCO}_3}{\text{L su}} \cdot \frac{100 \cdot 10^3 \text{ mg CaCO}_3}{\text{mol CaCO}_3}$$

Buradan CaCO_3 derişimi 175 mg/L bulunur. Suyun sertlik derecesi $175/10 = 17,5$ bulunur. Tablo 1.1'e göre hafif sert su olarak sınıflandırılır.



SIRA SİZDE

Sertlik analizi için laboratuvara gönderilen su numunesinden 10 mL alınarak 0,009 M EDTA ile eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde titre ediliyor. EDTA sarfiyatı 5,2 mL olarak kaydediliyor. Numunenin sertlik derecesini Fransız sertliği cinsinden bulunuz. ($\text{CaCO}_3 : 100$)



Analizde Kullanılan Çözeltiler

EDTA Çözeltisi: 0,01 M çözeltiyi hazırlamak için EDTA'nın disodyum tuzu kullanılır. Etüvde kurutulup soğutulmuş tuzdan 3,7224 g tartılır ve saf suyla 1 L çözelti hazırlanır.

NH₄⁺/NH₃ Tampon Çözeltisi: pH değerini 10 civarında tutmak için 280 mL derişik NH₃ çözeltisi içinde 33,5 g NH₄Cl katısı çözülüp 500 mL'lik balon jøjeye aktarılır. Saf su ile 500 mL'ye tamamlanır.

Eriokrom Siyahı-T Çözeltisi: 0,5 g toz eriokrom siyahı-T'nin 100 mL etil alkolde çözülmesi ile hazırlanır.

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

SERTLİK ANALİZİ



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: EDTA ile suda sertlik analizi yapmak.

Araç Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, spor düzeneđi.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, 0,01 M EDTA çözeltisi, eriokrom siyahı-T indikatörü, NH₄⁺/NH₃ tampon çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti 0,01 M EDTA çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analizi yapılacak çeşme suyundan 20 mL alarak erlene koyunuz.
4. Numune çözeltisini saf su ile 100 mL'ye seyreltiniz.
5. Üzerine 5 mL tampon çözeltisi ve 5 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
6. Numunenin rengi mavi oluncaya kadar EDTA ile titre ediniz. Harcadığınız EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz (V).
7. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Büretten okuduğunuz harcanan EDTA miktarını kullanarak numunedeki toplam sertliği Fransız sertliği cinsinden bulunuz.
2. Tablo 1.1'den yararlanarak suyun niteliğini tespit ediniz.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



1.2.3. Karbonat ve Bikarbonat Analizi

Suyun, asitleri nötralleştirebilme yeteneği **alkalinite** olarak adlandırılır. Alkalinite baziklik anlamına gelir. Suda bulunan başta karbonat ve bikarbonat iyonları olmak üzere bazik anyonlar alkaliniteye neden olur. İçme suları için suda karbonat ve bikarbonat bulunmasının pek bir önemi yoktur ancak çeşitli endüstriyel kullanımlarda ve analizlerde bu durum istenmeyebilir bu nedenle sulara karbonat ve bikarbonat analizi yapılır.

Analizde titrant olarak H_2SO_4 , HCl gibi kuvvetli asit çözeltileri kullanılır. HNO_3 kuvvetli bir asit olmasına rağmen NO_3^- iyonu yükseltgen olduğu için yan reaksiyonlar gerçekleştirebilir bu nedenle titrant olarak kullanılamaz.

Titrasyonda karbonat (CO_3^{2-}) iyonları pH 8,5 civarında tamamen bikarbonat (HCO_3^-) iyonlarına dönüşür. Bu dönüm noktası fenolftalein indikatörlüğünde tespit edilebilir. Titrasyona devam edilirse pH 3,5 civarında tüm karbonat ve bikarbonat iyonları karbonik aside (H_2CO_3) dönüşür. Bu dönüm noktası metil kırmızısı, bromokrezol yeşili veya metil oranj indikatörleri ile tespit edilebilir.

Suyun alkalitesi, karbonat ve bikarbonat iyonlarının dışında hidroksit (OH^-) iyonlarından da kaynaklanabilir. Bikarbonat iyonları zayıf bazik olmasına rağmen kuvvetli bazik ortamda Bronsted-Lowry asidi olarak davranır. Bu nedenle hidroksit iyonları ile bir arada bulunmaz. Aşağıda verilen iyon karışımları suyun alkali olmasına neden olur.

- Yalnız OH^- iyonlarından kaynaklanan alkalilik
- OH^- ve CO_3^{2-} iyonlarının bir arada bulunmasından kaynaklanan alkalilik
- Yalnız CO_3^{2-} iyonlarından kaynaklanan alkalilik
- CO_3^{2-}/HCO_3^- tamponundan kaynaklanan alkalilik
- Yalnız HCO_3^- iyonlarından kaynaklanan alkalilik

Suyun fenolftalein (pH 8,2-9,8) ve metil oranj (pH 3,1-4,5) indikatörleri ile ayrı ayrı titre edilmesi sonucu harcanan titrant hacminden yararlanarak suda hangi iyon veya iyon karışımlarının bulunduğu tespit edilir. Bu indikatörler kullanılarak yapılan titrasyonlarda, dönüm noktasına gelindiğinde gerçekleşen tepkimeler Tablo 1.2'deki gibidir.

Tablo 1.2: Suda Alkaliniteye Neden Olan İyonların İndikatörler Yanında Tepkimeleri

FENOLFTALEİN YANINDA	METİL ORANJ YANINDA
$OH^- + H_3O^+ \rightleftharpoons 2H_2O$	$OH^- + H_3O^+ \rightleftharpoons 2H_2O$
$CO_3^{2-} + H_3O^+ \rightleftharpoons HCO_3^- + H_2O$	$CO_3^{2-} + 2H_3O^+ \rightleftharpoons H_2CO_3 + 2H_2O$
$HCO_3^- + H_3O^+ \rightarrow$ Tepkime olmaz.	$HCO_3^- + H_3O^+ \rightleftharpoons H_2CO_3 + H_2O$

Tablodan hidroksit iyonlarının fenolftalein ve metil oranj indikatörleri yanında aynı miktarda asit harcadığı, karbonat iyonlarının ise metil oranj yanında harcayacağı asit hacminin fenolftalein yanındakinin iki katı olacağı görülüyor. Bikarbonat iyonları ise yalnız metiloranj yanında tepkimeye girer. OH^- iyonlarının mol sayısı "a", CO_3^{2-} iyonlarının mol sayısı "b" ve HCO_3^- iyonlarının mol sayısı "c" olursa bu iyonların fenolftalein ve metil oranj yanında harcayacağı H_3O^+ mol sayısı Tablo 1.3'teki gibi gösterilebilir.



Tablo 1.3: Suda Alkaliniteye Neden Olan İyonların Titrasyonda Harcadıkları H_3O^+ Mol Sayıları

İYON	FENOLFTALEİN YANINDA HARCANAN H_3O^+ MOL SAYISI	METİL ORANJ YANINDA HARCANAN H_3O^+ MOL SAYISI
OH^-	a	a
CO_3^{2-}	b	2b
HCO_3^-	0	c

Numuneden iki kez örnek alınarak analiz edilirse hacim ölçümündeki belirsizlikten dolayı sistematik hata oluşur. Bunu önlemek için tek bir örnek alınıp önce fenolftalein yanında titrasyon yapılır. Dönüm noktasında titrant ilavesi durdurulup hacim değeri okunur, sonra metil oranj indikatörü eklenip dönüm noktasına kadar titrasyona devam edilir. Bu durumda suda alkaliliğe sebep olan farklı iyon karışımları için titrasyonda harcanan H_3O^+ mol sayıları Tablo 1.4'teki gibi olur.

Tablo 1.4: Suda Farklı Alkalilik Durumlarında Titrasyonda Harcanan H_3O^+ İyonu Mol Sayıları

İYON KARIŞIMLARI	FENOLFTALEİN YANINDA HARCANAN H_3O^+ MOL SAYISI	METİL ORANJ YANINDA HARCANAN H_3O^+ MOL SAYISI
Yalnız OH^-	a	0
Yalnız CO_3^{2-}	b	b
Yalnız HCO_3^-	0	c
OH^- ve CO_3^{2-}	a + b	b
CO_3^{2-} ve HCO_3^-	b	b + c

Fenolftalein indikatörü yanında harcanan asit hacmi V_{ff} , metil oranj indikatörü yanında harcanan asit hacmi V_{mo} olmak üzere, harcanan asit çözeltisinin hacmine göre çözeltide bulunan iyonlar şu şekilde belirlenebilir:

$V_{mo} = 0$ mL ise çözeltide yalnız OH^- iyonu bulunur.

$V_{ff} = V_{mo}$ ise çözeltide yalnız CO_3^{2-} iyonu bulunur.

$V_{ff} = 0$ mL, $V_{mo} \neq 0$ ise çözeltide yalnız HCO_3^- iyonu bulunur. Bu durumlarda hangi iyon varsa o iyon için geçerli denklemden hesaplama yapılabilir.

$V_{ff} > V_{mo}$ ise çözeltide OH^- ve CO_3^{2-} iyonları bulunur. Bu durumda V_{ff} fenolftalein yanında yalnız CO_3^{2-} iyonu için harcanan asit hacmine eşittir. $V_{ff} - V_{mo}$ ise OH^- iyonu için harcanan asit hacmini verir.

$V_{ff} < V_{mo}$ ise çözeltide CO_3^{2-} ve HCO_3^- iyonları bulunur. Bu durumda V_{ff} yalnız CO_3^{2-} iyonları için harcanan asit hacmini, $V_{mo} - V_{ff}$ farkı ise HCO_3^- iyonları için harcanan asit hacmini verir.



ÖRNEK

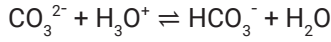
Bir su numunesinin alkaliliğinin belirlenmesi amacıyla belirli bir hacimde örnek ölçülüp ayarlı H_2SO_4 çözeltisi ile fenolftalein indikatörlüğünde titre ediliyor. Dönüm noktasında metil oranj ilave edilerek titrasyona devam ediliyor. Fenolftalein indikatörlüğünde H_2SO_4 sarfiyatı 12 mL iken metil oranj yanında H_2SO_4 sarfiyatı 16 mL olduğuna göre

- Suda alkaliliğe neden olan iyonlar hangileridir? Açıklayınız.
- Titrasyonda her iyon için kaç mL asit çözeltisi kullanılmıştır?



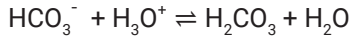
ÇÖZÜM

- Metil oranj ile harcanan asit çözeltisinin hacmi fenolftalein ile harcanan asit çözeltisinin hacminden fazla olduğuna göre çözeltide CO_3^{2-} ve HCO_3^- iyonları bulunmaktadır.
- Fenolftalein yanında yalnızca CO_3^{2-} iyonu tepkimeye girer. 12 mL asit çözeltisinin tamamı



tepkimesine göre CO_3^{2-} iyonları tarafından harcanır.

Metil oranj yanında ise hem CO_3^{2-} iyonlarının protonlanması ile oluşan HCO_3^- iyonları hem de örnekte bulunan HCO_3^- iyonları



tepkimesine göre harcanır. CO_3^{2-} iyonlarının protonlanması ile oluşan HCO_3^- iyonları titrasyonun bu kısmında da 12 mL asit harcar. O hâlde numunede bulunan HCO_3^- iyonları tarafından harcanan asit hacmi $16 - 12 = 4$ mL olur.



ÖRNEK

Bir su numunesinden alınan örnek, fenolftalein yanında titre edilerek 7 mL HCl çözeltisi ilavesiyle dönüm noktasına ulaşıyor. Dönüm noktasında metil oranj ilave edilerek titrasyona devam ediliyor.

Titrasyonun bu kısmında harcanan asidin hacmi 7 mL olduğuna göre bu çözeltide bulunan alkali iyonlar hangileridir? Açıklayınız.



ÇÖZÜM

$V_{ff} = V_{mo}$ olduğuna göre çözeltide alkaliliğe neden olan tek iyon CO_3^{2-} iyonudur.





ÖRNEK

Kaynak suyunun alkaliliğini tayin etmek amacıyla su numunesi 0,0494 M H_2SO_4 ile titre ediliyor. Alınan 50 mL örnek fenolftalein yanında titre edilirken 8 mL H_2SO_4 çözeltisi ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıyor. Titrasyona metil oranj indikatörü yanında devam edildiğinde 13 mL daha H_2SO_4 çözeltisi ilavesi ile renk değişimi gözleniyor.

Buna göre çözeltide bulunan alkaliliğe neden olan iyonları ve derişimlerini belirleyiniz.



ÇÖZÜM

Metil oranj yanında yapılan titrasyonda asit sarfiyatı fenolftalein yanındaki sarfiyattan fazla olduğuna göre çözeltide pH 8 ve üzerinde reaksiyona giremeyen HCO_3^- iyonları bulunmaktadır. HCO_3^- iyonları ile OH^- iyonları bir arada bulunamaz. Yalnız HCO_3^- iyonları bulunsaydı fenolftalein ile H_2SO_4 sarfiyatı olmazdı. O hâlde çözeltide CO_3^{2-} ve HCO_3^- iyonları karışımı bulunmaktadır.

CO_3^{2-} iyonlarının mol sayısı $n(CO_3^{2-})$, HCO_3^- iyonlarının mol sayısı $n(HCO_3^-)$, H_2SO_4 mol sayısı $n(H_2SO_4)$ ile gösterilmek üzere alkaliliğe neden olan iyonların derişimleri aşağıdaki gibi bulunur.

Fenolftalein yanında yalnızca CO_3^{2-} iyonları tepkimeye girer ve HCO_3^- iyonlarına dönüşür. Tepkime denklemini



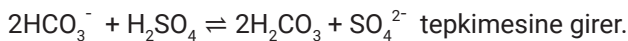
Denklemden CO_3^{2-} iyonlarının mol sayısının H_2SO_4 'in iki katı olduğu görülmektedir. Mol sayısı (n), molar derişim (M) ve hacim (V) arasında $n=M \cdot V$ ilişkisi olduğundan

$$M(CO_3^{2-}) \cdot V(CO_3^{2-}) = 2 \cdot M(H_2SO_4) \cdot V(H_2SO_4) \text{ yazılabilir. } V(CO_3^{2-}) \text{ alınan su numunesinin hacmidir.}$$

$$M(CO_3^{2-}) \cdot 50 = 2 \cdot 0,0494 \cdot 8$$

$$M(CO_3^{2-}) = 1,58 \cdot 10^{-2} \text{ M olur.}$$

Metil oranj yanında hem CO_3^{2-} in protonlanması ile oluşan hem de çözeltide bulunan HCO_3^- iyonları, tepkimeye girerek H_2CO_3 e dönüşür. CO_3^{2-} in protonlanması ile oluşan HCO_3^- iyonları için harcanan asit miktarı fenolftalein yanında harcanana eşit olur. O hâlde çözeltide bulunan HCO_3^- iyonları için harcanan asit miktarı $13 - 8 = 5$ mL'dir. HCO_3^- iyonları H_2SO_4 ile



$$n(HCO_3^-) = 2 \cdot n(H_2SO_4) \text{ olduğu görülür.}$$

$$M(HCO_3^-) \cdot V(HCO_3^-) = 2 \cdot M(H_2SO_4) \cdot V(H_2SO_4) \text{ yazılır. } V(HCO_3^-) \text{ alınan su numunesinin hacmidir.}$$

$$M(HCO_3^-) \cdot 50 = 2 \cdot 0,0494 \cdot 5$$

$$M(HCO_3^-) = 9,88 \cdot 10^{-3} \text{ M bulunur.}$$





SIRA SİZDE

Aşağıda farklı su kaynaklarından alınan eşit hacimde örneklerin titrasyonunda fenolftalein yanında harcanan HCl çözeltisi hacmi V_{ff} ve metil oranj yanında harcanan HCl çözeltisi hacmi V_{mo} verilmiştir.

Her bir su kaynağında bulunan alkali iyonları belirtiniz.

- | | | |
|---------------------|------------------|-------|
| a. $V_{ff} = 6$ mL | $V_{mo} = 4$ mL | ----- |
| b. $V_{ff} = 11$ mL | $V_{mo} = 18$ mL | ----- |
| c. $V_{ff} = 4$ mL | $V_{mo} = 4$ mL | ----- |
| ç. $V_{ff} = 8$ mL | $V_{mo} = 0$ mL | ----- |
| d. $V_{ff} = 0$ mL | $V_{mo} = 9$ mL | ----- |

SIRA SİZDE

Göl suyuna 0,09985 M HCl çözeltisi ile alkalilik analizi yapılıyor. Sudan alınan 50 mL numune, fenolftalein yanında titre edilirken 5,5 mL asit ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıyor. Titrasyona metil oranj yanında devam edilirse 5,5 mL daha asit çözeltisi harcanıyor.

Buna göre çözeltide alkaliliğe sebep olan iyonları ve derişimlerini bulunuz?

SIRA SİZDE

Alkalilik analizi yapılmak istenen bir kaynak suyundan alınan 50 mL numune 0,1016 M HCl ile titre ediliyor. Suya fenolftalein damlatıldığında renklenme olmuyor. Metil oranj ilave edildiğinde sarı renk alıyor. 6,5 mL asit ilavesi ile renk turuncuya dönüşüyor.

Buna göre çözeltide alkaliliğe neden olan iyonlar ve derişimleri nedir?



4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Karbonat ve Bikarbonat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda karbonat ve bikarbonat analizi yapmak.

Araç Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, spor düzeneği.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, 0,1 M ayarlı HCl çözeltisi, fenolftalein indikatörü, metil oranj indikatörü, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti 0,1 M HCl çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analizi yapılacak çeşme suyundan 20 mL alarak erlene koyunuz.
4. Numune çözeltisini saf su ile 100 mL'ye seyreltiniz.
5. Üzerine birkaç damla fenolftalein indikatörü ekleyiniz.
6. Pembe renk şeffaf olana kadar titre ediniz. Harcanan HCl'ün hacmini kaydediniz.
7. Aynı erlene birkaç damla metil oranj indikatörü ilave ediniz.
8. Renk turuncu-kırmızı olana kadar titre ediniz.
9. Büretten sarfiyatı okuyarak kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Büretten okuduğunuz hacimleri kullanarak suda alkaliliğe neden olan iyonların derişimlerini hesaplayınız.
2. Analizde iki farklı indikatör kullanılmasının nedenini açıklayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



1.2.4. Klorür Analizi

Doğal sularda klorür iyonu yaygın olarak bulunur. Klorür iyonunun düşük derişimlerde bulunması genellikle bir sorun oluşturmaz. Ancak yüksek derişimlerde bulunması suyun korozyon etkisini artırır, bu da ekonomik zarara yol açabilir ve ayrıca içme suyu olarak kullanımı uygun olmaz.

Sularda klorür analizi volümetrik veya potansiyometrik yöntemle yapılabilir.

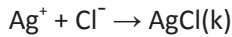
Volümetrik yöntemlerden en çok tercih edileni titrant olarak AgNO_3 in kullanıldığı arjantometrik yöntemdir. Bu yöntem klorür iyonlarının, çözünürlüğü çok az olan AgCl olarak çöktürülmesine dayanır. Arjantometrik analizlerde, kullanılan indikatörlere göre Mohr, Fajans ve Volhard olmak üzere 3 farklı yöntem vardır. Pratik olduğu için en sık Mohr metodu kullanılır. Mohr yönteminde klorür iyonları tükendikten sonra eklenen Ag^+ iyonlarının indikatör olarak kullanılan kromat ile oluşturduğu kırmızı çökelekten titrasyonun bittiği anlaşılır. Fajans yönteminde ortama eklenen Ag^+ iyonlarının fazlasının floresein gibi bir adsorbsiyon indikatörü ile oluşturduğu süspansiyon izlenerek titrasyon kontrol edilir. Volhard yönteminde ise ortama aşırısı eklenen Ag^+ iyonları geri titrasyonla belirlenerek ortamdaki klorür iyonları tespit edilir. Reaksiyon, titrant olarak kullanılan SCN^- nin ortamda bulunan Fe^{3+} iyonları ile kompleks oluşturmasından yararlanarak izlenir.

Potansiyometrik yöntem ile de oldukça güvenilir sonuç elde edilebilir. Uygun bir referans elektrot ve çözeltiye batırılacak bir indikatör elektrot yardımıyla hazırlanan galvanik hücre potansiyelinin ölçülmesi ile klorür derişimi hesaplanabilir.

Arjantometrik Yöntemle Klorür Analizi

Mohr metodu ile klorür analizinde indikatör olarak K_2CrO_4 kullanılır. Tüm klorür iyonları çöktükten sonra eklenen Ag^+ iyonları, çözeltideki CrO_4^{2-} iyonları ile doygunluğa ulaşarak kırmızı renkli çökelek oluşturur. Klorür iyonları tükendikten sonra kromat iyonlarının çökmesi için doygunluğa ulaşmaya kadar Ag^+ iyonları ilave edilmelidir. Bu durum analizde hataya neden olur ama derişik çözeltilerde bu hata ihmal edilecek düzeydedir.

Klorür analizinde titrasyon sırasında çöken AgCl nedeniyle zamanla beyaz bir süspansiyon oluşur. İndikatör olarak kullanılan kromatın çökeleği bu süspansiyon içinde olacaktır. İçme suları gibi seyreltik çözeltilerin analizinde indikatör için harcanan gümüşün derişiminin de belirlenmesi gerekir. Bu amaçla renk deęişimi sırasındaki durum ile yakın bulanıklıkta CaCO_3 süspansiyonu hazırlanıp bu süspansiyonun analit ile aynı hacimdeki kısmına boş titrasyon yapılır. Eğer analit çok seyreltikse dönüm noktasında fazla bulanıklık olmayacağı için boş titrasyon saf suya K_2CrO_4 çözeltisi eklenerek de yapılabilir. Numune titrasyonu için harcanan hacimden boş titrasyonda harcanan hacim çıkarılarak hesaplama yapılır. Gümüş ile klorür arasındaki tepkime



şeklinde olduğundan gümüş ve klorür iyonlarının mol sayıları eşit olacaktır. Bu durumda

$$M_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} = M_{\text{Cl}^-} \cdot V_{\text{Cl}^-}$$

eşitliğinden yararlanarak klorür iyonunun molar derişimi belirlenir.

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Kütlece %4'lük K_2CrO_4 Çözeltisi: Kurutulmuş K_2CrO_4 katısından 4 g tartılarak 100 mL'lik balon jofeye aktarılır. Bir miktar saf suda çözülerek hacmi saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

CaCO_3 Süspansiyonu: Titrasyondaki bulanıklığa yakın olacak şekilde saf su ile süspansiyon hazırlanır.



ÖRNEK

Bir fabrikanın atık suyundan alınan numunede Mohr metodu ile klorür analizi yapılıyor. Ön işlemlerle numunedeki kirlilikler uzaklaştırıldıktan sonra erlene alınan 20 mL örneğin üzerine indikatör olarak K_2CrO_4 çözeltisi ekleniyor. 0,05 M ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediliyor. Titrasyonda 32,5 mL $AgNO_3$ çözeltisi kullanılıyor. Kaç mL titrantın indikatör için harcandığını belirlemek amacıyla 20 mL $CaCO_3$ süspansiyonuna 1 mL K_2CrO_4 eklenip boş titrasyon yapılıyor.

Boş titrasyonda 0,5 mL $AgNO_3$ çözeltisi harcandığına göre atık sudaki Cl^- derişimi kaç mg/L'dir? (Cl: 35,5)



ÇÖZÜM

Analit için kullanılan titrant miktarı $32,5 - 0,5 = 32$ mL'dir.

Ag^+ ile Cl^- arasındaki tepkime

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$ şeklindedir. Titrasyonda harcanan Ag^+ iyonları mol sayısı analitteki Cl^- iyonları mol sayısına eşit olacağından aşağıdaki eşitlik yazılabilir.

$$M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = M_{Cl^-} \cdot V_{Cl^-}$$

$$0,05 \text{ M} \cdot 32 \text{ mL} = M_{Cl^-} \cdot 20 \text{ mL}$$

$$M_{Cl^-} = 0,08 \text{ M}$$

mg/L cinsinden klorür derişimi aşağıdaki gibi hesaplanabilir.

$$\frac{\text{mg } Cl^-}{\text{L su}} = \frac{0,08 \text{ mol } Cl^-}{\text{L su}} \cdot \frac{35,5 \cdot 10^3 \text{ mg } Cl^-}{\text{mol } Cl^-} = 2840 \text{ mg/L } Cl^- \text{ iyonu bulunur.}$$



SIRA SİZDE

Bir kuyu suyuna Mohr metodu ile klorür analizi yapılmak isteniyor. Titrant olarak 0,1011 M $AgNO_3$ çözeltisi kullanılıyor. 50 mL analit ile yapılan titrasyonda harcanan $AgNO_3$ hacminden boş titrasyonda harcanan hacim çıkarıldığında çözeltideki klorür için 3,5 mL titrant harcandığı görülüyor.

Buna göre bu çözeltide klorür derişimi kaç ppm'dir? (1 ppm = 1 mg/L) (Cl: 35,5)



5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Klorür Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda Mohr metodu ile klorür analizi yapmak.

Araç Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, spor düzeneği, baget.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, %4'lük K_2CrO_4 çözeltisi, 0,05 M $AgNO_3$ çözeltisi, $CaCO_3$, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti 0,05 M $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analizi yapılacak çeşme suyundan 50 mL alarak erlene koyunuz.
4. Çeşme suyu numunesinin üzerine 3-4 damla K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz.
5. Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile dönüm noktasına kadar titre ediniz. Büretten okuduğunuz sarfiyatı kaydediniz (V_1).
6. Ayır bir erlene dönüm noktasında görülen bulanıklığa yakın bir bulanıklıkta $CaCO_3$ süspansiyonu hazırlayınız.
7. Süspansiyondan aldığınız 50 mL üzerine analite ilave ettiğiniz damla sayısı kadar K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz.
8. Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile dönüm noktasına kadar titre ediniz. Büretten okuduğunuz sarfiyatı kaydediniz (V_2).
9. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Büretten okuduğunuz hacimleri kullanarak numunedeki klorür iyonunun derişimini bulunuz.
2. Sekizinci işlem basamağında meydana gelen tepkimeyi yazınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



1.2.5. Sülfat Analizi

Doğal bir mineral olan $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ **jips** olarak adlandırılır. Jipsin sudaki çözünürlüğü yüksektir. Sülfat iyonlarının fazlalığı kireçlenmeye ve çeşitli sağlık sorunlarına neden olduğu için özellikle içme sularının analiz edilmesi gerekir. Sularda bulunan sülfat, gravimetrik, volümetrik ve spektrofotometrik yöntemlerle analiz edilebilir.

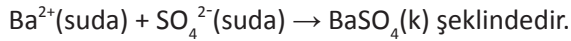
Gravimetrik yöntemde numune içindeki sülfat iyonlarının derişimi, Ba^{2+} iyonları ile BaSO_4 hâlinde çöktürülür. Sabit tartıma getirilen BaSO_4 kütesinden yararlanarak belirlenir.

Volümetrik sülfat analizinde en yaygın yöntem EDTA ile analizdir. Bu yöntemde numuneye aşırı miktarda BaCl_2 çözeltisi eklenir. Çökeltme sonrası kalan Ba^{2+} iyonları miktarı EDTA ile tespit edilerek sülfata eşdeğer Ba^{2+} miktarı hesaplanır.

Spektrofotometrik yöntemde sülfat analizi, baryum kloroanilat kullanılarak ya da türbidimetrik yöntemle yapılır.

Volümetrik Yöntemle Sülfat Analizi

Baryum sülfatın çözünürlük çarpımı çok küçük olduğu için (yaklaşık 10^{-10}) tüm yöntemlerde sülfatın baryum iyonları ile çökmesinden yararlanır. Baryum sülfatın çökme tepkimesi



EDTA ile yapılan volümetrik analizde numunedeki sülfat iyonları BaCl_2 çözeltisinin aşırısı eklenerek çöktürülür. Artan Ba^{2+} iyonları EDTA kullanılarak eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde titre edilir. Çöktürmek için kullanılan BaCl_2 ün mol sayısı bilinirse aradaki farktan yararlanarak SO_4^{2-} iyonları miktarı da hesaplanır.

Analiz edilecek numune içinde EDTA ile kompleks oluşturacak Ca^{2+} , Mg^{2+} gibi başka iyonlar da bulunabilir. Sülfat analizinde BaCl_2 eklendikten sonra titre edilen çözeltide bulunan diğer iyonlar için harcanan EDTA'nın miktarının belirlenmesi gerekir. Bunun için BaCl_2 eklenmemiş aynı miktarda numune ayrıca titre edilir. BaCl_2 eklenmiş çözelti için harcanacak EDTA miktarı, eklenmemiş olandan daha fazla olacaktır. Aradaki fark Ba^{2+} için harcanan EDTA miktarını verir.

Kullanılan BaCl_2 çözeltisi ayarlı değilse eklenen hacim biliniyor olsa da içerdiği BaCl_2 mol sayısı kesin olarak bilinemez. Numuneye eklenen hacimde BaCl_2 çözeltisi EDTA ile titre edilerek stokiyometriden eklenen BaCl_2 ün mol sayısı bulunabilir.

ÖRNEK

Kuyu suyundan alınan 25 mL örnek üzerinde sülfat analizi yapılmak isteniyor. Numuneye belirli derişimde BaCl_2 çözeltisi ilave edildikten sonra ayarlı EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. Harcanan titrant hacmi 18 mL olarak okunuyor. EDTA ile kompleks oluşturan Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları tespiti için aynı hacimde numune alınarak boş titrasyon yapılıyor. Harcanan EDTA miktarı 7 mL olarak okunuyor.

Numunedeki sülfatla çökmeyen Ba^{2+} iyonları için harcanan EDTA miktarı kaç mL'dir?



ÇÖZÜM

18-7 = 11 mL EDTA





ÖRNEK

Sülfat analizi yapılmak istenen bir kaynak suyundan alınan 50 mL örnek 0,01 M EDTA çözeltisi ile titre edilmiş ve 13,5 mL EDTA harcandığı görülmüştür. Aynı numuneden alınan 50 mL ikinci örnek üzerine $4 \cdot 10^{-4}$ mol BaCl_2 içeren çözelti ilave edilip karıştırılmış, çökme tamamlandıktan sonra süzölmüştür. Süzöntü 0,01 M EDTA çözeltisi ile eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde titre edilmiştir.

İkinci titrasyonda 25,5 mL EDTA çözeltisi harcandığına göre çözeltide bulunan SO_4^{2-} iyonunun molaritesini ve ppm cinsinden derişimini hesaplayınız. (SO_4^{2-} : 96)



ÇÖZÜM

Numunedeki Ca^{2+} , Mg^{2+} gibi diğer iyonlar için harcanan EDTA çözeltisinin hacmi 13,5 mL olduğuna göre eklenip çökmeyen BaCl_2 için harcanan EDTA çözeltisinin hacmi;

$25,5 - 13,5 = 12$ mL ($12 \cdot 10^{-3}$ L) bulunur.

O hâlde çözeltiye eklenip sülfat iyonları ile çökmeyen Ba^{2+} iyonlarının mol sayısı aşağıdaki gibi belirlenir.

$$n_{\text{EDTA}} = n_{\text{Ba}^{2+}}$$

$$M_{\text{EDTA}} \cdot V_{\text{EDTA}} = n_{\text{Ba}^{2+}}$$

$$0,01 \text{ M} \cdot 12 \cdot 10^{-3} \text{ L} = n_{\text{Ba}^{2+}}$$

$12 \cdot 10^{-5} \text{ mol} = 1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$ Ba^{2+} iyonu çökmeden çözeltide kalmıştır. Çöken Ba^{2+} mol sayısı numunede bulunan sülfat mol sayısına eşit olacaktır.

$$n_{\text{SO}_4^{2-}} = 4 \cdot 10^{-4} - 1,2 \cdot 10^{-4} = 2,8 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

Çözelti hacmi 50 mL = $5 \cdot 10^{-2}$ L olduğundan molar derişimi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$M = \frac{n_{\text{SO}_4^{2-}}}{V}$$

$$M = \frac{2,8 \cdot 10^{-4}}{5 \cdot 10^{-2}} = 5,6 \cdot 10^{-3} \text{ M}$$

$$M = 5,6 \cdot 10^{-3} \text{ M olur.}$$

1 ppm = 1 mg/L çözelti olduğundan

$$\frac{\text{mg}(\text{SO}_4^{2-})}{\text{L su}} = \frac{5,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol SO}_4^{2-}}{1 \text{ L su}} \cdot \frac{96 \cdot 10^3 \text{ mg}(\text{SO}_4^{2-})}{1 \text{ mol SO}_4^{2-}}$$

$$M = 537,6 \text{ ppm bulunur.}$$





ÖRNEK

Kuyu suyundan alınan 50 mL örnek 11 mL 0,01 M EDTA ile titre edildiğinde renk değişimi oluyor. Aynı sudan alınan ikinci 50 mL örnek üzerine sülfatı çöktürmek için aşırı $BaCl_2$ çözeltisi ilave edilip tekrar titrasyon yapılıyor. Harcanan EDTA çözeltisinin hacmi 18 mL ölçülüyor. Numune üzerine eklenen hacim kadar $BaCl_2$ çözeltisi alınarak EDTA ile titre edildiğinde ise 12 mL EDTA ilavesi ile renk maviye dönüyor.

Buna göre kuyu suyundaki sülfat derişimini M ve mg/L cinsinden hesaplayınız. ($SO_4^{2-} : 96$)



ÇÖZÜM

$BaCl_2$ çözeltisi eklenmiş örnekte çöktürme sonrası kalan Ba^{2+} iyonlarına harcanan EDTA çözeltisinin hacmi $18-11=7$ mL'dir.

Çöktürmek için kullanılan $BaCl_2$ çözeltisi için kullanılan EDTA çözeltisinin hacmi 12 mL olduğuna göre $12-7=5$ mL EDTA'ya eşdeğer miktarda Ba^{2+} iyonu SO_4^{2-} iyonları ile çökmüştür.

Çökme denklemi $Ba^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaSO_4(k)$

olduğundan 5 mL $BaCl_2$ çözeltisinde bulunan Ba^{2+} iyonu mol sayısı numunedeki sülfat mol sayısına eşittir.

$$M_{EDTA} \cdot V_{EDTA} = M_{SO_4^{2-}} \cdot V_{SO_4^{2-}}$$

$$0,01 \text{ M} \cdot 5 \text{ mL} = M_{SO_4^{2-}} \cdot 50 \text{ mL}$$

$$M_{SO_4^{2-}} = 0,001 \text{ M } SO_4^{2-} \text{ iyonu bulunur.}$$

mg/L cinsinden SO_4^{2-} iyonu derişimi aşağıdaki gibi belirlenir.

$$\frac{\text{mg}(SO_4^{2-})}{\text{L su}} = \frac{0,001 \text{ mol } SO_4^{2-}}{1 \text{ L su}} \cdot \frac{96 \cdot 10^3 \text{ mg}(SO_4^{2-})}{1 \text{ mol } SO_4^{2-}} = 96 \text{ mg/L } SO_4^{2-} \text{ iyonu bulunur.}$$



SIRA SİZDE

Bir şebeke suyundan alınan 50 mL örnek 12 mL 0,0105 M EDTA ile eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde titre edildiğinde renk değişimi oluyor. Aynı sudan alınan ikinci 50 mL örnek üzerine sülfatı çöktürmek için aşırı $BaCl_2$ çözeltisi ilave edilip titrasyon yapılıyor. Harcanan EDTA çözeltisinin hacmi 16,5 mL okunuyor. Numune üzerine eklenen hacimde $BaCl_2$ çözeltisi tekrar EDTA ile titre edildiğinde 15,5 mL EDTA ilavesi ile renk maviye dönüyor.

Buna göre şebeke suyundaki sülfat derişimini mg/L cinsinden hesaplayınız. ($SO_4^{2-} : 96$)



6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Sülfat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda sülfat analizi yapmak.

Araç Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, adi süzgeç kâğıdı, huni, spor düzeneği.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, 0,05 M $BaCl_2$ çözeltisi, 0,01 M ayarlı EDTA çözeltisi, eriokrom siyahı-T indikatörü, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti ayarlı EDTA çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analiz edeceğiniz çeşme suyundan 50 mL numune alıp birkaç damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
4. Numuneyi EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Sarfiyatı not ediniz (V_1).
5. İkinci bir 50 mL numune olarak belirli hacimde aşırı $BaCl_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökme tamamlandıktan sonra karışımı adi süzgeç kâğıdıyla süzünüz.
6. Süzüntüye birkaç damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz ve EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Sarfiyatı not ediniz (V_2).
7. Örneğe eklediğiniz hacim kadar $BaCl_2$ çözeltisini bir erlene alarak eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz ve EDTA ile titre ediniz. Sarfiyatı not ediniz (V_3).
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Dördüncü, altıncı ve yedinci işlem basamaklarında harcanan harcanan EDTA'nın hangi maddelerle tepkimeye girdiğini belirtiniz.
2. Büretten okuduğunuz hacimleri kullanarak numunedeki sülfat iyonunun derişimini bulunuz.

1. soru 40 puan, 2. soru 60 puan üzerinden değerlendirilecektir.



1.2.6. Organik Madde Analizi

Endüstriyel ve evsel atıkların deniz ve göllere boşaltılması sudaki organik madde miktarının artmasına neden olur. Bakteriler, protistler (amip, öglena, alg vb.) ve planktonlar gibi canlılar için besin olan organik maddeler sayesinde bu canlılar suda hızla çoğalır. Ekosistemde bu canlıların artması sonucu oksijenin de kullanımı artacağı için su, oksijence fakirleşir. Bu durum **ötrofikasyon** olarak adlandırılır.

2021 yılında Marmara Denizi'nde meydana gelen müsilaj(deniz salyası) sorunu kanalizasyon ve sanayi atıklarının Marmara Denizi'ne boşaltılması ile oluşan ötrofikasyonun sonucudur (Görsel 1.4).

Sularda organik madde analizi için en sık kullanılan yöntem permanganometridir.



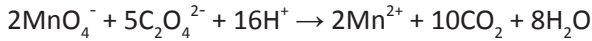
Görsel 1.4: Marmara denizinde oluşan müsilaj



Artan kirlilik ve iklim değişikliği ile birlikte müsilaj sorunu daha fazla görülmeye başlandı. Tarihte doğal sebeplerle zaman zaman görülen müsilaj sorunu son 30 yılda daha sık ve yoğun şekilde ortaya çıkmıştır. Adriyatik Denizi'nde, İtalya'nın batısında yer alan Tiren Denizi'nde, İngiltere ve İskandinav ülkelerinin arasında yer alan Kuzey Denizi'nde, Meksika Körfezi'nde deniz salyası ile mücadele edilmiştir. Müsilaj geçmiş yıllarda ya doğal yollarla dağılmış ya yüzeyden çeşitli aletler ile toplanmış ya da denizin dibine çökmüştür. Müsilaj ile mücadelede çevre kirliliğinin önüne geçmek öncelik verilmesi gereken bir konudur.

Permanganometri ile Sularda Organik Madde Analizi

Sularda organik madde miktarı O_2 ye eşdeğer olarak hesaplanır. Permanganometrik yöntemde numune, H_2SO_4 ile asitlendirilerek üzerine $KMnO_4$ çözeltisi ilave edilir ve içerisindeki organik maddelerin yükseltgenmesi için ısıtılır. Organik madde tamamen yükseltgendikten sonra, eklenen $KMnO_4$ çözeltisine eşdeğer miktarda $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi ilave edilir. Permanganat ile oksalat arasındaki tepkime



şeklinde olduğundan permanganata eşdeğer oksalat miktarı stokiyometrik orandan 2:5 bulunur. Yani eklenen her 2 mol $KMnO_4$ için 5 mol $(NH_4)_2C_2O_4$ eklenmelidir.

Sudaki organik maddeler $KMnO_4$ çözeltisinin bir kısmını harcayacağı için eklenen $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisinin organik maddeye eşdeğer kısmı tepkimeye girmeden çözeltide kalır. Artan $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi ayarlı $KMnO_4$ ile titre edilir. Bu titrasyonda harcanan $KMnO_4$ miktarı su numunesindeki organik madde tarafından indirgenen $KMnO_4$ miktarına eşittir. Bu da çözeltide bulunan organik madde miktarına eşdeğerdir.

Permanganat miktarından oksijen miktarına geçiş aşağıdaki denkleme göre yapılır.



Denklemden $KMnO_4$ ile O_2 arasındaki stokiyometrik oranın 4:5 olduğu görülmektedir.

Permanganometrik yöntem ile sudaki yükseltgenen toplam organik madde miktarı tespit edilebilir. Yükseltgenemeyen türler bu hesabın dışında kalır.



ÖRNEK

Bir göl suyunda yapılan organik madde analizinde 100 mL numune, ön işlemler sonrası 0,005 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor.

12 mL KMnO_4 ilavesinden sonra permanganatın rengi kaybolmadığına göre sudaki organik madde miktarı kaç mg/L oksijene eşdeğerdir? (O_2 : 32)



ÇÖZÜM

Titrasyonda harcanan KMnO_4 ile eşdeğeri O_2 nin mol sayıları arasında

$$5 \cdot n_{\text{KMnO}_4} = 4 \cdot n_{\text{O}_2} \text{ eşitliği vardır.}$$

$$5 \cdot M_{\text{KMnO}_4} \cdot V_{\text{KMnO}_4} = 4 \cdot M_{\text{O}_2} \cdot V_{\text{O}_2}$$

$$5 \cdot 0,005 \cdot 12 = 4 \cdot M_{\text{O}_2} \cdot 100$$

Buradan suda $7,5 \cdot 10^{-4}$ M O_2 ye eşdeğer organik madde olduğu bulunur.

mg/L cinsinden derişime aşağıdaki gibi geçilir.

$$\frac{\text{mg}(\text{O}_2)}{\text{L su}} = \frac{7,5 \cdot 10^{-4} \text{ mol } \text{O}_2}{1 \text{ L su}} \cdot \frac{32 \cdot 10^3 \text{ mg}(\text{O}_2)}{1 \text{ mol } \text{O}_2} = 24 \text{ mg/L } \text{O}_2$$

1 L suda 24 mg O_2 ye eşdeğer organik madde bulunmaktadır.



SIRA SİZDE

Bir arıtım tesisine gelen suda yapılan organik madde analizinde 100 mL numune, ön işlemler sonrası 0,0048 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor.

18 mL KMnO_4 ilavesiyle titrasyon tamamlandığına göre sudaki organik madde miktarı kaç mg/L oksijene eşdeğerdir? (O_2 : 32)



7. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Organik Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Suda toplam organik madde analizi yapmak.

Araç Gereç: Erlen, büret, beher, pipet, piset, spor düzeneği, sıcak su banyosu, maşa.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, ayarlı 0,005 M KMnO_4 çözeltisi, 0,0125 M $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ çözeltisi, 1:4 oranında seyreltilmiş H_2SO_4 çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir büreti KMnO_4 çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
3. Analiz edilecek çeşme suyundan erlene 100 mL alınınız.
4. Üzerine 10 mL KMnO_4 çözeltisi ve 10 mL H_2SO_4 çözeltisi ekleyiniz.
5. Erlenı sıcak su banyosunda yarım saat bekletiniz. (Renk tamamen kayboluyorsa organik madde tüm permanganatı harcayacak kadar çoktur. Daha az numune ile analizi tekrarlayınız.)
6. Su banyosundan alınan karışıma 10 mL $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ çözeltisi ekleyiniz. Çözeltideki rengin kaybolduğunu gözleyiniz.
7. Karışımı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediniz. Sarfiyatı not ediniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Sudaki organik madde miktarını mg/L O_2 olarak belirleyiniz.
2. Beşinci işlem basamağında yapılan ısıtmanın amacı nedir? Açıklayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Aşağıda verilenlerden hangisi suyun kimyasal özelliklerinden biridir?

- A) Bulanıklık B) Koku
C) Renk D) Sertlik
E) Tat

2. Suda bulanıklık tayini yapmak isteyen bir teknisyen

- I. Türbidimetri
II. Potansiyometri
III. Nefelometri

yöntemlerinden hangilerini tercih etmelidir?

- A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

3. Sanayi bölgesinde yaşayan teknisyen Kıymet, yağmur suyuna fiziksel analizler yapıyor. Seyreltik Na_2SO_4 çözeltisine BaCl_2 çözeltisi ekleyerek hazırlanan standart çözeltilerin 420 nm dalga boyunda absorbans ölçümlerini yaparak bir kalibrasyon eğrisi elde ediyor. Yağmur suyundan aldığı numunenin aynı dalga boyunda absorbansını ölçerek kalibrasyon eğrisi ile karşılaştırıyor.

Buna göre Kıymet, yağmur suyuna hangi fiziksel analizi yapmıştır?

- A) Bulanıklık B) Koku
C) Renk D) Sertlik
E) Tat

4. Aşağıdaki bileşiklerden hangisi suda geçici sertliğe neden olur?

- A) $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ B) MgSO_4
C) $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ D) CaCl_2
E) $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$

5. Suda karbonat ve bikarbonat tayini yaparken titrant olarak

- I. H_2SO_4
II. HCl
III. HNO_3

kuvvetli asitlerinden hangileri kullanılabilir?

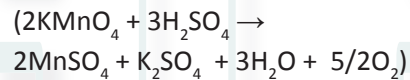
- A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

6. Mohr metodu kullanılarak suda yapılan klorür analizi için aşağıdakilerden hangisi doğrudur?

- A) İndikatör olarak floresein maddesi kullanılır.
B) Titrant olarak Ag_2CrO_4 çözeltisi kullanılır.
C) Çok seyreltik olan numunelerde boş titrasyon yapılmalıdır.
D) Dönüm noktası çözeltinin beyaz olduğu andır.
E) Derişik HCl kullanılarak ortam asitlendirilir.

7. Nehir suyundan, organik madde analizi yapmak için 50 mL örnek alınarak ön işlemlerden geçiriliyor. Numune 0,0052 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor. Analitin rengi kalıcı olarak permanganat rengine dönüştüğünde titrasyon sonlandırılıyor ve sarfiyat 5 mL olarak kaydediliyor.

Buna göre nehir suyundaki organik madde kaç mg/L O_2 ye eşdeğerdir? (O_2 : 32)



- A) 5,2 B) 10,4
C) 16,6 D) 20,8
E) 41,6



B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Memleketinden getirdiği bir kaynak suyunun içilebilir olup olmadığını incelemek isteyen teknisyen Esra, su numunesine sırasıyla sertlik, sülfat ve alkalinite analizleri yapıyor.

1. Sertlik analizi için su numunesinden 20 mL alan Esra, numuneyi saf su ile seyrelttikten sonra üzerine tampon çözelti ve eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediyor. 0,0049 M EDTA ile titrasyona başlıyor. 4 mL titrant ilavesinden sonra çözeltinin rengi maviye dönüyor.

Esra, kaynak suyunu kaç Fransız sertliğinde bulmuştur? (CaCO_3 : 100)

2. Sülfat analizi yapmak için gerekli hazırlıkları yapan Esra, sertlik analizindeki verileri kullanarak numunedeki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının titrasyonu için kullanılan EDTA sarfiyatını not ediyor. Numuneden 20 mL alarak doymuş BaCl_2 çözeltisinin aşırısını (V hacim) ilave ediyor ve tüm sülfat iyonlarının çökmesini sağlıyor. Oluşan karışımı süzerek süzüntüyü eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde EDTA ile titre ediyor. Renk maviye dönünce sarfiyatı 10,2 mL olarak kaydediyor. V hacim kadar doymuş BaCl_2 çözeltisinin titrasyonunda 7 mL EDTA harcıyor.

Tüm titrasyonlar sonunda Esra, SO_4^{2-} derişimini kaç mg/L bulmuştur? (SO_4^{2-} : 96)

3. Numuneden 50 mL alan Esra, alkalinite analizine başlıyor. Numune üzerine birkaç damla fenolftalein ekleyerek 0,0098 M HCl ile titre ediyor. 5 mL sarfiyat sonrası çözelti renksiz oluyor. Aynı erlen üzerine birkaç damla metil oranj ekleyerek titrasyona devam ediyor. Renk turuncu olunca büretten 9 mL daha titrant harcadığını görüyor.

Esranın getirdiği kaynak suyunun

a) alkaliliğe neden olan iyonlar nelerdir?

b) alkaliliğe neden olan iyonların molaritelerini hesaplayınız.



2. ÖĞRENME BİRİMİ

ÇİMENTO ANALİZLERİ

KONULAR

2.1. ÇİMENTO

2.2. ÇİMENTONUN HAM MADDELERİ VE BİLEŞENLERİ

2.3. ÇİMENTO ÇEŞİTLERİ

2.4. ÇİMENTOYA YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Konut inşasından baraj, köprü ve yol yapımına kadar geniş bir yelpazede faydalanılan çimentonun hangi özellikleri taşıması ve kullanım alanları göz önüne alındığında ne tür ihtiyaçları karşılaması beklenir, tartışınız.



2.1. ÇİMENTO



Görsel 2.1: Çimento

1800'lü yılların başında üreilmeye başlanan çimento, günümüz yapı sektöründe de en çok kullanılan inşaat malzemelerindendir.

Çimento; Fe_2O_3 , CaO , SiO_2 , Al_2O_3 ve az miktarda MgO içeren ham maddelerin yüksek sıcaklıkta ısıtıldıktan sonra uygun katkı maddelerinin ilave edilip öğütülmesiyle elde edilen bağlayıcı bir malzemedir (Görsel 2.1). Bağlayıcılık görevini su ile reaksiyona girdikten sonra kazandığı için **hidrolik bağlayıcı** olarak da tanımlanır.

Su ile karıştırılıp hamur hâline getirilen çimentonun, havada veya suda yavaş yavaş katılaşmasına **priz** denir. Katılaşma olayı herhangi bir geciktirici madde (alçı taşı gibi) kullanılmadıysa yaklaşık 10 saatte gerçekleşir.



Çimento kelimesi, Latince **yontulmuş taş kırıntısı** anlamındaki **caementum** kelimesinden türetilmiştir.

2.2. ÇİMENTONUN HAM MADDELERİ VE BİLEŞENLERİ

Çimento üretiminde mermer, kireç taşı, kil, silis ve demir cevheri gibi ham maddeler kullanılır. Ham maddeler maden ocağından çıkarılıp kırılarak öğütüldükten sonra belirli oranlarda karıştırılır ve yüksek sıcaklıklarda pişirilerek klinker elde edilir. **Klinker**, çimentonun alçı katılmamış hâli olan, çeşitli minarelleri içeren kompleks bir malzemedir. Klinkeri oluşturan en önemli mineraller **silikatlar** ve **alüminatlardır**. Klinkere alçıtaşı ilave edilip tekrar öğütülürse çimento elde edilmiş olur. Bu katkılar; yavaşlatıcılar, hızlandırıcılar, yüksek fırın cürufu, polimer katkılar, mukavemet artırıcılar, mikrofiberler gibi çeşitli başlıklar altında toplanabilir. Katkılı çimento elde edilecekse **cüruf**, **uçucu kül**, **pomza** gibi başka katkılar da ilave edilebilir.

Çimentonun ana bileşenleri aşağıda verilmiştir.

2.2.1. Kalsiyum Silikatlar (C_2S - C_3S)

Çimentonun %60-%65'ini kalsiyum oksit, yaklaşık %20'sini silisyum dioksit oluşturur. Dikalsiyum silikat ($2CaO.SiO_2$) ve trikalsiyum silikat ($3CaO.SiO_2$) olmak üzere iki tür silikat vardır. Dikalsiyum silikatın oranı arttıkça çimentonun bir haftadan sonraki dayanımı, trikalsiyum silikatın oranı arttıkça da çimentonun ilk yıllarındaki dayanımı yüksek olur.

C kalsiyum oksidi, **S** ise silisyum dioksidi temsil etmektedir.



2.2.2. Kalsiyum Alüminatlar ($C_3A - C_4AF$)

Alüminatlar çimentonun yaklaşık olarak %20'sini oluşturur. Trikalsiyum alüminat ($3CaO.Al_2O_3$) ve tetrakalsiyum alüminoferrit ($4CaO.Al_2O_3.Fe_2O_3$) olmak üzere iki tür alüminat vardır. Trikalsiyum alüminat yüzdesi düşük olan çimentoların sülfat içeren zemin ve suya karşı dayanımı fazladır. Tetrakalsiyum alüminoferrit ise klinkerleşme sıcaklığını düşüren ve çimentoya rengini veren bileşendir.


C kalsiyum oksidi, **A** alüminyum oksidi, **F** ise demir(III) oksidi temsil etmektedir.

2.2.3. Kalsiyum Sülfatlar ($C\bar{S}.2H$)

Çimento üretilirken klinkere yaklaşık %5 oranında $CaSO_4.2H_2O$ (alçı taşı) ilave edilmektedir. Sülfat oranı çimentonun donmasına etki ettiği için miktarı doğru ayarlanmalıdır. Bunun için sülfat ve alüminat dengesi sağlanmalıdır.

Klinkerin bileşenleri ve bu bileşenlerin yüzde bileşimleri Tablo 2.1'de verilmiştir.

$C\bar{S}$ kalsiyum sülfatı, **H** suyu temsil etmektedir.



Genelde koyu gri renkte ve taneli yapıda üretilen klinkerin bağlayıcılık özelliği vardır. Su ile tepkimeye girerek hızla donar.

Tablo 2.1: Klinkerin Bileşenleri ve Yüzde Bileşimleri

BİLEŞENLER	SINIR DEĞERLER			TİPİK BİLEŞİM (%)
	%min.	-	%maks.	
CaO	60	-	67	63
SiO ₂	17	-	25	20
Al ₂ O ₃	3	-	8	6
Fe ₂ O ₃	0,5	-	6,0	3
MgO	0,1	-	0,4	2
Na ₂ O + K ₂ O	0,2	-	1,3	2
SO ₃	1,0	-	3,0	1
Kızdırma kaybı	1,0	-	2,0	2
Çözünmeyen kalıntı	1,0	-	2,0	1



2.3. ÇİMENTO ÇEŞİTLERİ

TS EN 197-1'e göre çimentolar genel olarak **Portland** (CEM I), **Portland kompoze** (CEM II), **yüksek fırın cürufu** (CEM III), **puzolan** (CEM IV) ve **kompoze çimento** (CEM V) olmak üzere beş sınıfta incelenir. Çimento çeşitleri aşağıda verilmiştir.

2.3.1. Portland Çimento

En çok üretilen çimento çeşididir. Ham maddesi **kalker, marn ve kildir**. CaO , SiO_2 , Al_2O_3 ve Fe_2O_3 içeren bu ham maddeler klinker oluşturmak üzere yüksek sıcaklıkta pişirildiğinde silikatları ve alüminatları oluşturur. Bunların dışında MgO ve alkali oksitler de Portland çimentoya ilave edilebilir.

Kimyasallara karşı dayanımları oldukça azdır. Bu nedenle barajlar, deniz yapıları gibi sülfat ve klorür gibi iyonları içeren ortamlarda kullanımı uygun değildir. Erken dayanımın önemli olduğu konut, viyadük, köprü, temel gibi yapıların inşasında kullanılmaktadır.



Çimento, Dünya'da ilk kez, 1824 yılında İngiltere'nin Leeds kentinde üretilmiştir. Genel özellikleri Portland isimli adanın doğal yapısına benzediği için **Portland çimentosu** adını almıştır.

Dünyada ilk çimento fabrikası 1848 yılında İngiltere'de kurulmuştur. Türkiye'nin çimento ile tanışması ise 1900'lü yılların başına denk gelir. 1912 yılında ise Türkiye'de de çimento fabrikaları kurulmuş ve üretime başlanmıştır.

2.3.2. Puzolan Çimento

Puzolan, bağlayıcılık özelliği olmayan, kireç ile karıştırıldığında su ile reaksiyona girerek çimento özelliği kazanan maddelerdir. **Doğal** ve **yapay** olmak üzere iki puzolan çeşidi vardır. **Doğal puzolanlar**, volkanik tüfler ve opal gibi silis içeren minerallerdir. **Yapay puzolanlar**, daha çok uçucu küllerdir.

Puzolan çimentonun üretimi ekonomiktir. Kohezyon kuvveti oldukça iyidir ve hidrasyon ısı düşükür. Sülfat gibi kimyasallara karşı dayanımı oldukça güçlüdür. Fayans ve seramik yapıştırıcısı, yalıtım, sıva ve harç malzemesi olarak kullanımı uygundur.

2.3.3. Portland Kompoze Çimento

Yaklaşık %80 Portland çimento klinkeri, %20 puzolan ve az miktarda priz düzenleyici içeren, ince şekilde öğütülmüş çimentolardır.

Portland kompoze çimento, betonun işlenebilirliğini artırır ve düşük karbon salınımına sahiptir. Hidrasyon ısı düşük olduğu için betonun genleşme ve kırılma dayanımı Portland çimentoya göre daha iyidir. Puzolan içerdiği için sülfatlı sulara dayanıklıdır. Portland çimentonun kullanıldığı bütün alanlarda, sülfat ve klorür gibi iyonları ihtiva eden ortamlarda kullanımı uygundur.



2.3.4. Yüksek Fırın Cürüflu Çimento

Soğutulmuş demir cürufuna Portland klinkeri ve alçı taşı ilave edilerek öğütülmesiyle üretilen çimentodur. Ham maddeleri ayrı ayrı öğütülüp karıştırılarak elde edilen çimentonun kalitesi de artar. Sülfatlı, klorürlü ve çeşitli mineraller içeren sulara karşı dayanımları oldukça kuvvetlidir. Bu nedenle baraj, su kanalları ve liman gibi yapıların inşasında kullanılabilir.

2.3.5. Kompoze Çimento

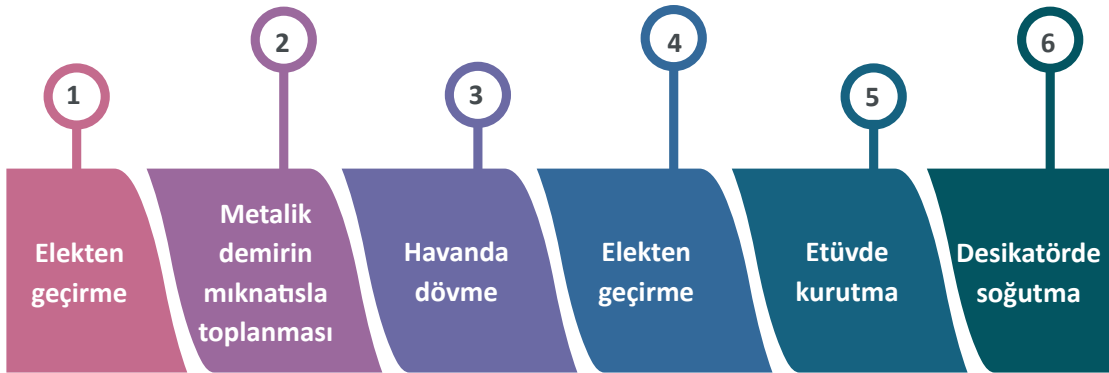
Yaklaşık %60 klinker, %20 yüksek fırın cürufu, %20 puzolan ve az miktarda priz düzenleyici içeren çimentolardır. Puzolan içerdiği için hidrasyon ısı düşüktür. Çevresel etkilere karşı yüksek direnç gösterir ayrıca düşük karbon salınımına sahiptir. Elde edilen betonun işlenebilirliği ve sülfatlı sulara karşı dayanımı yüksektir. Baraj ve su kanallarında, atık su ve içme suyu arıtım tesislerinde kullanımları uygundur.

2.4. ÇİMENTOYA YAPILAN ANALİZLER

Yapı çalışmalarında çimentoların kimyasal uygunluğu önemli olduğu için çimentonun kalitesini ve yeterliliğini ölçmek amacıyla birçok analiz yapılır. Analizin ilk basamağı çimento numunesinin hazırlanmasıdır.

Çimento Numunesinin Hazırlanması

Analiz yapılmadan önce çimento numunesinin uygun hâle getirilmesi gerekir. Numune, gözenek boyutu 800 µm olan elekten geçirilerek iyice karıştırılır; daha sonra parlak bir kâğıt üzerine ince bir tabaka hâlinde yayılır. Numunenin içinde bulunan toz şeklindeki metalik demir kâğıdın altından mıknatıs gezdirilerek toplanır. Kalan çimento gözenek boyutu 125-150 µm elekten geçecek şekilde havanda iyice dövülür. Eleme işlemiyle elde edilen numune, etüvde 1-2 saat kurutulup desikatörde soğutularak yapılacak analizlere hazır hâle getirilir. Şekil 2.1'de çimento numunesinin analizlere hazırlanma aşamaları verilmiştir.



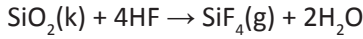
Şekil 2.1: Çimento numunesinin analizlere hazırlanma aşamaları



2.4.1. SiO₂ Analizi

Silisyum dioksit (SiO₂), çimentonun içeriğinde bulunan ana bileşenlerden biridir. Çimentonun yaklaşık %20'sini oluşturduğu için analizi de önemlidir.

Silisyum dioksit analiz edilirken ilk önce çimento numunesinin kütlesi kaydedilir (m_1). Üzerine NH₄Cl katısı ve HCl çözeltisi ilave edildiğinde CaO, Fe₂O₃ ve Al₂O₃ çözünerek çözeltiliye geçer. HCl çözeltisinde çözünmeyen madde ve SiO₂ çökelekte kalır. Çökelek beyaz bant süzgeç kâğıdından süzülerek sabit tartıma getirilmiş kroze de yakılır ardından kül fırınında kızdırıldıktan sonra desikatörde soğutulur. Kroze tartılarak kütlesi kaydedilir (m_2). Krozedeki çökeleğe H₂SO₄ ve HF çözeltileri ilave edildiğinde



tepkimesiyle SiO₂ katısı SiF₄ gazına dönüşerek numuneden uzaklaşır. SiF₄ aşındırıcı bir gaz olduğu için bu işlem çeker ocakta yapılmalıdır. Buharlaşma tamamlandıktan sonra elde edilen çökelek sırasıyla fırında kızdırılır, desikatörde soğutulur ve kroze tartılarak kütlesi kaydedilir (m_3). Çökelek kütlesindeki azalma ($m_2 - m_3$) çimentodaki SiO₂ miktarını verir. Daha sonra

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısından silisyum dioksidin kütlece yüzdesi hesaplanır.

Analizde Kullanılan Çözeltiler

SiO₂ analizinde kullanılan yıkama çözeltisinin hazırlanma şekli aşağıda verilmiştir.

Yıkama Çözeltisi

Derişik HCl çözeltisinin 1:20 oranında seyreltilmesiyle hazırlanır.

ÖRNEK

0,956 gram çimento numunesine silisyum dioksit analizi yapılıyor. Numune üzerine NH₄Cl katısı ve HCl çözeltisi eklendikten sonra çözünmeden kalan katı madde süzülüp sabit tartıma getirilmiş kroze konuyor. Yakma ve kızdırma işlemlerinden sonra tartıldığında kütlesinin 20,125 gram geldiği görülüyor. Kroze H₂SO₄ ve HF çözeltileri ilave edildikten sonra tekrar yakma, kızdırma ve soğutma işlemleri uygulanarak tartıldığında kütlesi 19,928 gram olarak ölçülüyor.

Buna göre çimento numunesindeki silisyum dioksidin kütlece yüzdesini bulunuz.



ÇÖZÜM

$\% \text{SiO}_2 = \frac{(m_2 - m_3)}{m_1} \cdot 100$ bağıntısına göre verilenler yerine yazıldığında

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{(20,125 - 19,928)}{0,956} \cdot 100$$

$\% \text{SiO}_2 = 20,61$ bulunur.





SIRA SİZDE

Silisyum dioksit analizi yapmak üzere bir çimento numunesinden 1,1050 gram tartılarak gerekli işlemlerden geçiriliyor. Elde edilen çökelek, porselen krozeeye konuyor. Krozenin kütlesi, kül fırınında ilk kızdırma sonucunda 21,875 gram, H_2SO_4 ve HF çözeltileri ilave ettikten sonra yapılan ikinci kızdırma sonucunda ise 21,663 gram ölçülüyor.

Buna göre çimento numunesindeki silisyum dioksitin kütlece yüzdesini bulunuz.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

SiO₂ Analizi

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çimento numunesinde bulunan SiO₂ yüzdesini gravimetrik analiz ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, 50 mL'lik beher, saat camı, pipet, cam baget, su banyosu, beyaz bant süzgeç kâğıdı, huni, erlen, porselen kroze, bek, üç ayak, kil üçgen, kül fırını, ısıya dayanıklı eldiven, maşa, desikatör, çeker ocak.

Kimyasal Maddeler: Çimento numunesi, katı NH₄Cl, derişik HCl çözeltisi, derişik HNO₃ çözeltisi, yıkama çözeltisi (HCl çözeltisi), saf su, %50'lik H₂SO₄ çözeltisi, derişik HF çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Daha önce hazırlamış olduğunuz çimento numunesinden 1 gram kadar tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
3. Çimento numunesinin üzerine 1 gram NH₄Cl katısı ilave ederek iyice karıştırınız.
4. Beherin üzerini saat camı yardımıyla kapatınız.
5. Saat camını hafifçe aralayarak 10 mL derişik HCl çözeltisini dikkatlice behere aktarınız.
6. Kimyasal reaksiyon tamamlandıktan sonra saat camını hafifçe aralayınız, behere 10 damla derişik HNO₃ çözeltisini yavaşça ilave ediniz ve cam baget ile karıştırınız.
7. Saat camını beherin üzerine tekrar kapatınız.
8. Beherdeki karışımı 90 °C-95 °C'deki su banyosunda ara ara karıştırarak yaklaşık 30 dakika ısıtınız.
9. Karışımı, sıcakken beyaz bant süzgeç kâğıdından geçirerek süzünüz. Süzüntüyü saklayınız.



10. Beheri yıkama çözeltisi ile çalkalayarak süzgeç kâğıdından süzünüz. **Süzüntüyü saklayınız.**
11. Elde ettiğiniz çökeleği önce 2-3 kez yıkama çözeltisi ile daha sonra sıcak su ile yıkayınız.
12. Elde ettiğiniz bütün süzüntüleri birleştirerek CaO analizi için saklayınız.
13. Temiz bir porselen krozeyi sabit tartıma getiriniz.
14. Süzgeç kâğıdını katlayarak çökeleği krozeyeye yerleştiriniz.
15. Krozeyi önce yavaş sonra da kuvvetli bek alevinde ısıtarak süzgeç kâğıdını yakınız. Ardından 1000 °C-1100 °C'ye ayarlanmış kül fırınında 1 saat kızdırınız.
16. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız. Tartımın sonucunu kaydediniz (m_2).
17. Krozeyeye 1 mL saf su, iki damla H_2SO_4 çözeltisi ve 10 mL HF çözeltisi ilave ederek çeker ocakta hafif bek alevinde kuruyuncaya kadar buharlaştırınız.
18. Kalıntıyı 1000 °C-1100 °C'ye ayarlanmış kül fırınında 10 dakika kadar kızdırınız.
19. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız. Tartımın sonucunu kaydediniz (m_3).
20. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenizdeki SiO_2 yüzdesini hesaplayınız.
2. On yedinci işlem basamağında H_2SO_4 ve HF çözeltilerinin ilave edilmesinin nedenini tepkime denklemini yazarak açıklayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

2.4.2. CaO Analizi

CaO, çimento çeşitlerinin birçoğunda bağlayıcı madde olarak görev yapar. Su ile tepkimeye girerek $Ca(OH)_2$ bileşiğini (sönmüş kireç) oluşturur. Yardımcı maddelerle birleşerek çimentonun sertleşmesine ve betonun oluşmasına yardımcı olur. Klinkerin bileşiminde %60-%67 oranında bulunur. Bu nedenle çimentoda kalsiyum oksit analizi önemlidir.

CaO analizi yapılırken SiO_2 analizinde çimento numunesinden (m_1) elde edilen süzüntü, numuneye HCl çözeltisinin eklenmesiyle elde edildiği için asidikdir. Bu süzüntüye metil kırmızısı indikatörlüğünde çözeltinin rengi sarıya dönünceye kadar amonyak çözeltisi ilave edilir ve karışım kaynatılır. Elde edilen çökelek süzülür ve amonyum nitratlı suyla yıkanır. Analiz süzüntüde yapılacağı için çökelek atılır. Süzüntü



hafif bazı yapılarak üzerine amonyum oksalat katısı ilave edilir. Karışım kaynatılarak kalsiyum oksalat çökeleği elde edilir. Çökelek süzülerek amonyum oksalatlı su ile yıkanır. Süzüntüler MgO analizinde kullanılacağı için saklanır. Yıkama tamamlandığında süzgeç kâğıdı delinir ve kalsiyum oksalat çökeleği, 50 mL 2 M HCl çözeltisi ve saf su ile yıkandıktan sonra bir behere alınır. Çözeltiye saf su ilave edilerek kaynatılır. Birkaç damla metil kırmızısı ilave edildikten sonra 1 gram daha amonyum oksalat katısı ve renk sarıya dönene kadar da amonyak çözeltisi ilave edilir. Su banyosunda ısıtılarak çökelek elde edilir. Çökelek amonyum oksalatlı su ile yıkanarak sabit tartıma getirilmiş porselen krozeye (m_2) konur. Süzgeç kâğıdı bek alevinde yakılır, ardından kül fırınında kızdırılarak CaO elde edilir. Kroze soğutulur tekrar tartılır (m_3).

$$\%CaO = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısından yararlanarak çimento numunesindeki kalsiyum oksidin kütlece yüzdesi bulunur.

ÖRNEK

1,225 gram çimento numunesinden SiO_2 analizinde elde edilen süzüntüye metil kırmızısı indikatörlüğünde amonyak çözeltisi ilave ediliyor. Gerekli işlemler uygulanarak elde edilen çözeltiye amonyum oksalat katısı eklenerek kalsiyum iyonları, kalsiyum oksalat olarak çöktürülüp süzülüyor. Süzgeç kâğıdı, sabit tartıma getirilmiş 19,356 gram kütleli porselen kroze konuyor. Porselen krozedeki çökelek, önce bek alevinde yakılıyor ardından kül fırınında kızdırılıyor. Kroze soğutulduktan sonra kütlelerinin 20,103 gram geldiği görülüyor.

Buna göre çimento numunesindeki kalsiyum oksidin kütlece yüzdesi kaçtır?

ÇÖZÜM

$$\%CaO = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100 \text{ bağıntısına göre verilenler yerine yazıldığında}$$

$$\%CaO = \frac{(20,103 - 19,356)}{1,225} \cdot 100 \quad \text{CaO \%61 olarak bulunur.}$$

SIRA SİZDE

Bir çimento numunesinden 1,406 g tartılarak kalsiyum oksit analizi için gerekli işlemler yapılıyor. Elde edilen çökelek 17,624 g kütleli porselen kroze konularak süzgeç kâğıdı bek alevinde yakılıyor. Kül fırınında kızdırılan porselen krozenin kütlesi 18,523 g olarak tartılıyor.

Buna göre çimento numunesindeki kalsiyum oksidin kütlece yüzdesini bulunuz.



Analizde Kullanılan Çözeltiler

CaO analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

NH_4NO_3 lı Yıkama Suyu

20 gram NH_4NO_3 katısı suda çözülerek 1 litreye tamamlanır.

$(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ lı Yıkama Suyu

1 gram $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ katısı suda çözülerek 1 litreye tamamlanır.

HCl'li Yıkama Çözeltisi

Derişik HCl çözeltisinin 1:20 oranında seyreltilmesiyle hazırlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

CaO Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çimento numunesinde bulunan CaO yüzdesini gravimetrik analiz ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, elektrikli ısıtıcı, beher, cam baget, su banyosu, siyah ve mavi bant süzgeç kâğıdı, huni, erlen, porselen kroze, bek, üç ayak, kil üçgen, kül fırını, ısıya dayanıklı eldiven, maşa, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Analiz numunesi, hacimce 1:1'lik NH_3 çözeltisi, NH_4NO_3 lı yıkama suyu, derişik NH_3 çözeltisi, katı $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ lı yıkama suyu, hacimce 1:20'lik HCl çözeltisi, saf su, metil kırmızısı indikatörü.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. SiO_2 analizinde elde ettiğiniz süzüntüyü behere alarak ısıtınız.
3. Süzüntüye birkaç damla metil kırmızısı indikatörü ilave ederek kaynatınız.
4. Çözeltinin rengi sarıya dönüncüye kadar hacimce 1:1'lik NH_3 çözeltisinden damla damla ilave ediniz.
5. Çözeltiye birkaç damla daha NH_3 çözeltisi ilave ettikten sonra 1 dakika kaynatınız.
6. Yaklaşık 5 dakika bekleyerek çökelpmenin tamamlanmasını sağlayınız.
7. Siyah bantlı süzgeç kâğıdı yardımıyla karışımı süzünüz.
8. Çökeleği sıcak NH_4NO_3 lı su ile yıkayınız. Yıkama suyunu süzüntüye ilave ediniz.
9. Çökeleği atınız. Süzüntüye birkaç damla derişik NH_3 çözeltisi ilave ederek hafif alkali yapınız.
10. Çözeltiyi 90 °C sıcaklığa kadar ısıtınız ve 3 gram $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ katısı ilave ediniz.
11. Birkaç damla derişik NH_3 çözeltisi ilavesiyle ortamı bazikleştiriniz.



12. Karışımı 5 dakika kaynattıktan sonra 90 °C sıcaklıktaki su banyosunda 20 dakika bekleterek çökmeye bırakınız.
13. Karışımı mavi bant süzgeç kâğıdı ile süzünüz.
14. Çökeleği $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ lı su ile yıkayınız. Elde ettiğiniz süzüntüleri birleştirerek MgO analizi için saklayınız.
15. Süzgeç kâğıdını cam baget ile deliniz. Kalsiyum oksalat çökeleğini önce hacimce 1:20'lik 50 mL sıcak HCl çözeltisi, sonra saf su ile yıkayarak ayrı bir behere alınız.
16. Behere yaklaşık 200 mL saf su ilave ediniz ve çözeltiyi kaynayıncaya kadar ısıtınız.
17. Isıttığınız çözeltiyeye birkaç damla metil kırmızısı indikatörü ve 1 gram $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ katısı ilave ediniz.
18. Renk dönüşümü oluncaya kadar hacimce 1:1'lik NH_3 çözeltisinden damla damla ilave ediniz.
19. Çözeltiyi sıcak su banyosunda yaklaşık 2 saat çökmeye bırakınız.
20. Karışımı oda sıcaklığında soğumaya bırakınız. Soğuyan karışımı mavi bant süzgeç kâğıdından süzünüz.
21. Çökeleği $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ lı su ile yıkayınız. Elde ettiğiniz süzüntüleri 13. ve 14. İşlem basamaklarından elde ettiğiniz süzüntülerle birleştirerek MgO analizi için saklayınız.
22. Çökeleği önceden sabit tartıma getirilmiş porselen krozeeye koyunuz (m_2). Süzgeç kâğıdını bek alevinde yavaşça yakınız.
23. Kalıntıyı 1000 °C -1100 °C'ye ayarlanmış kül fırınında 15 dakika kadar kızdırınız.
24. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
25. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenizdeki CaO yüzdesini hesaplayınız.
2. Onuncu işlem basamağında amonyum oksalat katısının kullanılma nedenini tepkime denklemini yazarak açıklayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



2.4.3. MgO Analizi

Klinker üretiminde kullanılan kil, kalker, marn gibi ham maddelerin yapısında magnezyum içeren bileşikler bulunur. Bu ham maddelerin klinkere dönüştürülmesi sırasında magnezyum bileşikleri MgO'e dönüşür. Bu nedenle çimentonun bileşiminde bir miktar MgO bulunur. Bu miktarın ideal bir klinker bileşiminde %2 civarında olması beklenir. MgO beton yapımı sırasında su ile hidratlaşarak maddelerin birbirine bağlanmasında diğer hidrolik bağlayıcı maddelere yardımcı olur ancak %2'yi geçen MgO miktarı çimento içinde serbest kalarak zamanla su ile hidratlaşıp çimentonun hacmini artırır. Çimentoda sertleşmeden sonra gerçekleşen hacim artışı betonda çatlakların oluşmasına neden olarak betonun basınç dayanımını düşürür. Bu durum beton kalitesi açısından olumsuz bir özelliktir. Bu sebeple çimentoda kalite kontrol amaçlı MgO analizi yapılır.

MgO analizi yapılırken SiO₂ analizinde kullanılan çimento numunesinde (m_1), CaO analizi yapılırken elde edilen süzüntüye ortamı asitlendirmek amacıyla derişik HCl çözeltisi ilave edilir ve çözelti bir miktar buharlaştırılır. Çözelti, amonyum bifosfat çözeltisi ilave edilerek kaynatıldıktan sonra buz banyosunda soğutulur. Derişik NH₃ çözeltisi damla damla ilave edilerek, çözeltideki magnezyum iyonları MgNH₄PO₄ olarak çöktürülür. Çökelek 20 mL derişik amonyak, 10 gram amonyum nitrat ve 80 mL su ile hazırlanmış yıkama suyuyla yıkandıktan sonra sabit tartıma getirilmiş porselen kroze (m_2) konur. Süzgeç kâğıdı bek alevinde yakıldıktan sonra kül fırınında kızdırılarak magnezyum pirofosfat (Mg₂P₂O₇) bileşiğine dönüştürülür. Kroze soğutulduktan sonra tartılır ve kütlesi kaydedilir (m_3).

$$\%MgO = \frac{2 \cdot M_A (MgO)}{M_A (Mg_2 P_2 O_7)} \cdot \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısından çimentodaki magnezyum oksidin kütlece yüzdesi hesaplanır.

ÖRNEK

Magnezyum oksit analizi yapmak üzere bir çimento numunesinden 2,112 gram tartılarak çeşitli işlemlerden geçiriliyor. Elde edilen çökelek 18,224 gram kütleli porselen kroze konuyor. Kül fırınında kızdırılan porselen krozenin kütlesi 18,335 gram olarak tartılıyor.

Buna göre çimento numunesindeki magnezyum oksidin kütlece yüzdesi kaçtır? (MgO: 40, Mg₂P₂O₇: 222)



ÇÖZÜM

$$\%MgO = \frac{2 \cdot M_A (MgO)}{M_A (Mg_2 P_2 O_7)} \cdot \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100 \text{ bağıntısına göre verilenler yerine yazıldığında}$$

$$\%MgO = \frac{2 \cdot 40}{222} \cdot \frac{(18,335 - 18,224)}{2,112} \cdot 100$$

$\%MgO = 1,89$ olarak bulunur.





SIRA SİZDE

Magnezyum oksit analizi yapmak üzere bir çimento numunesinden 1,852 gram tartılarak çeşitli işlemlerden geçiriliyor. Elde edilen çökelek 17,613 gram kütleli porselen krozeye konuyor. Kül fırınında kızdırılan porselen krozenin kütlesi 17,725 gram olarak tartılıyor. **Buna göre çimento numunesindeki magnezyum oksidin kütlece yüzdesi kaçtır?** (MgO: 40, Mg₂P₂O₇: 222)

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

MgO Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çimento numunesinde bulunan MgO yüzdesini gravimetrik analiz ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, pipet, beher, cam baget, turnusol kâğıdı, buz banyosu, siyah bant süzgeç kâğıdı, huni, erlen, porselen kroze, bek, üç ayak, kil üçgen, kül fırını, ısıya dayanıklı eldiven, maşa, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Analiz numunesi, derişik HCl çözeltisi, %25'lik (NH₄)₂HPO₄ çözeltisi, derişik NH₃ çözeltisi, yıkama çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. CaO analizi sırasında MgO tayini için sakladığınız çözeltiliye damla damla derişik HCl çözeltisi ilave ederek ortamı asitlendiriniz.
3. Çözeltinin toplam hacmi 150 mL kalıncaya kadar buharlaştırınız.
4. Çözeltiliye 40 mL kadar %25'lik (NH₄)₂HPO₄ çözeltisi ilave ediniz ve birkaç dakika kaynattıktan sonra buz banyosunda soğutunuz.
5. Çözeltiliye çökme tamamlanana kadar damla damla derişik NH₃ çözeltisi ilave ediniz. Bu sırada çözeltiliyi devamlı karıştırınız.
6. Eklediğiniz NH₃ çözeltisinin %10'u kadar daha amonyak çözeltisi ilave ediniz.
7. Çökme tamamlanınca karışımı soğuk bir yerde 8 saat kadar bekletip süzünüz.
8. Elde ettiğiniz çökeleği 10 mL kadar yıkama çözeltisi ile yıkayınız.
9. Süzgeç kâğıdını katlayarak sabit tartıma getirilmiş porselen krozeye koyunuz (m₂).
10. Süzgeç kâğıdını bek alevinde yavaşça yaktıktan sonra yaklaşık 1100 °C'ye ayarlanmış kül fırınında 15 dakika kadar kızdırınız.



11. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
12. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenizdeki MgO yüzdesini hesaplayınız.
2. Çökeleği kül fırınında yaktıktan sonra elde edilen magnezyum bileşiğini yazınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

2.4.4. SO₃ Analizi

SO₃ çimentoda %1-%3 oranında gaz hâlde hapsolmuş olarak bulunur. SO₃ çimento üretilirken kullanılan ham maddelerden ve katkılardan gelen, su ile verdikleri tepkimeler sonucu çimentonun genişlemesine sebep olan maddelerden biridir. Standartların üzerinde bulunması durumunda büzülerek çatlamalara sebep olduğu için analizi son derece önemlidir.

Kükürt trioksidi analiz ederken ilk adım, çimento numunesinin alınması ve kütlesinin kaydedilmesidir (m_1). Üzerine derişik HCl çözeltisi ilave edilip karışım ısıtıldığında numunedeki kükürt, sülfat iyonları (SO₄²⁻) hâlinde çözeltiliye geçer. Karışım su ile seyreltilip su banyosunda ısıtıldıktan sonra süzülür. Süzüntüye BaCl₂ çözeltisi ilave edilerek çözeltideki kükürt BaSO₄ olarak çöktürülür. Çökelek, üzerinde klorür iyonu kalmayacak şekilde sıcak saf su ile yıkanır. Sabit tartıma getirilmiş porselen krozenin kütlesi kaydedilir (m_2). Süzgeç kâğıdı ile süzülen baryum sülfat önce bek alevinde yakılır ardından kül fırınında kızdırılır. Kroze soğutulduktan sonra tartılır ve kütlesi (m_3) kaydedilir. ($m_3 - m_2$), baryum sülfatın kütlesini verir. Daha sonra aşağıdaki bağıntıdan çimentodaki SO₃ in kütlece yüzdesi hesaplanır.

$$\%SO_3 = \frac{M_A(SO_3)}{M_A(BaSO_4)} \cdot \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$



ÖRNEK

0,875 gram çimento numunesine kükürt trioksit analizi yapılıyor. Numuneye derişik HCl çözeltisi ilave edilerek çözümlenmesi sağlanıyor. Çözeltiliye BaCl₂ ilave edilerek kükürt BaSO₄ olarak çöktürülüyor. Çökelek sabit tartıma getirilmiş 22,324 gram kütleli porselen krozeye konulduktan sonra yakma ve kızdırma işlemlerinden geçiriliyor. Kroze tekrar tartıldığında kütlelerinin 22,396 gram olduđu görülüyor.

Buna göre çimento numunesindeki kükürt trioksitin yüzdesi kaçtır?

(SO₃ : 80, BaSO₄ : 233)



ÇÖZÜM

$$\%SO_3 = \frac{M_A(SO_3)}{M_A(BaSO_4)} \cdot \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısına göre verilenler yerine yazıldığında

$$\%SO_3 = \frac{80}{233} \cdot \frac{(22,396 - 22,324)}{0,875} \cdot 100 = 2,82$$

olarak bulunur.



SIRA SİZDE

Kükürt trioksit analizi yapılmak üzere bir çimento numunesinden 1,424 g tartılıyor. Numune çeşitli işlemlerden geçirildikten sonra elde edilen çökelek sabit tartıma getirilen 19,972 gram kütleli porselen krozeye konuyor. Krozeye yakma ve kızdırma işlemi uygulandıktan sonra kütlelerinin 20,102 gram geldiđi görülüyor.

Buna göre çimento numunesindeki kükürt trioksidin yüzdesi kaçtır? (SO₃ : 80, BaSO₄ : 233)

SIRA SİZDE

Çimento numunesine SO₃ analizi yapmak için 1,265 g numune tartılarak hazır hâle getiriliyor. 15,287 g kütleli porselen krozeye aktarılarak kül fırnında yakılıyor. Analiz sonunda krozenin kütleleri 15,402 g tartılıyor.

Buna göre numunedeki SO₃ yüzdesi kaçtır? (SO₃ : 80, BaSO₄ : 233)



4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

SO₃ Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çimento numunesinde bulunan SO₃ yüzdesini gravimetrik analiz ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, 250 mL'lik beher, pipet, cam baget, su banyosu, beyaz ve mavi bant süzgeç kâğıdı, huni, erlen, porselen kroze, bek, üç ayak, kil üçgen, kül fırını, ısıya dayanıklı eldiven, maşa, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Çimento numunesi, derişik HCl çözeltisi, saf su, 0,5 M BaCl₂ çözeltisi, 0,1 M AgNO₃ çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Daha önce hazırlamış olduğunuz çimento numunesinden 1 gram tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
3. Çimento numunesini behere aktarınız. Üzerine 90 mL saf su ve 10 mL HCl çözeltisi ilave ediniz. Çözeltinin pH değerinin 1-1,5 civarında olmasına dikkat ediniz.
4. Karışımı ısıtınız. Bir baget yardımıyla çimentoyu iyice ezerek çözünmesini sağlayınız.
5. Çözeltinin üzerine 20 mL sıcak saf su ilave ederek 90 °C-95 °C'deki su banyosunda 15 dakika bekletiniz.
6. Çözeltiyi, beyaz bant süzgeç kâğıdıyla süzünüz ve sıcak saf su ile iyice yıkayınız.
7. Elde ettiğiniz süzüntüyü saf su ile 250 mL'ye seyrelttikten sonra kaynama sıcaklığına kadar ısıtınız.
8. Beherdeki çözeltiyi karıştırarak üzerine 10 mL BaCl₂ çözeltisini damla damla ilave ediniz.
9. Karışımı birkaç dakika kaynatınız. Kaynama noktasının altındaki bir sıcaklıkta birkaç saat su banyosunda dinlendiriniz.
10. Karışımı mavi bant süzgeç kâğıdından geçirerek süzünüz.
11. Elde ettiğiniz çökeleği sıcak saf su ile yıkayınız. Süzüntüye AgNO₃ çözeltisi damlatarak klorür iyonu içerip içermediğini kontrol ediniz. Süzüntü klorür iyonu içermeyinceye kadar yıkama işlemini tekrar ediniz.
12. Temiz bir porselen krozeyi sabit tartıma getiriniz. Krozenin kütesini kaydediniz (m_2).
13. Süzgeç kâğıdını katlayarak çökeleği krozeyle yerleştiriniz.
14. Krozeyi önce yavaş sonra da kuvvetli bek alevinde yakarak 800 °C-850 °C'ye ayarlanmış kül fırınında 15 dakika kadar kızdırınız.
15. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
16. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.



Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenizdeki SO_3 yüzdesini hesaplayınız.
2. Sekizinci işlem basamağında BaCl_2 çözeltisinin ilave edilmesinin nedenini tepkime denklemini yazarak açıklayınız.

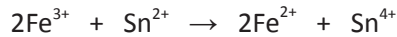
1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

2.4.5. Fe_2O_3 Analizi

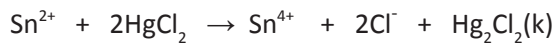
Klinkerin üretiminde kullanılan kil, marn ve kalker gibi maddelerin yapısında demir içeren bileşikler bulunmaktadır. Bu ham maddelerin pişirilerek klinkerin elde edilmesi sırasında demir bileşikleri, tetrakalsiyum alüminoferrit ($4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$) bileşimine dönüşür.

Fe_2O_3 in çimentodaki bulunma yüzdesi 0,5-6 arasında olmalıdır. Fe_2O_3 , betonun hidratasyon hızını ve ısıyı düşürür fakat çimentoda fazla bulunması, betonun dayanımını olumsuz yönde etkiler. Bu nedenle çimentonun kalitesi açısından Fe_2O_3 analizinin yapılması önemlidir.

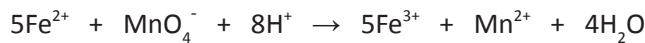
Demir(III) oksit analiz edilirken ilk olarak çimento numunesi alınır ve kütlesi kaydedilir (m_1). Üzerine saf su ve derişik HCl çözeltisi ilave edilerek çimentonun çözünmesi sağlanır. Çözeltinin rengi sarıdan yeşile dönünceye kadar SnCl_2 çözeltisi ilave edilerek Fe^{3+} iyonları Fe^{2+} iyonlarına indirgenir.



Oluşan karışım soğuduktan sonra SnCl_2 çözeltisinin fazlasını yükseltgemek için 10 mL HgCl_2 çözeltisi beyaz çökelek oluşumu sonlanıncaya kadar ilave edilir.



Oluşan karışıma Zimmermann Reinhardt (Zimirmın Reynhart) çözeltisi ilave edildikten sonra karışım, ayarlı 0,01 M'lık KMnO_4 çözeltisi ile titre edilir. Harcanan KMnO_4 çözeltisinin hacmi kaydedilir (V).



Harcanan KMnO_4 çözeltisinin hacminden ve molaritesinden yararlanarak



2. ÖĞRENME BİRİMİ

$$n_{\text{MnO}_4^-} = M_{\text{MnO}_4^-} \cdot V_{\text{MnO}_4^-}$$

bağıntısından MnO_4^- iyonunun mol sayısı hesaplanır. Yukarıda verilen reaksiyondan MnO_4^- ile Fe^{3+} arasındaki stokiometrik oranın 1:5 olduğu görülmektedir. Buna göre Fe^{3+} iyonunun mol sayısı MnO_4^- iyonunun mol sayısının 5 katı olur. Fe^{3+} iyonunun mol sayısından Fe_2O_3 kütlelerine geçiş yapılır (m_2). Son olarak

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısından çimento numunesindeki demir(III) oksidin kütlece yüzdesi bulunur.

ÖRNEK

Çimentodan alınan numune hassas olarak 1,3210 gram tartılıyor. Demir bileşikleri derişik HCl çözeltisi ile muamele edilerek çözülüyor. Elde edilen çözeltiliye sarı renk kayboluncaya kadar doymuş SnCl_2 çözeltisi ekleniyor. Renk kaybolduktan sonra birkaç damla daha SnCl_2 çözeltisi ilave edilerek tüm demir iyonlarının +2'ye indirgenmesi sağlanıyor. Sn^{2+} iyonlarının fazlası için ortama tek seferde 10 mL HgCl_2 çözeltisi ekleniyor. Daha sonra Zimmermann-Reinhardt çözeltisi eklenip 0,0110 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor.

10,17 mL KMnO_4 çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre çimento numunesindeki demir(III) oksidin kütlece yüzdesi kaçtır? (Fe_2O_3 :160)



ÇÖZÜM

$$n_{\text{MnO}_4^-} = M_{\text{MnO}_4^-} \cdot V_{\text{MnO}_4^-}$$

$$n_{\text{MnO}_4^-} = 0,0110 \cdot 10,17 \cdot 10^{-3}$$

$$n_{\text{MnO}_4^-} = 1,118 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

1 mol MnO_4^- ile

5 mol Fe^{3+} tepkimeye giriyorsa

$1,118 \cdot 10^{-4}$ mol MnO_4^- ile

$5,118 \cdot 10^{-4}$ mol Fe^{3+} tepkimeye girer.

$$n_{\text{Fe}^{3+}} = 5,59 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

160 g (1 mol) Fe_2O_3 te

2 mol Fe bulunuyorsa

m g Fe_2O_3 te

$5,59 \cdot 10^{-4}$ mol Fe bulunur.

$$m_{(\text{Fe}_2\text{O}_3)} = 4,47 \cdot 10^{-2} \text{ g bulunur.}$$

$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$ bağıntısına göre verilenler yerine yazıldığında

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = \frac{4,47 \cdot 10^{-2}}{1,3210} \cdot 100$$

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 3,38 \text{ olarak bulunur.}$$



**SIRA SİZDE**

Çimento numunesindeki demir(III) oksidin kütlece yüzdesi bulunmak isteniyor. Bunun için numuneden alınan 0,946 gram örneğe gerekli işlemler yapıldıktan sonra 0,01025 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor.

Titrasyonda 9,40 mL KMnO_4 çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre numunedeki Fe_2O_3 in kütlece yüzdesi kaçtır? (Fe_2O_3 : 160)

SIRA SİZDE

Demir(III) oksit analizi yapılmak istenen bir çimento numunesinden 1,1020 g örnek hassas olarak tartılıp gerekli işlemlerle tüm Fe_2O_3 çözülerek ayrılıyor. Elde edilen çözelti 0,00950 M KMnO_4 çözeltisi ile titre ediliyor.

Buna göre çimento numunesinde demir(III) oksit derişimi kütlece % kaçtır? (Fe_2O_3 : 160)

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Fe_2O_3 analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

 SnCl_2 Çözeltisi

5 gram $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ katısı 10 mL derişik HCl çözeltisinde çözülüp hacmi saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Doğgun HgCl_2 Çözeltisi

6 gram HgCl_2 katısı saf suda çözülerek hacmi 100 mL'ye tamamlanır.

Zimmermann Reinhardt Çözeltisi

20 gram kadar $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ katısı 100 mL saf suda çözülür. Farklı bir kapta 40 mL derişik H_2SO_4 çözeltisi ile 40 mL derişik H_3PO_4 ve 120 mL saf su ile asit çözeltisi hazırlanır. Asit çözeltisi buzla hazırlanmış soğuk su banyosunda, saf su üzerine asitlerin sırayla, damla damla ve dikkatlice ilave edilmesiyle hazırlanmalıdır. Elde edilen iki çözelti yavaş ve dikkatli bir şekilde karıştırılır.



5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Fe₂O₃ Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çimento numunesinde bulunan Fe₂O₃ yüzdesini volümetrik analiz ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, beher, pipet, baget, su banyosu, büret, erlen, spor düzeneği.

Kimyasal Maddeler: Çimento numunesi, derişik HCl çözeltili, saf su, SnCl₂ çözeltili, doymun HgCl₂ çözeltili, Zimmermann Reinhardt çözeltili, 0,01 M ayarlı KMnO₄ çözeltili.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Daha önce hazırlamış olduğunuz çimento numunesinden 1 gram tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m₁).
3. Numuneyi behere aktarınız. Üzerine 90 mL saf su ve 10 mL HCl çözeltili ilave ediniz.
4. Karışımı su banyosunda ısıtınız. Bagetle çimentoyu ezerek çözünmesini sağlayınız.
5. Sıcak su banyosunda çözeltilinin rengi sarıdan yeşile dönünceye kadar damla damla SnCl₂ çözeltili ilave ediniz. 7-8 damla daha SnCl₂ çözeltili ilave ediniz.
6. Oluşan karışım soğuduktan sonra HgCl₂ çözeltilisini beyaz çökelek oluşumu sonlanıncaya kadar hızlıca ilave ediniz.
7. Karışımı saf su ile 200 mL'ye seyrelttikten sonra Zimmerman-Reinhardt çözeltilisinden 15 mL ilave ediniz.
8. Çözeltide 30 saniyelik kalıcı renk oluşuncaya kadar KMnO₄ çözeltili ile titre ediniz.
9. Harcadığınız KMnO₄ çözeltilisinin hacmini kaydediniz (V₁).
10. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Harcanan KMnO₄ çözeltili ve numune miktarından yararlanarak çimentodaki Fe₂O₃ yüzdesini hesaplayınız.
2. Beşinci işlem basamağında SnCl₂ çözeltilisinin ilave edilmesinin nedenini tepkime denklemini yazarak açıklayınız.

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Çimento ile ilgili

- I. Su ile tepkimesi sonucu bağlayıcılık özelliği kazanır.
- II. Fe_2O_3 , CaO , SiO_2 , Al_2O_3 içeren çeşitli ham maddelerden üretilir.
- III. Kullanım amacına göre farklı çeşitlerde üretilmektedir.

Yargılarından hangileri doğrudur?

- A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. Çimento numunesinde bulunan Fe_2O_3 bileşiği ile ilgili verilen ifadelerden hangisi doğrudur?

- A) Çimentoda fazla bulunması hâlinde betonun hidrasyon hızı düşer.
- B) Çimento numunesi içinde hapsolmuş gaz olarak bulunur.
- C) NH_3 ile çözünmesi sağlanarak analize uygun hâle getirilir.
- D) Yapısındaki Fe^{3+} iyonlarının yükseltgenmesiyle analiz edilir.
- E) $KMnO_4$ ile gravimetrik analizi yapılır.

3. Portland çimentosu ile ilgili

- I. Baraj ve deniz yapılarında tercih edilir.
- II. Kimyasal maddelere karşı dayanımı yetersizdir.
- III. Kalker, marn ve kil başlıca ham maddeleridir.

Yargılarından hangileri doğrudur?

- A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

4. Çimento analizi için numune

- I. 800 μm gözenek çaplı elekten geçirme
- II. Etüvde kurutma
- III. Metalik demirin mıknatısla toplanması
- IV. Desikatörde soğutma
- V. 150 μm elekten geçirme
- VI. Havanda dövme işlemleri uygulanarak hazırlanır.

Buna göre çimentoda SiO_2 analizi yapmak isteyen teknisyen Kemal, numune hazırlamak için yukarıdaki işlemleri hangi sıra ile takip etmelidir?

- A) V, III, VI, I, II, IV
B) I, III, VI, V, II, IV
C) V, II, III, VI, I, IV
D) I, II, III, VI, IV, V
E) II, IV, I, III, V, VI

5. I. Portland

- II. Puzolan
- III. Klinker
- IV. Kompoze

Yukarıdakilerden hangileri çimentonun çeşitlerindedir?

- A) I ve IV B) II ve III
C) I, II ve IV D) I, III ve IV
E) II, III ve IV

6. 1,020 gram kütleli çimento numunesinde SiO_2 analizi yapılmak isteniyor. Krozenin ilk ve son kızdırılması arasındaki kütle farkı 0,1734 gram olarak hesaplanıyor.

Buna göre analizi yapılan çimento numunesindeki SiO_2 oranı kütlece % kaçtır?

- A) 0,17 B) 5,9
C) 11,8 D) 17

E) 34



7. Çimento numunesinde analizi yapılmak istenen bir madde ile ilgili

- Numunede gaz hâlde hapsolmuş olarak bulunur.
- Fazlası çimentonun genleşerek çatlamasına neden olur.
- Çimento içindeki kabul edilebilirlik sınırı %1-%3 arasındadır.

bilgileri veriliyor.

Buna göre analizi yapılan madde aşağıdakilerden hangisidir?

- A) Fe_2O_3 B) SO_3
C) MgO D) SiO_2
E) CaO

8. Çimentoda gravimetrik CaO analizi ile ilgili bilgilerden hangisi **yanlış** verilmiştir?

- A) Metil kırmızısı indikatörü kullanılarak NH_3 ile ortam bazik yapılır.
B) Numune içindeki Ca^{2+} iyonları CaC_2O_4 olarak çöktürülür.
C) CaC_2O_4 çökeleği asetatlı yıkama çözeltisi ile yıkanır.
D) CaC_2O_4 çökeleği kül fırınında yakılarak CaO bileşiği elde edilir.
E) Numune içindeki CaO'in %60-%67 aralığında olması beklenir.

B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Çimento üreticisi bir firma tarafından teknisyen Merve'nin çalıştığı laboratuvara üretimin ilk partisinden çıkan bir miktar çimento, analiz için gönderiliyor. Merve, çimento üzerinde kimyasal analizlere başlamak için öncelikle numune hazırlıyor.

1. Hazırladığı numuneden 0,815 gram tartarak sırasıyla SiO_2 , CaO ve MgO analizlerini yapmak istiyor. SiO_2 analizine başlıyor. HCl çözeltisi ile istenmeyen maddeleri uzaklaştırarak çökelek elde ediyor. Çökeleği, sabit tartıma getirilmiş krozede önce yakıp daha sonra kül fırınında kızdırıyor. İşlem sonunda krozeyi 27,125 g olarak tartıyor. H_2SO_4 ve HF çözeltilerinin eklenmesi ile tekrar yakma ve kızdırma işlemleri sonucu kroze 26,944 g geliyor.

Merve, numunedeki SiO_2 miktarını kütlece yüzde kaç hesaplamıştır?

2. Merve, SiO_2 analizinde HCl ekleyerek elde ettiği çözeltiyi CaO analizi için kullanıyor. Öncelikle çözeltiyi bazik hâlde getiriyor. $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi ile çöktürerek elde ettiği CaC_2O_4 çökeleğini 17,559 g kütleli porselen krozede önce yakıp sonra kızdırıyor. Kül fırınından çıkan krozenin kütlesini 18,058 g tartıyor.

Merve, numunedeki CaO miktarını kütlece yüzde kaç hesaplamıştır?



3. Merve, CaO analizinden elde ettiği çözelti üzerinde MgO analizine başlıyor. Çözelti ortamını asidik hâle getirdikten sonra $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$ çözeltilisini ve yavaş yavaş NH_3 çözeltilisini ekliyor. Elde ettiği çökeleği, 24,558 g kütleli sabit tartıma getirilmiş porselen krozedede önce yakıp sonra kızdırıyor. Kül fırınından çıkan krozenin kütlelerini 24,609 g olarak tartıyor.

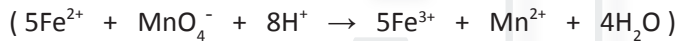
Merve, numunedeki MgO miktarını kütlece yüzde kaç hesaplamıştır? ($\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$: 222, MgO: 40)

4. Hazırladığı çimento numunesinden 0,995 gram tartarak SO_3 analizine başlayan Merve numunedeki kükürt trioksiti HCl içinde çözerek BaCl_2 çözeltisi ile çöktürüyor. Oluşan BaSO_4 çökeleğini sabit tartıma getirilmiş 19,225 gram kütleli porselen krozeyle koyarak yakma ve kızdırma işlemlerini yapıyor. Kül fırınından çıkan krozenin kütlelerini 19,305 g tartıyor.

Merve, numunedeki SO_3 miktarını kütlece yüzde kaç hesaplamıştır? (SO_3 : 80, BaSO_4 : 233)

5. Fe_2O_3 analizi yapmak için numuneden 1,118 gram tartan Merve demir iyonlarını HCl ile çözerek SnCl_2 çözeltisi ile indirgenmelerini sağlıyor. Elde ettiği Fe^{2+} iyonları içeren çözeltiyi Zimmermann-Reinhardt çözeltisi ekleyerek 0,009 M ayarlı KMnO_4 çözeltisi ile titre ediyor. Büretten sarfiyatı 10,7 mL olarak okuyor.

Merve gerekli hesaplamaları yaparak çimento numunesindeki Fe_2O_3 miktarını kütlece yüzde kaç bulmuştu (Fe_2O_3 : 160)





3. ÖĞRENME BİRİMİ

CAM ANALİZLERİ

KONULAR

3.1. CAM

3.2. CAMA YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Camdan yapılan su bardakları genelde renksizken soda şişeleri yeşil, laboratuvarında kullanılan çözelti saklama şişeleri kahverengidir. Bazı camlar gözlüklerde, bazı camlar pencerelerde kullanılırken bazı camlar da yemek pişirmek üzere fırınlarda kullanılmaktadır. Cam hangi işlemlerden geçirilerek farklı kullanım alanları kazanmıştır, tartışınız.



3.1. CAM



Görsel 3.1: Cam

Silis kumu, kireç, kalker, dolomit, feldspat gibi ham maddelerin belirli oranlarda karıştırılarak yüksek sıcaklıklarda eritilmesi ile oluşan saydam malzemeye **cam** adı verilir (Görsel 3.1).

Cam, amorf yapıya sahip bir katıdır. 25. yüzyıldan bu yana bilinen ve çeşitli amaçlar için kullanılan bir maddedir.

Keşfedildiği günden bugüne camın hem kullanım alanı hem de çeşitleri artmıştır. Bu nedenle günümüzde vazgeçilmez bir tüketim maddesidir. Gıda endüstrisinden inşaat, eczacılıktan denizcilik sektörüne, otomotivden mobilya üretimine kadar birçok farklı sektörde önemli bir malzeme olarak kullanılır. Cam kimyasal dayanımı, sertliği ve optik özellikleri nedeniyle çok geniş kullanım alanına sahiptir.

Yapısına katılan maddelere göre farklı özellikler kazanan cam, birçok farklı alanda kullanılmaktadır.



Yapılan araştırmalar sonucu elde edilen arkeolojik kanıtlar camın Mezopotamya'da keşfedildiğini göstermektedir. Camı pencere ve dekoratif aksesuar olarak kullanan ilk medeniyet Roma'dır.

3.1.1. Camın Bileşenleri

Camın yaklaşık %90'ı kuvars, kalker ve sodadan oluşur. Üretim amacına göre cama farklı özellikler kazandıran boraks, kurşun, kobalt, krom, uranyum, nikel, selenyum, bakır oksitleri gibi çeşitli maddeler de eklenir. Camın bileşimine giren maddeler üç gruba ayrılır. Bunlar; cam hâline gelebilen oksitler, eriticiler ve stabilizatörlerdir. Farklı renklerde cam elde etmek için kullanılan yardımcı bileşenler de vardır.

Cam Hâline Gelebilen Oksitler

Bu oksitler ağ örgüsü oluşturabilmektedir. SiO_2 ağ örgüsü ile cam üretiminde temel malzemedir. Cam üretiminde kullanılan kum, saf kuvars kumudur. Camın %70 kadarı SiO_2 tir. Ağ oluşturabilme özelliğine sahip oksitlerden B_2O_3 bileşiği cama ısıya dayanabilme özelliği kazandırır. B_2O_3 içeren camlar **pyrex** (payreks) olarak adlandırılır ve laboratuvar malzemeleri yapımında kullanılır.

Eriticiler

Eriticiler, camı oluşturan bileşenlerin erime noktalarının düşmesini sağlayan maddelerdir. Erime sırasında ağ içine girerek camın yapısını değiştirdikleri için **modifikatör** olarak da adlandırılır. Na_2CO_3 en yaygın kullanılan eriticidir. Yüksek sıcaklıkta karbonatın, CO_2 oluşturmak üzere bozunmasıyla camın yapısında Na_2O olarak kalır.



Stabilizatörler

Camın mekanik, kimyasal, dielektrik ve optik özellikleri üzerinde etkili olan maddelerdir. En yaygın kullanılan stabilizatör kalkerdir (CaCO_3). Sadece SiO_2 ve Na_2O içeren cam, suya karşı dayanıksızdır ve su camı olarak adlandırılır. Üretiminde CaCO_3 eklenmesi camın suya karşı kimyasal dayanımını artırır. Dolomit (MgCO_3) de stabilizatör olarak kullanılır. Bu bileşiklerdeki karbonat, CO_2 oluşturmak üzere bozunur ve camın yapısında CaO ve MgO hâlinde bulunur. BaO , PbO , ZnO ve Al_2O_3 diğer önemli stabilizatörlerdir. PbO , camın optik özelliklerini etkileyerek gama ve X ışınlarına karşı opak hâle getirir. ZnO , mekanik etkilere karşı dayanıklılığını ve parlaklığını artırır. Al_2O_3 ise kristallenmeyi önler ve camın kimyasal dayanımını artırır.

Yardımcı Bileşenler

Cama renk veren ve saydamlığını etkileyen maddelerdir. As_2O_3 , CoO , NiO , Cr_2O_3 , MnO_2 gibi maddeler yardımcı bileşenlerdir. Bu maddelerden bazıları cam içindeki iyon dengesini sağlamak için de kullanılmaktadır.

3.1.2. Cam Çeşitleri

Camlar, içerdikleri maddelere ve özelliklere göre aşağıdaki gibi sınıflandırılır.

Soda Kireç (Sodakalsik) Camı

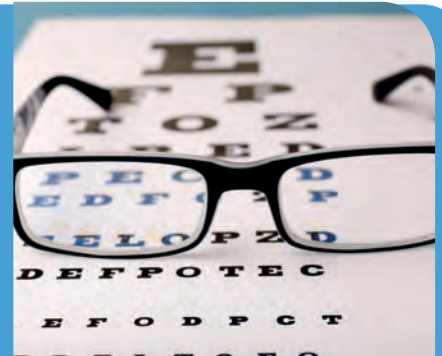
Adi cam olarak bilinir. Bu tür camın yapısında %68-%75 SiO_2 , %11-%18 Na_2O , %8-%17 CaO bulunur. Genellikle pencere camı, şişe ve bardak (Görsel 3.2) gibi malzemelerin üretiminde kullanılır.



Görsel 3.2: Soda kireç camından yapılmış bardaklar

Kurşunlu Camlar

Kurşunlu camların yapısında silis ve potasyum oksitlerin yanında %18-%40 aralığında kurşun oksitleri (PbO ve PbO_2) de bulunmaktadır. Işığı kırma ve yayma özelliği yüksektir. Genellikle optik cam, (gözlük, kamera ve teleskop lensi vb.) taklit taş ve ev eşyası yapımında kullanılır (Görsel 3.3). Bununla birlikte günümüzde gözlük yapımında daha hafif olduğu için organik polimerler kullanılmaktadır.



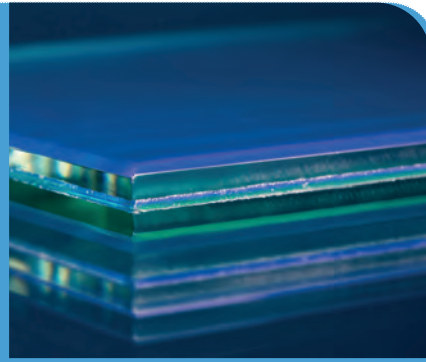
Görsel 3.3: Optik camlar



Görsel 3.4: Borosilikat laboratuvar gereçleri

Borosilikat Camlar

%80 SiO_2 , %11 B_2O_3 ve %9 Na_2O , CaO gibi diğer oksitlerden oluşur. Borosilikat camların genleşme katsayısı ve elektrik iletkenliği çok düşüktür. Kimyasal ve mekanik etkilere karşı dayanıklıdır. Isıya dayanıklı ev eşyaları ve laboratuvar araçları (Görsel 3.4) üretiminde kullanılır.



Görsel 3.5: Lamine cam

Güvenlik Camları

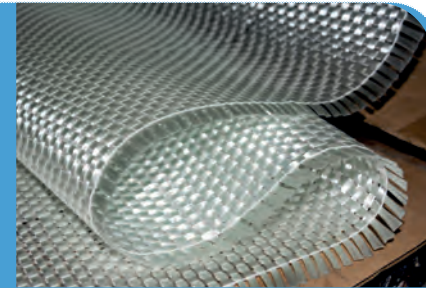
İki cam levha arasına plastik polivinil reçineler konarak üretilen camdır. Kırıldığı zaman dağılmaz, böylece çevreye cam kırıklarından kaynaklı mekanik zarar vermez. Lamine cam olarak da bilinir (Görsel 3.5). Otomobil camları bu türden camlardır.



Görsel 3.6: Ofis kapısında kullanılmış buzlu cam

Buzlu Camlar

Kalay (IV) oksit (SnO_2), kalsiyum florür (CaF_2) gibi maddelerin cam hamuruna eklenmesi ile elde edilen bir cam türüdür. Oda ve banyo kapılarında, kişisel ve kurumsal mahremiyet gerektiren yerlerde kullanılır (Görsel 3.6).



Görsel 3.7: Fiberglas

Fiberglas

Sentetik lif veya yalıtım malzemesi olarak kullanılır (Görsel 3.7). Cam elyafı olarak da bilinen malzeme cam kırıntılarının MgCO_3 , CaCO_3 gibi maddelerle karıştırılması sonucu elde edilir.



3.2. CAMA YAPILAN ANALİZLER

Camın bileşenlerinin belirlenmesi ve kalite standartlarına uygunluğunu sağlamak amacıyla çeşitli analizler yapılmaktadır.

3.2.1. X Işını Floresans Spektroskopisi (XRF) Cihazı İle Cam Analizleri

X ışınları, elektromanyetik spektrumun yüksek frekans bölgesinde yer alır. Gama ışınlarından sonra ikinci en yüksek enerjili ışınlardır. Röntgen ışınları olarak da bilinir. Yüksek miktarda X ışınına maruz kalmak hücrelerde bozulmaya neden olabilir.

X ışınları bir atomun iç katmanlarındaki elektronların uyarılması sonucu elde edilir. Bir elementten üretilen X ışınının frekansı, elementin atom numarası ile ilişkilidir. Bu ilişkiden yararlanarak bir numunede hangi elementlerin bulunduğu belirlenebilir.

Elementin X ışını üretmesi için ya hızlandırılmış elektronlarla ya da X, gama ışınları gibi kısa dalga boylu ışınlarla uyarılması gerekir. Analiz edilecek elementin X ışınlarıyla uyarıldığı yöntemlerden biri X ışını floresans spektroskopisi (XRF) yöntemidir. Bu yöntemde analizi yapılacak element, X ışınları ile uyarılır. Uyarılmış elektronun temel hâle dönmesi esnasında o elemente özgü dalga boyunda X ışınları yayılır. X ışını floresans spektrumları incelenerek kalitatif (nitel) ve kantitatif (nicel) analiz yapılabilir. Cihazdan elde edilen karakteristik dalga boylarından yararlanarak içerdiği elementler belirlenir. Elde edilen X ışınlarının şiddeti ise elementin numunedeki miktarı ile doğru orantılıdır.

X Işını Floresans Spektroskopisi Cihazı

XRF cihazında (Görsel 3.8) analizi yapılacak elementi uyararak için kullanılan X ışınlarına **birincil X ışınları**, analitin yaydığı X ışınlarına ise **ikincil X ışınları** denir. Işımanın dalga boyu saptanarak elementin türü, yayılan ışının şiddetinin ölçülmesi ile de derişimi belirlenebilir. Periyodik tablodaki elementlerin atom numarası 92 olan uranyuma kadar olanları tabiatta doğal olarak bulunur. XRF cihazları ile doğal elementlerin tamamına yakınının nitel ve nicel analizleri yapılabilmektedir. Uygun numune hazırlama yöntemi ile katı ve sıvılarda doğrudan analiz yapmak mümkündür.



Görsel 3.8: El tipi XRF cihazı



XRF cihazları, başta masa üstü olarak üretilen cihazlardı. İlerleyen yıllarda boyalarda kullanılan, miktarı sınırlandırılmış kurşun elementinin tespiti ve derişimini bulmak için taşınabilir XRF cihazları üretilmeye başlanmıştır. Eser elementleri, element oksitlerini, nadir toprak elementlerini ppm düzeyinde analiz ettiği için zamanla sektörlerde daha geniş yer edinmiştir. Özellikle kuyumculuk ve değerli maden sektörlerinde malzemeye hasar vermeden analiz yaptığı için sıklıkla tercih edilmektedir.



XRF cihazının kısımları aşağıdaki gibidir.

X-Işını Tüpü: Birincil X ışınlarını elde etmek için kullanılan tüplerdir. Bu tüplerden elde edilen birincil X ışınları demeti uygun filtrelerden geçirildiğinde belirli dalga boyunda X ışını elde edilir. Işın demeti analizi yapılacak numuneye gönderilerek uyarılmış atomların ikincil X ışınları yayması (floresans) sağlanır.

Kapalı Devre Su Soğutma Ünitesi: Birincil X ışınları elde edilmesi esnasında, X ışınları tüpünün sıcaklığı aşırı yükselir. Cihazın verimliliği açısından soğutulması gerekir. Bu bölüm, soğutma işleminin saf su ile yapılmasını sağlayan birimdir.

Numune Odası: Analizi yapılacak numunenin bulunduğu, kurşundan imal edilmiş birimdir. Analizin güvenilirliği açısından vakum altında korunmalıdır.

Floresans X Işınlarının Analiz Edildiği Analizör Ünitesi: Analizi yapılan numunenin X ışınları ile uyarılması sonucunda numunede bulunan atomların yaydığı floresans X ışınlarının dalga boyunun ölçüldüğü kısımdır.

XRF ile Analiz İçin Numune Hazırlama

XRF yöntemi ile çoğunlukla katı numunelerin analizi yapılsa da uygun yöntemler kullanılarak hazırlanan çözeltilerin de analizi yapılabilmektedir. Uygun olan numunelerin yüzeyi hazırlanıp doğrudan cihazla okuma yapılır. Diğer numuneler toz hâline getirildikten sonra ya eritilip bir potada soğutulur ya da pres ile tablet hâline getirilir. Numune hazırlarken homojenliğin sağlanmasına dikkat edilmelidir. Hazırlanan numunenin kalıp tarafında kalan yüzeyi analiz için daha uygundur. Bu yüzey zımparalanarak mümkün olduğunca pürüzsüzleştirilir.

Eritiş Yöntemi: Eritiş işlemi, numunenin **flux** (flaks) veya **matriks** denilen bir bağlayıcı madde (eritiş maddesi) içinde eritilerek çözülmesi işlemidir. Li, B, C, O gibi küçük elementler X ışını üretmedikleri için XRF analizlerinde eritiş maddesi olarak bu elementlerin bileşikleri kullanılır. Analiz edilecek numunenin türüne göre uygun bir eritiş maddesi kullanılmalıdır. Cam analizlerinde lityum tetraborat ($\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$), lityum karbonat (Li_2CO_3) bileşikleri eritiş için uygundur.

Numune, uygun bir eritiş maddesi ile karıştırılarak platin krozeğe aktarılır. Porselen krozeler içerdikleri silikatlar nedeniyle cam numunesi ile tepkimeye girip analizde hataya neden olabilir. Eritiş işlemi, krozenin 1100 °C-1200 °C sıcaklıktaki kül fırınında 20-30 dakika bekletilmesiyle gerçekleşir.

Eritiş esnasında numunenin krozeğe yapışmasını engelleyen, akışın düzgün olmasını sağlayan yapışma önleyici maddeler kullanılır. Cam eritiş işleminde amonyum iyodür (NH_4I) uygun bir yapışma önleyicidir. Elde edilen karışım potaya dökülerek soğutulur. Soğutma hızının tutarsız olması numunenin homojenliğini etkileyeceği için bu işlem yapılırken birim zamanda soğuma sıcaklığına dikkat edilmelidir. Potadan alınan cam tablet analiz edilir.

Toz Numune Hazırlama: Analizi yapılacak numune bağlayıcı bir madde ile (selüloz veya borik asit) belirli bir oranda karıştırılır. Hazırlanan karışım toz hâline gelinceye kadar öğütülür. İnce toz hâlindeki karışım preslenerek tablet hâline getirilip analizi yapılır.



1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

XRF Cihazı İçin Eritiş Hazırlama



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: XRF cihazında analiz yapmak için fırında eritiş hazırlamak.

Araç Gereç: Terazi, spatül, kül fırını, fırın maşası, ısıya dayanıklı eldiven, platin kroze, desikatör, zımpara, platin kalıp, numune poşeti, öğütücü değirmen.

Kimyasal Maddeler: Numune, saf su, katı $\text{Li}_2\text{B}_4\text{O}_7$, katı NH_4I .

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 20 cm^3 cam numunesini değirmende öğütünüz.
3. Öğütülmüş numunenin üzerine 5 g lityum tetraborat ekleyiniz.
4. Numuneyi karıştırarak homojen hâle getiriniz.
5. Karışımı platin kroze olarak fırına yerleştiriniz.
6. Karışımı $1150 \text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıktaki kül fırınında 20-25 dakika bekleterek eritiniz.
7. Eriyen karışım üzerine 3-4 adet amonyum iyodür kristali atarak 5 dakika daha fırında bekletiniz.
8. Erimiş karışımı platin kalıba boşaltarak aynı sıcaklıkta 15 dakika daha bekletiniz.
9. Platin kalıbı dışarı alarak soğumasını bekleyiniz.
10. Soğuyan camsı numuneyi kalıptan çıkararak zımparalayınız.
11. Saf su ile yıkayıp kuruladıktan sonra numune poşetine koyarak etiketleyiniz.
12. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analizde porselen kroze yerine platin kroze kullanılmasının amacı nedir? Açıklayınız.
2. Yedinci işlem basamağında amonyum iyodür kullanılmasının sebebini açıklayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



3.2.2. Cam Ham Maddelerinde Yapılan Analizler

Cam üretiminde kullanılan kireç, kuvars, kum, feldspat, dolomit gibi ham maddelerin bileşiminde bulunan SiO_2 , CaO , Na_2O , K_2O , Al_2O_3 , B_2O_3 , PbO gibi oksitlerin miktarının belirlenmesi amacı ile cam kumlarında çeşitli analizler yapılır. +2 değerlikli metal oksitleri RO , +3 değerlikli metal ve yarı metal oksitleri R_2O_3 , +4 değerlikli metal ve yarı metal oksitleri ise RO_2 şeklinde gösterilebilir.

Cam üretiminde kullanılacak kumun içinde bulunan oksitlerin türlerine ve miktarlarına göre kumun üretim için uygun olup olmadığına karar verilir. Bu nedenle cam kumunda yapılan analizler oldukça önemlidir.

XRF ile analiz için kum numunesinin disk hâline getirilmesi gerekir. Bunun için numune selüloz ile karıştırılıp homojen hâle gelinceye kadar öğütülür. Daha sonra elde edilen karışım yüksek basınçla sıkıştırılarak blok hâline gelmesi sağlanır. Selüloz kum partiküllerinin birbirine yapışmasını sağlar.

XRF cihazı çalıştırılarak yukarıda belirtilen oksitler için standart numune cihaza konup kalibrasyon işlemi yapılır. Numune kaplarının (mask) içine analiz için hazırlanan numune konarak cihazdaki ilgili bölüme yerleştirilir. Analiz edilecek her bir madde için uygun X ışınları yollanır. XRF cihazı, ilgili dalga boyundaki emisyon şiddetini ölçer. Cihazın veri bankasındaki karakteristik dalga boylarıyla karşılaştırılmasıyla oksit türleri, emisyon şiddetlerinin standartlarla karşılaştırılmasıyla da toplam RO , R_2O_3 ve RO_2 miktarları belirlenir. Cihazın analizi sonucu elde edilen nitel ve nicel veriler bilgisayardan rapor hâlinde alınır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Cam Kumunda Toplam R_2O_3 Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Cam kumunda toplam R_2O_3 miktarını belirlemek.

Araç Gereç: XRF cihazı, 25 mm standart numune kapları (mask).

Kimyasal Maddeler: Ham madde numunesi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. XRF cihazını çalıştırınız
3. Toplam R_2O_3 analizi için kalibrasyon işlemi yapınız.
4. Numunenin özelliklerini cihaza girip kaydediniz.
5. 25 mm standart maskları XRF cihazına yerleştiriniz.
6. Cihazı çalıştırarak değerleri okutunuz.
7. Elde edilen veriyi değerlendiriniz.
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.



Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analiz yaptığınız cam kumunda hangi metal oksitlerinin bulunduğunu tespit ettiniz? Yazınız.
2. Analiz ettiğiniz cam kumunda bulduğunuz metal oksitlerinin cama hangi özellikleri kattığını belirtiniz.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

3.2.3. Mamul Camda Yapılan Analizler

Üretilen camın bileşiminin uygun standartlarda olup olmadığını, yapısında insan sağlığını etkileyen maddelerin bulunup bulunmadığını veya çevreye zarar verip vermediğini belirlemek amacı ile de çeşitli analizler yapılmaktadır.

Mamul camda genellikle SiO_2 , Al_2O_3 , PbO , Cu_2O , CoO , MgO , CaO , B_2O_3 , Na_2O , K_2O gibi renk, ısıya dayanıklılık, optik geçirgenlik gibi özellikler veren metal oksitlerin analizi yapılır (Görsel 3.9).

Camın kimyasal analizi için farklı yöntemler uygulanabilir. Kullanımının pratik olması, hızlı ve güvenilir sonuç vermesi, ekonomik olması gibi nedenlerle birçok alanda genellikle XRF cihazı ile analiz yöntemi tercih edilmektedir.

Cam numuneleri uygun biçimde kesilerek zımparalanıp parlatıldıktan sonra numune ambalajına konarak etiketlenir. XRF cihazı çalıştırılır. Analiz için labortuvara gelen numune mask içine konur ve cihaza yerleştirilir. Numunede aranacak metal oksidine uygun X ışınları numuneye yollar. X ışınları ile yapılan analizin sonucunda camın bileşiminde bulunan oksitler ve bu oksitlerin miktarları belirlenir. Analizin sonunda elde edilen nitel ve nicel sonuçlar, bilgisayardan raporlanıp alınır.



Görsel 3.9: İçerdiği metal oksitleri ile renklendirilmiş camlar



3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Mamul Camda SiO₂ Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.
Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Mamul camda SiO₂ miktarını belirlemek.

Araç Gereç: XRF cihazı, 25 mm standart masklar.

Kimyasal Maddeler: Mamul cam numunesi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. XRF cihazını çalıştırıp toplam SiO₂ analizi için kalibrasyon işlemi yapınız.
3. Numunenin özelliklerini cihaza girip kaydediniz.
4. Numuneyi 25 mm'lik standart mask içine, maskı ise cihaza yerleştiriniz.
5. Cihazı çalıştırarak değerleri okutunuz.
6. Cihazı farklı metal oksitleri için ayarlayıp değerleri okutunuz.
7. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analiz yaptığınız camda bulunan SiO₂ miktarını belirleyiniz.
2. Analiz ettiğiniz camda bulunan metal oksitlerin miktarını SiO₂ miktarı ile kıyaslayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Camın temel bileşenleri ile ilgili aşağıda verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Cam üretiminde kullanılan temel malzeme pyrextir.
- B) Modifikatör olarak karbon dioksit gazı kullanılır.
- C) Yalnız SiO_2 ve Na_2O kullanılan camlar suya karşı oldukça dayanıklıdır.
- D) Stabilizatörler cama renk veren maddelerdir.
- E) Cam üretmek için kuvars kumu kullanılır.

2. Laboratuvarda kimyasal analizlerde kullanılan cam malzemeler hangi cam sınıfına girmektedir?

- A) Borosilikat camlar
- B) Buzlu camlar
- C) Fiberglas
- D) Güvenlik camları
- E) Soda kireç camı

B) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Cam numunesi içinde bulunan elementlerin nitel ve nicel analizi XRF cihazında yapılırken elementlerin hangi özelliklerinden yararlanır?

2. XRF cihazının parçası olan X ışını tüpünün işlevi nedir?

3. XRF cihazında cam analizi ile ilgili verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?

- A) X ışınları kullanarak elementin uyarılması sağlanır.
- B) Elementin yaptığı ışımının dalga boyu bulunarak hangi element olduğu tespit edilir.
- C) Yayılan ışının şiddeti ile numunedeki elementin derişimi belirlenir.
- D) XRF ile camda yalnızca alkali metal analizleri yapılır.
- E) Analiz için hazırlanan numunelerin homojen olması gerekir.

4. Aşağıda verilen cam örneklerinin hangisinde kesinlikle borosilikat camlar kullanılmalıdır?

- A) Su bardağı
- B) Cam fırın kapları
- C) Gözlük camı
- D) Otomobil camı
- E) Cam kavanoz



4. ÖĞRENME BİRİMİ

TİCARİ GÜBRE ANALİZLERİ

KONULAR

4.1. GÜBRE

4.2. GÜBRE ÇEŞİTLERİ

4.3. TİCARİ GÜBRELERE YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Bitkilerin besin ihtiyacını karşılamakta toprak yetersiz kaldığında takviye olarak gübre kullanılır. Bitki ve toprağın özellikleri dikkate alınarak seçilen gübrelerde nelere dikkat edilmelidir, tartışınız.

4.1. GÜBRE



Görsel 4.1: Çeşitli gübre örnekleri

Gübre, bitkilerin büyümesi ve gelişmesi için gerekli besin ve mineralleri içeren maddedir (Görsel 4.1). Bitkiler, yeşil kısımlarıyla havadan CO₂ ve O₂ alırken topraktan da su, mineral ve ihtiyacı olan organik maddeleri alır. Güneşin fotokimyasal etkisi ile protein, karbonhidrat ve yağ gibi ürünleri sentezler. Besinlerin toprakta yetersiz olduğu durumlarda takviye olarak gübre kullanılır.

Bitkiler; gelişimleri için azot, fosfor, potasyum, bakır, magnezyum, kalsiyum, demir, kükürt, çinko, mangan, molibden, klor gibi elementlere ihtiyaç duyar. Bu elementler bitkilerin büyümesi, gelişmesi ve üremesinde çeşitli işlevlere sahiptir. Aşağıda bitkiler için önemli olan bu elementlerden bazılarının açıklaması verilmiştir.

Azot

Azot, atmosferin %78'ini oluşturur. Birçok biyokimyasal reaksiyonda etkin rol oynayan ve tüm canlıların temel bileşeni olan proteinlerin yapısında yer alan renksiz, kokusuz, tatsız bir gazdır.

Azot, bitkilerin besin üretiminde güneş enerjisini kullanan klorofilin önemli bir bileşenidir. Atmosferdeki azotu bitkiler kullanamaz, bu nedenle nitrat ve amonyum gibi formlarını topraktan almak zorundadır. Atmosferdeki azotu bu formlara dönüştüren bakteriler bulunmaktadır. Bitkinin yetiştiği toprakta bu bakterilerin yetersiz olması veya bitkinin ihtiyacını karşılayamaması durumunda bitkiler azot ihtiyacını gübrelerden karşılar. Toprakta fazla azot bulunması, bitkilerin yaprak ve dallarının gelişmesini artırırken, çiçeklenmeyi geciktirebilir ve meyvelerin kalitesini düşürebilir.

Fosfor

Fosfor, bitkiler ve hayvanlar da dâhil olmak üzere tüm canlılar için önemli bir elementtir. Canlılık için çok önemli olan DNA, RNA, ATP vb. moleküllerin yapısında bulunur. Canlılar enerji metabolizmalarında fosfora ihtiyaç duyar. Fotosentez reaksiyonları esnasında fosfor içeren bazı moleküller hazır bulunmalıdır. Fosfor, bitkinin kök gelişimini uyarır, tomurcuk ve çiçek oluşumuna katkı sağlar, hastalık ve zararlılara karşı dayanıklılığı ve canlılığı artırır.

Fosforun emilebilmesi için toprağın pH değerinin 6,5 ila 6,8 arasında olması gerekir. Fosfor gübreleri, nem düzeyi yeterli olan topraklarda verimliliği artırırken nem düzeyi düşük topraklarda higroskopik (nem çekici) özelliklerinden dolayı kurutucu etki oluşturabilir. Toprakta fosfor oranının belirli bir değerden fazla olmaması gerekir.

Potasyum

Potasyum; su ile çok şiddetli reaksiyon veren, canlılar için gerekli olan bir alkali metaldir. Doğada bileşikler hâlinde bulunur. Endüstride ve kimyasal işlemlerde yaygın olarak kullanılan bu elementten gübre üretiminde de faydalanılır.



Birçok enzimin aktivitesini artıran potasyum, fotosenteze olumlu etki ederek karbonhidrat üretimini destekler ayrıca besinlerin ve suyun taşınmasına yardımcı olarak bitkiyi güçlendirir, ATP üretimine katkıda bulunur. Osmotik basıncı artırarak bitkinin su kaybetmesinin önüne geçer. Bu durum bitkinin güçlenmesini ve dirençli olmasını sağlar. Yaprakların yüzeyindeki stomaların (gözenek) açılmasını sağlayarak gaz alışverişinin ve metabolik aktivitelerin düzenlenmesine yardımcı olur.

Magnezyum

Magnezyum, hayatın devamı için gerekli olan en önemli maddelerden biridir. Endüstride alaşımları, insan vücudunda da mineralleri büyük bir boşluğu doldurmaktadır. İnsanlar, hayvanlar ve bitkiler için vazgeçilmez nitelikleri olan bu element klorofilin merkez atomudur ve fotosentezde hayati derecede önemlidir.

Klorofil, yapısında magnezyum bulunan ve bitkilere yeşil renk veren, CO₂ ve H₂O'nun ışık yardımıyla besine dönüştürülmesini sağlayan moleküldür.

Kalsiyum

Kalsiyum toprağın yapısını iyileştirerek uygun pH aralığında olmasını sağlar. Bitkinin hücre duvarlarını güçlendirir. Daha güçlü kök oluşturmasını sağlar. Osmotik basıncı artırarak suyun emilimini artırır bu sayede topraktan alınan suyun ve besinlerin yapraklara ulaşmasına yardımcı olur. Bu durum yaprakların canlı olmasını, meyve veriminin artmasını sağlar. Bunların yanında bazı enzimleri aktive ederek bitki metabolizmasını düzenler.

Kükürt

Toprakta bitki gelişimi için önemli olan fauna (hayvansal organizmalar) ve mikrofloranın (küçük bitkisel organizmalar) gelişimini olumlu etkileyen kükürt, bitki metabolizması için de önemli bir elementtir. Hormon ve enzimlerin sentezlenmesinde rol alır. Klorofil sentezinde yardımcı elementlerden biridir. Esansiyel aminoasitlerden sistein ve metioninin yapısında bulunur.

4.2. GÜBRE ÇEŞİTLERİ

Gübre, elde edilmiş yöntemlerine göre organik ve kimyasal gübreler olmak üzere ikiye ayrılır. **Organik gübreler**; çeşitli hayvan ve bitki atıklarından, doğal organizmaların kalıntılarında veya yan ürünlerinden üretilen maddelerdir. **Kimyasal gübreler** ise toprağın ihtiyacına uygun bileşimlerde üretilerek ilave edilen kısmen veya tamamen sentetik kökenli maddelerdir.

4.2.1. Organik Gübreler

Doğal yaşam düzeninde bitkilerin ihtiyaç duyduğu besin maddeleri, toprağın içinde mevcuttur. Bitkilerin bu besin maddelerini bünyelerine alabilmeleri için besin maddelerinin parçalanmış yapıda olması gerekir. Katı ya da sıvı yapıdaki organik gübrelerin içinde bulunan canlı organizmalar, bitkinin ihtiyacı olan ve toprak içinde parçalanmamış biçimde duran elementlerin serbest kalmasını sağlar ve bitkiye ulaştırır. Toprak, organik madde bakımından zenginleşir. Organik gübreler; hayvansal, bitkisel ve kompost gübreler olmak üzere sınıflandırılmaktadır.

Hayvansal Gübreler



Görsel 4.2: Hayvansal gübre

İnek, koyun, keçi gibi büyükbaş ve küçükbaş hayvanların katı ve sıvı atıklarından elde edilen gübre hayvansal gübre olarak adlandırılır (Görsel 4.2). Bunların dışında kümes hayvanları, yarasa, solucan gibi canlıların atıkları da hayvansal gübre olarak kullanılmaktadır.

Hayvansal gübreler, bitkilerin ihtiyaç duyduğu birçok besin maddesini içermekle birlikte bitkiler için en önemli elementlerden biri olan azotun da kaynağıdır.

Bitkisel Gübreler



Görsel 4.3: Bitkilerin toprakla harmanlanması

Bitkisel gübreler; yonca, çavdar, fiğ, soya fasulyesi, bezelye, yulaf gibi bitkilerden ya da çeşitli meyvelerin kabuklarının kullanılmasıyla elde edilen gübrelerdir. Toprakta bulunan yeşil bitkilerin harmanlanmasıyla kullanılabilen gibi farklı yerlerden alınan bitkilerin toprağa gömülmesiyle de kullanılabilir (Görsel 4.3).

Bitkisel gübreler, toprağı organik madde bakımından zenginleştirir ayrıca topraktaki mikroorganizmaların faaliyetlerini artırarak azot birikimini sağlar.

Kompost Gübreler



Görsel 4.4: Kompost için kullanılacak besin artıkları

Kompost gübreler; tarımsal faaliyetlerde bulunan işletmelerin çöpleri, hayvansal atıklar, mutfak atıkları gibi bitkisel ve hayvansal kökenli atıkların bir araya toplanarak çürütülmesiyle (fermantasyon) elde edilen gübrelerdir (Görsel 4.4).

Kompost gübreler yığın yöntemi ile elde edilir. En alt tabakaya sızıntıyı önlemek amacıyla saman döşenir. Kompost materyalleri, samanın üzerine yaklaşık 1 metre yığın oluşturacak şekilde konur ve üzeri toprak ile örtülerek fermentasyona bırakılır. Yığın ara sıra karıştırılarak havalandırılır ve olgun kısımlar alındıktan sonra hafifçe sıkıştırılır. Fermentasyon işleminin süresi, materyalin türüne ve iklim şartlarına göre 6-24 ay arasındadır.



4.2.2. Kimyasal Gübreler

Kimyasal gübreler; toprağın ihtiyaç duyduğu mineralleri karşılamak için kimyasal yollarla üretilen, organik gübrelere göre daha fazla besin içeren gübrelerdir. Taşınması, depolanması ve bileşiminin belli olması nedeniyle kullanımı oldukça kolaydır. En yaygın kullanılanları azot, fosfor ve potas (potasyum) gübrelere (Görsel 4.5).



Görsel 4.5: Sırasıyla azot, fosfor ve potasyum gübrelere

Azotlu Gübreler

Azotlu gübrenin içindeki azot; nitrat, amit ve amonyum şeklinde bulunur. Çoğunlukla amonyum ve nitrat tuzları hâlinde kullanılır. En önemlileri NH_4OH (amonyum hidroksit), NH_4NO_3 (amonyum nitrat), $(NH_4)_2SO_4$ (amonyum sülfat), $(NH_4)_3PO_4$ (amonyum fosfat), $NaNO_3$ (sodyum nitrat), $Ca(NO_3)_2$ (kalsiyum nitrat), KNO_3 (potasyum nitrat) ve CH_4N_2O 'dir (üre).



Nitrat tuzları patlayıcı üretiminde kullanılabildiği için nitratlı gübrelere üretimi ve satışı devlet kontrolünde yapılmaktadır.

Fosforlu Gübreler

Fosforlu gübreler, suda çözünebilen fosfat iyonları şeklinde bulunur. Azotlu gübrelere sonra en çok kullanılan gübre çeşididir. Fosfat içeriği %46 olan diamonyumfosfat (DAP) ülkemizde en çok kullanılan fosforlu gübrelere dendir.

Potasyumlu Gübreler

İçeriğinde potasyum bulunan gübrelere dendir. Ülkemizin toprakları potasyum bakımından zengin olduğu için tüketimi sınırlıdır. En çok kullanılan potasyumlu gübrelere K_2SO_4 (potasyum sülfat), KCl (potasyum klorür), KNO_3 (potasyum nitrat) ve $K_2SO_4 - MgSO_4$ (potasyum-magnezyum sülfat) gübrelere dendir.

Kompoze Gübreler

Azot, fosfor ve potasyumlu gübrelere belli oranlarda karıştırılmasıyla elde edilen gübrelere **kompoze gübre** denir (Görsel 4.6). İçeriğinde birden fazla besin bulunması, kullanımda ekonomiklik ve kolaylık sağlar ayrıca bitkilerin tek yönlü beslenmesinin önüne geçer.

Kompoze gübrelere etiketinde yazan rakamlar sırasıyla; azot, fosfor ve potasyumun kütlece yüzdelerini verir. Örneğin 6-8-20'lik gübre kütlece %6 azot, %8 fosfor, %20 potasyum içerir.



Görsel 4.6: Kompoze gübre

4.3. TİCARİ GÜBRELERE YAPILAN ANALİZLER

Kimyasal gübrelerde, gübre bileşimini belirlemek ve gübrenin kalite standartlarına uygunluğunu sağlamak amacıyla çeşitli analizler yapılmaktadır. Bu analizler; nem analizi , serbest asitlik analizi, elek analizi, azot, potasyum, fosfor gibi elementlerin analizleridir.

4.3.1. Nem Analizi

Gübre bileşiminin bozulmadan korunabilmesi için nem yüzdesinin 0,5-1,5 arasında olması gerekir. Ticari gübreler higroskopik madde olduğu için buldukları ortamın neminden etkilenir, bu nedenle depolandıkları alanlarda nem çekici maddeler bulunmalıdır. Gübredeki nem miktarı alt ve üst sınır değerlerini aşmamalıdır.

Kimyasal gübrelerde nem tayini etüvde veya vakumda kurutma yöntemleriyle yapılmaktadır.

Gübrede nem yüzdesi

$$\%nem = \frac{\text{nem}}{\text{numune}} \cdot 100$$

şeklinde hesaplanır.

Etüvde Kurutma Yöntemiyle Nem Analizi

Bu yöntem genellikle kurutma sıcaklığında bozunmayan fosfatlı ve kireçli gübrelerin nem analizinde kullanılmaktadır.

Nem analizi yapılırken petri kabı sabit tartıma getirilerek kütlesi kaydedilir (m_1). İçine birkaç gram gübre numunesi konarak numune ve petri kabının toplam kütlesi ölçülür (m_2). Bu durumda $m_2 - m_1$ değeri numune kütlesini verir. Petri kabı etüve yerleştirilerek 105 °C sıcaklıkta 2-3 saat bekletilir. Desikatörde soğutulan numune, petri kabıyla birlikte tekrar tartılır. Bu işlemler numune sabit tartıma gelinceye kadar tekrarlanır ve kütle kaydedilir (m_3). Buharlaşıma ile numune kütle kaybedeceğinden m_3 kütlesi m_2 kütlesinden daha küçük olmalıdır. Numunedeki nem kütlesi bu durumda $m_2 - m_3$ kadar olur.

$$\%nem = \frac{\text{nem}}{\text{numune}} \cdot 100$$

$$\%nem = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100$$

bağıntısından gübre numunesindeki nem yüzdesi hesaplanır.



Kimyasal gübrelerin her biri için belirlenmiş TSE standartlarına göre nem kapsamları vardır. Amonyum nitrat gübresi için en yüksek nem değeri %0,7 olmalıyken amonyum sülfat gübresi için bu değer %0,5'tir.



ÖRNEK

Amonyum fosfat gübresindeki nem miktarının belirlenmesi amacıyla bir miktar gübre numunesi, sabit tartıma getirilerek 5,105 g kütleli petri kabına konuyor. Petri kabı tekrar tartıldığında kütlesi 7,106 g olarak ölçülüyor. Petri kabı içindeki numune, 105 °C'deki etüvde 2 saat kurutuluyor. Petri kabı, desikatörde soğutulduktan sonra tartıldığında kütlesinin 7,091 gram geldiği görülüyor.

Buna göre gübredeki nem yüzdesini hesaplayınız.



ÇÖZÜM

$$\%nem = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100 \quad \text{bağıntısına göre verilenler yerine yazılırsa}$$

$$\%nem = \frac{(7,106 - 7,091)}{(7,106 - 5,105)} \cdot 100 = 0,75 \text{ olarak bulunur.}$$



SIRA SİZDE

Bir gübre numunesine nem analizi yapılmak isteniyor. Numune, sabit tartıma getirilmiş 6,325 gram kütleli petri kabına alınarak tekrar tartılıyor ve toplam kütle 9,575 gram olarak ölçülüyor. Petri kabı, 105 °C'ye ayarlanmış etüvde kurutuluyor ve desikatörde soğutulduktan sonra tartıldığında kütlesinin 9,542 gram geldiği görülüyor.

Buna göre gübredeki nem yüzdesini hesaplayınız.

Vakumda Kurutma Yöntemi ile Nem Analizi



Görsel 4.7: Vakumlu desikatör

Gübre numunesinden 2-3 gram tartılarak sabit tartıma getirilmiş m_1 kütleli petri kabına alınır. Tekrar tartılarak kütlesi kaydedilir (m_2). Petri kabı, oda sıcaklığında Görsel 4.7'deki gibi bir vakumlu desikatöre yerleştirilerek vakum cihazına bağlanır. Desikatörün iç basıncı 500 mmHg'ya ayarlanarak 16-18 saat bekletildikten sonra alınır ve tartılır. Numune sabit tartıma getirilip kütle kaydedilir (m_3). Nem hesabı etüvde kurutma yöntemi ile aynı şekilde yapılır.

$$\%nem = \frac{(m_2 - m_3)}{(m_2 - m_1)} \cdot 100$$

bağıntısından gübrede numunesindeki nemin yüzdesi hesaplanır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Ticari Gübrede Nem Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gübre numunesinde bulunan nem yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, petri kabı, etüv, pens, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Gübre numunesi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Sabit tartıma getirilmiş bir petri kabı alarak kütlesini kaydediniz (m_1).
3. Yaklaşık 2-3 gram gübre numunesini petri kabına alarak tekrar tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_2).
4. Petri kabını 105 °C'ye ayarlanmış etüvde 2 saat kurutunuz.
5. Petri kabını desikatöre alarak soğutunuz.
6. Numune sabit tartıma gelinceye kadar dördüncü ve beşinci işlem basamaklarını tekrarlayınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
7. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunedeki nem yüzdesini bulunuz.
2. Etüvde kurutulan numunenin desikatörde soğutulmasının nedenini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

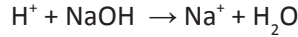


4.3.2. Serbest Asitlik Analizi

Tarım topraklarından elde edilen ürünün veriminin yüksek olması için toprağın pH değerinin belirli aralıklarda olması gerekir. Standartlara göre bu değer 4 ila 8,5 arasındadır. Toprağa ilave edilen gübreler, toprağın asitlik değerini etkilediği için kullanılan gübrelere serbest asitlik analizi yapılmaktadır. Gübrelere serbest asitlik değeri azotlu gübrelere %0,03, kompoze ve fosfatlı gübrelere %2,5'ten fazla olmamalıdır.

Fosfor gübrelere içindeki serbest asit; ortofosforik asit (H_3PO_4), primer fosfat ($H_2PO_4^-$) ve bifosfat (HPO_4^{2-}) türlerinden kaynaklanır. Gübre olarak kullanılan bir diğer bileşik olan amonyum sülfat [$(NH_4)_2SO_4$] içerdiği amonyum iyonlarından dolayı asidik tuzdur.

Kimyasal gübrelere serbest asitlik analizi çoğunlukla volümetrik yöntem ile yapılır. Analiz için hazırlanan gübre numunesinden 2-3 g tartılarak bir erlene aktarılır. Üzerine 100 mL saf su eklenerek karıştırılıp olabildiğince çözünmesi sağlanır. Oluşan karışım süzgeç kâğıdından süzülür. Süzüntü 250 mL'lik balon jöjeye aktarılır. Saf su ile hacmi 250 mL'ye tamamlanır. Buradan alınan 100 mL çözelti, bir erlene aktarılıp üzerine 3-4 damla fenolftalein indikatörü eklenir ve su banyosunda 55 °C'ye kadar ısıtılır. Böylece havadan absorbe edebileceği CO_2 uzaklaştırılmış olur. Bu çözeltide tartılan numunenin 2/5'i bulunmaktadır. Karışım, kalıcı pembe renk görülünceye kadar ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon sonucunda harcanan NaOH mol sayısı, titre edilen çözeltideki H^+ iyonlarının mol sayısına eşittir.



Titasyonda kullanılan NaOH hacmi V L alınırsa titre edilen çözeltideki H^+ mol sayısı

$$n(H^+) = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH}$$

şeklinde bulunur.

Titre edilen çözeltideki H^+ iyonu mol sayısı,, hazırlanan numune kütlesine oranlandığında asitlik değeri $\frac{(mol H^+)}{g \text{ numune}}$ olarak hesaplanır.

H_2SO_4 Cinsinden Serbest Asitlik

Amonyum sülfat gübrelere asitlik H_2SO_4 yüzdesi olarak verilir. Bu değere aşağıdaki gibi geçiş yapılır.

$$\% H_2SO_4 = \frac{mol H^+}{g \text{ numune}} \cdot \frac{mol H_2SO_4}{2 mol H^+} \cdot \frac{98 g H_2SO_4}{2 mol H_2SO_4} \cdot 100 g \text{ numune}$$

P_2O_5 Cinsinden Serbest Asitlik

Fosfat gübrelere ise serbest asitlik, P_2O_5 yüzdesi olarak hesaplanır. Bu değere geçiş aşağıdaki gibi yapılır.

$$\% P_2O_5 = \frac{mol H^+}{g \text{ numune}} \cdot \frac{mol H_3PO_4}{3 mol H^+} \cdot \frac{1 mol P_2O_5}{2 mol H_3PO_4} \cdot \frac{142 g P_2O_5}{1 mol P_2O_5} \cdot 100 g \text{ numune}$$

ÖRNEK

Analiz için gelen amonyum sülfat gübresi numunesinden 4 g tartılarak behere aktarılmış ve üzerine 100 mL saf su eklenerek çözülmüştür. Oluşan karışım, 250 mL'lik balon jöjeye süzülerek aktarıldıktan sonra süzüntünün hacmi saf su ile 250 mL'ye tamamlanmıştır. Bu çözeltilerden alınan 100 mL'lik kısım, ayarlı 0,1 M 1,2 mL NaOH çözeltisi ile titre edilmiştir.

Buna göre gübre numunesindeki serbest asitliğı sülfürik asit (H_2SO_4) yüzdesi olarak hesaplayınız. (H_2SO_4 : 98)



ÇÖZÜM

Harcanan titrant sarfiyatı 1,2 mL = $1,2 \cdot 10^{-3}$ L'dir. Bu durumda titre edilen çözeltildeki H^+ iyonu mol sayısı

$$n(H^+) = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH}$$

$$n(H^+) = 0,1 \cdot 1,2 \cdot 10^{-3} = 1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

Tartılan numune ile hazırlanan 250 mL çözeltilinin 100 mL'si titre edilmiştir. Bu durumda titre edilen numunenin kütlesi aşağıdaki gibi belirlenir.

250 mL çözeltilde	4 g numune
100 mL çözeltilde	1,6 g numune bulunur.

Bu durumda numunede H^+ iyonu derişimi

$$\frac{\text{mol } H^+}{\text{g numune}} \cdot \frac{1,2 \cdot 10^{-4} \text{ mol } H^+}{1,6 \text{ g numune}} = 7,5 \cdot 10^{-5} \text{ mol } H^+/\text{g numune bulunur.}$$

Sülfürik asit cinsinden asitliğe aşağıdaki gibi geçiş yapılır.

$$\% H_2SO_4 = \frac{\text{mol } H^+}{\text{g numune}} \cdot \frac{\text{mol } H_2SO_4}{2 \text{ mol } H^+} \cdot \frac{98 \text{ g } H_2SO_4}{2 \text{ mol } H_2SO_4} \cdot 100 \text{ g numune}$$

$$\% H_2SO_4 = \frac{7,5 \cdot 10^{-5} \cdot 98 \cdot 100}{4} = 0,1836$$

Analiz edilen gübrede serbest asit oranı %0,1836 bulunur.





ÖRNEK

Fosfat gübresinden tartılan 6 g numunenin saf suda çözülmesi ile hazırlanan 250 mL çözeltilerden alınan 100 mL'lik kısım ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. Titrasyonda 3,6 mL NaOH sarfiyatı ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre gübrenin asitliğini (mol H⁺)/(g numune) ve %P₂O₅ olarak hesaplayınız. (P₂O₅ : 142)



ÇÖZÜM

Harcanan titrant sarfiyatı, 3,6 mL = 3,6.10⁻³ L'dir. Bu durumda titre edilen çözeltilerdeki H⁺ iyonu mol sayısı

$$n(\text{H}^+) = M_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = 0,1 \cdot 3,6 \cdot 10^{-3} = 3,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

Tartılan numune ile hazırlanan 250 mL çözeltinin 100 mL'si titre edilmiştir. Titre edilen hacimdeki numune kütlesi aşağıdaki gibi belirlenir.

$$\frac{250 \text{ mL çözeltide}}{100 \text{ mL çözeltide}} = \frac{6 \text{ g numune}}{2,4 \text{ g numune bulunur.}}$$

Bu durumda numunede H⁺ derişimi

$$\frac{\text{mol H}^+}{\text{g numune}} = \frac{3,6 \cdot 10^{-4} \text{ H}^+}{2,4 \text{ g numune}} = 1,5 \cdot 10^{-4} \text{ mol H}^+ / \text{g numune}$$

P₂O₅ cinsinden asitliğe aşağıdaki gibi geçiş yapılır.

$$\%P_2O_5 = \frac{\text{mol H}^+}{\text{g numune}} \cdot \frac{\text{mol H}_3\text{PO}_4}{3 \text{ mol H}^+} \cdot \frac{1 \text{ mol P}_2\text{O}_5}{2 \text{ mol H}_3\text{PO}_4} \cdot \frac{142 \text{ g P}_2\text{O}_5}{1} \cdot 100 \text{ g numune}$$

$$\%P_2O_5 = \frac{1,5 \cdot 10^{-4} \cdot 142 \cdot 100}{6} = 0,355$$



SIRA SİZDE

Fosfat gübresinden 5 g tartılarak saf suda çözülüyor ve 250 mL çözelti hazırlanıyor. Çözeltiden alınan 100 mL kısım, ayarlı 0,09 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor.

12 mL NaOH sarfiyatı ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre fosfat gübresinin asitliğini (mol H⁺)/(g numune) ve %P₂O₅ olarak hesaplayınız. (P₂O₅ : 142)

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Ticari Gübrede Serbest Asitlik Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gübre numunesinde bulunan serbest asitlik yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, balon jöje, erlen, su banyosu, bağıt, spor düzeneği, büret.

Kimyasal Maddeler: Kimyasal gübre numunesi, ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi, fenolftalein indikatörü, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2-3 gram gübre numunesini duyarlı olarak tartınız ve 250 mL'lik balon jöjeye koyunuz.
3. Üzerine 100 mL saf su ilave ediniz ve numuneyi çözünüz.
4. Numunenin mümkün olduğunca iyi çözünebilmesi için karışımı aralıklarla 10-15 dakika karıştırınız. Çözünme gerçekleşikten sonra saf su ile 250 mL'ye tamamlayınız.
5. Hazırladığınız çözeltiden 100 mL alarak bir erlene aktarınız.
6. Erlene birkaç damla fenolftalein indikatörü damlatınız ve çözeltiyi su banyosunda 55 °C'ye kadar ısıtınız.
7. Çözelti pembe renkli değilse titrasyon düzeneğini hazırlayınız ve bürete ayarlı NaOH çözeltisini doldurunuz. Sıfır ayarını yapınız.
8. Çözeltinin rengi pembe oluncaya kadar NaOH çözeltisi titre ediniz.
9. Harcadığınız NaOH çözeltisinin hacmini büretten okuyarak kaydediniz.
10. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenin asitliğini (mol H^+)/(g numune) cinsinden bulunuz.
2. Gübre amonyum sülfat gübresi ise asitliği sülfürik asit yüzdesi cinsinden, fosfat gübresi ise difosfor pentaoksit yüzdesi cinsinden hesaplayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



4.3.3. Azot Analizi

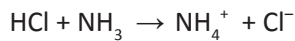
Azot, bitkilerin gelişimi açısından mutlak gerekli elementlerden biridir. Azot bağlayıcı bakteriler, toprakta yeterli miktarda azot varsa atmosfer azotunu bitkilerin kullanabileceği nitrat, nitrit ve amonyum türlerine dönüştürerek bitkilerin kullanılmasını sağlar. Bu duruma **azot fiksasyonu** denir. Fiksasyonun yetersiz olması hâlinde bu azot türlerinin tuzları veya üre $[CO(NH_2)_2]$, gübre olarak toprağa ilave edilir.

Gübreleme ile toprağa verilen azot türlerinin aşırısı yağmurla taşınarak su havzalarına ulaşır böylece suda bulunan azot miktarı da zamanla artar.

Sulardaki aşırı azot, sulardaki bakteri ve alglerin çoğalmasına neden olur; suyun oksijen miktarını düşürür ve kalitesini bozar. Azotlu gübrenin, tarımsal alanlarda toprak analizleri yapıldıktan sonra ihtiyaca göre kullanılması çevre sorunlarının önlenmesine yardımcı olacaktır.

Azot içeren gübrelere periyodik olarak azot analizleri (standartlara uygun olup olmadığını belirlemek için) yapılır. Azot analizi için uygulanan en yaygın yöntem Kjeldahl (Kiildeyl) yöntemidir. Bu yöntemde numunedeki tüm azotun NH_3 a dönüşmesi sağlanıp titrasyonla azotun miktarı belirlenir.

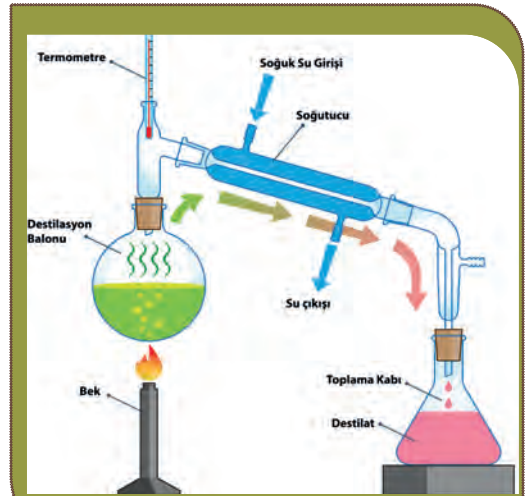
Gübrelerde bulunan azot üre şeklinde ise 1 g gübre numunesi Kjeldahl balonuna (Görsel 4.8) alınarak üzerine derişik H_2SO_4 çözeltisinin aşırısı eklenir. H_2SO_4 üreyi yükseltgeyerek CO_2 ve H_2O oluştururken azotu da amonyum sülfata dönüştürür. Reaksiyon, yüksek sıcaklıklarda birkaç saatte gerçekleşir. Kaynamayı geciktirmek için K_2SO_4 , reaksiyonu katalizlemek için de $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ eklenir. Isıtma işlemine çözelti renksiz veya açık sarı oluncaya kadar devam edilir. Çözelti, soğuyuncaya kadar beklendikten sonra su ile seyreltilir, 1 damla fenolftalein ve renk pembe oluncaya kadar derişik $NaOH$ çözeltisi ilave edilir. Bazik ortamda amonyum iyonları NH_3 a dönüşür. Amonyak uçucu olduğu için hemen damıtma düzeneğine alınır (Görsel 4.9). Toplama kabı olarak bir erlene derişimi ve hacmi belli olan HCl çözeltisinden aşırı miktarda konur, soğutucunun ucuna bağlanacak bir cam borunun bu çözeltinin içine daldırılması sağlanır. Aksi hâlde soğutucudan çıkan NH_3 in bir kısmı gaz hâlde ortamdan uzaklaşacaktır. Numuneden gelen NH_3 , toplama kabındaki HCl 'in bir kısmı ile tepkimeye girerek NH_4Cl çözeltisi oluşturur.



İşlem bittikten sonra soğutucu içinden saf su geçirilerek amonyak kalıntısının da HCl çözeltisine aktarılması sağlanır. Daha sonra erlendeki çözelti bromokresol yeşili indikatörü yanında ayarlı $NaOH$ çözeltisi ile titre edilir.



Görsel 4.8: Kjeldahl balonu



Görsel 4.9: Amonyagin damıtılması

$$n_{\text{HCl}} = V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{HCl}}$$

formülünden erlende damıtma öncesi bulunan toplam HCl'ün mol sayısı hesaplanır. NaOH ile HCl arasındaki stokiometrik oran 1:1 olduğundan NH_3 ile tepkimede artan HCl mol sayısı, titrasyonda harcanan NaOH mol sayısına eşittir.

$$n_{\text{NaOH}} = V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{NaOH}}$$

NH_3 ile reaksiyona giren HCl mol sayısı $n_{\text{HCl}} - n_{\text{NaOH}}$ değerine eşit olur. HCl ile NH_3 arasındaki stokiometrik oran 1:1 olduğundan harcanan HCl çözeltisinin mol sayısı NH_3 in mol sayısına bu da numunede bulunan azotun mol sayısına eşittir. Azotun atom kütlesi 14 olduğundan numunedeki azot yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\% \text{ Azot} = (V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{NaOH}}) \cdot 14 \cdot 100 / m$$

V_{HCl} : Toplama kabına eklenen HCl hacmi (L)

M_{HCl} : Toplama kabına eklenen HCl molaritesi

V_{NaOH} : Geri titrasyonda harcanan NaOH hacmi (L)

M_{NaOH} : Geri titrasyonda harcanan NaOH molaritesi, **m**: Numune kütlesi (g)

Gübre, nitrat veya amonyum gübresi ise H_2SO_4 ile yükseltgeyerek amonyak elde edilemez. Azotun yalnızca amonyum formunda bulunduğu gübrelerde Kjeldahl balonuna alınan 1 g numune suda çözülüp üzerine derişik NaOH çözeltisi eklenmesi ile hemen damıtma yapılır. Ortamın bazikliğini koruduğundan emin olmak için 1 damla fenolftalein ilave edilebilir. Damıtma, üre analizinde olduğu gibi HCl çözeltisi içinde gerçekleştirilir. Titrasyon ve hesaplamalar aynı şekilde yapılır. Gübre, nitrat formunda azot içeriyorsa önce nitratın indirgenmesi gerekir. Kjeldahl balonuna numunenin kuvvetli bazik bir çözeltisi alınır. Bunun için 1 g numune, derişik NaOH çözeltisinde çözülebilir. İndirgeme için ortama granül hâlinde Devarda alaşımı (%50 Co, %45 Al, %5 Zn) veya Arnd alaşımı (%60 Cu, %40 Mg) ilave edilir. Balon, üre ve amonyum analizindeki gibi damıtma düzeneğine bağlanır. Nitratın indirgenmesi ile oluşan amonyum bazik ortamda NH_3 a dönüşerek toplama kabına gider ve HCl ile tepkimeye girer. Aynı şekilde titrasyon yapılarak gübredeki azot miktarı belirlenir.

ÖRNEK

Azot içeren gübreden 2 gram numune alınarak Kjeldahl yöntemi ile toplam azot analizi yapılıyor. Geri toplama kabına 1 M HCl çözeltisinden 50 mL ekleniyor. Hidroklorik asidin fazlası, 22 mL 1 M NaOH ile geri titre ediliyor.

Buna göre gübredeki azotun kütlece yüzdesini hesaplayınız. (N=14)

ÇÖZÜM

$$50 \text{ mL} = 0,05 \text{ L} \quad 22 \text{ mL} = 0,022 \text{ L}$$

$$\% \text{ Azot} = (V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{NaOH}}) \cdot 14 \cdot 100 / m$$

$$\% \text{ Azot} = (0,05 \cdot 1 - 0,022 \cdot 1) \cdot 14 \cdot 100 / 2$$

$$\% \text{ Azot} = 19,6 \text{ bulunur.}$$



3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Ticari Gübrede Azot Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gübre numunesinde bulunan azot yüzdesini Kjeldahl yöntemi ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, Kjeldahl balonu, erlen, baget, geri soğutucu, lastik tıpa, cam boru, spor düzeneği, huni, büret, bek, üç ayak, amyant tel.

Kimyasal Maddeler: Üre içeren gübre numunesi, derişik H_2SO_4 çözeltisi, katalizör (1 kısım $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ile 10 kısım K_2SO_4), 0,1 M HCl çözeltisi, ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi, bromkresol yeşili indikatörü, fenolftalein indikatörü, %40'lık NaOH çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kjeldahl yöntemi için düzeneği kurarak hazırlayınız.
3. Gübre numunesinden 1 g tartarak Kjeldahl balonuna aktarınız (m).
4. Üzerine 25 mL derişik H_2SO_4 ekleyip tüm numunenin balonun dibinde toplanmasını sağlayınız.
5. 1 g katalizör karışımını (1 kısım $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ile 10 kısım K_2SO_4) balona ekleyiniz.
6. Sıçrama kaybını önlemek için balonun ağzına bir huni yerleştiriniz.
7. Balonu eğik bir şekilde tutarak hafif bir bek alevinde dikkatle ısıtınız.
8. Renksiz veya açık sarı renkli çözelti oluşuncaya kadar ısıtma işlemine devam ediniz. Numune bileşiminde bulunan azot 2-3 saat gibi bir sürede amonyum iyonuna dönüşür.
9. Reaksiyon tamamlandıktan sonra balon soğuyuncaya kadar bekleyiniz.
10. Soğutma işleminden sonra karışım katılaşırsa çalkalayınız ve daha sonra hacmi saf su ile 150 mL'ye seyreltiniz.
11. Balondaki karışıma 1-2 damla fenolftalein ve balonun iç cidarlarından 100 mL %40'lık NaOH çözeltisini yavaş yavaş ekleyiniz.
12. Amonyumun tümü amonyağa dönüşünce fenolftalein indikatörü bulunan karışım kırmızı-pembe renge dönüşür.
13. Balonda oluşan amonyağın uçmasını önlemek için fazla hareket ettirmeden hemen geri soğutucuya bağlayınız.
14. Toplama kabına 100 mL 0,1 M HCl (V_{HCl}) çözeltisi koyarak damıtma düzeneğindeki soğutucunun ucunu toplama kabındaki asidin içine 1 cm kadar girecek şekilde bağlayınız.
15. Kjeldahl balonunu alttan ısıtarak amonyağın tamamını toplama kabına gönderiniz.
16. Damıtma işleminden sonra soğutucudaki amonyak kalıntısını biraz su ile yıkayarak toplama kabına aktarınız.
17. Toplama kabına eklenen HCl'in fazlasını ise 2-3 damla bromkresol yeşili indikatörü ekleyerek ayarlı 0,1 M NaOH ile geri titre ediniz.

18. Geri titrasyon için harcadığınız NaOH çözeltisinin hacmini büretten okuyarak kaydediniz (V_{NaOH}).
19. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunedeki azotun kütlece yüzdesini bulunuz.(N:14)
2. Yedinci işlem basamağında çözeltinin bek aleviyle ısıtılmasının nedenini açıklayınız.
3. On beşinci işlem basamağında gerçekleşen reaksiyonu yazınız.

1. soru 50, 2. ve 3. sorular 25 puan üzerinden değerlendirilecektir.

4.3.4. Potasyum Analizi

Potasyum elementinin bitkilerin gelişimi ve meyve kalitesi açısından önemli etkileri olduğu bilinmektedir. Potasyumun, bitkilerin hastalık ve zararlılara karşı dayanıklılığını artırdığı, olgunlaşmayı hızlandırdığı, fotosentez ürünlerinin taşınması ve depo edilmesine katkıda bulunduğu saptanan faydalarından bazılarıdır. Potasyum elementinin toprak bileşiminde yeterince bulunması bitkiler açısından son derece gereklidir. Eksikliği hâlinde gübreleme ile mutlaka tamamlanmalıdır.

Potasyumlu gübrelerde anyon içeriğinin ve potasyum yüzdesinin belirlenmesi amacıyla düzenli olarak kimyasal analiz yapılır. Gübredeki potasyum, gravimetrik veya fotometrik yöntemle analiz edilir.

Gravimetrik yöntem gübreden hazırlanan çözeltiden hafif alkali ortamda potasyumun tetrafenilborat kullanılarak çöktürülmesine dayanır. Çöktürme öncesinde ortamda analizi bozabilecek metal katyonları EDTA gibi şelatlaştırıcılar kullanılarak uzaklaştırılmalıdır. Oluşan çökelek organik yapıları için kül



fırınında yakılamaz bu nedenle oluşan çökelek Gooch krozesinde süzülür, 120 °C sıcaklıkta etüvde kurutularak sabit tartıma getirilir.

Fotometrik gübre analizi alev fotometresi ile yapılır. Sodyum, potasyum, lityum gibi alkali metaller ve toprak alkali metallerin fotometrik yöntemle analizlerinde alev fotometreleri kullanılır. Bu yöntemde potasyum gübresinden hazırlanan seyreltik çözelti (potasyum derişimi 1-100 ppm aralığında olacak şekilde) AES (atomik emisyon spektroskopisi) cihazının alevine püskürtülür. Alev sıcaklığı ile uyarılan potasyum atomlarının son enerji düzeyindeki bir elektronu üst enerji seviyelerine çıkar. Bu elektronlar ilk enerji düzeyine dönerken aldıkları enerjiyi belirli dalga boylarında ışımaya olarak yayar. Yapılan ışımaya dalga boyları her element için karakteristiktir. Potasyumun en belirgin ışımaya yaptığı dalga boyu 766 nm'dir. Yayılan ışımaya şiddeti ise ortamdaki element atomlarının derişimi ile orantılıdır. Bu prensibe dayalı olarak gübre numunelerinde Na, K, Ca gibi elementlerin analizleri yapılır.

Grafik Çizimi

Alev fotometresi çalıştırılıp alev ayarı yapıldıktan sonra 15-20 dakika cihazın hazır olması için beklenir. Cihaza potasyum analizi için uygun filtre takıldıktan sonra kör numune çözeltisi ile cihazın "0" ayarı, en büyük derişimli standart çözelti ile "100" ayarı yapılır. 1-100 ppm arasında farklı derişimlerde potasyum içeren standart çözeltilerin alev emisyon değerleri okutulur ve kaydedilir. Grafik kâğıdında x (apsis) eksenine derişim değerleri, y (ordinat) eksenine emisyon değerleri yazılarak işaretlenir. Her bir derişimin emisyon değeri ile çakışma noktası işaretlenir. Daha sonra işaretlenen noktaları birleştirecek şekilde bir doğru (kalibrasyon grafiğı) çizilir.

Numunenin Analizi

Kalibrasyon grafiğı elde edildikten sonra numunenin emisyon değeri okunup kaydedilir. Çizilen grafikte emisyon değerinin yeri işaretlenerek karşılık gelen derişim değeri bulunur veya eğrinin denkleminde yararlanarak hesaplanır.

Hesaplama

Grafikten bulunan numune emisyon değeri kullanılarak numune çözeltisindeki potasyum miktarı ppm cinsinden hesaplanır. Cihazda emisyonu okunan çözelti seyreltilmiş çözelti ise asıl numune çözeltisinin derişimi

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

bağıntısıyla hesaplanır. Buradan numunedeki derişimine geçilir. Bağıntıda

C_1 : numuneden hazırlanan çözelti derişimi

V_1 : numuneden hazırlanan çözeltilerden alınan hacim

C_2 : Cihazdan okunan çözelti derişimi

V_2 : Cihazda emisyonu ölçülmek için hazırlanan seyreltilmiş çözeltinin hacmi

Bu şekilde numuneden hazırlanan çözeltilerdeki toplam potasyum miktarı bulunup numunenin içerdiği potasyum yüzdesine geçilir.

ÖRNEK

Gübre numunesindeki potasyum miktarını belirlemek amacıyla 1 g örnek tartılarak behere aktarılıyor. Üzerine bir miktar saf su eklenerek çözüldükten sonra 500 mL'lik balon jöjeye süzülüyor. Balon jöje saf su ile 500 mL'ye tamamlanıyor. Bu çözültiden alınan 20 mL'lik kısım, saf su ile 100 mL'ye seyreltikten sonra cihazda emisyonu ölçüldüğünde elde edilen grafikten derişimin 50 ppm olduđu görülyor.

Buna göre numunedeki kütlece potasyum %'si kaçtır?



ÇÖZÜM

Son olarak 100 mL'ye seyreltilmiş numunenin derişimi 50 ppm ölçüldüğüne göre numuneden hazırlanan çözültinin derişimi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$C_1 \cdot 20 = 50 \cdot 100$$

$$C_1 = 250 \text{ ppm (mg/L)}$$

Numuneden hazırlanan çözülti 500 mL (0,5 L) olduğundan içerdüğü potasyum kütlece oranı kurularak hesaplanabilir.

1 L çözültide	250 mg K
0,5 L çözültide	m mg K
m = 125 mg K = 0,125 g K	

Analiz yapılan numune 1 g olduğundan

1g numunede	0,125 g K
100 g numunede	x

orantısı kullanılarak içerdüğü potasyumun kütlece yüzdesi %12,5 K bulunur.



SIRA SİZDE

1,20 g gübre numunesi alınarak 1000 mL çözülti hazırlanıyor. Bu çözültiden alınan 25 mL'lik kısım saf su ile 100 mL'ye seyreltikten sonra emisyonu ölçülüyor ve derişimin 60 ppm olduğü bulunuyor.

Buna göre numunedeki kütlece potasyum %'si kaçtır?



SIRA SİZDE

Gübre numunesine potasyum analizi yapılmak isteniyor. Bunun için 1,05 gram gübre numunesi alınarak 1000 mL'lik çözeltisi hazırlanıyor. Bu çözeltiden alınan 20 mL'lik kısım saf su ile 100 mL'ye seyreltiliyor. Emisyon ölçümü yapıldığında değerin 50 ppm olduğu görülüyor. **Buna göre gübre numunesindeki potasyumun kütlece %'si kaçtır?**

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Potasyum analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

Gübre Numunesi

Gübre numunesinden 1 g tartılarak 250 mL'lik bir erlene aktarılır. Üzerine 100 mL saf su eklenerek 20 dakika iyice karıştırılır. Oluşan çözelti huni ve süzgeç kâğıdı yardımı ile 500 mL'lik balon jøjeye süzülür. Süzgeç kâğıdında kalan kısım, saf su eklenerek birkaç kez yıkanır. Balon jøjedeki çözeltinin hacmi saf su ile 500 mL'ye tamamlanır. Bu çözeltiden 10 mL alınarak 100 mL'lik balon jøjeye konur. Çözeltinin hacmi su ile 100 mL'ye tamamlanır. Analizlerde seyreltilmiş bu numuneden kullanılır. Hazırlanan numune çözeltisindeki potasyumun değeri cihazın okuma sınırları dışında ise çözelti daha da seyreltilerek okuma sınırı içine alınır.

Stok Potasyum Çözeltisi

Etüvde 105 °C sıcaklıkta kurutulmuş KCl katısından 1,9068 g tartılarak 1000 mL'lik balon jøjeye aktarılır. Üzerine 250 mL saf su eklenerek KCl'ün çözünmesi sağlanır. Daha sonra çözelti hacmi saf su ile 1000 mL'ye tamamlanır. Böylece 1 L'sinde 1 g potasyum bulunan (1000 ppm) stok çözelti hazırlanmış olur.

Standart Potasyum Çözeltileri

Stok potasyum çözeltisinden sırası ile 2, 4, 6, 8, 10 mL alınarak 100 mL'lik balon jøjelere aktarılır ve hacimleri saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Böylece 20, 40, 60, 80, 100 ppm potasyum içeren standart çözeltiler hazırlanmış olur.

Kör Numune Çözeltisi

100 mL'lik balon jøjeye hacim çizgisine kadar saf su eklenerek hazırlanır.

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Ticari Gübrede Potasyum Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gübre numunesinde bulunan potasyum yüzdesini alev fotometresi ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, etüv, alev fotometresi, süzgeç kâğıdı, balon joje, cam huni, baget, erlen, beher, piset, mezür, pipet, puar, cetvel, kalem, spatül.

Kimyasal Maddeler: Kimyasal gübre, kör numune çözeltisi ve 20, 40, 60, 80 ve 100 ppm'lik KCl çözeltileri, saf su.

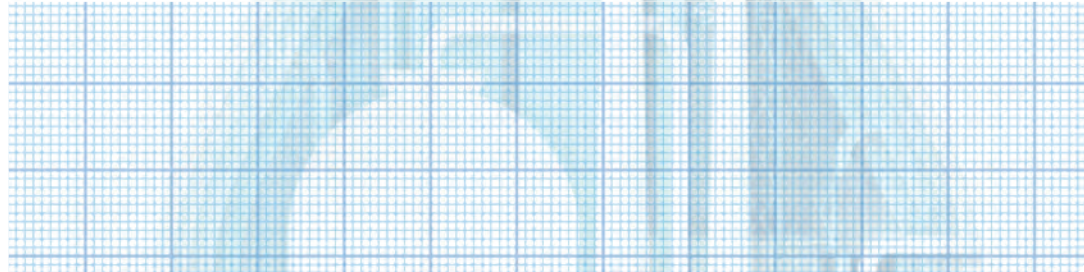
İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Alev fotometresini çalıştırarak potasyum analizi için ayarlayınız.
3. Kör numuneyi aleve püskürterek cihazın sıfır ayarını yapınız.
4. En yüksek derişimli standart çözeltiyi aleve püskürterek cihazın yüz ayarını yapınız.
5. En yüksek derişimli standart çözelti hariç çözeltileri cihaza yerleştirerek emisyon değerlerini okuyup kaydediniz.
6. Hazırlanan numunenin emisyon değerini okuyup kaydediniz.
7. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analize ait kalibrasyon eğrisini çiziniz. Numune çözeltisindeki potasyum derişimini grafikten yararlanarak belirleyiniz.



2. Numunenizdeki potasyum yüzdesini bulunuz.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



4.3.5. Fosfor Analizi

Bitkilerde gelişme, büyüme ve ürün verimine katkıda bulunan mutlak gerekli elementlerden biri de fosfor elementidir. Fosfor elementi çoğunlukla fosfat şeklinde bulunur. Ticari gübrelere de fosfat formunda bileşikler kullanılır. Topraktaki aşırı fosfor, yer üstü sularına ulaştığında bazı mikroorganizmaların aşırı çoğalması nedeni ile çevresel sorunlara yol açmaktadır. Topraktaki fosfor elementinin büyük çoğunluğu ise tarımsal alanlardaki gübrelemeden kaynaklanır. Bu nedenle gübre bileşimindeki fosfor miktarının standartlara uygunluğunu belirlemek amacıyla periyodik olarak gübrede fosfor analizleri yapılır.

Kimyasal gübrelere fosfor analizi; gravimetrik, volümetrik ve spektrofotometrik yöntemlerden biri ile yapılabilmektedir. Kolay ve hassas ölçümler yapılabildiği için genellikle spektrofotometrik yöntem tercih edilmektedir.

Spektrofotometre ile gübrede fosfat analizi, fosfat iyonlarının asidik ortamda amonyum molibdo vanadat ile oluşturduğu renkli kompleksin absorbansının ölçülerek konsantrasyonunun bulunması prensibine dayanır.

Grafik Çizimi

Grafik kâğıdında x (apsis) eksenine derişim değerleri, y (ordinat) eksenine absorbans değerleri yazılarak işaretlenir. Her bir derişimin absorbans değeri ile çıkışma noktası işaretlenir. Daha sonra işaretlenen bütün noktalardan geçecek şekilde doğru çizilir.

Numunenin Analizi

Hazırlanan numune çözeltisinden 2 mL alınır. Üzerine 1 mL amonyum molibdo vanadat çözeltisi, 2 damla fenolftalein ve 2 damla 1/1'lik HCl çözeltisi eklenir. 100 mL'lik balon jodede saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Renk oluşumu için 15 dakika beklenir ve spektrofotometrede absorbansı belirlenir.

Cihazın küvetine önce kör numune çözeltisi konarak absorbansı ölçülür. Daha sonra standart çözeltilerin ve numune çözeltisinin cihaza konmasıyla elde edilen absorbans değerlerinden bu değer çıkarılır. Cihazda sıfır ayarı yapılabiliyorsa kör çözeltilerde absorbans sıfıra (geçirgenlik %100'e) ayarlanır. Daha sonra sıfır ayarı yapılmış cihazda standart çözeltilerin absorbans değerleri okunarak kalibrasyon grafiği çizilir. Numune çözeltisinden elde edilen absorbans değeri, çizilen grafikte işaretlenerek karşılık gelen derişim değeri bulunur. Standart çözeltiler fosfor derişimi 0-20 ppm aralığında olacak şekilde hazırlanır. Numune çözeltisi de fosfor derişimi bu aralıkta olacak şekilde hazırlanmalıdır. Ancak fazla derişik çözeltilerde spektrofotometrik analiz sağlıklı sonuç vermeyeceğinden numune çözeltisinin tahmini derişiminin ve standart seri çözeltilerin derişiminin 50 mg/L fosfat derişimini aşmamasına dikkat edilmelidir.

Hesaplama

Numune absorbans değerinin grafikte karşılık geldiği değer kullanılarak numunedeki fosfor miktarı, ppm cinsinden hesaplanır. Absorbansı okunan çözeltili seyreltilmiş çözeltili ise asıl numune çözeltisinin derişimi

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

bağıntısıyla hesaplanır. Buradan numunedeki derişimine geçilir.

ÖRNEK

Fosfat içeren bir gübre numunesinden 1 g tartılarak beherde saf su ile çözüldükten sonra 250 mL'lik balon jojeye süzülerek aktarılıyor. Çözeltinin hacmi saf su ile 250 mL'ye tamamlanıyor. Bu çözeltiden alınan 25 mL'lik kısım 100 mL'lik balon jojeye aktarılarak hacmi 100 mL'ye tamamlanıyor. Son çözeltiden alınan 25 mL'lik kısmın absorbanı ölçülüyor.

Ölçülen absorbanı karşılık gelen derişim 10 ppm olduğuna göre gübredeki fosforun kütlece yüzdesini hesaplayınız.



ÇÖZÜM

Son olarak 100 mL'ye seyreltilmiş numunenin derişimi 10 ppm ölçüldüğüne göre numuneden hazırlanan çözeltinin derişimi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

$$C_1 \cdot 25 = 10 \cdot 100$$

$$C_1 = 40 \text{ ppm (mg/L)}$$

Numuneden hazırlanan çözelti 250 mL (0,25 L) olduğundan içerdiği fosfor kütlece oranı kurularak hesaplanabilir.

$$1 \text{ L çözeltide} \quad 40 \text{ mg P}$$

$$0,25 \text{ L çözeltide} \quad m \text{ mg P}$$

$$m = 10 \text{ mg P} = 0,01 \text{ g P}$$

Analiz yapılan numune 1 g olduğundan

$$1 \text{ g numunede} \quad 0,01 \text{ g P}$$

$$100 \text{ g numunede} \quad x$$

numunenin içerdiği fosfor kütlece %1'dir.



SIRA SİZDE

Fosfat içeren bir gübreden 1 g tartılarak saf su ile 250 mL'lik numune çözeltisi hazırlanıyor. Bu çözeltiden alınan 10 mL'lik kısım 100 mL'ye seyreltiliyor. Son çözeltinin ölçülen absorbanı değerine karşılık gelen derişiminin kalibrasyon grafiğinde 20 ppm olduğu gözleniyor.

Buna göre gübredeki fosforun kütlece yüzdesini hesaplayınız.



SIRA SİZDE

1 gram gübre numunesi tartılarak 250 mL çözelti hazırlanıyor. Bu çözülden alınan 20 mL'lik kısım saf su ile 100 mL'ye seyreltikten sonra absorban değeri ölçülüyor ve çizilen grafik yardımıyla derişiminin 50 ppm olduđu görölüyor.

Buna göre numunedeki fosforun kütlece yüzdesini hesaplayınız.

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Fosfor analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

Numune Çözeltisi

Analiz için hazırlanan gübre numunesinden 1 g tartılarak 500 mL'lik balon jofeye aktarılır. Üzerine 1/1'lik 50 mL HCl çözeltisi ve 150 mL mL saf su eklenerek 25-30 dakika çalkalanır. Oluşan çözelti süzgeç kâğıdından süzülerek 500 mL'lik behere aktarılır. Süzgeç kâğıdı saf su ile birkaç kez yıkandıktan sonra behere 25 mL derişik nitrik asit eklenip ısıtıcıda 15-20 dakika kaynatılır. Oda sıcaklığına kadar soğutulduktan sonra tekrar süzgeç kâğıdından 250 mL'lik balon jofeye süzülerek hacmi saf su ile 250 mL'ye tamamlanır.

Stok ve Standart Çözeltiler

Burada vanado molibdo fosforik asidi kolorimetrik yöntemi ile gübrede fosfat analizi yapılacaktır. Buna yönelik olarak standart çözeltilerin hazırlanması aşağıda açıklanmıştır.

Potasyum Primer Fosfat (KH_2PO_4)

Etüvde kurutulmuş KH_2PO_4 katisından 0,4393 g tartılarak 1 L'lik balon jofeye aktarılır. 250 mL saf su eklenerek katı çözüldükten sonra hacmi saf su ile bir litreye tamamlanır. Hazırlanan çözültinin fosfor derişimi 100 ppm'dir.



Amonyum Molibdo Vanadat Çözeltisi

a) $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi: 40 g amonyum molibdat, 50 °C'deki 400 mL saf suda çözülür.

b) NH_4VO_3 çözeltisi: 1 g amonyum vanadat, 300 mL saf suda çözülür. 200 mL derişik HNO_3 ilave edilir.

Yukarda hazırlanan $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ve NH_4VO_3 çözeltileri karıştırılarak hacmi saf su ile bir litreye tamamlanır.

Kör Çözelti

Yukarıda hazırlanan amonyum molibdo vanadat çözeltisinden 1 mL alınır. Üzerine 2 damla fenolftalein indikatörü ve 2 damla 1/1'lik HCl çözeltisi eklenir. 100 mL'lik balon jodede hacmi saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Grafik Çizimi İçin Bir Dizi Standart Fosfat Çözeltisi Hazırlanması

Grafik çizimi için Tablo 4.1'e göre stok fosfat çözeltisinden, derişimleri bilinen bir dizi fosfat çözeltisi hazırlanır. Her basamakta hazırlanan çözeltiye 2 damla fenolftalein ve 2 damla 1/1'lik HCl çözeltisi eklenerek saf su ile 100 mL'ye seyreltilir. Bu çözelti dizisi tahmini numune derişimine göre hazırlanır. Numunedeki tahmini fosfat derişimi daha derişik ise çözeltiler de daha derişik, fosfat derişimi daha seyreltik ise çözeltiler de daha seyreltik hazırlanır. Her bir standart çözeltinin absorbens ölçümü yapıp tabloda ilgili yere yazılır.

Tablo 4.1: Bir Dizi Standart Fosfat Çözeltisi Kullanılarak Elde Edilen Absorbans Değerleri

KH_2PO_4 (mL)	ppm	AMONYUM MOLİBDO Vanadat (mL)	ABSORBANS
2	2	1	
4	4	1	
6	6	1	
8	8	1	
10	10	1	
12	12	1	

Spektrofotometre cihazı çalıştırılır. Cihazın ısınması için 10-15 dakika beklenir. Ayar düğmesinden dalga boyu 430 nm'ye ayarlanır. Numune küvetine önce kör çözelti, diğer bölümlere derişimi bilinen fosfat çözeltileri yerleştirilir. Kör çözeltinin absorbensı sıfıra (geçirgenliği %100'e) ayarlanır daha sonra çözeltilerin absorbensları sırası ile okunur. Okunan değerler, Tablo 4.1'deki gibi hazırlanmış bir tabloya kaydedilir.



5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Ticari Gübrede Fosfor Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gübre numunesinde bulunan fosfor yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, çeşitli hacimlerde balon jojeler, cam huni, baget, erlen, beher, piset, mezür, pipet, puar, cetvel, kalem, analitik terazi, spatül.

Kimyasal Maddeler: Potasyum içeren ticari gübre, standart KH_2PO_4 çözeltisi, amonyum molibdo vanadat çözeltisi, kör çözelti, derişik HNO_3 çözeltisi, 1/1'lik HCl çözeltisi, saf su.

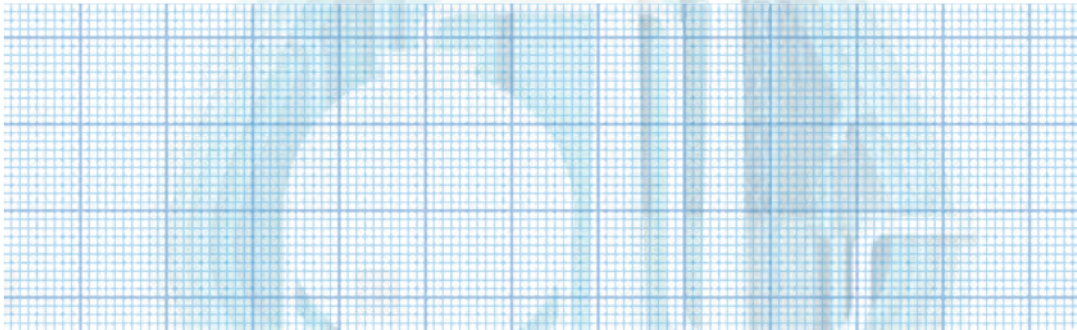
İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Spektrofotometreyi çalıştırarak fosfor analizi için 430 nm dalga boyuna ayarlayınız.
3. Kör çözelti ile sıfır ayarı yapıldıktan sonra derişimi bilinen standart fosfat çözeltilerinin cihazda absorbanslarını okuyup kaydediniz.
4. Hazırlanan numunenin cihazda absorbansını okuyup kaydediniz.
5. Bulunan absorbans değerinin grafikteki yerine karşılık gelen fosfor derişimini belirleyiniz.
6. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analize ait kalibrasyon eğrisini çiziniz.



2. Numunenizdeki fosforun kütlece yüzdesini bulunuz.

1. soru 40, 2. soru 60 puan üzerinden değerlendirilecektir

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Gübreler ile ilgili

- I. Bitkilerin gelişimi için gerekli olan mineralleri içerir.
- II. Organik ve kimyasal gübreler olarak sınıflandırılır.
- III. Bitkilerin büyümesi için her zaman gübreye ihtiyaç vardır.

yargılarından hangileri doğrudur?

- A) Yalnız II B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. Bitkilerin büyümesi sırasında azot elementinin kullanımı ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Bitkiler azotu karbonhidrat olarak depolar.
B) Atmosferdeki azotu doğrudan kullanırlar.
C) Azot miktarının fazla olması ile meyve oluşumu hızlanır.
D) Nitrat ve amonyum formlarını topraktan alırlar.
E) Azot eksikliğinde yaprak oluşumu artar.

3. Bir gübre örneğindeki potasyum yüzdesini tespit etmek amacıyla analitik terazi ile 1 g numune tartılarak 0,5 L çözeltisi hazırlanıyor. Bu çözeltinin alev fotometresi ile analizi sonucunda potasyum derişiminin 240 ppm olduğu tespit ediliyor. Buna göre numunedeki potasyumun kütlece %'si kaçtır?

- A) 6 B) 12
C) 18 D) 24
E) 48

4. Mehmet ve Ali endüstriyel nicel analiz dersi performans ödevi için iki farklı gübre çeşidi hazırlamışlardır. Mehmet organik gübre hazırlamayı tercih ederken Ali kimyasal gübre hazırlamaya karar vermiştir. **Buna göre Mehmet ve Ali'nin gübreleri hazırlarken kullandığı maddeler hangileri olabilir?**

	MEHMET	ALİ
A)	Yarasa dışkısı	Meyve kabuğu
B)	K_2SO_4 - $MgSO_4$	KNO_3 - P_2O_5
C)	NH_4NO_3	Kompost
D)	Kompost	Koyun dışkısı
E)	Yonca bitkisi	NH_4NO_3

5. Ticari gübrelere uygulanan nem analizi ile ilgili

- I. Analiz etüvde kurutma ve vakumda kurutma yöntemlerinden biriyle yapılır.
- II. Kurutma sıcaklığında bozunmayan gübreler için etüvde kurutma uygundur.
- III. Ticari bir gübrede nem oranı %5 ile %10 arasında olmalıdır.
- IV. Kurutmadan önceki ve sonraki kütleler arası fark, nem miktarını verir.
- V. Kurutma sıcaklığında bozulan ve uçan gübreler için vakumda kurutma uygundur.

ifadelerden hangisi yanlıştır?

- A) I B) II
C) III D) IV
E) V



B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Kimya teknisyeni olarak çalışan Arzu, ticari gübre üretimi yapan bir firmanın gönderdiği $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ gübresi üzerine sırasıyla etüvde nem analizi, serbest asitlik ve azot analizleri yapacaktır.

1. Sabit tartıma getirilmiş 17,256 gram kütleli petri kabının içine numuneden 2,004 gram tartım alan Arzu, 105 °C sıcaklıktaki etüvde numuneyi 2 saat kurumaya bırakıyor. Geçen zaman sonunda petri kabını etüvden çıkararak desikatörde soğutuyor. Sabit tartıma getirdiği içinde numune bulunan petri kabının kütesini 19,24 gram tartıyor.

Arzu, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ gübresindeki nem yüzdesini kaç bulmuştur?

2. Arzu, numuneden 10 g tartarak gübrenin 100 mL saf suda olabildiğince çözünmesini sağlıyor. Olası çökelekleri uzaklaştırmak için süzüyor. Süzüntüyü balon jöjeye aktararak 250 mL'ye saf su ile tamamlıyor. Elde ettiği çözeltiden 100 mL erlene alarak fenolftalein indikatörlüğünde su banyosunda ısıtıyor. Sıcak çözeltinin 0,102 M ayarlı NaOH ile titrasyonu sonucu sarfiyatı 2,2 mL okuyor.

Buna göre Arzu gübre numunesindeki serbest asitliği sülfürik asit (H_2SO_4) cinsinden % kaç bulmuştur? (H_2SO_4 : 98)

3. Kjeldahl yöntemi ile azot analizi yapmak için 3,408 gram numune tartan Arzu, amonyumlu gübreler için uygulanması gereken işlem basamaklarını uyguluyor. Geri toplama kabına ayarlı 0,998 M HCl çözeltisinden 100 mL ekliyor. HCl'in aşırısını fenolftalein yanında 1,022 M ayarlı NaOH ile titre ettikten sonra sarfiyatı 18 mL olarak okuyor.

Arzu, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ gübresindeki azot yüzdesini kaç bulmuştur? (N: 14)



5. ÖĞRENME BİRİMİ

SABUN ANALİZLERİ

KONULAR

5.1. SABUN

5.2. SABUNA YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Cilt sağlığına uygunluğu açısından sabunlara yapılan analizlerin önemi neler olabilir, tartışınız.



5.1. SABUN



Görsel 5.1: Sabun üretimi

a) El yapımı katı sabun üretimi

b) Endüstriyel sıvı sabun üretimi

Yağların sodyum hidroksit veya potasyum hidroksit ile hidrolizinden oluşan maddeye **sabun** denir. Sabunun ne şekilde keşfedildiği ve tarihsel gelişimi tam olarak bilinmese de 5000 yıl önce yaşayan medeniyetlerden kalan tabletlerde sabun benzeri maddelerin üretilme biçimleri hakkında bilgiler mevcuttur. En eski kaynaklar **Antik Babil'e** MÖ 2800 yıllarına kadar uzanmaktadır. Babil kil tabletlerinin üzerinde; bitkisel ve hayvansal yağ içerikli çeşitli maddelerin odun külü ile karıştırılarak sabun benzeri maddelerin elde edildiği anlatılmaktadır.

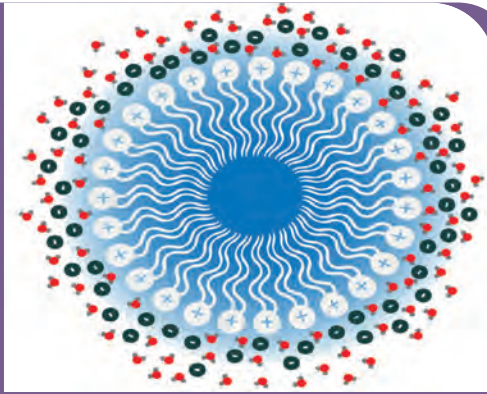
Günümüzde teknolojinin gelişimine paralel olarak üretim yöntemleri değişmiş ve gelişmiştir [Görsel 5.1 a)b)]. Uzun zincirli yağ asitlerinin alkali metal tuzları olan sabunlar, su ile kir arasındaki yüzey gerilimini düşüren yüzey aktif maddedir. Günümüzde çeşitli özelliklerde sabunlar üretilmektedir. Yağ asitlerinin sodyum tuzuna **katı sabun**, potasyum tuzuna **arap sabunu** denir. Sıvı el sabunları **sentetik yüzey aktif maddelerle** hazırlanır. Sabun oluşum (saponifikasyon) tepkimesi aşağıdaki gibidir.



Sabun molekülünün su seven (hidrofil) ve su sevmeyen (hidrofob) iki kısmı vardır. Hidrofob kısmı kire tutunurken hidrofil kısmı su ile etkileşime girer. Bu sayede kir partiküllerini yüzeyden koparıp, etrafını sarak miseller oluşturur ve temizleme işlemini gerçekleştirir (Görsel 5.2).

Sabuna alternatif olarak üretilmiş temizleyicilerin (deterjanlar) kullanımı, yirminci yüzyılın ortalarında yaygınlaşmıştır ve her türlü temizlikte kullanılmaktadır.

Sabun; günümüzde vücut temizliği, kozmetik ve ilaç sanayi, plastik ve sentetik kauçuk imalatı, boya endüstrisi, su geçirmez kumaş üretimi gibi birçok alanda kullanılmaktadır.



Görsel 5.2: Sabunun temizleme etkisi

Sabunlar; **fiziksel hâllerine** (katı ve sıvı) ve **kullanım amaçlarına göre** (el ve vücut sabunları, kozmetik amaçlı sabunlar, tıbbi amaçlı sabunlar, dezenfektan amaçlı sabunlar vb.) sınıflandırılmaktadır.



1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Katı Sabun Eldesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sabunlaşma tepkimesi sonucu katı sabun elde etmek.

Araç Gereç: Hassas terazi, spatül, baget, mezür, 500 mL'lik beher, su banyosu, kalıp.

Kimyasal Maddeler: Sıvı yağ, %10'luk NaOH çözeltisi, katı NaCl, %95'lik etil alkol, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Sabun yapımında kullanmak istediğiniz sıvı yağdan 10 mL ölçerek bir behere alınız.
3. Üzerine 50 mL etanol ve 50 mL NaOH çözeltisi ilave ediniz.
4. Karışımı 90 °C sıcaklıktaki su banyosunda baget kullanarak yaklaşık 1 saat aralıksız karıştırarak ısıtınız.
5. Ayrı bir beherde oda sıcaklığındaki 500 mL saf su ve 10 gram NaCl katısını karıştırarak tuzlu su çözeltisi hazırlayınız.
6. Katılaştıran sabun karışımını tuzlu suyun içine dökünüz ve birkaç kez daha karıştırınız.
7. Tuzlu su çözeltisindeki sabunu, baget yardımıyla alarak kalıp içine yerleştiriniz (İsteğe bağlı olarak bu işlem basamağında birkaç damla esans eklenebilir.).
8. Kalıptaki sabunu kurumaya bırakınız.
9. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Üçüncü işlem basamağında gerçekleşen sabunlaşma tepkimesini yazınız.
2. Farklı türde baz çözeltilerinin kullanımı, oluşan ürünün hangi özelliklerini değiştirir? Açıklayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

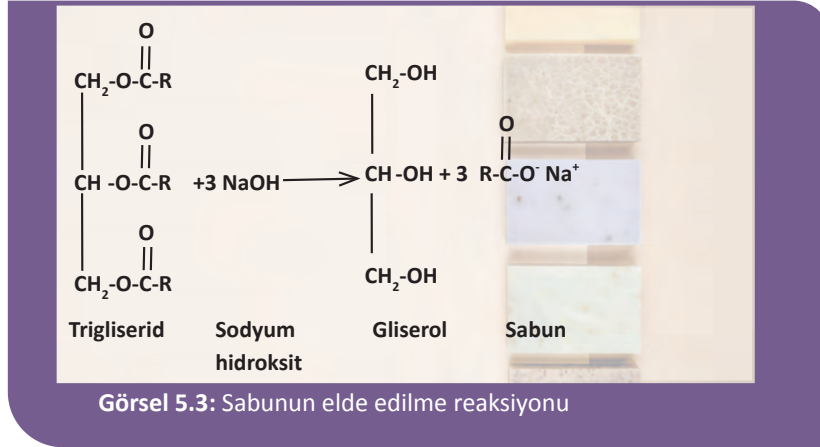


5.2. SABUNA YAPILAN ANALİZLER

Sabunlarda kalite standartlarına uygunluğu belirlemek ve üretime yön vermek amacıyla toplam serbest alkali tayini, etanolde çözünmeyen ve çözünen madde tayini, nem ve uçucu madde tayini, toplam yağ asidi tayini, klorür tayini gibi analizler yapılır.

5.2.1. Toplam Serbest Alkali Analizi

Yağ asitlerinin tuzları olan sabunlar bazik özellik gösterir.



Görsel 5.3'teki sabunlaşma tepkimesine katılmadan artan alkali metal hidroksitler ve ortamdaki karbonat, silikat gibi iyonlar bazik (alkali) özellik taşır. Tüm bunlar sabunun pH'sının yükselmesine neden olur. Bu şekilde üretilen sabunlarda pH 8,5 ila 9 aralığında bulunur ancak sabunun hazırlanması sırasında kostiğin (NaOH veya KOH) aşırı kullanılması pH'ın daha yüksek değerlere çıkması demektir. Sabunun pH'ının fazla yüksek olması, ciltte kuruluğa ve tahrişe neden olabilir. Sabunun kalitesi açısından alkalilik miktarı önemli bir değerdir.

Sabunun alkalilik değeri, NaOH yüzdesi veya KOH yüzdesi olarak verilir. Analizde bir miktar rendelenmiş sabunun üzerine derişimi kesin olarak bilinen bir mineral asidi (HCl, H₂SO₄ vb.) çözeltisinden yeterli hacimde eklenip çözülür. Eklenen asit çözeltisinin hacmi not edilir. Asit sabunu yağ asidi ve alkali metal tuzu oluşturacak şekilde ayrıştıracağından bu karışım köpürmez. Reaksiyonda oluşan yağ asitleri büyük hidrofob gruplar içerdiklerinden suda çözünmez ayrıca suda çözünmeyen başka organik maddeler de ortamda bulunabilir. Reaksiyonun tamamlanması için karışım bir saat kadar kaynatılmadan 70 °C-80 °C sıcaklıkta ısıtılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra karışım olduğu gibi ayırma hunisine alınıp sıvı hacmi kadar organik çözücüyle ekstrakte edilir. Organik çözücü olarak benzen, sikloheksan, karbon tetra klorür veya petrol eteri gibi bir madde kullanılabilir. Ekstraksiyon sonrası, karışımın su fazı bir erlene alınır. Bu karışımda sabun içindeki bazik maddeleri nötralleştiren ve sabun moleküllerini parçalayan asidin fazlası bulunmaktadır. Erlene 1-2 damla indikatör eklenip NaOH veya Ba(OH)₂ gibi bir bazın ayarlı çözeltisi ile titre edilir.

Titrasyonda harcanan baz miktarı, sabun ile reaksiyona girmeyen asit miktarı ile eşdeğerdir. Bu değer eklenen toplam asidin mol sayısından çıkarılırsa sabundaki toplam alkaliliği nötralleştirmek için harcanan asit miktarı bulunur. Buna eşdeğer olan NaOH veya KOH'in mol sayısı da sabundaki toplam alkalilik olarak hesaplanır. Bu değer kütleyle çevrilip analiz edilen sabunun kütesine oranlanarak alkalilik NaOH veya KOH yüzdesi olarak bulunur.



ÖRNEK

Toplam serbest alkali analizi yapmak için 0,25 g sabun numunesine 3 mL 1 M ayarlı HCl çözeltisi eklenip karıştırılıyor. Çözünmenin kolay olması için 25 mL kadar saf su ilave edilip 70 °C sıcaklıkta 1 saat ısıtılıyor. Karışım, ayırma hunisine aktarılarak 25-30 mL kadar CCl_4 ile ortamdaki organik maddeler ekstrakte ediliyor. Karışımın su fazı, bir erlene alınıp fenolftalein indikatörlüğünde 0,1 M 17 mL ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor.

Sabundaki alkali miktarı kütlece %NaOH ve %KOH olarak kaçtır? (NaOH: 40, KOH: 56)



ÇÖZÜM

Sabun üzerine ilave edilen toplam HCl'in mol sayısı

$$n = M \cdot V = 1 \text{ M} \cdot 3 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 3 \cdot 10^{-3} \text{ moldür.}$$

Titasyonda harcanan NaOH'in mol sayısı

$$n = M_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} = 0,1 \text{ M} \cdot 17 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 1,7 \cdot 10^{-3} \text{ olarak bulunur.}$$

HCl ve NaOH bileşikleri 1 değerli olduğu için tepkimenin stokiyometrisi 1:1 dir. Bu durumda sabun ile reaksiyona girmeyen HCl'in mol sayısı da $1,7 \cdot 10^{-3}$ mol olur.

Sabun ile tepkimede harcanan HCl'in mol sayısı $3 \cdot 10^{-3} - 1,7 \cdot 10^{-3} = 1,3 \cdot 10^{-3}$ moldür.

Bu durumda sabundaki alkali miktarı NaOH cinsinden aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$m \text{ (g) NaOH} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol NaOH} \cdot 40 \text{ g/mol NaOH} = 0,052 \text{ g NaOH}$$

$$\% \text{ NaOH} = \frac{0,052 \text{ g NaOH}}{0,25 \text{ g numune}} \cdot 100 = \% 20,8 \text{ NaOH bulunur.}$$

Alkalilik KOH cinsinden aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$m \text{ (g) KOH} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol KOH} \cdot 56 \text{ g/mol KOH} = 0,0728 \text{ g KOH}$$

$$\% \text{ KOH} = \frac{0,0728 \text{ g KOH}}{0,25 \text{ g numune}} \cdot 100 = \% 29,12 \text{ KOH bulunur.}$$



SIRA SİZDE

0,3 g rendelenmiş sabun numunesine 1,2 M 4 mL ayarlı HCl çözeltisi ilave ediliyor. Su banyosunda bekletme ve organik çözücü ile ekstraksiyon sonunda elde edilen sulu çözelti fenolftalein indikatörlüğünde 0,12 M ayarlı NaOH çözeltisinin 24 mL'si ile titre ediliyor.

Sabun numunesinin toplam serbest alkali miktarını kütlece %NaOH olarak hesaplayınız. (NaOH: 40)



2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Sabunda Toplam Serbest Alkali Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sabun numunesindeki serbest alkali miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Hassas terazi, spatül, baget, rende, beher, erlen, büret, spor düzeneği, tahta maşa, su banyosu, ayırma hunisi, huni halkası.

Kimyasal Maddeler: Katı sabun numunesi (rendelenmiş), organik çözücü (CCl_4 , sikloheksan vb.), ayarlı 1 M HCl çözeltisi, ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi, fenolftalein, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Rendelenmiş sabun numunesinden yaklaşık 0,2-0,3 g kadar tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
3. Numuneyi bir behere alarak üzerine birkaç mL HCl çözeltisi ekleyiniz. Baget yardımıyla karıştırınız. Eklediğiniz HCl çözeltisinin hacmini kaydediniz (V_1).
4. Behere 20 mL kadar saf su ekleyip su banyosunda $70\text{ }^\circ\text{C}$ - $80\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıkta 1 saat ısıtınız.
5. Karışımı bir ayırma hunisine aktarıp oda sıcaklığına soğuduktan sonra üzerine kendi hacmi kadar organik çözücü ekleyiniz.
6. Ayırma hunisinin kapağını kapatıp çalkalayarak organik maddeyi organik çözücü içine ekstrakte ediniz. Arada musluğu hafifçe açarak oluşan buharı uzaklaştırınız.
7. Fazlar ayrıldıktan sonra su fazını bir erlene alıp üzerine 2 damla fenolftalein ilave ediniz.
8. Bürete ayarlı NaOH çözeltisi koyup erlendeki çözeltiyi kalıcı pembe renk oluşuncaya kadar titre ediniz. Büretten okuduğunuz sarfiyatı kaydediniz (V_2).
9. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Sabun numunesinin toplam serbest alkali yüzdesini NaOH cinsinden hesaplayınız.
2. Sabun numunesinin toplam serbest alkali yüzdesini KOH cinsinden hesaplayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



5.2.2. Etil Alkolde Çözünmeyen Madde Analizi

Sabun üretiminde, sabunlara farklı özellikler kazandırmak için talk, kaolin, dekstrin, protein gibi anorganik ve organik katkı maddeleri kullanılır. Sabunları renklendirmek için boya pigmentleri de tercih edilir (Görsel 5.4). Bunların dışında klorür, karbonat, borat, perborat, sülfat gibi anyonların tuzları da bulunabilir. Bu dolgu maddelerinin miktarı insan sağlığı açısından standartlarda belirtilen üst değerleri aşmamalıdır. Etanolde çözünen kısım sabunlaşma ürünü olan yağ asidi tuzlarıdır. Bu analiz, sabuna eklenen katkı ve dolgu maddeleri açısından fikir edinmemizi sağlarken sabunun kalite standartlarına uygunluğunu da belirler.



Görsel 5.4: Farklı renlerde katı sabunlar

Numunedeki sabunlaşmış moleküller, etil alkol ile ekstrakte edildikten sonra kuru kütlesi bilinen bir süzgeç kâğıdından süzülerek ayrılır. Etil alkolde çözünmeyen kalıntı miktarını gravimetrik yöntem ile belirlemek için sabun, 150 °C sıcaklığa ayarlanmış etüvde kurutulur ve hesaplamalar yapılır. Bu analizde bulunacak maddelerin büyük kısmı yüksek sıcaklıklarda ya tamamen yanar ya da bozunarak başka ürünlere dönüşür bu nedenle kül fırınında yakma işlemi yapılmaz ancak bu durumda kullanılacak süzgeç kâğıdı da uzaklaştırılmayacağı için son tartımda kütleye o da dâhil olur bu nedenle süzgeç kâğıdının kuru kütlesinin de bilinmesi gerekir. Kurutulmuş süzgeç kâğıdı, yapısındaki suyu kaybettiği için daha kırılgan olacağından huniye yerleştirirken kırılmamasına dikkat etmek gerekir. Kırılmayı önlemenin ve huniye rahat yerleştirmenin en kolay yolu, tartılmış olan süzgeç kâğıdını etil alkolle hafifçe ıslatmaktır.

Gravimetrik analiz verileri sonucunda aşağıdaki bağıntı kullanılarak sabundaki etil alkolde çözünmeyen madde miktarı hesaplanır.

$$\% \text{etanolda çözünmeyen madde} = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

m_1 : Tartılan sabun numunesinin kütlesi

m_2 : Kurutulmuş süzgeç kâğıdının kütlesi

m_3 : Etanolde çözünmeyen maddeler + Kurutulmuş süzgeç kâğıdının kütlesi



Sabunlarda etanolde çözünmeyen madde analizinde ekstraksiyon işlemi "Soxhlet cihazı" adı verilen özel bir ekstraksiyon düzeneği ile de yapılabilmektedir.



ÖRNEK

Etil alkolde çözünmeyen madde miktarının analizini yapmak için 2,1 gram rendelenmiş sabun numunesi tartılarak 100 mL etil alkol içine ekleniyor. Sabunlaşması gerçekleşmiş moleküllerin tam çözünmesi için karışım, su banyosunda ısıtılıyor. Çözünme sonrası karışım sıcakken sabit tartıma getirilerek 0,6 gram kütleli süzgeç kâğıdından süzülüyor. Etüvde gerçekleşen kurutma işlemi sonrası kütle 0,642 gram olarak tartılıyor.

Analiz sonunda etil alkolde çözünmeyen madde yüzdesini hesaplayınız.



ÇÖZÜM

Analizde gerçekleşen tartım sonuçları

Tartılan sabun kütlesi (m_1)= 2,1 gram

Süzgeç kâğıdı kütlesi (m_2)= 0,6 gram

Etanolde çözünmeyen maddeler + süzgeç kâğıdının kütlesi (m_3)= 0,642 gram şeklindedir.

$$\% \text{etanolda çözünmeyen madde} = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısında verilen değerler yerine konursa

$$\% \text{etanolda çözünmeyen madde} = \frac{0,642 - 0,6}{2,1} \cdot 100 = \%2 \text{ olarak bulunur.}$$



SIRA SİZDE

1,48 g sabun numunesi için etanolde çözünmeyen madde miktarı analizi yapılmak isteniyor. Etil alkolle ekstraksiyon sonrası kalan katı madde 0,32 g kuru kütleli süzgeç kâğıdı ile süzülüp etüvde kurutuluyor.

Kurutma sonrası süzgeç kâğıdı ve katı madde kütlesi 0,4 gram olduğuna göre etanolde çözünmeyen madde yüzdesini hesaplayınız.



3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Sabunda Etil Alkolde Çözünmeyen Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sabun numunesinde bulunan organik ve anorganik dolgu maddelerinin miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Hassas terazi, spatül, baget, beher, erlen, huni, spor düzeneği, huni halkası, saat camı, süzgeç kâğıdı, tahta maşa, su banyosu, etüv, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Rendelenmiş sabun numunesi, %95'lik etil alkol, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Rendelenmiş sabun numunesinden 5 gram tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
3. Numuneyi bir erlene aktararak üzerine 100 mL %95'lik etil alkol ekleyip karıştırınız.
4. Erlen 70°C sıcaklıktaki su banyosuna alarak sabun çözününceye kadar ısıtınız.
5. Süzme işlemi yapacağınız süzgeç kâğıdını 150°C sıcaklıkta etüvde kurutunuz. Kurutulmuş süzgeç kâğıdını tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_2).
6. Kurutulmuş süzgeç kâğıdını huniye yerleştirmek için katlamakta zorlanıyorsanız etil alkol ile hafifçe ıslatınız. Huniye yerleştirdikten sonra cama iyice yapışması için bir miktar etil alkol ile tamamen ıslanmasını sağlayınız. Sıcak karışımı süzünüz.
7. Süzgeç kâğıdı üzerindeki kalıntıyı birkaç defa etil alkol ile yıkayınız.
8. Süzgeç kâğıdını katlamadan saat camına alarak 150 °C sıcaklıktaki etüvde 2-3 saat kurutunuz.
9. Saat camını etüvden çıkarıp desikatörde soğuttuktan sonra süzgeç kâğıdını üzerindeki katı maddeyle birlikte tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
10. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Hesaplamaları yaparak etil alkolde çözünmeyen madde %'sini bulunuz.
2. 7. işlem basamağında kalıntıyı etil alkol ile yıkama nedenini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



5.2.3. Nem (Rutubet) ve Uçucu Madde Analizi

Sabunun içinde nem ile birlikte belirli miktarda kolay kuruyan yağlar ve gliserin gibi uçucu maddeler bulunmalıdır. Sabunun kalite standartlarına uygunluğunun ve içeriğinde kullanılan maddelerin miktarlarının belirlenebilmesi amacıyla nem ve uçucu madde analizi yapılır. Hem üretim sırasında hem de üretim sonrasında yapılan standart analizlerden biridir.

Sabunda nem ve uçucu madde analizi gravimetrik yöntem kullanılarak yapılır. Belirli miktarda sabun numunesi alınarak etüvde sabit tartıma gelinceye kadar kurutulur, kütledeki azalmadan yararlanarak toplam nem ve uçucu madde miktarıyla birlikte yüzdesi de belirlenir.

Analiz için rendelenmiş sabun numunesinden yaklaşık 5 gram tartılır. Petri kabına alınan numune 150 °C sıcaklıktaki etüvde 1-2 saat kadar kurutulur, desikatörde soğutulur tartılır.

Gravimetrik analiz verilerine göre aşağıdaki bağıntılar kullanılarak sabundaki nem ve uçucu madde yüzdesi hesaplanır.

$$\% \text{nem ve uçucu madde} = \frac{(m_1 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

m_1 : Tartılan sabun numunesinin kütlesi

m_2 : Kurutulmuş sabun kütlesi

Bu durumda ($m_1 - m_2$) değeri sabunda bulunan nem ve uçucu madde miktarını verir.

ÖRNEK

Nem ve uçucu madde analizi yapmak için sabun numunesinden 4,875 gram tartılarak 16,247 g olan petri kabına alınıyor. Etüvde kurutulduktan sonra sabit tartıma getirilerek desikatörde soğutuluyor. Kuruyan numune petri kabı ile tartılıyor.

Tartım sonucu 19,978 g olduğuna göre numunedeki nem yüzdesini bulunuz.



ÇÖZÜM

$$\% \text{nem ve uçucu madde} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

bağıntısı kullanılarak nem yüzdesi hesaplanır. Tartım verileri

m_{petri} : 16,247 g, m_{numune} : 4,875 g, $m_{\text{petri+kuru numune}}$: 19,978 g şeklindedir. Bu veriler kullanılarak önce kuru numune miktarı sonra da nem ve uçucu madde miktarı bulunur.

$$m_{\text{kuru numune}} = m_{\text{petri+kuru numune}} - m_{\text{petri}} = 19,978 - 16,247 = 3,731 \text{ gram}$$

$$m_{\text{nem}} = m_{\text{numune}} - m_{\text{kuru numune}} = 4,875 - 3,731 = 1,144 \text{ gram}$$

veriler bağıntıda kullanıldığında

$$\% \text{nem ve uçucu madde} = \frac{1,144}{4,875} \cdot 100 = \% 23,47 \text{ bulunur.}$$





SIRA SİZDE

Nem ve uçucu madde analizi yapılmak üzere 5,18 gram sabun numunesi alınıyor ve kurutma işleminden sonra tartımlar yapıldığında katı kütlesinde 1,71 gram azalma olduğu görülüyor. Buna göre sabun numunesindeki nem ve uçucu madde miktarı % kaçtır?

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Sabunda Nem ve Uçucu Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sabun numunesinde bulunan nem ve uçucu madde miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Hassas terazi, spatül, baget, petri kabı, rende, tahta maşa, etüv, desikatör.

Kimyasal Maddeler: Sabun numunesi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Analizde kullanacağınız petri kabını sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz (m_{petri}).
3. Petri kabına yaklaşık 5 gram rendelenmiş sabun numunesi tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
4. Petri kabındaki numuneyi 150 °C sıcaklıktaki etüvde kurutunuz.
5. Petri kabını etüvden alarak desikatörde soğutup numuneyi baget ile toz hâline getiriniz.
6. Petri kabını tekrar etüve alarak sabit tartıma gelinceye kadar tutunuz.
7. Tartım sonucunu kaydediniz ($m_{\text{petri} + \text{kuru numune}}$).
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Hesaplamaları yaparak nem ve uçucu madde %'sini bulunuz.
2. Beşinci işlem basamağında gerçekleştirilen toz hâline getirme işleminin analiz açısından önemini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Sabun ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Tüm sabun türleri oda koşullarında katı hâldedir.
- B) Yapılarındaki hidrofil kısım, suyu sevmeyen kısımdır.
- C) Doğal sabunların pH değeri 5 civarındır.
- D) İçeriğinde her zaman anorganik katkı maddeleri bulunur.
- E) Uzun zincirli yağ asitlerinin alkali metal tuzlarıdır.

2. I. Sabunun kalite standartlarına uygunluğunu belirlemek için yapılır.
II. Üretim aşamasında ve elde edilen ürüne yapılan bir analizdir.
III. Etüvde kütle azalması ölçülerek yapılır.

Sabunlarda nem ve uçucu madde analizi ile ilgili yukarıdaki ifadelerden hangileri doğrudur?

- A) Yalnız I
- B) I ve II
- C) I ve III
- D) II ve III
- E) I, II ve III

3. Sabunlarda etanolde çözünmeyen madde analizi ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Analiz titrimetrik yöntem ile yapılır.
- B) Sadece boya pigmentlerinin yüzdesi hesaplanır.
- C) Analiz, numunenin kül fırınında yakılmasıyla yapılır.
- D) Sabunlaşmış moleküller etil alkol ile ekstrakte edilir.
- E) Absorbans ölçümleri sonucu kalibrasyon grafiği çizilir.

4. Sabunlarda alkali analizi ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Analiz gravimetrik yöntem ile yapılır.
- B) Sadece sabunlaşmaya katılmamış alkali miktarı tespit edilir.
- C) Numune saf suda çözülüp titrasyon yapılır.
- D) Serbest alkali miktarı, NaOH ve KOH yüzdesi olarak ifade edilir.
- E) Analiz sırasında numune buz banyosunda bekletilir.

5. 0,25 g sabun numunesi, 1 M 4 mL ayarlı HCl çözeltisi ile su banyosunda çözülüyor. Tepkimede oluşan organik maddeler sikloheksan ile ekstrakte edildikten sonra su fazında kalan çözeltiye fenoltalein damlatılarak 0,1 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor.

Titrasyonda 20 mL NaOH harcadığına göre numunedeki toplam alkali miktarı NaOH cinsinden % kaçtır? (NaOH: 40)

- A) 20
- B) 28
- C) 32
- D) 35
- E) 38

6. Sabunlar ile ilgili bazı tanımlar verilmiştir.

- I. Yağ asitlerinin sodyum tuzudur.
- II. Sabunun kiri sararak oluşturduğu yapıdır.
- III. Sabunlarda suyu sevmeyen kısımdır.
- IV. Yağ asitlerinin potasyum tuzudur.

Tanımlamalarla seçeneklerdeki kavramlar eşleştirildiğinde hangisi dışarda kalır?

- A) Arap sabunu
- B) Hidrofil
- C) Hidrofob
- D) Katı sabun
- E) Misel



B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Teknisyen Aydın, analiz için laboratuvara gelen katı sabun numunesinin kalite standartlarına uygunluğunu belirlemek istiyor. Toplam serbest alkali, etanolde çözünmeyen madde ve nem analizi yapmak için sabunu rendeliyor.

1. Serbest alkali analizi için hassas terazide 0,42 g numune tartan teknisyen Aydın, numuneye 5 mL 0,99 M ayarlı HCl ekleyerek sıcak su banyosunda ısıtıyor. Tepkime tamamlandıktan sonra çözelti üzerine siklohekzan ilave ederek ekstrakte ediyor. Sulu çözeltiyi ayırıyor ve birkaç damla fenolftalein indikatörlüğünde 0,102 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediyor.

Sarfiyat 16 mL olduğuna göre serbest alkali yüzdesi NaOH cinsinden kaçtır? (NaOH: 40)

2. Etanolde çözünmeyen madde analizi için 4,24 gram numune tartıyor. Sabun moleküllerini etil alkol ile ekstrakte ettikten sonra sabit tartıma getirilmiş 0,618 gram kütleli süzgeç kâğıdından süzüyor. 150 °C sıcaklıktaki etüvde 2 saat kuruttuktan sonra desikatörde soğutuyor. İçinde madde bulunan süzgeç kâğıdının kütlesini 0,971 gram tartıyor.

Buna göre Aydın, sabunda etanolde çözünmeyen madde yüzdesini kaç bulmuştur?

3. Nem ve uçucu madde analizi için 4,1 gram numune tartarak 12,487 gram kütleli petri kabına aktarıyor. 150 °C sıcaklıktaki etüvde 2 saat kuruttuktan sonra desikatörde soğutuyor.

Son tartım 15,019 gram geldiğine göre Aydın, numunedeki nem ve uçucu madde yüzdesini kaç bulmuştur?



6. ÖĞRENME BİRİMİ

DETERJAN ANALİZLERİ

KONULAR

6.1. DETERJANLAR

6.2. DETERJANLARA YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Deterjan kullanımının çevreye olumsuz etkilerini azaltmak için ne gibi önlemler alınabilir, tartışınız.



6.1. DETERJANLAR



Görsel 6.1: Çeşitli deterjan ambalajları



Görsel 6.2: Yüze aktif maddelerin hidrofil kısımları

Deterjan kelimesi Latince silmek, temizlemek anlamına gelen 'detergere' kelimesinden türetilmiştir. Sözlükte petrol türevlerinden elde edilen, temizleme özelliği olan katı, sıvı veya jel durumundaki kimyasal madde olarak tanımlanmaktadır.

Deterjanların temizleme etkisi sabunlarla aynıdır. Deterjanlar da sabunlar gibi hidrofil bir uç ve hidrofob kuyruktan oluşan yüze aktif maddeler içerir ve suyun yüze gerilimini düşürür.

Deterjan denince akla çamaşır ve bulaşık yıkamak için kullanılan temizlik kimyasalları gelse de günümüzde yaygın olarak kullanılan sıvı sabun, şampuan, duş jeli gibi cilt temizliğinde kullanılan temizlik kimyasalları da teknik olarak deterjan sınıfındadır (Görsel 6.1).

Kullanım amacına göre deterjanların içerdiği yüze aktif maddeler ve katkı maddeleri değişmektedir. Deterjanlarda yüze aktif maddeler (hidrofil kısımlarının yapısına göre); anyonik, katyonik, nötral (noniyonik) veya amfoterik olabilir (Görsel 6.2).

Anyonik yüze aktif maddeler; çamaşır-bulaşık deterjanları, şampuanlar ve sıvı sabunlarda kullanılır. Esasen sabun olarak bilinen yağ asitlerinin sodyum veya potasyum tuzları da anyonik yüze aktif maddedir. Anyonik yüze aktif madde olarak alkil sülfat ve alkil aril sülfonat gibi petrol türevi maddeler kullanılır.

Katyonik yüze aktif maddeler uzun alkil zincirine bağlı bir amin ($-NH_2$) grubu içeren organik bazların protonlanması ile oluşur. Bu tip yüze aktif maddeler yumuşatıcılarda ve dezenfektanlarda kullanılmaktadır.

Noniyonik yüze aktif maddeler, uzun zincirli alkol veya eter gibi moleküllerdir ve düşük konsantrasyonlarda bile etkilidir. Asidik veya bazik ortamlardan etkilenmeyen bu maddeler, bu özellikleri nedeniyle tüm endüstriyel alanlarda yaygın olarak tercih edilir.

Amfoterik yüze aktif maddeler üzerinde hem eksi (-) yüklü karboksilat, sülfat, sülfonat gibi bir grup hem de artı (+) yüklü amonyum grubu bulunduran bileşiklerdir. Ortam pH'ına göre anyonik, katyonik veya nötral davranabilir. Özellikle göz yakmayan şampuanlarda ve deri koruyucu temizleyicilerde kullanılmaktadır.

Deterjanların ana maddeleri olan yüze aktif maddelerin yapıları sabunlara benzer. Sülfat, sülfonat, amonyum veya alkol ($-OH$) gibi polar kısımları hidrofil, uzun zincirli hidrokarbon kısımları hidrofob özellik gösterir. Temizleme mekanizmaları sabunla aynıdır.



Deterjan ve sabunun bazı farkları Tablo 6.1'de verilmiştir.


Tablo 6.1: Deterjan ve Sabun Arasındaki Farklar

	SABUNLAR	DETERJANLAR
1	Bitkisel ve hayvansal yağlardan üretilir.	Petrol ürünlerinden üretilir.
2	Çoğunlukla vücut temizliğinde kullanılır.	Birçok kullanım alanı vardır.
3	İnsan sağlığına etkileri oldukça sınırlıdır.	Alerjiye sebep olabilir.
4	Su ve çevre kirliliğine etkileri sınırlıdır.	Su ve çevre kirliliğine sebep olabilir.
5	Sert sularda temizleme özellikleri sınırlıdır.	Tüm sularda temizleme etkileri aynıdır.
6	+2 yüklü iyonlarla çökelek oluşturur.	Sudaki minerallerle çökmez.
7	Üretimi oldukça pratiktir.	Üretimi için endüstriyel tesise ihtiyaç vardır.

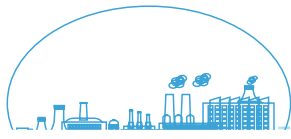
Deterjanlarda yüzey aktif maddelerin dışında fosfat, karbonat, sodyum alüminyum silikat, boraks, perborat gibi aktive ediciler de katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Katkı maddeleri; suyun sertliğini giderme, köpük artırma, renk koruma, korozyon önleme, kir uzaklaştırma gibi işlemlere sahiptir. Deterjanlara ağartıcı ve yumuşatıcı maddeler de eklenebilir.

Deterjanlarda kullanılan maddeler seçilirken dikkat edilmesi gereken en önemli nokta sağlık ve çevre üzerinde bıraktıkları etkidir. Bir maddenin çevreye verdiği zarar doğada ne kadar biriktiği ile doğru orantılıdır. Doğada birikerek zamanla miktarı artan maddeler (ekoloji üzerine olumsuz etkisi olduğu için) tercih edilmez. Kolay parçalanabilen maddeler doğada daha az birikir. Parçalanma, oksijenle yükseltgenerek veya bakteriler tarafından sindirilerek gerçekleşebilir. Bakteriler tarafından kolay sindirilebilen maddeler **biyobozunur** maddeler olarak sınıflandırılır ve çevre kirliliğine etkileri çok azdır.

Deterjanlarda kullanılan anyonik yüzey aktif maddelerden alkil sülfatlar ve lineer (doğrusal) alkil benzen sülfonatlar biyobozunur maddelerdir. Dallanmış alkil benzen sülfonatlar, biyobozunurluğu az olan maddelerdir ve kullanımları çevre kirliliğine neden olur ancak petrol endüstrisi gibi biyobozunumun öneminin az olduğu bazı alanlarda kullanılmaktadır.



Başlangıçta deterjan üretiminde biyolojik olarak bozunması zor olan dallanmış alkil benzen sülfonat bileşikleri, anyonik yüzey aktif madde olarak kullanılmaktaydı ancak zamanla toprak, deniz, göl ve nehirlerde meydana gelen kirlenmeden bu bileşiklerin sorumlu olduğu anlaşılınca 1960'lardan itibaren doğrusal alkollerden elde edilen ve biyobozunumu çok daha kolay olan lineer alkil benzen sülfonatlar tercih edilmeye başlandı.



6.2. DETERJANLARA YAPILAN ANALİZLER

Kullanılan yüzey aktif madde miktarları, deterjanın temizleme etkisi üzerinde büyük öneme sahiptir. Etkin temizleme için bu miktarın belli bir aralıkta olması gerekir. Hem yüzey aktif maddelerin hem de kullanılan katkı maddelerinin insan sağlığına ve çevreye olumsuz etkilerinin olmaması için miktarları ulusal ve uluslararası standartlar tarafından belirlenen değerler içinde olmalıdır bu nedenle üretilen deterjanlara

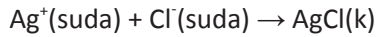
- Klorür analizi
 - Köpüklenme miktarı analizi
 - Suda çözünmeyen madde analizi
 - Fosfat ve silikat analizi
- gibi analizler yapılmaktadır.

6.2.1. Klorür Analizi

Bazı katyonik yüzey aktif maddelerin ve katyonik maddelerin bileşiklerinin yapısında anyon olarak bulunan klorür, bu maddelerin çözülmesi ile deterjan içinde de bulunur. Deterjanların kalite standartlarına uygun olup olmadığının belirlenmesi amacıyla üretim sırasında ve sonrasında klorür analizi yapılır.

Klorür analizi için en yaygın yöntem arjantometridir. Deterjan numunesinden hazırlanan çözelti süzöldükten sonra K_2CrO_4 indikatörlüğünde ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile titre edilerek içerdiği klorür miktarı belirlenebilir. Klorür miktarı, eşdeğeri olan NaCl yüzdesi olarak hesaplanır. Deterjan içinde fosfat gibi $AgNO_3$ ile çökelek verecek başka anyonlar da bulunabilir. Bunlar analizde pozitif hataya neden olur. $AgNO_3$ ile çökelek veren diğer anyonların titrasyondan önce uzaklaştırılması gerekir. Bunun için deterjan çözeltisi süzöldükten sonra üzerine yeterli miktarda %20'lik $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi eklenir. Çöktürülen anyonlar tekrar süzülür ve titrasyon bu süzüntü ile yapılır.

Titrasyonda gerçekleşen tepkime



şeklindedir. Tepkimede Ag^+ ile Cl^- arasında sitokiyometrik oran 1:1'dir. O hâlde titrasyonda harcanan $AgNO_3$ mol sayısı analiz edilen NaCl mol sayısına eşit olur. NaCl tuzunun formül kütlesi 58,5 g/mol'dür. Buradan titre edilen numunedeki NaCl miktarı hesaplanıp, numune kütlesine oranlanarak klorür yüzdesi belirlenir.

Analiz edilen deterjan numunesinin kütlesi m g, titrant olarak kullanılan $AgNO_3$ çözeltisinin derişimi M molar (mol $AgNO_3$ /L $AgNO_3$ çözeltisi), sarfiyatı V(mL ($V \cdot 10^{-3}$ L) olursa deterjanın klorür yüzdesi NaCl cinsinden aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\%NaCl = V \cdot 10^{-3} \text{ L } AgNO_3 \cdot \frac{M \text{ mol } AgNO_3}{1 \text{ L } AgNO_3} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{1 \text{ mol } AgNO_3} \cdot \frac{58,5 \text{ g NaCl}}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{100 \text{ g numune}}{m \text{ g numune}}$$



ÖRNEK

4,89 gram tartılan deterjan numunesinde klorür analizi yapmak için arjantometrik yöntem uygulanıyor. $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi ile çöktürme işleminden sonra elde edilen süzüntü, 0,09 M ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediliyor. Titrasyonda renk dönümü olduğu sırada büretten 12 mL sarfiyat okunuyor.

Deterjan numunesindeki klorür miktarını %NaCl cinsinden hesaplayınız. (NaCl: 58,5)



ÇÖZÜM

$$\%NaCl = V \cdot 10^{-3} \text{ L } AgNO_3 \cdot \frac{M \text{ mol } AgNO_3}{1 \text{ L } AgNO_3} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{1 \text{ mol } AgNO_3} \cdot \frac{58,5 \text{ g NaCl}}{1 \text{ mol NaCl}} \cdot \frac{100 \text{ g numune}}{m \text{ g numune}}$$

Yukarıdaki eşitlikte değerler yerine yazılırsa NaCl cinsinden yüzdesi

$$\% NaCl = \frac{12 \cdot 10^{-3} \cdot 0,09 \cdot 58,5 \cdot 100}{4,89} = \%1,29 \text{ bulunur.}$$



SIRA SİZDE

Arjantometrik yöntemle klorür analizi yapmak için 3,02 gram deterjan numunesi tartılıyor. Gerekli ön işlemler sonrası 0,1 M ayarlı $AgNO_3$ çözeltisinin 4 mL'si ile titre ediliyor. Deterjan numunesindeki klorür miktarını NaCl yüzdesi olarak bulunuz. (NaCl: 58,5)

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Deterjanlarda Klorür Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile deterjandaki klorür miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Terazı, spatül, su banyosu, büret, spor düzeneği, huni, baget, erlen, beher, piset, mezür, pipet, puar, süzgeç kâğıdı.

Kimyasal Maddeler: Deterjan numunesi, ayarlı 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi, %5'lik K_2CrO_4 çözeltisi, %20'lik $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi, saf su.



İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 5 g deterjan numunesini tartarak bir behere aktarınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
3. Behere 100 mL saf su ekleyip 60 °C -70 °C sıcaklıktaki su banyosunda 15 dakika ısıtarak numunenin çözünmesini sağlayınız.
4. Oluşan karışımı su banyosundan alarak erlene süzünüz.
5. Beheri ve süzgeç kâğıdını birkaç kez saf su ile yıkayınız.
6. Erendeki süzüntüye 25 mL kadar %20'lik $Mg(NO_3)_2$ çözeltisinden ekleyip su banyosunda ısıtınız.
7. Oluşan çökeleği ayırmak için başka bir erlene süzünüz.
8. Numune erlenini ve süzgeç kâğıdını birkaç kez saf su ile yıkayınız.
9. Erendeki süzüntüye 1-2 mL %5'lik K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz.
10. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
11. Bürete 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisini doldurarak sıfır ayarını yapınız.
12. Erendeki çözelti kırmızı renk oluncaya kadar titre ediniz.
13. Büretten okuduğunuz sarfiyatı kaydediniz.
14. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunedeki klorür derişimini %NaCl cinsinden hesaplayınız. (NaCl:58,5)
2. Altıncı işlem basamağında $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi eklenmesinin nedenini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



6.2.2. Köpüklenme Miktarı Analizi

Yüzey gerilimi düşük olan sıvılarda kararlı köpük oluşumu görülür. Suya sabun veya deterjan eklenmesiyle köpürmenin nedeni, yüzey aktif maddelerin suyun yüzey gerilimini önemli ölçüde azaltmasıdır. Yüzey geriliminin azalması, temizlik için önemlidir çünkü temizlik işlemi genellikle kirli yüzeylerin ıslatılmasıyla başlar. Bunun yanında aşırı köpük oluşumu, durulama sırasında çok fazla su harcanmasına neden olur. Fazla köpük, çamaşır veya bulaşık makinelerinde arızalar oluşturabilir bu nedenle deterjanlarda köpüklenme miktarının belirlenmesi tayini yapılır.

Köpüklenme miktarı testleri çeşitli cihazlarla yapılabildiği gibi basit laboratuvar malzemeleri kullanılarak manuel olarak da yapılabilmektedir. Manuel yöntemde deterjan katılmış, sertliği belli olan bir miktar su, çalkalanıp bir süre bekletilir daha sonra oluşan kararlı köpüğün yüksekliği ölçülür. Köpüklenme miktarı bir mezür ya da hidrometri şişesi içinde ölçülebilir. Hidrometri şişesi; köpüklenme miktarı analizi yapmak için üretilen, çalkalama işleminin rahat yapılabilmesi için kapağı bulunan, ölçü çizgilerine sahip cam şişedir.

Test için Sert Su: 0,294 g kalsiyum asetat [$\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$] ve 0,294 g magnezyum sülfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) aynı beher içinde saf su ile çözülerek 100 mL'ye tamamlanır. Oluşan çözelti sert su numunesi olarak kullanılır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Deterjanlarda Köpüklenme Miktarı Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

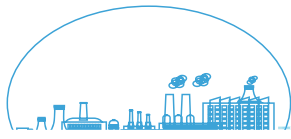
Amaç: Köpük yüksekliğini cetvelle ölçerek deterjanda köpüklenme miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Terazî, spatül, 500 mL'lik balon jöje, hidrometri şişesi, cetvel, kronometre.

Kimyasal Maddeler: İki farklı deterjan numunesi, sert su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. İlk deterjan numunesinden 1 g tartarak 500 mL'lik balon jöjeye aktarınız.
3. Balon jöjeyi sert su ile 500 mL'ye tamamlayarak %0,2'lik deterjan çözeltisi hazırlayınız.
4. Elde ettiğiniz çözeltiden 50 mL olarak hidrometri şişesine aktarınız.
5. Şişenin ağzını kapatarak 30 saniyede 50 defa olacak şekilde çalkalayınız.
6. Şişenin ağzını açarak 2 dakika dinlendiriniz ve cetvel ile köpük yüksekliğini ölçünüz. Verilerinizi kaydediniz.
7. İlk deterjan numunesine uyguladığınız işlemlerin aynısını ikinci numuneye de uygulayınız.
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

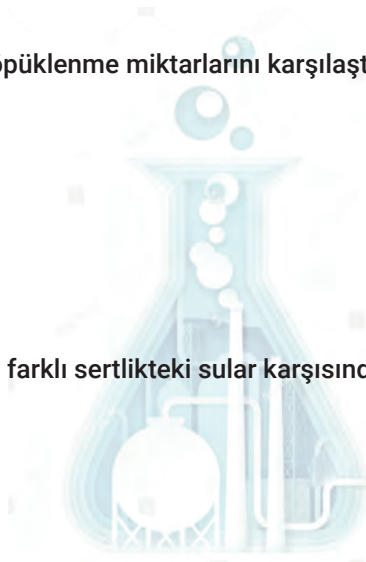


Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Deterjan numunelerinin köpüklenme miktarlarını karşılaştırınız.

2. Kullandığınız deterjanların farklı sertlikteki sular karşısında verecekleri köpüklenme miktarlarını yorumlayınız.



1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

6.2.3. Suda Çözünmeyen Madde Analizi

Deterjanların içeriğinde suda çözünmeyen bazı anorganik maddeler bulunur. Bu maddelerin miktarının üretim standartlarına uygun olup olmadığının belirlenmesi amacıyla suda çözünmeyen madde analizi yapılır.

Deterjanlarda suda çözünmeyen madde miktarı analizi, numune suda çözüldükten sonra süzülüp elde edilen tortunun etüvde kurutulmasıyla yapılır. Son tartıma süzgeç kâğıdı da dâhil olduğundan kullanılacak süzgeç kâğıdı kurutmanın yapılacağı kabın içinde etüvde kurutulur ve desikatörde soğutulduktan sonra kapla birlikte tartılır. Daha sonra süzme ve sabit tartıma gelinceye kadar kurutma işlemi yapılır.

Sabit tartım işleminden sonra bulunan toplam kütlede kurutma kabı ve süzgeç kâğıdının toplam kütleleri çıkarıldığında elde edilen değer deterjan numunesindeki suda çözünmeyen madde miktarını verir. Suda çözünmeyen madde miktarı, toplam kütleyle oranlanarak yüzde hesabı yapılır.

Gravimetrik analiz verilerine göre aşağıdaki bağıntı kullanılarak deterjandaki suda çözünmeyen madde yüzdesi hesaplanır.

$$\% \text{suda çözünmeyen madde miktarı} = \frac{(m_3 - m_2)}{m_1} \cdot 100$$

m_1 : Tartılan deterjan numunesinin kütlesi

m_2 : Kurutma kabı ve süzgeç kâğıdının toplam kütlesi

m_3 : Suda çözünmeyen madde + kurutma kabı ve süzgeç kâğıdının toplam kütlesi



ÖRNEK

1,25 g tartılan deterjan numunesi, suda çözünmeyen madde analizi yapmak için suda çözülerek su banyosunda ısıtılıyor. Karışım daha önce kurutulup petri kabıyla birlikte tartılmış süzgeç kâğıdından süzülüyor.

Petri kabı ve süzgeç kâğıdının boş kütlesi 18,254 g, analiz sonrası içindeki tortuyla birlikte kütlesi 18,302 g geldiğine göre numunedeki %suda çözünmeyen madde miktarını hesaplayınız.



ÇÖZÜM

Analizde gerçekleşen tartım sonuçları:

Tartılan deterjanın kütlesi (m_1)= 1,25 gram

Petri kabı ile süzgeç kâğıdının toplam kütlesi (m_2)= 18,254 gram

Suda çözünmeyen madde + petri kabı ile süzgeç kâğıdının kütlesi (m_3)= 18,302 gram şeklindedir.

%suda çözünmeyen madde = $\frac{m_3 - m_2}{m_1} \cdot 100$ bağıntısında verilen değerler yerine konursa

%suda çözünmeyen madde = $\frac{18,302 - 18,254}{1,25} \cdot 100 = \%3,84$ olarak bulunur.



SIRA SİZDE

Suda çözünmeyen madde miktarı analizi için bir deterjan numunesinden 2,98 g tartılarak numunenin mümkün olduğunca suda çözünmesi sağlanıyor. Kurutma kabı olarak kullanılacak petri kabına süzgeç kâğıdı koyularak etüvde sabit tartıma getiriliyor. Petri kabı ile süzgeç kâğıdının 14,96 g geldiği görülüyor. Süzgeç kâğıdı bir huniye yerleştirilip numuneden hazırlanan karışım süzülüyor. Süzgeç kâğıdı petri kabına alınıp içindeki tortuyla birlikte sabit tartıma gelinceye kadar etüvde kurutuluyor.

Analiz sonunda petri kabı ve içindeki maddelerin toplam kütlesi 15,01 g geldiğine göre deterjan numunesinde suda çözünmeyen madde miktarı kütlece yüzde kaçtır?



3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Deterjanlarda Suda Çözünmeyen Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Deterjandaki suda çözünmeyen madde miktarını gravimetrik yöntem ile belirlemek.

Araç Gereç: Terazî, etüv, desikatör, spatül, su banyosu, huni, baget, 400 mL'lik erlen, beher, mezür, pipet, puar, siyah bant süzgeç kâğıdı, petri kabı.

Kimyasal Maddeler: İki farklı deterjan numunesi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. İlk deterjan numunesinden 1 g tartarak behere aktarınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m_1).
3. Behere 250 mL saf su ekleyip su banyosunda 80 °C -90 °C sıcaklıkta ısıtarak numuneyi çözünüz.
4. Bir petri kabına siyah bant süzgeç kâğıdı yerleştirerek 110 °C sıcaklıkta etüvde sabit tartıma getiriniz (m_2).
5. Deterjan-su karışımını kurutulmuş süzgeç kâğıdı yardımıyla süzünüz.
6. Süzgeç kâğıdını huniden alıp sabit tartıma getirdiğiniz petri kabına yerleştiriniz, kâğıdı tamamen katlamayınız.
7. Petri kabını içindekilerle birlikte sabit tartıma gelinceye kadar kurutunuz (m_3).
8. İlk deterjan numunesine uyguladığınız işlemlerin aynısını ikinci numuneye de uygulayınız.
9. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Deterjan numunelerindeki suda çözünmeyen madde miktarını hesaplayınız.

2. Kullandığınız deterjanları suda çözünmeyen madde miktarlarına göre kıyaslayınız.

1. soru 80, 2. soru 20 puan üzerinden değerlendirilecektir.



6.2.4. Toz Deterjanda Fosfat ve Silikat Analizi

Deterjanların aktive edilmesi ve temizleme etkisinin artırılması için çeşitli katkı maddeleri eklenir. Fosfatlar ve silikatlar deterjana eklenen önemli katkı maddelerindendir.

Fosfat bileşikleri, suyun sertliğini düşürerek yüzey aktif maddelerin daha etkin temizlik yapmasına olanak tanır. Silikatlar ise kir tortularını yumuşatarak kirin su ile kolayca ortamdaki uzaklaşmasını sağlar. Bu katkı maddelerinden bazılarının çevreye ve insan sağlığına olumsuz etkileri bulunur.

Evsel atıklar ile sulara karışan fosfat iyonu, akarsu ve göllerde mavi-yeşil alglerin (siyanobakteriler) aşırı şekilde çoğalmasına sebep olur. Suyun yüzeyini kapatan alg tabakası hava ile teması keserek sulardaki oksijen miktarının azalmasında doğrudan etkilidir. Deterjanlardaki katkı maddeleri için sınır değerler belirlenmiştir. Katkı maddelerinin bu değerleri aşmaması gerekir.

Fosfat ve silikat analizleri amonyum molibdatla oluşturdukları fosfomolibdik asit ve silikomolibdik asit komplekslerinin absorpsiyonundan yararlanılarak yapılır. Fosfat ve silikat iyonları aynı reaktifte tepkime verdiklerinden aynı ortamda bulunmaları ikisi için de analizi bozar. Bu nedenle birinin analizinin yapılacağı çözeltiden diğerinin uzaklaştırılması gerekir. Deterjan numunesinden bu iyonların derişimleri maksimum 2 mg/L olacak şekilde çözelti hazırlanır. Bu çözelti fosfat ve silikat analizi için ikiye bölünür.

Normal cam (sodakalsik camı) kaplarda muhafaza edilen su, analiz için önemli miktarda silikat içerir. Bu nedenle silikat analizi için kullanılacak tüm saf suyun damıtıldıktan sonra polietilen kaplarda saklanmış olması önemlidir.

Fosfat Analizi

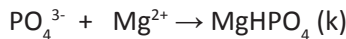
Birinci çözeltide silikatu uzaklaştırmak için çözeltiliye 5-10 mL 1 M HCl çözeltisi eklenip 10-15 dakika kadar su banyosunda ısıtılır. Silikat iyonu



reaksiyonuna göre SiO_2 bileşiği olarak çöker. Çökelek süzülüp süzüntüde spektrofotometrik yöntemle fosfat analizi yapılır. 25 mL numune çözeltisi 5 mL amonyum molibdat $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4]$ ve 5 mL amonyum metavanadat (NH_4VO_3) ile renklendirilip 460 nm dalga boyunda absorpsiyon ölçülür. Aynı şekilde hazırlanan standart çözeltilerin absorpsiyonlarından elde edilen grafikten yararlanarak numunenin derişimi belirlenir.

Silikat Analizi

İkinci çözeltiden fosfatı uzaklaştırmak için asetik asit/asetat $(\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-)$ tamponlu ortamda %20'lik $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi eklenir. Fosfat iyonları



MgHPO_4 şeklinde çöker. Çökelek süzülüp çözeltide silikat iyonu analizi yapılır. Bunun için 50 mL silikat numunesi 100 mL'lik balon jöjeye alınır. pH değeri 4,5 ila 5 oluncaya kadar derişik HCl çözeltisi ilave edilir. Üzerine 1 mL amonyum molibdat çözeltisi eklenip beş dakika karıştırılır. Hacmi saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. 10 dakika beklendikten sonra elde edilen turuncu renkli çözeltinin absorpsiyon, 400 nm dalga boyunda ölçülür. Aynı şekilde hazırlanan standart çözeltilerin absorpsiyon ölçümlerinden elde edilen grafikten yararlanarak numunenin derişimi belirlenir.

Kalibrasyon grafiklerinden okunan derişimlerden numunedeki fosfat ve silikat kütlelerine geçiş yapılır. Buradan da kütlece % derişimleri hesaplanır.

**ÖRNEK**

Bir deterjan numunesinde fosfat ve silikat analizi yapmak için 1 g numune tartılıp 1 L suda çözülüyor. Bu çözeltiden 10 mL alınıp 250 mL'lik bir balon jojeye aktarılıyor. Üzeri saf su ile tamamlanıyor. Hazırlanan çözelti iki ayrı behere bölünüyor.

Birinci behere silikatları çöktürmek için 5 mL 1 M HCl çözeltisi eklenip su banyosunda 15 dakika ısıtılıyor. Daha sonra süzgeç kâğıdı kullanılarak süzülüyor. Süzüntünün 25 mL'si 50 mL'lik bir balon jojeye alınıp üzerine 5 mL amonyum molibdat ve 5 mL amonyum metavanadat çözeltileri eklenerek ölçü çizgisine kadar saf su ile tamamlanıyor. Spektrofotometrede bu çözeltinin absorbands değeri 0,4451 olarak ölçülüyor.

İkinci behere fosfatları uzaklaştırmak için asetik asit/asetat tamponlu ortamda $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi ekleniyor. Oluşan çökelek süzüldükten sonra bu çözeltiden 50 mL alınıp 100 mL'lik balon jojeye aktarılıyor. pH değeri 5 oluncaya kadar damla damla HCl çözeltisi ekleniyor. Üzerine 1 mL amonyum molibdat çözeltisi ilave edilip 5 dakika karıştırılıyor. Belirgin bir renk değişimi gözlenmiyor. Hacmi, saf suyla 100 mL'ye tamamlanıyor. 25 dakika bekledikten sonra absorbandsı ölçülüyor. Cihazda 0,0560 değeri okunuyor.

Her iki madde için de kör çözeltiler ve standart çözeltilerle yapılan absorbands ölçümleri aşağıdaki tabloda verilmiştir.

FOSFAT İÇİN ABSORBANS ÖLÇÜMLERİ		SİLİKAT İÇİN ABSORBANS ÖLÇÜMLERİ	
FOSFAT DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS	SİLİKAT DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS
0,00	0,0601	0,00	0,0558
0,40	0,1703	0,40	0,1658
0,80	0,2806	0,80	0,2760
1,20	0,3904	1,20	0,3855
1,60	0,5012	1,60	0,4958
2,00	0,6109	2,00	0,6062

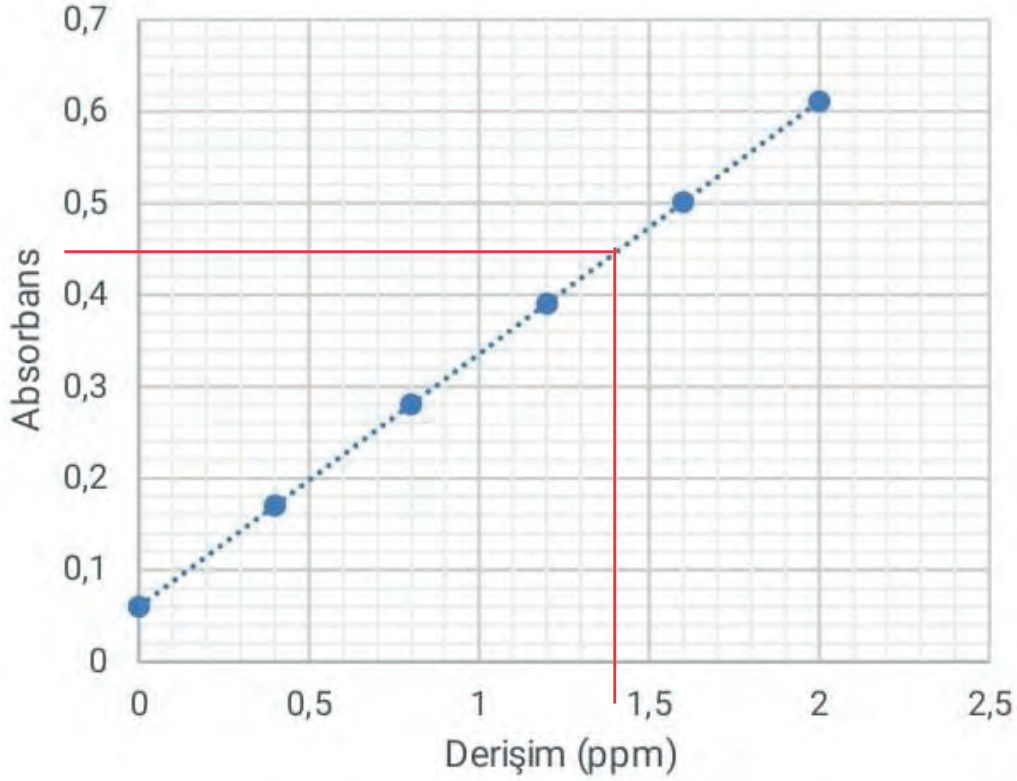
Buna göre deterjan numunesindeki fosfat ve silikat derişimleri % kaçtır?





ÇÖZÜM

Fosfat için standart çözeltilerden elde edilen değerler grafiğe geçirilir. Analiz edilen çözeltinin absorpsansı 0,4451 olarak ölçülmüştür. Bu değere karşılık gelen derişim grafikte bulunursa analiz çözeltisinin derişimi bulunmuş olur.



Ölçülen absorpsans değerine karşılık gelen derişimin 1,41 ppm olduğu kalibrasyon grafiğinde görülüyor. Analiz edilen çözelti, hazırlanan numune çözeltisinden alınan 10 mL'lik kısmın 250 mL'ye seyreltilmesi ile elde edilmiştir. Yani 25 kat seyreltme yapılmıştır. O hâlde numune çözeltisinin derişimi:

$$1,41 \cdot 25 = 35,25 \text{ ppm dir.}$$

$$35,25 \text{ ppm} = 35,25 \text{ mg/L olduğuna göre}$$

$$1 \text{ L numune çözeltisinde } 35,25 \text{ mg} = 0,03525 \text{ g fosfat bulunmaktadır.}$$

$$1 \text{ L çözelti } 1 \text{ g deterjan ile hazırlandığından deterjandaki fosfat yüzdesi}$$

$$\% \text{fosfat} = 0,03525 / 1 \cdot 100 = 3,525 \text{ bulunur.}$$

Silikat analizi için yapılan absorpsans ölçümü (0,0560) ile kör çözelti için yapılan absorpsans ölçümü (0,0558) arasındaki fark ihmal edilecek kadar azdır. O hâlde analiz edilen deterjanda **silikat iyonu bulunmadığı** sonucu çıkarılabilir.



**SIRA SİZDE**

Bir deterjan numunesine fosfat analizi yapılmak isteniyor. Bu deterjandan alınan 1 g örnek ile 1 L çözelti hazırlandıktan sonra 20 kat seyreltilip gerekli işlemler yapılıyor ve absorban ölçümü tamamlanıyor.

Kör çözelti, standart çözeltiler ve hazırlanan numune çözeltilerinin absorbanları aşağıdaki tabloda verildiğine göre deterjan numunesindeki fosfat derişimi % kaçtır?

FOSFAT DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS
0,00	0,050
0,40	0,160
0,80	0,270
1,20	0,380
1,60	0,490
2,00	0,600
Numune	0,325

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Fosfat ve silikat analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

Stok Fosfat Çözeltisi

100 mg/L fosfat iyonu içerecek şekilde Na_2HPO_4 kullanılarak 100 mL çözelti hazırlanır. Na_2HPO_4 bileşğinin 2, 7, 8 ve 12 hidrat suyu içeren formları yaygındır. Bu nedenle çözelti hazırlanmadan önce kullanılacak bileşğın kaç mol hidrat suyu içerdiğine bakılarak tartım yapılmalıdır. Bu çözeltden numune çözeltilerinin hazırlanması ile aynı şekilde 0,0 mg/L ile 2 mg/L arasında fosfat içerecek standart çözeltiler hazırlanıp kalibrasyon grafiğı çizilir.

Stok Silikat Çözeltisi

0,107 g saf ve kuru SiO_2 ile birlikte 1 g Na_2CO_3 katısı platin bir krozeeye alınıp eritiş hazırlanır. Soğutulduktan sonra hacmi 500 mL olacak şekilde silikat içermeyen saf su ile çözülür. Bu çözeltden numune çözeltilerinin hazırlanması ile aynı şekilde 0,0 mg/L ile 2 mg/L arasında silikat içerecek standart çözeltiler hazırlanıp kalibrasyon grafiğı çizilir.

Amonyum Molibdat Çözeltisi

8 g amonyum molibdat $[(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4]$ 100 mL'lik balon jöjeye alınır. Üzerine 10 mL derişik sülfürik asit (H_2SO_4) çözeltisi eklenip silikatsız saf su ile hacme tamamlanır.



Amonyum Metavanadat Çözeltisi

100 mL balon jojeye 0,25 g NH_4VO_3 tuzu konup 50 mL sıcak silikatsız saf suda çözülür. Soğutulduktan sonra silikatsız saf su kullanılarak hacmi 100 mL'ye tamamlanır.

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Toz Deterjanlarda Fosfat ve Silikat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntem ile deterjandaki fosfat ve silikat miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Terazi, spatül, platin kroze, spektrofotometre cihazı, siyah bant süzgeç kâğıdı, büret, huni, beher, erlen, bek, balon joje, pH kâğıdı.

Kimyasal Maddeler: Deterjan numunesi, standart silikat ve fosfat çözeltileri, amonyum molibdat çözeltisi, amonyum metavanadat çözeltisi, derişik HCl çözeltisi, 1 M HCl çözeltisi, asetik asit/asetat tampon çözelti, %20'lik $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi, silikatsız saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Spektrofotometre cihazını çalıştırıp ısınmasını bekleyiniz.
3. 1 g toz deterjan tartarak silikatsız saf su ile 1 L çözelti hazırlayınız.
4. Fosfat analizi yapmak için farklı derişimlerde hazırladığınız standart fosfat çözeltilerinin 460 nm dalga boyunda absorbanlarını ölçüp kalibrasyon grafiğini çiziniz.
5. Deterjan çözeltisinden 100 mL alıp 1 M HCl çözeltisinden 10 mL ekleyip 15 dakika su banyosunda ısıtınız. Karışımı süzünüz.
6. Süzüntüden 25 mL alıp 50 mL'lik bir balon jojeye koyunuz. Üzerine 5 mL amonyum molibdat çözeltisi, 5 mL amonyum metavanadat çözeltisi ekleyip çalkalayınız. Ölçü çizgisine kadar silikatsız saf su ekleyip karıştırınız.
7. Elde ettiğiniz turuncu renkli çözeltinin 460 nm dalga boyunda absorbanını ölçünüz.
8. Silikat analizi yapmak için farklı derişimlerde hazırladığınız standart silikat çözeltilerinin 400 nm dalga boyunda absorbanlarını ölçüp kalibrasyon grafiğini çiziniz.
9. Numune çözeltisinden aldığınız 50 mL üzerine 3 mL asetik asit/asetat tamponu ve 5 mL $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökme için 15 dakika bekledikten sonra karışımı süzünüz.
10. Süzüntüyü 100 mL'lik balon jojeye alınız. pH değeri 5 oluncaya kadar derişik HCl çözeltisi ekleyiniz. 1 mL amonyum molibdat çözeltisi ekleyip 5 dakika karıştırınız. Silikatsız saf su ile hacmi 100 mL'ye tamamlayınız.
11. 20-25 dakika bekledikten sonra 400 nm dalga boyunda absorban ölçümünü yapınız.
12. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.



Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

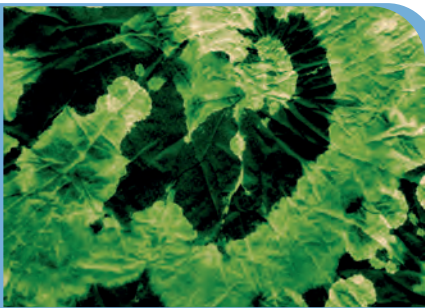
1. Numunenizdeki fosfat yüzdesini bulunuz.

2. Numunenizdeki silikat yüzdesini bulunuz.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

6.2.5. Çamaşır Suyunda Aktif Klor Analizi

Deterjan sınıfından olmayan bazı kimyasallar da temizlik maddesi olarak kullanılmaktadır. Pas ve kireç çözücü olarak tuz ruhu (HCl) veya kezzap (HNO₃) çözeltileri kullanılırken yağ çözücü ve lavabo açıcı olarak kullanılan kimyasal, sodyum hidroksittir (NaOH). Diğer bir önemli temizlik maddesi sınıfı ise ağartıcılardır. Çoğunlukla hipoklorit veya hidrojen peroksit çözeltileri olan ağartıcıların hepsi güçlü yükseltgen özellik gösterir. Bu özellikleri ile renk verici maddeleri yükseltgeyerek beyazlatma sağlar. Yükseltgen etkileri sayesinde seyreltik çözeltileri bile dezenfektan özellik gösterir.



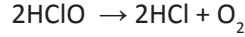
Görsel 6.3: Çamaşır suyunun ağartıcı etkisi

Evlerde yüzey ve çamaşır temizliğinde en yaygın kullanılan ağartıcı çamaşır suyudur (Görsel 6.3). Çamaşır suyu sodyum hipoklorit (NaClO) çözeltisidir. Çamaşır suyu ve kireç kaymağı [Ca(ClO)₂, kalsiyum hipoklorit] klor bazlı ağartıcı sınıfındadır. Oksijenli su (H₂O₂) ve sodyum perborat ([Na⁺]₂[B₂O₄(OH)₄]²⁻) ise oksijen bazlı ağartıcı olarak kullanılır.



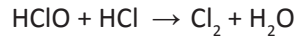
Çamaşır Suyunun Özellikleri

Tüm ağartıcılar gibi çamaşır suyu da tahriş edici, zehirli ve korozif bir kimyasaldır. Hipoklorit iyonu, düşük pH'larda zayıf bir asit olan hipokloröz asidine dönüşür. Bu asit kararsızdır ve O₂ gazı çıkararak bozunur.



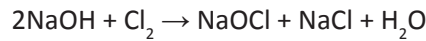
Çamaşır sularında kararlılık için bir miktar NaOH de bulunur. Yüksek pH'da hipokloröz asidine dönüşme olmayacağından hipokloritin bozunma hızı azalır.


Hipoklorit, halojen asitleri ile etkileştiğinde indirgenir ve elementel halojen açığa çıkar. HCl ile etkileşirse



reaksiyonuyla Cl₂ gazı oluşur. Bu gaz zehirlidir. Solunum yollarında ve gözlerde tahrişe neden olur. Bu nedenle çamaşır suyunun tuz ruhu ile karıştırılması tehlikelidir.

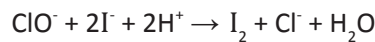
Sodyum hipoklorit sanayide genellikle sodyum hidroksit çözeltisinden klor gazı geçirilmesiyle elde edilir.



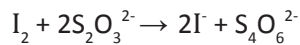


Derişik olarak ambalajlanan sodyum hipoklorit, plastik tanklara alınır, içindeki aktif klor miktarı en az %5 olacak şekilde su ilave edilir. Parfüm ve kostik ilavesinden sonra ambalajlanarak kullanıma hazır hâlde stoklanır.

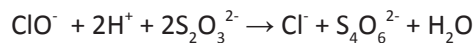
Çamaşır suyunda bulunan hipoklorit iyonları aktif klor olarak bilinir. Hipoklorit analizi iyodometrik yöntemle yapılır. Bu yöntemde asitlendirilmiş çözeltiye yeterli KI çözeltisi ilave edilip iyodürün I₂ ye dönüşmesi sağlanır



Oluşan I₂, tiyosülfatla nişasta indikatörlüğünde titre edilir.



Reaksiyonlar toplanırsa



hipoklorit ile tiyosülfat arasında 1:2 sitokiyometrik oranı olduğu görülür. Buradan, hazırlanan numune çözeltisinin derişimine, kullanılan numunedeki hipoklorit derişimine ve kütle/hacimce yüzdesine geçiş yapılır.

Nişasta Çözeltisi

1 g kadar nişasta 20 mL su ile karıştırılır. Karışım, kaynamakta olan 80 mL suyun üzerine eklenip 2-3 dakika daha kaynatılır. Soğutma işleminden sonra 0,01 g HgI₂ eklenip ağzı kapatılır.

**ÖRNEK**

10 mL çamaşır suyu numunesi, 100 mL'lik balon jofeye alınıyor ve saf su ile ölçü çizgisine kadar doldurularak numune çözeltisi hazırlanıyor. Bu çözeltiden 10 mL alınıp yeterli miktarda KI çözeltisi eklendikten sonra 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile nişasta indikatörlüğünde titre ediliyor.

Titrazyonda harcanan tiyosülfat çözeltisi hacmi 25 mL olduğuna göre çamaşır suyu numunesinde aktif klor derişimi %(kütle/hacim) kaçtır? (O:16, Cl:35,5)

**ÇÖZÜM**

Titre edilen çözeltideki hipoklorit mol sayısı:

$$\text{Mol (ClO}^-) = 25 \cdot 10^{-3} \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-} \cdot \frac{0,1 \text{ mol S}_2\text{O}_3^{2-}}{1 \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-}} \cdot \frac{1 \text{ mol ClO}^-}{2 \text{ mol S}_2\text{O}_3^{2-}} = 0,00125 \text{ mol bulunur.}$$

100 mL numune çözeltisinin 10 mL'si ile titrasyon yapıldığına göre toplam numune çözeltisinde bulunan hipoklorit mol sayısı, titre edilen çözeltidekinin 10 katı olmalıdır.

Numunedeki ClO^- iyonu mol sayısı = $0,00125 \cdot 10 = 0,0125$ mol olur.

Hipokloritin mol kütlesi $35,5 + 16 = 51,5$ g/mol'dür.

O hâlde numunedeki hipoklorit kütlesi $51,5 \cdot 0,0125 = 0,64375$ g olur.

Analiz yapılan numune 10 mL olduğuna göre kütle/hacimce hipoklorit yüzdesi

$$\% \text{ ClO}^- = 0,64375 \text{ g} / 10 \text{ mL} \cdot 100$$

$$\% \text{ ClO}^- = 6,44 \text{ bulunur.}$$

**SIRA SİZDE**

5 mL çamaşır suyu 100 mL'lik balon jofeye alınıp saf su ile ölçü çizgisine kadar dolduruluyor. Bu çözeltiden alınan 20 mL'lik kısmı iyodometrik yöntemle analiz ediliyor. Titrazyonda 0,11 M ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi kullanılıyor.

Harcanan tiyosülfat çözeltisinin hacmi 28 mL olduğuna göre çamaşır suyundaki hipoklorit iyonları derişimi kütle/hacimce % kaçtır? (O:16, Cl:35,5)



5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Çamaşır Suyunda Aktif Klor Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Çamaşır suyu numunesindeki aktif klor miktarını belirlemek.

Araç Gereç: Terazî, spatül, büret, spor düzeneği, balon joje, huni, baget, erlen, beher, piset, mezür, pipet, puar.

Kimyasal Maddeler: Çamaşır suyu numunesi, ayarlı 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi, nişasta çözeltisi, %10'luk KI çözeltisi, derişik HCl, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Çamaşır suyu numunesinden 5 mL alarak 200 mL'lik balon jöjeye aktarınız. Balon jöjeyi saf su ile 200 mL'ye tamamlayınız.
3. Elde ettiğiniz seyreltilmiş çamaşır suyu çözeltisinden 20 mL alarak bir erlene aktarınız. Üzerine KI çözeltisinden 20 mL ekleyiniz.
4. 2 mL derişik HCl ilave edip ağızını kapattıktan sonra yarım saat karanlıkta bekletiniz.
5. Üzerine 5-6 damla nişasta çözeltisi ekleyiniz.
6. Titrasyon düzeneğini kurarak büreti ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yapınız.
7. Erendeki karışımı, mavi renk kayboluncaya kadar titre ediniz. Büretten okuduğunuz sarfiyatı kaydediniz.
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

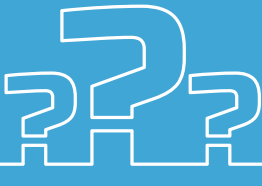
Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız

1. Numunenizdeki hipoklorit yüzdesini (% kütle/hacim) bulunuz.

2. Dördüncü işlem basamağında karışımın karanlıkta bekletilmesinin nedenini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Deterjan ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

- A) Suyu seven kısmı hidrofob olarak adlandırılır.
- B) Sıvı sabun ve şampuanlarda sadece hidrophil kısım bulunur.
- C) Deterjanlar yalnızca katyonik yüzey aktif madde içerir.
- D) Sabunlara göre sert sularda daha iyi temizlik sağlar.
- E) Temizleme mekanizmaları sabunlara göre daha kompleksdir.

2. Deterjanlarda bulunan yüzey aktif maddeler hidrophil kısmının yapısına göre dört sınıfa ayrılır.

Aşağıdakilerden hangisi yüzey aktif madde sınıfından biri değildir?

- A) Akrilik
- B) Amfoterik
- C) Anyonik
- D) Katyonik
- E) Noniyonik

3. I. Analizde silikatsız saf su kullanılmalıdır.

II. Fosfat ve silikat iyonları bir arada analiz edilemez.

III. Fosfat analizi 460 nm dalga boyunda gerçekleştirilir.

IV. Silikat analizi bazik ortamda gerçekleştirilir.

Toz deterjanda yapılan spektrofotometrik yöntemle fosfat ve silikat analizi ile ilgili yukarıdaki ifadelerinden hangileri doğrudur?

- A) I ve IV
- B) I ve III
- C) I, II ve III
- D) I, II ve IV
- E) II, III ve IV

4. Arjantometrik klorür analizi için verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?

- A) Titrimetrik yöntemle yapılır.
- B) K_2CrO_4 maddesi indikatör olarak kullanılır.
- C) Titrant olarak $AgNO_3$ çözeltisi kullanılır.
- D) Yabancı iyonlar $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi ile uzaklaştırılır.
- E) Klorür miktarı $CaCl_2$ yüzdesi olarak hesaplanır.

5. Bir deterjan numunesinde suda çözünmeyen madde miktarının %0,4 olduğu biliniyor.

Analiz için 2 gram numune tartıldığında suda çözünmeyen madde miktarının kaç gram olması beklenir?

- A) 0,008
- B) 0,02
- C) 0,08
- D) 0,2
- E) 0,8

6. Temizlik maddesi olarak kullanılan bazı kimyasalların formülleri ve kullanım alanları ile ilgili aşağıda yapılan eşleştirmelerden hangisi doğrudur?

- A) HCl - lavabo açıcı
- B) HNO_3 - pas giderici
- C) NaOH - ağartıcı
- D) NaClO - çamaşır sodası
- E) H_2O_2 - kireç sökücü



B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Laboratuvar teknisyeni Semra, yeni bir formülle üretilmiş deterjan numunesi üzerinde klorür ve suda çözünmeyen madde analizi yapmak istiyor. Laboratuvara gönderilen çamaşır suyu numunesindeki aktif klor yüzdesini bulmak için hazırlıklara başlıyor.

1. Klorür analizi için arjantometrik yöntemi tercih eden Semra, 2,47 g deterjan numunesi tartıyor. AgNO_3 çözeltisi ile çökelek oluşturacak iyonları numuneden uzaklaştırıyor. Elde ettiği süzüntüye birkaç damla K_2CrO_4 ekleyerek 0,101 M ayarlı AgNO_3 çözeltisinin 6 mL'si ile titre ediyor.

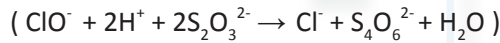
Buna göre Semra analiz sonunda klorür miktarını NaCl cinsinden yüzde (%) kaç bulmuştur? (NaCl: 58,5)

2. Suda çözünmeyen madde analizi için 5 g deterjan numunesi tartarak 100 mL saf su ekliyor. Sıcak su banyosunda olabildiğince çözüyor. Karışımı süzerek elde ettiği çökeleği sabit tartımı 22,54 g olan porselen krozeyle koyuyor. Etüvde kurutma ve kül fırınında kızdırma işlemlerinden sonra sabit tartıma gelmiş krozenin kütesini 22,76 g olarak tartıyor.

Buna göre Semra suda çözünmeyen madde miktarını yüzde (%) kaç bulur?

3. Semra, çamaşır suyundan 20 mL numune olarak saf su ile 100 mL'ye seyreltiyor. Bu çözeltiden 10 mL alıp yeterli KI ekledikten sonra nişasta indikatörü kullanarak 0,1 M tiosülfat çözeltisinin 32 mL'si ile titre ediyor.

Semra numunedeki aktif klor derişimini kütle/hacim cinsinden yüzde (%) kaç bulmuştur? (O:16, Cl:35,5)





7. ÖĞRENME BİRİMİ

GIDALARDA KİMYASAL ANALİZLER

KONULAR

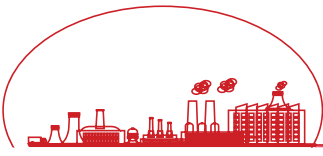
7.1. GIDA

7.2. GIDALARA YAPILAN ANALİZLER



HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Binlerce yıldır gastronomi, tıp ve kozmetik gibi birçok alanda kullanılan zeytinyağının asitlik miktarı, oleik asit cinsinden ifade edilir ve buna dizem denir. Zeytinyağının kullanım yerlerine göre dizem oranının önemi neler olabilir, tartışınız.



7.1. GIDA

Yiyeceklerde bulunan, canlıların yaşamını devam ettirebilmesi ve büyümesi için gerekli olan vitamin, protein, mineral, yağ gibi maddelere **gıda** veya **besin** adı verilir. Bir başka tanıma göre de ilaçlar hariç yaşamın devam ettirilebilmesi için gerekli olan yiyecek ve içecekler de gıda denilmektedir. Gıdalar organik ve anorganik gıdalar olarak sınıflandırılır.

Yiyecekler genellikle karbonhidrat, protein ve yağlar gibi temel besinlerin yanında vitamin, mineral gibi organik ve inorganik besinleri içerir. Bu gıdalar bitkisel ve hayvansal kaynaklardan, yenilebilir mantarlardan ve fermente yiyeceklerden sağlanabilir.

7.2. GIDALARA YAPILAN ANALİZLER

Gıda analizleri, çeşitli gıdaların kalite kontrollerinin sağlanması, içeriklerinin incelenmesi, analiz sonucuna göre gerekli tedbirlerin alınması amacıyla yapılmaktadır. Gıdalara yapılan analizlerden bazıları şunlardır:

- › Protein analizi
- › Ağır metal analizleri
- › Yağ analizleri
- › Asitlik analizleri
- › Nem analizi
- › Organik madde analizi
- › Mikrobiyolojik analizler
- › Vitamin analizleri
- › Kül miktarı analizi
- › Tuz miktarı analizi

Gıda analizleri yerli ve yabancı kuruluşların yayınladıkları çeşitli standartlar dikkate alınarak yapılmaktadır. Gıda ve gıda ile temas eden madde ve malzemelerle ilgili teknikleri ve kriterleri, gıdaların içeriğinde olan katkı olarak ilave edilen ve bulaşmış olan maddelerin, gıdaların depolama, nakliye ve analiz metodlarının standartlarının belirtildiği yasal mevzuata **Türk Gıda Kodeksi** denmektedir.

Ticari olarak üretilen ve satılan her tür yiyecek ve içecek madde, bu kodekse uygun olmak zorundadır. Ekmekteki tuz ve nem oranı, içme suyunun içindeki mineral derişimleri, paketli gıdalar içinde bulunabilecek katkı maddeleri Türk Gıda Kodeksi tarafından belirtilen türlerde ve sınırlarda olmalıdır.

7.2.1. Süt Ürünlerinde Yağ Analizi



Görsel 7.1: Süt ve süt ürünleri

Süt ve süt ürünleri (peynir, yoğurt, tereyağı, kefir vb.) günlük beslenmede önemli bir yere sahiptir (Görsel 7.1). Vücudun ihtiyaç duyduğu birçok organik ve anorganik maddeyi alabilmek ve sağlıklı kalmak için süt ve süt ürünleri tüketimi beslenmede büyük önem taşır. Bu nedenle süt ve süt ürünlerine çeşitli analizler yapılmaktadır. Bu analizlerden biri de yağ analizidir.



Süt ve süt ürünlerinin yağ oranlarının belirlenmesinin nedenleri arasında bu ürünlerin yağ miktarlarının değişkenlik göstermesi, ürünün kalitesinin belirlenmesi, özellikle süte su katılarak hile yapıp yapılmadığının anlaşılması, yine ürünlerin ticari değerlerinin yağ miktarına bağlı olarak belirlenmesi sayılabilir.

Süt ve süt ürünlerinin yağ analizi yapıldıktan sonra elde edilen veriler Türk Gıda Kodeksi'ndeki referans değerlerle karşılaştırılır. Bu değerler Tablo 7.1 ve 7.2'de verilmiştir.

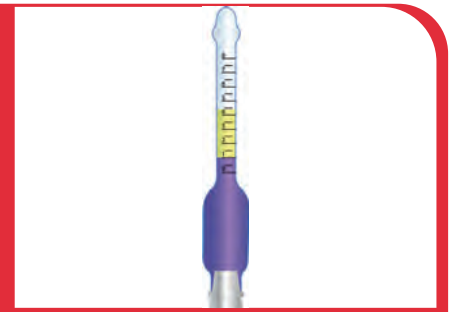
Tablo 7.1: Türk Gıda Kodeksi'ne Göre Sütteki Yağ Oranları

SÜT TÜRÜ	SÜT YAĞI (Kütlece, %)
Yağsız Süt	Süt Yağı ≤ 1
Yarım Yağlı Süt	$1 < \text{Süt Yağı} \leq 7,5$
Tam Yağlı Süt	Süt Yağı $> 7,5$
Yüksek Yağlı Süt	Süt Yağı ≥ 15

Tablo 7.2: Türk Gıda Kodeksi'ne Göre Yoğurt ve Ayran İçin Yağ Oranları

YOĞURT TÜRÜ	YAĞ ORANI (Kütlece, %)	AYRAN TÜRÜ	YAĞ ORANI (Kütlece, %)
Tam Yağlı Yoğurt	Süt Yağı $\geq 3,8$	Tam Yağlı Ayran	Süt Yağı $\geq 1,8$
Yarım Yağlı Yoğurt	$\%2 > \text{Süt Yağı} \geq \%1,5$	Yarım Yağlı Ayran	$\%1,2 > \text{Süt Yağı} \geq \%0,8$
Yağsız Yoğurt	Süt Yağı $\leq \%0,5$	Yağsız Ayran	Süt Yağı $\leq \%0,5$
%..... Yağlı Yoğurt	Tam yağlı, yarım yağlı ve yağsız yoğurt sınıfları dışında kalan süt yağı	%..... Yağlı Ayran	Tam yağlı, yarım yağlı ve yağsız ayran sınıfları dışında kalan süt yağı

Süt ve süt ürünlerinde yağ analizi **Gerber yöntemi** ile yapılır. Bu yöntem, proteinleri ve zor çözünen tuzları derişik sülfürik asit ve amil alkol (izopentil alkol) ile çözerek yağın parçalanması ilkesine dayanılarak yapılır. Bu yöntemde Gerber santrifüjü ve bütirometresi kullanılır. Gerber santrifüjü 4-12 bölmeli, 65 °C ısıtmalı, 2000-3000 devirli, dijital zaman ayarlı, otomatik kilit kapaklı bir santrifüj cihazıdır. Gerber bütirometresi ürün özelliğine göre farklı taksimatlandırılmış bir ucu açık lastik tıpalı cam malzemedir (Görsel 7.2).



Görsel 7.2: Gerber bütirometresi



Numunenin Hazırlanması

10 mL H_2SO_4 Gerber bütirometresine konur. 11 mL numune yavaş bir şekilde bütirometrenin camına değdirilerek asidin üzerine eklenir. Ardından 1 mL amil alkol yavaş yavaş ilave edilir. Bütirometrenin ağzı lastik tıpayla iyice kapatılır. Homojen bir karışım oluncaya kadar dikkatli bir şekilde yavaş yavaş karıştırılır. Bütirometrenin dereceli kısmı aşağıya gelecek şekilde 2000 devirde 5 dakika santrifüj edilir. Daha sonra 65 °C'lik su banyosunda dereceli kısım yukarı gelecek şekilde 5 dakika bekletilir. Bütirometrenin ağzındaki tıpa itilerek veya döndürülerek yağ fazının alt sınırı, derece çizgilerinden birine denk getirilerek değer okunur. Okunan değer 100 mL sütteki yağın miktarını gram cinsinden verir.

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Yağ analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

Sülfürik Asit Çözeltisi

Gerber yönteminde proteinleri pıhtılaştırarak yağın serbest kalması için sülfürik asit kullanılır. Asidin derişiminin yüksek olması yağların yanmasına, düşük olması ise yağların tamamen açığa çıkamamasına neden olur. Süt ve yoğurt için özkütlesi 1,82 g/mL olan %90'lık H_2SO_4 çözeltisi kullanılırken peynir için özkütlesi 1,5 g/mL olan %62'lik H_2SO_4 çözeltisi kullanılır.

Amil Alkol (İzopentil Alkol)

20 °C'deki özkütlesi 0,812-0,818 g/mL olan saf amil alkol kullanılır.

SIRA SİZDE

Laboratuvara gönderilen 3 farklı süt numunesine Gerber bütirometresi kullanılarak yağ analizi yapılıyor. Analiz sonuçlarına göre Gerber bütirometresinde okunan değerler aşağıdaki gibidir.

1 numaralı numune: 0,7

2 numaralı numune: 4,3

3 numaralı numune: 8,1

Verilen değerleri Tablo 7.1 ile karşılaştırarak süt numunelerini yağ oranlarına göre sınıflandırınız.



1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Süt Ürünlerinde Yağ Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sütte yağ analizi yapmak.

Araç Gereç: Pipet, Gerber santrifüjü, Gerber bütirometresi, su banyosu.

Kimyasal Maddeler: Süt numunesi, %90'lık H_2SO_4 çözeltisi, amil alkol çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Bütirometrenin içine 10 mL H_2SO_4 çözeltisi koyunuz.
3. Üzerine 11 mL süt numunesini yavaşça ekleyiniz.
4. Ardından 1 mL amil alkol çözeltisini yavaşça ilave ediniz. Amil alkol ortamın berraklaşmasını sağlayacaktır.
5. Bütirometreyi karışım kahverengi oluncaya kadar alt üst ediniz. Böylece numunedeki yağ serbest hâle geçmiş olur.
6. Bütirometreyi dereceli kısmı alta gelecek şekilde 2000 devirde 5 dakika santrifüjleyiniz.
7. 65 °C deki su banyosunda dereceli kısmı üste gelecek şekilde 5 dakika bekletiniz.
8. Bütirometrenin ağzındaki tıpayı iterek veya döndürerek yağ fazının alt sınırını derece çizgilerinden birine denk getirerek değeri okuyunuz ve kaydediniz.
9. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analizde kullanılan sülfürik asidin derişimi neden önemlidir? Açıklayınız.

2. Süt numunesinin yağ oranını belirleyerek Türk Gıda Kodeksi'ndeki değerlerle karşılaştırınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



7.2.2. Peynirde Toplam Kuru Madde Analizi



Görsel 7.3: Çeşitli peynir türleri

Gıda maddelerinde kuru madde, o gıdanın içindeki su gibi uçucu maddeler uzaklaştırıldıktan sonra geriye kalan tüm katı maddelerdir. Kuru maddenin bir kısmı suda çözünebilir, bir kısmı ise suda çözünemeyen maddelerden oluşur.

Gıdalarda suda çözünen kuru madde glikoz, fruktoz, sakkaroz gibi şekerler, mineraller, sitrik asit, laktik asit gibi organik asitlerden oluşur. Suda çözünmeyen kuru madde içeriği ise çoğunlukla nişasta gibi makromoleküller (büyük molekülü) maddelerden meydana gelir.

Peynir, süt proteini olan kazeinin çöktürülüp süzülmesi ile elde edilir (Görsel 7.3). Süt, kazeinin yanında önemli miktarda yağ ile birlikte kalsiyum, sodyum, fosfor türleri, klorür gibi mineralleri de içerir. Besin olarak her biri oldukça önemli olan bu maddeler peynirde bulunan toplam kuru maddeyi oluşturur.

Türk Gıda Kodeksi Peynir Tebliği'ne göre, peynirin türüne bağlı olarak nem miktarı en çok %40 ile %80 olmalıdır. Peynirde kuru madde miktarı türe bağlı olarak en az %20 olmalıdır. Bazı peynir türlerinde olması gereken en az kuru madde miktarı %60'tır. Türk Gıda Kodeksi'ne göre peynirlerin nem ve tuz içerikleri Tablo 7.3'te verilmiştir.

Tablo 7.3: Türk Gıda Kodeksi'ne Göre Peynirlerin Nem ve Tuz İçerikleri

PEYNİR TÜRLERİ	NEM, % (m/m), EN ÇOK	TUZ(NaCl), KURU MADDEDE % (m/m), EN ÇOK
Salamurda Olgunlaştırılan Peynirler	60	7,5
Küf Kültürleriyle Olgunlaştırılan Peynirler	45	5,0
Küf Kültürleriyle ve Salamurda Olgunlaşma Yöntemi Dışında Olgunlaştırılan Peynirler	45	4,0
Telemesi Haşlanmış Peynirler 4,0	45	4,0
Peynir Altı Suyu Peynirleri	75	6,0
Taze Peynirler	80	4,5
Çeşnili Taze Peynirler	80	4,5
Olgunlaştırılmış Beyaz Peynir	60	6,5
Taze Beyaz Peynir	65	6,5
Kaşar Peyniri (Olgunlaştırılmış)	40	4,0
Taze Kaşar Peyniri	45	3,0
Eritme Peyniri	60	4,5
Tulum Peyniri	45	5,0



Uluslararası Resmi Analitik Kimyacılar Derneğinin (AOAC) peynirde kuru madde analizi için önerdiği yöntem; bir miktar peynirin içerdiği suyu tamamen buharlaştırarak geri kalan katının tartılmasına dayanır. Gravimetrik bir yöntem olduğu için biraz uzun sürmektedir ancak geliştirilen alternatif yöntemlerden daha sağlıklı sonuç verdiği için tercih edilmektedir.

AOAC yönteminde analizin yapılacağı kurutma kabının (petri kabı, porselen kapsül vb.) içine bir miktar yıkanmış deniz kumu ve karıştırmakta kullanılacak cam baget konur. Varsa kurutma kabının kapağı, yoksa kapak olarak kullanılacak bir saat camı ile birlikte etüvde 103-105 °C sıcaklıkta 2 saat kurutulur. Sabit tartıma gelmesi sağlanıp kütlesi kaydedildikten sonra üzerine 2-3 g kadar rendelenmiş peynir ilave edilip tartılır. Cam baget yardımıyla kum ve peynirin iyice karışması sağlanır. Böylece peynirin kum içinde küçük parçalar hâlinde dağılması ve bu sayede ısıtma sırasında kabuk oluşturarak nem çıkışına engel olması önlenmiş olur. Cam baget kurutma kabının içinde bırakılarak etüve yerleştirilir. 105 °C sıcaklıkta 3 saat kadar kurutulur. Çıkarılıp desikatöre alınır. Soğuduktan sonra tartılır ve toplam kütle kaydedilir. Daha sonra etüve tekrar konarak 1 saat ısıtılır. Desikatörde soğutulduktan sonra tekrar tartılır. Sabit tartıma gelinceye kadar bu işleme devam edilir. Sabit tartıma geldikten sonra kütle kaydedilir.

m_1 : kurutma kabı + kum + kapak + cam baget kütlesi

m_2 : peynir numunesi kütlesi

m_3 : işlem sonrası kaydedilen kütle

Olmak üzere kuru madde kütlesi = $m_3 - m_1$ olarak bulunur.

Bu durumda kuru madde yüzdesi aşağıdaki gibi belirlenir.

$$\% \text{kuru madde} = \frac{(m_3 - m_1)}{m_2} \cdot 100$$

ÖRNEK

Peynirde kuru madde analizi yapmak için bir petri kabına bir miktar yıkanmış deniz kumu ve cam baget konup etüvde kurutulduktan sonra kütlesinin 11,6500 g geldiği görülüyor. Kaba 2,550 g rendelenmiş beyaz peynir örneği konulup baget yardımıyla tamamen kumla karıştırılıp 105 °C sıcaklıktaki etüvde sabit tartıma gelinceye kadar kurutuluyor.

Son durumda yapılan tartım 12,9002 g geldiğine göre peynir numunesindeki kuru madde % kaçtır?



ÇÖZÜM

Peynirdeki kuru maddenin kütlesi; son tartımdan daha olarak alınan petri kabı, kum ve bagetin kütlelerinin toplamının çıkarılmasıyla bulunur.

Kuru madde = 12,9002 - 11,6500 = 1,2502 g

Kuru madde yüzdesi ise bu değer numune kütlesine oranlanması ile hesaplanır.

$$\% \text{kuru madde} = \frac{1,2502}{2,550} \cdot 100 = \%49,03 \text{ kuru madde bulunmaktadır.}$$





SIRA SİZDE

Bir peynir örneğinde kuru madde analizi yapmak için porselen kapsül içine bir miktar kum konup cam bagetle birlikte etüvde sabit tartıma getiriliyor. Kütleleri 16,765 g ölçülüyor. Üzerine rendelenmiş kaşar peynirinden 2,660 g eklenip etüvde sabit tartıma getiriliyor. Toplam kütle 18,441 g geldiğine göre peynir örneğinde % kaç kuru madde bulunmaktadır?

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Peynirde Kuru Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Peynir numunesinde kuru madde yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, petri kabı, etüv, rende, baget, desikatör, maşa, saat camı.

Kimyasal Maddeler: Peynir numunesi, kum.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Bir petri kabına bir miktar kum koyup bir baget ve saat camı ile birlikte etüvde 105 °C sıcaklıkta sabit tartıma getiriniz (m_1).
3. Peynir örneğini rendeleyp 2-3 g kadar örneği tartarak petri kabına ekleyiniz (m_2).
4. Cam baget yardımı ile peyniri kum ile iyice karıştırınız.
5. Petri kabının içine bageti koyup ağzını saat camı ile kapattıktan sonra etüve yerleştirerek 105 °C sıcaklıkta sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz (m_3).
6. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunedeki kuru madde oranını hesaplayınız.
2. Numunenin neden kum ile karıştırıldığını açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



7.2.3. Peynirde Tuz Analizi

Gıdalara hem tat vermek hem de bozulmasını önlemek için kullanılan tuzlama yöntemi çok eski zamanlardan beri kullanılan bir yöntemdir.

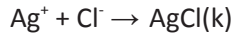
Tuzun fazla olması hem peynirin lezzetini kötü etkiler hem de tüketen kişide sağlık sorunlarına neden olur. Bu nedenle peynirdeki maksimum tuz oranı ulusal standartlarca belirlenmiştir. Türk Gıda Kodeksi Peynir Yönetmeliği'ne göre farklı türlerdeki peynirlerde tuz oranı maksimum %3 ila %7,5 arasında değişmektedir. Örneğin taze beyaz peynirde izin verilen maksimum tuz oranı %6,5, taze kaşar peynirinde ise sadece %3'tür.

Peynirin tuz derişimi, içerdiği klorür iyonlarının arjantometrik analizi ile yapılır. Yemek tuzunun formülü NaCl olduğundan Cl⁻ iyonunun mol sayısı NaCl'ün mol sayısına eşittir.

Peynirin yüzey alanını genişletmek için analiz öncesinde mümkün olduğunca rendelenmesi gerekir. Bu işlem katı peynirlerde bir rende yardımı ile yapılabilir. Daha sonra 60 °C-70 °C sıcaklıktaki suda 15-20 dakika bekletilerek içerdiği tuzun tamamen çözünmesi sağlanır. Karışım bir erlen içine süzülür. Süzgeç kâğıdındaki peynir, birkaç kez saf su ile yıkanarak tüm tuzun erlene aktarılması sağlanır.

Süzüntünün arjantometrik titrasyonu ile içerdiği klorür miktarı belirlenir. Kütlesi m gram olan numuneden elde edilen süzüntünün titrasyonunda derişimi M olan V mL AgNO₃ çözeltisi kullanılmışsa harcanan Ag⁺ iyonu mol sayısı

$n(\text{Ag}^+) = M \cdot V$ bağıntısıyla bulunur. Ag⁺ ile Cl⁻ arasındaki tepkime



şeklinde olduğundan NaCl yüzdesi aşağıdaki gibi belirlenebilir. (NaCl: 58,5 g/mol)

$$\% \text{NaCl} = n \text{ mol Ag}^+ \cdot \frac{1 \text{ mol Cl}^-}{1 \text{ mol Ag}^+} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{1 \text{ mol Cl}^-} \cdot \frac{58,5 \text{ g NaCl}}{m \text{ g numune}} \cdot 100 \text{ g numune}$$

ÖRNEK

2 g peynir numunesinden elde edilen süzüntünün K₂CrO₄ indikatörü kullanılarak yapılan titrasyonunda 0,1 M 13 mL AgNO₃ çözeltisi harcanmıştır.

Buna göre peynirde yüzde kaç NaCl bulunur? (NaCl: 58,5)



ÇÖZÜM

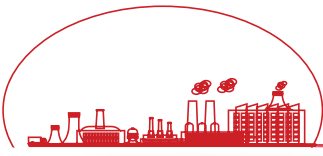
Titrant sarfiyatı 13 mL = 13.10⁻³ L

Titrasyonda harcanan Ag⁺ mol sayısı $n = M \cdot V = 0,1 \cdot 13 \cdot 10^{-3} = 1,3 \cdot 10^{-3}$ mol olur.

$$\% \text{NaCl} = 1,3 \cdot 10^{-3} \text{ mol Ag}^+ \cdot \frac{1 \text{ mol Cl}^-}{1 \text{ mol Ag}^+} \cdot \frac{1 \text{ mol NaCl}}{1 \text{ mol Cl}^-} \cdot \frac{58,5 \text{ g NaCl}}{2 \text{ g numune}} \cdot 100 \text{ g}$$

% NaCl = 3,8 Peynirde %3,8 tuz bulunmaktadır.





SIRA SİZDE

1,2 g peynir numunesinde tuz analizi yapılıyor. Titrasyonda 0,06 M AgNO_3 çözeltisinden 11,7 mL harcanıyor.

Buna göre peynir örneğinde tuz yüzdesi kaçtır? (NaCl: 58,5)

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Peynirde Tuz Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Peynir numunesindeki tuz yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, beher, erlen, büret, spor düzeneği, süzgeç kâğıdı, huni.

Kimyasal Maddeler: Peynir numunesi, ayarlı AgNO_3 çözeltisi, %4'lük K_2CrO_4 çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Ufalanmış peynir numunesinden 1 g kadar 400 mL hacimli bir behere alınız.
3. Üzerine 100 mL kadar 60 °C sıcaklıkta su ekleyip iyice karıştırınız. Sıcak su banyosunda 15 dakika kadar beklettikten sonra siyah bant süzgeç kâğıdıyla erlen içine süzünüz.
4. Behere 2 kez 20 mL saf su ekleyip çalkaladıktan sonra süzgeç kâğıdından geçirin.
5. Erlene 2 mL %4'lük K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz.
6. Büreti ayarlı AgNO_3 çözeltisi ile sıfır çizgisine kadar doldurunuz.
7. Kırmızı renk görününceye kadar titre ediniz. Sarfiyatı not ediniz.
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.


1. Peynir numunesinde tuz yüzdesini hesaplayınız.
2. Numunedeki tuz yüzdesini Türk Gıda Kodeksi verileriyle karşılaştırınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



7.2.4. Gıda Ürünlerinde Protein Analizi

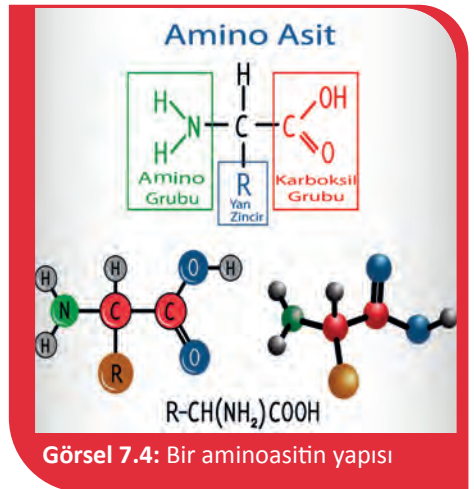
Proteinler, aminoasitlerin uzun zincir oluşturacak şekilde birbirine bağlanmasıyla oluşan makromoleküllerdir. Bilinen en küçük protein 20 aminoasitten oluşsa da birçok protein binlerce aminoasit içerir. Proteinler canlılar için oldukça önemli moleküllerdir. Hücrelerin inşası, dokuların onarılması gibi süreçlerde proteinler etkindir. Biyokimyasal reaksiyonların işleyişleri, hızları, yönleri proteinler tarafından kontrol edilir. DNA, canlının fenotipine etkisini proteinler ile gösterir. Gen adı verilen DNA bölgeleri proteinlerin üretilmesini kontrol eder. Bu proteinler canlıdaki birçok biyokimyasal süreci kontrol edip yönlendirerek canlının fiziksel özelliklerini ve metabolizmasını düzenler.




Proteinler aminoasitlerin uç uca eklenmesinden oluşan polipeptit zincirlerinden ibaret yapılar değildir. Düz zincir hâl primer (birincil) yapı olarak adlandırılırken katlanması veya helis hâline gelmesiyle sekonder (ikincil) yapı oluşur. Sekonder yapının kendi üstüne yığılması ile tersiyer (üçüncül) yapıya dönüşür. Birden fazla polipeptitin topaklaşmasıyla oluşan yapı ise kuarternler (dördüncül) yapıdır. Proteinin doğru işlev görebilmesi bu ileri yapılarla da ilgilidir.

Her canlı kendi proteinlerini kendisi üretir. Proteinleri üretmek için aminoasitlere ihtiyacı vardır. Görsel 7.4'te genel molekül yapısı görülen aminoasitlerde R ile gösterilen grup, aminoasitin türünü belirler. Bu grup yalnız bir alkil olabileceği gibi hidrokarbon zinciri üzerinde S, O, N gibi farklı elementler bulunabilir.

Tüm canlıların proteinlerini oluşturan 20 çeşit aminoasit vardır. Bir bakteride, bir bitkide veya bir hayvanda bulunan aminoasitler aynıdır. Bu aminoasitler türe bağlı farklı şekillerde dizilerek farklı proteinleri oluştururlar ancak farklı canlı türlerinde ortak olan proteinler de vardır.





21. aminoasit olarak bilinen selenosistein molekülü, yapısında selenyum bulunduran tek aminoasittir. Canlıların bir kısmında bulunur. İnsanlarda da selenosistein içeren proteinler vardır.

İnsan vücudu bu aminoasitlerden dokuzunu hiç üretemez. Bu aminoasitlere **temel ya da esansiyel aminoasit** denir. Temel aminoasitler mutlaka beslenme ile alınmalıdır. Altı aminoasit ise bazı hastalık gibi durumlarda üretilemediğinden beslenmede bulunmaları gerekir. Bu aminoasitlerin alınmadığı durumlarda protein sentezi gerçekleşmeyeceği için kısa sürede organizma ciddi sağlık problemleri yaşayacaktır.



Beslenmede Protein

Tüm canlıların yapısında protein olduğu için aldığımız gıdalarda da protein bulunmaktadır ancak gıdaların karbonhidrat, yağ ve protein oranları farklıdır. Örneğin ekmek, makarna, kurabiye gibi undan yapılan gıdalarda bol miktarda karbonhidrat bulunmaktayken yağ ve protein içerikleri kısıtlıdır. Fıstık, fındık, ay çekirdeği gibi yağlı tohumlularda da her üç besin ögesi bulunmasına rağmen önemli ölçüde yağ içerir.

İnsanların protein ihtiyacı hayvansal ve bitkisel kaynaklardan karşılanır. Kırmızı ve beyaz et, balık, yumurta, süt ürünleri gibi gıdalar hayvansal protein sağlarken bezelye, mercimek, soya fasulyesi, yağlı tohumlu (fındık, badem, vb.) gıdalar bitkisel protein kaynaklarıdır.

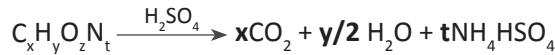
Bir insanın protein ihtiyacı, yaşına ve cinsiyetine göre değişse de yetişkin bir bireyde ortalama her 1 kg vücut kütlesi için günlük yaklaşık 0,8 g protein alınmalıdır. Örneğin 70 kg bir bireyin alacağı günlük protein miktarı yaklaşık 56 g olmalıdır.

Protein eksikliği metabolik faaliyetleri aksatacağı için birçok sorun oluşturabilir. Proteinlerin aşırı tüketilmesi ise böbrekte taş oluşumuna neden olabilir ayrıca karaciğeri olumsuz etkileyebilir. Aşırı protein tüketiminin en bilinen sonucu, özellikle el ve ayak parmak eklemlerinde şiddetli ağrılara neden olan gut hastalığıdır.

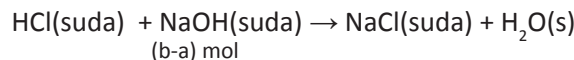
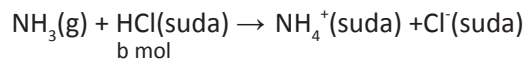
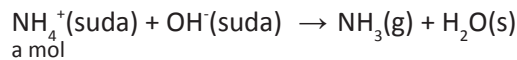
Proteinleri yağ ve karbonhidratlardan ayıran şey yapılarında azot bulunmasıdır. Aminoasitlerde azot oranları farklı olsa da birçok proteinde bu aminoasitlerin sayılarının oranı birbirine çok yakındır. Bu nedenle tüm proteinlerde azot yüzdesi sabit kabul edilebilir. Proteinlerin yaklaşık kütlece %16-%17'si azottur.

Danimarkalı kimyager Johan Kjeldahl, azot oranının proteinlerde sabit olmasından yola çıkarak içerdikleri protein miktarını bulmak için kendi adıyla anılan analiz metodunu geliştirmiştir.

Kjeldahl metodu yalnızca protein analizlerinde değil azot içeren tüm organik bileşiklerin analizlerinde kullanılır. Bu metotta önce analit derişik sülfürik asit ile ısıtılarak yükseltgenir.



Organik maddenin yükseltgenmesi tamamlandıktan sonra çözelti soğutulur. Üzerine kuvvetli bir bazın aşırısı ilave edilerek ortamdaki tüm amonyum iyonlarının amonyağa dönüşmesi sağlanır. Oluşan amonyak, bir asidin aşırısını belirli miktarda içeren çözeltinin içine damıtılır. Bu çözeltide reaksiyona girmeyen asidin titrasyonu yardımıyla amonyak ile tepkimedede harcanmış olan asit miktarı tespit edilir.





İşlemin kritik basamağı azotlu bileşiğin sülfürik asitle yükseltgenmesidir. Sıcaklık yükseldikçe bu reaksiyon daha hızlı ve verimli bir şekilde gerçekleşir. Isıtmanın daha yüksek sıcaklıklara ulaşması için çözeltinin kaynama noktasının yükseltilmesi gerekir. Bunun için ortama K_2SO_4 gibi inert bir madde eklenebilir. Ayrıca selenyum ve bakır tuzları yükseltgenme reaksiyonunu katalizleyerek reaksiyonun daha hızlı gerçekleşmesini sağlar.

Titasyonda bulunan amonyanın mol sayısı numunedeki azotun mol sayısına eşittir. Buradan azotun kütlesine geçilip protein miktarı hesaplanabilir. Proteinlerde azot yüzdesi proteinin kaynağı olan maddeye göre bir miktar değişir. Bulunan azot kütlesinin uygun bir faktörle çarpımı ile protein kütlesi bulunur. Çarpılacak faktör et için 6,25, süt ürünleri için 6,38, tahıllar içinse 5,70 değerindedir.

ÖRNEK

0,82 gram buğday unu numunesinde protein miktarı Kjeldahl metoduyla belirlenmek isteniyor. Numune derişik H_2SO_4 ile tamamen yükseltgendikten sonra soğutuluyor ve ortam kuvvetli bazik yapıyor. Oluşan NH_3 gazı 25 mL 0,05 M HCl çözeltisinin içine damıtılıyor. HCl'in fazlası 4 mL 0,04 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor.

Buna göre undaki protein yüzdesi kaçtır? (N:14)



ÇÖZÜM

NH_3 in damıtıldığı HCl'in mol sayısı

$$n(HCl) = 0,05 \text{ M} \cdot 25 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 1,25 \cdot 10^{-3} \text{ mol (b)}$$

HCl'in aşırını titre etmekte kullanılan NaOH mol sayısı

$$n(NaOH) = 0,04 \text{ M} \cdot 4 \cdot 10^{-3} \text{ L} = 1,6 \cdot 10^{-4} \text{ mol (b-a)}$$

NH_3 mol sayısı (a) bu durumda aşağıdaki gibi bulunur.

$$n(NH_3) = 1,25 \cdot 10^{-3} - 1,6 \cdot 10^{-4} = 1,09 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

$$n(NH_3) = n(N) = 1,09 \cdot 10^{-3} \text{ mol}$$

Buradan azot kütlesine aşağıdaki gibi geçiş yapılabilir.

$$m \text{ g N} = 1,09 \cdot 10^{-3} \text{ mol N} \cdot \frac{14 \text{ g N}}{1 \text{ mol N}} = 1,53 \cdot 10^{-2} \text{ g N}$$

Numune tahıl ürünü olduğu için protein kütlesi bulunurken azot kütlesi 5,70 değeri ile çarpılır.

$$1,53 \cdot 10^{-2} \cdot 5,70 = 8,72 \cdot 10^{-2} \text{ g protein}$$

$$\% \text{protein} = \frac{8,72 \cdot 10^{-2} \text{ g protein}}{0,82 \text{ g numune}} \cdot 100 = \%10,6 \text{ protein bulundurmaktadır.}$$





SIRA SİZDE

0,400 g peynir numunesi içeriğindeki protein miktarı, Kjeldahl metodu ile belirlenmek isteniyor. Numune derişik sülfürik asitle parçalanıyor. Oluşan amonyum kuvvetli bazik ortamda amonyağa dönüştürölüp 40 mL 0,1 M HCl çözeltisine damıtılıyor.

Artan HCl asidi titre etmek için 11 mL 0,1 M NaOH çözeltisi kullanıldığına göre numunedeki protein yüzdesi kaçtır? (N:14, protein faktörünü 6,38 alınız.)

Kjeldahl yöntemi geri titrasyonla analiz içermektedir. Bu nedenle biri içine amonyağın damıtıldığı asit çözeltisi diğeri titrant çözeltisi olmak üzere iki standart (ayarlı) çözeltiye ihtiyaç duyulur. NH_3 , oldukça zayıf bir asit olan borik asidin içine damıtılırsa

$\text{NH}_3 + \text{H}_3\text{BO}_3 \rightarrow \text{NH}_4^+ + \text{H}_2\text{BO}_3^-$ tepkimesi gerçekleşir. Ortamdaki borik asit titre edilemeyecek kadar zayıf bir asittir. Borat (H_2BO_3^-) ise borik asidin bir asitle titre edilebilen konjuge bazıdır. Oluşan boratın mol sayısı tepkimeye giren amonyağın mol sayısına eşit olduğundan HCl gibi bir asidin standart çözeltisi ile titrasyonunda doğrudan amonyak miktarı belirlenmiş olur. Bu şekilde modifiye edilmiş Kjeldahl yönteminin avantajı sadece tek bir standart çözeltiye ihtiyaç duyulmasıdır. Dezavantajı ise dönüm noktası çok keskin olmadığından çok az numunelerle bu yöntem uygulanamaz.



4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Gıdada Protein Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Gıda numunesinde bulunan protein yüzdesini Kjeldahl yöntemi ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, spatül, Kjeldahl balonu, erlen, baget, geri soğutucu, lastik tıpa, cam boru, spor düzeneği, huni, büret, bek, üç ayak, amyant tel.

Kimyasal Maddeler: Gıda numunesi, derişik H_2SO_4 çözeltisi, katalizör (1 kısım $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ile 10 kısım K_2SO_4), fenolftalein indikatörü, %40'lık NaOH çözeltisi, ayarlı 0,1 M HCl çözeltisi, ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi, bromkresol yeşili indikatörü, saf su.



İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kjeldahl yöntemi için düzeneği kurarak hazırlayınız.
3. Gıda numunesinden 1 g tartarak Kjeldahl balonuna aktarınız (m).
4. Numunenin üzerine 25 mL derişik H_2SO_4 ekleyip tüm numunenin balonun dibinde toplanmasını sağlayınız.
5. 1 g katalizör karışımını (1 kısım $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ile 10 kısım K_2SO_4) balona ekleyiniz.
6. Sıçrama kaybını önlemek için balonun ağzına bir huni yerleştiriniz.
7. Balonu eğik bir şekilde tutarak hafif bir bek alevinde dikkatle ısıtınız.
8. Renksiz veya açık sarı renkli bir çözelti oluşuncaya kadar ısıtma işlemine devam ediniz.
9. Isıtma işleminden sonra balon soğuyuncaya kadar bekleyiniz.
10. Soğutma işleminden sonra 100 mL kadar saf su ile seyreltiniz.
11. Balondaki karışıma 1-2 damla fenolftalein ve balonun iç cidarlarından 100 mL %40'lık NaOH çözeltisini yavaş yavaş ekleyiniz. Oluşan amonyaktan dolayı fenolftalein indikatörü bulunan karışım kırmızı-pembe renge dönüşecektir.
12. Balonda oluşan amonyağın uçmasını önlemek için fazla hareket ettirmeden hemen damıtma düzeneğine başlayınız.
13. Toplama kabına 100 mL ayarlı 0,1 M HCl (V_{HCl}) çözeltisi koyarak damıtma düzeneğindeki soğutucunun ucu toplama kabındaki asidin içine 1 cm kadar girecek şekilde bağlayınız.
14. Kjeldahl balonunu alttan ısıtarak amonyağın tamamını toplama kabına gönderiniz.
15. Damıtma işleminden sonra soğutucudan biraz saf su geçirerek içindeki amonyak kalıntısını toplama kabına aktarınız.
16. Toplama kabında bulunan HCl'in fazlasını 2-3 damla bromkresol yeşili indikatörü ekleyerek ayarlı 0,1 M NaOH ile geri titre ediniz.
17. Geri titrasyon için harcadığınız NaOH çözeltisinin hacmini büretten okuyarak kaydediniz (V_{NaOH}).
18. Dene sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Gıda numunesinde bulunan protein yüzdesini belirleyiniz.
2. Analiz sırasında ortama $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ ve K_2SO_4 eklenmesinin nedenlerini açıklayınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir .



7.2.5. Bitkisel Yağlarda Toplam Asitlik Analizi



Görsel 7.5: Bazı bitkisel yağ çeşitleri

Yağların günlük beslenmemizde önemli bir yeri vardır. Yağlar; bitkisel (zeytinyağı, ayçiçeği yağı vb.) ve hayvansal (tereyağı, iç yağı vb) yağ olarak sınıflandırılır (Görsel 7.5).

Yağların kalitesi, raf ömrü, tadı, kokusu vb. özelliklerinin tespit edilmesi için çeşitli analizler yapılmaktadır. Bu analizlerden biri de asitlik analizidir. Yağın asitlik derecesi önemli bir kalite verisidir. Yağların raf ömrünün takibinde önemli bir parametredir. Yağdaki asitlik miktarının fazla olması; yağın oksidasyona uğramasına, buna bağlı olarak da tadının acılaşmasına, raf ömrünün de kısalmasına sebep olmaktadır. Bu nedenle asitlik analizi son derece önemlidir.

Yağların analizi yapıldıktan sonra Türk Gıda Kodeksi'ndeki referans değerlerle karşılaştırılır. Bu değerler 7.4'te verilmiştir.

Tablo 7.4: Türk Gıda Kodeksi'ne Göre Yağların Çeşitli Kriterleri

Uçucu Madde (105 °C)	En çok %0,2 (m/m)
Çözünmeyen Safsızlıklar	En çok %0,05 (m/m)
Sabun Miktarı	Rafine yağlarda en çok %0,005 (m/m) Soğuk preslenmiş ve naturel yağlarda bulunmamalı.
Asit Sayısı	Rafine yağlarda en çok 0,6 mg KOH/g yağ Soğuk preslenmiş ve naturel yağlarda en çok 4,0 mg KOH/g yağ Naturel palm yağında en çok 10,0 mg KOH/g yağ
Peroksit Sayısı	Rafine yağlarda en çok 10,0 miliekivalen aktif oksijen/kg yağ Soğuk preslenmiş ve naturel yağlarda en çok 15,0 miliekivalen aktif oksijen/kg yağ

Bitkisel yağlarda asitlik analizi volümetrik yöntemle yapılır. Yağ numunesinden 1-2 gram tartılır (m). Bir erlen içinde hacimce 1:1 oranında hazırlanmış etil alkol-eter çözeltisinde yağ numunesi çözülür. 0,1 M ayarlı potasyum hidroksit çözeltisiyle kalıcı pembe renk elde edilinceye kadar fenofalein indikatörlüğünde titre edilir. Harcanan KOH çözeltisinin hacmi kaydedilir.

Bitkisel yağlarda asitlik hesabı, oleik asit ($C_{18}H_{34}O_2$) cinsinden yapılır. KOH ve oleik asit arasında 1:1 sitokiyometrik oranı vardır. Buna göre titrasyonda harcanan KOH'in hacmi kullanılarak mol sayısı

$$M = \frac{n}{V}$$

formülünden hesaplanır. KOH'in mol sayısı oleik asidin mol sayısına eşittir.

$$n = \frac{m}{M_A}$$

formülünden yağ numunesindeki oleik asidin ($282,46 \text{ g} \cdot \text{mol}^{-1}$) kütlesi hesaplanır. Son olarak numunedeki toplam asitlik yüzdesi hesaplanır ve Türk Gıda Kodeksi'ndeki referans değerlerle karşılaştırılır.



ÖRNEK

2 g zeytinyağı numunesi asitlik analizi yapılmak üzere tartılıyor. Numune etil alkol-eter karışımında çözüldükten sonra 0,1 M 19,82 mL ayarlı KOH çözeltisi ile fenolftalein indikatörlüğünde titre ediliyor.

Buna göre zeytinyağının asitlik yüzdesini hesaplayınız. (Oleik asit: 282,46)



ÇÖZÜM

Analizde harcanan KOH çözeltisinin hacminden yararlanarak potasyum hidroksitin mol sayısı bulunur.

$$M = \frac{n}{V}$$

$$V(\text{KOH}) = 19,82 \text{ mL} = 19,82 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$

$$0,1 = \frac{n}{19,82 \cdot 10^{-3}}$$

$$n = 19,82 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

KOH ve oleik asit arasındaki sitokiyometrik oran 1:1 olduğundan oleik asidin mol sayısı da $19,82 \cdot 10^{-4}$ mole eşit olur.

$$n = \frac{m}{M_A} \text{ formülünden oleik asidin kütlesi}$$

$$19,82 \cdot 10^{-4} = \frac{m}{282,46}$$

$m = 0,5598$ gram olarak hesaplanır.

Son olarak asitlik yüzdesi $0,5598 \cdot 100 / 2$ bağıntısından %27,99 olarak bulunur.



SIRA SİZDE

3 gram ayçiçeği yağı 33,9 mL 0,1 M ayarlı KOH çözeltisi ile titre ediliyor.

Buna göre ayçiçeği yağının asitlik yüzdesini hesaplayınız. (Oleik asit: 282,46)



5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Yağlarda Asitlik Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Bitkisel yağlarda asitlik yüzdesini belirlemek.

Araç Gereç: Spor düzeneği, erlen, pastör pipeti, analitik terazi, büret, mezür.

Kimyasal Maddeler: Bitkisel yağ numunesi, 0,1 M ayarlı KOH çözeltisi, hacimce 1:1 etil alkol-eter çözeltisi, fenolftalein indikatörü.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 1-2 gram bitkisel yağı temiz ve kuru bir erlende hassas olarak tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (m).
3. Üzerine 50 mL etil alkol-eter karışımını ilave ederek bitkisel yağın çözünmesini sağlayınız.
4. Temiz bir bürete KOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
5. Erlene birkaç damla fenolftalein indikatörü damlattıktan sonra kalıcı pembe renk görülünceye kadar 0,1 M ayarlı KOH çözeltisiyle titre ediniz.
6. Harcadığınız KOH çözeltisinin hacmini kaydediniz (V).
7. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Numunenizin yağ yüzdesini hesaplayınız.
2. Bulduğunuz asitlik değerini Türk Gıda Kodeksi'nde verilen değerlerle karşılaştırınız.

1. soru 60, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.



7.2.6. Bitkisel ve Hayvansal Yağlarda İyot Sayısı Analizi

Yağlar, beslenmede karbonhidrat ve proteinlerle birlikte en temel öğelerden biridir. Yalnız enerji kaynağı olarak değil birçok doku ve maddenin yapımında da kullanılır. Sindirimi sonucu oluşan yağ asitleri, fosfolipit ve glikolipitleri oluşturarak hücre zarının yapısına katılır. A, D, E ve K vitaminlerini çözerek metabolizmaya katılmalarını sağlar.

Yağ asitlerinin uzun hidrokarbon zincirinde ikili bağ bulundurmayanlar **doymuş**, ikili bağ bulunduranlar ise **doymamış** yağ asitleridir. Birçok yağ, yapısında hem doymuş hem doymamış yağ asitleri bulundurur. Hayvansal yağlarda doymuş yağ asitleri ağırlıklı iken bitkisel yağlarda daha çok doymamış yağ asitleri vardır. Bazı yağ asitlerinde birden fazla ikili bağ bulunmaktadır. Bu yağ asitlerine **çoklu doymamış yağ asitleri** denir.

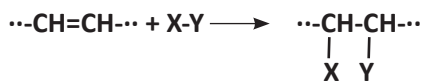
Ağırlıklı olarak doymuş yağ asidi bulunduran yağlar oda koşullarında katı hâlde iken doymamış yağ asitlerini daha çok bulunduran yağlar ise oda koşullarında sıvı hâldedir.

Farklı ülkelerde yapılan araştırmalar; aşırı doymuş yağ tüketimi ile kalp damar hastalıkları arasında ilişki olduğunu gösterir ayrıca bazı kanser türlerinin oluşumu ile de ilişkili olduğuna dair çeşitli çalışmalar vardır.

Beslenmede doymuş yağ yerine doymamış yağ tüketimine ağırlık verilmesinin özellikle kalp damar sağlığı için faydalı olduğu belirtilmesine rağmen yağların günlük kalori alımının %30'u geçmemesi önerilmektedir. Ortalama yetişkin bir erkek günlük 2500 kcal enerjiye, yetişkin bir kadın ise 2000 kcal enerjiye ihtiyaç duyar. Yetişkin bir erkek bu enerjinin en fazla 750 kcal kadarını, kadın ise 600 kcal kadarını yağlardan karşılamalıdır. Yağlardan alınan kalori içerdiği yağ asitlerine göre çok az değişse de ortalama 100 g yağdan 880 kcal enerji alındığı söylenebilir. Yani günde yaklaşık 70-80 g'dan fazla yağ alınmaması gerekir. Özellikle kalp ve damar sağlığı için bu miktarın ağırlıklı olarak doymamış yağlardan seçilmesi gerekir.

İyot Sayısı

Doymamış yağ asitleri alken yapısında olduklarından katılma tepkimesi verir. Katılma, bir molekülün π (pi) bağının kırıldığı tepkimedir.



π bağına H_2 , halojen molekülü (Cl_2 , I_2 vb.), halojen asidi (HCl , HBr , HI), su gibi moleküller katılabilir.

Doymamış yağlara Pt, Pd veya Ni gibi maddelerin katalizörlüğünde H_2 katılması sonucu margariner elde edilir. π bağına halojen katılması katalizörsüz gerçekleşebilir. Bir yağ asidine kaç molekülün katılabileceği yapısındaki ikili bağ sayısına bağlıdır. Her π bağı bir molekülle katılma tepkimesi verebilir. Bu durumdan yararlanarak yağ numunesinde kaç tane ikili bağ bulunduğu tespit edilebilir.

100 g yağın katılma tepkimesine gireceği iyot kütlelerinin g cinsinden değerine **iyot sayısı** ya da **iyot değeri** denir. İyot sayısı yüksek olan yağların doymamışlık derecesi yüksektir.



7. ÖĞRENME BİRİMİ

Tablo 7.5'te çeşitli yağların iyot sayıları verilmiştir.

Tablo 7.5: Çeşitli Yağ Türlerinin Yaklaşık İyot Değerleri

YAĞ	İYOT SAYISI
Tereyağı	30-35
Margarin	50-60
Zeytinyağı	75-95
Ayçiçeği Yağı	120-145
Mısır Yağı	105-135
Fındık Yağı	80-95
Soya Yağı	125-135
Hindistan Cevizi Yağı	6-11
Keten Tohumu Yağı	175-202

Analizi yapılan yağın iyot sayısının referans aralıkta olmaması yağın saf olmadığını da gösterir. Örneğin zeytinyağı numunesinde iyot sayısının 100'ün üzerinde olması, içine ayçiçeği yağı gibi iyot sayısı yüksek olan yağların karıştırılmış olabileceğini düşündürür.

İyot sayısı analiz yöntemi, inert bir çözücüde çözülmüş yağın aşırı miktarda halojenle katılma reaksiyonuna sokulup geri titrasyonla katılma tepkimesi veren halojen miktarının belirlenmesine dayanır. Teknik nedenlerle katılma reaksiyonu doğrudan I_2 ile değil ICl veya IBr 'nin asetik asit içindeki çözeltisi ile gerçekleştirilir. Bu çözeltiye **Wijs (Veys) çözeltisi** denir.

ICl ve IBr bileşikleri oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda erir. Uçucu özellik gösterir ayrıca ciltle teması, göze sıçraması ve buharının solunması durumunda ciddi sağlık riski bulundurur. Bu nedenle okul laboratuvarlarında bulunması sakıncalıdır.

Wijs çözeltisi, belli miktar iyodun saf asetik asit içinde çözülmesinden sonra içinden klor gazı geçirilmesiyle veya iyot ile eşit mol sayıda brom eklenmesiyle hazırlanabilir. Kimyasal madde üreticileri, Wijs çözeltisini analize hazır şekilde ticari olarak üretmektedir. Güvenlik ve pratik uygulama için birçok laboratuvar Wijs çözeltisini kendisi hazırlamamakta, ticari olarak üretilmiş çözeltileri kullanmaktadır.

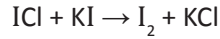
Wijs çözeltisi içindeki ICl yağdaki ikili bağlara aşağıdaki tepkimeye göre katılır.



Bu reaksiyonun tamamlanması için yağ çözeltisine Wijs çözeltisi eklendikten sonra karanlık bir ortamda bir saat kadar bekletilir. Daha sonra üzerine KI çözeltisi eklenip saf su ile seyreltilir. Katılma tepkimesinden

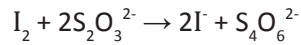


artan ICl, KI ile



tepkimesine girer. Burada oluşan I_2 katılma tepkimesinden artan ICl'ye molce eşittir. Bu tepkimede oluşan iyot, ayarlı tiyosülfat çözeltisi ile nişasta indikatörlüğünde titre edilir (V_{numune}). Katılma reaksiyonunda harcanan ICl miktarını bulmak için yağı çözme işleminde kullanılan CCl_4 ile aynı hacimde CCl_4 kör çözelti olarak kullanılır ve ona da aynı işlemler yapılır. Kör çözelti ile yapılacak titrasyonda ICl'ün tümü ortamda kaldığı için harcanacak tiyosülfat hacmi numunede harcanan tiyosülfat hacminden daha fazla olur ($V_{\text{kör}}$).

$V_{\text{kör}} - V_{\text{numune}}$ hacim farkı yağ ile tepkimeye giren ICl ile eşdeğer olacağı için hesaplama yaparken bu fark litreye çevirmek için 10^{-3} ile çarpılır. İyot ile tiyosülfat arasındaki reaksiyon



şeklinde olduğundan derişimi M molar olan tiyosülfat çözeltisi ile titrasyon yapıldığında yağın iyot sayısı aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\text{iyot sayısı} = (V_{\text{kör}} - V_{\text{numune}}) \cdot 10^{-3} \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-} \cdot \frac{\text{M mol S}_2\text{O}_3^{2-}}{1 \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-}} \cdot \frac{1 \text{ mol I}_2}{2 \text{ mol S}_2\text{O}_3^{2-}} \cdot \frac{253,8 \text{ g I}_2}{1 \text{ mol I}_2} \cdot \frac{100 \text{ g numune}}{\text{m g numune}}$$

Kullanılacak numune miktarı belirlenirken yağın tahmini iyot sayısına bakılmalıdır çünkü yağın iyot sayısı ne kadar büyükse aynı miktar numune için kullanılması gereken Wijs çözeltisi miktarı da artacaktır. Bu nedenle iyot sayısı büyük olan yağlardan daha az numune alınır. Analiz edilecek yağın tahmini iyot sayısına göre kullanılacak numune miktarı Tablo 7.6'ya göre belirlenir.

Tablo 7.6: Yağın Tahmini İyot Sayısına Göre Kullanılacak Numune Miktarı

TAHMİNİ İYOT SAYISI	NUMUNE MİKTARI (g)
0-5	3
5-20	1
21-50	0,6
51-100	0,3
101-150	0,2
151-200	0,15



Analizde kullanılacak CCl_4 saf olmalı, içinde oksitlenebilecek madde bulunmamalıdır. Oksitlenebilecek madde varlığı, 10 mL CCl_4 içine doymuş 1 mL $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ çözeltisi ve 2 mL derişik H_2SO_4 ilavesiyle anlaşılabilir. Oksitlenebilecek madde varsa karışımın rengi yeşile döner.



ÖRNEK

Zeytinyağında iyot sayısı analizi yapmak için 0,3016 g numune tartılıp üzerine 15 mL CCl_4 ilave edilerek çözülene kadar çalkalanıyor. Üzerine 20 mL Wijs çözeltisi eklendikten sonra erlenin kapağı kapatılıp çalkalanıyor ve karanlık bir yere konuyor. Kör numune olarak başka bir erlene 15 mL CCl_4 konup üzerine 20 mL Wijs çözeltisi ekleniyor ve çalkalanıp numune ile aynı karanlık ortamda bekletiliyor. 1 saat bekledikten sonra her ikisine de 20 mL %10'luk KI ve 100 mL saf su eklenip karıştırılıyor. 10 dakika bekledikten sonra 0,1025 M ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile her iki erlendeki çözelti de ayrı ayrı titre ediliyor. Kör çözeltinin titrasyonunda 30,6 mL tiyosülfat, numune çözeltisinin titrasyonunda 11,1 mL tiyosülfat çözeltisi harcanıyor.

Buna göre numunedeki iyot sayısı kaçtır? Bulunan sonucu zeytinyağının saflığı açısından yorumlayınız. ($I_2 = 253,8$)



ÇÖZÜM

$$V_{\text{kör}} - V_{\text{numune}} = 30,6 - 11,1 = 19,5 \text{ mL} = 19,5 \cdot 10^{-3} \text{ L}$$

$$\text{Numune kütlesi (m)} = 0,3016 \text{ g}$$

$$\text{İyot sayısı} = (V_{\text{kör}} - V_{\text{numune}}) \cdot 10^{-3} \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-} \cdot \frac{\text{M mol S}_2\text{O}_3^{2-}}{1 \text{ L S}_2\text{O}_3^{2-}} \cdot \frac{1 \text{ mol I}_2}{2 \text{ mol S}_2\text{O}_3^{2-}} \cdot \frac{253,8 \text{ g I}_2}{1 \text{ mol I}_2} \cdot \frac{100 \text{ g}}{\text{m g}}$$

$$\text{İyot sayısı} = 19,5 \cdot 10^{-3} \cdot \frac{0,1025 \cdot 253,8 \cdot 100}{2 \cdot 0,3016} = \mathbf{84,09}$$

Bulunan iyot sayısı, zeytinyağı için normal aralıkta olduğundan numuneye başka bir yağ türünün katıldığı bu analizden söylenemez.



SIRA SİZDE

Ayçiçeği yağında iyot sayısı analizi yapmak için 0,2 g numune tartılıp üzerine 15 mL CCl_4 ilave edilerek çözülene kadar çalkalanıyor. Üzerine 20 mL Wijs çözeltisi eklendikten sonra erlenin kapağı kapatılıp çalkalanıyor ve karanlık bir yere konuyor. 1 saat bekledikten sonra 20 mL %10'luk KI ve 100 mL saf su eklenip karıştırılıyor. Kör çözelti için de aynı işlemler yapılıyor. 10 dakika kadar beklenip 0,1 M ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile her iki erlendeki çözelti de ayrı ayrı titre ediliyor. Kör çözeltinin titrasyonunda 25,8 mL numune çözeltisinin titrasyonunda 6,8 mL tiyosülfat çözeltisi harcanıyor.

Buna göre analiz edilen ayçiçeği yağının iyot sayısı kaçtır? ($I_2 = 253,8$)



6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Yağda İyot Sayısı Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Ayçiçeği yağındaki iyot sayısını Wijs çözeltisi kullanarak belirlemek.

Araç Gereç: Erlen, 20 mL'lik pipet, 100 mL'lik mezür, pastör pipeti, hassas terazi, büret, spor düzeneği.

Kimyasal Maddeler: Ayçiçeği yağı numunesi, CCl_4 , Wijs çözeltisi, %10'luk KI çözeltisi, ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi, indikatör nişasta çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Hassas terazi üzerine bir erleni yerleştirip sıfırlayınız.
3. Pastör pipeti yardımı ile erlene uygun kütlede numune ilave ediniz. Numune kütleini kaydediniz (m).
4. Erlene 20 mL CCl_4 ilave edip çalkalayarak yağın çözünmesini sağlayınız.
5. İkinci erlene 20 mL CCl_4 koyunuz.
6. Her iki erlene de 20 mL Wijs çözeltisi ekleyip hafifçe çalkaladıktan sonra karanlık bir yere koyunuz, 1 saat bekleyiniz.
7. Büreti ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile doldurup sıfırlayınız. Spor düzeneğine yerleştiriniz.
8. Erlendeki çözeltiliye bulanık sarı oluncaya kadar büretten $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ilave ediniz. Bulanık sarı olduğunda üzerine nişasta çözeltisi ekleyiniz. Mavi renk süt beyazına dönünceye kadar titrasyona devam ediniz. Titrant hacmini kaydediniz (V_{numune}).
9. Aynı şekilde kör çözeltiyi titre ediniz. Titrant hacmini kaydediniz ($V_{\text{kör}}$).
10. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Analiz ettiğiniz yağın iyot değerini hesaplayınız.
2. Nişasta çözeltisi ilave edildiğinde neden mavi renk aldığını açıklayınız.

1. soru 80, 2. soru 20 puan üzerinden değerlendirilecektir.



7.2.7. Meyve ve Sebze Mamullerinde Askorbik Asit Analizi



Görsel 7.6: C vitamini açısından zengin besinler

Halk arasında C vitamini olarak bilinen askorbik asit oldukça önemli bir besin bileşimidir. Doku onarımında, kollajen üretiminde, bağışıklık sisteminin işleyişinde önemli görevleri olan bir kimyasaldır. Çoğu enzimin işleyişi için önemlidir. Greyfurt, portakal, limon, biber gibi besinler C vitamini açısından zengindir (Görsel 7.6).

C vitamini eksikliği ile ilişkili olduğu bilinen en önemli hastalık **iskorbüt** adıyla bilinir. Bu hastalık deride lekeler, iyileşmeyen yaralar, diş etlerinin aşırı çekilmesi ve diş kaybı, depresiflik gibi belirtiler gösteren ölümcül bir hastalıktır ancak belirtiler görüldükten sonra dahi günlük belli dozlarda C vitamini alımıyla tedavi edilebilmektedir.

Birçok hayvan glikozdan askorbik asit sentezleyebilmektedir ancak insanlar, maymunlar, bazı yarasalar bu vitamini beslenme ile almak zorundadır. Askorbik asit kolayca yükseltgenebildiği için antioksidan (indirgen) özellik gösterir. Yükseltgenmesi ile dehidroaskorbik asit bileşiği oluşur. Ortamın asidik olması ile askorbik asit yükseltgenmeye karşı dirençli hâle gelir.

Spektrofotometrik metotta belirli miktarda 2,6-diklorofenolindofenol (DCPIP) içeren çözeltiliye farklı miktarlarda askorbik asit eklenmesi sonucu hazırlanan çözeltilerin absorbanları ölçülüp kalibrasyon grafiği çizilir. Bu yöntemde askorbik asit derişimi arttıkça çözeltinin absorbanı azalır.

Volümetrik yöntemde ise metafosforik asitli ortamda askorbik asit içeren çözeltinin standart DCPIP ile titrasyonu ile kaç mg askorbik asit içerdiği belirlenir. DCPIP'nin standardizasyonu (ayarlama) 1 mg askorbik asidin eşdeğeri olan DCPIP çözeltisinin hacmini titrasyonla belirleyerek yapılır. DCPIP çözeltisi soğukta 10 gün kadar kalabilir ancak ayarlama işlemi analizin yapılacağı her gün tekrar yapılmalıdır.

Analiz için askorbik asidin numuneden ekstrakte edilmesi gerekir. Askorbik asit suda iyi çözündüğü için suyla ekstrakte edilebilir ancak nötral ve bazik ortamda hava oksijeni askorbik asidi yükseltgeyebilir. Düşük pH'larda askorbik asit hava oksijeni ile yükseltgenmeye karşı daha kararlı olduğu için metafosforik asit veya oksalik asit gibi zayıf bir asit çözeltisi ile ekstraksiyon yapılmalıdır. Standart askorbik asit çözeltisi de aynı zayıf asit çözeltisi ile hazırlanmalıdır.

Numunenin Hazırlanması

Katı hâlde bir maddeden numunenin hazırlanması aşağıdaki gibi yapılır.

- Analiz edilecek maddeyi tamamen temsil edecek şekilde 200 g kadar numune öğütücüye konur. Hava oksijeni ile yükseltgenmesini önlemek için numuneyle aynı miktarda %6'lık oksalik asit ($H_2C_2O_4$) veya m-fosforik asit (HPO_3) çözeltisi eklenir.
- Homojen bir püre hâline gelinceye kadar öğütücüde çekilir.



- Öğütücüdeki karışımdan 20 g kadar alınıp %3'lük oksalik asit veya m-fosforik asit çözeltisi yardımı ile seyreltilerek 100 mL'lik balon jøjeye aktarılır. Aynı asit çözeltisi ile ölçü çizgisine kadar doldurulur. Çalkalanıp bir süre askorbik asidin ekstrakte olması için beklenir ve süzgeç kâğıdıyla süzülür.

Meyve suyu gibi sıvı bir maddede analiz yapılacaksa doğrudan 20 mL örnek alınıp 100 mL'lik balon jøjeye aktarılır. %3'lük asit çözeltisi ile ölçü çizgisine kadar doldurulur. Çalkalanıp bir süre askorbik asidin ekstrakte olması için beklenir ve süzgeç kâğıdıyla süzülür.

Analizde Kullanılan Çözeltiler

Askorbik asit analizinde kullanılan çözeltiler ve bu çözeltilerin hazırlanma şekilleri aşağıda verilmiştir.

%3'lük ve %6'lık Oksalik Asit veya m-fosforik Asit Çözeltisi: Tüm analizde aynı asit çözeltisi kullanılmalıdır.

2,6-Diklorfenolindofenol (Boya) Çözeltisi: (DCPIP) 50 mg 2,6-diklorfenolindofenol bileşiği veya sodyum tuzu tartılıp 50 mL sıcak suda çözülür. Üzerine 42 mg NaHCO₃ eklenir. Saf su ile hacim 200 mL'ye tamamlanır. Süzülüp renkli bir şişeye doldurulur. Buzdolabında 10 güne kadar saklanabilir.

Standart Askorbik Asit Çözeltisi: 200 mg/L olacak şekilde hazırlanır. 10 mg askorbik asit 50 mL'lik balon jøjeye alınır. Üzerine %3'lük oksalik asit veya m-fosforik asit çözeltisi (analizde hangisi kullanılıyorsa) eklenip çözüldükten sonra aynı çözelti ile ölçü çizgisine kadar doldurulur.

Titrant (Boya) Çözeltisinin Standardize Edilmesi (Ayarlanması)

Bürete 2,6-diklorfenolindofenol çözeltisi doldurulup sıfır ayarı yapılır. Bir erlene 5 mL standart askorbik asit çözeltisi konup üzerine 5 mL %3'lük oksalik asit veya m-fosforik asit eklenir. Bu çözeltide 1 mg askorbik asit bulunmaktadır. Çözelti, titrantla pembe renk kalıcı hâle gelinceye kadar titre edilir. Bu titrasyondaki sarfiyat (V_s) 1 mg askorbik aside eşdeğer titrant hacmini verir. Boya çözeltisi için titrasyon faktörü (çarpanı)

$$F = \frac{1}{V_s}$$

olur. Titrant çözeltisi 10 güne kadar saklanabilse de aynı çözelti kullanılarak farklı analizler yapılacaksa her gün yeniden standardizasyon yapılmalıdır.

Numunenin Titrasyonu

Numuneden hazırlanmış çözeltilerden 20 mL kadar bir erlene alınır. Standardize edilmiş titrantla pembe renk kalıcı oluncaya kadar titre edilir (V). Titre edilen çözeltideki askorbik asit miktarı titrasyon çarpanından yararlanarak aşağıdaki gibi bulunur.

$$m(\text{askorbik asit}) = V.F = \frac{V.1}{V_s}$$

Numune çözeltisinin hazırlanması sırasındaki seyreltme faktörü dikkate alınarak titre edilen çözeltideki numune miktarı (W) ile numunedeki askorbik asit derişimi belirlenir.



ÖRNEK

Yeşil biberdeki C vitamini analizi, volümetrik yöntemle yapılmak isteniyor. Bunun için çekirdekleri çıkartılmış 100 g biber tartılıp öğütücüye konuyor. Üzerine 100 g kadar oksalik asit çözeltisi eklenip iyice homojen hâle getiriliyor. Bu karışımdan 20 g alınıp 100 mL'lik balon jofeye aktarılıyor. %3'lük oksalik asit ile ölçü çizgisine kadar doldurulup ekstrakte edildikten sonra süzülüyor. Bu çözeltilerden alınan 10 mL'lik kısım 12,4 mL standardize edilmiş 2,6-diklorofenolindofenol çözeltisi ile titre ediliyor.

Standart askorbik asit çözeltisi için harcanan titrant hacmi 8,9 mL olduğuna göre biberde askorbik asit derişimi kaç mg/100 g bulunur?



ÇÖZÜM

Numune çözeltisi hazırlanırken eşit kütlede alınan numune-asit çözeltisi karışımının 20 gramı alınıp 100 mL hacme tamamlandığı için 100 mL numune çözeltisinde 10 g numune bulunmaktadır. Bu çözeltilerden 10 mL alınıp titre edildiğine göre bu çözeltilerde bulunan numune miktarı aşağıdaki gibi belirlenebilir.

100 mL çözeltilerde 10 g numune bulunuyor.

10 mL çözeltilerde W g numune bulunur.

$$W = 10 \cdot 10 / 100 = 1 \text{ g numune bulunur.}$$

Numunede bulunan askorbik asit miktarı, standart çözelti ile harcanan titrant miktarına oranlanarak aşağıdaki gibi bulunabilir.

1 mg askorbik asit 8,9 mL titrant

m mg askorbik asit 12,4 mL titrant

$$m = 12,4 / 8,9 = 1,39 \text{ mg askorbik asit olur.}$$

1 g numunede 1,39 mg askorbik asit bulunuyorsa

100 g numunede X g askorbik asit bulunur.

$$X = 100 \cdot 1,39 = 139 \text{ mg askorbik asit/100 g biber bulunur.}$$

Askorbik asit miktarı yukarıdaki orantıların birleştirilmesinden elde edilen titrimetrik faktörün kullanılmasıyla aşağıdaki gibi hesaplanabilir.

$$\text{Askorbik asit kütlesi} = V \cdot F = \frac{V \cdot 1}{V_s}$$

m mg askorbik asit = 12,4 mL titrant . 1 mg askorbik asit/8,9 mL titrant = 1,39 mg askorbik asit

Askorbik asidin derişimi = 1,39 mg askorbik asit/(1 g numune).100=139 mg askorbik asit/100 g biber.





SIRA SİZDE

Sıkma portakal suyunda C vitamini analizi yapmak için 20 mL numune üzerine %3'lük m-fosforik asit çözeltisi ilave edilmesiyle hazırlanan 100 mL çözeltiden alınan 10 mL kısım 2,6-diklorofenolindofenol çözeltisinin 9,1 mL'si ile titre ediliyor.

Standart askorbik asit çözeltisinin titrasyonunda 8,6 mL titrant harcandığına göre portakal suyunda askorbik asit derişimi kaç mg/100 mL'dir?

7. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Gıdada Askorbik Asit Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Meyvede bulunan askorbik asit miktarını volümetrik yöntem ile belirlemek.

Araç Gereç: Analitik terazi, meyve bıçağı, öğütücü, 100 mL'lik balon joje, erlen, büret, beher, spor düzeneğı, spatül, baget.

Kimyasal Maddeler: Meyve numunesi, %3'lük oksalik asit çözeltisi, %6'lık oksalik asit çözeltisi, standart askorbik asit çözeltisi (200 mg/L), 2,6-diklorofenolindofenol çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Meyveyi büyük dilimler hâlinde doğrayıp 200 g tartınız.
3. Tarttığınız meyve dilimlerini öğütücüye alınız.
4. Meyve numunesi ile eşit kütlede %6'lık oksalik asit çözeltisini öğütücüye ekleyiniz.
5. 2 dakika kadar öğütücüyü çalıştırarak homojenize bir püre hâline gelmesini sağlayınız.
6. Behere bir miktar %3'lük oksalik asit çözeltisi koyup analitik teraziye yerleştiriniz, teraziye sıfırlayıp üzerine hazırladığınız püreden ekleyerek 10 g tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz (W).
7. Bagetle karıştırarak pürenin olabildiğince dağılmasını sağlayınız. Karışımı 100 mL 'lik balon jojeye aktarınız. Ölçü çizgisine kadar %3'lük oksalik asit çözeltisi ile doldurunuz.
8. Büreti 2,6-diklorofenolindofenol çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yapınız.
9. Boş bir erlene 5 mL standart askorbik asit çözeltisi koyup üzerine %3'lük oksalik asit çözeltisi ilave ediniz.
10. Erlendeki çözeltiyi titre ediniz. Titrasyonda harcanan titrant hacmini not ediniz (V_s).
11. İkinci bir erlene numuneden 10 mL alıp titre ediniz. Titrant hacmini not ediniz (V).
12. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.



7. ÖĞRENME BİRİMİ

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiğiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluğa yanıtlayınız.

1. Titrant çözeltisinin titrasyon faktörünü ($F=1/V_s$) hesaplayınız.

2. Meyve numunesinde askorbik asit derişimini mg/100 g meyve olarak hesaplayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

7.2.8. Sirkede Toplam Asitlik Analizi



Görsel 7.7: Elma sirkesi

Yemeklerde ve salatalarda çok tercih edilen sirke temizlik sektöründe de kullanılır. İçinde asetik asit (CH_3COOH) bulunduran sirke üzüm, elma, alıç, ayva gibi meyvelerden elde edilebilmektedir (Görsel 7.7). Beslenme amaçlı tüketilen sirkenin içinde %4-%5 oranında asetik asit bulunmalıdır. Bu nedenle sirkede toplam asitlik analizleri yapılır.

Belirli miktarda alınan sirke numunesi fenolftalein indikatörlüğünde ayarlı NaOH çözeltisi ile titre edilir. Toplam asitlik, asetik asit cinsinden

$$M_{\text{asit}} \cdot V_{\text{asit}} \cdot z_{\text{asit}} = M_{\text{baz}} \cdot V_{\text{baz}} \cdot z_{\text{baz}}$$

eşitliği ile hesaplanır.

Molariteden mol sayısı bulunur ve 100 mL de gram cinsinden asetik asit miktarı tespit edilir.

M_{asit} : asidin molaritesi

M_{baz} : bazın molaritesi

V_{asit} : asidin hacmi

V_{baz} : bazın hacmi

z_{asit} : asidin değeriği

z_{baz} : bazın değeriği

Asetik asitin kütle/hacimce yüzdesi 100 mL (0,1 L) sirkedeki kütesine eşittir. Asetik asit 60 g/mol olduğundan aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\%(m/V) \text{ asetik asit} = M \cdot 0,1 \cdot 60$$



ÖRNEK

5 mL sirke örneği bir erlene alınarak üzerine birkaç damla fenolftalein indikatörü ilave ediliyor. 0,12 M ayarlı NaOH çözeltisinin 26 mL'si ile titre ediliyor.

Titrasyon sonunda sirkedeki toplam asetik asit miktarı kütle-hacimce (g/100 mL) yüzde kaçtır? (CH_3COOH : 60)



ÇÖZÜM

$$M_{\text{asit}} \cdot V_{\text{asit}} \cdot z_{\text{asit}} = M_{\text{baz}} \cdot V_{\text{baz}} \cdot z_{\text{baz}}$$

Eşitliği kullanılarak değerler yerine yazıldığında

$$M_{\text{asit}} \cdot 5 \cdot 1 = 0,12 \cdot 26 \cdot 1$$

$$M_{\text{asit}} = 0,624 \text{ molar bulunur.}$$

$$\% \left(\frac{m}{V} \right) \text{ asetik asit} = M \cdot 0,1 \cdot 60$$

$$\% \left(\frac{m}{V} \right) \text{ asetik asit} = 0,624 \cdot 0,1 \cdot 60$$

$$\% \left(\frac{m}{V} \right) \text{ asetik asit} = 3,744$$

Numunede kütle/hacimce 3,744 g/100 mL asetik asit bulunur.



SIRA SİZDE

Bir miktar üzüm sirkesine toplam asitlik miktarı analizi yapılmak isteniyor. 5 mL sirke numunesi alınarak fenolftalein indikatörlüğünde 0,1 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. Çözelti kalıcı pembe renge ulaştığında titrasyon sonlandırılıyor ve büretten 42 mL sarfiyat okunuyor.

Numunedeki toplam asitlik miktarı kütle/hacimce (g/100 mL) yüzde kaçtır? (CH_3COOH : 60)



8. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

Sirkede Toplam Asitlik Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız.

Amaç: Sirke numunesindeki asetik asit derişimini belirlemek.

Araç Gereç: Büret, spor düzeneđi, erlen, beher, piset, mezür, pipet.

Kimyasal Maddeler: Sirke numunesi, ayarlı 0,1 M NaOH çözeltisi, fenolftalein indikatörü, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Erlene 20 mL sirke koyunuz.
3. Üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü damlatınız.
4. Titrasyon düzeneđini kurunuz.
5. Temiz bir bürete NaOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
6. Çözelti pembe renk alıncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
7. Harcanan NaOH miktarını büretten okuyarak sarfiyatı kaydediniz.
8. Deney sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Uygulamadan elde ettiđiniz veriler doğrultusunda aşağıdaki soruları verilen boşluđa yanıtlayınız.

1. Numunenizdeki asetik asit derişimini molarite cinsinden hesaplayınız.
2. Numunenizdeki asetik asit derişimini %(m/V) cinsinden hesaplayınız.

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

- 3,24 g peynir numunesinde kuru madde analizi yapılıyor.
Analiz sonunda nem miktarının 1,12 g olduğu tespit edildiğine göre numunedeki kuru madde yüzdesi kaçtır?
A) 11,2 B) 32,4
C) 34,57 D) 65,43
E) 69,23
- Mandıradan süt alan Burçak sütün içine su katılıp katılmadığını anlamak için analiz yaptırmak istiyor.
Buna göre aşağıda verilen analizlerden hangisini yaptırmalıdır?
A) Asit B) Nem
C) Protein D) Tuz
E) Yağ
- I. Suda kolayca çözünür.
II. İnsan vücudu sentezleyemez, besin yoluyla alır.
III. Nötral ve bazik ortamda oksijenle kolayca yükseltgenir.
Askorbik asit (C vitamini) ile ilgili verilen ifadelerden hangileri doğrudur?
A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III
- Aşağıdakilerden hangisi gıdalara analiz yapılmasının nedenlerinden biri olamaz?
A) İnsan sağlığını tehlikeye atacak madde içeriği
B) Ağır metal ve miktarı tespiti
C) Gıda içeriğinin standartlara uygunluğu
D) Ekonomik olarak uygun pazar arayışı
E) Mikrobiyolojik risklerin tespiti

- I. Azot oranının proteinlerde sabit olmasından yola çıkarak türetilmiştir.
II. Organik maddelerin arjantometrik titrasyonu ile gerçekleşir.
III. Proteinlerdeki azotun amonyağa dönüştürülmesi temeline dayanır.
Kjeldahl yöntemi ile ilgili yukarıda verilen ifadelerden hangileri doğrudur?
A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III
- Bazı yağ türlerindeki yaklaşık iyot sayısı değerleri
Zeytinyağı : 75-95
Ayçiçeği yağı: 120-145
Mısır yağı: 105-135
şeklindedir.
Bir sıvı yağ numunesine iyot sayısı analizi yapılmış ve 79 değeri bulunmuştur.
Buna göre numune ile ilgili aşağıda verilen bilgilerden hangisi doğru olabilir?
A) Ayçiçeği yağıdır.
B) Zeytinyağıdır.
C) Ayçiçeği ve mısır yağı karışımıdır.
D) Mısır yağıdır.
E) Ayçiçeği, mısır ve zeytinyağı karışımıdır.
- Peynirde tuz analizi yapmak için pratikliğinden dolayı en çok tercih edilen yöntem hangisidir?
A) Arjantometri B) Gravimetri
C) İyodometri D) Kondüktometri
E) Permanganometri



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

B) Aşağıdaki açıklama doğrultusunda verilen soruları ilgili boşluklara yanıtlayınız.

Köy ürünleri satan bir pazardan peynir, sirke ve zeytinyağı satın alan kimyager Şirin, aldığı ürünlere çeşitli analizler yapmak istiyor. Peynirden arjantometrik yöntemle tuz analizi, sirkeden asetik asit analizi ve zeytinyağından toplam asit analizi için numune hazırlıyor.

1) 1,82 gram peynir numunesinden elde ettiği süzüntüye 1-2 damla K_2CrO_4 indikatörü ekliyor. Karışımı 0,0998 M ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediyor. Kırmızı renk oluştuğunda harcanan titrant hacmini büretten 19 mL olarak okuyor.

Şirin, hesaplamalar sonucunda peynirdeki tuz miktarını yüzde kaç bulmuştur? (NaCl: 58,5)

2) 10 mL sirke numunesini bir erlene alarak üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü ekliyor. 0,502 M ayarlı NaOH çözelti ile titrasyonu sonucu pembe renk oluştuğunda büretten 14 mL titrant harcadığını görüyor.

Analiz sonunda Şirin, sirkedeki asetik asit miktarını kütle/hacimce % kaç bulmuştur? (CH_3COOH : 60)

3) 2,13 gram zeytinyağı numunesini etil alkol-eter karışımında çözüyor. Elde ettiği çözeltiyi 0,014 M ayarlı KOH çözeltisi ile fenolftalein indikatörlüğünde titre ediyor. Pembe renk oluştuğunda sarfiyatı 1,6 mL olarak okuyor.

Buna göre Şirin, oleik asit cinsinden zeytinyağında toplam asitlik yüzdesini kaç bulmuştur? (Oleik asit: 282,46)



A	Absorbans	- Belli dalga boyundaki ışığın soğurucu ortamdan geçtikten sonraki şiddetinin geçmeden önceki şiddetine oranının logaritması, optik yoğunluk, soğurganlık.
	Absorpsiyon	- Saydam bir maddenin elektron konfigürasyonuna bağlı olarak içinden geçen belli dalga boyundaki ışığı soğurması.
	Ağartıcı	- Renk verici kimyasalları çoğunlukla yükseltgeyerek bozan, kumaşın beyazlamasını sağlayan kimyasal madde.
	Aktivasyon enerjisi	- Kimyasal reaksiyonlarda reaktif türlerin ürünlere dönüşebilmesi için sahip olmaları gereken minimum kinetik enerji.
	Alev fotometresi	- Alevde uyarılan bir maddenin belirli dalga boyunda yaydığı ışımının şiddetini ölçen laboratuvar cihazı.
	Alg	- Su yosunu. Çoğunlukla klorofil bulundursa da bitki olarak sınıflandırılmayan tek veya çok hücreli canlı grubu.
	Alkali	- pH değerleri 7.0' den büyük olup asitlerle tuz oluşturabilen ve sulu çözeltileri acı tat veren kimyasal maddelerin genel adı, baz.
	Alkalinite	- Bir maddenin alkali reaksiyon gösterme durumu veya derecesi.
	Alken	- Molekülünde, karbon atomları arasında ikili bağ içeren doymamış hidrokarbon sınıfı bileşik.
	Alkil	- Alkanların yapısında bulunan bir hidrojen atomunun kopması sonucunda oluşan köklerin genel adı.
	Amfoterik	- Ortamın pH derecesine göre bir bileşiğin hem bazik hem asidik olmak üzere iki taraflı iyonize olma durumu.
	Analit	- Nitel ya da nicel analizi yapılan madde.
	Anorganik madde	- Karbonatlar, siyanürler ve birkaç basit karbon bileşikleri hariç karbon içermeyen, çoğunlukla bitki ve hayvan kaynaklı maddelerin dışında kalan kimyasal madde.
	Anyon	- Eksi elektrik yükü taşıyan atom ya da atom grubu.
	Anyonik	- Anyon özelliği gösteren.
	Azot fiksasyonu	- Atmosferdeki elementel azotun, azot kullanan bakterilerce indirgenmiş forma dönüştürülmesi.
	Beton	- Çimentonun su yardımıyla kum, çakıl vb. maddelerle karışması sonucu oluşan sert, dayanıklı, bağlayıcı yapı malzemesi.
	Biyobozunur	- Çeşitli mikroorganizmalar veya enzimler tarafından biyolojik yollarla yıkıma uğrayan ve doğal bileşenlerine ayrılan, sonra tekrar doğadaki bu döngüye katılabilen.
	Bozunmak	- Birleşik bir maddenin daha yalın bileşiklere veya bileşenlere tek yönlü olarak ayrılması.
B	Bronsted- Lowry asidi	- Bir kimyasal tepkimede proton (H^+ iyonu) veren madde.
	Bronsted- Lowry bazı	- Bir kimyasal tepkimede proton (H^+ iyonu) alan madde.
	Bulanıklık	- Bir çözeltinin, içerdiği askıda kalan katı partiküller nedeniyle saydamlığını yitirmesi durumu.
	Bütirometre	- Süt ve ürünlerinde yüzde yağ miktarının belirlenmesinde kullanılan özel cam malzeme.



C Ç	C vitamini	- Metabolizma sırasında oksidasyon ve redüksiyon reaksiyonlarının düzenlenmesini sağlayan, eksikliği bağ dokusunda bozulmalara neden olan, meyve ve sebzelerde bulunan, suda eriyen bir vitamin.	
	Cam	- Soda veya potas katılmış silisli kumun ateşte eritilmesiyle yapılan sert, saydam ve çabuk kırılır cisim.	
	Çimento	- Killi kalkerleri özel fırınlarda pişirip ezmekle elde edilen, çamuru çarçabuk katlaşıp sertleşen ve yapılarda harç malzemesi olarak kullanılan kül renginde veya beyaz toz.	
	Çözünürlük çarpımı	- Doymun bir çözeltide, çözünen iyonlarının derişimlerinin çarpımı.	
	Cüruf	- Tamamen saf olmayan metaller eritildiği zaman yoğunluk farkı nedeniyle yüzeyde biriken daha hafif metallere verilen isim.	
	Dalga boyu	- Birbirini takip eden iki dalganın özdeş noktaları arasındaki uzaklık.	
	Damıtma	- Sıvı karışımlardaki bileşenleri, kaynama noktaları arasındaki farktan yararlanarak buharlaştırıp, yeniden yoğunlaştırma yoluyla birbirlerinden ayırma ve arıtma.	
D	Dekstrin	- Nişastanın kısmi parçalanışı sırasında oluşan küçük zincirli bir karbonhidrat.	
	Desikatör	- İçine nem tutucu maddeler konulan ve kurutma dolabında kurutulan örneklerin havanın nemini almadan soğuması için kullanılan kapaklı cam kap.	
	Destilat	- Damıtma yöntemiyle elde edilen sıvı.	
	Deterjan	- Petrol türevlerinden elde edilen, temizleme özelliği bulunan, toz, sıvı veya krem durumunda olabilen kimyasal madde.	
	Dezenfektan	- Canlı ve cansız yüzeylerde hastalık yapma özelliği olan bakteri, virüs vb. mikroorganizmaları kırma özelliği olan kimyasal madde.	
	Dispersiyon	- Dağıtıcı bir ortam içinde koloidal boyuttaki partiküllerin dağılması.	
		Dolomit	- Magnezyum karbonat ve kalsiyum karbonat bileşiklerini içeren bir tür mineral, kayaç.
	E	Ekoloji	- Canlıların hem kendi aralarındaki hem de çevreleriyle olan ilişkilerini tek tek veya birlikte inceleyen bilim dalı, çevre bilim.
Ekstraksiyon		- Bir çözelti ya da süspansiyon içindeki inorganik veya organik bir maddeyi başka çözücü yardımıyla ayırma işlemi.	
Emisyon		- Uyarılmış bir atom veya molekülden, daha düşük enerjili seviyelere geçerken elektromanyetik dalga şeklinde enerji yayılması.	
Ester		- Organik asitlerle alkollerin aralarından bir su molekülü ayrılması sonucunda verdikleri madde.	
Etanol		- Renksiz, uçucu, saydam organik bir sıvı, etil alkol.	
Etilen		- Yanıcı, renksiz, az kokulu, karbon ve hidrojen birleşiminden oluşan organik madde.	
Etüv		- Laboratuvarlarda, normal veya düşük basınç altında, kontrollü ısı uygulayabilen aygıt.	



F	Feldspat:	- Potasyumlu, sodyumlu ve kalsiyumlu olmak üzere üçe ayrılan en önemli silikatlı mineral grubu.
	Fenotip	- Bir organizmanın hem genetik hem de dış etkenlerin etkisiyle ortaya çıkan özelliklerinin tümü.
	Fermantasyon	- Mayalanma.
	Fotokimya	- Işık etkisiyle oluşan kimyasal tepkimeleri inceleyen bilim dalı.
	Fotosentez	- Klorofil bulunduran bitki ve alg gibi canlıların ışıkta basit birleşiklerinden karmaşık yapıları organik moleküller üretmesi.
	Fruktoz	- Balda ve tatlı meyvelerin çoğunda bulunan bir şeker türü.

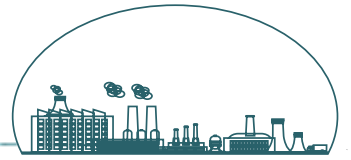
G	Galvanik hücre	- Kimyasal enerjiyi elektrik enerjisine çeviren elektrokimyasal hücre türü, pil.
	Geçici sertlik:	- Sudaki kalsiyum ve magnezyum bikarbonat tuzlarından ileri gelen, kaynatma ile giderilebilen sertlik.
	Gen	- Canlıların fiziksel ve biyokimyasal yapısını belirleyen DNA bölümü.
	Gıda	- Bir organizmanın beslenme amacıyla tükettiği madde, besin.
	Glikoz	- Karbon, hidrojen ve oksijenden oluşan, doğal olarak meyvelerde ve balda bulunan, nişastanın seyreltik bir asitle hidroliz olması sonunda yapay yolla da elde edilebilen, kristal hâlindeki şeker.
	Gliserol	- Lipitlerin yapısında bulunan üç karbonlu polialkol, gliserin.
	Gut	- Kanda ürik asit düzeyinin yükselmesi sonucunda eklemlerde urat birikiminin neden olduğu, nöbetler hâlinde şiddetli eklem ağrıları ile belirgin metabolik hastalık.
	Gübre	- Bitkinin beslenmesinde gerekli olan kimyasal elementleri sağlamak için toprağa ilave edilen herhangi bir madde.

H	Hidratasyon	- Suda çözülmüş bir kimyasal türün su molekülleri tarafından sarılması.
	Hidrat suyu:	- Bazı maddelerin yapısında molekül hâlinde bulunan su.
	Hidrofil	- Bir madde veya molekülün bir kısmının suya yüksek ilgisi olması, suda çözünmesi, suyla karışması ya da ıslanma eğiliminde bulunma özelliği.
	Hidrofob	- Bir bileşiğin, suyla yeterince reaksiyona girmeyen, suda az çözünen ya da hiç çözünmeyen grubu.
	Hidrolik bağlayıcı	- Havada ve suda sertleşme özelliği olan ve suda çözünmeyen bağlayıcı maddeler.
	Hidroliz	- Su ile tepkimeye giren bir molekülün, bir kısmına hidroksil diğer bir kısmına hidrojen katımı ile kendisini oluşturan moleküllere ayrılması.
	Higroskopik madde	- Bulunduğu ortamdan hızla nem çekme eğilimi olan ve nemi bünyesinde tutan madde.

i	İndikatör	- Bir çözelti ortamının kimyasal durumuna göre renk değiştirip analizlerde tepkimenin tamamlandığını anlamak için ortama eklenen madde, gösterge.
	İndirgenme	- Bir redoks tepkimesinde maddenin elektron alması olayı.
	İndirgen madde	- Girdiği kimyasal tepkimelerde elektron vererek yükseltgenen ve elektron verdiği maddenin indirgenmesine neden olan kimyasal madde.



i	İnert	-	Bulunduğu ortamdaki diğer maddelerle etkileşmeyen, kimyasal tepkimeye girmeyen madde.
	İskorbüt	-	C vitamini eksikliğine bağlı olarak gelişen dişetlerinde kanama, anemi, halsizlik, kol, bacak ve eklemlerde ağrılarla belirgin hastalık.
K	Kalıcı sertlik	-	Suda bulunan kalsiyum ve magnezyumun klorür, sülfat, nitrat vb. tuzlarından kaynaklanan, kaynatmayla giderilemeyen sertlik.
	Kalker	-	Deniz ve okyanus havzalarında, çözülmüş halde bulunan kirecin çökmesi ve taşlaşması sonucu oluşmuş madde, kireç taşı.
	Kaolin	-	Başta granit ve diğer magmatik/volkanik kayaların yerlerinde bozunmaları sonucu oluşan bir kil grubu.
	Katalizör	-	Kimyasal bir reaksiyonun gerçekleşmesi için gerekli olan aktivasyon enerjisini düşürerek reaksiyonun daha hızlı oluşmasını sağlayan ama kendisi bu reaksiyondan etkilenmeden çıkan ve çok kez aynı reaksiyonu katalizleyebilen organik veya inorganik moleküller.
	Katyon	-	Artı yüke sahip atom veya atom grubu.
	Katyonik	-	Katyon özelliği gösteren.
	Kazein	-	Sütün bileşiminde bulunan ve pıhtılaşmasında rol oynayan protein.
	Kırılma indisi	-	Işığın boşluktaki hızının bir ortamdaki hızına oranı.
	Kireçlenme	-	Kalsiyum, magnezyum veya tuzlarının birikmesi sonucunda görülen sertleşme.
	Klinker	-	Çimento yapımında fırından ezilmeden çıkan pişirme ürünü.
	Klorofil	-	Bitkiler ve bazı alglerde bulunan yeşil ışık dışındaki görünür ışık dalgalarını soğurarak fotosentez reaksiyonlarının gerçekleşmesini sağlayan molekül.
	Kohezyon	-	Aynı cins moleküller arasındaki çekim kuvveti.
	Kolloid	-	Organik veya inorganik 1-10 nanometre boyutunda çok küçük parçacıkların süzme işlemi ile bulunduğu sıvı ortamından uzaklaştırılmadığı bir dispersiyon türü.
	Kompleks bileşik	-	Merkez atom olarak bir ya da birden fazla metal atomu veya iyonu ve metale bağlı ligandlardan oluşan yapı.
	Konsantrasyon	-	Bir ortamda bulunan belirli bir maddenin kütle, hacim veya tanecik sayısının, içinde bulunduğu ortamın kütle, hacim veya tanecik sayısına oranı, derişim.
	Korozyon	-	Kimyasal aşınma.
	Kör çözelti	-	Spektrometre gibi cihazların sıfır ayarının yapılması için kullanılan çözelti.
	Kuvars	-	Kristal yapısında yüksek saflıktaki SiO ₂ .
	Kuvvetli asit	-	Sulu çözeltisinde tamamen iyonlaşan asit türü.
	Kuvvetli baz	-	Sulu çözeltisinde tamamen iyonlaşan baz türü.
Kül fırını	-	Bir maddenin inorganik bileşiklerinin oranını tespit edebilmek amacıyla yüksek sıcaklıklarda yakılmasını sağlayan laboratuvar cihazı.	



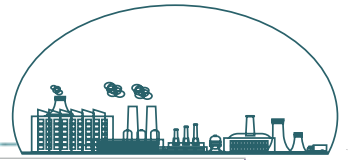
L	Ligand	-	Merkezi bir metale koordinasyon bağı ile bağlanan bir atom, iyon veya molekül.
	Lipit	-	Alkol, eter, kloroform, benzen gibi organik çözücülerde çözünen, suda çözünmeyen yağ veya yağa benzer maddelerle karakterize olan heterojen bir grup.
M	Mamul	-	Yapılmış, işlenmiş, imal edilmiş.
	Marn	-	Doğada bulunan kalker ve kilin karışımından oluşmuş kayaç.
	Metabolizma	-	Canlı organizmada veya canlı hücrelerde hareketi, enerjiyi sağlamak için oluşan, biyolojik ve kimyasal değişimlerin bütünü.
	Mikroorganizma	-	Gözle görülemeyen, mikroskopla görülebilen küçük canlı.
	Mineral	-	Normal sıcaklıkta doğada katı durumda birtakım maddelerle karışık veya birleşik olarak bulunan veya kimyasal yollarla elde edilen inorganik madde.
	Misel	-	Yüzey aktif maddelerin moleküllerinin veya iyonlarının kolloid boyutunda kümeleşmesi ile oluşan yapı.
	Modifikatör	-	Camı oluşturan bileşenlerin erime noktalarının düşmesini sağlayan madde.
	Molarite	-	Bir litre çözeltide çözünen madde miktarının mol cinsinden ifade edildiği derişim ölçüsü.
	Müsilaj	-	Hemen hemen tüm bitkiler ve bazı mikroorganizmalar tarafından üretilen zamksı yapışkan madde.
N	Nem	-	Havadaki su buharının niceliği.
	Noniyonik	-	Herhangi iyonik (elektrik yüklü) grup içermeyen madde.
	Nötralleşme	-	Asit ve baz arasında gerçekleşen tepkime sonucu tuz ve su oluşması.
O	Oksidasyon	-	Yükseltgenme.
	Organik madde	-	Genellikle canlı organizmalar tarafından üretilen madde karbon esaslı madde.
	Organizma	-	Ayrı ayrı görevleri olan organlar tarafından hayatsal olaylarını devam ettirebilen herhangi bir canlı varlık.
	Osmoz	-	Çözücü moleküllerini geçirip çözünen taneciklerini geçirmeyen bir zardan, çözücü moleküllerinin derişik çözelti tarafına geçişi.
	Osmotik basınç	-	Bir tarafta saf çözücü, diğer tarafta çözelti bulunan bir yarı geçirgen zardan çözücü moleküllerinin osmozla geçişini önlemek için ters yönde uygulanması gereken basınç.
	Ötrofikasyon	-	Bir su kaynağında bitki besin tuzlarının artışına bağlı olarak sucul bitkilerin aşırı çoğalmasıyla şekillenen kirlilik.
P	pH	-	Hidrojen derişiminin eksi logaritması olarak gösterilen bir tür asitlik derecesi.
	Pi bağı	-	Paralel p orbitallerinin elektronlarının yandan kaynaşması ile oluşan bir kovalan bağ türü.
	Pigment	-	Granüller veya kristaller hâlinde değişik kimyasal yapıdaki normal veya normal dışı, iç veya dış kaynaklı renkli ve renk verici maddeler.



P	Polietilen	-	Etilenin çeşitli yöntemlerle polimerleştirilmesinden elde edilen, dayanıklı, parlak, birçok kimyasal madde etkisiyle bozulmayan saydam madde.
	Polimerleşme	-	Küçük moleküllerin, kendi aralarında tepkimeye girerek daha yüksek molekül ağırlıklı büyük bir molekül oluşturması.
	Pomza	-	Boşluklu, süngerimsi, volkanik olaylar neticesinde oluşmuş, fiziksel ve kimyasal etkenlere karşı dayanıklı, gözenekli, camsı volkanik bir kayaç.
	Primer standart madde	-	Volümetrik analizde referans olarak kullanılan, çok yüksek saflıkta elde edilebilen madde.
	Priz	-	Su ile karıştırılıp hamur hâline getirilen çimentonun, havada veya suda yavaş yavaş katlaşması olayı.
	Protein	-	Doku hücrelerinin esas yapı öğelerinden birini oluşturan, vücudun gelişimi, vücut yapısının ve işlevlerinin devamı için gerekli olan, aminoasitlerin birleşmesinden oluşan azotlu bileşikler grubuna ait maddeler.
	Pyrex cam	-	Mekanik darbelere karşı direnç gösteren, yüksek sıcaklığa dayanıklı borosilikat camı.

R	Redüksiyon	-	İndirgeme.
	Referans elektrot	-	Potansiyeli kesin olarak bilinen, analizi yapılacak elektrot ile elektrokimyasal hücre oluşturarak analit potansiyelinin belirlenmesinde kullanılan elektrot.

S	Sabit tartıma getirme	-	Bir maddeyi bilinen bir bileşimde değişmez bir kütleye gelinceye kadar, ısıtma, kızdırma, soğutma ve tartma işlemlerine tutulması.
	Sabun	-	Kirli ve yağlı şeyleri temizlemekte kullanılan, türlü yağların alkaliler ile hidroliz edilmesiyle yapılan madde.
	Sakkaroz	-	Şeker kamışı veya şeker pancarından elde edilen bir şeker türü.
	Santrifüj	-	Bir karışımda askıda kalmış maddelerin yüksek hızda çevrilerek özkütlelerine göre ayırma işlemi.
	Saponifikasyon	-	Sabunlaşma.
	Sarfiyat	-	Volümetrik analizde dönüm noktasına kadar harcanan titrant hacmi.
	Sert Su	-	Kalsiyum ve magnezyumun karbonat, bikarbonat, sülfat vb. tuzlarını içeren ve sabunla çözünmeyen bileşikler yaparak köpürmeyi önleyen su.
	Spektrometre	-	Değişik materyallerden yayılan veya saydam bir ortamdan geçerken soğurulan elektromanyetik ışığın dalga boyu ve yoğunluğunu ölçen bir optik aygıt.
	Spektrum	-	Ses veya ışık gibi dalgalarla tanımlanan niceliklerde olası tüm dalga boyu aralıklarında ya da özel olarak seçilen belirli dalga boyu aralıklarında tüm dalgaların kesiksiz olarak gösterimi (elektromanyetik spektrum, görünür bölge spektrumu).
	Stabilizatör	-	Bir sistemin fiziksel ve kimyasal açıdan kararlılığını artıran madde.
	Stokiyometri	-	Kimyasal tepkimelerde reaktan ve ürünlerin tanecik sayıları arasındaki oransal ilişki.
	Su banyosu	-	Tüp, beher, erlen vb. kaplar içindeki maddelerin belli bir sıcaklıkta muhafazası için sıcaklığı ayarlanabilen içi su dolu kap.
Süspansiyon	-	Katı bir maddenin parçacıklarının sıvı bir madde içinde çözünmeksizin karışması ile oluşan dispersiyon.	



T	Talk	-	Beyaz, yeşilimsi, şeffaf renklerde, yumuşak ve sulu bir magnezyum silikat minerali.
	Tampon çözelti	-	Bir asit veya baz eklenmesiyle pH değeri çok fazla değişmeyen belirli bir pH değerindeki çözelti.
	Temel hâl	-	Bir kimyasal tür için en düşük enerjili elektron dağılımı.
	Titrant	-	Titrasyon işleminde analizi yapılan çözeltilere ilave edilen derişimi belli olan çözelti.
	Titrasyon	-	Bir çözeltildeki maddenin derişimini ölçmek üzere renk değişimiyle veya elektriksel ölçümle tepkimenin tamamlanmasına kadar derişimi bilinen bir çözeltinin, yavaş yavaş eklenmesi ve kullanılan çözeltinin hacminden yola çıkarak bilinmeyen derişimi hesaplamaya yarayan işlem veya yöntem.
	Toplam sertlik	-	Sudaki geçici ve kalıcı sertliklerin toplamı.
	Tyndall etkisi	-	Işığın koloidal ortamdan geçerken saçılması olayı.

U	Uyarılmış hâl	-	Temel hâldeki bir elektrona, dışarıdan enerji verilerek daha kararsız olan bir yüksek enerji durumuna çıkması sonucu oluşan hâl.
----------	----------------------	---	--

V	Vitamin	-	İnsan ve hayvanların sağlığı, büyümesi, her türlü verim gücü, üremesi ve normal metabolizmanın sürmesi için eser miktarda gerekli olan, genellikle organizma tarafından sentezlenemediği için besinlerle dışarıdan alınan organik maddeler.
----------	----------------	---	---

Y	Yağ	-	Uzun zincirli organik asitlerin gliserinle oluşturdukları sıvı ya da katı esterler.
	Yağ asidi	-	Hidrokarbon zincirleri doymuş veya doymamış olabilen, sadece karbon, hidrojen ve oksijen elementlerini içeren, gliserin ile birleşerek yağları oluşturan genel formülü R-COOH olan organik asit.
	Yükseltgenme	-	Bir redoks tepkimesinde maddenin elektron vermesi olayı.
	Yükseltgen madde:	-	Girdiği kimyasal tepkimelerde elektron alarak indirgenen ve elektron aldığı maddenin yükseltgenmesine neden olan kimyasal madde.
	Yüzey gerilimi	-	Sıvıların yüzeyinde moleküllerin çekim kuvveti sonucu oluşan ve yüzeyin esnek bir zar gibi davranmasını sağlayan kuvvet.
	Yüzey aktif madde	-	Hidrofilik ve hidrofobik moleküler yapıları bir arada taşıması (amfifilik) nedeniyle hem su hem de yağda çözünürlüğü olan ve iki faz arasındaki yüzeyler arası gerilimi düşüren madde.

Z	Zeolit	-	Potasyum, sodyum, kalsiyum, magnezyum gibi alkali elementleri içeren, alkali ve toprak alkali metallerin hidratlı, doğal alimino silikatlarından oluşan mineraller.
	Zayıf asit	-	Sulu çözeltilerde kısmen iyonlaşan asit türü.
	Zayıf baz:	-	Sulu çözeltilerde kısmen iyonlaşan baz türü.



CEVAP ANAHTARI

1. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	D
	2	C
	3	A
	4	E
	5	B
	6	C
	7	D
B	1	9,8 Fransız sertliği
	2	18,8 mg/L
	3	CO ₃ ²⁻ : 9,8.10 ⁻⁴ M HCO ₃ ⁻ : 7,84.10 ⁻⁴ M

2. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	E
	2	A
	3	D
	4	B
	5	C
	6	D
	7	B
	8	C
B	1	%22,21
	2	%61,23
	3	%2,26
	4	%2,76
	5	%3,45

3. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	E
	2	A
	3	D
	4	B
B	1	Elementlerdeki elektronlar, X veya gama ışınları ile uyarılır. Uyarılmış elektronlar, temel hâle dönerken o elemente özgü X ışını yayar. Karakteristik ışınma sonucunda XRF cihazında nitel ve nicel analiz yapılır.
	2	Birincil X ışınları üreten kısımdır.

4. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	B
	2	D
	3	B
	4	E
	5	C
B	1	%0,998
	2	%0,137
	3	%33,44

5. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	E
	2	E
	3	D
	4	D
	5	C
	6	B
B	1	%31,6
	2	%8,3
	3	%38,24

6. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	D
	2	A
	3	C
	4	E
	5	A
	6	B
B	1	%1,44
	2	%4,4
	3	%4,12

7. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	D
	2	E
	3	E
	4	D
	5	C
	6	B
B	7	A
	1	%6,1
	2	%4,2
	3	%0,3



SIRA SİZDE CEVAP ANAHTARI

SAYFA	CEVAP
1. ÖĞRENME BİRİMİ	
25	21 İngiliz sertliği
26	46,8 Fransız sertliği
32	1. Sıra sizde: a. OH ⁻ ve CO ₃ ²⁻ iyonları b. CO ₃ ²⁻ ve HCO ₃ ⁻ iyonları c. yalnız CO ₃ ²⁻ iyonları ç. yalnız OH ⁻ iyonları d. yalnız HCO ₃ ⁻ iyonları 2. Sıra sizde: yalnız CO ₃ ²⁻ iyonları bulunmaktadır. M(CO ₃ ²⁻): 0,011 molar 3. Sıra sizde: yalnız HCO ₃ ⁻ iyonları bulunmaktadır. M(HCO ₃ ⁻): 0,013 molar
35	251,2 ppm
39	M(SO ₄ ²⁻): 0,0023 molar ve 221,76 mg/L SO ₄ ²⁻
42	34,56 mg/L O ₂ ye eşdeğer organik madde
2. ÖĞRENME BİRİMİ	
53	%19,19 SiO ₂
55	%63,94 CaO
59	%2,18 MgO
61	1. Sıra sizde: %3,13 SO ₃ 2. Sıra sizde: %3,12 SO ₃
65	1. Sıra sizde: %4,07 Fe ₂ O ₃ 2. Sıra sizde: %3,62 Fe ₂ O ₃
4. ÖĞRENME BİRİMİ	
89	%1,02 nem
93	54.10 ⁻⁵ (mol H ⁺)/ g numune ve %1,28 P ₂ O ₅
100	%20 K
101	%23,81 K
104	%5 P
105	%6,25 P



SAYFA	CEVAP
5. ÖĞRENME BİRİMİ	
115	%25,6 NaOH
118	%5,41 etanolde çözünmeyen madde
121	%33,01 nem ve uçucu madde
6. ÖĞRENME BİRİMİ	
129	%0,77 NaCl
133	%1,68 suda çözünmeyen madde
138	Grafikten absorbansı ölçülen çözeltide fosfat derişiminin 1 ppm olduđu görölüyor. %2 fosfat
142	%7,93 (kütle/hacim) ClO ⁻
7. ÖĞRENME BİRİMİ	
150	1 numaralı numune: yağsız süt 2 numaralı numune: yarım yağlı süt 3 numaralı numune: tam yağlı süt
154	%63 kuru madde
156	%3,42 NaCl
160	%64,76 protein
163	%31,92 toplam asitlik
168	120,56 iyot sayısı
173	52,9 mg/100 mL askorbik asit
175	%5,04 (g/100 mL) toplam asitlik



KAYNAKÇA

Kaynakça Apa 6 kriterlerine göre hazırlanmıştır.

- Alpaydın, S., & Şimşek, A. (2013). Genel Kimya. Konya: Nobel.
- Atalay, T. (2004). Kolloid Kimyası. Konya: Dizgi Ofset Matbaacılık.
- Atkins, P. W. (2005). Fizikokimya. (S. Yıldız, H. Yılmaz, & E. Kılıç, Çev.) Ankara: Bilim.
- Bozkurt, A. (2022). Kağıt Tabanlı Kolorimetrik Yöntemle Askorbik Asit (Vitamin C) Tayini. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen ve Mühendislik Bilimleri Dergisi, 597-606.
- Can, N. (2019). Bitkisel yağların muhafazasında oksidatif stabilitenin önemi ve oksidatif stabilitenin belirlenmesinde kullanılan analiz yöntemleri. ABMYO Dergisi(54), 107-124.
- Christian, G. D., Dasgupta, P. K., & Schug, K. A. (2021). Analitik Kimya. (R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Dağcı Kıranşan, K. (2020). Askorbik Asit'in Amperometrik Tayini için Esnek, Serbest Duran Nikel Sülfür Temelli Grafen Kağıt Elektrotun Geliştirilmesi. Gümüşhane Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi, 60-75.
- Gündüz, T. (2017). Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı (12. Baskı b.). Ankara: Gazi Kitabevi.
- İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik. (2005). T.C. Resmi Gazete (25730, 17 Şubat 2005).
- Kaynar, P., Canpolat, M., Kavaklı, A., Özeroğlu, E., & Subaşı, S. A. (2012). Enteral beslenme ürünlerindeki toplam vitamin. Türk Hijyen ve Deneysel Biyoloji Dergisi, 69(3), 143-148.
- Kökipek, B. (2010). Suni Alçının Çimento Üretiminde Kullanılabilirliği .Yüksek Lisans Tezi. Adana: Çukurova Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü.
- Minareci, O., Öztürk, M., Egemen, Ö., & Minareci, E. (2008). Manisa Belediyesi Evsel Atıksu Arıtma Tesisi Çıkış Sularının, Gediz Nehrine Olan Etkilerinin, Anyonik Deterjan Ve Fosfat Parametreleri Açısından Değerlendirilmesi. SDÜ Fen Edebiyat Fakültesi Fen Dergisi, 3(1), 16-25.
- Mortimer, C. E. (1993). Modern Üniversite Kimyası. (T. Altınata, Çev.) İstanbul: Çağlayan Kitabevi.
- Neijmann, Ş., Kural, A., Işıksaçan, N., & Gedikbaşı, A. (2016). Türbidimetrik Yöntemin Geçerliliği ve Güvenirliği. Türk Klinin Biyokimya Dergisi, 14(1), 12-17.
- Okyay Çeltikli, D. (2013). Anyonik ve Katyonik Yüzey Aktif Maddelerin Toprak Ortamında Parçalanabilirliklerinin Tarla Koşullarında Belirlenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Tekirdağ: Namık Kemal Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Petrucci, R. H., Herring, F. G., Madura, J. D., & Bissonnette, C. (2012). Genel Kimya İlkeler ve Modern Uygulamalar. (T. Uyar, S. Aksoy, & R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Polat, H., Güngör, İ., & Koca, C. (2013). Türkiye'de Kullanılan Azotlu Gübrelerin Standart ve Yönetmeliklerle Uyumluluğu Üzerine Bir Araştırma. Toprak Su Dergisi, 2(2), 102-111.
- Polat, M. (2018). Atıksularda Renk Ölçüm Metotlarının Karşılaştırılması. Yüksek Lisans Tezi. Gaziantep: Hasan Kalyoncu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Sabun, TS 54 UDK 668.1: 543. (1971). T.C. Resmi Gazete (13973, 1 Ekim 1971).



- Skoog, D. A., West, D. M., & Holler, F. J. (1999). Analitik Kimya Temelleri. (F. Köseoğlu, & E. Kılıç, Çev.) Ankara: Bilim.
- T.C. Millî Eğitim Bakanlığı. (2020). Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi, Anadolu Meslek ve Anadolu Teknik Programı, Kimya Teknolojisi Alanı, Çerçeve Öğretim Programı. Ankara.
- Tamer, A., & Nalbant, A. (2021). Beslenme ve Bağışıklık Sistemi. 458-466.
- TDK. (2012). Yazım Kılavuzu. Ankara: Türk Dil Kurumu Yayınları.
- Türk Gıda Kodeksi Peynir Tebliği. (2015). T.C. Resmi Gazete (29261, 8 Şubat 2015).
- Uyanık, M., Rezaeieh, K., Delen, Y., & Gürbüz, B. (2011). Baklagillerde Bakteri Aşılması ve. Ziraat Mühendisliği Dergisi, 8-12.
- Yeğınobalı, A., & Ertün, T. (2011). Çimentoda standartlar ve mineral katkıları. Ankara: TÇMB Ar-Ge.
- Yıldırım, Y., Dişli, A., & Altundaş, A. A. (2014). Organik Kimya "Yaşamın Kalbi". Ankara: Bilim.
- Yılmaz, Y., Gürsoy, O., Gökçe, Ö., & Ertan, K. (2015). Peynirlerin Kuru Madde, Yağ ve Protein İçeriklerinin Hızlı Belirlenmesinde Optik İnfrared Analiz Sistemli Süt Analizörünün Kullanım Potansiyeli. Akademik Gıda, 13(1), 47-55.
- Zeren, M. A. (1999). Elektrokimya. İstanbul: Birsen.

GENEL AĞ KAYNAKÇASI VE GÖRSEL KAYNAKÇASI

