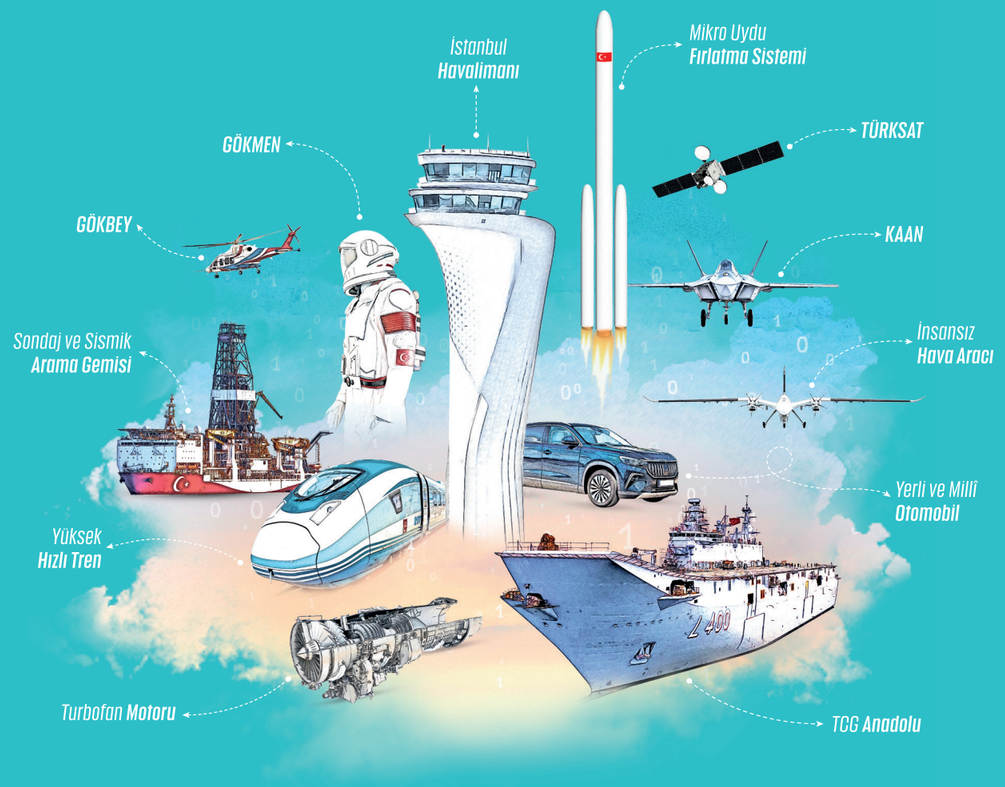
July 4, 202509:07:14
211660_Nicel_Analiz-11_KAPAK.pdf

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: 978-975-11-6956-3

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

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİCEL ANALİZ 11

Ders Materyali

MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİCEL ANALİZ

11

DERS MATERYALİ

TÜRKİYE CUMHURİYETİ MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI

MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİCEL ANALİZ

11

DERS MATERYALİ

YAZARLAR

Alper GÜLGEN

Burcu ULUDERE

Hilal KARAKOCALIOĞLU

Hüseyin İCİK

MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI YAYINLARI.....: 8629

YARDIMCI VE KAYNAK KİTAPLAR DİZİSİ.....: 2521

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

HAZIRLAYANLAR

DİL UZMANI	Mehtap İŞYAR
PROGRAM GELİŞTİRME UZMANI	Erkan AKGÜN
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME UZMANI	Kezban Saliha PEHLİVAN
REHBERLİK UZMANI	Serpil GÜLER
GÖRSEL TASARIM UZMANI	Mehmet KONUK
GRAFİK TASARIM UZMANI	Esra SARIARSLAN

ISBN: 978-975-11-6956-3

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,
Medeniyyet 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 İlâhî, 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 İlâhî, boşanıp kanlı yaşım,
Fışkırır ruh-ı mücerret gibi yerden na'şım;
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

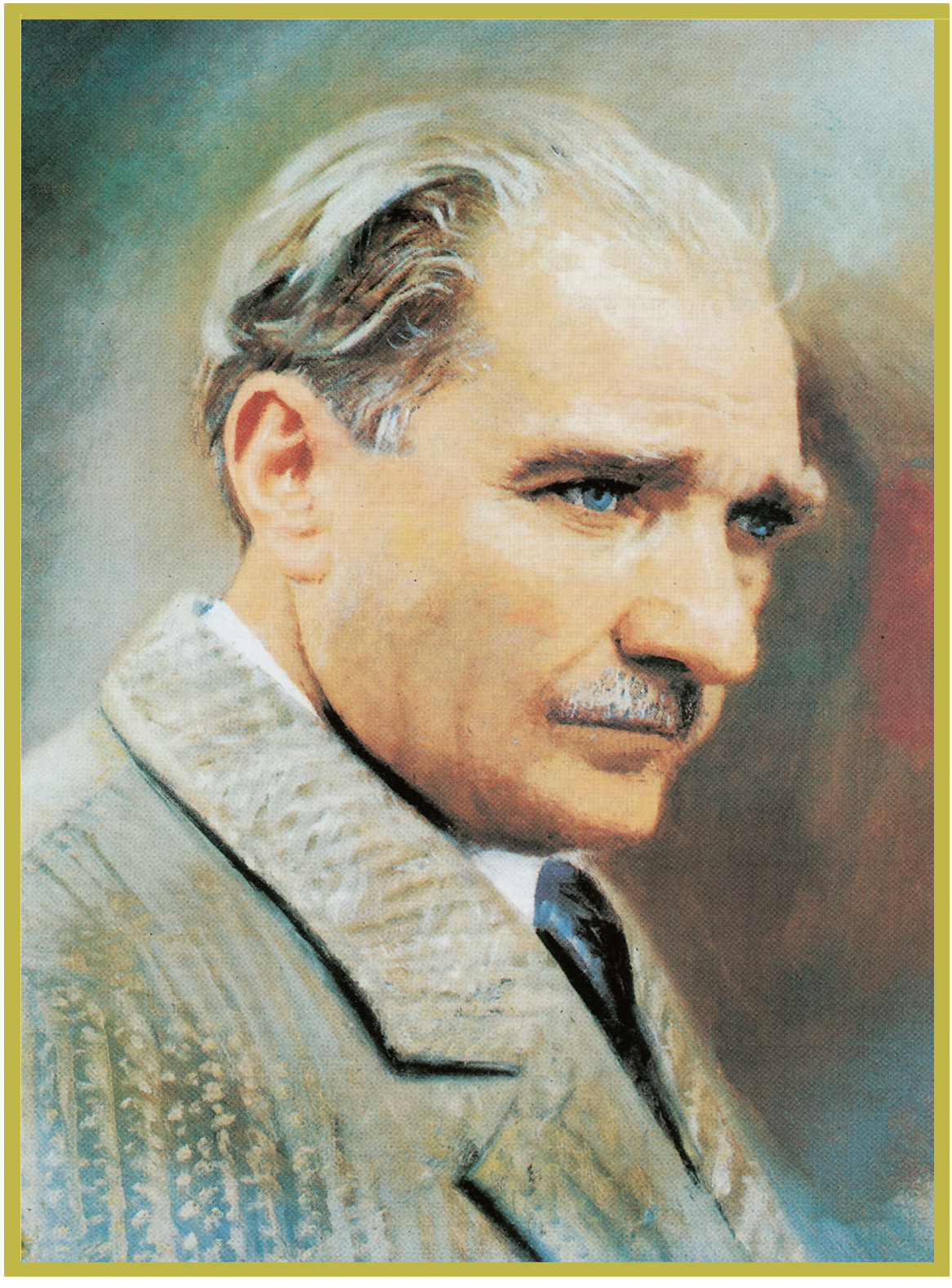
GENÇLİĞE HİTABE

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 namüsait 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

DERS MATERYALİNİN TANITIMI 13
GÜVENLİK İŞARETLERİ 16
GİRİŞ: NİCEL ANALİZE GİRİŞ 20
NİCEL ANALİZ 22
ANALİZDE HATALAR 22
1. ÖĞRENME BİRİMİ: NUMUNE ALMA 24
1
1.1. NUMUNE 28
1.1.1. NUMUNE TÜRLERİ 29
1.1.2. NUMUNE ALINIRKEN DİKKAT EDİLECEK KURALLAR 30
1.2. NUMUNE ALMA İŞLEMİ 31
1.2.1. KATILARDAN NUMUNE ALMA 31
Taneli Katılardan Numune Alma 32
Metal ve Alaşımlardan Numune Alma 33
Ambalajlı Ürünlerden Numune Alma 33
1.2.2. SIVILARDAN NUMUNE ALMA 33
1.2.3. GAZLARDAN NUMUNE ALMA 34
1.3. NUMUNELERİN ETİKETLENMESİ VE SAKLANMASI 35
1.3.1. NUMUNELERİN ETİKETLENMESİ 35
1.3.3. SONUÇLARIN SAKLANMASI 36
1.3.2. NUMUNELERİN KAYDEDİLMESİ 36
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 29
2. ÖĞRENME BİRİMİ: ATIKLAR İLE İLGİLİ İŞLEMLER 42
2
2.1. ATIKLARIN SINIFLANDIRILMASI 44
2.1.1. ATIKLARIN KİMYASAL ÖZELLİKLERİ 45
2.1.2. ATIK LİSTELERİ VE ATIK KODLARI 47
2.2. ATIKLARIN MUHAFAZA VE BERTARAF EDİLMESİ 49
2.2.1. ATIKLARIN SAKLANMASI 49
2.2.2. ATIKLARIN ETİKETLENMESİ 50
2.2.3. ATIK BİLGİ FORMU 51
2.2.4. ATIKLARIN TESLİM EDİLMESİ 53
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 55

3. ÖĞRENME BİRİMİ: NEM, KÜL VE ELEK ANALİZLERİ.....58

3

3.1. NEM ANALİZİ..... 60
3.1.1. SUYUN MADDE İÇİNDE BULUNUŞ ŞEKİLLERİ 60
Temel Su 61
Temel Olmayan Su 62
3.1.2. NEM ANALİZİNDE KULLANILAN ARAÇLAR.....63
3.1.3. NEM ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI 64
3.2. KÜL ANALİZİ..... 67
3.2.1. KÜL ANALİZİNDE KULLANILAN ARAÇLAR 67
3.2.2. KÜL ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI.....68
3.3. ELEK ANALİZİ..... 71
3.3.1. ELEK ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI 72
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 74

4. ÖĞRENME BİRİMİ: GRAVİMETRİK ANALİZLER.....78

4

4.1. GRAVİMETRİK ANALİZLER 80
4.1.1. GRAVİMETRİK ANALİZDE İŞLEM BASAMAKLARI 81
4.1.2. GRAVİMETRİK HESAPLAMALAR.....85
4.1.3. GRAVİMETRİK ANALİZDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR.....93
4.1.4. GRAVİMETRİK ANALİZDE HATA KAYNAKLARI 94
4.2. GRAVİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI..... 95
4.2.1. GRAVİMETRİK KLORÜR ANALİZİ 95
KLORÜR ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR.....98
4.2.2. GRAVİMETRİK SÜLFAT ANALİZİ 100
SÜLFAT ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR.....102
4.2.3. GRAVİMETRİK DEMİR ANALİZİ.....104
DEMİR ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR 107
4.2.4. GRAVİMETRİK NİKEL ANALİZİ 109
NİKEL ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR.....111
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 114

5. ÖĞRENME BİRİMİ: BAZ MİKTARI TAYİNİ 118

5

5.1. VOLÜMETRİK ANALİZLER 120
5.1.1. VOLÜMETRİK ANALİZ İLE İLGİLİ KAVRAMLAR 121
5.1.2. VOLÜMETRİK ANALİZDE İŞLEM BASAMAKLARI 123
5.1.3. VOLÜMETRİK ANALİZDE KULLANILAN DERİŞİM BİRİMLERİ 125
5.1.4. VOLÜMETRİK ANALİZDE HATA KAYNAKLARI 128
5.2. NÖTRALLEŞME TİTRASYONLARI 129
5.2.1. NÖTRALLEŞME TEPKİMELERİ 129
5.2.2. KUVVETLİ ASİT-KUVVETLİ BAZ TİTRASYONLARI 132
5.2.3. ZAYIF ASİT-ZAYIF BAZ TİTRASYONLARI 136
5.2.4. ASİT-BAZ İNDİKATÖRLERİ 137
5.3. HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI 139
5.3.1. HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI 139
5.3.2. HCl ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI 142
Asit Çözeltisinin Primer Standart Maddelerle Ayarlanması 142
Asit Çözeltilerinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler 144
Asit Çözeltisinin Sekonder Çözeltiler ile Ayarlanması 147
5.4. VOLÜMETRİK BAZ ANALİZİ UYGULAMALARI 150
5.4.1. KUVVETLİ BAZLARIN TİTRASYONU 150
5.4.2. ZAYIF BAZLARIN TİTRASYONU 152
Bir Değerli Zayıf Bazların Titrasyonu 152
Çok Değerli Zayıf Bazların Titrasyonu 153
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 158

6. ÖĞRENME BİRİMİ: ASİT MİKTARI TAYİNİ 162

6

6.1. BAZ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI 164
6.1.1. BAZ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI 164
6.1.2. BAZ ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI 168
Baz Çözeltisinin Sekonder Standart HCl ile Ayarlanması 168
Baz Çözeltisinin Primer Standart Maddelerle Ayarlanması 169
Baz Çözeltisinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler 171
6.2. VOLÜMETRİK ASİT ANALİZİ UYGULAMALARI 175
6.2.1. KUVVETLİ ASİTLERİN TİTRASYONU 175
6.2.2. ZAYIF ASİTLERİN TİTRASYONU 179
Bir Değerli Zayıf Asitlerin Titrasyonu 179
Çok Değerli Zayıf Asitlerin Titrasyonu 180
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 185

7. ÖĞRENME BİRİMİ: PERMANGANOMETRİK ANALİZLER.....188

7

7.1. REDOKS TİTRASYONLARI..... 190
7.1.1. REDOKS TEPKİMELERİ.....190
Yükseltgenme Basamaklarının Belirlenmesi 191
Redoks Tepkimelerinin Denkleştirilmesi.....193
7.2. PERMANGANOMETRİ..... 198
7.2.1. PERMANGANAT İYONUNUN KİMYASAL ÖZELLİKLERİ.....199
7.2.2. PERMANGANOMETRİ UYGULAMALARINDA ÖNEMLİ İŞLEMLER.....200
Ön İndirgeme.....200
Dönüm Noktasının Belirlenmesi.....201
Hesaplamaların Yapılması.....201
7.3. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI 202
7.3.1. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI 202
7.3.2. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI.....205
7. 4. PERMANGANOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI 208
7.4.1. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİ İLE DEMİR ANALİZİ 208
7.4.2. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİ İLE KALSİYUM ANALİZİ 213
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 218

8. ÖĞRENME BİRİMİ: İYODOMETRİK ANALİZLER.....222

8

8.1. İNDİRGENMEYE DAYALI REDOKS TİTRASYONLARI 224
8.1.1. İYODOMETRİK TİTRASYONLAR.....225
İYODOMETRİDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR.....229
8.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI..... 230
8.2.1. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI 230
8.2.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI 233
Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler 233
8.3. İYODOMETRİ UYGULAMALARI..... 236
8.3.1. AYARLI TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİ İLE KROM ANALİZİ.....236
8.3.2. AYARLI TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİ İLE BAKIR ANALİZİ 239
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 242

9. ÖĞRENME BİRİMİ: ARJANTOMETRİK ANALİZLER.....246

9

9.1. ÇÖKTÜRME TİTRASYONLARI 248
9.1.1. ARJANTOMETRİ.....250
9.2. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI 251
9.2.1. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI.....251
9.2.2. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI 254
9.3. ARJANTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI 256
9.3.1. MOHR METODU.....256
9.3.2. FAJANS METODU 260
9.3.3. VOLHARD METODU.....262
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 265

10. ÖĞRENME BİRİMİ: KOMPLEKSOMETRİK ANALİZLER..... ..270

10

10.1. KOMPLEKS OLUŞUM REAKSİYONLARI 272
10.1.1. KOORDİNASYON BAĞININ OLUŞUMU.....272
Kompleksler.....273
Komplekslerin Adlandırılması 274
10.2. EDTA ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI..... 275
Titrasyona pH Etkisi.....278
Dönüm Noktasının Tespiti 279
10.2.1. EDTA ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI.....280
10.2.2. EDTA ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI 282
10.3. KOMPLEKSOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI 285
10.3.1. EDTA İLE MAGNEZYUM ANALİZİ 285
10.3.2. EDTA İLE KALSİYUM ANALİZİ 289
10.3.3. EDTA İLE KALSİYUM-MAGNEZYUM KARIŞIMI ANALİZİ 292
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 295

KAYNAKÇA.....299
CEVAP ANAHTARI 300

DERS MATERYALİNİN TANITIMI

Öğrenme biriminin adını gösterir.

Öğrenme biriminin numarasını gösterir.

Öğrenme biriminde yeralan konuların başlıklarını ve sırasını gösterir.

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

Öğrenme birimi ile ilgili bazı önemli kavramları içeren bölümdür.

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

Öğrenme biriminin ayrıldığı bölümlerin adını ve numarasını gösterir.

Öğrenme birimine ait her bir bölümde öğrenilecek kavramları gösterir.

Konu ile ilgili dikkat çekici bilgilerin yer aldığı bölümdür.

Konu ile ilgili dikkat çekilmesi gereken önemli noktaları gösteren bölümdür.

Laboratuvar çalışmalarında kullanılacak bazı çözeltilerin hazırlanış aşamalarını gösteren bölümdür.

Öğrenme biriminde kullanılacak analiz hesaplamalarının daha iyi kavranabilmesi için örnek soruların verildiği bölümdür.

Örnek soruların çözümlerinin yer aldığı bölümdür.

Örnek soruya ait farklı çözüm yollarını gösteren bölümdür.

Öğrencilerin analizle ilgili hesaplama yollarını pekiştirmesi amacıyla tasarlanan bölümdür.

8.2.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Tiyosülfat koruyucu reaktifler eklense dahi zamanla bozunur. Bu nedenle çözel:i sık sık ayarlanarak kullanılmalıdır. Ayarlama için primer standart madde veya ayarlı çözeltiler ($KMnO_4$ veya I_2) kullanılabilir. Analiz hatalarını azaltmak için tiyosülfat çözeltisi mümkünse analizi yapılacak maddenin primer standart hâli ile ayarlanır. Örneğin Cr^{3+} tayini yapılacaksa $K_2Cr_2O_7$, Cu^{2+} tayini yapılacaksa metalik bakır primer standart madde olarak kullanılmalıdır. Ayarlama işlemlerinde indikatör olarak nişasta çözeltisi kullanılır. Hesaplamalar sitokiyometrik yolla veya sitokiyometrik oranlar kullanılarak elde edilen

$$1 \cdot M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = z_{primer} \cdot n_{primer}$$

bağıntısı yardımıyla yapılır. Redoks reaksiyonlarında tesir değerliği mol başına alınan ya da verilen elektron sayısı olduğundan $S_2O_3^{2-}$ iyonunun tesir değerliği 1'dir. Primer standart maddenin tesir değerliği ise eşitlikte z_{primer} olarak gösterilmektedir.

Nişasta Çözeltisinin Hazırlanması

Yaklaşık 1 g nişasta 20 mL su ile iyice karıştırılır. Bu karışım kaynamakta olan 80 mL kadar su üzerine eklenip 2-3 dakika daha kaynatılır. Soğuduktan sonra bakterisit olarak 0,01 g HgI_2 eklenip ağzı kapatılır. Hazırlanan nişasta çözeltisi birkaç gün içinde kullanılmalıdır.

Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler

Potasyum dikromat ($K_2Cr_2O_7$): Mol kütlesi 294,2 g olan potasyum dikromat yüksek sıcaklıkta bo-

Örnek

0,1108 M ayarlı HCl çözeltisinden yararlanarak NaOH çözeltisinin derişimi belirlenmek isteniyor. NaOH çözeltisinden dikkatlice ölçülen 20 mL örnek erlene alınıyor. Üzerine reaksiyonun gözlenebilmesi için 50 mL kadar su ekleniyor ve 2 damla bromtimol mavisi damlatılıyor. 32,16 mL HCl çözeltisi ilave edildiği anda çözeltinin rengi maviden sarıya döndüğüne göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?

Çözüm

1. yol

HCl ile NaOH arasındaki nötralleşme tepkimesi

$$HCl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O$$

şeklindedir. Tepkimede HCl ile NaOH arasındaki sitokiyometrik oran 1:1 dir. 1 mol HCl, 1 mol NaOH ile tepkimeye girmektedir. Tepkimeye giren HCl'ün mol sayısı

$$n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 0,1108 \cdot 32,16 \cdot 10^{-3} = 3,563 \cdot 10^{-3} \text{ mol HCl}$$

Sitokiyometrik oran 1:1 olduğu için

$$n_{NaOH} = n_{HCl} = 3,563 \cdot 10^{-3} \text{ mol NaOH}$$

Titre edilen NaOH çözeltisinin hacmi 20 mL = $20 \cdot 10^{-3}$ L olduğuna göre

$$M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{V_{NaOH}} = \frac{3,563 \cdot 10^{-3}}{20 \cdot 10^{-3}} = 0,1782 \text{ M NaOH bulunur.}$$

2. yol

Nötralleşme tepkimesinde $n_{H^+} = n_{OH^-}$ eşitliğinden elde edilen

$$M_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot z_{HCl} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$$

bağıntısında değerler yerine yazılırsa

$$0,1108 \cdot 32,16 \cdot 1 = M_{NaOH} \cdot 20 \cdot 1$$

eşitliği elde edilir. Bu eşitlikten NaOH çözeltisinin derişimi 0,1782 M bulunur.

Sıra Sizde

Laboratuvarda bulunan bir çözelti şişesinin etiketinde $Ba(OH)_2$ yazdığı ama derişiminin yazılı olmadığı görülmüştür. Bu çözeltinin derişiminin belirlenmesi için 0,09744 M ayarlı HCl çözeltisi kullanılmıştır. Derişimi belirlenecek çözeltiden 20 mL örnek bir erlene alınmış ve fenolftalein yanında titre edilmiştir. HCl çözeltisinden 14,6 mL ilave edildiği anda çözelti kalıcı olarak renksiz hâle geldiğine göre $Ba(OH)_2$ çözeltisi kaç M'dır?

6. Laboratuvar Çalışması
Ayarlı Asit Çözeltisi İle Zayıf Baz Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

$NaHCO_3$ çözeltisinin derişimini ayarlı HCl çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı HCl çözeltisi
- $NaHCO_3$ çözeltisi
- Saf su
- Metiloranj

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Pipet
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene $NaHCO_3$ çözeltisinden 20 mL koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla metiloranj ilave ederek hafifçe çalkalayınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete ayarlı HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki $NaHCO_3$ çözeltisinin turuncu rengi kırmızıya dönünceye kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcadığınız asit miktarını büretten dikkatlice okuyarak sonucu kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{HCl}:

V_{NaHCO_3}:

V_{HCl}:

Değerlendirme

1. $NaHCO_3$ in asitlerle titre edilebilirliğini Brønsted-Lowry tanımını kullanarak açıklayınız.

2. Titrasyonda kullandığınız $NaHCO_3$ çözeltisi ve harcadığınız HCl çözeltisinin hacminden yararlanarak $NaHCO_3$ çözeltisinin derişimini hesaplayınız.

Yapılacak laboratuvar çalışmasının sayısını, adını, amacını ve gerekli malzemeleri gösterir.

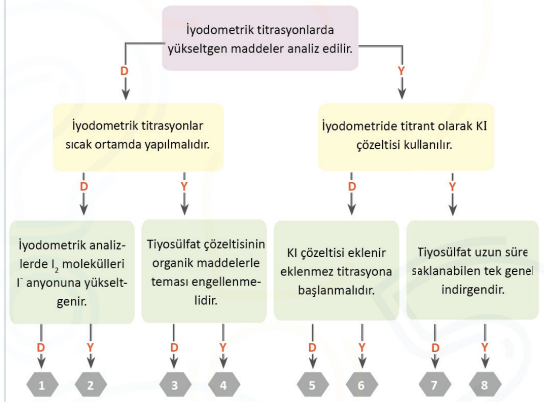
Analize ait verilerin kaydedildiği bölümdür.

Laboratuvar çalışmaları yapılırken izlenmesi gereken işlem basamaklarını gösterir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Laboratuvar çalışmalarının değerlendirildiği bölümdür.

Ⓐ Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **İyodometrik analizler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



Ⓑ **İyodometrik analizler ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) a. İyodometrik analizler kuvvetli bazik ortamda gerçekleştirilir.

( ) b. Tiyosülfat çözeltisi kararsız bir çözeltidir.

( ) c. İyodür iyonu zayıf bir indirgendir.

( ) ç. I_2 un yükseltgen olarak kullanıldığı titrasyonlara iyodometri denir.

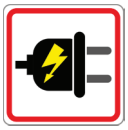
( ) d. Tiyosülfat çözeltisinin bozulmaması için asidik ortamda hazırlanması gerekir.

242

Öğrenme birimi ile ilgili farklı tarzda soruları içeren bölümdür.

244

GÜVENLİK İŞARETLERİ

	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, gerekli tedbirlerin alınması ve 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 açabileğini, 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.
	Çevre İçin Zararlı (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 Güvenliği İşlemler esnasında çok sıcak bir malzemenin kullanılacağını, bu nedenle eldiven giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	Duman Güvenliği Kimyasal tepkimeler sonucu zararlı gazlar oluşabileceğini, bu nedenle koruyucu maske kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	Kesici ve Delici Cisim Güvenliği İşlemler esnasında kesici ve delici araçların kullanılacağını, malzemeler kullanılırken dikkatli olunması gerektiğini gösteren işarettir.
	Kırılabilir Cam Güvenliği İşlemlerde kırılabilecek malzemelerin kullanılacağını, cam malzemeleri ani sıcaklık değişiminden ve yüksek ısıdan uzak tutmak gerektiğini gösteren işarettir.
	Göz Güvenliği 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 zorluğuna, 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.

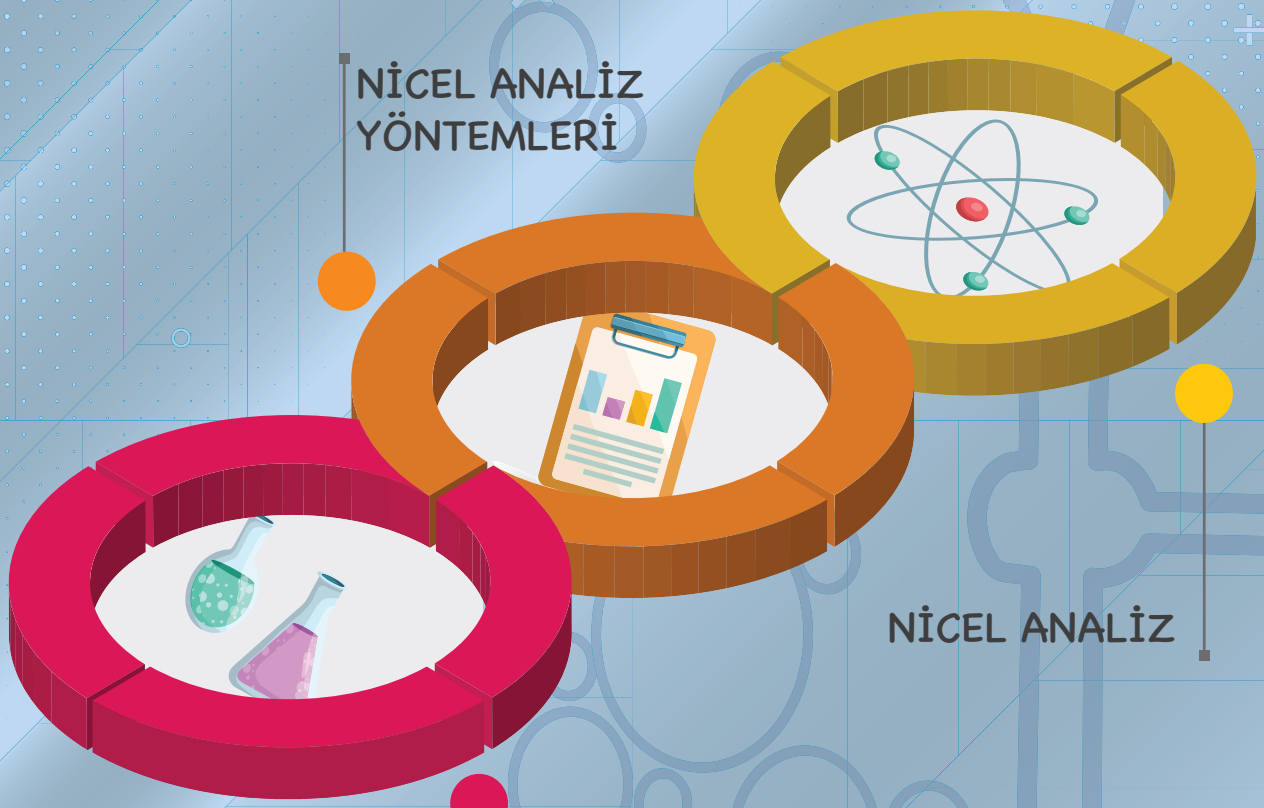
HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Bir şeyin sayılabilen, ölçülebilen özelliklerine nicelik denir. İki ev arasındaki uzaklık, bir havuzdaki suyun hacmi, bir torba şekerin kütlesi nicel özelliklerdir. Kimyada madde miktarlarını belirtmek için kullanılan mol sayısı da nicelik ifadesidir. Buna göre nicel analiz ile bir maddenin hangi özellikleri belirlenebilir?

Temel Kavramlar

- Analizde hata
- Enstrümantal analiz
- Gravimetrik analiz
- Nicel analiz
- Volümetrik analiz

KONULAR



NİCEL ANALİZE GİRİŞ

NİCEL ANALİZ

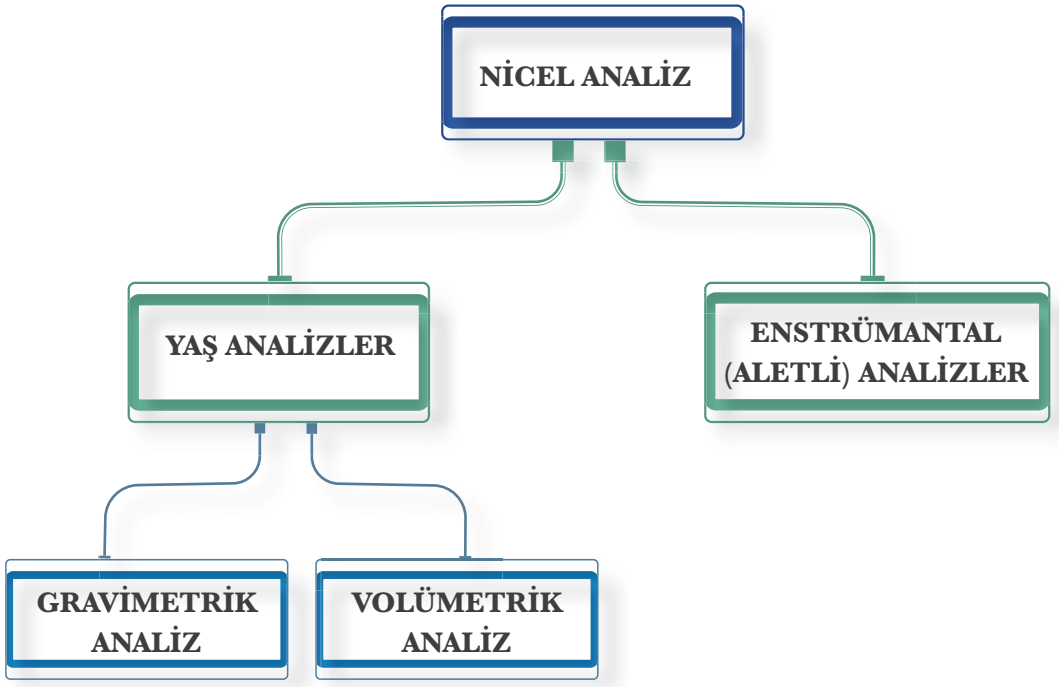
Bir maddenin kimyasal bileşenlerinin nitelik ve niceliğinin incelendiği bilim dalına **analitik kimya** denir. Maddenin içeriğinde nelerin bulunduğunu belirlemek için yapılan analize **nitel (kalitatif) analiz**, bu içeriği oluşturan maddelerin miktarlarını belirlemek için yapılan analize **nicel (kantitatif) analiz** denir.

BİLGİ KUTUSU

Analiz edilecek maddeden alınarak üzerinde çalışılan numuneye **analit** denir.

Çevremizde bulunan her şey kimyasal maddelerden oluşur. Bu maddelerin kimyasal bileşimlerinin belirlenmesi büyük önem taşır. Tarım topraklarının verimliliği barındırdığı mineral ve organik maddelerin miktarlarına, bir kaynak suyunun içilebilir olup olmadığı içindeki eser elementlerin derişimlerine, soluduğumuz havanın kalitesi içindeki gazların ve partiküllerin oranlarına bağlıdır. Verilen örneklerde bahsedilen değerleri ölçebilmek için nicel analiz uygulamalarından faydalanılır.

Analizi yapılacak maddenin özelliklerine ve analizde istenilen hassasiyete göre yaş ve aletli (enstrümantal) olmak üzere iki çeşit analiz vardır. Yaş analizler, makro ve yarı-mikro analiz sınıfından analizler olup güvenilirliği uygulayıcının dikkatine ve hassasiyetine bağlıdır. Enstrümantal analizde çok daha az miktarda numune ile daha hassas sonuçlar elde etmek mümkündür ancak enstrümantal analizde kullanılan cihazların çoğu pahalıdır. Bu nedenle yaş analizler analitik kimyada hâlâ önemini korumaktadır.



Şema 1: Nicel analiz yöntemlerinin sınıflandırılması

Tablo 1: Nicel Analiz Yöntemleri

GRAVİMETRİK ANALİZ	VOLÜMETRİK ANALİZ	ENSTRÜMANTAL ANALİZ
Kütle ölçümüne dayalı analizlerdir.	Bir analitin reaksiyona girdiği çözeltinin hacminin ölçülmesine dayalı analizlerdir.	Çok küçük miktarda numunenin cihazlar yardımı ile incelendiği analizlerdir.

Nicel analiz yapılırken aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Laboratuvarda gerekli güvenlik önlemleri alınmalıdır.
- Analizi yapılacak maddeye uygun yöntemin seçildiğinden emin olunmalıdır.
- Madde miktarlarının doğru şekilde hesaplanabilmesi için analiz esnasında madde kayıplarına sebep olabilecek hatalardan kaçınılmalıdır.
- Ölçüme ve tartıma uygun araçlar kullanılmalı, işlemler yapılırken dikkatli olunmalıdır.
- Analizde gerçekleşecek reaksiyonlar bilinmelidir.

Hatasız bir analiz yapabilmek için aşağıda verilen her bir adımın dikkatli bir şekilde takip edilmesi gerekir.

Şema 2: Nicel analizde uygulanan işlem basamakları

ANALİZDE HATALAR

Bir analizde yapılan ölçümler sonucunda elde edilen değer ile numunedeki gerçek değer arasındaki farka **analiz hatası** denir. Analizde hataya sebep olabilecek birçok faktör vardır. Bu nedenle hatalardan tamamen arındırılmış bir analiz yapmak mümkün değildir.

Analizde sistematik ve rastgele hatalar olmak üzere iki tip hata vardır. **Sistematik hatalar,** sebebi belirlenebilen hatalardır. Bu hataların meydana gelmesi önlenebilir ya da hesaplamalarda düzeltilebilir. **Rastgele hatalar** ise sebebi belirlenemeyen, gerçekleşmesi önlenemeyen ve etkisi ölçülemeyen hatalardır. Rastgele hataların etkisinin giderilebilmesi için aynı analizin birkaç defa tekrar edilmesi ve sonuçların istatistiksel olarak değerlendirilmesi gerekir. Tablo 2'de kimyasal analizlerde oluşabilecek sistematik hata kaynaklarından bazıları verilmiştir.

Tablo 2: Kimyasal Analizde Sistematik Hata Kaynakları

ALETSEL HATALAR	METOT HATALARI	KİŞİSEL HATALAR
Analizde kullanılan aletlerden kaynaklanan hatalardır. • Terazinin yanlış ölçüm yapması • Pipet, mezür gibi hacim ölçümü yapılan araçların taksimat çizgilerinin hatalı olması • Elektrikli araçlarda ya da hacim ölçümü yapılan araçlarda sıcaklık değişimi vb. nedenlerle meydana gelebilecek ölçüm hataları • Cihazların kalibre edilmemiş olması • Sonuçların değerlendirilmesi için kullanılan bilgisayar programlarındaki kod hataları	Metotta yararlanılan kimyasal reaksiyonların gerçekleşme şeklinden kaynaklanan hatalardır. • Çökelme reaksiyonuna dayalı bir analizde analitin tamamen çökmemesi • Numunede bulunan safsızlıkların yan reaksiyonlara sebep olması • Analiz edilecek numunenin içinde analizi bozucu etki (girişim) yapacak maddelerin bulunması • Analizin dayandığı reaksiyonun yavaş gerçekleşmesi, tamamlanamaması	Analizi yapan kişiden kaynaklanan, analistin tecrübesi ve dikkati ile giderilebilecek hatalardır. • Tartım ve ölçümde yapılan hatalar • Reaktifin fazla ya da eksik kullanılması • Hesaplamalarda yapılan hatalar • Çözeltilerin aktarılması ya da çökeleğin alınması sırasında madde kaybına sebep olunması • Ölçüm sonuçlarının analistin kişisel tahminini doğrulayacak şekilde saptırılması • Dikkatsizliğin ve özensizliğin reaksiyon ortamını bozması • Volümetrik analizde yanlış indikatör kullanımı • Yanlış araç gereç ve yöntemlerin kullanılması • Analizde sıcaklık, pH gibi parametrelerin doğru seçilmemesi

1. ÖĞRENME BİRİMİ

NUMUNE ALMA

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Bir çiftçi, tarlasında yüksek kalitede üzüm yetiştirmek istiyor. Toprağına en uygun gübreyi tespit edebilmek için bir kürek yardımıyla toprağın tek noktasından numune alıp İlçe Tarım Müdürlüğünde analiz ettiriyor. Analiz sonunda uygun olduğunu düşündüğü gübreyi alıp kullanıyor ancak beklediği kalitede bir ürün yetiştiremediğini fark ediyor. Çiftçinin böyle bir sonuçla karşılaşmasının nedeni ne olabilir? Tartışınız.

Temel Kavramlar

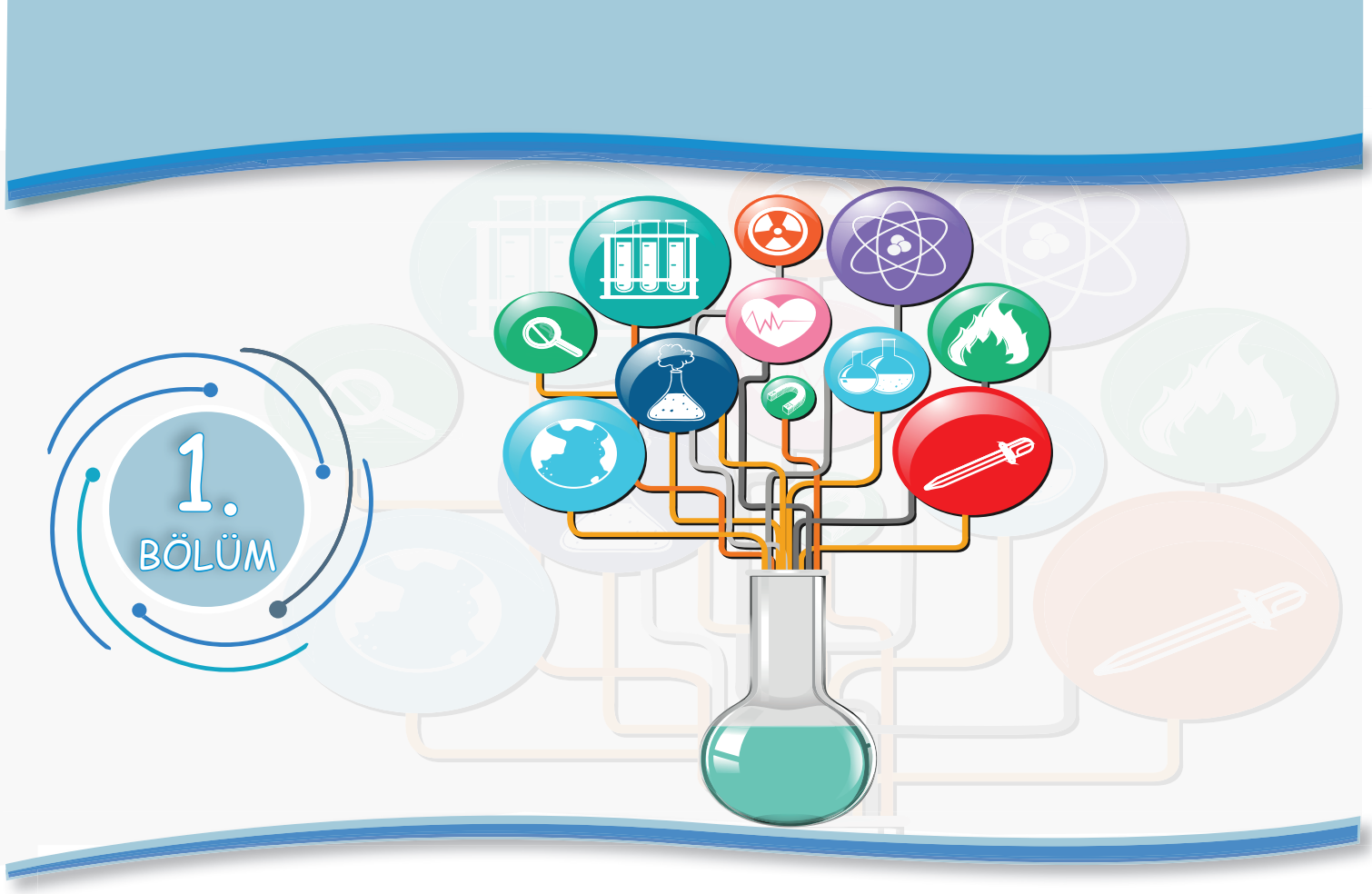
- Analiz
- Analiz numunesi
- Homojen
- Nokta numune
- Numune
- Paçal numune
- Tanık numune
- Temsilî numune

KONULAR

1.1. NUMUNE

1.2. NUMUNE ALMA İŞLEMİ

1.3. NUMUNELERİN ETİKETLENMESİ VE SAKLANMASI



1. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

- Numune
- Numune Türleri
- Numune Alırken Dikkat Edilecek Kurallar

1.1. NUMUNE

Kimyasal ve fiziksel özellikleri belirlenmek istenilen bir maddeden alınan temsilî parçaya **numune** denir.

Kimyasal ve fiziksel analizlerin ilk basamağı numune almadır. Numune alma işleminin doğru yapılması analizin güvenilirliğini belirler. Yanlış alınan numune ile yapılan analiz, maddenin bütünü için hatalı sonuç verir.

Tarım arazilerinden alınan numunelerin analiz edilmesiyle toprağın türü ve mineral içeriği tespit edilir (Görsel 1.1). Yetiştirilebilecek ürünlerin neler olduğu hakkında fikir sahibi olan üretici, verimi arttıracak en uygun gübre çeşidini belirler.

Görsel 1.1: Topraktan numune alma

Hatalı şekilde alınan numuneler, topraktaki minerallerin oranlarını gerçek değerinden az veya fazla göstererek üreticiyi yanlış yönlendirip ekonomik zararlara sebep olur. Yapılan yanlış uygulamalar zaman içinde toprağın kalitesini de düşürür.

1.1.1. NUMUNE TÜRLERİ

Laboratuvarda çalışılacak numuneler aşağıda verilen sıra ile elde edilir.

1. **Nokta Numune (İlk Numune):** Analiz edilecek maddenin tek bir noktasından alınan numunedir. Özellikle toprak gibi homojen olmayan katı maddelerde bütünü temsil etmez.
2. **Paçal Numune (Birleşik Numune):** Analiz edilecek maddenin bütününü temsil etmesi için birden fazla yerden alınan nokta numunelerin karıştırılması ile elde edilen büyük numunedir. Birkaç kilogramdan birkaç yüz kilograma kadar olabilir.
3. **Temsilî Numune (Laboratuvar Numunesi):** Analiz için paçal numuneden alınıp hazırlanan kısımdır. Laboratuvar numunesi birkaç yüz gram kadar olur.
4. **Analiz Numunesi:** Temsilî numuneden alınıp analiz edilen numunedir. Katı maddelerde birkaç yüz miligramdan birkaç grama, sıvı numulerde birkaç mikrolitreden birkaç mililitreye kadar olabilir.
5. **Tanık Numune:** Analiz numunesiyle aynı anda alınıp saklanan numunedir. Sonuca itiraz edilmesi ya da başka bir nedenden dolayı analizin tekrarının gerektiği durumlarda kullanılır.

Sıra Sizde

Bir tarım arazisinin mineral analizi yapılmak isteniyor. Bu amaçla 20 ayrı noktadan toprak örneği(a) alınıp karıştırıldığında 10 kg'lık bir toprak kitlesi(b) elde ediliyor. Kitlenin içinden 250 g kadar alınıp(c) iyice dövülüyor. Toz hâline getirilen topraktan birer gramlık parçalar(ç) alınarak laboratuvarda farklı minerallerin analizleri yapılıyor. Geriye kalan kısım iki ayrı kaba 100 g olacak şekilde bölünüp etiketlenerek gerektiğinde kullanılmak üzere saklanıyor(d).

Yukarıda anlatılan olayda parantez içinde harflerle belirtilmiş yerlerde kastedilen numune türlerini yazınız.

a. .....

b. .....

c. .....

ç. .....

d. .....

1.1.2. NUMUNE ALINIRKEN DİKKAT EDİLECEK KURALLAR

- Numune alınmadan önce gerekli olan koruyucu ekipman giyilmeli (Görsel 1.2) ve İSG kurallarına göre hareket edilmelidir.

Görsel 1.2: Koruyucu ekipman ile numune alma **a.** Çamur numunesi alma **b.** Su numunesi alma

- Gerekli ise numune alacak kişiye bir kişi daha refakat etmelidir.
- Numunenin alındığı maddenin türü, kimyasal özellikleri ve yapısı bilinmelidir.
- Numune alınmadan önce orijinal maddenin hasar görmemesi için uygun ortam hazırlanmalıdır. Hem numunenin hem de orijinal maddenin dış etkenlerden (sıcaklık, rüzgâr, nem vb.) etkilenmesinin önüne geçilmelidir.
- Alınacak numuneye uygun yöntem ve gereç seçilmelidir.
- Numune alınırken kullanılacak araç gereç veya cihazlar temiz ve kuru olmalıdır.
- Patlayıcı ve yanıcı maddelerden (benzin, kerosen vb.) numune alınırken elektrik kıvılcımı ile patlama olmaması için maddenin bulunduğu kaba ve numune alma aparatlarına topraklama yapılmalıdır.
- Numunenin genleşme ihtimaline karşı numune kabında bir miktar boşluk bırakılmalıdır (Hava teması ile çabuk bozunan maddelerde bu boşluk daha az olmalıdır.).
- Numune kabı uygun şekilde etiketlenmelidir.
- Numune alındıktan sonra tüm cihaz ve ekipman uygun şekilde temizlenmelidir.
- Numunenin laboratuvara taşınması sırasında dikkatli olunmalıdır.

1.2. NUMUNE ALMA İŞLEMİ

Neler Öğreneceğiz?

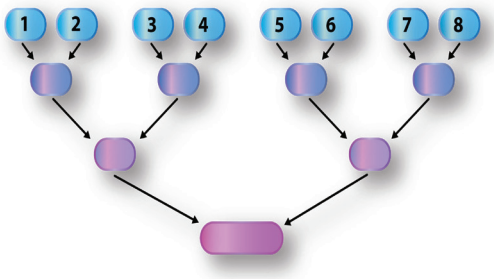
- Katılardan Numune Alma
- Sıvılardan Numune Alma
- Gazlardan Numune Alma

1.2.1. KATILARDAN NUMUNE ALMA

Katı hâldeki maddeler çoğu zaman homojen değildir. Bu nedenle tek bir yerden alınan bir numune maddenin tamamını temsil edemez. Sağlıklı bir numune elde etmek için maddenin farklı noktalarından numune alınarak Şekil 1.1'de gösterildiği gibi karıştırılır ve paçal numune elde edilir. Laboratuvar numunesi paçal numuneden alınır.

Nokta numuneler birleştirilirken maddenin tümünü temsil etmesi için öğütme, harmanlama gibi bazı ön işlemler yapılması gerekir.

Numune öğütülürken katı parçaların küçülmesi yüzey alanının büyümesine sebep olur. Bu da havadan nem kapma ve bozunma olasılığını artırır. Numune alma ve saklama sırasında alınan önlemler bozunmanın önüne geçer.



Şekil 1.1: Katı maddeden paçal numunenin hazırlanması

Taneli Katılardan Numune Alma

Uygun numune alma aparatı kullanılarak maddenin farklı bölgelerinden nokta numuneler alınır (Görsel 1.3).

Şekil 1.1'de gösterildiği gibi nokta numunelerden alınan kısımlar ikişerli olarak birleştirilerek sonunda büyük (paçal) bir numune elde edilir. Paçal numuneden uygun işlemlerle laboratuvar numunesi alınır.

Görsel 1.3: Katı numune alma aparatları **a.** Tarım arazisinden **b.** Ay yüzeyinden **c.** Saksı toprağından **ç.** Tıbbi numune alma aparatları

Madde; çuval veya torba gibi bir ambalajın içindeyse (Görsel 1.4) yeterli sayıda ambalajdan alınan nokta numunelerden paçal numune elde edilir. Örneğin bir çimento fabrikasında üretilen her partide yeterli sayıda torbadan rastgele nokta numuneler alınır. Bunların birleştirilmesi ile paçal numune elde edilir.

Görsel 1.4: Çuvaldan numune alınması

Bir araziden veya tarladan numune almak gerekirse bölgenin birkaç farklı yerinden nokta numuneler alınıp birleştirilerek paçal numune elde edilir. Örneğin alüminyum içerdiği tespit edilen bir bölgenin maden olarak değerlendirilip değerlendirilemeyeceğinin anlaşılabilmesi için yapılacak analizde numune bu şekilde alınmalıdır.

Metal ve Alaşımlardan Numune Alma

Metal veya alaşım gibi homojen bir katının yüzeyinde oksitlenme olabileceğinden yüzeyden alınan numune maddeyi doğru temsil etmez. Bu tip maddelerden, matkapla ortasına kadar delinerek veya rastgele aralıklarla kesilerek numune alınır.

Ambalajlı Ürünlerden Numune Alma

Ambalaja zarar vermeden tüm maddeyi temsil edecek şekilde uygun sayıda numune alınır. Elde edilen büyük numuneden rastgele eleme yapılıp analiz numunesi belirlenir.

1.2.2. SIVILARDAN NUMUNE ALMA

Sıvılardan numune almak katılara göre daha kolaydır. Homojen bir sıvıdan rastgele alınan kısım, analiz numunesi olarak kullanılabilir. Kan numunesi de bu yöntemle alınır. Biyolojik sıvıların bileşimi gün içinde değişir. Kandaki glikoz miktarı yemekten önce ve sonra farklılık gösterir. İdrar bileşimi tüketilen besinlerin cinsi, gün içinde içilen suyun miktarı gibi faktörlerden etkilenir. Bu nedenle biyolojik sıvılardan numune alınırken yapılacak analize uygun zaman tercih edilmelidir.

Küçük kaplarda bulunan sıvılardan numune almak için önce kabın çalkalanması gerekir. Bu şekilde içinde çökelme eğiliminde olan partiküller varsa bunların da numune içinde bulunması ve doğru oranda alınması sağlanır.

Bir fıçı veya varilde bulunan sıvının homojen olduğundan emin olunması hâlinde sıvının herhangi bir yerinden sifon ya da pompa ile numune alınabilir. Ancak sıvı homojen değilse veya olmama ihtimali varsa dip, orta, üst ve yüzey seviyelerinden uygun kaplar ile alınan sıvılar birleştirilerek tek numune hâline getirilir.

Büyük bir tanktan numune alınırken önce sıvının karışması sağlanır daha sonra farklı seviyelerden alınan sıvılar birleştirilerek laboratuvar numunesi oluşturulur.

Görsel 1.5: Kuyudan petrol numunesi alma

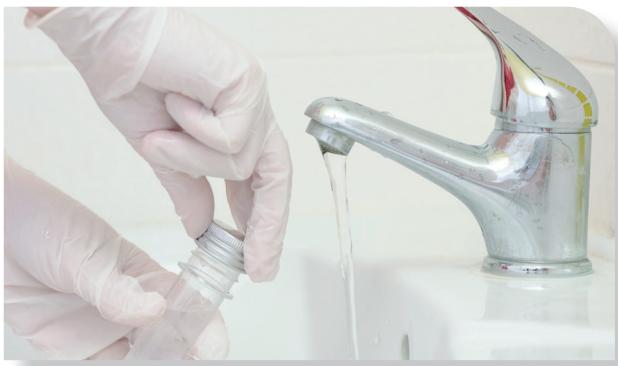
Bir boru içinden pompalanan sıvı iyice karışmış olacağından temsilî numune direkt alınabilir (Görsel 1.5).

Görsel 1.6: Akarsudan numune alma

Görsel 1.7: Durgun sudan numune alma

Akan bir nehrin tek noktasından numune alınabilir (Görsel 1.6). Numune akış hızı yavaş olan bir bölgeden alınacaksa birkaç farklı nokta ve derinlikten alınmalı daha sonra uygun bir şekilde birleştirilmelidir.

Deniz, göl gibi büyük kütleli sularda farklı seviyelerden örnekler alınıp seviyelerine göre ayrı ayrı veya birleştirerek analiz yapılabilir (Görsel 1.7).



Görsel 1.8: Musluk suyundan numune alma

Çeşme suyundan numune alınmadan önce musluğun ağzı alevle sterilize edilip suyun birkaç saniye akması sağlanır (Görsel 1.8).

Mikrobiyolojik analizler için akarsu, durgun su veya çeşme suyundan alınan numuneler steril şişelere konulup ağızları hemen kapatılmalıdır. Bu sayede havadan bakteri, spor vb. kirleticilerin bulaşma riski önlenmiş olur.

1.2.3. GAZLARDAN NUMUNE ALMA

Görsel 1.9: Gaz numunesi kapları

Gaz numuneleri vakumlanmış paslanmaz çelik (Görsel 1.9) veya PVC kaplarda toplanır. Bunların dışında vakumlu plastik torbalar da numune almak için uygundur. Bir nefes örneğinin veya otomobil egzoz gazının numunesi alınacaksa vakumlu plastik torbalar kullanılmalıdır.

Bir tanktan numune almak için özel numune kapları kullanılır. Tankın numune vanasına kabın numune giriş vanası bağlanıp numunenin alınması sağlanır.

3. BÖLÜM

1.3. NUMUNELERİN ETİKETLENMESİ VE SAKLANMASI

1.3.1. NUMUNELERİN ETİKETLENMESİ

Neler Öğreneceğiz?

- Numunelerin Etiketlenmesi
- Numunelerin Saklanması
- Sonuçların Kaydedilmesi

Numune kaplarının üzerinde, içindeki numuneyi tanımlayıcı özelliklerin belirtildiği etiketler olmalıdır. Numune etiketlerinde; numunenin adı, numunenin alınma tarihi ve saati, numuneyi alan kişinin adı soyadı, numunenin fiziksel hâli, numunenin kimyasal özellikleri (kararlılık, reaktiflik, korunma koşulları vb.), numunenin güvenlik işaretleri (piktogramlar) bulunmalıdır. Ayrıca numunenin alınma amacı ve alındığı yer gibi fazladan bilgiler de gerekebilir. Örneğin tarla toprağından alınan bir numunede tarlanın mevkisini gösteren bilgiler de yer almalıdır.

Görsel 1.10'da numune etiketinde bulunması gereken bilgiler verilmiştir.

Numune Adı : .....

Numune Alma Yeri : .....

Numune Alma Noktası : .....

Numunenin Alındığı Gün ve Saat : .....

Adı-Soyadı İmzası : .....

Numunenin Tehlike Sınıfı : .....

Görsel 1.10: Numune etiketi örneği

Görsel 1.11: Numunenin saklanması

1.3.2. NUMUNELERİN SAKLANMASI

Numunelerin analiz bitimine kadar bozulmadan saklanması gerekir (Görsel 1.11). Numunenin içinde bulunan kararsız bileşiklerin bozunması, uçucu bileşenlerin kaybolması analizin hatalı sonuç vermesine sebep olur.

Tekrar edilmesi gereken analizlerde ilk numuneyle aynı özelliklere sahip bir tanık (şahit) numuneye ihtiyaç vardır. Tanık numunenin saklanma süresince alındığı maddenin özelliklerini tam olarak temsil ettiğinden emin olunmalıdır. Numunelerin saklanma metotları numunenin kimyasal özellikleri ve yapılacak analize göre belirlenmelidir.

Laboratuvar numuneleri ve tanık numuneler saklanırken aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Numune kapları, içine konan numune ile reaksiyona girmeyen, dayanıklı, sızdırmaz, korozyona dirençli özellikte olmalıdır.
- Işığa karşı hassasiyet gösteren numuneler, koyu renkli numune kaplarına konularak karanlık bir ortamda saklanmalıdır.
- Numune kabının boyutu numune miktarına göre seçilmelidir.
- Numune alındıktan sonra numune kabının kapağı sıkıca kapatılmalıdır.
- Numune kabı, numunenin özelliklerine uygun şekilde etiketlenmeli ve saklanmalıdır.
- Gaz hâlindeki numuneler uygun basınçlı kaplarda saklanmalıdır.

Saklanma süresi dolan numuneler, içerdiği kimyasalların özelliğine göre ambalajlanarak bertaraf edilmelidir. Numunelerin bertaraf işlemi sağlık, emniyet, çevre ve güvenlik (SEÇ-G) ekiplerince gerçekleştirilir.

1.3.3. SONUÇLARIN KAYDEDİLMESİ

Numune analiz edildiğinde çıkan sonuçların veri tabanına işlenmesi ve saklanması gerekir. Bu, analiz edilen numunenin özelliklerinin bilinmesi ve analiz edilen madde ile yapılacak işlerin planlanması için önemlidir.

Analiz sonuçları, analiz metodunun istatistiksel olarak değerlendirilmesinde de kullanılır. Tek bir analizle elde edilen sonucun doğruluğu kesin değildir. Tüm sistematik hatalar önlenmiş olsa da her analiz rastgele hatalar barındırır. Çok sayıda analizin istatistiksel değerlendirmesiyle rastgele hataların etkisini en aza indirmek mümkün olur. Çalışılan metotla ilgili elde ne kadar çok veri varsa analiz sonuçlarının güvenilirliği o kadar fazla olacaktır.

1. Laboratuvar Çalışması

Taneli Katılardan Numune Alma

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

Amaç

Topraktan numune alma tekniğini kavramak.

Araç Gereç

- Spatül
- Numune kabı
- Etiket
- Toprak

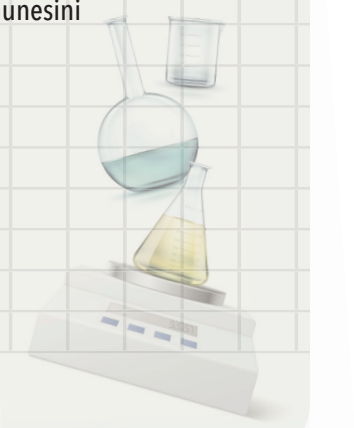
İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Katı numunesi almak için gerekli ekipmanı hazırlayınız.
3. Okulunuzun bahçesinde bulunan bir bölgeden toprak numunesi alınız.
4. Şekil 1.1'den yararlanarak tek bir numune elde ediniz.
5. Numunenizi uygun bir kaba alınız.
6. Aşağıdaki etiket örneğini kullanarak numune kabınızı etiketleyiniz.
7. Laboratuvar çalışması sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Numune Adı : .....
Numune Alma Yeri : .....
Numune Alma Noktası : .....
Numunenin Alındığı Gün ve Saat : .....
Adı-Soyadı İmzası : .....
Numunenin Tehlike Sınıfı : .....

Değerlendirme

Ali, zirai gübre üreten bir fabrikada staj yapmaktadır. Ali'den ürettikleri diamonyum fosfat (DAP) gübresinden kalite analizi yapmak üzere numune alması istenmiştir. Ali'nin analiz numunesini hazırlayıncaya kadar izlemesi gereken yolu açıklayınız.



2. Laboratuvar Çalışması

Musluk Suyundan Numune Alma

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

Amaç

Musluk suyundan numune alma tekniğini kavramak.

Kimyasal Maddeler

- Etil alkol

Araç Gereç

- Renkli şişe
- Pens
- Pamuk
- Çakmak
- Etiket

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Sıvı numunesi almak için gerekli ekipmanı hazırlayınız.
3. Laboratuvarınızda bulunan musluğun ağzını, etil alkolle ıslatılmış pamuğu yakarak sterilize ediniz.
4. Musluk çıkışından numune alınız.
5. Numunenizi uygun bir şişeye doldurunuz.
6. Aşağıdaki etiket örneğini kullanarak numune şişesini etiketleyiniz.
7. Laboratuvar çalışması sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

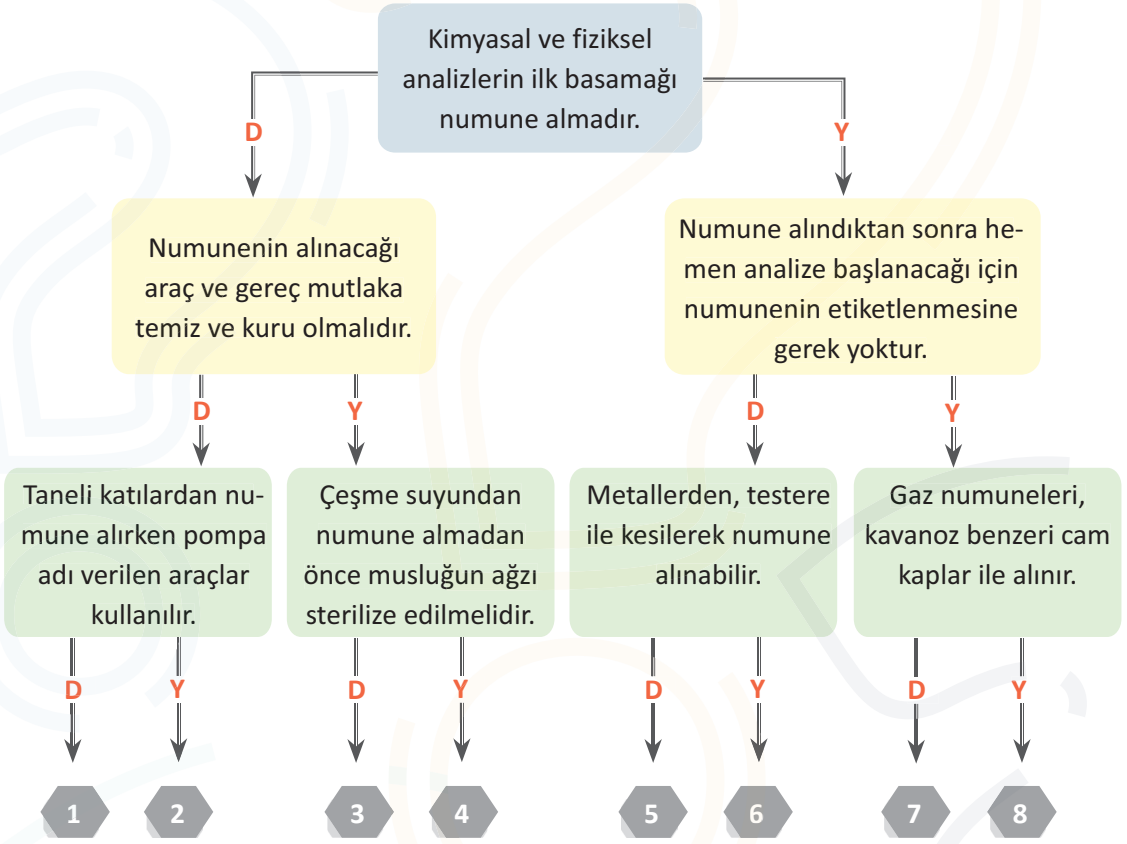
Numune Adı : .....
Numune Alma Yeri : .....
Numune Alma Noktası : .....
Numunenin Alındığı Gün ve Saat : .....
Adı-Soyadı İmzası : .....
Numunenin Tehlike Sınıfı : .....

Değerlendirme

Yerleşim yerlerinin yakınındaki bir göletten çevreye kötü kokular yayılınca sorunun tespit edilebilmesi için suyun analiz edilmesine karar veriliyor. Laboratuvarda kimyager olarak çalışan Zehra'nın numune alma sırasında nasıl bir yol izlemesi gerektiğini açıklayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Numune alma hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Numune alma ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Numune alma işleminin doğru yapılması, analizin güvenilirliği için çok önemlidir.

( ) **b.** Numune alınacak kap, numune ile ağzına kadar doldurularak kapatılmalıdır.

( ) **c.** Analiz sonuçlarından şüphe edilmesi veya analizin tekrar talep edilmesi durumları için saklanan numuneye tanık numune denir.

( ) **ç.** Numune kapları standart büyüklükte üretilir.

( ) **d.** Numune kapları saklanırken numunenin özelliklerine dikkat edilmelidir.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 Bir ortamın tüm fiziksel ve kimyasal özelliklerini temsil eden, incelenip analiz edilmek üzere alınan kısma ..... denir.
Cümledeki boş bırakılan yere aşağıdakilerden hangisi gelmelidir?

A) kimyasal analiz
B) biyolojik analiz
C) alaşım
D) fiziksel analiz
E) numune

2 Analiz edilecek maddenin bütününü temsil etmesi için birden fazla yerden alınan nokta numunelerin karıştırılması ile elde edilen büyük numunedir.
Yukarıda tanımı verilen numune çeşidi hangisidir?

A) Nokta B) Paçal
C) Temsilî D) Analiz
E) Tanık

3 **Aşağıda verilen maddelerden hangisinden numune alınması diğerlerine göre farklılık gösterir?**

A) Demir madeni
B) Tarım arazisi
C) Çimento
D) Tatlı su kaynağı
E) Buğday yığını

4 **Numune alınırken dikkat edilmesi gereken temizlik kuralları ile ilgili aşağıda verilen cümlelerden hangisi yanlıştır?**

A) Numune kabı, numune alındıktan sonra derhal kapatılmalıdır.
B) Numune ile temas yoksa kişisel koruyucu donanımları kullanmaya gerek yoktur.
C) Numune almada kullanılan cihazlar işlemden hemen sonra temizlenmelidir.
D) Numune alma işlemi esnasında, numunenin kirlenmemesine dikkat edilmelidir.
E) Numune alma cihazları ve numune kapları, kullanım esnasında temiz ve kuru olmalıdır.

5 **Aşağıda verilenlerden hangisi numune türleri arasında yer almaz?**

A) Nokta B) Temsilî
C) Paçal D) Bütün
E) Tanık

6 **Asıl numuneden alınarak gerektiğinde kullanılmak üzere saklanan numune aşağıdakilerden hangisidir?**

A) Sıvı numune
B) Tanık numune
C) Katı numune
D) Gaz numune
E) Paçal numune

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1 **Analiz edilen numunenin sonuçlarının kaydedilerek saklanması neden önemlidir? Açıklayınız.**

2 **Katı maddeden alınan bir laboratuvar numunesinin homojenliği nasıl sağlanabilir?**

3 **Göl gibi büyük kütleli durgun sulardan numune almak için nasıl bir yol izlenmelidir?**

4 **Gazlardan numune alınırken ne tür numune kapları kullanılır?**

5 **Laboratuvar öğretmeni, okul bahçesindeki çiçek serasından toprak numunesi alması için Kıvanç'ı görevlendirmiştir. Kıvanç'ın uyguladığı işlem sıralamasında eksik olan basamağı yazınız.**

- Toprak numunesine uygun temiz bir kap almıştır.
- Numune alma aparatı olarak bir kürek seçmiştir.
- Numune alınacak bölümü yaklaşık sekiz kısma ayırmıştır.
- Bu bölümlerin her birinden numune alıp birleştirerek laboratuvara gönderilecek paçal numuneyi oluşturmuştur.
- Numune alırken temizlik kurallarına dikkat etmiştir.
- Paçal numuneyi numune kabına aktarmış ve kapağını kapatmıştır.
- .....
- Numuneyi laboratuvara götürmüştür.

2. ÖĞRENME BİRİMİ

ATIKLAR İLE İLGİLİ İŞLEMLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

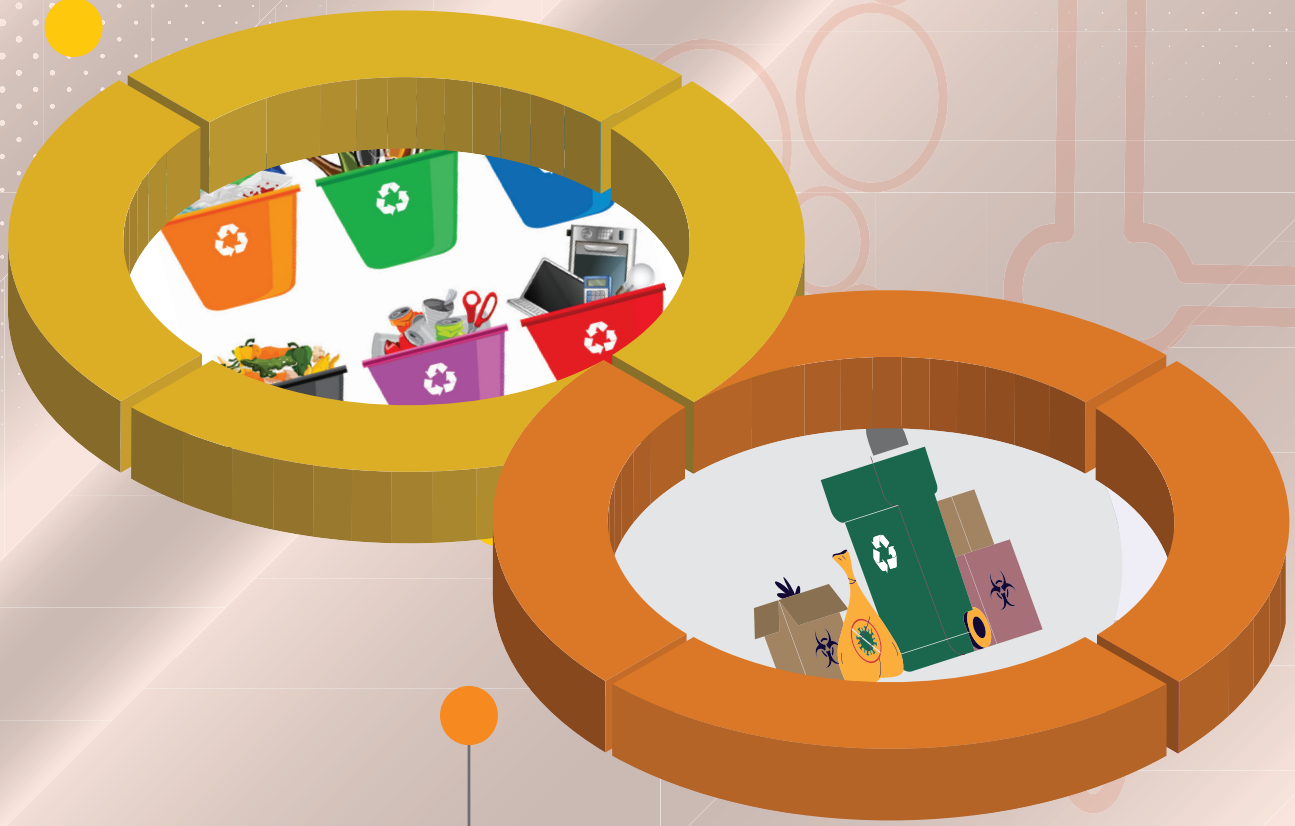
Bir haber kanalına konuşan bilim insanı, denizde yaptıkları araştırmalarda hava ile temas ettiğinde alev alan bir katı bir maddeye rastladıklarını açıklıyor. Numuneden alınan örnekler üzerinde birtakım analizler yapıldığında çıkan katının beyaz fosfor olduğu belirleniyor. Bu bilgiler ışığında beyaz fosforun özellikleri hakkında neler söyleyebilirsiniz? Beyaz fosforun saklama koşulları nasıl olmalıdır? Tartışınız.

Temel Kavramlar

- Atık
- Atık hiyerarşisi
- Atık kodu
- Atık yönetimi
- Asit yağmuru
- Geri dönüşüm

KONULAR

2.1. ATIKLARIN SINIFLANDIRILMASI



2.2. ATIKLARIN MUHAFAZA VE BERTARAF EDİLMESİ

1. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

- Atık
- Atık Listesi
- Atık Kodu

2.1. ATIKLARIN SINIFLANDIRILMASI

Üretim ve kullanım faaliyetleri sonrasında ortaya çıkan, işe yaramayan, çevreye zarar verebilecek her türlü maddeye **atık** denir.

Atıklar fiziksel hâllerine **(katı, sıvı, gaz)** ve kaynaklarına göre sınıflandırılır. Evsel, tıbbi ve endüstriyel atıkların yanında inşaat atıkları, nükleer atıklar, ambalaj atıkları gibi atık sınıfları da mevcuttur.

Evlerde yapılan işlemler sonucunda oluşan çöpler ve kanalizasyona boşaltılan temizlik kimyasalları **evsel atık**; tıbbi kullanım sonucu ortaya çıkan vücut sıvıları ile kirlenmiş pamuklar, gazlı bezler, kullanılmış enjektörler, serum torbaları vb. **tıbbi atık**tır.

Sanayi uygulamaları sonucu oluşan endüstriyel atıklarla birlikte evsel ve tıbbi atıklar da çevre için büyük tehdit oluşturmaktadır.

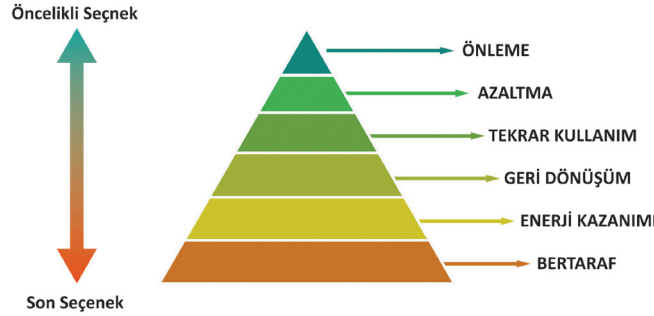
Görsel 2.1: a. Fabrika atıkları b. Evsel atıklar c. Kimyasal atıklar

Atıkların kontrolsüzce çevreye bırakılması hava, su ve toprak kirliliğine sebep olmaktadır (Görsel 2.1). Hava kirliliği solunum yolları rahatsızlıklarına, asit yağmurlarına, bitkilerin ve hayvanların zarar görmelerine neden olur.

Su kirliliği, suda yaşayan canlılar başta olmak üzere tüm doğaya zarar verir. İçme sularının kirlenmesi birçok farklı hastalığa yol açar.

Toprak kirliliği, bitkilerin zarar görmesine, bitki dokularında kimyasalların birikmesine, bu bitkilerden beslenen insanların ve hayvanların hastalanmalarına hatta ölmelerine neden olabilir.

Çevrenin insan faaliyetlerinden zarar görmemesi için atık yönetimi hiyerarşisine uyulması gerekir (Şekil 2.1). Buna göre öncelikle atık oluşumu önlenmeye çalışılmalı, önlenemiyorsa atıkların geri dönüşümü sağlanmalıdır. Doğal kaynakların hızla tükendiği dünyamızda kullanılabilir durumda olan atıkların geri dönüşümlerinin sağlanması sadece ekolojik yaşam için değil ülke ekonomileri için de büyük bir kazançtır.



Şekil 2.1: Atık yönetimi hiyerarşisi

Ülkemizde cam, metal, kâğıt, plastik, pil, yağ gibi maddeler atık geri dönüm kutularında toplanarak ayrıştırılmaktadır (Görsel 2.2). Atık sular, arıtma tesislerinde arıtılarak tekrar kullanılabilir hâle getirilmektedir.

Görsel 2.2: Atık geri dönüşüm kutuları

2.1.1. ATIKLARIN KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

Kimyasal özellikleri farklı olan atıkların çevre için oluşturdukları etkiler birbirinden farklıdır. Kontrol ve bertaraf işlemlerinde atıkların özelliklerine dikkat edilmeli, her atığın farklı bir risk taşıdığı unutulmamalıdır.

Patlayıcı Maddeler: Kendiliğinden veya sarsıntı, basınç gibi bir etki ile patlayabilecek maddeler bu sınıftandır. NH_4NO_3, TNT, nitrogliserin gibi maddeler patlayıcı özelliktedir. Toz hâldeki katılar da uygun olmayan istiflenme koşullarında patlayabilir.	
Yanıcı Maddeler: Normal basınçta ve oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda kolayca tutuşabilecek maddeler yanıcı madde olarak sınıflandırılır. H_2, CH_4 gibi gazlar, benzin, C_2H_5OH gibi sıvılar ile naftalin ve kükürt gibi katılar kolay alevlenir. **Piroforik Maddeler:** Az miktarda havayla bile temas ettiğinde düşük sıcaklıkta alev alabilen maddelerdir. Triklorosilan, dietil alüminyum klorür piroforik sıvılara; magnezyum tozu, beyaz fosfor piroforik katılara örnektir.	
Basınçlı Gazlar: 2 atm ve üzerindeki basınçlarda sıkıştırılmış ya da kritik sıcaklığın altında basınçla sıvılaştırılmış gazlardır. Oksijen tüpleri, LPG tankları vb. hazneler içindeki gazlar bu sınıftandır.	
Oksitleyici Maddeler: Kendisi yanıcı olmayan ancak yanıcı maddeler ile temas ettiğinde onların yanmasını kolaylaştıran katı ve sıvı maddeler oksitleyicidir. H_2O_2, HNO_3, $KMnO_4$, $K_2Cr_2O_7$ gibi maddeler bu özelliktedir.	
Organik Peroksitler: H_2O_2 teki H atomlarından biri veya ikisinin yerini CH_3^-, CH_3CO^-, $C_6H_5^-$ gibi organik yapıların (R-) aldığı bileşiklerdir. R-O-O-H veya R-O-O-R yapısında olabilir. Yanıcı ve patlayıcı maddelerdir.	
Korozif Maddeler: Metallerin kimyasal olarak aşınmasına **korozyon** adı verilir. Korozyona sebep olan maddelere **korozif maddeler** denir. HCl, HNO_3 gibi asitler, NaOH gibi bazlar ve $FeCl_3$, $AgNO_3$ gibi bazı tuzlar sulu ortamda korozif özellik gösterir. Korozif maddeler ciltte hasara neden olur.	
Zehirli (Toksik) Maddeler: Maruz kalındığında vücudun normal fonksiyonlarını bozarak solunum yetmezliği ve sindirim sistemi rahatsızlıklarına (kusma, ishal vb.) neden olan ölümcül maddelere **toksik maddeler** denir. Katı (arsenik ve siyanür tuzları), sıvı (antifriz olarak kullanılan etilen glikol) veya gaz (CO) hâlde bulunabilir.	
Karsinojen Maddeler: Vücuda alınması hâlinde kansere sebep olabilen maddelerdir. CH_2O, $NaNO_3$ gibi maddeler karsinojendir.	
Doğal Yaşama Zararlı Maddeler: Çevreye atık olarak bırakıldıklarında biyobozunuma çok az uğrayan ya da hiç uğramayan, bu nedenle sürekli biriken, bitki ve hayvanların zarar görmesine sebep olan maddelerdir. Tarımda kullanılan herbisit (yabani bitki öldürücü), pestisit (böcek ve örümcek öldürücü), kalay, kadmiyum, gümüş gibi ağır metal bileşikleri, plastikler ve benzen halkası içeren deterjanlar bu sınıftan maddelerdir.	

2.1.2. ATIK LİSTELERİ VE ATIK KODLARI

Atıklar, doğru muhafaza ve bertaraf koşullarının belirlenmesi amacıyla etiketlenmelidir. Etiketleme, uluslararası kriterler dikkate alınarak hazırlanmış Atık Yönetmeliği'nde belirtilen şekilde yapılır. Atık etiketleri üzerinde atığın kaynağını ve özelliklerini belirten atık kodları bulunur. Atık kodları "xx yy zz" şeklinde altı haneden oluşur. Bu altı hanenin ilk iki hanesi (xx) atığın kaynağını gösteren koddur. Son dört hane ise atığın nasıl oluştuğu hakkında bilgi verir. Atık kaynağını gösteren kodlar aşağıdaki gibidir.

Tablo 2.1: Atık Kaynağını Gösteren Kodlar

NO	
(01)	Madenlerin aranması, çıkarılması, işletilmesi, fiziki ve kimyasal işleme tabi tutulması sırasında ortaya çıkan atıklar
(02)	Tarım, bahçıvanlık, su ürünleri, ormancılık, avcılık ve balıkçılık, gıda üretimi ve işlemesi sonucu ortaya çıkan atıklar
(03)	Ahşap işleme ve kâğıt, karton, kâğıt hamuru, panel (sunta) ve mobilya üretiminden kaynaklanan atıklar
(04)	Deri, kürk ve tekstil endüstrilerinden kaynaklanan atıklar
(05)	Petrol rafinasyonu, doğal gaz saflaştırma ve kömürün pirolitik işlenmesinden kaynaklanan atıklar
(06)	İnorganik kimyasal işlemlerden kaynaklanan atıklar
(07)	Organik kimyasal işlemlerden kaynaklanan atıklar
(08)	Astarlar (boyalar, vernikler ve vitrifiye emayeler), yapışkanlar, yalıtıcılar ve baskı mürekkeplerinin imalat, formülasyon tedarik ve kullanımından kaynaklanan atıklar
(09)	Fotoğraf endüstrisinden kaynaklanan atıklar
(10)	Isıl işlemlerden kaynaklanan atıklar
(11)	Metal ve diğer malzemelerin kimyasal yüzey işlemi ve kaplanması işlemlerinden kaynaklanan atıklar; demir dışı hidrometalurji
(12)	Metallerin ve plastiklerin fiziki ve mekanik yüzey işlemlerinden ve şekillendirilmesinden kaynaklanan atıklar
(13)	Yağ atıkları ve sıvı yakıt atıkları (yenilebilir yağlar, 05 ve 12 hariç)
(14)	Atık organik çözücüler, soğutucular ve itici gazlar (07 ve 08 hariç)
(15)	Atık ambalajlar ile başka bir şekilde belirtilmemiş emiciler, silme bezleri, filtre malzemeleri ve koruyucu giysiler
(16)	Listede başka bir şekilde belirtilmemiş atıklar
(17)	İnşaat ve yıkıntı atıkları (kirlenmiş alanlardan çıkartılan hafriyat dahil)
(18)	İnsan ve hayvan sağlığı ve/veya bu konulardaki araştırmalardan kaynaklanan atıklar (doğrudan sağlığa ilişkin olmayan mutfak ve restoran atıkları hariç)
(19)	Atık yönetim tesislerinden, tesis dışı atık su arıtma tesislerinden ve insan tüketimi ve endüstriyel kullanım için su hazırlama tesislerinden kaynaklanan atıklar
(20)	Ayrı toplanmış fraksiyonlar dahil belediye atıkları (evsel atıklar ve benzer ticari, endüstriyel ve kurumsal atıklar)

Örneğin madenlerin çıkarılması ve işlenmesi sırasında oluşan atıklar **"01 yy zz"** şeklindedir. **"01 01 zz"** şeklindeki kodlar madenlerin çıkarılması sırasında oluşan atıkları, **"01 05 zz"** şeklindeki kodlar ise sondaj çamuru ve diğer sondaj atıklarını ifade eder.

01 01 01 kodu metalik maden kazılarından kaynaklanan atıkları, **01 01 02** kodu ise metalik olmayan maden kazılarından kaynaklanan atıkları gösterir. Her bir atık kaynağının kendi içerisinde yy ve zz kodları mevcuttur. Bu kodlar Atık Yönetimi Yönetmeliği'nde verilmiştir.

Atık tehlikeli ise altı haneli kodun yanında * işareti bulunur. Örneğin **02 01 08*** kodu tehlikeli maddeler içeren zirai atıklar için kullanılır. Altı haneli atık kodunun hizasında, açıklama kısmında **"A"** harfi ile yapılan işaretleme, atığın kesinlikle tehlikeli olduğunu gösterir. Bu atıklar analiz yapılmaksızın tehlikeli olarak işaretlenir ve ona göre işlem yapılır. Açıklama kısmında **"M"** harfi ile yapılan işaretleme atığın muhtemel tehlikeli olduğunu ifade eder. Bu şekilde işaretlenen atıkların tehlikeli olup olmadığını belirlemek için gerekli analizler yapılmalıdır.

Altı haneli kodun son iki hanesi 99 olan atıklar tanımlanmamış atıklardır. Bu atıkların tehlike durumları da belirlenmemiştir. Örneğin **01 05 99** kodu sondaj çamurları ve sondaj atıkları sınıfında tanımlanmamış atıkları belirtir.

Örnek

Atık kodu 03 01 01* olan ve açıklama kısmında M harfi yazan bir atık ile ilgili değerlendirme yapınız.

Çözüm

Atık kodunun ilk iki hanesi (03) atığın ahşap işlenmesi, kâğıt, karton, sunta, mobilya üretiminden kaynaklandığını göstermektedir. Atık kodunun yanındaki * işareti atığın tehlikeli olduğunu, M harfi ise atığın muhtemelen tehlikeli olduğunu, analiz yapılarak taşıdığı tehlikenin belirlenmesi gerektiğini gösterir.

Sıra Sizde

Aşağıda verilen atık kodları ile ilgili değerlendirme yapınız.

	ATIK KODU	AÇIKLAMA	DEĞERLENDİRME
a	04 01 01		
b	08 03 12*	M	
c	06 03 11*	M	
ç	07 01 99		
d	05 01 02*	A	

2. BÖLÜM

2.2. ATIKLARIN MUHAFAZA VE BERTARAF EDİLMESİ

Neler Öğreneceğiz?

- Atıkların Saklanması
- Atıkların Etiketlenmesi
- Atık Bilgi Formu
- Atıkların Teslimi

Atıkların muhafaza edilmesi ve yok edilmesi işlemleri yönetmeliklerce belirlenmektedir. Farklı özellikte atıklara yapılacak işlemlerle ilgili farklı yönetmelikler mevcuttur: Atık Yönetimi Yönetmeliği, Atıkların Düzenli Depolanmasına Dair Yönetmelik, Tehlikeli Atıkların Kontrolü Yönetmeliği vb. Bu kanunların ve yönetmeliklerin yürütmesi Çevre ve Şehircilik Bakanlığı ve yerel yönetimlerce yapılır.

2.2.1. ATIKLARIN SAKLANMASI

Yapılan işlemler sonucu oluşan atıkların uygun şekilde ambalajlanması ve uygun kaplarda saklanması gerekir. Laboratuvarda yapılan çalışmalar sonucunda oluşan atıklar özelliklerine göre sınıflandırılmalı, birbiri ile tehlikeli reaksiyon verebilecek maddeler birbirine karıştırılmadan özelliklerine uygun kaplarda saklanmalı ve etiketlenmelidir. Farklı özellikteki atık kapları aşağıdaki gibidir.

Atık Bidonları

Yanıcı ve parlayıcı olmayan kimyasal atıkların saklanması için kullanılan polietilenden yapılmış kaplardır (Görsel 2.3).

Görsel 2.3: Atık bidonu

Galvanizli Çelik Bidonlar

Kolay alevlenen, parlayıcı kimyasalların depolanmasında kullanılan atık kaplarıdır. Ağız kısmında bulunan güvenlik aparatı içerideki sıvının alevlenmesini önler.

Görsel 2.4: Tıbbi atık poşetleri ve kutusu

Atık Poşetleri

Kimyasal maddelere ve yüksek sıcaklığa dayanıklı, ağzı kilitli poşetler bazı tehlikeli atıkları saklamak için kullanılmaktadır. En yaygın kullanılanları polipropilen poşetlerdir. Katı laboratuvar atıkları sarı renkli poşetlerde (Görsel 2.4); plastik, kâğıt ve tekstil ürünü atıklar kırmızı renkli poşetlerde saklanır. Evsel atıklar için çoğunlukla mavi poşetler tercih edilir.

2.2.2. ATIKLARIN ETİKETLENMESİ

Görsel 2.5: Etiketlenmiş atık şişesi

Atıklar uygun kaplara konulduktan sonra üzerlerine atığın özelliklerini gösteren etiketler yapıştırılır (Görsel 2.5). Bir atık etiketi üç ana bölümden oluşur. Birinci bölümde atık oluşumuna neden olan firma ile ilgili tanıtıcı bilgiler ve atığın çıkış tarihi yer alır. İkinci bölüm atık bilgileri bölümüdür. Bu bölümde atık adı ve atık kodu yazılıdır. Üçüncü bölümde atığın risk koşulları belirtilir.

Yangın riski, olası bir yangında söndürme işleminde kullanılacak ekipmanlar, atıkla ilgili dikkat edilecek hususlar etiketin üzerinde belirtilmelidir (Görsel 2.6).

Görsel 2.6: Atık etiketi örneği

2.2.3. ATIK BİLGİ FORMU

Atık üreticisi her atık türü için atığın özelliklerini, atık ile ilgili güvenlik bilgilerini ve gerekli açıklamaları içeren atık bilgi formu hazırlamalıdır. Atık bilgi formlarında aşağıdaki bilgiler yer alır.

Dönüştürme Katsayısı

Gerekli görülürse atığın m^3 cinsinden hacmini ton olarak kütleye çevirmek için verilen faktördür ($1m^3$ = x ton). Bu büyüklük atığın ortalama özkütlesine eşittir.

Atığın Bileşenleri

Atığın yapısında bulunan, özellikle çevre ve insan sağlığı açısından tehlike oluşturabilecek maddeler atık bilgi formunda yer almalıdır.

Atığın Neden Olduğu Zararlar

Atığın içeriğinde bulunan maddelerden kaynaklanabilecek zararlar atık bilgi formunda H kodları ile ifade edilir. Tablo 2.2'de H kodları ve anlamları verilmiştir.

Tablo 2.2: H Kodları ve Anlamları

H1	Patlayıcı
H2	Oksitleyici
H3	Alevlenir
H4	Tahriş edici
H5	Zararlı
H6	Toksik
H7	Karsinojen

H8	Korozif (aşındırıcı)
H9	Enfeksiyon yapıcı
H10	Üreme sistemine toksik
H11	Mutajenik
H12	Hava veya su ile temas hâlinde zehirli gaz açığa çıkaran atık

H13	Hassaslaştırıcı
H14	Ekotoksik
H15	Bertarafı sonrası bir şekilde yukarıdaki özelliklerden herhangi birini gösterebilecek madde açığa çıkarabilecek atık

Sıra Sizde

Gül yağı üretimi, gül yapraklarının hekzanla ekstraksiyonu sonucu elde edilen çözeltinin damıtılması ile yapılır. Hekzan birkaç kez ekstraksiyonda kullanıldıktan sonra atık olarak değerlendirilebilen yanıcı bir maddedir. Buharının havada %1 oranını bulması durumunda patlama riski vardır. Ciltte tahrişe ve vücuda alınması durumunda zehirlenmeye sebep olur. Kanser yapıcı bir kimyasal olan hekzan çevreye de zararlıdır. **Buna göre gül yağı üretim tesisinden atık olarak çıkarılan hekzanın atık bilgi formunda hangi H kodları olmalıdır?**

D ve R Kodları

Atığın bertaraf yöntemleri D kodları ile geri dönüşüm uygulamaları ise R kodları ile gösterilir.
D kodları ve anlamları aşağıdaki gibidir.

D1 Toprağın altında veya üstünde düzenli depolama

D2 Arazi ıslahı (sıvı veya çamur atıkların toprakta biyolojik bozulmaya uğraması vb.)

D3 Derine enjeksiyon (pompalanabilir atıkların kuyulara, tuz kayalarına veya doğal olarak bulunan boşluklara enjeksiyonu vb.)

D4 Yüzey doldurma (sıvı ya da çamur atıkların kovuklara, havuzlara ve lagünlere doldurulması vb.)

D5 Özel mühendislik gerektiren düzenli depolama (çevreden ve her biri ayrı olarak izole edilmiş ve örtülmüş hücresel depolama vb.)

D6 Deniz/okyanus hariç bir su kütlesine boşaltım

D7 Deniz yatakları dahil deniz/okyanuslara boşaltım

D8 D1 ila D7 ve D9 ila D12 arasında verilen işlemlerden herhangi biri yoluyla atılan nihai bileşiklerin veya karışımların oluşmasına neden olan ve bu ekin başka bir yerinde ifade edilmeyen biyolojik işlemler

D9 D1 ila D8 ve D10 ila D12 arasında verilen işlemlerden herhangi biri yoluyla atılan nihai bileşiklerin veya karışımların oluşmasına neden olan fiziksel-kimyasal işlemler (örneğin buharlaştırma, kurutma, kalsinasyon vb.)

D10 Yakma (karada)

D11 Yakma (deniz üstünde)

D12 Sürekli depolama (bir madende konteynerlerin yerleştirilmesi vb.)

D13 D1 ila D12 arasında belirtilen işlemlerden herhangi birine tabi tutulmadan önce harmanlama veya karıştırma

D14 D1 ila D13 arasında belirtilen işlemlerden herhangi birine tabi tutulmadan önce yeniden ambalajlama

D15 D1 ila D14 arasında belirtilen işlemlerden herhangi birine tabi tutuluncaya kadar depolama (atığın üretildiği alan içinde geçici depolama, toplama hariç)

R kodları ve anlamları aşağıdaki gibidir.

- **R1** Enerji üretimi amacıyla başlıca yakıt olarak veya başka şekillerde kullanma
- **R2** Solvent (çözücü) ıslahı/yeniden üretimi
- **R3** Solvent olarak kullanılmayan organik maddelerin ıslahı/geri dönüşümü (kompost ve diğer biyolojik dönüşüm prosesleri dahil)
- **R4** Metallerin ve metal bileşiklerinin ıslahı/geri dönüşümü
- **R5** Diğer inorganik malzemelerin ıslahı/geri dönüşümü
- **R6** Asitlerin veya bazların yeniden üretimi
- **R7** Kirliliğin azaltılması için kullanılan parçaların (bileşenlerin) geri kazanımı
- **R8** Katalizör parçalarının (bileşenlerinin) geri kazanımı
- **R9** Yağların yeniden rafine edilmesi veya diğer yeniden kullanımları
- **R10** Ekolojik iyileştirme veya tarımcılık yararına sonuç verecek arazi ıslahı
- **R11** R1 ila R10 arasındaki işlemlerden elde edilecek atıkların kullanımı
- **R12** Atıkların R1 ila R11 arasındaki işlemlerden herhangi birine tabi tutulmak üzere değişimi
- **R13** R1 ila R12 arasında belirtilen işlemlerden herhangi birine tabi tutuluncaya kadar atıkların ara depolanması (atığın üretildiği alan içinde geçici depolama, toplama hariç)

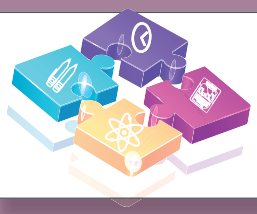
Diğer Sistematiklerdeki Atık Kodları

Sınır ötesi taşınacak olan atıklarda uluslararası açıklayıcı kodlar ve bilgiler yer almalıdır.

2.2.4. ATIKLARIN TESLİM EDİLMESİ

Çeşitli faaliyetler sonucu oluşan atıkların gerekli kayıtlar tutulmadan rastgele bertaraf edilmesi çevreye vereceği zararlar dolayısıyla yasaktır. Doğru şekilde etiketlenmiş ve bilgi formu doldurulmuş olan atıkların gerekli lisanslara sahip taşıma ekiplerine tutanakla teslim edilerek bertaraf edilecekleri ya da geri dönüştürülecekleri yere ulaşmaları sağlanır.

Çevre ve Şehircilik Bakanlığı atık yönetim sistemi üzerinden tehlikeli atık beyanı, atıkların geri dönüşüm veya bertaraf tesislerine taşınması, geri dönüşüm ve bertaraf işlemleri çevrim içi olarak takip edilebilmektedir. Bu işlemler için gerekli beyanlar yine çevrim içi olarak ilgili formların doldurulması ile yapılmaktadır.



UYGULAMA FAALİYETİ

ATIK BİLGİ FORMU VE ATIK ETİKETİ

Amaç : Evsel plastik atık ve tıbbi atık etiketi hazırlamak.

Araç Gereç:
- Atık etiketi
- Asetat kalemi
- Atık bilgi formu

İşlem Basamakları

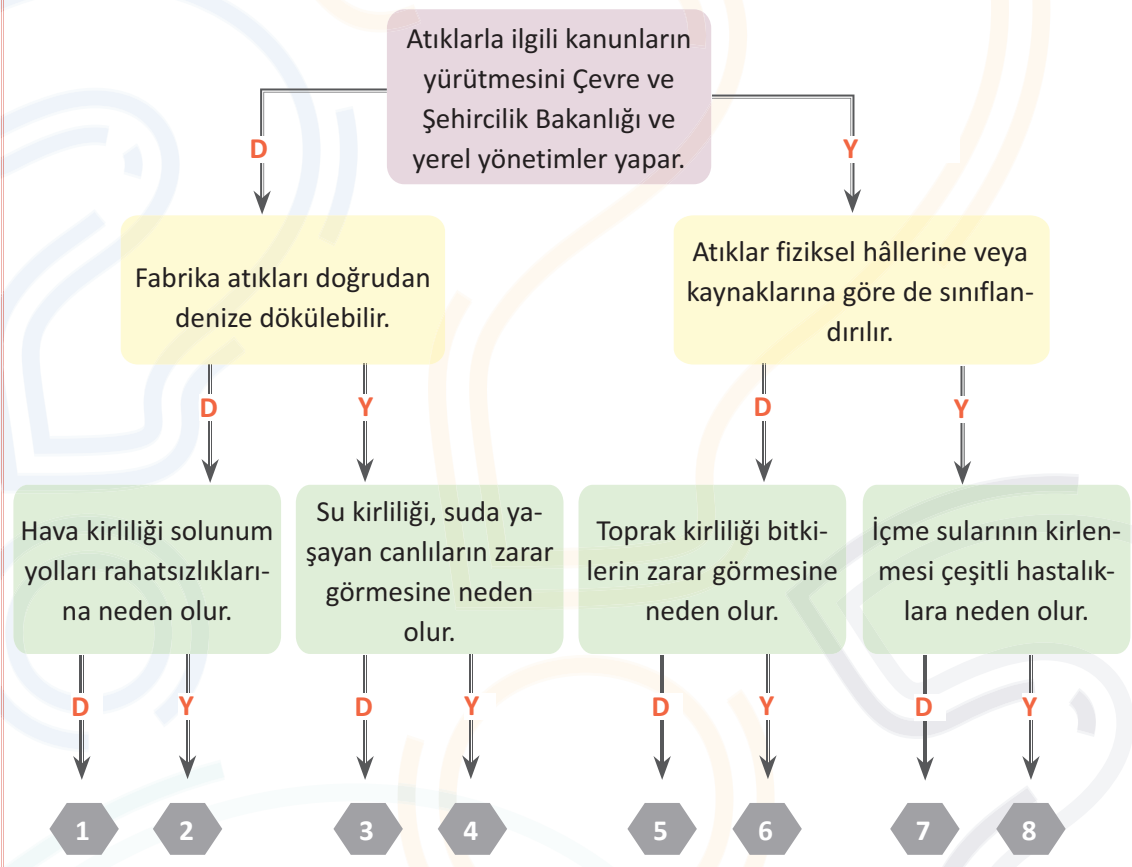
1. Plastik atık için kullanılan kodun ilk iki hanesini atık listesinden bulunuz.
2. Tehlike sınıflamasını yapınız.
3. Atığın kimyasal bileşimini belirleyiniz.
4. Neden olabileceği zararla ilgili H kodunu listeden bulunuz.
5. Bertaraf ve geri dönüşüm yöntemleri için D ve R kodlarını belirleyiniz.
6. Atık bilgi formunu ve atık etiketini doldurunuz.
7. Tıbbi atık için kullanılan kodun ilk iki hanesini atık listesinden bulunuz.
8. Tehlike sınıflamasını yapınız.
9. Kimyasal bileşimini belirleyiniz.
10. Neden olabileceği zararla ilgili H kodunu listeden bulunuz.
11. Bertaraf ve geri dönüşüm yöntemleri için D ve R kodlarını belirleyiniz.
12. Atık bilgi formunu ve atık etiketini doldurunuz.

Değerlendirme

Kişisel bakım için kullanılan deodorant ve parfüm şişelerinde aeresolun valften çıkışını sağlamak için itici gazlar kullanır. **Tükenmiş parfüm ve deodorant şişeleri atık olarak değerlendirildiği için bu tip atıklarda hangi H, D ve R kodları kullanılmalıdır?**

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Atıklar ile ilgili işlemler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Atık yönetimi ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Normal basınçta ve oda sıcaklığına yakın sıcaklıklarda kolayca tutuşabilecek maddeler patlayıcı madde olarak sınıflandırılır.

( ) **b.** Oksijen tüpleri, LPG tankları gibi hazneler içinde basınçlı gazlar bulunur.

( ) **c.** Organik peroksitler yanıcı ve patlayıcı özellik gösterir.

( ) **ç.** Korozyona sebep olan maddelere toksik maddeler denir.

( ) **d.** Karsinojen maddeler, vücuda alınmaları hâlinde kansere sebep olabilir.

C) Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1) Atıkların poşetlenmesi hakkında

I. Katı laboratuvar atıkları sarı renkli poşetlere konulur.

II. Plastik, kâğıt ve tekstil atıkları siyah renkli poşetlere konulur.

III. Evsel atıklar mavi renkli poşetlere konulur.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) Yalnız II

C) I ve III D) II ve III

E) I, II ve III

2) Kullanım sonrası çevreye bırakılan her türlü madde ..... olarak tanımlanır.

Yukarıdaki cümlede boş bırakılan yere aşağıdaki kelimelerden hangisi getirilmelidir?

A) atık

B) numune

C) kimyasal madde

D) çöp

E) tehlikeli madde

3) Yürürlükteki mevzuata göre aşağıdaki tüzel kişiliklerden hangisinin atıklar ile ilgili sorumluluğu vardır?

A) Milli Eğitim Bakanlığı

B) Çevre ve Şehircilik Bakanlığı

C) Sağlık Bakanlığı

D) Dışişleri Bakanlığı

E) Tarım ve Orman Bakanlığı

4) Atıkların bertaraf ve geri dönüşüm kodları hangi harfler ile sembolize edilir?

A) R, S B) A, T

C) K, Y D) D, R

E) H, P

5) Aşağıdaki piktogramlardan hangisi basınç altındaki gazları belirtir?

A) B)

C) D)

E)

6) **Etiketinde yandaki güvenlik işareti bulunan bir atık aşağıdaki özelliklerden hangisine sahiptir?**

A) Oksitleyici

B) Toksik

C) Yanıcı

D) Aşındırıcı

E) Tahriş edici

7) Aşağıdaki piktogramlardan hangisi karsinojen maddeyi sembolize eder?

A) B)

C) D)

E)

8) Atık etiketinde yer alan ve atık sınıfını gösteren "atık kodu" kaç haneden oluşur?

A) 2 B) 4

C) 6 D) 8

E) 10

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1 **Aşağıda verilen güvenlik işaretlerinin hangi tip atıkların etiketleri üzerinde bulunması gerektiğini yazınız.**

2 **Atık kodu 07 04 08 olan bir maddenin oluşum kaynağı nedir? Açıklayınız.**

3 **Atıkların etiketlenmesinin önemini açıklayınız.**

4 Pendik Devlet Hastanesi laboratuvarında çalışan teknisyen, kirlilik içeren etil alkolü taşıma ekiplerine teslim etmiştir. **Atık bidonunun üzerinde bulunması gereken atık etiketini aşağıdaki örnek üzerinde doldurunuz.**

TEHLİKELİ ATIK ETİKETİ

ATIK ÜRETİCİSİ : .....

ATIK ADI : .....

ATIK KODU : .....

ATIK İÇERİĞİ : .....

DEPOLAMA TARİHİ : .....

☐ E : PATLAYABİLİR

☐ F : KOLAY ALEVLENİR YANABİLİR

☐ O : OKSİTLEYİCİ

☐ T : TOKSİK

☐ N : ÇEVRE İÇİN TEHLİKELİ

☐ Xn : TAHRİŞ EDİCİ

☐ C : AŞINDIRICI

3. ÖĞRENME BİRİMİ

NEM, KÜL VE ELEK ANALİZLERİ

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

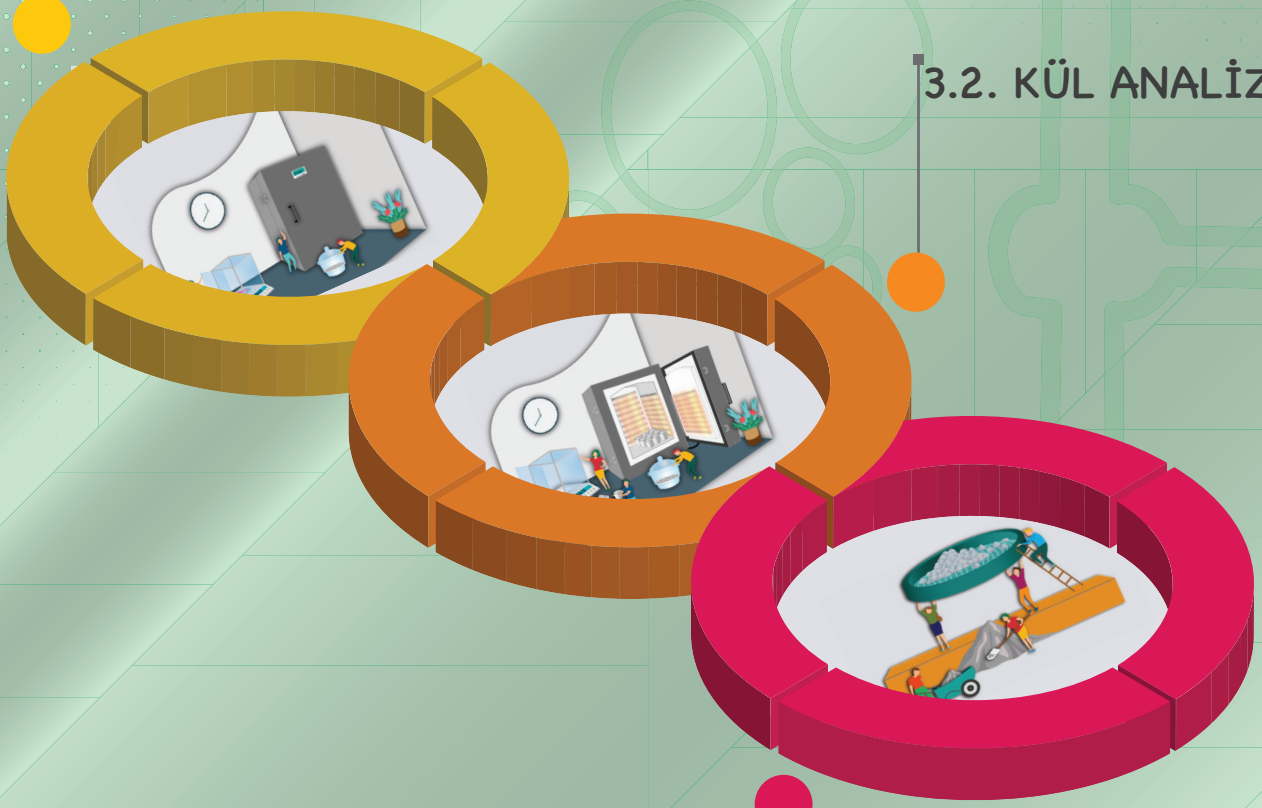
Nem ve inorganik madde miktarı, kömürün kalitesini etkileyen iki önemli faktördür. Bu iki unsurun fazla olması enerji verimini düşürür. İnorganik madde miktarının fazla olması aynı zamanda kül miktarını arttırarak hava kirliliğine neden olur. Aynı miktarda linyit ve taş kömürü yakıldığında taş kömüründen daha fazla enerji elde edilir. Yukarıda verilen bilgiler ışığında bu kömür türlerinin kül miktarlarını kıyaslayarak aralarındaki benzerlikleri ve farklılıkları arkadaşlarınızla tartışınız.

Temel Kavramlar

- Absorbe su
- Adsorbe su
- Elek üstü madde
- Hidrat suyu
- Kül
- Nem
- Sabit tartım
- Temel olmayan su
- Temel su
- Yapı suyu

KONULAR

3.1. NEM ANALİZİ



3.2. KÜL ANALİZİ

3.3. ELEK ANALİZİ

1. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

» Nem Analizi

Endüstri, gıda sektörü, farmakoloji vb. birçok alanda ham maddelere ve ürünlere nem, kül ve elek analizi uygulanmaktadır. Maddelerin içinde bulunan suyun miktarını tespit etmek için nem analizi, organik madde miktarının tayini için kül analizi, parçacık boyutunun tespiti için de elek analizi yapılmaktadır.

3.1. NEM ANALİZİ

Katı bir maddenin yüzeyinde tuttuğu ya da yapısındaki boşluklarda hapsettiği su, maddenin nemlenmesine sebep olur. Maddelerin içindeki nem, analiz sonuçlarını olumsuz etkileyebilir. Gıda maddelerinin raf ömürleri ve kaliteleri yapısındaki nemden etkilenir. Bu gibi nedenlerle maddelere nem analizi yapılması oldukça önemlidir.

3.1.1. SUYUN MADDE İÇİNDE BULUNUŞ ŞEKİLLERİ

Madde içindeki su iki grupta sınıflandırılır.

1. Temel su
2. Temel olmayan su

Temel Su

a. Yapı Suyu (Formül Yapısında Bulunan Su)

Bazı bileşikler suyu formüllerinin bir parçası olarak içerir. Örneğin sönmüş kireç olarak bilinen $Ca(OH)_2$, sönmemiş kirecin (CaO) su ile tepkimesi sonucu oluşur (Görsel 3.1). $Ca(OH)_2$, $Mg(OH)_2$, $CaHPO_4$, $Ca(HCO_3)_2$ gibi maddeler buna örnek olarak verilebilir. Bu bileşiklerin yapılarındaki su, yüksek sıcaklıklarda ısıtıldıkları zaman serbest hâle geçer. Yapı suyu uzaklaştırılmış bileşikler açık havaya bırakıldığında atmosferden nem kaparak zamanla eski formuna döner.

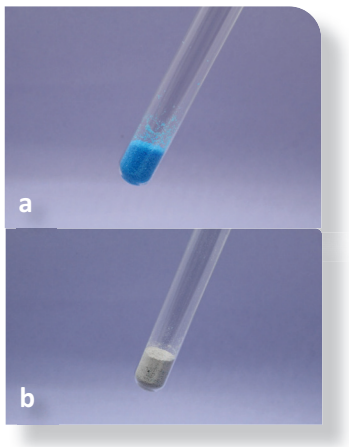
Görsel 3.1: a. Sönmemiş kireç (CaO)
b. Sönmüş kireç ($Ca(OH)_2$)

$$Mg(OH)_2(k) \rightarrow MgO(k) + H_2O(g)$$

$$2CaHPO_4(k) \rightarrow Ca_2P_2O_7(k) + H_2O(g)$$

b. Hidrat Suyu (Kristal Yapısında Bulunan Su)

Su molekülleri, bazı iyonik bileşiklerin kristal örgülerine bağlanır. Kristal yapısında su molekülleri anyonlara, katyonlara veya her iki iyona da bağlanabilir. Bu bileşikler, özel bir kovalent bağlanma şekli olan **koordinasyon bağı** ile oluşur. Örneğin $CuSO_4.5H_2O$ bileşiğinde dört su molekülü Cu^{2+} katyonu ile bir su molekülü ise SO_4^{2-} anyonu ile bağlanmış hâldedir. $CaSO_4.2H_2O$, $CuSO_4.5H_2O$, $Cd(NO_3)_2.4H_2O$, $K_4Fe(CN)_6.3H_2O$ gibi maddelerin formülünde bulunan H_2O **hidrat suyu** olarak adlandırılır. Hidrat suyunun uzaklaştırılması yüksek sıcaklıklarda gerçekleşir. Bu maddeler açık havaya bırakıldığında atmosferden nem kaparak eski formuna döner.



Görsel 3.2: a. $CuSO_4.5H_2O$
b. Susuz $CuSO_4$

Hidrat suyu içeren iyonik bileşiklerin renkleri susuz hâllerinden farklıdır. $CuSO_4.5H_2O$ kristali ısıtıldığında ilk olarak 4 mol suyunu kaybeder ve canlı mavi rengi solar. Yüksek sıcaklıklarda 1 mol suyunu da kaybederek açık gri bir toz olan $CuSO_4$ katısına dönüşür (Görsel 3.2).

BİLGİ KUTUSU

Kovalent bağ, bağ yapan iki atomun birer elektronunu ortaklaşa kullanması ile oluşur. **Koordinasyon bağı**nda (koordine kovalent bağ) ise bağ için gereken iki elektron da tek bir atom tarafından sağlanır. Diğer atom, elektron katkısı yapmadan boş orbitallerini kullanarak bağlanmaya dahil olur.

BİLGİ KUTUSU

Kristal suyu bulunmayan $CuSO_4$ katısı mutlak alkol analizinde kullanılır. Alkol içine atılan bir miktar katının renk değişimine uğraması suyun varlığını kanıtlar.

Temel Olmayan Su

a. Adsorbe Edilmiş Su

Adsorbsiyon, **yüzeye tutunma** anlamına gelir. Fiziksel bağlarla madde yüzeyine tutunan suya **adsorbe olmuş su** denir. Cilalı yüzeyler de dâhil tüm maddelerde su adsorblanabilir. Adsorbe olmuş suyun miktarı ortam şartlarına bağlıdır. Yüksek sıcaklıklarda suyu uçurulmuş bir madde, havadaki nemi adsorblayarak kısa sürede neme doyabilir. Bu nedenle kurutulan maddeler desikatör içinde soğutularak saklanmalıdır. Adsorbe edilmiş suyun uzaklaştırılması için 100-120 °C sıcaklık yeterlidir.

b. Absorbe Edilmiş (Emilmiş) Su

Absorpsiyon kelimesi **emme, soğurma** anlamlarına gelir. Maddenin yapısındaki gözenek ve boşluklara dolan suya **absorbe su** denir. Nişasta, protein, silika jel gibi lineer yapılı (çubuk, lif benzeri) moleküllerden oluşan maddelerde moleküller ağsı bir yapı oluşturur. Bu ağsı yapı suyu absorbe ederek şişer. Hamur yoğrulurken un, lineer moleküllerin oluşturduğu ağsı yapıya suyu absorbe eder. Gıdalarda bulunan suyun önemli bir kısmı absorbe edilmiş sudur. Absorbe suyun tamamen uzaklaştırılması çok zordur. Ekmeklik hamurda %60 oranında su bulunurken ekmek pişirildiği zaman hâlâ %30 oranında su varlığını korur.

c. Hapsedilmiş Su

Katı kristallerin yapısında rastgele dağılmış mikroskobik boşluklar vardır. Bu boşluklarda tutulmuş olan suya **hapsedilmiş su** denir. Mineraller, kayalar ve gravimetrik çökeleklerde bu tip su bulunur. Bu tür maddeler ısıtıldığında içindeki su, yüzeye difüzlenerek buharlaşır. Katı içinde hapsedilmiş su miktarı fazla ise buharlaşan suyun basıncı ile kristaller kırılır ve çatırdama sesleri duyulur.

BİLGİ KUTUSU

Bir maddenin yapısındaki nem tamamen uzaklaştırıldıktan sonra kalan maddeye **toplam kuru madde** denir.

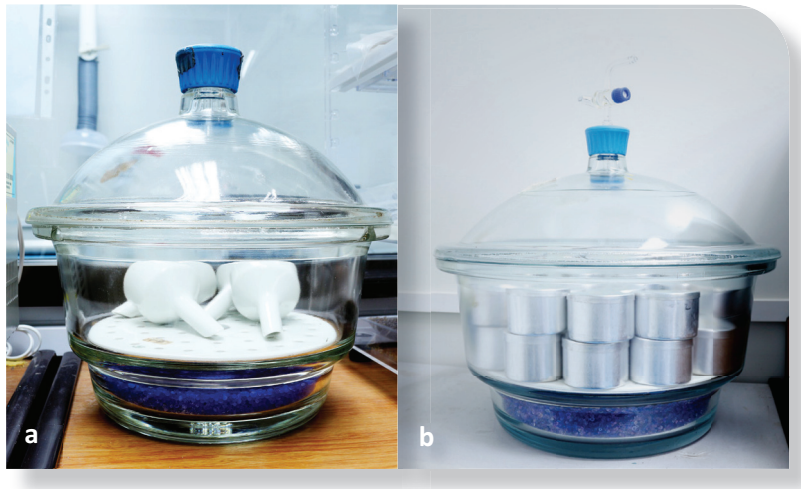
3.1.2. NEM ANALİZİNDE KULLANILAN ARAÇLAR

Madde içindeki suyun uzaklaştırılması için kurutulması gerekir. Madde, içindeki su kimyasal yapıyı bozmayacak uygun bir sıcaklık derecesinde kurutulup uzaklaştırıldıktan sonra soğutulur ve tartılılır. Soğutma sırasında kimyasalın nem kapmamasına dikkat edilmelidir. Bu nedenle bu işlemler yapılırken uygun araç seçimi son derece önemlidir.

ETÜV: Nemli maddeleri veya ıslak cam malzemeleri kurutmak için kullanılan en iyi ısıtma araçlarından biridir (Görsel 3.3). Etüvler cihazın özelliklerine göre 300 °C'ye kadar ısınabilir. Kurutulacak nemli maddenin üzeri saat camı veya petri kabı ile hafif aralık kalacak şekilde kapatılmalıdır. Böylece maddenin nemi uçarken dışarıdan herhangi bir safsızlık da maddeyle temas etmemiş olur.

Görsel 3.3: Etüv

DESİKATÖR: Sıcak numunelerin soğutulurken nem kapmaması için kullanılan, içinde nem çekici maddelerin bulunduğu, genellikle camdan ya da metalden yapılmış malzemelerdir. Normal ve vakumlu olmak üzere iki tür desikatör vardır (Görsel 3.4).



Görsel 3.4: a. Normal desikatör b. Vakumlu desikatör

Desikatörlerde alt bölmede kullanılan nem çekici maddelere; silikajel (SiO_2), sodyum silikat (Na_2SiO_3), susuz $CaSO_4$, Al_2O_3, $CaCl_2$ örnek verilebilir. Silika jel içine $CoCl_2$ karıştırılarak nem tutma miktarı tespit edilebilir. Kuru hâlde mavi renkli olan, $CoCl_2$ içeren silika jel nem tuttuğu zaman pembeleşir (Görsel 3.5).

Görsel 3.5: $CoCl_2$ içeren silika jel

Desikatör kullanılırken aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Desikatöre konan maddenin kuru olmasına özen gösterilmelidir. Aksi taktirde tabandaki nem çekici madde kısa sürede özelliğini yitirir.
- Soğutma yapılırken kapağın rahat hareket ettirilebilmesi ve kapalı iken hava girişinin minimuma indirilebilmesi için desikatörün kapağı vazelinle yağlanmalıdır.
- Soğutma sırasında desikatörün kapağı çemberler çizecek şekilde kaydırılmalıdır. Soğuk hava bu şekilde yavaş yavaş içeri alınmazsa desikatörde vakum oluşur ve kapağın açılması güçleşir.
- Desikatör, taşıma sırasında vazelinli kapağın kayarak düşmemesi için kapağı ile birlikte tutulmalıdır.
- Vakumlu desikatörlerde vakum musluğu dikkatli kullanılmalıdır.
- Desikatör, içinde madde varken taşınmamalı; kapak ve gövde kısmına çok fazla vazelin sürülmemeli, kapağı sık sık açılıp kapatılmamalıdır.

3.1.3. NEM ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI

Nem analizi, kurutma öncesinde ve sonrasında numunenin tartılması ve aradaki farkın alınması ile yapılır. Kurutma ve tartma işlemleri bir kroze veya petri kabı içinde yapılır. Numune, kap ile birlikte tartılacağından boş kabın kütlesi (dara) de bilinmelidir.

Analizde kullanılacak kroze tamamen kuru olmalıdır. Bunun için boş kroze, etüve veya kül fırınına konulup kızdırılır ve nemin buharlaşması sağlandıktan sonra tartılır. Kütlenin kesin olarak bilinmesi için kızdırma-soğutma-tartma işlemleri iki tartım arasında 0,3 mg'dan daha az bir fark kalıncaya kadar tekrarlanmalıdır. Bu işleme **sabit tartıma getirme** denir. Sabit tartıma getirilmiş krozenin kütlesi kaydedilir. Petri kabının sabit tartıma getirilme işlemi etüvde, 100-120 °C aralığında yapılır.

Numune sabit tartıma getirilmiş krozeye konulur. Etüvde uygun sıcaklıkta birkaç saat kadar bekletilip desikatörde soğutulduktan sonra tartılır. Tekrar etüve yerleştirilip aynı şekilde ısıtma-soğutma-tartma yapılır. Numunede de sabit tartım elde edilinceye kadar bu işlem tekrarlanır.

Analizi yapılacak madde 100-120 °C aralığında bozunmaya uğruyorsa etüvde kurutmaya uygun değildir. Bu tip maddeler için nem analizi iki yöntemle yapılır.

a. Vakumlu Etüvde Nem Analizi

Suyun buharlaşması vakum altında daha kolay olacağı için maddenin bozunma sıcaklığına ulaşmadan kurutulması sağlanır. Vakumlu kurutma etüvünde 20-25 mmHg basınç altında yaklaşık 70 °C sıcaklıkta ısıtılarak kurutma işlemi yapılır.

b. Damıtma ile Nem Analizi

Baharatlarda nem analizi bu yöntemle yapılır. Baharat, su ile karışmayan bir madde olan toluende çözülür. Açığa çıkan su damıtma metoduyla ayrılır. Hacim belirlendikten sonra nem yüzdesi hesaplanır.

Analizi yapılan numunenin kütlesi m_1 , kurutma sonrasında kalan kütle m_2 olmak üzere analiz sonucu aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\%Nem = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \cdot 100$$

m_1 kurutma öncesi kroze ile birlikte tartılan numune kütlesinden kroze kütlesinin çıkarılması, m_2 ise kurutma sonrası kroze ile birlikte tartılan kütleden kroze kütlesinin çıkarılması ile hesaplanır. m_1-m_2 ise numunedeki nemin kütlesini verir.

Örnek

2,4228 g ekmek numunesindeki nem yüzdesini hesaplamak için numune, etüvde 110 °C'de kurutularak sabit tartıma getiriliyor. Desikatörden alınan kurutulmuş numunenin kütlesi 1,7332 g olarak tartılıyor. **Ekmekteki nem yüzdesini hesaplayınız.**

Çözüm

Ekmekteki nem miktarı, numune kütlesi ile kurutma sonrası kütle arasındaki farktır.

m (g) nem = 2,4228 - 1,7332 = 0,6896 g nem vardır.

$$\%Nem = \frac{\text{Nem kütlesi}}{\text{Numune kütlesi}} \cdot 100 = \frac{0,6896}{2,4228} \cdot 100 = 28,46$$

Ekmek numunesinde **%28,46** nem bulunmaktadır.

Sıra Sizde

1. Nem analizi yapmak amacıyla 21,823 g kroze içine bir miktar peynir konulup tartıldığında toplam kütle 23,281 g bulunuyor. **Etüvde yeterince kurutulduktan sonra kütle 22,657 g geldiğine göre peynirdeki nem yüzdesi kaçtır?**

2. 14,9956 g sakkaroz (çay şekeri) vakumlu etüvde 65 °C'de kurutularak sabit tartıma getiriliyor. **Tartım sonucu 13,9862 g olduğuna göre şekerdeki nem yüzdesini hesaplayınız.**

1. Laboratuvar Çalışması

Ekmekte Nem Analizi

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

Amaç

Ekmek numunesinde bulunan nem yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ekmek

Araç Gereç

- Petri kabı
- Spatül
- Tahta maşa
- Etüv
- Desikatör
- Analitik terazi

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{petri} :

$m_{ekmek + petri}$:

$m_{kuru\ ekmek + petri}$:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Boş petri kabını sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz.
3. Yaklaşık 2 g ekmek numunesi tartarak petri kabına koyunuz. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Numuneyi etüvde 110 °C'de 1 saat kadar kurutunuz.
5. Kuruttuğunuz numuneyi desikatörde soğutunuz.
6. Sabit tartıma gelinceye kadar kurutma-soğutma-tartma işlemini tekrarlayınız.
7. Sabit tartıma getirilmiş numunenin kütlesini kaydediniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Petri kabının sabit tartıma getirilmesinin amacı nedir?

2. Nem analizinde meydana gelebilecek hata kaynakları neler olabilir?

3. Analizde elde ettiğiniz verilere göre numunenizdeki nem yüzdesini hesaplayınız.

2. BÖLÜM

3.2. KÜL ANALİZİ

Neler Öğreneceğiz?

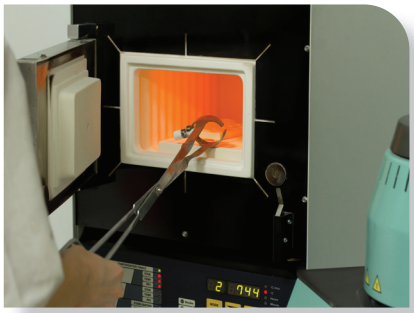
» Kül Analizi

Organik maddelerin tamamen yakılmasından sonra kalan inorganik artıklara **kül** denir. Kül, ağırlıklı olarak maddenin yapısında bulunan metallerin oksitlerinden oluşur. Kül analizi, organik maddelerde bulunan inorganik maddelerin yüzdesini belirlemek için önemlidir. Yanan organik madde, CO_2 , H_2O buharı vb. gazlar oluşturarak numuneden ayrılır. İnorganik kısım içinde numunenin bileşimine göre Na, K, Ca, Mg gibi metallerin oksit, sülfat, fosfat, klorür vb. bileşikleri bulunabilir.

3.2.1. KÜL ANALİZİNDE KULLANILAN ARAÇLAR

KROZE: Gravimetrik analizlerde kullanılan kaplardır. Porselen, metal ve Gooch (gouç) olmak üzere üç tip kroze vardır. Yakma ve kül etme işlemlerinde porselen ve metal krozeler, analitin süzgeç kâğıdıyla tepkimeye girmesi veya yüksek sıcaklıklarda bozunması durumunda da Gooch krozeleri kullanılır (Görsel 3.6).

Görsel 3.6: a. Porselen kroze b. Metal kroze c. Gooch krozesi



KÜL FIRINI: Genellikle kül etme işlemlerinde kullanılan, yüksek sıcaklıklara çıkabilen elektrikli cihazlardır (Görsel 3.7). Muffle (mafıl) fırınları olarak da bilinir. Cihazın özelliğine göre 5000-6000 °C'ye kadar ısınabilen türleri vardır.

Görsel 3.7: Kül fırını

Kül fırını ile çaşılırken aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Çalışmaya başlamadan önce kişisel koruyucu malzemeler giyilmelidir.
- Malzemeler kül fırınına yerleştirilirken veya fırından alınırken eldiven kullanılmalıdır.
- Malzemeler kül fırınına maşa ile yerleştirilmeli, fırından maşa ile alınmalıdır.
- Krozeler, fırın gerekli sıcaklığa çıkarıldıktan sonra yerleştirilmelidir.
- Yüksek sıcaklık çok ciddi yanıklara neden olacağından kızdırılan fırının kapağı açılırken karşısında durmamak gerekir.
- Çalışma tamamlandığında fırının kapağı kapatılıp elektrik sistemi kesilmelidir.

3.2.2. KÜL ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI

Kül analizi, kütlesi bilinen maddenin kül fırınında tamamen yakıldıktan sonra külün tartılması ile yapılır. Sabit tartıma getirilmiş krozenin içine bir miktar numune konulur ve analitik terazide tartılır. Bu tartımdan kroze kütlesi çıkarılarak numune kütlesi bulunur. Numune kısık bek alevine tutularak kurutulur. Daha sonra bek alevinin şiddeti artırılarak kroze içinde siyahlık kalmayıncaya kadar yakılır. Siyahlık olmaması karbonun tamamen yandığını gösterir. Yakılmış numune kül fırınına alınarak 700-800 °C sıcaklıkta tamamen kül edilir. Maddenin türüne ve miktarına göre kül etme zamanı ve sıcaklığı değişebilir. Kroze fırından maşa yardımıyla alınarak desikatörde soğutulur. Soğuduktan sonra analitik terazide tartılır. Kroze kütlesinin son kütleden çıkarılmasıyla kül kütlesi tespit edilir.

Numunenin kütlesi m_1, kül kütlesi m_2 olmak üzere maddedeki kül yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\%Kül = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

Örnek

6,2156 g peynir numunesine kül tayini yapılmaktadır. Kroze içindeki numune, bek alevinde tamamen yakıldıktan sonra 700 °C'deki kül fırınına konuluyor. Numune kül etme işlemi bittikten sonra desikatörde soğutuluyor. **Elde edilen külün miktarı 1,2395 g olduğuna göre peynir numunesindeki kül yüzdesini hesaplayınız.**

Çözüm

$$\%\text{Kül} = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 = \frac{1,2395}{6,2156} \cdot 100 = 19,94$$

%19,94 kül içerir.

Sıra Sizde

1. Bir linyit kömüründen kül analizi yapmak amacıyla 3,5 gramlık örnek alınıyor. Numune bek alevinde yakıldıktan sonra fırında kül edilip tartılıyor ve 1,21 gram kül kaldığı belirleniyor. **Buna göre linyit numunesindeki külün yüzdesini hesaplayınız.**

2. Kimyon numunesindeki külün yüzdesini belirlemek amacıyla sabit tartıma getirilmiş 20,392 g kütleli krozede 3,198 g kimyon tartılıyor. **Kül etme ve soğutma işlemlerinden sonra kroze 21,042 g geldiğine göre kimyondaki külün yüzdesini hesaplayınız.**

2. Laboratuvar Çalışması

Ekmekte Kül Analizi

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

Amaç

Ekmek numunesinde bulunan kül yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ekmek

Araç Gereç

- Porselen kroze
- Spatül
- Kül fırını
- Kül fırını maşası
- Bek düzeneği
- Desikatör
- Analitik terazi
- Kül fırını eldiveni

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{kroze}:

$m_{ekmek+kroze}$:

$m_{kül+kroze}$:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Sabit tartıma getirilmiş porselen krozenin kütlesini kaydediniz.
3. Yaklaşık 2-3 g ekmek numunesi tartarak porselen krozeye koyunuz. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Krozeyi bek alevine tutarak numuneyi krozede siyahlık kalmayıncaya kadar yakınız.
5. Yakılmış numuneyi kül fırınında 500 °C'de kül ediniz.
6. Sabit tartıma gelinceye kadar kurutma-soğutma-tartma işlemini tekrarlayınız.
7. Soğuyan numuneyi tartarak tartım sonucunu kaydediniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Numune kül fırınına konmadan önce neden bek alevinde yakılır?

2. Kül analizinde meydana gelebilecek hata kaynakları neler olabilir?

3. Analizde elde ettiğiniz verilere göre numunenizdeki kül yüzdesini hesaplayınız.

3. BÖLÜM

3.3. ELEK ANALİZİ

Neler Öğreneceğiz?

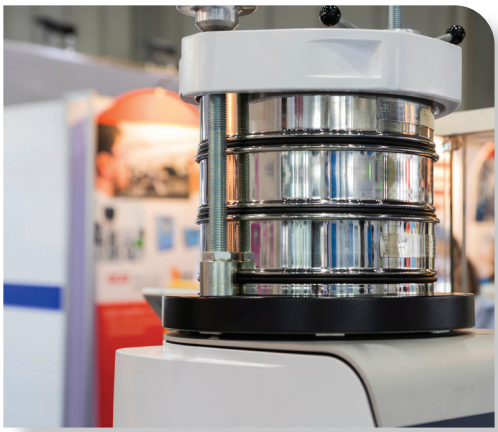
» Elek Analizi

Tanecikli maddelerin belirli büyüklükte gözeneğe sahip aletlerden geçirilerek tanecik boyutuna göre ayrılması işlemine **eleme** denir. Numunedeki tanecik büyüklüğü farklı olan parçacıkların ebatlarının ve miktarlarının belirlenmesi elek analizi ile yapılır (Görsel 3.8). Bu analiz için gözenek boyutları birbirinden farklı elekler kullanılmalıdır.

Görsel 3.8: Elek kullanımı

3.3.1. ELEK ANALİZİ İŞLEM BASAMAKLARI

Elek analizinde eleme işlemi gözenek boyutu en büyük olan elek ile başlar. Farklı gözenek büyüklüklerine sahip elekler büyükten küçüğe doğru alt alta sıralanır. Bu işlem elle yapılabileceği gibi elek sarsma makineleri yardımı ile de yapılabilir (Görsel 3.9). Eleme sonunda her elekte kalan taneler ayrı ayrı tartılarak yüzdeleri hesaplanır. Elek analizlerinde numunenin kuru olması gerekir. Bu nedenle analiz yapılmadan önce numune etüvde kurutulmalıdır.



Görsel 3.9: Elek sarsma makinesi

Analiz basamakları aşağıdaki gibidir.

- Analizi yapılacak örnek tartılır (m_1).
- Analizi yapılacak maddenin tanecik boyutuna uygun elek seçilir ve numune elenir.
- Eleme işlemi sonunda elekte kalan kısım (m_2) tartılır.
- Elek üstü madde miktarının toplam numuneye oranlanıp yüzdesinin alınması ile elek üstü madde miktarı analizi yapılmış olur.

$$\%\text{Elek üstü} = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100$$

Örnek

246,4 g toprak numunesi 1 mm gözenek boyutlu elekle analiz ediliyor. Boyutları istenilenin üzerinde olan tanecikler eleğin üzerinde kalıyor. **Bu tanecikler tartıldığında sonuç 184,12 g çıktığına göre elek üstü madde miktarının yüzdesini hesaplayınız.**

Çözüm

$$\%\text{Elek üstü} = \frac{m_2}{m_1} \cdot 100 = \frac{184,12}{246,4} \cdot 100 = 74,72$$

Elek üstü madde **%74,72**'dir.

Sıra Sizde

500 g kuru kuma elek analizi yapılıyor. **Boyutları istenenden büyük olan tanecikler toplam numunenin %26,4'ünü oluşturduğuna göre bu taneciklerin kütlesini hesaplayınız.**

3. Laboratuvar Çalışması

Toprakta Elek Analizi

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

Amaç

Toprak numunesinde bulunan elek üstü madde yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Madde

- Toprak

Araç Gereç

- Elek
- Spatül
- Analitik terazi
- Beher
- Etüv
- Tahta maşa

veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{toprak}:

$m_{elek\ üstü}$:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Bir miktar toprağı 100-120 °C'de etüvde 1-2 saat kurutunuz.
3. Kurutulmuş topraktan yaklaşık 100 g tartıp eleğe aktarınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Kurutulmuş numuneyi 15 dakika kadar eleyiniz.
5. Eleğin üzerinde kalan tanecikleri tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
6. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

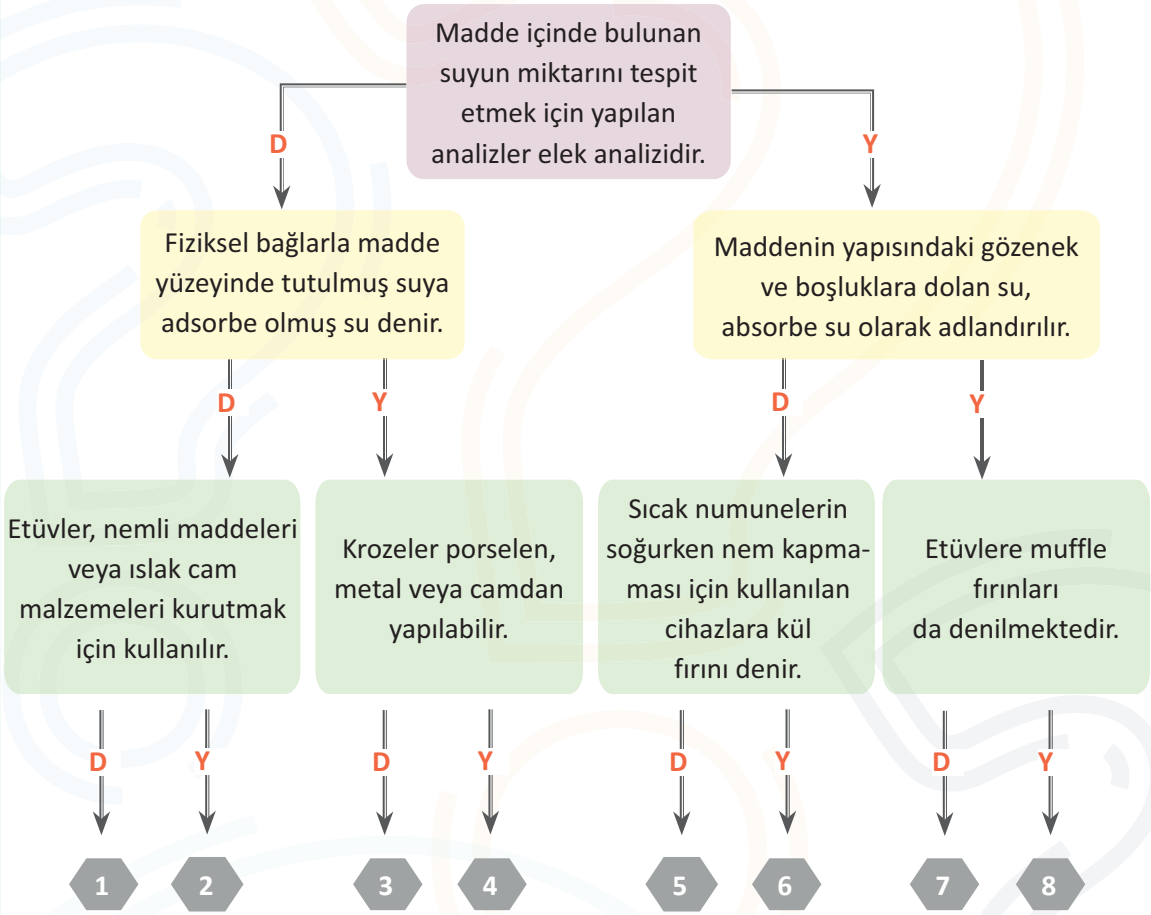
Değerlendirme

1. Analizde kullanılan eleğin boyutu neden önemlidir? Açıklayınız.

2. Analizde elde ettiğiniz verilere göre numunenizdeki elek üstü maddenin yüzdesini hesaplayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Nem, kül, elek analizi hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Nem, kül, elek analizi ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Elek analizi yapılırken eleme işlemine gözenek boyutu en küçük olan elek ile başlanır.

( ) **b.** Organik maddelerde bulunan inorganik maddelerin yüzdesini belirlemek için kül analizi yapılır.

( ) **c.** Islak maddeler desikatörlere konularak maddenin kuruması sağlanır.

( ) **ç.** Katı kristallerindeki boşluklarda bulunan suya hapsedilmiş su denir.

( ) **d.** NaOH, desikatörlerde kullanılan nem çekici maddelerden biridir.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 **Aşağıdakilerden hangisi suyun maddeye bağlanma şekillerinden biri değildir?**

A) Atık su
B) Absorbe su
C) Kristal suyu
D) Hapsolmuş su
E) Adsorbe su

2 Organik maddelerin yakılmasından sonra meydana gelen kalıntıya kül denir. **Bu tanıma göre aşağıdaki maddelerden hangisi kül bileşiminde bulunmaz?**

A) NaCl B) Fe_2O_3
C) MgO D) $CaCl_2$
E) $C_{12}H_{22}O_{11}$

3 Kurutulmuş maddelerin ortam koşullarından etkilenmeden soğutulması için kullanılan araçlara ..... denir. Genellikle ısıya dayanıklı camdan üretilir.

Yukarıdaki cümlede boş bırakılan yere aşağıdakilerden hangisi gelmelidir?

A) su banyosu
B) desikatör
C) kroze
D) etüv
E) kül fırını

4 Yusuf pirinçte kül analizi yapmak için 4,78 g numune alıyor. Gravimetrik işlemlerden sonra kül miktarını 0,73 g olarak tartıyor. **Yusuf yaptığı analiz sonucunda kül yüzdesini kaç bulmuştur?**

A) 13,55 B) 14,36
C) 15,27 D) 16,17
E) 17,84

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1 **100-120 °C sıcaklıklarda bozunan bir maddeye nem analizi yapabilmek için tercih edilmesi gereken yöntemler nelerdir? Açıklayınız.**

2 **Tamamen organik olduğu bilinen bir maddeye kül analizi yapıldığında kül yüzdesinin kaç olması beklenir?**

3 Esra, yöresel organik ürünler satan bir aktardan 250 g toz kırmızıbiber satın alır. Kırmızıbiberin kiremit kırmızısı renginden şüphelenen Esra, yemeklerde kullandığında da beklediği tadı alamaz. Bunun üzerine kırmızıbiber numunesini bir laboratuvara gönderir. Numuneden 5 g alınarak analiz edilir ve kül miktarının 2,115 g olduğu belirlenir. **Analiz sonucuna göre toz kırmızıbiberin içindeki külün miktarı % kaçtır?**

4 4,55 g tereyağı numunesi analiz edildiğinde 0,8542 g nem içerdiği tespit ediliyor. **Buna göre tereyağı numunesindeki nem yüzdesini hesaplayınız.**

5 Bir yemek tuzunun nemini belirlemek amacı ile 8,124 g numune alınıyor. Numune sabit tartıma getirilmiş bir kaba konulup analiz edildiğinde 1,005 g nem içerdiği tespit ediliyor**. Buna göre yemek tuzundaki nem yüzdesi kaçtır?**

6 Amonyum nitrat gübresindeki nem miktarının belirlenmesi amacı ile 2,018 g gübre örneği alınıyor. Sabit tartıma getirilmiş petri kabına aktarılarak etüve yerleştiriliyor ve 110 °C'de üç saat kurutuluyor. Petri kabı etüvden alınıp desikatörde soğutulduktan sonra tartıldığında 7,091 g geliyor. **Petri kabının sabit kütlesi 5,10 g olduğuna göre gübredeki nem yüzdesini hesaplayınız.**

7 Hayvan derisine kül analizi yapılıyor. Bu amaçla toz hâline getirilmiş deriden 3,489 g numune alınıp sabit tartıma getirilmiş krozeye aktarılıyor. Bek alevinde tamamen yakılan numune kül fırınında 850 °C'de iki saat kızdırılıp desikatörde soğutuluyor. İçindeki kül ile birlikte tartılan kroze 24,838 g geliyor. **Krozenin sabit tartımdaki kütlesi 24,814 g olduğuna göre hayvan derisindeki kül yüzdesini hesaplayınız.**

8 Kok kömüründeki kül miktarının belirlenmesi amacı ile 5,15 g numune alınıyor. Sabit tartıma getirilmiş porselen krozeye aktarılarak kül fırınına yerleştiriliyor. Kül fırınında önce 500 °C'de bir saat yakılıyor. Daha sonra fırının sıcaklığı 800 °C'ye çıkarılarak kızdırma işlemine devam ediliyor. Kroze fırından alınıp desikatörde soğutulduktan sonra tartıldığında 12,1505 g geldiği görülüyor. **Krozenin sabit tartımdaki kütlesi 12,1055 g olduğuna göre kok kömüründeki kül yüzdesini hesaplayınız.**

9 Elek analizi için 30 g gübre numunesi alınıyor. Önce 0,2 mm gözenekli elekten geçirildiğinde eleğin altında 18,5 g katı birikiyor. Elek altında biriken katı 0,09 mm gözenekli elekten geçirildiğinde elek üstü kütlesi 10,2 g bulunuyor. **Buna göre 0,2 mm ve 0,09 mm gözenekli elekler için elek üstü yüzdelerini hesaplayınız.**

4. ÖĞRENME BİRİMİ

GRAVİMETRİK ANALİZLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

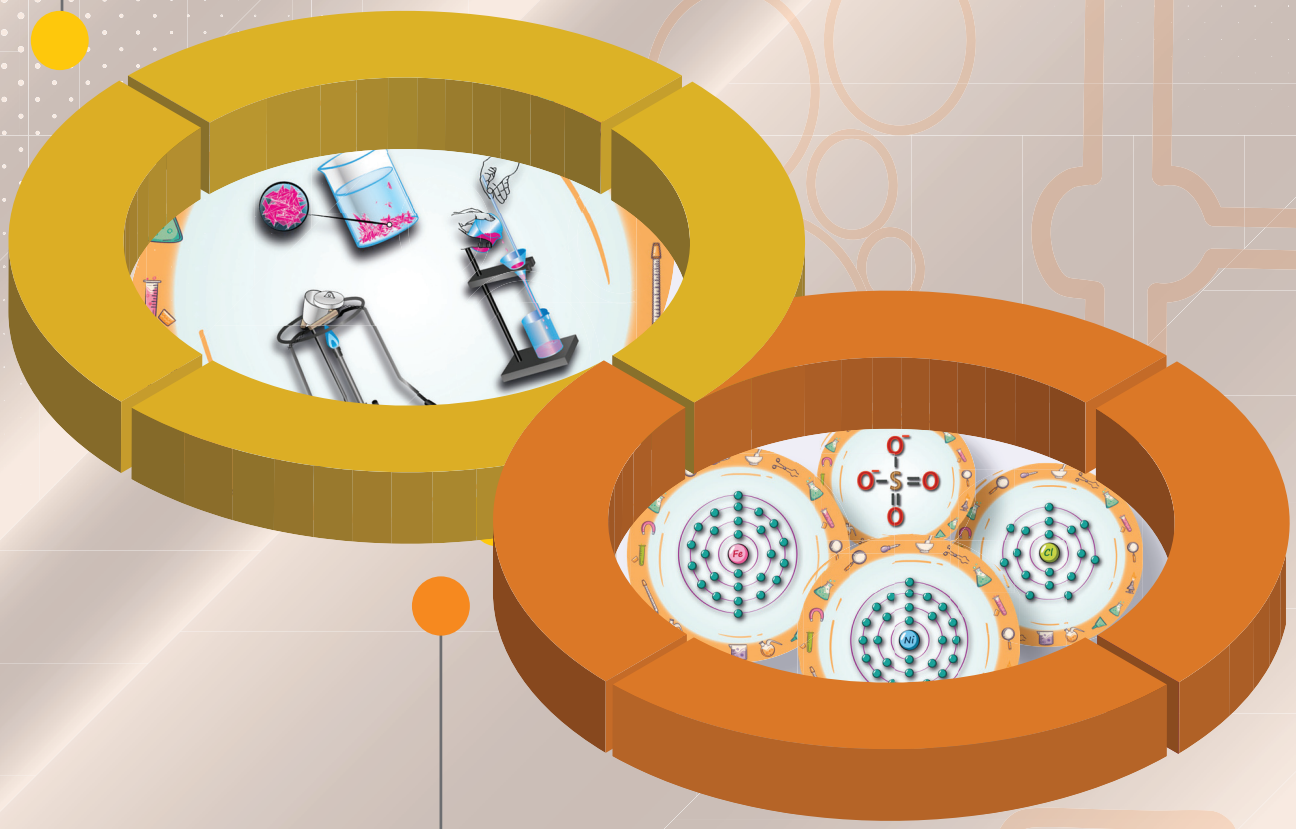
Demirce zengin bir bölgede maden işletmesi kurmak isteyen bir iş insanı, demir miktarını belirleyip zarar etmemek için hangi analizleri yaptırmak zorundadır? Tartışınız.

Temel Kavramlar

- Çöktürme
- Gravimetri
- Kütle
- Kontrol denemesi
- Mol
- Olgunlaştırma
- Stokiyometri

KONULAR

4.1. GRAVİMETRİK ANALİZLER



4.2. GRAVİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM

4.1. GRAVİMETRİK ANALİZLER

Neler Öğreneceğiz?

- Gravimetri
- Gravimetrik Analiz

Kütle ölçümüne dayalı analizlere **gravimetrik analiz** denir. Bu işlemde numune içerisinde bulunan bir iyon, az çözünen bir tuzu hâlinde çöktürülüp kurutulur. Elde edilen katı maddenin kütlesi ile hesaplamalar yapılarak iyonun numunedeki miktarı belirlenir (Görsel 4.1). Bazı uçucu maddelerin buharlaştırılması sonucu kütlede meydana gelen azalmadan yararlanılarak da gravimetrik analiz yapılabilir.

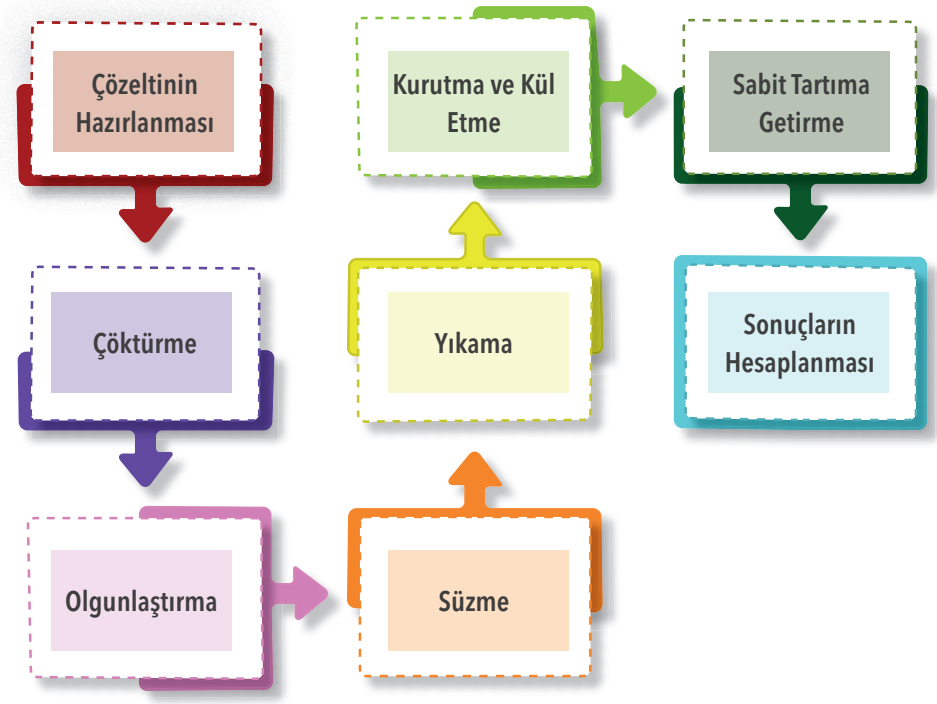
Görsel 4.1: Gravimetrik analizde tartma işlemi

Gravimetrik analizler, çok zahmetli fakat dikkatli yapılması hâlinde yüksek doğrulukta sonuçlar elde edilebilen yöntemlerdir.

Maden cevherlerindeki demir, nikel, alüminyum gibi değerli metallerin, çimentodaki klorun, sudaki sülfat miktarının belirlenmesi vb. birçok analizde gravimetrik yöntemlerden yararlanılır.

4.1.1. GRAVİMETRİK ANALİZDE İŞLEM BASAMAKLARI

Çöktürmeye dayalı bir gravimetrik analiz Şekil 4.1'deki işlem basamaklarından oluşur.



Şekil 4.1: Gravimetrik analizde işlem basamakları

1. Çözeltinin hazırlanması: Analitin çöktürülmesi için kullanılacak çözeltinin doğru hazırlanması önemlidir. Çözelti seyreltik olmalı fakat derişimi analiti tam çöktürmeye yetecek kadar da büyük olmalıdır. Çözeltide analizi bozabilecek farklı iyonların olmamasına ve çökmeyi azaltabilecek pH değeri gibi faktörlere dikkat edilmesi gerekir (Görsel 4.2).

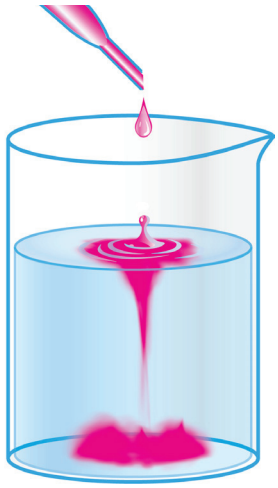
Örneğin Mg^{2+} iyonlarının HPO_4^{2-} ile çöktürülmesinde pH çok düşük olursa $H_2PO_4^-$ iyonu oluşacağı için çökelme olmaz ya da az olur. pH'ın fazla büyük olması durumunda ise $MgNH_4PO_4$ ile birlikte $Mg(OH)_2$ de çökeceğinden sağlıklı hesaplama yapılamaz.

Görsel 4.2: Çözelti hazırlanmasında pH ayarlaması

Analizde kullanılacak çözeltilerde girişim yapacak türlerin bulunmadığından emin olunmalıdır. Örneğin Ag^+ analizi gümüş iyonlarının HCl çözeltisi ile AgCl şeklinde çöktürülmesi ile yapılır. HCl çözeltisinde Br^-, I^- gibi iyonların bulunması hâlinde, elde edilen çökelekte AgCl ile birlikte AgBr ve AgI bileşikleri de bulunacaktır. Bu bileşiklerin her birinde Ag kütlesinin bileşik kütlesine oranı farklı olduğu için hesaplama yapılamaz. Burada Br^- ve I^- iyonları girişim yaparak analiz sonucunu bozar.

Tablo 4.1: Gravimetrik Analizlerde Kullanılan Bazı Reaktifler ve Bu Reaktiflerle Girişim Yapan Bazı Türler

ANALİT	ÇÖKTÜRÜCÜ REAKTİF	GİRİŞİM YAPAN BAZI TÜRLER
Cl^-	Ag^+	Br^-, I^-, SCN^-, S^{2-}, $S_2O_3^{2-}$
SO_4^{2-}	Ba^{2+}	Na^+, K^+, Li^+, Ca^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+}, Fe^{3+}, Pb^{2+}, NO_2^-
Fe^{3+}	NH_3	Birçok metal katyonu
Ni^{2+}	DMG	Pd^{2+}, Pt^{2+}, Bi^{3+}, Au^{3+}



Görsel 4.3: Çöktürme

2. Çöktürme: Uygun çözelti ile analitin doğru şekilde çöktürülmesi önemli bir adımdır (Görsel 4.3). Bu işlemde elde edilen çökeleğin kolay süzülebilmesi için büyük tanecikli olması gerekir. Çökelek oluşurken çözeltideki başka iyonları da hapsederek birlikte çöker. Analitle birlikte çöken yabancı iyonlar çökelekte safsızlığa sebep olur. Çökelekteki safsızlık mümkün olduğunca az olmalıdır. Çökeleğin büyük taneciklerden oluşması safsızlık oranının daha az olmasını sağlar.

Analizde elde edilecek çökelek aşağıdaki özellikleri taşımalıdır.

- Çözünürlüğü az olmalıdır.
- Isıyla bozunmamalıdır.
- Kararlı olmalıdır.
- Kimyasal yapısı bilinmelidir.

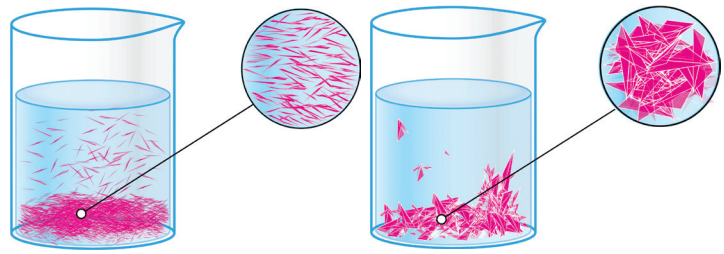
Çöktürücü reaktifin ilavesi sırasında önce aşırı doygun çözelti meydana gelir. Aşırı doygun çözeltide ilk olarak küçük kristaller oluşur (çekirdeklenme). Çekirdeklenme çökelek oluşumunun ilk aşamasıdır. Çökelek, oluşan çekirdek üzerine bileşiğin tutunması ile meydana gelir. Aşırı doygunluk fazla olduğunda ortamda çok fazla çekirdek oluşur. Bu durum kristallerin boyutunun küçük olmasına neden olur. Küçük kristallerin süzülerek çözeltiden ayrılması zordur. Toplam yüzey alanı büyük olduğundan küçük kristaller daha fazla safsızlık adsorbe eder. Bu nedenle aşırı doygunluk derecesinin yüksek olmasından kaçınılmalıdır.

Sağlıklı bir çöktürme işlemi yapabilmek için aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Beher ve baget çizik ya da hasarlı olmamalıdır.
- Daha büyük kristaller elde etmek için çöktürme sıcak su banyosunda yapılmalıdır.
- Çöktürücü reaktif, çökelek oluşumunu sağlayacak en küçük derişimde olmalıdır.
- Reaktif, çözeltiye yavaş yavaş ve karıştırılarak ilave edilmelidir.
- Çökeleğin kompleksleşerek çözünür hâle gelmemesi için reaktifin aşırı ilavesinden kaçınılmalıdır.

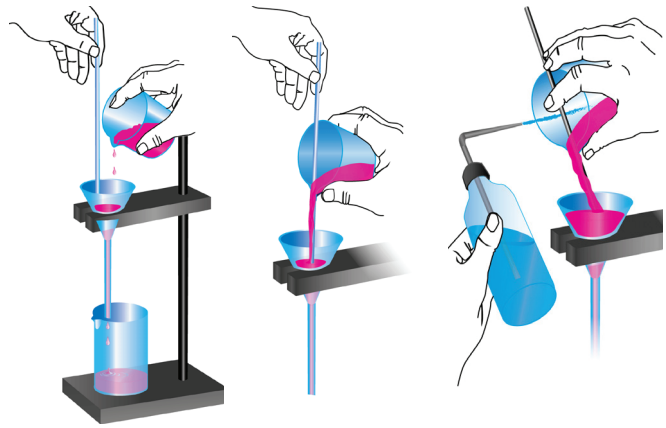
- Yavaş soğutma yapılarak daha iri ve yüksek saflıkta kristal elde edilmelidir.
- Çökmenin tam olduğundan emin olmak için kontrol denemesi yapılmalıdır.

3. Olgunlaştırma: Bir çökeleğin daha büyük kristaller oluşturmak üzere çözeltisi içerisinde bekletilmesine **olgunlaştırma** denir (Görsel 4.4). Olgunlaştırma işlemi genellikle yüksek sıcaklıkta yapılır. Olgunlaştırma işleminde hem kristaller büyür hem de ilk çökme sırasında adsorbe olan safsızlıklar kısmen de olsa çözeltiye geçer.



Görsel 4.4: Çökeleğin olgunlaştırılması

4. Süzme: Olgunlaştırılmış çökelek, tanecik boyutuna uygun süzgeç kâğıdı ile süzülmelidir (Görsel 4.5). Süzgeç kâğıdı fazla büyük gözenekli olursa analit kaybına, fazla küçük gözenekli olursa işlemin çok uzamasına neden olur. Süzgeç kâğıtları gözenek büyüklüklerine göre adi süzgeç kâğıdı, siyah bant, beyaz bant ve mavi bant olarak sınıflandırılır. Yüksek sıcaklıkta bozunan ya da süzgeç kâğıdı ile reaksyona giren çökelekler Gooch krozesiyle süzülmelidir.



Görsel 4.5: Süzme işlemi

5. Yıkama: Çökelek, süzüldükten sonra yüzeyinde kalan safsızlıkların uzaklaştırılması için yıkanmalıdır. Yıkamanın saf su ile yapılması çökeleğin kısmen kolloidal hâle gelip süzüntüye karışmasına sebep olabilir. Bu durum analit kaybına neden olur. Bunu önlemek için yıkama işlemi çökeleğin türüne göre süzüntü ile ya da HNO_3 çözeltisi gibi bir elektrolitle yapılır.

6. Kurutma ve kül etme: Kurutma, elde edilen çökeleğin yıkama suyundan arındırılması için yapılan işlemdir. Süzülen çökelek krozeye alınarak bek alevinde kurutulduktan sonra kül fırınında yakılır. Gooch krozesiyle süzülen çökelekler (Görsel 4.6), kül fırınında kurutulamaz. Bu çökelekler, etüvde 105-120 °C aralığında birkaç saat bekletilerek kurutulur. Çökeleğin tartım için daha uygun bir bileşiğe dönüştürülmesi gerekiyorsa bu işlem çökeleğin yüksek sıcaklıkta yakılmasıyla gerçekleştirilir. Örneğin $Fe(OH)_3$ şeklinde elde edilen çökelek Fe_2O_3 şekline dönüştürülerek tartılır.

Görsel 4.6: Gooch krozesi ile vakumlu süzme

Görsel 4.7: Bek alevinde kurutma işlemi

Yakma ve kül etme işlemleri aşağıdaki basamaklar takip edilerek yapılır.

- Süzgeç kâğıdı çökelek kaybı olmayacak şekilde katlanarak bir krozeye yerleştirilir.
- Kil üçgene Görsel 4.7'deki gibi yerleştirilen kroze, bek alevinde sıcaklığın yavaşça artırılmasıyla ısıtılır. Bu işlemde nem uzaklaştırıldıktan sonra alevin şiddeti yavaş yavaş artırılarak süzgeç kâğıdının kömürleşmesi sağlanır. İşlem sırasında süzgeç kâğıdının alev almamasına dikkat edilmelidir. Duman çıkışında artış olması kâğıdın yanmak üzere olduğunu gösterir böyle bir durumda kâğıt alevden hızla uzaklaştırılmalıdır.
- Süzgeç kâğıdından kalan karbon kalıntıları tamamen yanıncaya kadar işleme devam edilir.
- Karbon kalıntısı tamamen yandıktan sonra kroze kül fırınına alınmalı ve işleme orada devam edilmelidir.

7. Sabit tartıma getirme: Analizi yapılan çökeleğin, bilinen bileşimde değişmez bir kütleye gelinceye kadar ısıtma-kızdırma, soğutma ve tartma işlemlerinin tekrarlanmasıdır.

Sabit tartıma getirme işlemi aşağıdaki basamaklar takip edilerek yapılır.

- Kül fırınından çıkarılan krozeler, nem almadan soğumaları için desikatöre yerleştirilir.
- Soğutulan kroze ve çökelek analitik terazide tartılır ve sonuç kaydedilir.
- Tartılmış çökelek, kül fırınında kroze ile birlikte 1 saat daha ısıtıldıktan sonra aynı şekilde soğutulur ve tekrar tartılır.
- Bu işlem iki tartım arasındaki fark 0,3 mg'dan az oluncaya kadar tekrar edilir.

Tablo 4.2: Gravimetrik Analizde Çöktürülen ve Tartılan Türler

ANALİT	OLUŞAN ÇÖKELEK	TARTILAN TÜR
Cl^-	$AgCl$	$AgCl$
SO_4^{2-}	$BaSO_4$	$BaSO_4$
Fe^{3+}	$Fe(OH)_3$	Fe_2O_3
Ni^{2+}	$Ni(DMG)_2$	$Ni(DMG)_2$
Al^{3+}	$Al(OH)_3$	Al_2O_3
Mg^{2+}	$MgNH_4PO_4$	$Mg_2P_2O_7$
PO_4^{3-}	$MgNH_4PO_4$	$Mg_2P_2O_7$

8. Sonuçların hesaplanması: Yakma işlemiyle, aranılan analitin saf bileşiği elde edilir. Bu saf bileşiğin mol sayısı bulunursa formülünden yararlanılarak aranan elementin mol sayısı, dolayısıyla kütlesi bulunabilir.

BİLGİ KUTUSU

Bir tepkimede maddelerin mol sayıları arasındaki oransal ilişkiye **stokiyometri** denir. Stokiyometri kelimesi Yunanca stoicheion (element) ve metron (ölçüm) kelimelerinden türetilmiştir.

4.1.2. GRAVİMETRİK HESAPLAMALAR

Gravimetrik hesaplamaların temelini kütle-mol dönüşümleri oluşturmaktadır.

Kütle-Mol Dönüşümleri

Bir bileşiğin kütle-mol ilişkisi aşağıdaki örneklerde olduğu gibi hesaplanır.

Örnek

27,2 g $CaSO_4$ bileşiği kaç moldür? (O: 16, S: 32, Ca: 40)

Çözüm

Önce $CaSO_4$ bileşiğinin 1 molünün kütlesi bulunmalıdır.

1 mol $CaSO_4$ bileşiği: 1 mol Ca + 1 mol S + 4 mol O içerir.

$$40 + 32 + 4 \cdot 16 = 136 \text{ g.mol}^{-1}$$

Daha sonra 27,2 g $CaSO_4$ ın mol sayısı hesaplanır.

1 mol $CaSO_4$	136 g ise
n mol $CaSO_4$	27,2 g olur.

$$n \cdot 136 = 1 \cdot 27,2$$

$$n = \frac{27,2}{136} = 0,2 \text{ mol } CaSO_4$$

Örnek

0,4 mol NaCl bileşiği kaç gramdır? (Na: 23, Cl: 35,5)

Çözüm

NaCl bileşiğinin mol kütlesi: 23 + 35,5 = 58,5 g.mol^{-1}

1 mol NaCl — 58,5 g ise
0,4 mol NaCl — m (g) olur.

$m = 0,4 \cdot 58,5$

$m = 23,4$ g NaCl

Sıra Sizde

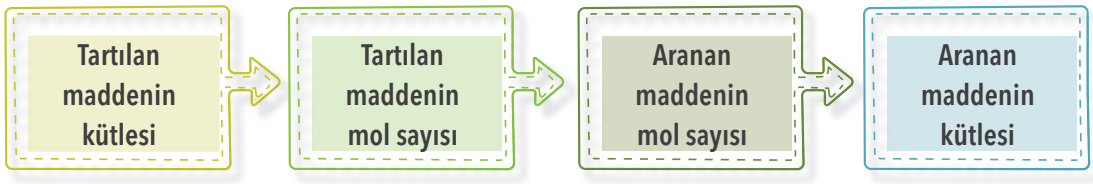
1. 32 g Fe_2O_3 bileşiği kaç moldür? (O: 16, Fe: 56)

2. 15,6 g $Al(OH)_3$ bileşiği kaç moldür? (H: 1, O: 16, Al: 27)

3. 250 g $CaCO_3$ bileşiği kaç moldür? (C: 12, O: 16, Ca: 40)

4. 0,25 mol CO_2 bileşiği kaç gramdır? (C: 12, O: 16)

Bileşiği oluşturan elementlerin mol sayısı ve kütlesi bileşik formülünden yararlanılarak hesaplanır (Şekil 4.2).



Şekil 4.2: Aranan maddenin kütlesi bulunurken izlenecek yol

Örnek

$0{,}4$ mol $Mg_2P_2O_7$ bileşiğindeki Mg, P ve O elementlerinin mol sayılarını hesaplayınız.

Çözüm

Formülden 1 mol $Mg_2P_2O_7$ bileşiğinde 2 mol Mg, 2 mol P ve 7 mol O olduğu anlaşılmaktadır.
Buna göre

$$\begin{matrix} 1 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & 2 \text{ mol Mg} \\ 0{,}4 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & a \text{ mol Mg} \end{matrix}$$

$a = 0{,}4 \cdot 2 = \mathbf{0{,}8 \text{ mol Mg}}$

$$\begin{matrix} 1 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & 2 \text{ mol P} \\ 0{,}4 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & b \text{ mol P} \end{matrix}$$

$b = 0{,}4 \cdot 2 = \mathbf{0{,}8 \text{ mol P}}$

$$\begin{matrix} 1 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & 7 \text{ mol O} \\ 0{,}4 \text{ mol } Mg_2P_2O_7 & c \text{ mol O} \end{matrix}$$

$c = 0{,}4 \cdot 7 = \mathbf{2{,}8 \text{ mol O}}$

Sıra Sizde

$0{,}5$ mol K_2SO_4 bileşiğindeki K, S, ve O elementlerinin mol sayılarını hesaplayınız.

Örnek

16 g Fe_2O_3 bileşiğinde bulunan Fe elementi kaç gramdır? (O: 16, Fe: 56)

Çözüm

Önce Fe_2O_3 in mol sayısı bulunur. Bileşik formülünden yararlanarak Fe'in mol sayısına geçiş yapılır.

Fe_2O_3 in mol kütlesi: $(2 \cdot 56) + (3 \cdot 16) = 160\ g.mol^{-1}$

1 mol Fe_2O_3 160 g ise
n mol Fe_2O_3 16 g olur.

$n \cdot 160 = 1 \cdot 16$

$$n = \frac{16}{160} = \mathbf{0,1\ mol\ Fe_2O_3}$$

1 mol Fe_2O_3 bileşiğinde 2 mol Fe bulunduğundan, 0,1 molünde

$0,1 \cdot 2 = 0,2$ mol Fe bulunur.

1 mol Fe 56 g ise
0,2 mol Fe m (g) olur.

$m = 0,2 \cdot 56 = \mathbf{11,2\ g\ Fe}$ bulunur.

Burada yapılan işlemler aşağıdaki gibi birleştirilebilir.

$$m\ (g)\ Fe = 16\ g\ Fe_2O_3 \cdot \frac{1\ mol\ Fe_2O_3}{160\ g\ Fe_2O_3} \cdot \frac{2\ mol\ Fe}{1\ mol\ Fe_2O_3} \cdot \frac{56\ g\ Fe}{1\ mol\ Fe}$$

Tüm birimler sadeleştirildiği zaman Fe kütlesi

$$m = \frac{16 \cdot 2 \cdot 56}{160} = \mathbf{11,2\ g\ Fe}\ \text{bulunur.}$$

Örnek

Nicel analiz laboratuvarında bir numunenin içinde bulunan SO_4^{2-} iyonlarının miktarı tayin edilmek isteniyor. Bunun için 250 g laboratuvar numunesinden 0,500 g alınıp suda çözüldükten sonra sülfat iyonlarının, $BaCl_2$ çözeltisi kullanılarak $BaSO_4$ hâlinde çökmesi sağlanıyor. **Kurutulan çökelek 0,932 g tartıldığına göre numunedeki SO_4^{2-} yüzdesi kaçtır?** (O: 16, S: 32, Ba: 137)

Çözüm

Analizde gerçekleşen tepkime

$$SO_4^{2-} + BaCl_2 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2Cl^-$$

şeklindedir.

1. yol

Elde edilen çökeleğin mol sayısından içerdiği SO_4^{2-} iyonunun mol sayısına ve kütlesine geçiş yapılır. Bunun için $BaSO_4$ ın ve SO_4^{2-} iyonunun mol kütleleri hesaplanmalıdır.

$$SO_4^{2-} = S + 4 \cdot O = 32 + 4 \cdot 16 = 96\ g.mol^{-1}$$

$$BaSO_4 = Ba + (SO_4^{2-}) = 137 + 96 = 233\ g.mol^{-1}$$

Elde edilen çökelek $BaSO_4$ tır. Baryum sülfatın mol sayısı aşağıdaki gibi hesaplanır.

1 mol $BaSO_4$ 233 g ise
n mol $BaSO_4$ 0,932 g olur.

$$n\ mol\ BaSO_4 = \frac{0{,}932}{233} = 0{,}004\ mol\ BaSO_4$$

1 mol $BaSO_4$ içinde 1 mol SO_4^{2-} bulunduğundan 0,004 mol $BaSO_4$ içinde 0,004 mol SO_4^{2-} bulunur.

1 mol SO_4^{2-} 96 g
0,004 mol SO_4^{2-} m (g)

$m = 0{,}004 \cdot 96 = 0{,}384\ g\ SO_4^{2-}$ bulunur.

Bulunan SO_4^{2-} iyonunun 0,500 g numunedeki yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

0,500 g numunede 0,384 g SO_4^{2-} bulunuyorsa
100 g numunede x (g) SO_4^{2-} bulunur.

$$x = \frac{0{,}384}{0{,}500} \cdot 100 = 76{,}8$$

Numunede **%76,8 SO_4^{2-}** iyonu bulunmaktadır.

2. yol

Yapılan işlemler aşağıdaki gibi birleştirilerek SO_4^{2-} kütlesi bulunduktan sonra yüzdesi aynı şekilde hesaplanabilir.

$$m\ (g)\ SO_4^{2-} = 0{,}932\ g\ BaSO_4 \cdot \frac{1\ mol\ BaSO_4}{233\ g\ BaSO_4} \cdot \frac{2\ mol\ SO_4^{2-}}{1\ mol\ BaSO_4} \cdot \frac{56\ g\ SO_4^{2-}}{1\ mol\ SO_4^{2-}}$$

$m = 0{,}384\ g\ SO_4^{2-}$ bulunur.

3. yol

Çökelekte bulunan SO_4^{2-} miktarı kütlelerle orantı kurularak da hesaplanabilir ve yüzdesi bulunabilir.

233 g $BaSO_4$ bileşiğinde 96 g SO_4^{2-} iyonu varsa
0,932 g $BaSO_4$ bileşiğinde m (g) SO_4^{2-} iyonu vardır.

$$m\ (g)\ SO_4^{2-} = 0{,}932\ g\ BaSO_4 \cdot \frac{96\ g\ SO_4^{2-}}{233\ g\ BaSO_4} = 0{,}384\ g\ SO_4^{2-}$$

Gravimetrik Faktör

Analizde miktarı tespit edilmeye çalışılan maddenin (analit) kütlesinin tartılan kütleye oranına **gravimetrik faktör (gravimetrik çarpan)** denir. Gravimetrik faktör GF ile kısaltılır. Analit miktarı gravimetrik faktörden yararlanılarak aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\text{m (g) analit} = \text{GF} \cdot \text{tartılan kütle}$$

$$\text{GF} = \frac{a}{b} \cdot \frac{\text{analitin mol kütlesi}}{\text{tartılan maddenin mol kütlesi}}$$

Eşitlikte a ve b sayıları, analitin mol sayısının tartılan maddenin mol sayısına stokiyometrik olarak eşdeğer olmasını sağlayan tam sayılardır. Örneğin manyetit (Fe_3O_4) cevherinde Fe tayini analitin Fe_2O_3 hâlinde çöktürülmesi ile yapılır. Numunedeki Fe miktarı tayin edilmek isteniyorsa

$$\text{GF} = \frac{2}{1} \cdot \frac{M_A(Fe)}{M_A(Fe_2O_3)}$$

şeklinde hesaplanır. Burada a=2, b=1 dir. Bunun nedeni 1 mol Fe_2O_3 içinde 2 mol Fe elementi bulunmasıdır.

Aynı numunede Fe_3O_4 miktarı tayin edilmek isteniyorsa

$$\text{GF} = \frac{2}{3} \cdot \frac{M_A(Fe_3O_4)}{M_A(Fe_2O_3)}$$

şeklindedir. Burada ise a=2, b=3 olur. Bu şekilde pay ve paydada Fe miktarlarının eşit olması sağlanmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Bağıntılardaki M_A ilgili maddenin mol kütlesini göstermektedir.

Örnek

$MgCO_3$ içeren bir kayaçta Mg^{2+} analizi aşağıdaki sırayla yapılır.

- Mg^{2+} iyonları NH_3 lı ortamda HPO_4^{2-} ile $MgHPO_4$ hâlinde çöktürülür.
- Elde edilen çökelek kül fırınında yakılarak $Mg_2P_2O_7$ bileşiğine dönüştürülür.

Bu analizde Mg^{2+} ve $MgCO_3$ için gravimetrik faktörü hesaplayınız. (O: 16, Mg: 24, P: 31)

Çözüm

Aranan ve tartılan türlerin mol kütleleri

Mg^{2+}: 24 g.mol^{-1}

$MgCO_3$: Mg + C + 3 . O = 24 + 12 + (3 . 16) = 84 g.mol^{-1}

$Mg_2P_2O_7$: 2 . Mg + 2 . P + 7 . O = (2 . 24) + (2 . 31) + (7 . 16) = 222 g.mol^{-1} olarak hesaplanır.

Analizde gerçekleşen reaksiyonlar

$$MgCO_3 + NH_3 + HPO_4^{2-} \rightarrow MgNH_4PO_4 + CO_3^{2-}$$
$$2MgNH_4PO_4 \rightarrow Mg_2P_2O_7 + 2NH_3 + H_2O$$

şeklindedir. Net tepkimeyi elde etmek için birinci reaksiyon iki ile çarpılıp ikinci reaksiyonla toplanır.

$$2MgCO_3 + 2HPO_4^{2-} \rightarrow Mg_2P_2O_7 + H_2O + 2CO_3^{2-}$$

Analizde tartılan madde $Mg_2P_2O_7$ bileşiğidir. Tepkimeden Mg^{2+} iyonları ile $Mg_2P_2O_7$ arasında stokiyometrik oranın 2:1 olduğu görülmektedir. O hâlde gravimetrik faktör bağıntısında a=2, b=1 olur.

$$GF = \frac{2}{1} \cdot \frac{M_A(Mg^{2+})}{M_A(Mg_2P_2O_7)}$$

$$GF = \frac{2}{1} \cdot \frac{24}{222} = 0{,}2162$$

$Mg_2P_2O_7$ bileşiği ile $MgCO_3$ bileşiğinde ortak olan element Mg elementidir. Tepkimede $MgCO_3$ ile $Mg_2P_2O_7$ arasında stokiyometrik oranın 2:1 olduğu görülmektedir. Gravimetrik faktör bağıntısında a=2, b=1 olur.

$$GF = \frac{2}{1} \cdot \frac{M_A(MgCO_3)}{M_A(Mg_2P_2O_7)}$$

$$GF = \frac{2}{1} \cdot \frac{84}{222} = 0{,}7568$$

Örnek

Ham petrol numunesinde bulunan H_2S, $CdCl_2$ çözeltisinden geçirilip tamamen CdS hâline getiriliyor. Daha sonra yakılıp $CdSO_4$ a dönüştürülerek analiz ediliyor. **Buna göre H_2S analizindeki gravimetrik faktörü hesaplayınız.** (H: 1, O: 16, S: 32, Cd: 112)

Çözüm

Bu analizde gerçekleşen tepkimeler

$$H_2S + CdCl_2 \rightarrow CdS + 2H^+ + 2Cl^-$$

$$CdS + 2O_2 \xrightarrow{\text{ISI}} CdSO_4 \text{ şeklindedir.}$$

Bu reaksiyonlar toplanırsa

$$H_2S + CdCl_2 + 2O_2 \rightarrow CdSO_4 + 2H^+ + 2Cl^-$$

net tepkimesi elde edilir.

Analit H_2S, tartılan madde ise $CdSO_4$ tır. Net tepkimeden bu bileşiklerin stokiyometrik oranlarının 1:1 olduğu görülür. O hâlde GF formülünde a=1, b=1 olur.

$$GF = \frac{1}{1} \cdot \frac{M_A(H_2S)}{M_A(CdSO_4)}$$

H_2S ve $CdSO_4$ bileşiklerinin mol kütlelerinin hesaplanması gerekir.

$$H_2S: 2 \cdot H + S = 2 \cdot 1 + 32 = 34 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$CdSO_4: Cd + S + 4 \cdot O = 112 + 32 + 4 \cdot 16 = 208 \text{ g.mol}^{-1}$$

$$GF = \frac{1}{1} \cdot \frac{34}{208} = \mathbf{0{,}1635}$$

Sıra Sizde

Aşağıdaki tabloda analiz edilecek tür ile gravimetrik işlemler sonucunda tartılan tür verilmiştir. Her bir analiz için gravimetrik faktörü hesaplayınız. (O:16, S:32, Cl:35,5, Fe:56, Ag:108, Ba:137)

	Analit	Tartılan Tür	GF
I	Cl^-	AgCl	
II	SO_4^{2-}	$BaSO_4$	
III	Fe^{3+}	Fe_2O_3	

Sıra Sizde

1 . 250 gramlık boksit numunesinden 0,4286 g örnek alınıyor. Numunedeki Al^{3+} iyonları suda tamamen çözünür hâle getirilerek $Al(OH)_3$ şeklinde çöktürülüyor. Çökelek süzülüp kurutulduktan sonra kül fırınında yakılarak Al_2O_3 bileşiğine dönüştürülüp sabit tartıma getiriliyor. **İşlemler sonucunda elde edilen Al_2O_3 0,3396 g olduğuna göre boksit cevherindeki Al^{3+} yüzdesi kaçtır?** (O:16, Al:27)

2 . Pirit (FeS_2) cevherinin gravimetrik analizi, cevherdeki kükürdün $BaSO_4$ hâlinde çöktürülmesi ile yapılır. Cevherden alınan 0,2400 g numune analiz edildiğinde 0,0699 g $BaSO_4$ elde ediliyor. **Buna göre numunedeki**
a) Pirit yüzdesini
b) Fe yüzdesini
c) S yüzdesini hesaplayınız. (O:16, S:32, Fe:56, Ba:137)

4.1.3. GRAVİMETRİK ANALİZDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Kullanılacak malzemeler temiz ve kuru olmalıdır. Aksi hâlde analizi bozabilecek kirlilikler malzemeler aracılığı ile ortama girebilir.
- Kurutma ve yakma işleminin yapılacağı kroze mutlaka sabit tartıma getirilerek boş kütlesi not edilmelidir.
- Analiz numunesi etüvde kurutulduktan sonra tartılmalıdır.
- Çöktürme işleminde analizi bozabilecek faktörlere (girişim, eksik çökme gibi) dikkat edilmeli ve önleyici tedbirler alınmalıdır. Girişim yapabilecek iyonlar uygun metotlarla uzaklaştırılmalı ve analitin tam çöktüğünden emin olunmalıdır.
- Çökeleğin iri tanecikli olması için seyreltik çözelti ile çöktürme yapılmalı, reaktif yavaş yavaş ilave edilmeli ve çökelek mutlaka olgunlaştırılmalıdır.
- Süzme işleminin nasıl yapılacağı oluşacak çökeleğin kimyasal ve fiziksel özelliklerine göre belirlenir. Yüksek sıcaklıkta veya süzgeç kâğıdı ile tepkimeye girerek bozunabilecek çökelekler Gooch krozesinde süzülmelidir. Süzgeç kâğıdı ile yapılacak süzme işleminde çökeleğin kristal büyüklüğüne uygun bant süzgeç kâğıdı kullanılmalıdır. Aksi hâlde analit kaybı yaşanacaktır.

- Kurutma ve yakma işlemleri dikkatle yapılmalıdır. Süzgeç kâğıdı ile çökelek düşük sıcaklıkta kurutulmalıdır. Sıcaklık yavaş yavaş yükseltilerek süzgeç kâğıdının alev alması engellenmelidir.
- Kroze kül fırınına alınmadan önce süzgeç kâğıdı organik kalıntı (siyahlık) kalmayıncaya kadar yakılmalıdır. Aksi takdirde buradaki karbon, analitin bozunmasına sebep olabilir.
- Kurutma sıcaklığı, tartılacak maddenin içindeki safsızlıkları giderecek şekilde yüksek olmalıdır ancak maddenin bozunmasına sebep olacak kadar yükseltilmemelidir.
- Krozeye; etüvden alınırken, kül fırınına yerleştirilirken ve kül fırınından alınırken sıcağa dayanıklı eldivenle bile dokunulmamalı, çelik maşa kullanılmalıdır.
- Çökeleğin soğutma işlemi havanın nemi ile temas etmemesi için desikatörde yapılmalıdır.
- Çökelek en az üç kez fırında kızdırılarak sabit tartıma getirilmelidir. İlk iki tartım arasındaki fark 0,3 mg'dan az olsa bile en az üç kez fırında kızdırılıp tartım yapılarak kontrol edilmelidir.

4.1.4. GRAVİMETRİK ANALİZDE HATA KAYNAKLARI

Gravimetrik analiz yapılırken sonuca etki edebilecek hata kaynakları aşağıda verilmiştir.

- Aranacak maddenin tam olarak çöktürülememesi
- Aranacak madde ile birlikte başka iyonların da çökmesi
- Çöktürücü reaktifin fazla miktarda ilave edilmesiyle oluşabilecek kompleks bileşiğin çözünmesi sonucu aranacak iyonun bir kısmının çözeltiye geçmesi
- Çökelekte safsızlığın bulunması
- Kurutma işleminin tam olarak yapılamaması
- Kurutma veya yakma işleminin uygun sıcaklıkta yapılmaması
- Çökeleğin soğutulurken nem kapması
- Bazı çökeleklerin yüksek sıcaklıkta bozunabilmesi
- Tartımın çökelek sıcakken yapılması
- Sabit tartıma getirme işleminde hata yapılması
- Süzgeç kâğıdının yapısında bulunan karbonun indirgenmeye sebep olması

BİLGİ KUTUSU

İstenmeyen bir reaksiyonun veya girişimin analiz sonucunu gerçek değerinden büyük çıkarmasına **pozitif hata**, gerçek değerinden küçük çıkarmasına **negatif hata** denir.

2. BÖLÜM

4.2. GRAVİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

4.2.1. GRAVİMETRİK KLORÜR ANALİZİ

Neler Öğreneceğiz?

- Klorür Analizi
- Sülfat Analizi
- Demir Analizi
- Nikel Analizi

Gravimetrik klorür analizi, HNO_3 çözeltisi ile asitlendirilmiş bir numune çözeltisindeki klorürün $AgNO_3$ çözeltisi ile AgCl olarak çöktürülmesi esasına dayanır.

$$Cl^-(suda) + AgNO_3(suda) \rightarrow AgCl(k) + NO_3^-(suda)$$

Klorür analizi yapılırken öncelikle bir miktar numune etüvde 105-120 °C'de 1-2 saat kadar kurutulur. Kurutulan numuneden istenilen miktarda alınarak tartım yapılır ve tartım sonucu kaydedilir. Bir behere aktarılan klorür numunesinin saf su ile çözünmesi sağlanır. Ardından 6 M HNO_3 ile asitlendirilir. Klorür çözeltisinin üzerine 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave edilerek numunedeki klorür iyonları AgCl olarak çöktürülür. Elde edilen çökelek su banyosunda bir süre dinlendirilir ve kontrol denemesi yapılarak çökme işleminin tamamlanıp tamamlanmadığına bakılır. AgCl bileşiği süzgeç kâğıdı ile ve yüksek sıcaklıkta indirgenerek bozunur. Bu nedenle süzme işlemi Gooch krozesi ile yapılır. Çökelek nitrik asitle asitlendirilmiş saf suyla birkaç kez yıkanır. Gooch krozesi 105-120 °C'ye ayarlanmış etüve alınır ve çökeleğin kuruması sağlanır. Etüvün sıcaklığı 180 °C'ye çıkarılarak sabit tartıma getirme işlemi yapılır. Hesaplamalar yapılarak numunedeki klorür yüzdesi belirlenir. Ketçap, mayonez, patates cipsi, kraker, çerez vb. yiyeceklerde tuz miktarının kontrolünün sağlanması amacıyla klorür analizi yapılır.

Örnek

Gravimetrik klor analizi yapmak için 0,595 g NaCl örneği tartılıyor. Çözelti hâline getirilen numune HNO_3'li ortamda $AgNO_3$ çözeltisi ile AgCl olarak çöktürülüyor. Gerekli işlemler yapıldıktan sonra kurutulmuş örnek 1,2987 g olarak tartılıyor. **NaCl'deki klor yüzdesini hesaplayınız.** (Cl: 35,5, Ag: 108)

Çözüm

Çözeltideki Cl^- iyonları $AgNO_3$ çözeltisi ile

$$AgNO_3 + Cl^- \rightarrow AgCl + NO_3^-$$

tepkimesine göre çöker. AgCl ile Cl^- arasında stokiyometrik oran 1:1 dir.

AgCl'ün mol kütlesi: Ag + Cl = 108 + 35,5 = 143,5 $g.mol^{-1}$ dür.

1. yol

Çöken AgCl'ün mol sayısı bulunur.

1 mol AgCl — 143,5 g ise
n mol AgCl — 1,2987 g

$$n \text{ mol AgCl} = \frac{1,2987}{143,5} = 9,05 \cdot 10^{-3} \text{ mol AgCl}$$

AgCl ile Cl^- iyonları arasındaki stokiyometrik oran 1:1 olduğu için Cl^- iyonunun mol sayısı da $9,05.10^{-3}$ tür.

1 mol Cl^- — 35,5 g ise
$9,05 \cdot 10^{-3}$ mol Cl^- — m (g)

$m = 9,05 \cdot 10^{-3} \cdot 35,5 =$ **0,321 g Cl^- iyonu vardır.**

2. yol

Cl^- kütlesi gravimetrik faktör kullanılarak da hesaplanabilir. Cl^- ile AgCl arasındaki stokiyometrik oran 1:1 olduğu için

$$GF = \frac{1}{1} \cdot \frac{M_A(Cl^-)}{M_A(AgCl)} = \frac{1}{1} \cdot \frac{35,5}{143,5} = 0,247 \text{ bulunur.}$$

m (g) Cl^- = GF . tartılan kütle = 0,247 . 1,2987 = **0,321 g Cl^-**

Cl^- kütlesi yukarıdaki yollardan biri ile bulunduktan sonra yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

0,595 g numunede — 0,321 g Cl^- iyonu varsa
100 g numunede — x (g) Cl^- bulunur.

$$x = \frac{0,321}{0,595} \cdot 100 = 53,95$$

Numunede **%53,95 Cl^-** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

1. 0,6658 g klor numunesi suda çözülerek HNO_3 li ortamda AgCl bileşiği hâlinde çöktürülüyor. Gravimetrik işlemlerden sonra çökelek tartılıyor ve kütlesinin 1,4458 g olduğu görülüyor. **Buna göre numunedeki klor kaç gramdır?** (Cl:35,5, Ag:108)

2. Gravimetrik klor analizi yapılan bir numunede klor miktarı %46 bulunmuştur. **Analizde elde edilen kurutulmuş AgCl katısı 3,778 g tartıldığına göre numunenin kütlesi kaç gramdır?** (Cl:35,5, Ag:108)

3. 1,41 g klor numunesi gravimetrik analiz için tartılıyor. Cl^- iyonları $AgNO_3$ ile çöktürüldükten sonra sabit tartıma getirilmiş 32,4458 g Gooch krozesinde süzülüyor. **Kurutma işlemi sonunda kroze 34,5529 g tartıldığına göre numunedeki klor yüzdesini hesaplayınız.** (Cl:35,5, Ag:108)

KLORÜR ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Numune çözeltisine 6 M HNO_3 çözeltisi eklenerek fosfat, karbonat, oksalat, siyanür ve arsenat gibi iyonların gümüş nitrat ile çökmesi engellenmelidir. Bu iyonların çökmesi analiz sonuçlarının hatalı olmasına neden olacaktır. Fazla HNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde AgCl katısı çözünür. Bu nedenle HNO_3 in aşırı ilavesinden kaçınılmalıdır.
- Numune çözeltisindeki klorür iyonları çok derişik olmamalıdır.
- Soğuk ortamda gerçekleştirilen çöktürme işleminden sonra sıcaklık yavaş yavaş yükseltilerek 90 °C'ye kadar çıkarılmalıdır. Çöktürme işlemi sıcak ortamda yapılırsa klorür iyonları klora yükseltgenir ve analit kaybı oluşur. Bu da analizde negatif hataya sebep olur.

$$2Cl^-(suda) + 2NO_3^-(suda) + 4H^+(suda) \rightarrow Cl_2(g) + NO_2(g) + 2H_2O(s)$$

- $AgNO_3$ çözeltisi çok derişik olmamalıdır ve çöktürme işlemi sırasında numuneye yavaş yavaş eklenmelidir.
- Kontrol denemesi yapılarak klorür iyonlarının tam olarak çöktüğünden emin olunmalıdır.
- $AgNO_3$ çözeltisinin aşırı miktarda ilavesinden kaçınılmalıdır. Aksi takdirde gümüş iyonlarının fazlası AgCl tarafından adsorblanarak yıkama ile giderilemeyecek bir kirlilik oluşturacaktır.
- Bekletme işlemleri, AgCl çökeleği ışıkta bozunabileceğinden mümkün olduğunca karanlık ortamda yapılmalıdır.
- Bekletme işlemi yapılırken çökeleğin bulunduğu kabın ağzı kapatılarak çeşitli organik maddelerin girişi engellenmelidir. Bu tür maddeler kurutma sırasında gümüşü indirgeyerek analiz sonucunun etkilenmesine neden olur.
- AgCl katısı Gooch krozesinde süzülmelidir. Süzgeç kâğıdı ile süzme yapılırsa kurutma sırasında kâğıttaki karbon AgCl'ü parçalayarak Ag ve Ag_2O'e dönüşmesine sebep olur.

$$C(k) + 3AgCl(k) + O_2(g) \rightarrow Ag(k) + Ag_2O(k) + {}^3\!/_2\, Cl_2(g) + CO(g)$$

- Çökeleği yıkamak için kullanılan yıkama suyu nitrik asit çözeltisi ile asitlendirilerek AgCl'ün kolloidleşmesi engellenmelidir.
- Etüvün sıcaklığı önce 105-120 °C'ye ayarlanmalı sonra yavaş yavaş 180 °C'ye çıkarılmalıdır. Aksi takdirde ani ısınma çökeleğin etrafında kabuklaşma meydana getirerek kurumasına engel olur.

1. Laboratuvar Çalışması

Klorür İyonunun (Cl^-) Gravimetrik Analizi

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

Amaç

Klor numunesindeki Cl^- yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Klor numunesi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 6 M HNO_3 çözeltisi
- Saf su
- Yıkama suyu (HNO_3 çözeltisi ile asitlendirilmiş saf su)

Araç Gereç

- Beher
- Analitik terazi
- Spatül
- Piset
- Etüv
- Baget
- Gooch krozesi
- Nuçe erleni
- Su trompu
- Su banyosu
- Desikatör
- Maşa
- Sıcağa dayanıklı eldiven
- Saat camı

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz ve kuru bir saat camı alarak yaklaşık 0,5 g klor numunesini tartınız.
3. Etüv sıcaklığını 105-120 °C'ye ayarlayarak numuneyi 1-2 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulmuş numuneyi desikatöre alarak soğumaya bırakınız.
5. Numuneden 0,2-0,3 gram kadar tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz..
6. Tarttığınız numuneyi 400 mL'lik bir behere aktararak üzerine 150 mL saf su ilave edip çözünmesini sağlayınız.
7. 1 mL HNO_3 çözeltisi ilave ederek çözeltiyi karıştırınız.
8. Çökme tamamlanıncaya kadar 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Çöktürücünün aşırı miktarda ilavesinden kaçınınız.
9. Karanlık bir ortamda 90 °C'ye ayarlanmış su banyosunda karışımı 30 dk. ısıtınız.
10. Birkaç damla daha $AgNO_3$ çözeltisi ilave ederek çökmenin tam olarak gerçekleştiğinden emin olunuz.
11. Gooch krozesini 105-120 °C sıcaklıkta sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz.
12. Vakumlu süzme düzeneğini kurunuz.
13. Beher içerisindeki AgCl karışımını Gooch krozesine önce sıvısı daha sonra çökelek kısmı olacak şekilde aktarınız.
14. Beheri birkaç kez yıkama çözeltisiyle yıkayarak krozeye dökünüz. Beherde katı kalmadığından emin olunuz.
15. Gooch krozesindeki çökelek üzerine 3-4 kez yıkama çözeltisi ekleyerek süzme işlemini tamamlayınız.
16. Etüvü 105-120 °C sıcaklığa ayarlayınız.

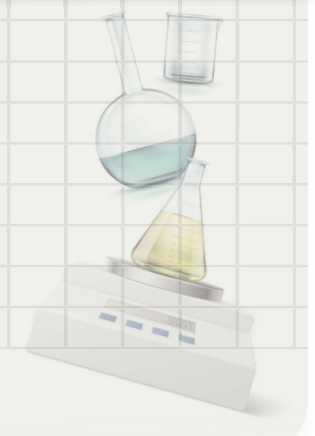
Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

m_{kroze}:

$m_{çökelek+kroze}$:



17. Gooch krozesinin etrafını temiz bir bez yardımıyla kurulayarak etüve koyunuz. Sıcaklığı kademeli olarak 180 °C'ye çıkarınız. Çökeleği 1-2 saat kurutunuz.
18. Krozeyi desikatöre alarak soğutunuz. Krozeyi tartınız.
19. Isıtıp soğutma işlemini kroze ve çökelek sabit tartıma gelinceye kadar tekrarlayınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
20. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Klor numunesi suda çözüldükten sonra HNO_3 çözeltisi ilave edilmesinin nedeni nedir? Açıklayınız.

2. Süzme işleminde süzgeç kâğıdı yerine Gooch krozesi kullanılmasının nedenini açıklayınız.

3. Gerekli işlemleri yaparak analiz numunenizdeki Cl^- yüzdesini hesaplayınız.

4.2.2. GRAVİMETRİK SÜLFAT ANALİZİ

Gravimetrik sülfat analizi, HCl çözeltisi ile asitlendirilmiş bir numunedeki sülfatın $BaCl_2$ çözeltisi ile $BaSO_4$ olarak çöktürülmesi esasına dayanır.

$$SO_4^{2-}(suda) + BaCl_2(suda) \rightarrow BaSO_4(k) + 2Cl^-(suda)$$

Sülfat analizi yapılırken bir miktar numune alınır ve etüvde 105-120 °C'de 1-2 saat kadar kurutulur. Kurutulan numuneden istenilen miktarda örnek alınarak tartım yapılır, sonuç kaydedilir. Bir behere aktarılan sülfat numunesinin üzerine saf su konularak çözünmesi sağlanır. Ardından 6 M HCl çözeltisi ile asitlendirilerek su banyosunda ısıtılır. Sülfat çözeltisinin üzerine 0,5 M sıcak $BaCl_2$ çözeltisi ilave edilerek numunedeki sülfat iyonları $BaSO_4$ olarak çöktürülür. Elde edilen çökelek su banyosunda bir süre dinlendirilir ve kontrol denemesi yapılır. 1-2 mL daha $BaCl_2$ çözeltisi ilave edilerek su banyosunda 1 saat kadar bekletilir. Çökelek süzüldükten sonra süzgeç kâğıdı ile birlikte krozede kurutulup yakılır. Kül fırını yaklaşık 800 °C'ye ayarlanır ve kroze fırına yerleştirilir. Sabit tartıma getirilen çökelek desikatörde soğutulur. Son olarak hesaplamalar yapılır ve numunedeki sülfat yüzdesi belirlenir.

Örnek

Gravimetrik sülfat analizi yapmak için 1,147 g Na_2SO_4 numunesi tartılıyor. Çözelti hâline getirilen numune HCl'lü ortamda $BaCl_2$ çözeltisi ile $BaSO_4$ olarak çöktürülüyor. Gerekli işlemler yapıldıktan sonra kül edilen çökelek 1,680 g olarak tartılıyor. **Na_2SO_4 numunesindeki sülfat yüzdesini hesaplayınız.** (O: 16, S: 32, Ba: 137)

Çözüm

Çözeltideki SO_4^{2-} iyonları $BaCl_2$ ile

$$SO_4^{2-} + BaCl_2 \rightarrow BaSO_4\downarrow + 2Cl^-$$

tepkimesine göre çökmektedir. SO_4^{2-} iyonu ile $BaSO_4$ arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir.

Mol kütleleri

SO_4^{2-}: $S + 4 \cdot O = 32 + 4 \cdot 16 = 96$ g.mol^{-1}

$BaSO_4$: $Ba + (SO_4^{2-}) = 137 + 96 = 233$ g.mol^{-1}

1. yol

$BaSO_4$ çökeleğinin kütlesinden mol sayısı bulunur. Buradan SO_4^{2-} iyonunun mol sayısı ve kütlesine geçiş yapılır.

1 mol $BaSO_4$ — 233 g ise

n mol $BaSO_4$ — 1,680 g

$$n \text{ mol } BaSO_4 = \frac{1{,}680}{233} = 7{,}21 \cdot 10^{-3} \text{ mol } BaSO_4$$

1 mol $BaSO_4$ bileşiğinde 1 mol SO_4^{2-} iyonu bulunduğundan numunedeki sülfatın mol sayısı da $7{,}21 \cdot 10^{-3}$ tür. SO_4^{2-} kütlesi

1 mol SO_4^{2-} — 96 g ise

$7{,}21 \cdot 10^{-3}$ mol SO_4^{2-} — m (g)

$m = 7{,}21 \cdot 10^{-3} \cdot 96 = 0{,}692$ g SO_4^{2-} bulunur.

2. yol

Gravimetrik faktör ile SO_4^{2-} kütlesi hesaplanır. SO_4^{2-} ile $BaSO_4$ arasında stokiyometrik oran 1:1 olduğundan

$$GF = \frac{1}{1} \cdot \frac{M_A(SO_4^{2-})}{M_A(BaSO_4)} = \frac{1}{1} \cdot \frac{96}{233} = 0{,}412 \text{ bulunur.}$$

m (g) SO_4^{2-} = GF · tartılan kütle = $0{,}412 \cdot 1{,}680 = 0{,}692$ g SO_4^{2-}

SO_4^{2-} kütlesi yukarıdaki yollardan biri ile bulunduktan sonra yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

1,147 g numunede — 0,692 g SO_4^{2-} bulunuyorsa

100 g numunede — x (g) SO_4^{2-} bulunur.

$$x = \frac{0{,}692}{1{,}147} \cdot 100 = 60{,}33$$

Numunede **%60,33 SO_4^{2-}** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

0,9953 g sülfat numunesi su ile çözülerek HCl'lü ortamda $BaSO_4$ bileşiği olarak çöktürülüyor. Gravimetrik işlemlerden sonra çökeleğin kütlesi 1,4740 g tartılıyor. **Numunedeki sülfat kaç gramdır?**
(O:16, S:32, Ba:137)

SÜLFAT ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Numune çözeltisine 6 M HCl çözeltisi eklenerek fosfat, karbonat, florür ve kromat gibi iyonların baryum klorür ile çökmesi engellenmelidir. HCl çözeltisinin ilave edilmesi, aynı zamanda çökeleğin daha iri taneli olmasını ve karışımdan kolayca süzülmesini sağlayacaktır.
- Numune çözeltisindeki sülfat iyonları çok derişik olmamalıdır.
- HCl çözeltisinin aşırısının ilave edilmesinden kaçınılmalıdır. Aksi takdirde $BaSO_4$ katısının çözünürlüğü artacağından analiz sonucu hatalı çıkacaktır.
- $BaCl_2$ çözeltisi çok derişik olmamalı ve çözeltiye yavaş yavaş ilave edilerek çöktürme işlemi yapılmalıdır. $BaCl_2$ çözeltisinin hızlı ilave edilmesi ortamda bulunabilecek istenmeyen iyonların da $BaSO_4$ ile birlikte çökmesine sebep olacaktır.
- Kontrol denemesi yapılarak sülfat iyonlarının tam olarak çöktüğünden emin olunmalıdır. İyonların tam olarak çöktürülememesi analizde negatif hataya sebep olacaktır.
- Çökme tamamlandıktan sonra 1-2 mL daha $BaCl_2$ çözeltisi eklenerek $BaSO_4$ ın çözünürlüğü iyice azaltılmalıdır.
- Bekletme işlemi yapılırken çökeleğin bulunduğu kabın ağzı kapatılarak çeşitli organik maddelerin girişi engellenmelidir. Bu tür maddeler analiz sonucunun etkilenmesine neden olur.
- Süzme işlemi süzgeç kâğıdı ile yapılıyorsa kâğıt iyice yakılmadan sıcaklık yükseltilmemelidir. Sıcaklığın ani olarak yükseltilmesi durumunda süzgeç kâğıdının yapısında bulunan karbon

$$BaSO_4(k) + 4C(k) \rightarrow BaS(k) + 4CO(g)$$

tepkimesine göre $BaSO_4$ ın indirgenmesine sebep olur.

- Kızdırma işlemi yaklaşık 800 °C'de yapılmalıdır. $BaSO_4$ tarafından adsorblanmış su molekülleri ancak bu sıcaklıklarda katıdan uzaklaştırılabilir. Fakat sıcaklığın daha fazla yükseltilmesi

$$BaSO_4(k) \rightarrow BaO(k) + SO_3(g)$$

tepkimesine göre $BaSO_4$ ın bozunmasına ve analizde hataya neden olur.

2. Laboratuvar Çalışması

Sülfat İyonunun (SO_4^{2-}) Gravimetrik Analizi

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

Amaç

Sülfat numunesindeki SO_4^{2-} yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Sülfat numunesi
- 0,5 M $BaCl_2$ çözeltisi
- 6 M HCl çözeltisi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Beher
- Analitik terazi
- Spatül
- Piset
- Etüv
- Baget
- Su banyosu
- Desikatör
- Maşa
- Sıcağa dayanıklı eldiven
- Saat camı
- Bek
- Porselen kroze
- Mavi bant süzgeç kâğıdı
- Huni
- Kül fırını
- Pens

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz ve kuru bir saat camı alarak yaklaşık 1 g sülfat numunesini tartınız.
3. Etüv sıcaklığını 105-120 °C'ye ayarlayarak tuzu 1-2 saat kadar kurutunuz.
4. Kuryan sülfat numunesini desikatöre alarak soğumaya bırakınız.
5. Sülfat numunesinden 0,5 gram kadar tartınız. Tartım sonucunuzu kaydediniz.
6. Numuneyi 400 mL'lik bir behere aktarınız, üzerine 150 mL saf su ilave ederek çözünmesini sağlayınız.
7. 1 mL HCl çözeltisi ilave ederek çözeltiyi karıştırınız.
8. Numune ve $BaCl_2$ çözeltilerini su banyosunda kaynama sıcaklığına kadar ısıtınız.
9. Sıcak numune çözeltisine çökme tamamlanıncaya kadar damla damla sıcak $BaCl_2$ çözeltisi ilave ediniz.
10. 90 °C'ye ayarlanmış su banyosunda karışımı 30 dakika bekletiniz.
11. Birkaç damla daha $BaCl_2$ çözeltisi ilave ederek çökmenin tam olarak gerçekleştiğinden emin olunuz.
12. Çökme tamamlandıktan sonra 1-2 mL daha $BaCl_2$ çözeltisi ilave ediniz.
13. Sıcak su banyosunda karışımı 1 saat kadar bekletiniz.
14. Çökeleği mavi bant süzgeç kâğıdı ile süzünüz.
15. Çökeleği 3-4 kez sıcak saf su ile yıkayıp süzünüz.
16. Süzüntüye birkaç damla $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Çökelek oluşmuyorsa yıkamayı sonlandırınız.
17. Porselen krozeyi sabit tartıma getiriniz ve tartım sonucunu kaydediniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

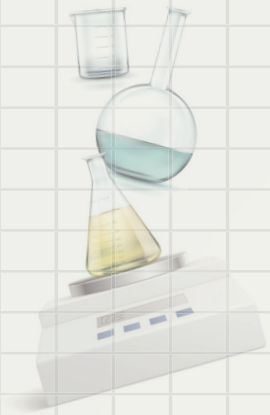
m_{kroze}:

$m_{çökelek+kroze}$:

18. Süzgeç kâğıdını pens yardımıyla katlayarak krozeye yerleştiriniz.
19. Bek alevini hafifçe açarak önce kâğıdı kurutunuz. Sonra alev şiddetini arttırarak süzgeç kâğıdını yakınız.
20. Kül fırınını yaklaşık 800 °C'ye ayarlayınız. Krozeyi fırına yerleştirerek 30 dk. kızdırınız.
21. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız.Kızdırma ve soğutma işlemini sabit tartıma gelinceye kadar tekrarlayınız. Tartım sonucunu kaydediniz
22. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Numune çözeltisine HCl çözeltisinin ilave edilmesinin nedenini açıklayınız.



2. Çökme tamamlandıktan sonra 1 mL daha $BaCl_2$ çözeltisi ilave edilmesinin nedenini açıklayınız.

3. Gerekli işlemleri yaparak analiz numunenizdeki SO_4^{2-} yüzdesini hesaplayınız.

4.2.3. GRAVİMETRİK DEMİR ANALİZİ

Gravimetrik demir analizi, numunedeki demir iyonları Fe^{3+} iyonlarına dönüştürüldükten sonra NH_3 çözeltisi ilave edilerek $Fe(OH)_3$ olarak çöktürülmesi esasına dayanır.

$$Fe^{3+}(suda) + 3NH_3(suda) + 3H_2O(s) \rightarrow Fe(OH)_3(k) + 3NH_4^+(suda)$$

$Fe(OH)_3$ çökeleği kül fırınında yakılarak Fe_2O_3 bileşiğine dönüştürüldükten sonra tartım yapılır ve analiz sonucu hesaplanır.

$$2Fe(OH)_3(k) \xrightarrow{ISI} Fe_2O_3(k) + 3H_2O(g)$$

Demir iyonlarının analizi yapılırken bir miktar numune 100 mL çözücü ile çözülür. Üzerine derişik HNO_3 çözeltisi ilave edilerek Fe^{2+} iyonları Fe^{3+} iyonlarına dönüştürülür. Daha sonra çözelti su banyosunda ısıtılarak 6 M NH_3 çözeltisi ile $Fe(OH)_3$ çöktürülür. Karışım su banyosunda dinlendirildikten sonra siyah bant süzgeç kâğıdı ile süzülür. Ardından elektrolit ilave edilmiş yıkama suyu ile 3-4 kez yıkanır. Süzgeç kâğıdı sabit tartıma getirilmiş porselen krozeye konur ve bek alevinde yakılır. $Fe(OH)_3$ çökeleği, 800 °C'ye ayarlanmış kül fırınında, 1 saat kadar kızdırılarak Fe_2O_3 e dönüştürülür. Sabit tartıma getirildikten sonra hesaplamalar yapılır ve numunedeki demir yüzdesi belirlenir.

Örnek

Gravimetrik demir analizi yapmak için 1,082 g manyetit (Fe_3O_4) cevheri tartılıp çözelti hâline getiriliyor. Numuneye derişik HNO_3 çözeltisi eklenerek Fe^{2+} iyonlarının Fe^{3+} iyonlarına yükseltgenmesi sağlanıyor ve NH_3 çözeltisi ile $Fe(OH)_3$ olarak çöktürülüyor. Gerekli işlemler yapıldıktan sonra kül edilmiş Fe_2O_3 katısı 0,96 g olarak tartılıyor. **Manyetit cevherindeki demir yüzdesini hesaplayınız.** (O: 16, Fe: 56)

Çözüm

Çözeltideki demir iyonları tümüyle Fe^{3+} iyonuna yükseltgendikten sonra $Fe(OH)_3$ hâlinde çöktürülüp kızdırılarak Fe_2O_3 hâlinde tartılmaktadır. Gerçekleşen reaksiyonun net denklemi

$$2Fe^{3+} + 6NH_3 + 3H_2O \rightarrow Fe_2O_3\downarrow + 6NH_4^+$$

şeklindedir. Fe^{3+} iyonu ile Fe_2O_3 arasındaki stokiyometrik oranın 2:1 olduğu görülmektedir.

Fe_2O_3 ün mol kütlesi

$2.Fe + 3{\cdot}O = 2{\cdot}56 + 3{\cdot}16 = 160\ g.mol^{-1}$ olarak hesaplanır.

1. yol

Fe_2O_3 çökeleğinin kütlesinden mol sayısı bulunur. Buradan Fe elementinin mol sayısına ve kütlesine geçiş yapılır.

1 mol Fe_2O_3	160 g ise
n mol Fe_2O_3	0,96 g

$$n\ mol\ Fe_2O_3 = \frac{0,96}{160} = 0,006\ mol\ Fe_2O_3$$

1 mol Fe_2O_3 bileşiğinde 2 mol Fe atomu bulunduğundan numunedeki demirin mol sayısı $2 \cdot 0,006 = 0,012$ dir.

1 mol Fe	56 g ise
0,012 mol Fe	m (g)

$m = 0,012 \cdot 56 = 0,672$ g Fe bulunur.

2. yol

Gravimetrik faktör ile Fe kütlesi hesaplanır. Fe ile Fe_2O_3 arasında stokiyometrik oran 2:1 olduğundan

$$GF = \frac{2}{1} \cdot \frac{M_A(Fe)}{M_A(Fe_2O_3)} = \frac{2}{1} \cdot \frac{56}{160} = 0,7 \text{ bulunur.}$$

$m\ (g)\ Fe = GF \cdot$ tartılan kütle $= 0,7 \cdot 0,96 = 0,672$ g Fe

Fe kütlesi yukarıdaki yollardan biri ile bulunduktan sonra yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

1,082 g numunede	0,672 g Fe bulunuyorsa
100 g numunede	x (g) Fe bulunur.

$$x = \frac{0,672}{1,082} \cdot 100 = 62,11$$

Numunede **%62,11 Fe** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

1. 0,3358 g demir numunesi çözülerek HNO_3 li ortamda ısıtılıp tamamen Fe^{3+} ya yükseltgeniyor. Daha sonra NH_3 ile $Fe(OH)_3$ olarak çöktürülüyor. Kül fırınında kızdırılıp sabit tartıma getirilen çökeleğin kütlesi 0,3208 g tartılıyor. **Numunedeki demir kaç gramdır?** (O: 16, Fe: 56)

2. Bir demir cevherine yapılan analizde Fe miktarının %49 olduğu tespit ediliyor. **Analitik işlemlerden sonra kül edilmiş Fe_2O_3 katısı 0,4579 g tartıldığına göre analiz edilen numunenin kütlesi kaç gramdır?** (O: 16, Fe: 56)

3. Gravimetrik analiz yapılmak üzere 1,0150 gram demir numunesi tartılıyor ve NH_3 çözeltisi ile çöktürüldükten sonra süzülüyor. Madde, sabit tartıma getirilmiş 27,5731 g porselen krozede kül ediliyor. **Kül etme işlemi sonunda kroze 28,1096 g tartıldığına göre numunedeki demir yüzdesini hesaplayınız.** (O: 16, Fe: 56)

DEMİR ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Demir iyonlarını çöktürmek için NH_3 çözeltisi kullanılır. KOH, NaOH gibi bazların kullanılması durumunda çökelek Na^+ ve K^+ iyonlarını adsorblar ve bu iyonlar yıkama, kızdırma gibi işlemlerle uzaklaştırılamaz. Bu da analizde hatalara sebep olur.
- Numune çözeltisindeki demir iyonları çok derişik olmamalıdır.
- NH_3 çözeltisi taze olmalıdır. Cam şişede uzun süre beklemiş NH_3 çözeltisi, şişenin yapısında bulunan silisyumu çözeceğinden pozitif hatalara sebep olacaktır.
- Kontrol denemesi yapılarak demir iyonlarının tam olarak çöktüğünden emin olunmalıdır.
- Bekletme işlemi yapılırken çökeleğin bulunduğu kabın ağzı kapatılarak madde girişi engellenmelidir.
- Saf su ile yıkama yapıldığında $Fe(OH)_3$ kolloid oluşturacağından yıkama suyuna elektrolit çözelti ilave edilmelidir. Elektrolit çözelti olarak %1'lik NH_4NO_3 çözeltisi kullanılır. NH_4NO_3 yakma işlemi sırasında bozunarak ortamdan uzaklaşır.

$$2NH_4NO_3(k) \rightarrow 2NH_3(g) + N_2O_5(g) + H_2O(g)$$

- HCl çözeltisi $Fe(OH)_3$ in çözünmesine sebep olduğu için elektrolit çözelti olarak kullanılamaz.
- Ortamda Cl^- iyonları bulunması ihtimalinden dolayı çökelek, 3-4 kez yıkama çözeltisi ile yıkanmalıdır. Aksi hâlde yakma işlemi sırasında demir iyonları uçucu bir bileşik olan $FeCl_3$ e dönüşerek ortamdan uzaklaşır ve analizde negatif hataya sebep olur. Süzüntüye, yıkamadan sonra birkaç damla $AgNO_3$ çözeltisi eklenerek çökelekte Cl^- iyonlarının kalıp kalmadığı kontrol edilir. $AgNO_3$ ilavesiyle bulanıklaşma olması çökelekte hâlâ Cl^- olduğunu gösterir. $AgNO_3$ ile kontrolde bulanıklaşma olmayıncaya kadar çökelek yıkanmaya devam edilmelidir.
- Yakma sırasında süzgeç kâğıdındaki karbon

$$Fe_2O_3(k) + 3C(k) \rightarrow 2Fe(k) + 3CO(g)$$

tepkimesine göre demiri indirger. Bu nedenle süzgeç kâğıdı düşük sıcaklıkta yakılmalıdır.

- Yakma sırasında sıcaklık ani olarak artırılırsa (1000 °C) Fe_2O_3, Fe_3O_4 e (magnetit) indirgenir ve negatif hata oluşur.
- Yıkama işleminde amonyum klorür kullanılmaz. Fe^{3+} iyonları Cl^- ile $FeCl_3$ bileşiği oluşturabilir. $FeCl_3$ oluşumu analizin hatalı çıkmasına sebep olur.

$$Fe_2O_3(k) + 6NH_4Cl(suda) \rightarrow 2FeCl_3(suda) + 6NH_3(g) + 3H_2O(s)$$

3. Laboratuvar Çalışması

Demirin Gravimetrik Analizi

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

Amaç

Demir numunesindeki Fe yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Demir iyonları numunesi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- 6 M NH_3 çözeltisi
- %1'lik NH_4NO_3 çözeltisi
- Saf su
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi

Araç Gereç

- Beher
- Analitik terazi
- Spatül
- Piset
- Kül fırını
- Baget
- Su banyosu
- Desikatör
- Maşa
- Sıcağa dayanıklı eldiven
- Saat camı
- Bek
- Porselen kroze
- Siyah bant süzgeç kâğıdı
- Huni
- Pens

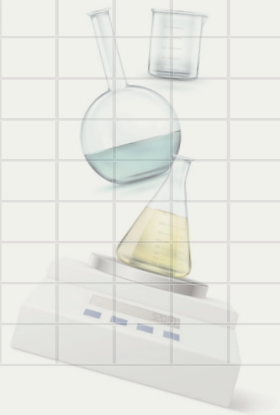
Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

m_{kroze}:

$m_{çökelek+kroze}$:



İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz ve kuru bir saat camı alarak yaklaşık 0,5 g demir iyonları numunesini tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
3. 105-120 °C'deki etüvde 30 dakika kurutunuz.
4. Numuneyi 400 mL'lik bir behere aktarıp üzerine 100 mL saf su ilave ederek çözünmesini sağlayınız.
5. Üzerine şeffaf sarı renkli çözelti oluşuncaya kadar derişik HNO_3 çözeltisi ilave ediniz. Kaynama noktasına kadar su banyosunda ısıtınız.
6. Isıtma işleminden sonra damla damla 6 M NH_3 çözeltisi ilave ediniz.
7. Kahverengi çökelek oluşunca NH_3 ilavesini daha dikkatli yapınız. Çözeltide hafif amonyak kokusu oluşması çökmenin tam olduğunu gösterir.
8. Çökeleği sıcak su banyosunda 30 dk. kadar dinlendiriniz. Karışım sıcakken siyah bant süzgeç kâğıdı ile süzünüz.
9. Çökeleği NH_4NO_3 lı yıkama çözeltisi ile yıkayınız.
10. Her yıkamadan sonra süzüntüye 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Bulanıklaşma olmuyorsa yıkama işlemini sonlandırınız.
11. Porselen krozeyi sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz.
12. Süzgeç kâğıdını katlayarak porselen krozeye yerleştiriniz.
13. Pens yardımıyla süzgeç kâğıdını düşük sıcaklıktaki bek alevinde yakınız.
14. Kül fırınını yaklaşık 800 °C'ye ayarlayınız. Krozeyi fırına yerleştirerek 1 saat kadar kızdırınız.
15. Krozeyi desikatöre alarak soğutunuz.

16. Krozeyi tartınız.
17. Kızdırma ve soğutma işlemini sabit tartıma gelinceye kadar tekrarlayınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
18. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Numune çözeltisine HNO_3 çözeltisinin ilave edilmesinin sebebini açıklayınız.

2. Yıkama suyuna NH_4NO_3 çözeltisinin eklenme nedenini açıklayınız.

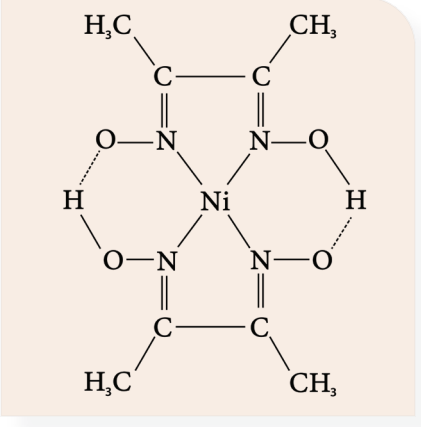
3. Numunedeki demir yüzdesini hesaplayınız.

4.2.4. GRAVİMETRİK NİKEL ANALİZİ

Gravimetrik nikel analizi, nikel iyonlarının zayıf asidik ya da zayıf bazik ortamda dimetilglioksim (DMG) çözeltisi ile nikel dimetilglioksim $[Ni(DMG)_2]$ (Görsel 4.8) olarak çöktürülmesi esasına dayanır.

$$Ni^{2+}(suda) + 2C_4H_8N_2O_2(alkolde) \rightarrow Ni(C_4H_7N_2O_2)_2(k) + 2H^+(suda)$$

Nikel iyonlarının analizi yapılırken öncelikle bir miktar numune 105-120 °C'de kurutularak 100 mL'lik uygun çözücüde çözülür. Daha sonra 6 M HCl çözeltisi ile asidik hâle getirilerek sıcak su banyosunda ısıtılır. DMG çözeltisi ve 6 M NH_3 çözeltisi kullanılarak nikel iyonları çöktürülür. Karışım su banyosunda dinlendirilir. Sabit tartıma getirilmiş Gooch krozesi ile süzülür. Daha sonra klorür iyonu tamamen giderilene kadar yıkama yapılır. Çökelek, sıcaklığı 100-105 °C'ye ayarlanmış etüvde kurutularak sabit tartıma getirilir. Hesaplamalar yapılarak numunedeki nikel yüzdesi belirlenir.



Görsel 4.8: Nikel dimetilglioksim bileşiği

Örnek

Gravimetrik nikel analizi yapmak için 0,4458 g nikel numunesi tartılıyor. Çözelti hâline getirilen numune HCl'lü ortamda dimetilglioksim çözeltisi ile $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ olarak çöktürülüyor. **Gerekli işlemler yapıldıktan sonra kurutulan örnek 0,9457 g olarak tartılıyor. Numunedeki nikel yüzdesini hesaplayınız.**
(H:1, C: 12, N: 14, O: 16, Ni: 59)

Çözüm

Çözeltideki Ni^{2+} iyonları DMG ile $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ hâlinde çöktürülüp kurutularak tartılmaktadır. Gerçekleşen reaksiyonun net denklemi

$$Ni^{2+} + 2C_4H_8N_2O_2 \rightarrow Ni(C_4H_7N_2O_2)_2\downarrow + 2H^+$$

şeklindedir. Ni^{2+} iyonu ile $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir.

$Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ in mol kütlesi

$Ni + 8\cdot C + 14\cdot H + 4\cdot N + 4\cdot O = 59 + 8\cdot 12 + 14\cdot 1 + 4\cdot 14 + 4\cdot 16 = 289\ g.mol^{-1}$ olarak bulunur.

1. yol

$Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ çökeleğinin kütlesinden mol sayısı bulunur. Buradan Ni elementinin mol sayısı ve kütlesine geçiş yapılır.

1 mol $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ 289 g ise
n mol $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ 0,9457 g

$$n\ mol\ Ni(C_4H_7N_2O_2)_2 = \frac{0,9457}{289} = 3,272\cdot 10^{-3} mol\ Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$$

1 mol $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ bileşiğinde 1 mol Ni elementi bulunduğundan numunedeki nikelin mol sayısı $3,272\cdot 10^{-3}$ tür.

1 mol Ni 59 g ise
$3,272 \cdot 10^{-3}$ mol Ni m (g)

$m = 3,272 \cdot 10^{-3} \cdot 59 = 0,1931$ g Ni bulunur.

2. yol

Gravimetrik faktör ile Ni kütlesi hesaplanır. Ni ile $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ arasında stokiyometrik oran 1:1 olduğundan

$$GF = \frac{1}{1} \cdot \frac{M_A(Ni)}{M_A(Ni(C_4H_7N_2O_2)_2)} = \frac{1}{1} \cdot \frac{59}{289} = 0,2042 \text{ bulunur.}$$

$m\ (g)\ Ni = GF\ .\ tartılan\ kütle = 0,2042\ .\ 0,9457 = 0,1931\ g\ Ni$

Ni kütlesi yukarıdaki yollardan biri ile bulunduktan sonra yüzdesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

0,4458 g numunede 0,1931 g Ni bulunuyorsa
100 g numunede x (g) Ni bulunur.

$$x = \frac{0,1931}{0,4458} \cdot 100 = 43,32$$

Numunede **%43,32 Ni** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

1. 0,2258 g nikel numunesi çözülerek HCl'lü ortamda $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ bileşiği olarak çöktürülüyor. Gravimetrik işlemlerden sonra çökeleğin kütlesi 0,6606 g tartılıyor. **Numunedeki nikel kaç gramdır?** (H:1, C:12, N:14, O:16, Ni:59)

2. Bir nikel numunesine yapılan analizde numunenin %39 nikel içerdiği tespit ediliyor. Gerekli işlemlerden sonra kurutulmuş $Ni(C_4H_7N_2O_2)_2$ katısı 1,6062 g tartılıyor. **Buna göre analiz edilen numunenin kütlesini hesaplayınız.** (H:1, C:12, N:14, O:16, Ni:59)

NİKEL ANALİZİNDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Nikel dimetilglioksim çökeleği kuvvetli asidik ortamda çözüneceğinden pH son derece önemlidir. Çöktürme zayıf asidik veya zayıf bazik ortamda yapılmalıdır. Çöktürme zayıf bazik ortamda yapılacaksa NH_3/NH_4^+ tamponu, zayıf asidik ortamda yapılacaksa CH_3COOH/CH_3COONa tamponu uygun bir çökelme ortamı oluşturacaktır.
- Numune çözeltisindeki nikel iyonları çok derişik olmamalıdır.
- Dimetilglioksimin sudaki çözünürlüğü çok az olduğundan amonyak ya da alkolde çözülerek %1'lik çözeltisi hazırlanmalıdır.
- Dimetilglioksimin sodyum tuzu suda çözünebildiğinden bu tuzun 0,1 M'lık sulu çözeltisi de kullanılabilir.
- DMG çözeltisi çok derişik olmamalı ve yavaş yavaş ilave edilerek çöktürme işlemi yapılmalıdır.
- Kontrol denemesi yapılarak nikel iyonlarının tam olarak çöktüğünden emin olunmalıdır.
- Organik bir bileşik olan DMG yüksek sıcaklıklarda yanarak bozunacağı için çökeleğin kurutulması 100-105 °C aralığında etüvde yapılmalıdır.
- Bekletme işlemi yapılırken çökeleğin bulunduğu kabın ağzı kapatılarak madde girişi engellenmelidir.
- DMG yüksek sıcaklıklarda bozunduğu için süzme işlemi Gooch krozesinde yapılmalıdır.

4. Laboratuvar Çalışması

Nikelin Gravimetrik Analizi

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

Amaç

Nikel numunesindeki Ni^{2+} yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Nikel numunesi
- 6 M HCl çözeltisi
- 6 M NH_3 çözeltisi
- 0,1 M NaDMG çözeltisi
- Saf su
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi

Araç Gereç

- Beher
- Analitik terazi
- Spatül
- Piset
- Etüv
- Baget
- Su banyosu
- Desikatör
- Maşa
- Sıcağa dayanıklı eldiven
- Saat camı
- Gooch krozesi
- Turnusol kâğıdı
- Su trompu
- Nuçe erleni

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

m_{kroze}:

$m_{çökelek+kroze}$:

İşlem Basamakları

1. Temiz ve kuru bir saat camı alarak yaklaşık 1 g nikel numunesini tartınız.
2. Etüv sıcaklığını 100-105 °C'ye ayarlayarak numuneyi 1 saat kadar kurutunuz.
3. Kurutulmuş numuneyi desikatöre alarak soğumaya bırakınız.
4. Nikel numunesinden 0,5 g kadar tartınız. Tartım sonucunuzu kaydetmeyi unutmayınız.
5. Numuneyi 400 mL'lik bir behere aktararak üzerine 100 mL saf su ilave edip çözünmesini sağlayınız.
6. 6 M HCl çözeltisinden damla damla ilave ediniz. Turnusol kâğıdı ile kontrol ederek ortamı asidik yapınız. Fazla miktarda asit ilavesinden kaçınınız.
7. Karışımı sıcaklığı yaklaşık 80 °C olacak şekilde su banyosunda ısıtınız.
8. Karışıma 15 mL DMG çözeltisi ilave ediniz.
9. Ortam bazik oluncaya kadar 6 M NH_3 çözeltisi ilave ediniz. Turnusol kâğıdı kullanarak bazın fazla miktarda ilave edilmemesine dikkat ediniz.
10. Oluşan çökeleği su banyosunda 1 saat kadar dinlendiriniz.
11. Karışıma 1-2 damla DMG çözeltisi ilave ederek çökmenin tamamlanıp tamamlanmadığını kontrol ediniz.
12. Gooch krozesini 105-120 °C sıcaklıkta sabit tartıma getiriniz. Tartım sonucunu kaydediniz.
13. Karışımı, Gooch krozesine önce sıvısı daha sonra çökelek kısmı olacak şekilde aktarınız.
14. Beheri birkaç kez yıkama çözeltisiyle yıkayarak krozeye dökünüz. Beherde katı kalmadığından emin olunuz.

15. Karışımı su trompu yardımıyla süzünüz.
16. Saf su ile çökeleği 3-4 kez yıkayınız.
17. Süzüntüye birkaç damla $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Bulanıklaşma oluyorsa yıkama işlemini tekrar ediniz.
18. Etüvü 100-105 °C sıcaklığa ayarlayınız.
19. Gooch krozesinin etrafını temiz bir bez yardımıyla kurulayarak etüve koyunuz. Çökeleği 1 saat kadar kurutunuz.
20. Krozeyi desikatörde soğuttuktan sonra tartınız.
21. Isıtıp soğutma işlemini sabit tartıma gelinceye kadar tekrarlayınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
22. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

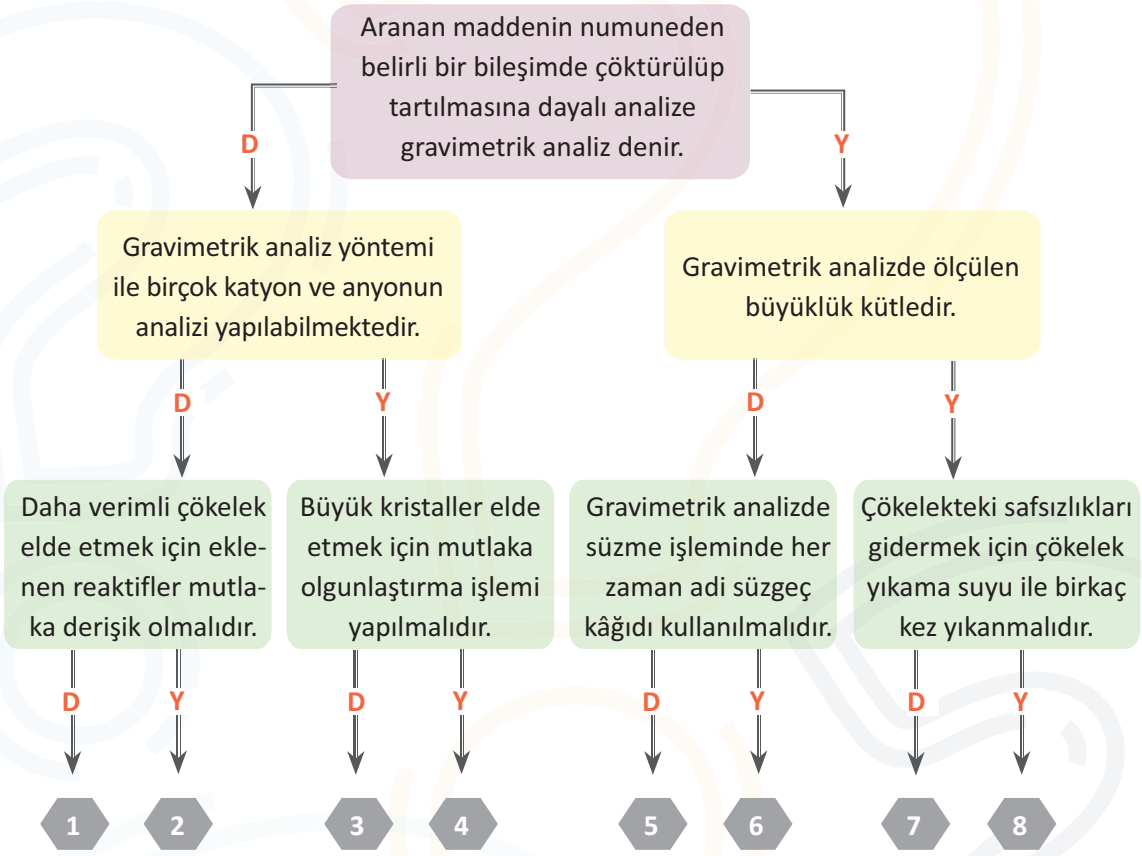
1. $Ni(DMG)_2$ in çöktürülmesinde pH neden önemlidir? Açıklayınız.

2. Süzme işleminde Gooch krozesi kullanılmasının nedenini açıklayınız.

3. Gerekli işlemleri yaparak analiz numunenizdeki nikel yüzdesini hesaplayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Gravimetrik analiz hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Gravimetrik analizler ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Maddenin hacminin ölçülmesine dayalı olarak yapılan analizlere gravimetrik analiz denir.

( ) **b.** Gravimetrik klorür analizinde süzme işlemi su trompu ile Gooch krozesinde yapılır.

( ) **c.** Gravimetrik sülfat analizinde yıkama işlemi %1'lik amonyum nitrat çözeltisi ile yapılır.

( ) **ç.** Gravimetrik demir analizinde süzme işlemi mavi bant süzgeç kâğıdı ile yapılır.

( ) **d.** Gravimetrik nikel analizinde çöktürme işlemi DMG çözeltisi ile yapılır.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 Kütle ölçümüne dayalı olarak yapılan analizlere ..... analiz adı verilir. Genellikle numune içinde bulunan bir iyonun az çözünen bir tuzunun çöktürülüp tamamen kurutulduktan sonra kütlesinin tartılmasına dayanan analizdir.

Yukarıdaki cümlede boş bırakılan yere aşağıdakilerden hangisi gelmelidir?

A) volümetrik
B) nitel
C) enstrümantal
D) titrimetrik
E) gravimetrik

2 Gravimetrik analiz işlem basamakları aşağıda verilmiştir.

hesaplamalar, çözelti hazırlama, süzme, kurutma ve kül etme, olgunlaştırma, çöktürme, yıkama, sabit tartıma getirme

Doğru bir analiz yapmak için işlemler sıralandığında "olgunlaştırma" işlemi kaçıncı sırada yapılmalıdır?

A) 7 B) 6
C) 5 D) 4
E) 3

3 **0,5 M 250 mL $BaCl_2$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $BaCl_2$ katısı tartılmalıdır?** ($BaCl_2$: 208 $g.mol^{-1}$)

A) 52 B) 48
C) 34 D) 26
E) 13

4 **Gravimetrik nikel analizinde DMG ile oluşan çökeleği kurutmak için kül fırını yerine etüv tercih edilmesinin nedeni hangi seçenekte doğru verilmiştir?**

A) Çökeleğin molekül ağırlığının büyük olması
B) Çökeleğin yüksek sıcaklıkta bozunması
C) Kurutma sırasında patlayıcı gazlar çıkması
D) Çökeleğin yanıcılığının yüksek olması
E) Enerji tasarrufu sağlanması

5 0,660 g numune alınarak $BaCl_2$ yüzdesinin hesaplanması için gerekli işlemler yapılıyor. $BaSO_4$ hâlinde sabit tartıma getirilen çökeleğin kütlesi 0,685 g tartılıyor. **Numunedeki $BaCl_2$ ün yüzdesi kaçtır?** (O: 16, S: 32, Cl: 35,5, Ba: 137)

A) 92,7 B) 61,1
C) 55,8 D) 38,9
E)7,3

6 **Aşağıdakilerden hangisi gravimetrik analizde uygulanan temel işlemlerden biri değildir?**

A) Titrasyon
B) Çöktürme
C) Süzme
D) Yıkama
E) Yakma

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1. **Gravimetrik klorür analizi sırasında çöktürme işleminin özellikle sıcak ortamda yapılmasının nedenini açıklayınız.**

2. **Gravimetrik sülfat analizi yapılmadan önce numuneye HCl eklenmesinin nedenini açıklayınız.**

3. Bahçeli bir evde yaşayan kimyager Fatma, bir gün babasının bahçedeki bitkileri böceklerden korumak için ilaçlama yaptığını görür. Pestisit sınıfına ait olan ilaç içerisinde, canlı sağlığına ciddi yan etkileri olan ve bazı türlerin soylarının tükenmesine yol açabilecek kadar ölümcül ve kullanımı belirli bir miktardan sonra yasak olan DDT adlı bir kimyasalın bulunduğunu öğrenir. Pestisit içinde bulunan DDT'nin miktarını tespit etmek ister. Pestisitten uygun şekilde aldığı numuneyi laboratuvara götürür. Gravimetrik analizle pestisitin içerdiği DDT miktarını tespit etmek üzere aşağıdaki işlemleri yapar.

   Fatma 4,5982 g pestisit numunesini alkolde çözer. Üzerine metalik Na ekleyerek pestisitin tamamen parçalanmasını sağlar. Meydana gelen Cl^- iyonlarını AgCl hâlinde çöktürerek sabit tartıma getirir.

   Fatma'nın elde ettiği AgCl kütlesi 132,8 mg olduğuna göre pestisit numunesindeki DDT yüzdesi nedir?
   (Tüm klorürün DDT'den geldiğini kabul ediniz, Cl: 35,5, Ag: 108, DDT ($C_{14}H_9Cl_5$): 354,5)

4 Bir boksit filizindeki alüminyum yüzdesinin belirlenmesi amacıyla 1,41 g numune alınıyor. Numunedeki alüminyum iyonları $Al(OH)_3$ hâlinde çöktürülüp, gerekli gravimetrik işlemlerden sonra Al_2O_3 olarak sabit tartıma getiriliyor. **Sabit tartıma getirilen çökeleğin kütlesi 0,95 g tartıldığına göre boksit filizindeki alüminyumun yüzdesi kaçtır?** (O: 16, Al: 27)

5 Kimya öğretmeni, öğrencisi Şerife'ye demir analizi yapması için bir numune veriyor. Şerife, numunedeki demirin tamamını HNO_3 ile Fe^{3+} iyonlarına yükseltgedikten sonra NH_3 ile $Fe(OH)_3$ bileşiği şeklinde çöktürüyor. Gerekli gravimetrik işlemlerle çökeleği Fe_2O_3 bileşiği hâlinde sabit tartıma getiriyor. Çökelekle birlikte krozeyi 32,2848 g olarak tartıyor**. Krozenin sabit tartımdaki kütlesi 31,9863 g olduğuna göre Şerife numunede kaç gram demir bulmuştur?** (O: 16, Fe: 56)

6 Doğal alçı taşından alınan 1,852 g örnek içinde sülfat analizi yapılıyor. Örnek çözüldükten sonra $BaCl_2$ ile sülfat iyonları çöktürülüp gerekli işlemler yapıldıktan sonra tartılıyor. **Elde edilen $BaSO_4$ çökeleği 2,33 g geldiğine göre analiz edilen örnekteki sülfatın yüzdesi kaçtır?** (O: 16, S: 32, Ba: 137)

5. ÖĞRENME BİRİMİ

BAZ MİKTARI TAYİNİ

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Mide, proteinlerin sindirilmesi için enzimlerle birlikte hidroklorik asit salgılar. Mide asidinin fazla salgılanması mide yanmasına ve ileri seviyede mide rahatsızlıklarına sebep olur. Bu rahatsızlıkların önlenmesi için antiasit denilen mide ilaçları kullanılır.

Antiasit ilaçlar hangi kimyasal özellikleri ile mide asidine etki eder? Evinde antiasit ilaç bulunmayan birisi mide yanması şikayeti ile karşılaşırsa hangi maddeyi antiasit yerine kullanabilir? Tartışınız.

Temel Kavramlar

- Asit
- Baz
- İndikatör
- Molar derişim
- Normal derişim
- Nötralleşme
- Stokiyometri
- Standart çözelti
- Titrasyon

KONULAR

5.1. VOLÜMETRİK ANALİZLER

5.2. NÖTRALLEŞME TİTRASYONLARI

5.3. HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

5.4. VOLÜMETRİK BAZ ANALİZİ UYGULAMALARI

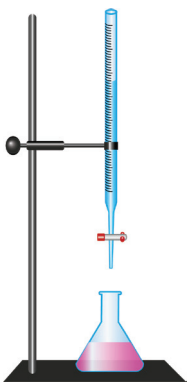
1. BÖLÜM

5.1. VOLÜMETRİK ANALİZLER

Neler Öğreneceğiz?

» Volümetrik Analizler

Bir maddenin miktarı, kesin derişimi bilinen bir çözelti ile girdiği reaksiyonda, çözeltiden harcanan hacim ölçüldükten sonra gerekli hesaplamaların yapılmasıyla bulunabilir. Bu işleme **volümetrik** veya **titrimetrik analiz** denir. Volümetrik analiz, belirli derişimdeki reaktif çözeltisinin analit çözeltisi üzerine damla damla ilave edilmesi ile gerçekleşen reaksiyonun takip edilmesi esasına dayanır. Reaksiyonun tamamlandığının tespit edildiği anda reaktif ilavesi kesilir ve harcanan reaktifin hacmine bakılarak stokiyometrik hesaplamalarla analit derişimi bulunur. Bu işleme **titrasyon** adı verilir. Titrasyon işleminde analite ilave edilen derişimi belirli olan çözeltiye **titrant** denir.



Görsel 5.1: Titrasyon düzeneği

Titrasyon işlemi Görsel 5.1'de verilen düzenekte gerçekleştirilir. Hacmi hassas şekilde ölçülmüş olan analit erlene, titrant ise bürete konur. Reaksiyonun tamamlanıp tamamlanmadığı -tepkimenin türüne göre- aşağıdaki yöntemlerden biriyle anlaşılabilir.

1. Ortama eklenen indikatörün renk değiştirmesine bakılarak
2. Titrasyon sırasında elektrik iletkenliği ölçülerek
3. Çözeltiye temas ettirilen bir elektrotla çözelti arasındaki potansiyel fark ölçülerek (potansiyometrik metot)

BİLGİ KUTUSU

İndikatörler, reaksiyonun tamamlandığını renk değişimi ile gösteren maddelerdir. Analizde kullanılacak indikatörün türü, analizin tipine ve analizi yapılacak maddenin özelliklerine göre belirlenir. Analit çözeltisine aşırı indikatör ilavesinden kaçınılmalıdır çünkü indikatör olarak kullanılan madde ortamdaki maddelerle tepkimeye girerek analiz sonuçlarında hataya sebep olabilir.

Volümetrik yöntemler dört genel sınıfta incelenir.

1. **Asit-Baz (nötralleşme) titrasyonları:** Derişimi bilinmeyen bir asidin kuvvetli baz ile veya derişimi bilinmeyen bazın kuvvetli asit ile titrasyonuna dayanan analizlerdir. Analit kuvvetli de olsa zayıf da olsa titrant kesinlikle kuvvetli bir asit ya da baz olmalıdır.
2. **İndirgenme-yükseltgenme (redoks) titrasyonları:** Titrasyonda gerçekleşen tepkimenin elektron alışverişine dayalı olduğu analizlerdir. Analiz edilecek maddeye uygun indirgen veya yükseltgen bir madde titrant olarak kullanılır.
3. **Çöktürme titrasyonları:** Analizi yapılacak iyonun suda az çözünen bir tuz oluşturularak çöktürülmesine dayanan titrasyonlardır. Titrant olarak analiz edilecek iyona uygun bir çöktürücü kullanılır.
4. **Kompleksometrik titrasyonlar:** Metal katyonlarının kompleks oluşturucu kimyasallarla (ligand) tepkimesine dayanan analizlerdir. Ligand, analiz edilecek maddeye göre seçilir.

Bir reaksiyonun titrasyonda kullanılır olabilmesi için %100'e yakın verimli ve yeterince hızlı gerçekleşmesi gerekir.

5.1.1. VOLÜMETRİK ANALİZ İLE İLGİLİ KAVRAMLAR

Primer ve Sekonder Standart Madde

Volümetrik analizde referans olarak kullanılan, çok yüksek saflıkta elde edilebilen maddelere **primer (birincil) standart madde** denir. Primer standart maddeler, titrasyonda kullanılacak titrant çözeltisinin derişiminin kesin olarak belirlenmesinde kullanılır.

Primer standart maddeler aşağıdaki özellikleri taşımalıdır.

- %100'e yakın saflıkta elde edilmelidir. %0,02'ye kadar olan safsızlıklar tolere edilebilir.
- Havada kararlı olmalıdır.
- Saklama koşullarında ve kurutma sırasında kimyasal yapısı değişmemelidir.
- Hidrat suyu içermemelidir.
- Kolay bulunabilmeli ve uygun fiyatlı olmalıdır.

- Titrasyon ortamında yeterince çözünebilmelidir.
- Mol kütlesi büyük olmalıdır. Mol kütlesinin büyük olması tartılan maddenin mol sayısının hesaplanmasındaki hata oranını azaltır.

Bu özelliklerin tümünü taşıyan bileşik sayısı azdır. Bu nedenle volümetrik analizde yüksek saflıkta olmayan ama içerdiği safsızlık miktarı kesin olarak belirlenebilen oksalik asit gibi maddeler de primer standart olarak kullanılabilir.

Primer standart madde çözeltisi ile titre edilerek derişimi kesin olarak belirlenmiş çözeltiler, başka çözeltilerin derişiminin belirlenmesinde kullanılabilir. Bu çözeltilere **sekonder (ikincil) standart çözelti** denir.

Standart Çözelti

Derişimi kesin olarak belirlenen, uzun süre kullanılabilecek kadar kararlı çözeltilere **standart çözelti** denir. Standart çözeltinin hazırlanacağı reaktif, analit ile yan reaksiyonlar vermemelidir. Örneğin bir bazın asitle titrasyonunda kullanılacak standart çözelti sadece nötralleşme tepkimesi vermelidir. Analit ile yükseltgenme-indirgenme tepkimesi verebilecek bir asidin kullanılması analiz sonucunun hatalı olmasına sebep olur. Bu nedenle yükseltgen özellik gösterebilen HNO_3 çözeltisi yerine sadece nötralleşme tepkimesi veren HCl çözeltisi kullanılması daha doğrudur.

Görsel 5.2: Çözeltilerin ayarlanması

Standart Çözeltinin Ayarlanması

Titrant olarak kullanılacak çözeltinin kesin derişimi belirlenerek standart hâle getirilmelidir. Primer standart maddelerden hazırlanan çözeltilerin derişimleri kesin olarak bilinirken primer standart olmayan maddelerden hazırlanmış bir çözeltinin derişimi yaklaşık olarak bilinir. Bu çözeltinin kesin derişimi primer veya sekonder standart maddenin çözeltisi ile titre edilerek hesaplanmalıdır. Bu işleme çözeltiyi **ayarlama (standardize etme)** denir (Görsel 5.2).

Eşdeğerlik Noktası ve Dönüm Noktası

Bir titrasyon işleminde titrantın analiti tam olarak tükettiği noktaya **eşdeğerlik noktası**, analizin tamamlandığını gösteren dönüşümün olduğu noktaya **dönüm noktası** denir. Analizde eşdeğerlik noktasının tam olarak tespit edilmesi imkansızdır. Reaksiyonun tamamlandığı titrant çözeltisi kullanılarak hazırlanan elektrokimyasal hücrenin potansiyelinin, çözeltinin elektrik iletkenliğinin veya ortama ilave edilen indikatörün renginin değişiminden anlaşılabilir. Bu şekilde dönüm noktası tespit edilebilir. Eşdeğerlik noktası tam tespit edilemese de dönüm noktasının tespiti sağlıklı bir analiz yapılabilmesi için yeterlidir. Eşdeğerlik noktası ile dönüm noktası arasındaki farka **titrasyon hatası** denir.

BİLGİ KUTUSU

Titrasyon hatası, reaksiyonun elektrik iletkenliği değişimi ile veya potansiyometrik olarak takip edildiği titrasyonlarda indikatör ile takip edilen titrasyonlara göre daha azdır.

Geri Titrasyon

Analit, reaktifle yeterince hızlı reaksiyon vermiyorsa derişimi bilinen bir reaktif çözeltisi analite belirli hacimde ve aşırı miktarda eklenir. Reaktifin tepkimeye girmeden kalan kısmı, reaktifin analit ile tepkimesi tamamlandıktan sonra uygun bir standart çözelti ile titre edilerek tespit edilir. Bu kısım, çözeltiye eklenen miktardan çıkartılarak ne kadar reaktif harcandığı belirlenir. Stokiyometriden yararlanılarak analit miktarı hesaplanır. Bu işleme **geri titrasyon** denir.

5.1.2. VOLÜMETRİK ANALİZDE İŞLEM BASAMAKLARI

Volümetrik analizde aşağıdaki işlem basamakları takip edilmelidir.

1. Çözeltilerin Hazırlanması

Volümetrik analizde önce reaktif (titrant) ve analit çözeltileri hazırlanmalıdır. Titrantın, kesin derişiminin bilinmesi için ayarlanmış olması gerekir.

Analit, çözeltide sadece titrant ile uygun reaksiyonu verecek özellikte olmalıdır. Titrant ile analizi yapılacak tür dışında tepkimeye girecek başka maddelerin bulunmadığından emin olmak gerekir. İstenmeyen maddeler uygun yöntemler kullanılarak çözeltiden uzaklaştırılmalı ya da uygun bir reaktifle tepkimeye sokularak maskelenmelidir.

2. Titrasyonun Yapılması

Numune çözeltisinin derişiminin belirlenmesi için gerçekleştirilen işlemdir. Titrant damla damla ilave edilirken oluşan reaksiyon gözlenir. Çoğunlukla analitin doğrudan tepkimeye sokulması ile gerçekleştirilir. İyodometri gibi bazı volümetrik çalışmalarda analit derişimi bilinen bir madde ile tepkimeye sokulur ve bu tepkime ürününün titre edilmesi ile analiz yapılır.

3. Sonuçların Hesaplanması

Harcanan titrantın hacmine ve derişimine göre analit çözeltisinin derişimi ve analit miktarı, reaksiyon stokiyometrisi dikkate alınarak hesaplanır. Bunun için analizin dayandığı tepkime iyi bilinmelidir.

Reaksiyon stokiyometrisi, tepkimeye giren maddelerin ve ürünlerin mol sayıları arasındaki ilişkidir. Örneğin

$$C_3H_8(g) + 5O_2(g) \rightarrow 3CO_2(g) + 4H_2O(g)$$

reaksiyonunda her 1 mol C_3H_8 gazı 5 mol O_2 ile tepkimeye girmektedir. Bu sırada 3 mol CO_2 ve 4 mol H_2O oluşmaktadır.

Bu reaksiyondaki bazı stokiyometrik oranlar

$$\frac{C_3H_8}{O_2} = \frac{1}{5} \qquad \frac{C_3H_8}{CO_2} = \frac{1}{3} \qquad \frac{O_2}{CO_2} = \frac{5}{3}$$

şeklindedir. Bu oranlar kullanılarak tepkimede harcanan ve oluşan maddelerin mol sayıları bulunabilir.

Örnek

$C_3H_8 + 5O_2 \rightarrow 3CO_2 + 4H_2O$ tepkime denklemine göre 0,3 mol C_3H_8 tam verimle yakılıyor.

a. Tepkimede kaç mol O_2 kullanılmıştır?
b. Oluşan H_2O ve CO_2 in mol sayıları nedir?

Çözüm

a. Reaksiyon stokiyometrisinden O_2 mol sayısının, C_3H_8 mol sayısının 5 katı olacağı görülüyor.

$$\frac{C_3H_8}{O_2} = \frac{1}{5} = \frac{0,3}{n_{O_2}} \qquad n_{O_2} = 0,3 \cdot 5 = 1,5 \text{ mol } O_2$$

Tepkimede 0,3 mol C_3H_8 ın tam yanması için 1,5 mol O_2 kullanılmalıdır.

b. Reaksiyonda 1 mol C_3H_8 ın yanması sonucu 3 mol CO_2 ve 4 mol H_2O oluşur.

Stokiyometrik hesaplamalar yapılarak 0,3 mol C_3H_8 ın yakılması ile oluşan H_2O ve CO_2 in mol sayıları bulunabilir.

$$\frac{C_3H_8}{CO_2} = \frac{1}{3} = \frac{0,3}{n_{CO_2}} \qquad n_{CO_2} = 0,3 \cdot 3 = 0,9 \text{ mol } CO_2$$

$$\frac{C_3H_8}{H_2O} = \frac{1}{4} = \frac{0,3}{n_{H_2O}} \qquad n_{H_2O} = 0,3 \cdot 4 = 1,2 \text{ mol } H_2O$$

Sıra Sizde

1. H_2SO_4 ile NaOH arasındaki nötralleşme reaksiyonu

$$H_2SO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_4 + 2H_2O$$

şeklindedir. **Buna göre 19,6 g H_2SO_4 in tamamen nötralleşmesi için reaksiyonunda kaç mol NaOH kullanılır? Oluşan Na_2SO_4 ve H_2O kaç moldür?** (H_2SO_4: 98)

2. $KMnO_4$ ile demir tayin edilirken önce numunedeki tüm demir atomlarının Fe^{2+} ya dönüşmesi sağlanır. Daha sonra Fe^{2+} iyonları

$$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow 5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O$$

tepkimesine göre yükseltgenir. Bu reaksiyonda harcanan MnO_4^- miktarından yararlanılarak numunedeki demir miktarı hesaplanır. **Analizde harcanan $KMnO_4$ çözeltisi 0,03 mol olduğuna göre numunedeki demirin mol sayısını ve kütlesini hesaplayınız.** (Fe: 56)

5.1.3. VOLÜMETRİK ANALİZDE KULLANILAN DERİŞİM BİRİMLERİ

Volümetrik analiz hesaplamalarında çözeltilerin derişimlerinden faydalanılır. Derişim (konsantrasyon) çözünmüş madde miktarının çözelti miktarına oranıdır. Nicel analiz hesaplamalarında molar derişim ve normal derişim kullanılmaktadır.

Molarite (Molar Derişim)

Molar derişim, 1 L çözeltide çözünmüş maddenin mol sayısıdır. Analitik kimyada en sık kullanılan derişim birimidir. Molar derişim M harfi ile gösterilir ve

$$M = \frac{n}{V}$$

bağıntısı ile hesaplanır. Eşitlikte **n** çözünen maddenin mol sayısını, **V** litre olarak çözelti hacmini gösterir.

Örnek

8 g NaOH katısı suda çözülerek 250 mL çözelti hazırlanıyor. **Çözeltinin molar derişimini hesaplayınız.** (NaOH: 40)

Çözüm

1 mol NaOH 40 g ise
n mol NaOH 8 g olur.

$n = \frac{8}{40} = 0{,}2$ mol NaOH çözünmüştür.

250 mL = 0,25 L

$M = \frac{n}{V} = \frac{0{,}2}{0{,}25} = 0{,}8$ M

Sıra Sizde

1. 500 mL'sinde 0,3 mol HCl içeren çözeltinin molaritesini hesaplayınız.

2. 4,9 g H_2SO_4 in suda çözülmesi ile hazırlanan 100 mL çözelti kaç molardır? (H_2SO_4: 98)

3. 300 mL 2 M NaCl çözeltisinde kaç g NaCl katısı çözünmüştür? (NaCl: 58,5)

Normalite (Normal Derişim)

Normalite, 1 L çözeltide çözünmüş maddenin **eşdeğer sayısını (e)** verir. Eşdeğer sayısı, bileşiğin kütlesinin **(m)** eşdeğer kütleye **(E)** bölünmesi ile bulunur. **Eşdeğer kütle** ise maddenin mol kütlesinin **(M_A)**, tesir değerliğine **(z)** bölümüdür. **Tesir değerliği,** maddenin tepkimede oluşturduğu etkili tanecik sayısıdır. Örneğin bir nötralleşme tepkimesinde asitler için H^+, bazlar için OH^-, yükseltgenme indirgenme tepkimesinde ise alınan ya da verilen elektron sayısıdır.

Normalite **N** harfi ile gösterilir. Daha çok klinik kimyada elektrolit derişimlerinin ifade edilmesinde ve bunlarla ilgili analizlerde kullanılır.

Normalite aşağıdaki bağıntıların yardımı ile hesaplanır.

$$e = \frac{m}{E} \qquad E = \frac{M_A}{z} \Rightarrow e = \frac{m}{\frac{M_A}{z}} \Rightarrow e = z \cdot \frac{m}{M_A}$$

$\frac{m}{M_A}$ mol sayısına (n) eşit olduğundan

$$e = z \cdot n \text{ bulunur.}$$

Normalite 1 L çözeltideki eşdeğer sayısı olduğuna göre

$$N = \frac{e}{V} = \frac{z \cdot n}{V} = z \cdot \frac{n}{V}$$

$\frac{n}{V}$ çözeltinin M derişimi olduğuna göre

$$N = z \cdot M \text{ yazılabilir.}$$

Aynı maddenin farklı tür tepkimelerde tesir değerliği ve eşdeğer sayısı farklı olabileceği için aynı çözelti farklı normal derişimlerle ifade edilebilir. Örneğin mol kütlesi 63 $g.mol^{-1}$ olan nitrik asit kuvvetli bir asit olarak nötralleşme tepkimelerinde kullanılabileceği gibi iyi bir yükseltgen olarak da kullanılabilir.

$$HNO_3(suda) + NaOH(suda) \rightarrow NaNO_3(suda) + H_2O(s)$$

tepkimesi nötralleşme tepkimesidir. Nitrik asit tepkimede 1 tane H^+ verebildiği için tesir değerliği 1 dir. Eşdeğer kütlesi 63 g'dır.

$$3Cu(k) + 8\overset{5+}{HNO_3}(suda) \rightarrow 3Cu(NO_3)_2(suda) + 2\overset{2+}{NO}(g) + 4H_2O(s)$$

tepkimesi ise yükseltgenme-indirgenme tepkimesidir. Bu tepkimede HNO_3 teki N atomları +5 yükseltgenme basamağından +2 yükseltgenme basamağına indirgenmektedir. 3 elektron aldığı için tesir değerliği 3 tür. Bu tepkime için HNO_3 in eşdeğer kütlesi 21 dir. Bu durumda her iki tepkimenin farklı normaliteli derişimde ifade edilmesi gerekir. O hâlde 1 M HNO_3 çözeltisinin nötralleşme tepkimesi için normal derişimi 1 N'dir. Aynı çözeltinin NO oluşturmak üzere indirgendiği bir redoks tepkimesinde ise derişim 3 N olur.

5.1.4. VOLÜMETRİK ANALİZDE HATA KAYNAKLARI

Volümetrik analizler, gravimetrik analizlere göre daha kolay yapılmalarına rağmen daha yüksek sistematik hata olasılığı içerir. Bu nedenle volümetrik analizlerin daha dikkatli yapılması gerekir. Volümetrik analizlerde görülen önemli hata kaynakları aşağıda sıralanmıştır.

Girişimler

Analit çözeltisinde, titrantla reaksiyona giren yabancı maddeler bulunabilir. Bu maddeler sarfiyatın fazla olmasına sebep olur. Bu nedenle analit içerisinde tespit edilen yabancı maddelerin uygun yöntemler kullanılarak uzaklaştırılması gerekir.

Reaktif Derişiminin Hatalı Olması

Primer standart madde ile yapılan analizlerde tartım yapılırken ya da çözelti hazırlanırken yapılan dikkatsizlikler reaktif derişiminin hatalı olmasına sebep olur. Primer standart olmayan bir madde ile hazırlanan çözeltinin ayarlanması sırasında yapılan hatalar da reaktif derişimini etkiler. Bu nedenle çözelti hazırlama ve ayarlama işlemleri dikkatli yapılmalı, ayarlama işlemi birkaç kez tekrarlanarak çözeltinin derişiminden emin olunmalıdır.

Görsel 5.3: Cam malzemelerin temizliği

Kapların Kalibrasyonu ve Temizliği

Analizde kullanılan kapların kalibrasyonunun hatalı olması ölçümlerin de hatalı olmasına sebep olur. Kirlilikler ise girişim yapabileceği için analizi bozacağından kapların temizliği dikkatlice yapılmalıdır (Görsel 5.3).

Kişisel Hatalar

Çözelti hazırlanmasında, çözeltilerin kaplara aktarılmasında, hesaplamalarda, hacim ölçümü ve titrasyon sırasında özensiz davranmak hatalara neden olabilir.

Hesaplama hataları bilgisayar programlarının kullanılması ile giderilebilir. Uygun kodlar yazılarak oluşturulan bir bilgisayar programı ile doğru veriler girildiğinde istenilen hassasiyette sonuçlar elde edilir.

İndikatör Seçimi Hatası

Analiz yapılacak tür için uygun indikatör kullanılması gerekir. Örneğin fenolftalein ve metiloranj birer asit-baz indikatörüdür. Fenolftalein 8,2-9,8 pH arasında renk değiştirirken metiloranj 3,1-4,4 pH aralığında renk değiştirir. Bir çözeltide CO_3^{2-} iyonlarının tayini yapılacaksa titrasyon fenolftalein yanında yapılmalıdır. Metiloranj kullanılması asidik türlerin de reaksiyona girmesine sebep olur.

2. BÖLÜM

5.2. NÖTRALLEŞME TİTRASYONLARI

5.2.1. NÖTRALLEŞME TEPKİMELERİ

Neler Öğreneceğiz?

- Nötralleşme Tepkimeleri
- Asit-Baz Titrasyonları

Sulu ortamda gerçekleşen asit-baz tepkimelerine **nötralleşme tepkimeleri** denir. Nötralleşme tepkimelerinin esası asitten gelen H^+ iyonu ve bazdan gelen OH^- iyonunun birleşerek su oluşturmasıdır.

$$H^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow H_2O(s)$$

net iyon tepkimesinde her bir H^+ iyonu bir OH^- iyonu ile birleştiği için tepkime denklemi yazılırken asitteki hidrojen ve bazdaki hidroksit sayıları birbirine eşitlenir.

$$HCl(suda) + NaOH(suda) \rightarrow NaCl(suda) + H_2O(s)$$

Yukarıdaki tepkimede asitte 1 hidrojen, bazda 1 hidroksit olduğu için aralarındaki stokiyometrik oran 1:1 dir. 1 H^+ ve 1 OH^- birleştiği için tepkimede H_2O'yun katsayısı da 1 dir.

H_2SO_4 ile NaOH arasında gerçekleşen nötralleşme tepkimesi ise

$$H_2SO_4(suda) + 2NaOH(suda) \rightarrow Na_2SO_4(suda) + 2H_2O(s)$$

şeklindedir. Tepkimede asitte 2 hidrojen, bazda 1 hidroksit olduğu için H_2SO_4 ile NaOH arasındaki stokiyometrik oran 1:2 olmaktadır. $2H^+$ ve $2OH^-$ birleştiği için tepkimede H_2O'yun katsayısı 2 olur.

Örnek

0,1 mol H_2SO_4 içeren bir çözeltinin tam nötralleşmesi için 400 mL NaOH çözeltisi kullanılıyor. **Buna göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Tepkime denklemi

$$H_2SO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_4 + 2H_2O$$

şeklindedir. Denkleme göre H_2SO_4 ile NaOH arasındaki stokiyometrik oran 1:2 dir. 1 mol H_2SO_4 ile 2 mol NaOH tepkimeye girmektedir.

1. yol

1 mol H_2SO_4 — 2 mol NaOH ile tepkimeye giriyorsa
0,1 mol H_2SO_4 — n mol NaOH ile tepkimeye girer.

$n = 2 \cdot 0,1 = 0,2$ mol NaOH bulunur.

$$M = \frac{n}{V} = \frac{0,2 \text{ mol}}{0,4 \text{ L}} = \mathbf{0,5\ M} \text{ hesaplanır.}$$

2. yol

Yukarıdaki işlemler asidin mol sayısından yola çıkılarak birleştirilebilir.

$$M = \frac{\text{mol NaOH}}{\text{L çözelti}} = \frac{0,1 \text{ mol } H_2SO_4 \cdot \frac{2 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ mol } H_2SO_4}}{0,4 \text{ L çözelti}} = \mathbf{0,5\ M\ NaOH}$$

Yukarıdaki işlemde büyük kesrin payında birimler sadeleştirildiğinde geriye NaOH'in mol sayısı kalmaktadır. Paydada ise çözelti hacmi olduğu için işlemin sonucu molar derişim olur. Sadeleştirmeler yapıldıktan sonra eşitliğin sağında ve solunda birimlerin aynı olduğuna dikkat edilmelidir.

3. yol

Nötralleşme için H^+ mol sayısı OH^- mol sayısına eşit olmalıdır.

$$n_{H^+} = n_{OH^-}$$

$n_{H^+} = n_{asit} \cdot z_{asit}$ ve $n_{OH^-} = n_{baz} \cdot z_{baz}$

olduğundan

$$n_{asit} \cdot z_{asit} = n_{baz} \cdot z_{baz}$$

eşitliği yazılabilir. Değerler yerine konulursa

$$0,1 \cdot 2 = n_{baz} \cdot 1$$

$n_{baz} = 0,2$ mol bulunur.

NaOH çözeltisi 400 mL = 0,4 L

$$M = \frac{n_{NaOH}}{V_{çözelti}} = \frac{0,2 \text{ mol NaOH}}{0,4 \text{ L çözelti}} = \mathbf{0,5\ M} \text{ bulunur.}$$

Örnek

10 mL $Mg(OH)_2$ çözeltisinin tam nötralleşmesi için 0,1 M HCl çözeltisinden 16 mL kullanılıyor. **Buna göre $Mg(OH)_2$ çözeltisi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

$Mg(OH)_2$ ile HCl arasında gerçekleşen tepkime

$$Mg(OH)_2 + 2HCl \rightarrow MgCl_2 + 2H_2O$$

şeklindedir. $Mg(OH)_2$ ile HCl arasındaki stokiyometrik oranın 1:2 olduğu görülmektedir.

Titrasyonda harcanan HCl'ün mol sayısı

$$n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 0,1 \cdot 16 \cdot 10^{-3} = 1,6 \cdot 10^{-3} \text{ mol olur.}$$

1 mol $Mg(OH)_2$ — 2 mol HCl ile tepkimeye giriyorsa
a mol $Mg(OH)_2$ — $1,6.10^{-3}$ mol HCl ile tepkimeye girer.

$a = 8 \cdot 10^{-4}$ mol $Mg(OH)_2$ bulunur.

$Mg(OH)_2$ çözeltisi 10 mL ($10.10^{-3} = 10^{-2}$ L) olduğundan

$$M = \frac{n_{Mg(OH)_2}}{V_{çözelti}} = \frac{8 \cdot 10^{-4}}{10^{-2}} = \mathbf{0,08\ M} \text{ bulunur.}$$

2. yol

$n_{H^+} = n_{OH^-}$ olduğunda tam nötralleşme olur.

$n_{H^+} = n_{asit} \cdot z_{asit}$ ve $n_{OH^-} = n_{baz} \cdot z_{baz}$

$n = M \cdot V$ olduğundan

$$M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit} = M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}$$

eşitliği elde edilir. Bu eşitlikte değerler yerine konularak istenen çözeltinin derişimi hesaplanabilir.

$$0,1 \cdot 16 \cdot 1 = M_{baz} \cdot 10 \cdot 2$$

$$M_{baz} = \frac{1,6}{20} = \mathbf{0,08\ M}$$

Sıra Sizde

Aşağıda verilen asit-baz çiftleri arasındaki tepkimeleri tamamlayarak denkleştiriniz.

- $H_2SO_3 + NaOH \rightarrow$ .....
- $H_2SO_4 + Ca(OH)_2 \rightarrow$ .....
- $H_2CO_3 + Al(OH)_3 \rightarrow$ .....
- $HCl + Fe(OH)_3 \rightarrow$ .....

5.2.2. KUVVETLİ ASİT-KUVVETLİ BAZ TİTRASYONLARI

Suda çözündükleri zaman %100 iyonlaşan asit ve bazlar kuvvetli asit ve bazlardır.

Kuvvetli asit-kuvvetli baz titrasyonunda türler tamamen iyonlaşmış olduğu için reaksiyon serbest hâldeki H^+ ve OH^- iyonlarının birleşerek su oluşturmasıyla gerçekleşir. Örneğin NaOH ile HCl arasındaki reaksiyon

$$H^+(suda) + Cl^-(suda) + Na^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow H_2O(s) + Na^+(suda) + Cl^-(suda)$$

şeklindedir. Görüldüğü gibi Na^+ ve Cl^- iyonları seyirci iyondur. Titrasyon sırasında eşdeğerlik noktasında pH 7 olur. Eşdeğerlik noktasından önce ve sonra H^+ mol sayısı OH^- mol sayısına eşit olmadığı için pH hesaplaması farklı olur. Eşdeğerlik noktası dışında H^+ ve OH^- derişimleri aşağıdaki gibi hesaplanır.

$n_{H^+} > n_{OH^-}$ olan çözeltide

$$[H^+] = \frac{n_{H^+} - n_{OH^-}}{V_{toplam}}$$

$$[H^+] = \frac{[M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit}] - [M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}]}{V_{asit} + V_{baz}}$$

Bu durumda çözeltinin pH'ı

$$pH = - \log[H^+]$$

şeklinde hesaplanır.

$n_{H^+} < n_{OH^-}$ olan çözeltide

$$[OH^-] = \frac{n_{OH^-} - n_{H^+}}{V_{toplam}}$$

$$[OH^-] = \frac{[M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}] - [M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit}]}{V_{asit} + V_{baz}}$$

Bu durumda ise çözeltinin pOH değeri

$$pOH = - \log[OH^-]$$

bağıntısından bulunur.

$pH + pOH = 14$ bağıntısından pH değeri hesaplanır.

UYARI : Bağıntılarda $M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit}$ değerinin H^+ iyonunun mol sayısına, $M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}$ değerinin OH^- iyonunun mol sayısına eşit olduğu hatırlanmalıdır.

Örnek

20 mL 0,1 M HCl çözeltisinin, 0,1 M NaOH çözeltisi ile titrasyonunda

a. Titrasyon öncesinde

b. 5 mL NaOH çözeltisi

c. 20 mL NaOH çözeltisi

ç. 30 mL NaOH çözeltisi

ilave edildiği anda erlendeki çözelti için ayrı ayrı pH değerini hesaplayınız.

Çözüm

a. HCl kuvvetli bir asit olduğu için %100 iyonlaşır.

$HCl \rightarrow H^+ + Cl^-$

Bu reaksiyondan H^+ derişiminin HCl derişimine eşit olacağı görülür. $[H^+] = [HCl] = 0,1$ M

$pH = -\log[H^+] = -\log 0,1 =$ **1** bulunur.

b. HCl ve NaOH için tesir değerliği 1'dir. Çözelti derişimleri aynı olduğundan 5 mL NaOH ilavesi eşdeğerlik noktasının öncesindedir.

$$[H^+] = \frac{[M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit}] - [M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}]}{V_{asit} + V_{baz}}$$

bağıntısı ile H^+ iyonu derişimi hesaplanır.

$$[H^+] = \frac{[0,1 \cdot 20 \cdot 1] - [0,1 \cdot 5 \cdot 1]}{20 + 5} = \frac{2 - 0,5}{25} = 0,06 \text{ M}$$

Bu durumda $pH = -\log [H^+] = -\log 0,06 =$ **1,22** bulunur.

c. 20 mL NaOH ilave edildiğinde eşdeğerlik noktasında olduğu görülür. $n_{H^+} = n_{OH^-}$ olan çözeltide ortam nötr olacağı için **pH=7** olur.

ç. 30 mL NaOH ilavesi eşdeğerlik noktasından sonrasıdır. Bu anda OH^- mol sayısı H^+ mol sayısından fazladır.

$$[OH^-] = \frac{[M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}] - [M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit}]}{V_{asit} + V_{baz}}$$

$$[OH^-] = \frac{[0,1 \cdot 30 \cdot 1] - [0,1 \cdot 20 \cdot 1]}{20 + 30} = \frac{3 - 2}{50} = 0,02 \text{ M}$$

$pOH = -\log[OH^-] = -\log 0,02 = 1,70$

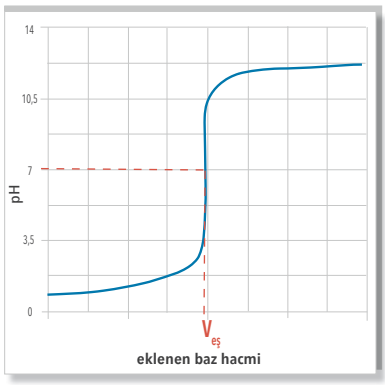
$pH + pOH = 14$ eşitliğinden

$pH = 14 - 1,7 =$ **12,3** olur.

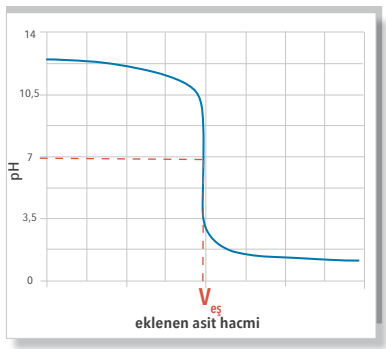
Örnekte verilen titrasyonda farklı hacimlerde NaOH çözeltisi ilave edilmesi sonucu pH'da meydana gelen değişim Tablo 5.1'de verilmiştir.

Tablo 5.1: 25 °C'de 20 mL 0,1 M HCl Çözeltisine 0,1 M NaOH Çözeltisi Eklenmesiyle pH Değişimi

NaOH Hacmi	0	5	10	19	19,95	19,99	*20*	20,01	20,05	25	30
pH	1	1,22	1,48	2,59	3,90	4,60	*7,00*	9,40	10,10	12,05	12,30



Görsel 5.4: Kuvvetli asidin bazla titrasyonunda pH değişimi



Görsel 5.5: Kuvvetli bazın asitle titrasyonunda pH değişimi

Tablo 5.1'deki değerler grafiğe geçirilirse Görsel 5.4'teki grafik elde edilir.

Bir bazın asitle titrasyonunda başlangıçta pH yüksektir. Dönüm noktasında pH 7'nin altına iner (Görsel 5.5). Grafik, asidin bazla titrasyonunun tersi şeklindedir. 1 mL yaklaşık 20 damla olduğu için eşdeğerlik noktası civarında eklenen 1 damla titrantın pH değerini nasıl değiştirdiğine dikkat edilmelidir. Bu nedenle titrasyon, renk değişimi görüldüğü anda sonlandırılmalı; aşırı reaktif ilavesinden kaçınılmalıdır.

Titrant ilavesi ile meydana gelen reaksiyon biraz zaman alacağından eşdeğerlik noktası yakınlarında renk değişimi geçici olarak görülebilir. Erlene eklenmiş olan reaktif tamamen harcandıktan sonra ortamda hâlâ reaksiyona girmeden kalan analit varsa çözelti tekrar başlangıç rengine dönecektir. Renk değişiminin geçici olup olmadığını anlamak için çözelti çalkalanıp 30 saniye kadar beklenmelidir. Başlangıç rengine dönüş olmamışsa harcanan titrant hacmi kaydedilebilir. Başlangıç rengine dönüyorsa renk kalıcı olarak değişene kadar her seferinde birer damla titrant eklenerek işlem tekrarlanmalıdır.

BİLGİ KUTUSU

Nötralleşme titrasyon eğrileri, eklenen titrant hacmine karşı pH değişiminin grafiğe geçirilmesiyle elde edilir.

Sıra Sizde

1. 10 mL 0,05 M H_2SO_4 çözeltisi 0,1 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Bu titrasyonda**
a) titrasyon öncesi
b) 5 mL
c) 10 mL
ç) 15 mL titrant ilave dildiği anda erlendeki çözelti için ayrı ayrı pH değerini hesaplayınız.

2. 10 mL $Mg(OH)_2$ çözeltisi 0,0985 M HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **12,6 mL HCl çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre $Mg(OH)_2$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

3. Sülfürik asit (H_2SO_4) içerdiği bilinen bir çözeltiden alınan 15 mL örnek 0,1080 M NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 16,30 mL NaOH ilave edilmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre H_2SO_4 çözeltisinin derişimi ve pH'ı kaçtır?**

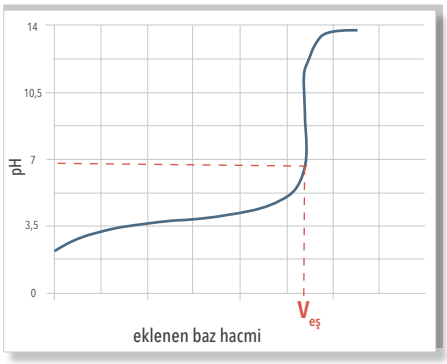
5.2.3. ZAYIF ASİTLERİN VE ZAYIF BAZLARIN TİTRASYONLARI

Nötralleşme titrasyonlarında titrantın kuvvetli reaktif olması gerekir. Bu nedenle zayıf asitler kuvvetli bazlarla, zayıf bazlar kuvvetli asitlerle titre edilir.

Zayıf asitler ve bazlar sulu çözeltilerinde çok az iyonlaşır. İyonlaşmış kısımları, çözünmüş asit ya da bazın yanında ihmal edilecek kadar azdır. Zayıf bir asit veya bazın çözeltide iyonlaşmış kısımları ve çözelti pH'ları K_a (asit iyonlaşma sabiti) ve K_b (baz iyonlaşma sabiti) yardımıyla hesaplanır.

Zayıf bir asit olan HF'ün NaOH ile titrasyonunda meydana gelen tepkime

$$HF(suda) + Na^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow H_2O(s) + Na^+(suda) + F^-(suda)$$

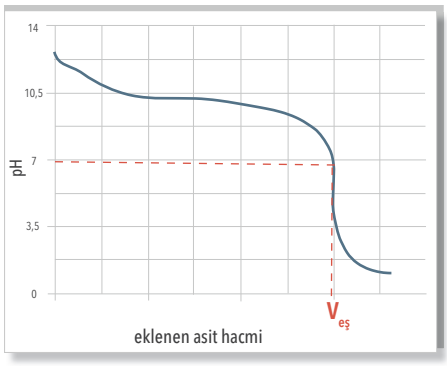


Görsel 5.6: HF çözeltisinin NaOH çözeltisi ile titrasyonunda pH değişimi

şeklindedir. HF çözeltisine NaOH çözeltisi eklendiği anda bir tampon çözelti oluşur. Tampon çözeltilerin pH'ları asit ya da baz eklenmesi ile çok fazla değişmediği için pH eşdeğerlik noktasına kadar yavaşça artar. Eşdeğerlik noktasında oluşan çözelti NaF çözeltisidir. Bu çözelti F^- iyonlarından dolayı baziktir. Yani eşdeğerlik noktasında pH 7'den büyüktür. Eşdeğerlik noktasından sonra pH değişimi kuvvetli asitlerin titrasyonuna benzer şekilde olur (Görsel 5.6).

Zayıf bir baz olan NH_3 ın HCl ile titrasyonu sırasında

$$NH_3(suda) + H^+(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow NH_4^+(suda) + Cl^-(suda)$$



Görsel 5.7: NH_3 çözeltisinin HCl çözeltisi ile titrasyonunda pH değişimi

tepkimesi gerçekleşir. Bu titrasyonda da HCl çözeltisi eklenmesi ile bir tampon çözelti oluşur. Eşdeğerlik noktasında ise çözelti NH_4^+ iyonlarından dolayı asidiktir. pH 7'den küçüktür. Eşdeğerlik noktasından sonra pH değişimi kuvvetli bazların titrasyonundaki gibi olur (Görsel 5.7).

5.2.4. ASİT-BAZ İNDİKATÖRLERİ

Asit baz indikatörleri belirli pH aralıklarında renk değiştirerek tepkimenin tamamlandığını gösterir. Titrasyon sırasında dönüm noktasına ulaşıldığı, indikatör eklenmiş ortamın renginde belirgin bir değişimin meydana gelmesiyle anlaşılır. Örneğin bir asidin bazla titrasyonu, turnusol boyası ile takip edildiğinde dönüm noktasından önce ortam kırmızı, dönüm noktası geçildiği anda ise mavi olur.

Asit-baz titrasyonlarında kullanılan indikatörler, protonlanmış ve protonsuz hâlleri farklı renkte olan zayıf asit ya da zayıf bazlardır. HIn şeklinde gösterilen bir asit özellikte indikatör yüksek pH'lı ortamda H^+ iyonunu kaybederek In^- iyonuna dönüşür.

$$HIn \rightleftharpoons H^+ + In^-$$

Zayıf baz özellikte indikatör için tepkime bunun tersi şeklinde gerçekleşir. In şeklinde gösterilen bir indikatör, düşük pH'lı ortamda HIn^+ iyonuna dönüşür.

$$In + H^+ \rightleftharpoons HIn^+$$

İndikatörler zayıf asit ya da zayıf baz olduklarından ortama çok fazla ilave edildiğinde analit veya reaktifin önemli bir kısmıyla tepkimeye girerek hataya sebep olur. Bu nedenle bir iki damla -renk görülecek kadar- eklenmesi yeterlidir.

İndikatörler yaklaşık iki birimlik bir pH aralığında renk değiştirir. Titrasyonda hangi indikatörün kullanılacağına karar verirken eşdeğerlik noktasının yaklaşık pH değerine dikkat edilmelidir. Görsel 5.4'teki kuvvetli asit-kuvvetli baz titrasyonu grafiğinden anlaşılacağı gibi kuvvetli asit-kuvvetli baz titrasyonlarında dönüm noktasında pH yaklaşık 4'ten 10'a hızla yükselmektedir. Bu nedenle bu titrasyonlarda renk değişim aralığı pH 4-10 arasında olan herhangi bir indikatör kullanılabilir. Görsel 5.6'daki HF zayıf asidinin titrasyon grafiğinde dönüm noktasının daha dar bir aralıkta olduğu ve pH'ın yaklaşık 6'dan 10'a çıktığı görülüyor. O hâlde asitin titrasyonunda kullanılacak indikatörün yine bu aralıkta renk değiştirmesi gerekir. Zayıf asitlerin ve zayıf bazların titrasyonlarında indikatör seçimi bu nedenle önemlidir. Tablo 5.2'de bazı yaygın indikatörlerin renk değişimleri ve pH aralıkları verilmiştir.

Tablo 5.2: Asit-Baz İndikatörlerinin Renk Değişim pH Aralıkları ve Renkleri

İNDİKATÖR	pH ARALIĞI	DÜŞÜK pH RENGİ	YÜKSEK pH RENGİ
Kresol kırmızısı	0,2-1,8	Pembe	Sarı
Bromfenol mavisi	3-4,6	Sarı	Mavi
Metiloranj	3,1-4,5	Kırmızı	Sarı
Bromkresol yeşili	3,8-5,5	Sarı	Mavi
Turnusol	5-8	Kırmızı	Mavi
Bromtimol mavisi	6,0-7,6	Sarı	Mavi
Fenolftalein	8,2-9,8	Renksiz	Menekşe
Alizarin sarısı	10,2-12,1	Açık sarı	Kahverengi

HF gibi zayıf asit titrasyonunda eşdeğerlik noktasında pH 7'nin üzerinde olur. Bu nedenle metiloranj, bromkresol yeşili gibi asit bölgesi indikatörlerinin kullanılması renk değişiminin erken olmasına ve analizde negatif hataya sebep olur. Benzer şekilde NH_3 gibi zayıf bir bazın kuvvetli asitle titrasyonunda da eşdeğerlik noktası pH 7'nin altında olacağından bu titrasyonda fenolftalein gibi bir baz bölgesi indikatörünün kullanılması çözeltide erken renk değişimine sebep olacaktır. İndikatör seçimi, analiz edilecek asit ya da bazın iyonlaşma sabitine (K_a veya K_b) göre yapılmalıdır. İyonlaşma sabiti büyük olan asit ve bazlar birçok indikatör yanında titre edilebilir. İyonlaşma sabiti küçük olan asit ve bazların titrasyonunda indikatör seçimi doğru yapılmazsa analizde büyük hatalar ortaya çıkar.

İndikatör seçiminin önemini gösteren bir örnek, suda CO_3^{2-} ve HCO_3^- iyonlarının bir arada analizidir. Sudaki CO_3^{2-} iyonları analiz edilecekse titrasyonda fenolftalein indikatörü kullanılmalıdır. Bunun sebebi

$$CO_3^{2-}(suda) + H^+(suda) \rightleftharpoons HCO_3^-(suda)$$

reaksiyonunun pH 8-9 civarında gerçekleşmesidir. Metiloranj indikatörü yanında titrasyon yapılırsa

$$CO_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightleftharpoons H_2CO_3(suda)$$

tepkimesi ile birlikte

$$HCO_3^-(suda) + H^+(suda) \rightleftharpoons H_2CO_3(suda)$$

tepkimesi pH 4 civarında gerçekleşir. Bu nedenle önce fenolftalein yanında titrasyonla CO_3^{2-} iyonlarının derişimi belirlenir. Daha sonra aynı miktarda su, metiloranj yanında titre edilerek CO_3^{2-} iyonları ile HCO_3^- iyonlarının toplam derişimleri bulunur.

Örnek

Asit	K_a
HCl	Kuvvetli asit
HIO_3	$1,7.10^{-1}$
HCOOH	$1,8.10^{-4}$
HClO	$3,0.10^{-8}$

Tabloda bazı asitlerin iyonlaşma sabitleri verilmiştir. Metiloranj 3,1-4,5, bromtimol mavisi 6,0-7,6, fenolftalein 8,2-9,8 pH aralığında renk değiştirir. **Buna göre bu asitlerin titrasyonunda hangi indikatörlerin kullanılması uygundur? Açıklayınız.**

Çözüm

HCl, kuvvetli bir asit olduğu için **herhangi bir indikatör ile titrasyonu yapılabilir.**

HIO_3, K_a değeri oldukça büyük olan zayıf bir asit olduğu için **tüm indikatörlerle titre edilebilir.**

HCOOH asidinin K_a değeri $1,8.10^{-4}$ görece küçük olduğu için kullanılan indikatörün renk değişimi 6'dan büyük pH'larda olmalıdır. **Bromtimol mavisi ve fenolftalein kullanılabilir.**

HClO asitinin K_a değeri 10^{-7}'den küçük olduğundan asidik ya da nötral bölgede renk değiştiren indikatörlerin kullanılması analizde hataya sebep olur. **Bu nedenle fenolftalein ile titre edilmelidir.**

3. BÖLÜM

5.3. HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

5.3.1. HCl ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

Neler Öğreneceğiz?

- HCl Çözeltisinin Hazırlanması
- HCl Çözeltisinin Ayarlanması

Asit-baz titrasyonları yapılırken genellikle HCl ve H_2SO_4 çözeltileri tercih edilir. HNO_3 kuvvetli bir asittir ancak birçok madde ile nötralleşme yanında redoks reaksiyonu vermesi nedeniyle standart çözelti olarak kullanılamaz. Tirasyonda kullanılacak HCl ve H_2SO_4 çözeltileri bu asitlerin derişik çözeltilerinin seyreltilmesi ile hazırlanır.

Laboratuvarlarda kullanılan derişik HCl çözeltilerinin kütlece derişimi %36-37, yoğunlukları ise 1,18-1,19 g/mL arasındadır. Derişik HCl çözeltisinden -seyreltme yoluyla- istenen derişimde HCl çözeltisi hazırlanabilir. Bunun için önce alınması gereken derişik asit çözeltisinin hacmi hesaplanmalıdır.

Özkütlesi (d) ve yüzde derişimi (%) verilen çözeltinin molar derişimi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$M_{\text{çözünen}} = \frac{\text{mol çözünen}}{\text{L çözelti}} = \frac{\text{d g çözelti}}{\text{1 mL çözelti}} \cdot \frac{\text{1000 mL çözelti}}{\text{1 L çözelti}} \cdot \frac{\text{\% g çözünen}}{\text{100 g çözelti}} \cdot \frac{\text{1 mol çözünen}}{M_A \text{ g çözünen}}$$

BİLGİ KUTUSU

Yapılan işlemler birleştirilerek özkütlesi ve yüzde derişimi bilinen bir çözeltinin molar derişiminin hesaplanması için aşağıdaki formül elde edilir.

$$M = \frac{\%_{çözelti} \cdot d_{çözelti} \cdot 10}{M_A(çözünen)}$$

Belirli derişimde HCl çözeltisinin hazırlanmasında takip edilecek işlem basamakları aşağıdaki gibidir.

- Uygun hacimde balon joje alınarak içerisine bir miktar su konur.
- Hesaplanan miktarda HCl çözeltisi balon jojeye damla damla ilave edilir. Bu sırada sıcaklık ani olarak yükseleceğinden işlem soğuk su banyosunda gerçekleştirilmelidir.
- Balon jojeye ölçü çizgisine kadar su ilave edilir.
- Balon jojenin kapağı kapatılarak çözelti iyice karıştırılır.
- Hacim çizgisi tekrar kontrol edilir.
- Hazırlanan çözelti şişeye aktarılarak etiketlenir.

Örnek

%36'lık 1,18 g/mL derişik HCl çözeltisinden 250 mL 0,1 M HCl çözeltisi nasıl hazırlanır? (HCl: 36,5)

Çözüm

Önce derişik HCl çözeltisinin molaritesi bulunur.

$$M_{HCl} = \frac{\text{mol HCl}}{\text{L çözelti}} = \frac{1{,}18\ \text{g çözelti}}{1\text{mL çözelti}} \cdot \frac{1000\ \text{mL çözelti}}{1\ \text{L çözelti}} \cdot \frac{36\ \text{g HCl}}{100\ \text{g çözelti}} \cdot \frac{1\ \text{mol HCl}}{36{,}5\ \text{g HCl}} = 11{,}64\ \text{M}$$

Daha sonra bu çözeltiden kaç mL alınması gerektiği seyreltme ile hesaplanır.

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

Eşitlikte C_1 ve C_2 sırasıyla derişik ve seyreltik çözeltilerin molar derişimleri, V_2 hazırlanmak istenen seyreltik çözeltinin hacmi, V_1 ise bu çözeltiyi hazırlamak için derişik çözeltiden alınması gereken hacimdir.

$$11{,}64 \cdot V_1 = 0{,}1 \cdot 250$$

$V_1 = 2{,}15$ mL bulunur.

250 mL'lik balon jojeye bir miktar su konulup üzerine 2,15 mL derişik HCl çözeltisi ilave edilir. Balon jojenin ölçü çizgisine kadar saf su eklenerek 250 mL'ye tamamlanır. Asidin seyreltilmesi sırasında sıcaklığın çok yükselmemesine dikkat edilmelidir.

1. Laboratuvar Çalışması

0,1 M HCl Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,1 M derişimde HCl çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Derişik HCl çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- 250 mL'lik balon joje
- Beher
- Pipet
- Piset
- Şişe

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 0,1 M 250 mL çözelti hazırlamak için gereken derişik HCl çözeltisi miktarını hesaplayınız.
3. Balon jojeye az miktarda su koyunuz.
4. Balon jojeyi soğuk su banyosuna yerleştiriniz.
5. Hesapladığınız miktardaki HCl çözeltisini yavaş yavaş balon jojeye ilave ediniz.
6. Balon jojeyi yaklaşık yarısına kadar saf su ile doldurup iyice karıştırınız.
7. Ölçü çizgisine kadar saf su ilave ettiğiniz balon jojeyi birkaç kez ters çevirerek çözeltinin karışmasını sağlayınız.
8. Elde ettiğiniz çözeltiyi diğer arkadaşlarınızın çözeltileri ile karıştırıp sonraki analizlerde kullanılmak üzere şişeleleyerek etiketleyiniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

d_{HCl}:

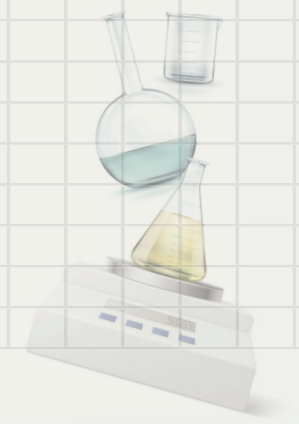
$\%_{HCl}$:

V_{HCl}:

Değerlendirme

1. Asit üzerine neden doğrudan su ilave edilmediğini açıklayınız.

2. Çözelti hazırlanırken neden soğuk su banyosu kullanıldığını açıklayınız.



5.3.2. HCl ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Titrasyonda kullanılan asit çözeltileri stok çözeltilerden hazırlandıkları için primer standart değildir. Bu nedenle hazırlanan çözeltilerinin derişimleri kesin olarak bilinemez. Titrasyonda kullanılmadan önce ayarlanmaları (standardize edilmeleri) gerekir. Çözeltilerin ayarlanmasında ya primer standart maddelerden yararlanılır ya da yakın zamanda ayarlanmış bir reaktif, sekonder standart olarak kullanılır.

Asit Çözeltisinin Primer Standart Maddelerle Ayarlanması

Asit çözeltilerinin ayarlanmasında en güvenilir yol, iyi bir primer standart madde ile gerçekleşen tepkimeden yararlanmaktır. Hassas olarak tartılan bazik primer standart ile hazırlanan çözelti, standardize edilecek asit çözeltisi ile uygun indikatör yanında titre edilir. Daha sonra hesaplamalar yardımı ile bu asit çözeltisinin derişimi bulunur. Kullanılan primer standartlar bazik tuz ya da bazik oksit bileşikleridir.

Metal hidroksitleri havadaki CO_2 ten etkilenerek karbonat bileşiklerine dönüşür. Bu nedenle hidroksit bileşikleri primer standart madde değildir.

Bazik primer standartların, tepkimeye girdikleri asit miktarlarına göre tesir değerlikleri belirlenip $B(OH)_z$ formülünde baz gibi değerlendirilebilir. $B(OH)_z$ formülü ile gösterilebilecek bir primer standart madde ile HCl'ün tepkimesi

$$zHCl(suda) + B(OH)_z(suda) \rightarrow BCl_z(suda) + zH_2O(s)$$

şeklindedir. Buradan HCl ile primer standart maddenin mol sayısı arasında z:1 stokiyometrik oranı olduğu görülür. Primer standardın mol sayısı ile HCl'ün mol sayısı arasında

$$n_{HCl} = z \cdot n_{primer}$$

bağıntısı vardır. Bu bağıntıda z primer standart maddenin tesir değerliğidir.

$$M_{HCl} = \frac{n_{HCl}}{V_{HCl}}$$ olduğundan $$n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl}$$

yazılabilir. HCl mol sayısı yukarıdaki eşitlikte yerine konulursa

$$M_{HCl} \cdot V_{HCl} = z \cdot n_{primer}$$

eşitliği elde edilir.

Örnek

Bir temizlik ürünündeki baz miktarının analizi için hazırlanan HCl çözeltisi 2 değerli primer standart bir madde ile ayarlanmak isteniyor. $8{,}08.10^{-4}$ mol primer standart madde ile hazırlanan çözelti, HCl çözeltisi ile bromtimol mavisi yanında titre ediliyor. **Titrasyonda 16,25 mL HCl çözeltisi kullanıldığına göre HCl çözeltisinin kesin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

2 değerli primer standart madde [$B(OH)_2$] ile HCl'ün tepkimesi

$$2HCl + B(OH)_2 \rightarrow BCl_2 + 2H_2O$$

şeklindedir. Tepkimede HCl ile primer standart maddenin stokiyometrik oranı 2:1 dir. Bu nedenle her 1 mol primer standart madde ile 2 mol HCl tepkimeye girer.

1 mol $B(OH)_2$	2 mol HCl tepkimeye giriyorsa
$8{,}08 \cdot 10^{-4}$ mol $B(OH)_2$	n mol HCl ile tepkimeye girer.

$n = 2 \cdot 8{,}08 \cdot 10^{-4} = 16{,}16 \cdot 10^{-4}$ mol HCl bulunur.

Reaksiyonda kullanılan HCl çözeltisi 16,25 mL ($16{,}25 \cdot 10^{-3}$ L) olduğuna göre

$$M_{HCl} = \frac{n_{HCl}}{V_{HCl}} = \frac{16{,}16 \cdot 10^{-4} \text{ mol HCl}}{16{,}25 \cdot 10^{-3} \text{ L çözelti}} = \mathbf{0{,}09945\ M}\ \text{HCl bulunur.}$$

2. yol

Tepkime stokiyometrisinden $M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 2 \cdot n_{primer}$ bağıntısına ulaşılır. Tepkimede harcanan asit çözeltisinin hacmi, primer standart maddenin mol sayısı ve tesir değerliği yerine konularak

$$M_{HCl} \cdot 16{,}25 \cdot 10^{-3} = 2 \cdot 8{,}08.10^{-3}$$

eşitliğinin çözülmesiyle HCl çözeltisinin derişimi **0,09945 M** olarak hesaplanır.

Sıra Sizde

Baz analizinde kullanılmak üzere hazırlanan HCl çözeltisi, mol kütlesi 150 $g.mol^{-1}$ olan 1 değerli primer standart maddenin 0,156 gramı ile ayarlanıyor. **Titrasyonda kullanılan HCl çözeltisinin hacmi 9,10 mL olduğuna göre HCl çözeltisinin kesin derişimi kaç molardır?**

Asit Çözeltilerinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler

Sodyum Karbonat (Na_2CO_3): Primer standart Na_2CO_3 katısı %99,9 saflıktadır. Asit çözeltilerinin standardize edilmesinde en yaygın kullanılan primer standartlardan biridir. Mol kütlesi 106 gramdır. Susuz sodyum karbonat çok fazla nem çekici olduğundan kullanılmadan önce 200 °C'de 60-70 dakika kurutulmalıdır. Sıcaklığın çok yükselmemesine dikkat edilmelidir. Aksi hâlde bileşik CO_2 ve Na_2O oluşturacak şekilde parçalanır.

Na_2CO_3, H_2CO_3 zayıf asidinin tuzu olduğu için 2 değerli bir baz gibi davranır. HCl ile titrasyonunda

$$Na_2CO_3(suda) + 2HCl(suda) \rightarrow 2NaCl(suda) + CO_2(g) + H_2O(s)$$

tepkimesi gerçekleşir.

Na_2CO_3 ile HCl Çözeltisinin Ayarlanması: Etüvde kurutulmuş Na_2CO_3 katısından bir miktar hassas şekilde tartılıp kütlesi kaydedilir. Tartılan madde erlene aktarılır. Üzerine saf su ilave edilerek tam çözünmesi sağlanır. 1-2 damla metiloranj ilave edilip karıştırılır. Na_2CO_3 çözeltisi, ayarlanmak istenen HCl çözeltisi ile titre edilir. Erlendeki çözeltinin rengi kırmızı oluncaya kadar titrasyona devam edilir. Çözelti, içerisinde bulunan CO_2 gazını uçurmak için 10-15 dakika kaynatılır. Ortamda CO_2 in bulunması çözeltinin pH'ını düşürür. Bu durumda renk değişimi erken olur. Renk kaybı olursa birkaç damla daha asit çözeltisi ilave edilerek kırmızı rengin tekrar oluşması sağlanır. Titrasyon işlemi tamamlandıktan sonra harcanan toplam asit miktarı büretten dikkatli bir şekilde okunur. Hesaplamalar yapılarak HCl asit çözeltisinin kesin derişimi belirlenir.

Boraks ($Na_2B_4O_7.10H_2O$): Boraks, büyük molekül kütlesi (381,44 $g.mol^{-1}$), keskin dönüm noktası vermesi gibi sebeplerle avantajlı bir primer standart maddedir. Ayrıca saflaştırılmış boraksın sabit tartıma getirilmesine gerek yoktur. Bu nedenle, asit çözeltisi ayarlamada yaygın olarak kullanılmaktadır ancak saflaştırma işlemi biraz zaman alır. 1 mol boraks 2 mol H^+ ile tepkimeye girdiğinden 2 değerli primer standart maddedir. HCl ile tepkimesi aşağıdaki gibidir.

$$Na_2B_4O_7(suda) + 2HCl(suda) + H_2O(s) \rightarrow 2NaCl(suda) + 4HBO_2(suda)$$

Cıva(II) Oksit (HgO): HgO hidrat suyu içermeyen, iyi bir primer standart maddedir. Mol kütlesi 216,6 g'dır. Saf suda çözünmez ancak KI ilave edilirse $[HgI_4]^{2-}$ kompleksi oluşturarak çözünür. Bu sırada OH^- iyonları oluşur ve çözelti KOH çözeltisine dönüşür.

$$HgO(k) + H_2O(s) + 4KI(k) \rightarrow [HgI_4]^{2-}(suda) + 4K^+(suda) + 2OH^-(suda)$$

Bu tepkimede HgO bileşiği mol başına 2 mol OH^- iyonu verdiği için 2 değerli primer standart maddedir. HgO ile HCl arasında

$$HgO(k) + 2HCl(suda) \rightarrow HgCl_2(suda) + H_2O(s)$$

tepkimesi gerçekleşir. Bu nedenle HCl ile HgO arasında 2:1 stokiyometrik oranı vardır. Oluşan çözelti kuvvetli baz çözeltisi olduğu için ayarlama sırasında pH 4-10 aralığında renk değiştiren herhangi bir indikatör kullanılabilir.

Örnek

HCl çözeltisi, Na_2CO_3 katısı kullanılarak ayarlanmak isteniyor. 0,2375 g Na_2CO_3 numunesi HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyon sonucunda 35,75 mL asit çözeltisi harcandığına göre HCl çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.** (Na_2CO_3: 106)

Çözüm

Na_2CO_3 mol sayısı

$$n_{Na_2CO_3} = \frac{0,2375}{106} = 2,24 \cdot 10^{-3} \text{ mol olarak hesaplanır.}$$

1 mol Na_2CO_3	2 mol HCl ile tepkimeye giriyorsa
$2,24 \cdot 10^{-3}$ mol Na_2CO_3	n mol HCl ile tepkimeye girer.

$n = 2 \cdot 2,24 \cdot 10^{-3} = 4,48 \cdot 10^{-3}$ mol HCl bulunur.

Titrasyonda harcanan asit çözeltisinin hacminden yararlanarak HCl çözeltisinin kesin derişimi

$$M = \frac{4,48 \cdot 10^{-3}}{35,75 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0,1253\ M} \text{ olarak hesaplanır.}$$

Sıra Sizde

1. 0,2134 g Na_2CO_3 numunesinin HCl çözeltisi ile titrasyonunda 40,7 mL asit çözeltisi harcandığına göre HCl çözeltisinin kesin derişimini bulunuz. (Na_2CO_3: 106)

2. HCl çözeltisi 0,1815 g Na_2CO_3 katısı kullanılarak ayarlanmak isteniyor. **HCl çözeltisinin kesin derişimi 0,9998 M olarak hesaplandığına göre titrasyonda harcanan asit çözeltisinin hacmi kaç mL'dir?** (Na_2CO_3: 106)

2. Laboratuvar Çalışması

HCl Çözeltisinin Na_2CO_3 İle Ayarlanması

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

Amaç

0,1 M olarak hazırlanan HCl çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- 0,1 M HCl çözeltisi
- Katı Na_2CO_3
- Metil oranj
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Analitik terazi
- Spatül
- Saat camı
- Etüv
- Bek
- Üç ayak
- Amyant tel
- Spor düzeneği
- Beher
- Huni

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{Na_2CO_3}$:

V_{HCl}:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 5 gram Na_2CO_3 katısını tartınız. Tarttığınız Na_2CO_3 katısını sıcaklığı 200 °C'ye ayarlanmış etüvde yaklaşık 1 saat kurutunuz.
3. Katıyı 0,2-0,3 gram aralığında hassas olarak tartarak temiz bir erlene aktarınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Üzerine 100 mL kadar saf su ilave ederek katıyı çözünüz.
5. Çözeltiye 1-2 damla metiloranj ilave ederek hafifçe çalkalayınız.
6. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
7. Temiz bir bürete HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki sodyum karbonat çözeltisi kırmızı renk oluncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
9. Çözeltiyi bek alevinde 10 dk. kadar kaynatınız.
10. Çözeltinin rengi sarıya dönerse tekrar kırmızı oluncaya kadar damla damla HCl çözeltisi ilave ediniz. Harcadığınız HCl miktarını kaydediniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. 9. işlem basamağında çözeltinin kaynatılmasının nedenini açıklayınız.

2. Harcanan HCl çözeltisi ve Na_2CO_3 miktarından yararlanarak HCl çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

Asit Çözeltisinin Sekonder Çözeltiler ile Ayarlanması

Titrasyonda kullanılacak asit çözeltisinin standardize edilmesinde yakın zamanda ayarlanmış bir baz çözeltisi sekonder standart olarak kullanılabilir. Bu şekilde ayarlama yapılırken erlene baz çözeltisi, bürete asit çözeltisi konularak ya da tersi şekilde titrasyon yapılır.

Ayarlı KOH Çözeltisiyle HCl Çözeltisinin Ayarlanması: Ayarlı KOH çözeltisinden hassas olarak 10-20 mL aralığında alınarak erlene aktarılır. İçine 1-2 damla fenolftalein damlatılır. HCl çözeltisi bürete doldurularak sıfır ayarı yapılır. Büretten damla damla çözelti ilave edilerek erlendeki çözeltinin rengi pembeden renksize dönünceye kadar titrasyon işlemine devam edilir. Titrasyon işlemi tamamlandıktan sonra harcanan toplam asit miktarı büretten dikkatli bir şekilde okunur. Hesaplamalar yapılarak HCl çözeltisinin kesin derişimi belirlenir.

$$HCl(suda) + KOH(suda) \rightarrow KCl(suda) + H_2O(s)$$

denklemine göre KOH ile HCl arasındaki stokiyometrik oran 1:1 dir. 1 mol KOH, 1 mol HCl ile tepkimeye girmektedir.

1 mol KOH	1 mol HCl ile tepkimeye giriyorsa
n mol KOH	n mol HCl ile tepkimeye girer.

$n_{KOH} = n_{HCl}$ ilişkisi bulunur.

$$M_{KOH} = \frac{n_{KOH}}{V_{KOH}}$$

formülünden yararlanılarak

$$n_{KOH} = M_{KOH} \cdot V_{KOH}$$

olarak bulunur.

Titrasyonda harcanan asit çözeltisinin hacminden yararlanılarak HCl çözeltisinin kesin derişimi

$$M_{HCl} = \frac{n_{KOH}}{V_{HCl}} = \frac{M_{KOH} \cdot V_{KOH}}{V_{HCl}}$$

olarak hesaplanır.

Örnek

Bir yağ çözücü içindeki NaOH'in derişimini belirlemek için yaklaşık 0,1 M HCl çözeltisi hazırlanıyor. Bu çözeltiyi ayarlamak için 0,09985 M KOH çözeltisi sekonder standart olarak kullanılıyor. **20 mL KOH çözeltisi fenolftalein indikatörü yanında titre edildiğinde 19,45 mL HCl çözeltisi kullanıldığına göre HCl çözeltisinin kesin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

HCl ile KOH arasındaki tepkimenin denklemi

$$HCl + KOH \rightarrow KCl + H_2O$$

şeklindedir. Tepkimeden, reaktifler arasında stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir. O hâlde HCl'ün mol sayısı, tepkimede harcanan KOH'in mol sayısına eşittir. Reaksiyona sokulan KOH çözeltisinin hacmi 20 mL = 20.10^{-3} L'dir

$$n_{KOH} = M_{KOH} \cdot V_{KOH} = 0,09985 \cdot 20 \cdot 10^{-3} = 1,997 \cdot 10^{-3}$$

$n_{KOH} = n_{HCl} = 1,997 \cdot 10^{-3}$ mol HCl vardır.

Tepkimede kullanılan HCl çözeltisi hacmi 19,45 mL = $19,45 \cdot 10^{-3}$ L'dir. O hâlde

$$M_{HCl} = \frac{n_{HCl}}{V_{HCl}} = \frac{1,997 \cdot 10^{-3}}{19,45 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0,1027\ M\ HCl}\ \text{bulunur.}$$

2. yol

Nötralleşme tepkimesinde $n_{H^+} = n_{OH^-}$ eşitliğinden elde edilen

$$M_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot z_{HCl} = M_{KOH} \cdot V_{KOH} \cdot z_{KOH}$$

bağıntısında değerler yerine yazılırsa

$$M_{HCl} \cdot 19,45 \cdot 1 = 0,09985 \cdot 20 \cdot 1$$

eşitliği elde edilir. Bu eşitlikten HCl çözeltisinin derişimi **0,1027 M** bulunur.

Sıra Sizde

Yaklaşık 0,1 M olarak hazırlanan HCl çözeltisi, sekonder standart 0,0960 M KOH çözeltisi ile ayarlanmak isteniyor. Erlene 20 mL KOH çözeltisi konulup fenolftalein yanında HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **18,80 mL HCl çözeltisi eklenmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre HCl çözeltisinin kesin derişimi kaç M'dır?**

3. Laboratuvar Çalışması

HCl Çözeltisinin KOH Çözeltisiyle Ayarlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,1 M olarak hazırlanan HCl çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- 0,1 M HCl çözeltisi
- Ayarlı KOH çözeltisi
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Spor düzeneği
- Huni
- Erlen
- Pipet
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene ayarlı KOH çözeltisinden 20 mL koyunuz.
3. Üzerine 1-2 damla fenolftalein ilave ederek hafifçe çalkalayınız.
4. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
5. Temiz bir bürete HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
6. Büretin musluğunu hafifçe açarak erlendeki KOH çözeltisinin pembe rengi kaboluncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
7. Harcadığınız asit miktarını büretten dikkatlice okuyarak sonucu kaydediniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{KOH}:

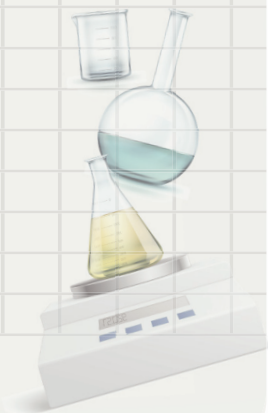
V_{KOH}:

V_{HCl}:

Değerlendirme

1. HCl çözeltisinin ayarlanmasında KOH çözeltisinin kullanılmasının nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda kullandığınız KOH çözeltisi ve harcadığınız HCl çözeltisinin hacminden yararlanarak HCl çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.



4. BÖLÜM

5.4. VOLÜMETRİK BAZ ANALİZİ UYGULAMALARI

Neler Öğreneceğiz?

- Kuvvetli Baz Titrasyonu
- Zayıf Baz Titrasyonu

Numunedeki baz miktarı, kuvvetli bir asit ile nötralleşme tepkimesine dayanarak tespit edilir. Bir erlene analiz edilecek baz çözeltisinden belirli hacimde alınır. Ayarlı asit çözeltisi bürete konularak sıfır ayarı yapılır. Uygun bir indikatör yanında yapılan titrasyon sonucunda harcanan asit çözeltisinin hacminden yararlanılarak baz çözeltisinin derişimi belirlenir.

Titrasyonda titrant olarak kullanılan çözelti mutlaka kuvvetli bir aside ait olmalıdır.

5.4.1. KUVVETLİ BAZLARIN TİTRASYONU

Kuvvetli bazların titrasyonunda, eşdeğerlik noktasında pH 7 olur. Dönüm noktasına kadar 7'den büyük olan pH değeri, eşdeğerlik noktasında çok az miktarda asit ilave edilmesiyle önemli miktarda düşer. Bu nedenle renk değişim pH aralığı 4-10 arasında olan herhangi bir indikatör bu titrasyonlarda kullanılabilir.

Çözeltideki baz derişimi, eşdeğerlik noktasında harcanan ayarlı asit çözeltisinin hacminden ve derişiminden yararlanılarak hesaplanır.

Örnek

0,1108 M ayarlı HCl çözeltisinden yararlanılarak NaOH çözeltisinin derişimi belirlenmek isteniyor. NaOH çözeltisinden, dikkatlice ölçülen 20 mL örnek erlene alınıyor. Üzerine reaksiyonun gözlenebilmesi için 50 mL kadar su ekleniyor ve 2 damla bromtimol mavisi damlatılıyor. **32,16 mL HCl çözeltisi ilave edildiği anda çözeltinin rengi maviden sarıya döndüğüne göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

HCl ile NaOH arasındaki nötralleşme tepkimesi

$$HCl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O$$

şeklindedir. Tepkimede HCl ile NaOH arasındaki stokiyometrik oran 1:1 dir. 1 mol HCl, 1 mol NaOH ile tepkimeye girmektedir. Tepkimeye giren HCl'ün mol sayısı

$$n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 0,1108 \cdot 32,16.10^{-3} = 3,563 \cdot 10^{-3} \text{ mol HCl}$$

Stokiyometrik oran 1:1 olduğu için

$$n_{NaOH} = n_{HCl} = 3,563 \cdot 10^{-3} \text{ mol NaOH}$$

Titre edilen NaOH çözeltisinin hacmi 20 mL = $20 \cdot 10^{-3}$ L olduğuna göre

$$M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{V_{NaOH}} = \frac{3,563 \cdot 10^{-3}}{20 \cdot 10^{-3}} = 0,1782 \text{ M NaOH}$$ bulunur.

2. yol

Nötralleşme tepkimesinde $n_{H^+} = n_{OH^-}$ eşitliğinden elde edilen

$$M_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot z_{HCl} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$$

bağıntısında değerler yerine yazılırsa

$$0,1108 \cdot 32,16 \cdot 1 = M_{NaOH} \cdot 20 \cdot 1$$

eşitliği elde edilir. Bu eşitlikten NaOH çözeltisinin derişimi **0,1782 M** bulunur.

Sıra Sizde

Laboratuvarda bulunan bir çözelti şişesinin etiketinde $Ba(OH)_2$ yazdığı ama derişiminin yazılı olmadığı görülmüştür. Bu çözeltinin derişiminin belirlenmesi için 0,09744 M ayarlı HCl çözeltisi kullanılmıştır. Derişimi belirlenecek çözeltiden 20 mL örnek, bir erlene alınmış ve fenolftalein yanında titre edilmiştir. **HCl çözeltisinden 14,6 mL ilave edildiği anda çözelti kalıcı olarak renksiz hâle geldiğine göre $Ba(OH)_2$ çözeltisi kaç M'dır?**

5.4.2. ZAYIF BAZLARIN TİTRASYONU

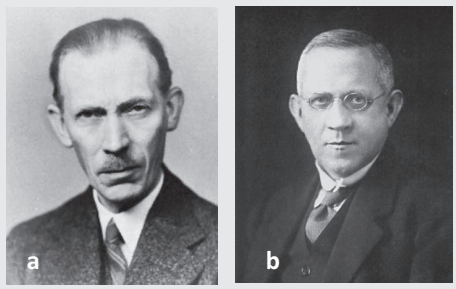
Zayıf bazlar suda çok az iyonlaşır. NH_3 ve organik bazlar (RNH_2) zayıf bazlardır. Bunların dışında zayıf asitlerin oluşturdukları Na_2CO_3, $NaHCO_3$, CH_3COONa vb. tuzlar zayıf baz özelliği gösterir. Zayıf bazların konjuge asidi olan iyonlar asidik karakterdedir. Bu nedenle zayıf bir bazın tuzu asidik özellik gösterir. Eşdeğerlik noktasında çözeltide bulunan asidik iyon sayesinde pH değeri 7'den küçük olur. Ayrıca dönüm noktasında pH değişim aralığı kuvvetli bazlara göre daha küçüktür. Bir değerli zayıf bazların titrasyonu kuvvetli bazlarla aynı şekilde yapılır. Çok değerli zayıf bazların verdiği OH^- iyonları ise teker teker reaksiyona girer.

BİLGİ KUTUSU

Johannes Nicolaus Brønsted (Yohens Nikolaus Bronstıd) ve Thomas Martin Lowry (Tamıs Martin Lavri) birbirlerinden bağımsız olarak asit ve bazları tepkimede H^+ (proton) alışverişine göre tanımlamışlardır (Görsel 5.8). Bu tanıma göre bir tepkimede H^+ alan madde baz, H^+ veren madde asidik özellik gösterir.

$$NH_3(suda) + H_2O(s) \rightleftharpoons NH_4^+(suda) + OH^-(suda)$$

tepkimesinde NH_3 maddesi H_2O'dan H^+ alarak NH_4^+ iyonuna, H_2O ise H^+ vererek OH^- iyonuna dönüşmektedir. O hâlde NH_3 baz, H_2O ise asit olarak davranmıştır. Bazın H^+ almasıyla oluşan türe o bazın **konjuge asidi**, asidin H^+ kaybetmesiyle oluşan türe ise o asidin **konjuge bazı** denir. NH_4^+ iyonu NH_3 ın konjuge asidi, OH^- iyonu ise H_2O'yun konjuge bazıdır.



Görsel 5.8: **a.** Johannes Nicolaus Brønsted **b.** Thomas Martin Lowry

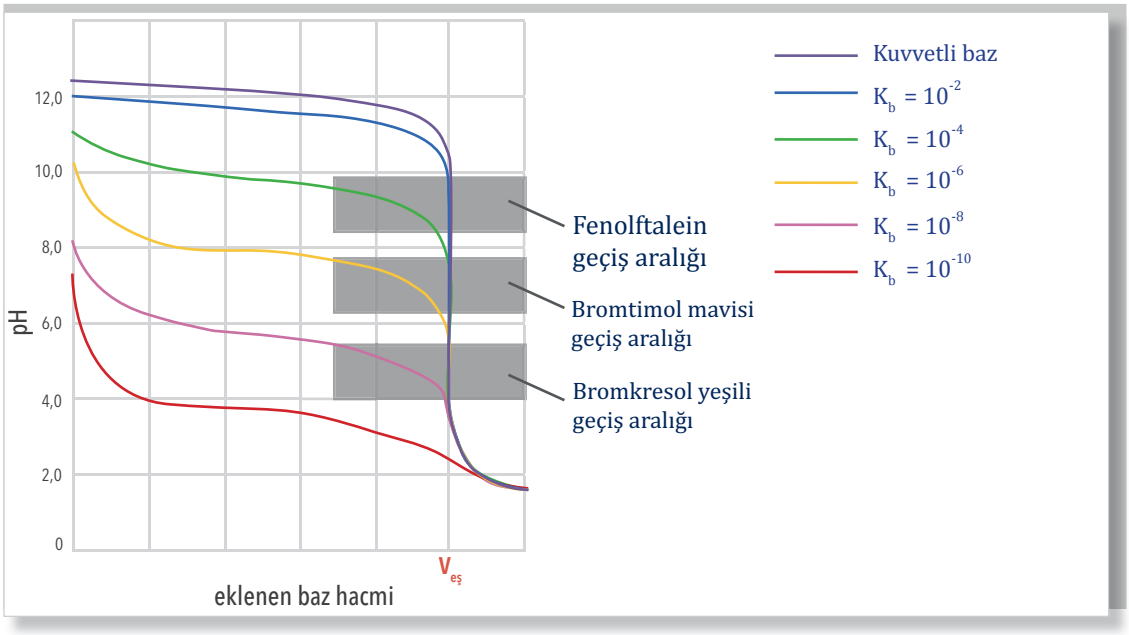
Bir Değerli Zayıf Bazların Titrasyonu

Bir değerli zayıf bazların HCl ile nötralleşme tepkimesi Brønsted-Lowry asit-baz tanımına göre

$$B(suda) + HCl(suda) \rightarrow BH^+(suda) + Cl^-(suda)$$

şeklindedir. Eşdeğerlik noktası öncesinde HCl çözeltisi ilave edilmesi ile birlikte B/BH^+ tampon çözeltisi oluşur. BH^+ iyonu suda hidroliz olur. Eşdeğerlik noktasında ortamın pH'ı bu iyon tarafından belirlenir. Eşdeğerlik noktasından sonra eklenen fazla asit BH^+ iyonunun hidrolizini baskılar, pH fazla eklenen asit tarafından belirlenir.

Eşdeğerlik noktası asidik bölgede olduğu için renk değiştirme aralığı asidik bölgede olan bir indikatör kullanılmalıdır. Titre edilen bazın K_b değeri ne kadar büyükse dönüm noktasındaki pH değişimi de o kadar büyük olur (Görsel 5.9). Örneğin derişimi 0,1 M olan kuvvetli bir bazın titrasyonunda dönüm noktasında pH 10'dan 4'e düşer. K_b değeri 10^{-2} olan bir bazın 0,1 M'lık çözeltisinin titrasyonunda da pH, dönüm noktasında yaklaşık 10'dan 4'e düşer. Bunun gibi bazların titrasyonunda birçok asit-baz indikatörü kullanılabilir. K_b değeri 10^{-6} olan zayıf bir bazın 0,1 M'lık çözeltisinin titre edilirken dönüm noktasında pH yaklaşık 6'dan 4'e düşmektedir. Böyle bir bazın titrasyonu sırasında fenolftalein gibi renk değişimi pH 8-10 arasında olan bir indikatörün kullanılması -erken renk değiştireceği için- analizde negatif hataya sebep olur.



Görsel 5.9: 1 değerli bazların bazlık sabitleri (K_b) ile titrasyon eğrileri arasındaki ilişki

Çok Değerli Zayıf Bazların Titrasyonu

Çok değerli zayıf bazların titrasyonunda bazların değerlikleri kadar dönüm noktası olur. B ile gösterilen iki değerli bir bazın HCl ile titrasyonu sırasında birinci eşdeğerlik noktasına kadar

$$B(suda) + HCl(suda) \rightarrow BH^+(suda) + Cl^-(suda)$$

tepkimesi gerçekleşir. Eşdeğerlik noktası öncesinde B/BH^+ tamponu meydana gelir. Bazın tümüyle BH^+ iyonuna dönüşmesi ile birinci eşdeğerlik noktasına ulaşılır. Bu anda ortamın pH'ı BH^+ iyonu tarafından belirlenir. Bundan sonra HCl ilave edilmeye devam edilirse

$$BH^+(suda) + HCl(suda) \rightarrow BH_2^{2+}(suda) + Cl^-(suda)$$

tepkimesi gerçekleşerek BH^+/BH_2^{2+} tamponu oluşur. BH^+ iyonu tamamen BH_2^{2+} iyonuna dönüştüğünde ikinci eşdeğerlik noktasına ulaşılır. Ortamın pH'ı bu iyon tarafından belirlenir. Bu andan sonra asit ilavesine devam edilirse BH_2^{2+} iyonunun hidrolizi eklenen fazla asit tarafından baskılanır. Ortamın pH'ı eklenen fazla asit tarafından belirlenir.

İndikatör seçimi yine bazın iyonlaşma sabiti değerlerine bakılarak yapılmalıdır. Çok değerli bazların her bir değerliği için ayrı iyonlaşma sabiti değeri vardır. İki değerli bir bazın K_{b_1} ve K_{b_2} şeklinde iki iyonlaşma sabiti bulunur. K_{b_1} sabiti, K_{b_2} sabitinden daima daha büyüktür. 1. eşdeğerlik noktası için uygun bir indikatör yanında titrasyon yapılıyorsa birinci reaksiyon dikkate alınarak hesaplama yapılmalıdır. 2. eşdeğerlik noktasına uygun bir indikatör yanında yapılan titrasyonda ise yukarıdaki iki reaksiyonun toplamına göre hesaplama yapılır.

$$B(suda) + 2HCl(suda) \rightarrow BH_2^{2+}(suda) + 2Cl^-(suda)$$

Örnek

Laboratuvarda bulunan bir amonyak çözeltisi, derişiminin belirlenmesi için 0,1046 M ayarlı HCl çözeltisi ile titre ediliyor. Amonyak çözeltisinden 5 mL ölçülüp bir erlene konularak saf su ile yaklaşık 20 mL'ye seyreltiliyor. **Metiloranj indikatörü yanında yapılan titrasyonda 26,8 mL HCl ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre analizi yapılan NH_3 çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

NH_3 ile HCl arasında gerçekleşen tepkime

$$NH_3 + HCl \rightarrow NH_4^+ + Cl^-$$

şeklindedir. Tepkimede reaktifler arasındaki stokiyometrik oran 1:1 dir. Her 1 mol HCl, 1 mol NH_3 ile reaksiyona girer. Titrasyonda harcanan HCl çözeltisinin hacmi 26,8 mL $= 26,8.10^{-3}$ L'dir

NH_3 ın mol sayısı

$$n_{NH_3} = n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 0,1046 \cdot 26,8.10^{-3} = 2,80 \cdot 10^{-3} \text{ mol } NH_3$$

Analiz edilen amonyak çözeltisinden alınıp titre edilen numune 5 mL $= 5 \cdot 10^{-3}$ olduğundan NH_3 çözeltisinin M derişimi

$$M_{NH_3} = \frac{n_{NH_3}}{V_{NH_3}} = \frac{2,80 \cdot 10^{-3}}{5 \cdot 10^{-3}} = 0,56 \text{ M } NH_3 \text{ bulunur.}$$

Sıra Sizde

Bir değerli zayıf bir baz olan metilamin (CH_3NH_2) çözeltisinin 10 mL'si 0,0985 M HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **24,2 mL HCl çözeltisi ilave edilmesiyle dönüm noktasına ulaşıldığına göre CH_3NH_2 derişimi kaç M'dır?**

4. Laboratuvar Çalışması

Ayarlı Asit Çözeltisi İle Kuvvetli Baz Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

NaOH çözeltisinin derişimini ayarlı HCl çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı HCl çözeltisi
- NaOH çözeltisi
- Saf su
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Pipet
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene NaOH çözeltisinden 20 mL koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla fenolftalein ilave ederek hafifçe çalkalayınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete ayarlı HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki NaOH çözeltisinin pembe rengi kayboluncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcadığınız asit miktarını büretten dikkatlice okuyarak sonucu kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{HCl}:

V_{NaOH}:

V_{HCl}:

Değerlendirme

1. NaOH çözeltisinin derişiminin belirlenmesinde HNO_3 yerine HCl çözeltisinin kullanılmasının nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda kullandığınız NaOH çözeltisi ve harcadığınız HCl çözeltisinin hacminden yararlanarak NaOH çözeltisinin derişimini hesaplayınız.

5. Laboratuvar Çalışması

Ayarlı Asit Çözeltisi İle Zayıf Baz Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

NH_3 çözeltisinin derişimini ayarlı HCl çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı HCl çözeltisi
- NH_3 çözeltisi
- Saf su
- Bromtimol mavisi

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Pipet
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene NH_3 çözeltisinden 20 mL koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla bromtimol mavisi ilave ederek hafifçe çalkalayınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete, ayarlı HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki NH_3 çözeltisinin mavi rengi sarıya dönünceye kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcadığınız asit miktarını büretten dikkatlice okuyarak sonucu kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{HCl}:

V_{NH_3}:

V_{HCl}:

Değerlendirme

1. Kuvvetli bazların analizinde fenolftalein kullanırken NH_3 gibi zayıf bir bazın analizinde neden bromtimol mavisi kullanılır?

2. Titrasyonda kullandığınız NH_3 çözeltisi ve harcadığınız HCl çözeltisinin hacminden yararlanarak NH_3 çözeltisinin derişimini hesaplayınız.

6. Laboratuvar Çalışması

Ayarlı Asit Çözeltisi İle Zayıf Baz Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

$NaHCO_3$ çözeltisinin derişimini ayarlı HCl çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı HCl çözeltisi
- $NaHCO_3$ çözeltisi
- Saf su
- Metiloranj

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Pipet
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene $NaHCO_3$ çözeltisinden 20 mL koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla metiloranj ilave ederek hafifçe çalkalayınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete ayarlı HCl çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki $NaHCO_3$ çözeltisinin turuncu rengi kırmızıya dönünceye kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcadığınız asit miktarını büretten dikkatlice okuyarak sonucu kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{HCl}:

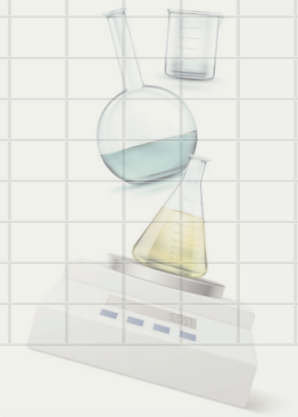
V_{NaHCO_3}:

V_{HCl}:

Değerlendirme

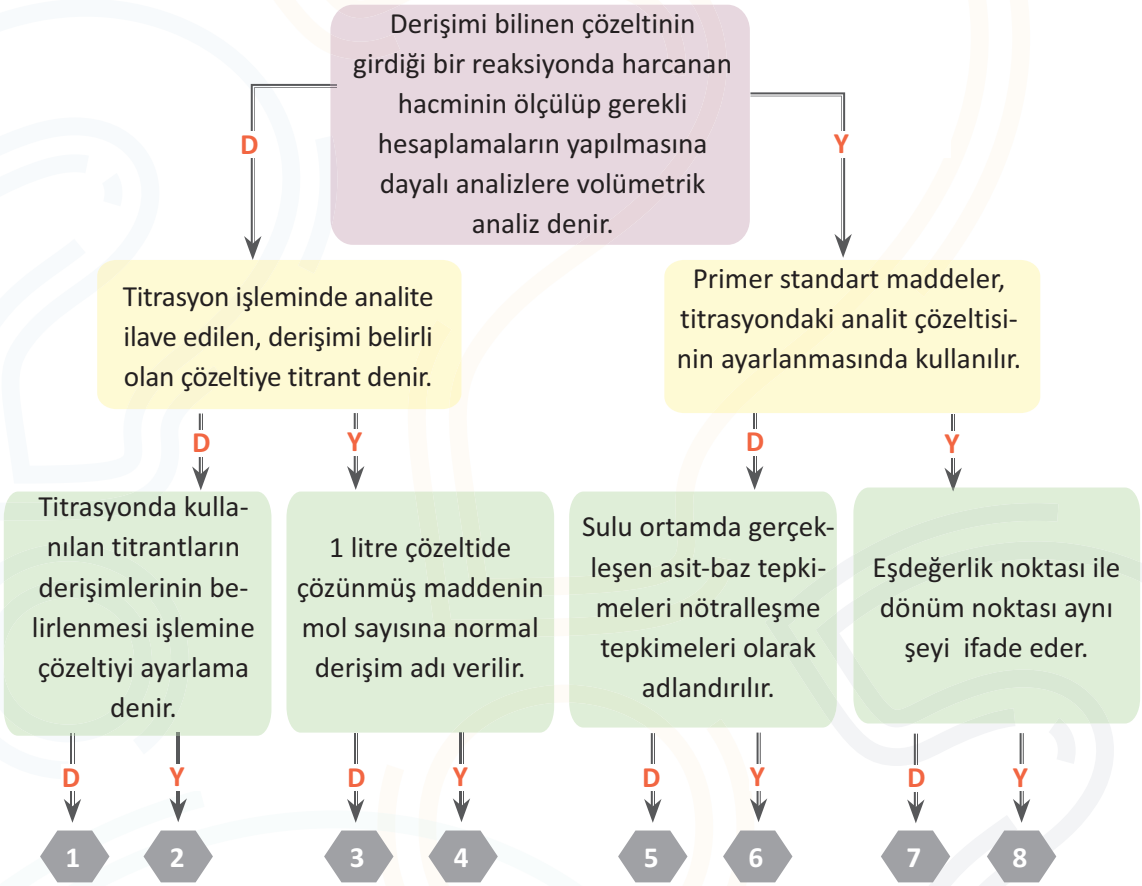
1. $NaHCO_3$ ın asitlerle titre edilebilirliğini Brønsted-Lowry tanımını kullanarak açıklayınız.

2. Titrasyonda kullandığınız $NaHCO_3$ çözeltisi ve harcadığınız HCl çözeltisinin hacminden yararlanarak $NaHCO_3$ çözeltisinin derişimini hesaplayınız.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Baz miktarı tayini hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Baz miktarı tayini ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Volümetrik analizler belirli derişimde reaktifin analit çözeltisi üzerine damla damla ilave edilmesi sırasında reaksiyonun takip edilmesine dayanır.

( ) **b.** İndikatör, analit çözeltisine istenilen miktarda konulabilir.

( ) **c.** Volümetrik analizde referans olarak kullanılan, çok yüksek saflıkta elde edilebilen maddelere primer standart denir.

( ) **ç.** Primer standart maddelerin mol kütlesi küçük olmalıdır.

( ) **d.** Nötralleşme titrasyonlarında zayıf asitler zayıf bazlarla, zayıf bazlar da zayıf asitlerle titre edilir.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 Derişimi bilinmeyen bir asidin kuvvetli baz ile derişimi bilinmeyen bazın kuvvetli asitle titrasyonuna dayanan volümetrik analizlere ..... titrasyonları denir.

Yukarıda verilen cümlede boş bırakılan yere gelmesi gereken ifade hangisidir?

A) kompleksleşme
B) redoks
C) çöktürme
D) nötralleşme
E) gravimetrik

2 Aşağıdaki tabloda bazı indikatörlerin renk değiştirdikleri pH aralıkları verilmiştir.

İNDİKATÖR	pH ARALIĞI
Bromkresol yeşili	3,8-5,5
Bromtimol mavisi	6,0-7,6
Fenolftalein	8,2-9,8
Alizarin sarısı	10,2-12,1

Tabloya göre, zayıf bir baz olan NH_3 ın HCl çözeltisi ile titrasyonunda

I. Fenolftalein
II. Bromtimol mavisi
III. Bromkrezol yeşili
IV. Alizarin sarısı

indikatörlerinden hangileri kullanılabilir?

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

3 **Zayıf bir bazın titrasyonunda titrant olarak kullanılacak asit**

I. Zayıf asit
II. Ayarlı çözelti
III. Güçlü yükseltgen

özelliklerinden hangilerine sahip olmalıdır?

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

4 **Aşağıdakilerden hangisi primer standart maddelerin taşıması gereken özelliklerden birisi değildir?**

A) Hidrat suyu içermeyen bir bileşik olmalıdır.
B) Havada kararlı olmalıdır.
C) Molekül ağırlığı büyük olmalıdır.
D) Kolayca temin edilebilmelidir.
E) Titrasyonda çökelek oluşturmalıdır.

5 **2 M 500 mL H_2SO_4 çözeltisinden 0,8 M H_2SO_4 çözeltisi elde etmek için ilk çözeltiye kaç mL su eklenmelidir?**

A) 1250 B) 1000
C) 750 D) 500
E) 250

6 **1,48 g $Ca(OH)_2$ katısı kullanılarak hazırlanan 100 mL çözeltinin molar derişimi aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?** ($Ca(OH)_2$: 74 $g.mol^{-1}$)

A) 0,1 B) 0,2
C) 0,3 D) 0,3
E) 0,4

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1. **Volümetrik analizde reaksiyonun tamamlandığını anlamak için hangi yöntemlerden yararlanılır?**

2. **2 M 500 mL HNO_3 çözeltisi hazırlamak için yoğunluğu 1,3818 $g.mol^{-1}$ olan %63'lük HNO_3 çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?** (HNO_3:63)

3. Nötralleşme titrasyonu için hazırlanan HCl çözeltisi iki değerli primer standart bir madde olan HgO ile ayarlanmak isteniyor. 0,356 g HgO katısı tartılarak yeterli miktarda KI ile birlikte suda çözülüyor. Elde edilen primer standart madde çözeltisi 31,55 mL HCl ile titre ediliyor. **HCl çözeltisinin molar derişimini hesaplayınız.** (HgO:216,6)

   $HgO + 2HCl \rightarrow HgCl_2 + H_2O$

4. Yaklaşık 0,1 M derişimde hazırlanan HCl çözeltisinin gerçek molaritesinin belirlenmesi amacı ile primer standart madde olan Na_2CO_3 katısından 0,170 g tartılıp erlene aktarılıyor. Üzerine 100 mL saf su ekleniyor. Gerekli işlemler yapıldıktan sonra HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda harcanan HCl çözeltisinin hacmi 34,7 mL olduğuna göre HCl çözeltisinin gerçek molaritesini hesaplayınız.** (Na_2CO_3:106)

   $Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$

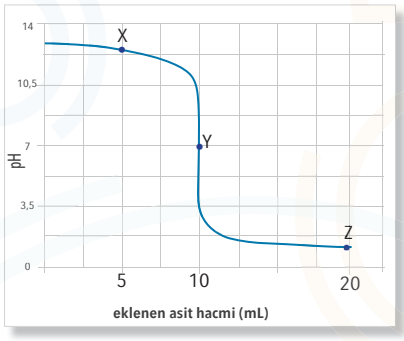
5 Bir numunedeki amonyak miktarının belirlenmesi amacı ile yapılan titrasyonda 0,11 M ayarlı HCl çözeltisinden 15 mL harcanmıştır. **Numunedeki amonyak miktarı kaç gramdır?** (NH_3: 17)

$NH_3 + HCl \rightarrow NH_4Cl$

6 Çamaşır sodasındaki Na_2CO_3 miktarının belirlenmesi için 0,556 g numune alınıyor. Numune saf suda uygun şekilde çözüldükten sonra erlene aktarılarak çözelti 100 mL'ye tamamlanıyor. Üç damla metiloranj indikatörü damlatılıp 75 mL 0,12 M HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **Buna göre numunedeki Na_2CO_3 ın yüzdesi kaçtır?** (Na_2CO_3: 106)

$Na_2CO_3 + 2HCl \rightarrow 2NaCl + CO_2 + H_2O$

7



Yandaki grafikte 0,1 M 20 mL NaOH çözeltisinin 0,2 M HCl çözeltisi ile titrasyonu sırasında pH değişimi gösterilmektedir. **Buna göre X, Y ve Z noktalarındaki pH değerlerini hesaplayınız.**

8 **KOH bazının H_2SO_4 çözeltisi ile nötralleşme tepkimesini yazarak denkleştiriniz. 0,4 mol KOH için kaç mol H_2SO_4 harcanır, hesaplayınız.**

6. ÖĞRENME BİRİMİ

ASİT MİKTARI TAYİNİ

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Sirkeleşme, mikroorganizmanın yaptığı bir çeşit mayalamadır. Bu bakteri, meyvede bulunan organik maddelerden bazılarını bol oksijenli ortamda yükseltgeyerek asetik aside dönüştürür.

Elma, armut, üzüm gibi meyvelerden doğal yollarla sirke üreten küçük bir işletme ürünlerine yapıştırdıkları etiketlerde asetik asit miktarını belirtmek istemektedir. Her bir ürünün içerisinde bulunan asetik asit miktarını nasıl tespit edebilirler? Tartışınız.

Temel Kavramlar

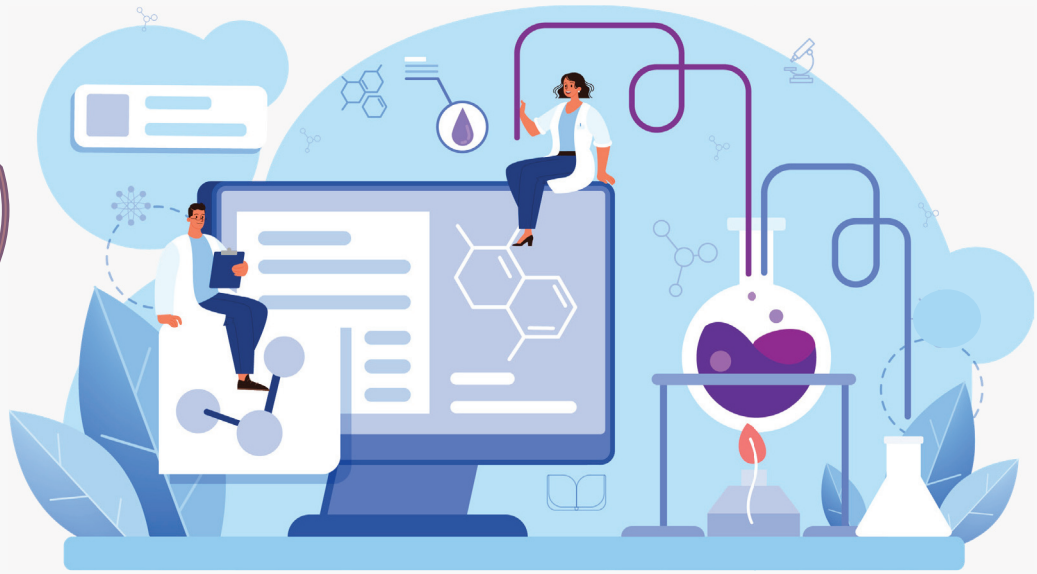
- Asit
- Baz
- İndikatör
- Titrasyon

KONULAR

6.1. BAZ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

6.2. VOLÜMETRİK ASİT ANALİZİ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM



Neler Öğreneceğiz?

- Baz Çözeltisi Hazırlama
- Baz Çözeltisi Ayarlama

6.1. BAZ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

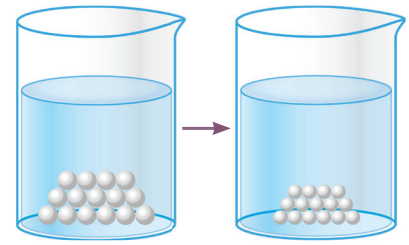
6.1.1. BAZ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

Asit analizlerinde kullanılan standart çözeltiler çoğunlukla NaOH, KOH ve $Ba(OH)_2$ bazları kullanılarak hazırlanır. Havadaki nemden ve CO_2 gazından kolaylıkla etkilenen bu bileşiklerin hiçbiri primer standart değildir ve kristallerinin yüzeyleri katyonun karbonatı ile kaplıdır. Karbonat içeren bu bileşiklerle hazırlanan çözeltiler titrasyonda hataya sebep olacağı için baz çözeltisi hazırlanırken karbonat iyonunun ve çözeltiyi hazırlamak için kullanılacak suda çözünmüş CO_2 gazının uzaklaştırılması gerekir. CO_2 gazını uzaklaştırmak için su iyice kaynatıldıktan sonra ağzı kapatılarak soğutulmalıdır. Sıcak su ile hazırlanan baz çözeltisi havadan hızla CO_2 adsorbe edeceği için çözelti soğutulmuş su ile hazırlanmalıdır.

Gıdaların olgunlaşması sırasında ya da fermantasyon sonucunda organik asitler oluşur. Organik asitler, gıdaların işlenmesi sırasında bozulmalarını önlemek ve tat vermek amacıyla sonradan da eklenebilir. Özellikle gıdaların işlenmesi sırasında pH değeri çok önemli olduğu için gıdalara sıklıkla asit analizi yapılmaktadır.

Karbonatsız NaOH veya KOH çözeltisi aşağıdaki yöntemlerle hazırlanır.

1. Yöntem: CO_2 adsorbsiyonu baz kristallerinin yıkanmasıyla giderilebilir. İstenilen derişim için hesaplanan miktarın iki katı kadar NaOH veya KOH katısı tartılarak -herbir kristalin boyutunun yaklaşık yarısı kalıncaya kadar- saf su ile yıkanır (Görsel 6.1). Kalan katı, beherde az miktarda su ile çözülüp 1 L'lik balon jojeye alınır ve ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur. Ağzı iyice kapatılıp saklanır.

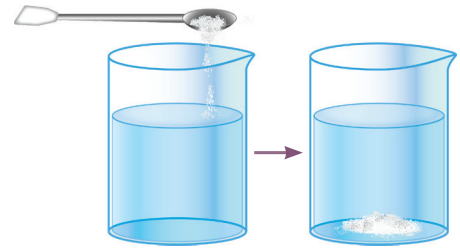


Görsel 6.1: Baz kristallerinin yıkanarak küçültülmesi

2. Yöntem: Önce istenilen derişim için hesaplanan NaOH miktarının 3-4 katı kadar tartılıp eşit kütlede suyun içinde çözülerek doygun NaOH çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltinin derişimi yaklaşık 19 M'dır. İyice dinlendirildiği zaman Na_2CO_3 dibe çöker (Görsel 6.2). Üstteki berrak kısımdan çözelti alınıp balon jojeye aktarılır ve istenilen oranda seyreltilir. Ağzı kapatılarak saklanır. Bu yöntemle KOH çözeltisi hazırlanamaz çünkü oluşacak K_2CO_3 ın hidroksitli ortamdaki çözünürlüğü yüksektir.

Görsel 6.2: Doygun NaOH çözeltisinde Na_2CO_3 çökmesi

3. Yöntem: İstenilen derişim için hesaplanan bazın yaklaşık 2,5-3 katı tartılarak 50 mL suda çözüldükten sonra 250 mL'ye seyreltilir. Her 10 g baz için 1 g $BaCl_2$ katısı eklenip karbonat iyonları $BaCO_3$ şeklinde çöktürülür. Üzerine birkaç mL 1 M Na_2SO_4 çözeltisi eklenerek Ba^{2+} iyonlarının aşırısı $BaSO_4$ şeklinde çöktürülür ve ağzı kapatılarak dinlendirilir (Görsel 6.3). Üstte kalan berrak çözeltiden 100 mL kadarı 1 L'lik balon jojeye alınır ve ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur. Ağzı hemen kapatılarak CO_2 adsorbe etmesi önlenir.



Görsel 6.3: Karbonat iyonlarının $BaCO_3$ şeklinde çöktürülmesi

$Ba(OH)_2$ çözeltisi hazırlanırken kristallerin yüzeyindeki $BaCO_3$ suda çözünmediği için çöker ve süzülerek ortamdan ayrılır.

Çözelti hangi yöntemle hazırlanırsa hazırlansın atmosferdeki CO_2 ile etkileşmesinin önüne geçilmelidir. Bunun için çözelti hazırlandıktan sonra ağzı sıkıca kapatılmalıdır.

NaOH çözeltisi, camdaki SiO_2 ile reaksiyona girerek sodyum silikat oluşturur. Bu nedenle cam kaplarda 1-2 haftadan fazla saklanmamalıdır. Baz çözeltilerinin polietilenden yapılmış kaplarda saklanması durumunda bu bozulmanın önüne geçilmiş olur.

Baz çözeltisi hem havadaki karbondioksitten etkilenir hem de camla reaksiyon verir. Bu nedenle bürette uzun süre bekletilmesi uygun değildir. Büret sadece analiz yapılacağı zaman doldurulmalı, işlem bittiğinde de hemen boşaltılmalıdır.

Örnek

Bir asit numunesinin analizinde kullanılmak üzere 0,1 M'lık 500 mL NaOH çözeltisi hazırlanmak isteniyor. **Baz çözeltisi hazırlama yöntemlerinden yararlanarak çözeltinin hazırlanışını açıklayınız.** (NaOH: 40 g.mol^{-1})

Çözüm

Çözeltinin M derişimi 1 litresinde çözünmüş maddenin mol sayısı olduğundan istenen çözeltide bulunması gereken NaOH kütlesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$m\,(g)\,NaOH = 0{,}5\ L\ çözelti \cdot \frac{0{,}1\ mol\ NaOH}{1\ L\ çözelti} \cdot \frac{40\ g\ NaOH}{1\ mol\ NaOH}$$

çözeltide m = 2 g NaOH bulunmalıdır.

1. yöntemde 4 g kadar NaOH katısı tartılır ve bir behere konur. Kaynatılıp soğutulmuş 10 mL kadar saf su ile yıkanarak her bir kristalin yaklaşık yarısının çözünmesi sağlanır. Daha sonra kalan katının tamamı 50 mL kadar saf su ile çözülüp 500 mL'lik balon jojeye aktarılır. Ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur.

2. yöntemde 10 g kadar NaOH tartılıp 10 mL kadar saf su ile karıştırılarak çözünür. Kabın ağzı kapatılıp atmosferdeki CO_2 ile etkileşmesi önlenir. Na_2CO_3 çöküp dipteki bulanık kısım ile üstte berrak kısım ayrılıncaya kadar dinlendirilir. Berrak kısım doygun NaOH çözeltisi olduğu için derişimi yaklaşık 19 M'dır. Bu kısımdan kaç mL alınacağı seyreltme hesabı ile aşağıdaki gibi hesaplanır.

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

Burada C_1 doygun NaOH çözeltisinin derişimi (19 M), V_1 bu çözeltiden alınması gereken hacim, C_2 hazırlanmak istenen çözeltinin derişimi (0,1 M), V_2 ise hazırlanmak istenen çözeltinin hacmidir.

$$19 \cdot V_1 = 0{,}1 \cdot 500 \qquad V_1 = \frac{0{,}1 \cdot 500}{19} = 2{,}63\ mL \text{ bulunur.}$$

Doygun çözeltiden alınan 2,63 mL'lik kısım 500 mL'lik balon jojeye alınıp üzerine ölçü çizgisine kadar saf su eklenerek 500 mL'ye tamamlanır.

3. yönteme göre bu çözeltiyi hazırlamak için 2 · 2,5=5 g kadar NaOH tartılır. 20 mL kaynatılıp soğutulmuş saf suda çözülüp 125 mL'ye seyreltilir. Çözelti üzerine 1 g kadar katı $BaCl_2$ ilave edilerek $BaCO_3$ ın çökmesi sağlanır. Daha sonra 3 mL kadar 1 M Na_2SO_4 eklenerek Ba^{2+} iyonlarının aşırısı uzaklaştırılır. Ağzı kapalı hâlde 1 saat kadar dinlendirilerek tüm katının dibe çökmesi sağlanır. Bu çözeltiden -dipteki katının karışmaması için- pipet yardımı ile 50 mL alınıp 500 mL'lik balon jojeye aktarılır. Üzerine saf su eklenerek 500 mL'ye tamamlanır.

UYARI : Hazırlanan baz çözeltisi, anyon değiştirici reçinelerden geçirilerek de karbonatsız hâle getirilebilir.

1. Laboratuvar Çalışması

0,1 M NaOH Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,1 M derişimde NaOH çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı NaOH
- Kaynatılıp soğutulmuş saf su

Araç Gereç

- Beher
- Baget
- Spatül
- Analitik terazi
- 250 mL balon joje
- Piset

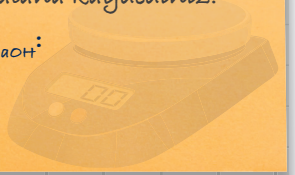
İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 0,1 M 250 mL çözelti hazırlamak için gereken NaOH kütlesini hesaplayınız. 1. yönteme göre çözelti hazırlamak için gereken NaOH miktarını belirleyiniz.
3. Belirlediğiniz miktarda NaOH katısını tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Her bir kristal yaklaşık yarısı boyutuna gelecek şekilde küçülünceye kadar saf su ile birkaç kez yıkayınız.
5. Yıkama sonrası kalan katıyı bir behere koyup yeterli miktarda kaynatılıp soğutulmuş saf su ile çözünüz.
6. Beherdeki çözeltiyi 250 mL'lik balon jojeye aktarınız.
7. Beheri bir kaç kez de saf su ile yıkayıp aynı balon jojeye aktarınız.
8. Balon jojeyi yarısına kadar saf su ile doldurunuz. Çalkalayarak iyice karışmasını sağlayınız.
9. Balon jojeyi ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurup bir kez daha karıştırınız.
10. Elde ettiğiniz çözeltiyi diğer arkadaşlarınızın çözeltileri ile karıştırarak sonraki analizlerde kullanılmak üzere şişeleleyerek etiketleyiniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{NaOH}:



Değerlendirme

Çözelti hazırlanırken kullanılan saf suyun kaynatılıp soğutulma nedenini açıklayınız.

6.1.2. BAZ ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Metal hidroksitleri, primer standart olmadıklarından çözeltisi hazırlandıktan sonra ayarlanmalıdır. Baz çözeltilerinin ayarlanmasında primer standart asitlerden yararlanılabilir. Yakın zamanda ayarlanmış HCl gibi bir asit çözeltisinin sekonder standart olarak kullanılmasıyla da ayarlama yapılabilir.

Baz Çözeltisinin Sekonder Standart HCl İle Ayarlanması

Ayarlı HCl çözeltisi ile ayarlama işleminde; NaOH çözeltisi erlene, HCl çözeltisi bürete veya HCl çözeltisi erlene, NaOH çözeltisi bürete konularak titrasyon yapılır.

Örnek

0,1 M olarak hazırlanan NaOH çözeltisi 0,09980 M HCl çözeltisi kullanılarak ayarlanmak isteniyor. 10 mL NaOH çözeltisi alınarak asit çözeltisi ile fenolftalein yanında titre ediliyor. **Titrasyon işleminde 9,55 mL HCl çözeltisi harcandığına göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

$$HCl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O$$

tepkimesinde HCl ile NaOH bileşikleri arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir. O hâlde çözeltideki NaOH'in mol sayısı titrasyonda harcanan HCl'ün mol sayısına eşittir. Reaksiyona giren çözelti hacimleri litreye çevrilerek mol sayıları ile işlem yapılır.

$V_{HCl} = 9{,}55\ mL = 9{,}55 \cdot 10^{-3}\ L$

$V_{NaOH} = 10\ mL = 10 \cdot 10^{-3}\ L$

$n_{NaOH} = n_{HCl} = M_{HCl} \cdot V_{HCl} = 0{,}09980 \cdot 9{,}55 \cdot 10^{-3} = 9{,}53 \cdot 10^{-4}$ mol NaOH olduğu bulunur.

Analiz edilen NaOH 10 mL olduğundan

$$M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{V_{NaOH}} = \frac{9{,}53 \cdot 10^{-4}}{10 \cdot 10^{-3}} = 0{,}0953\ M \text{ bulunur.}$$

Aynı sonuç eşdeğerlik noktasında $n_{H^+} = n_{OH^-}$ eşitliğinden

$M_{HCl} \cdot V_{HCl} \cdot z_{HCl} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$ bağıntısıyla bulunabilir.

$0{,}09980 \cdot 9{,}55 \cdot 1 = M_{NaOH} \cdot 10 \cdot 1$

$M_{NaOH} = 0{,}0953\ M$ bulunur.

UYARI : Her yapılan titrasyonda analizciden kaynaklanan kişisel hataların olması mümkündür. Bu hataların giderilmesi için sonuçlar arasında %1'den az fark oluncaya kadar birkaç kez titrasyon yapılmalıdır.

Sıra Sizde

Yaklaşık 0,1 M olarak hazırlanmış NaOH çözeltisi, 0,1015 M HCl çözeltisi ile ayarlanmak isteniyor. Erlene konan 10 mL HCl çözeltisi içerisine 2 damla fenolftalein indikatörü ilave edilerek NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 10,80 mL NaOH çözeltisi kullanıldığına göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Baz Çözeltisinin Primer Standart Maddelerle Ayarlanması

Primer standart maddelerle ayarlama yapılırken, hassas olarak tartılan primer standart maddenin çözeltisi erlene, derişimi ayarlanacak çözelti ise bürete konularak işlem yapılır. Bazın ayarlanmasında kullanılan primer standart madde asittir. Tesir değerliği "z" olan bir asit ile NaOH arasındaki tam nötralleşme reaksiyonu

$$H_zA(suda) + zNaOH(suda) \rightarrow Na_zA(suda) + zH_2O(s)$$

şeklinde gerçekleşir.

Bazın derişimi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$n_{H^+} = n_{OH^-}$$

$$n_{primer} \cdot z_{primer} = M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}$$

Bu bağıntıda

n_{primer}: primer standart maddenin mol sayısı,

z_{primer}: primer standart maddenin tesir değerliği,

M_{baz}: baz çözeltisinin molar derişimi,

V_{baz} : titrasyonda harcanan bazın litre cinsinden hacmi,

z_{baz} : bazın tesir değerliğidir.

Örnek

NaOH çözeltisi, 2 değerli primer standart bir asit kullanılarak ayarlanmak isteniyor. $4{,}8 \cdot 10^{-4}$ mol primer standart madde tartılarak bir erlende çözeltisi hazırlanıyor. Üzerine 1 damla fenolftalein indikatörü ilave edilip büretteki NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **9,80 mL NaOH çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

2 değerli primer standart asidin formülü H_2A şeklinde gösterilirse NaOH ile aralarındaki tepkime

$$H_2A + 2NaOH \longrightarrow Na_2A + 2H_2O$$

şeklinde olur. Denklemden H_2A ile NaOH bileşikleri arasındaki stokiyometrik oranın 1:2 olduğu görülür.

1 mol H_2A	2 mol NaOH ile tepkimeye giriyorsa
$4{,}8 \cdot 10^{-4}$ mol H_2A	n mol NaOH ile tepkimeye girer.

$$n \text{ mol NaOH} = 4{,}8 \cdot 10^{-4} \text{ mol } H_2A \cdot \frac{2 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ mol } H_2A} = \mathbf{9{,}6 \cdot 10^{-4} \text{ mol}} \text{ olarak bulunur.}$$

Titrasyonda harcanan NaOH çözeltisi 9,8 mL = $9{,}8 \cdot 10^{-3}$ L olur.

$$M_{NaOH} = \frac{n_{NaOH}}{V_{NaOH}} = \frac{9{,}6 \cdot 10^{-4} \text{ mol NaOH}}{9{,}8 \cdot 10^{-3} \text{ L NaOH}} = \mathbf{0{,}0980 \text{ M}}$$

2. yol

$$n_{H_2A} \cdot z_{H_2A} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$$

$$4{,}8.10^{-4} \cdot 2 = M_{NaOH} \cdot 9{,}8 \cdot 10^{-3} \cdot 1$$

Buradan NaOH derişimi **0,0980 M** bulunur.

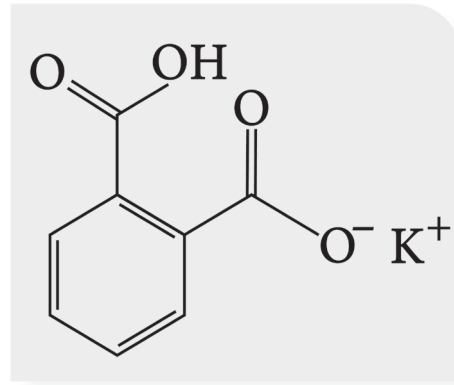
Sıra Sizde

Mol kütlesi 180 g olan 1 değerli primer standart bir asitten 108 mg alınarak erlende tamamen çözülüyor. 1 damla fenolftalein indikatörü damlatıldıktan sonra $Ba(OH)_2$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Yapılan titrasyonda 12,4 mL $Ba(OH)_2$ çözeltisi harcandığına göre $Ba(OH)_2$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Baz Çözeltisinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler

Potasyum Hidrojen Ftalat [$KH(C_8H_4O_4)$]: Ftalik asit 2 değerli organik asittir. Bu asidin bir protonunun KOH ile tepkimesinden oluşan potasyum hidrojen ftalat (KHP) (Görsel 6.4) zayıf asidik özellik gösterir. Ftalik asit 2 değerli olmasına rağmen KHP bir protonu kullandığından 1 değerli asittir.

KHP %99,9 saflıkta bulunur. Nem çekici (higroskopik) olmadığından hidrat suyu içermez. Yine de kullanmadan önce 120 °C'de 2 saat kadar kurutulması daha iyi sonuç verir. Mol kütlesi 204,22 gramdır. Büyük mol kütlesi sayesinde hesaplamalarda sağlıklı sonuçlar verir. Bu özellikleri ile iyi bir primer standart maddedir. Zayıf bir asit olduğundan dönüm noktasında çözelti bazik olur. Bu nedenle fenolftalein yanında titre edilmelidir. Metiloranj gibi asidik ortamda renk değiştiren bir indikatör erken renk değiştireceği için hataya sebep olur.



Görsel 6.4: Potasyum hidrojen ftalatın bağ yapısı

Potasyum hidrojen ftalatın NaOH ile girdiği tepkime aşağıdaki gibidir.

$$KH(C_8H_4O_4)(suda) + NaOH(suda) \rightarrow NaK(C_8H_4O_4)(suda) + H_2O(s)$$

Sülfamik asit ($HO\text{-}SO_2\text{-}NH_2$): Sülfamik asit mol kütlesi 97,09 g olan 1 değerli asittir. Kuvvetli sayılabilecek bir asit olduğundan pH 4-10 aralığında renk değiştiren herhangi bir indikatör yanında titre edilebilir. %99,9 saflıkta bulunabilir. 205 °C sıcaklıkta bozunmaya uğrar, bu nedenle kurutma işleminde sıcaklık fazla yükseltilmemelidir.

Oksalik asit ($H_2C_2O_4.2H_2O$): Oksalik asit mol kütlesi 126 g olan 2 değerli asittir. Kristallendirilmiş hâlde, hidrat suyu dışında bir miktar fiziksel bağlı su (nem) bulundurur. Bu sudan kurtulmak için etüvde kurutulması gerekir ancak bu sırada kısmen hidrat suyunu da kaybeder. Bu nedenle saf hâlde $H_2C_2O_4.2H_2O$ elde etmek kolay değildir. Bunu sağlamanın en iyi yolu kurutulmuş oksalik asidin bir gece kadar $NaBr.2H_2O$'da bekletilmesidir. Hazırlanan oksalik asitten 0,1-0,2 g aralığında hassas şekilde tartılarak erlende çözeltisi hazırlanır ve fenolftalein yanında titre edilir.

NaOH ile aşağıdaki gibi reaksiyon verir.

$$2NaOH(suda) + H_2C_2O_4(suda) \rightarrow Na_2C_2O_4(suda) + 2H_2O(s)$$

Potasyum asit iyodat [$KH(IO_3)_2$]: Potasyum asit iyodat, mol kütlesi 389,95 g olan 1 değerli bir asittir. Higroskopik olmadığından hidrat suyu içermeyen hâli kolaylıkla elde edilebilir. Kuvvetli bir asit olduğu için pH 4-10 aralığında renk değiştiren herhangi bir indikatör yanında titre edilebilir.

Sıra Sizde

1. NaOH çözeltisi oksalik asit ile ayarlanmak isteniyor. 0,1465 g $H_2C_2O_4.2H_2O$ hassas bir şekilde tartılarak saf su ile 100 mL çözelti hazırlanıyor. Elde edilen çözelti üzerine bir damla fenolftalein indikatörü damlatılıyor ve NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 23,7 mL NaOH çözeltisi harcandığına göre ayarlı NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** ($H_2C_2O_4.2H_2O$: 126)

2. KOH çözeltisi KHP ile ayarlanmak isteniyor. 0,226 g KHP hassas olarak tartıldıktan sonra erlende tamamen çözülüyor. **Fenolftalein yanında titre edildiğinde 9,8 mL KOH çözeltisi harcandığına göre KOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** (KHP : 204,22)

3. Asit numunesi analizinde kullanılmak üzere hazırlanan $Ba(OH)_2$ çözeltisinin ayarlanmasında potasyum asit iyodat kullanılıyor. 280 mg $KH(IO_3)_2$ tartılıp çözeltisi hazırlanıyor ve $Ba(OH)_2$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 8,3 mL $Ba(OH)_2$ çözeltisi kullanıldığına göre $Ba(OH)_2$ çözeltisi kaç M'dır?** [$KH(IO_3)_2$: 389,95]

2. Laboratuvar Çalışması

Baz Çözeltisinin Sekonder Standart Çözelti İle Ayarlanması

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

Amaç

0,1 M NaOH çözeltisinin kesin derişimini ayarlı HCl çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- NaOH çözeltisi
- Ayarlı HCl çözeltisi
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Spor düzeneği
- Piset
- Erlen
- Beher
- Huni

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Erlene 20 mL ayarlı HCl çözeltisi koyunuz.
3. Üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü damlatınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
4. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
5. Temiz bir bürete NaOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
6. Büretin musluğunu hafifçe açınız. Erlendeki çözelti pembe renk alıncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
7. Harcanan NaOH miktarını dikkatlice okuyarak sarfiyatı kaydediniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{HCl}:

V_{HCl}:

V_{NaOH}:

Değerlendirme

1. NaOH çözeltisinin ayarlanmasında HCl çözeltisinin kullanılmasının nedeni nedir? HCl dışında hangi asit çözeltileri kullanılabilir?

2. Titrasyonda kullandığınız HCl çözeltisi ve harcadığınız NaOH çözeltisinin hacminden yararlanarak NaOH çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

3.Laboratuvar Çalışması

Baz Çözeltisinin Primer Standart Madde İle Ayarlanması

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

Amaç

0,1 M NaOH çözeltisinin kesin derişimini oksalik asit yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- NaOH çözeltisi
- Katı $H_2C_2O_4.2H_2O$
- Saf su
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Hassas terazi
- Spatül
- Beher
- Piset
- Huni
- Etüv

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{H_2C_2O_4.2H_2O}$:

V_{NaOH}:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Primer standart $H_2C_2O_4.2H_2O$'tan hassas olarak 2 g kadar tartınız.
3. 105-120 °C'ye ayarlanmış etüvde 1-2 saat kurutunuz.
4. Kurutulmuş $H_2C_2O_4.2H_2O$ katısından 0,2-0,3 g kadar hassas olarak tartınız, bir erlende saf su ile çözünüz.
5. Erlendeki çözelti üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü ekleyip rengini kontrol ediniz.
6. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
7. Temiz bir bürete NaOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Büretin musluğunu hafifçe açarak erlendeki çözelti pembe renk alıncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
9. Harcanan NaOH miktarını dikkatlice okuyarak sarfiyatı kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Oksalik asidin düşük sıcaklıkta kurutulmasının nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız NaOH çözeltisinin hacminden ve oksalik asidin mol sayısından yararlanarak baz çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

2. BÖLÜM

6.2. VOLÜMETRİK ASİT ANALİZİ UYGULAMALARI

Neler Öğreneceğiz?

» Kuvvetli ve Zayıf Asitlerin Titrasyonu

Bir numunede bulunan asit miktarının analizi nötralleşme titrasyonundan yararlanılarak yapılır. Erlene alınan asit çözeltisi kuvvetli baz çözeltisi ile titre edilip harcanan baz çözeltisi hacminden asidin derişimi hesaplanır.

Titre edilen madde ister kuvvetli ister zayıf asit olsun, eşdeğerlik noktasında asit miktarının hesaplanması yine aynı şekilde yapılır. Eşdeğerlik noktasına ulaşmak için gereken baz miktarı asidin kuvvetine bağlı değildir.

6.2.1. KUVVETLİ ASİTLERİN TİTRASYONU

Kuvvetli asitlerin titrasyonunda eşdeğerlik noktasında pH değeri 7 olur. Bu nedenle renk dönüm bölgesi pH 4-10 arasında olan herhangi bir indikatör kullanılabilir.

Çözeltideki asit derişimi nötralleşme reaksiyonunun stokiyometrisinden veya H^+ ve OH^- iyonlarının mol sayısının eşitliğinden hesaplanabilir.

$$n_{H^+} = n_{OH^-}$$ eşitliğinden

$$M_{asit} \cdot V_{asit} \cdot z_{asit} = M_{baz} \cdot V_{baz} \cdot z_{baz}$$

eşitliği türetilerek derişim, hacim ve tesir değerliğinin formülde yerine konulmasıyla asit derişimi hesaplanır.

Örnek

H_2SO_4 çözeltisi, 0,1024 M ayarlı NaOH çözeltisi kullanılarak fenolftalein indikatörü yanında titre ediliyor. Asit çözeltisinden alınan 20 mL örneğin titrasyonunda 14,3 mL NaOH çözeltisi ilave edildiğinde erlendeki çözeltinin pembe renk aldığı görülüyor. **Buna göre H_2SO_4 çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

H_2SO_4 ile NaOH arasındaki tepkime

$$H_2SO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_4 + 2H_2O$$

şeklindedir. Reaksiyonda harcanan 14,3 mL ($14{,}3 \cdot 10^{-3}$ L) çözeltideki NaOH'in mol sayısı

$$n_{NaOH} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = 0{,}1024 \cdot 14{,}3 \cdot 10^{-3} = 1{,}46 \cdot 10^{-3}$$

olarak hesaplanır. Tepkimede H_2SO_4 ile NaOH bileşikleri arasındaki stokiyometrik oran 1:2 olduğundan

2 mol NaOH	1 mol H_2SO_4 ile tepkimeye giriyorsa
$1{,}46 \cdot 10^{-3}$ mol NaOH	n mol H_2SO_4 ile tepkimeye girer.

$$n \text{ mol } H_2SO_4 = 1{,}46 \cdot 10^{-3} \text{ mol NaOH} \cdot \frac{1 \text{ mol } H_2SO_4}{2 \text{ mol NaOH}} = 7{,}3 \cdot 10^{-4} \text{ mol } H_2SO_4$$

bulunur. Titre edilen H_2SO_4 çözeltisinin hacmi 20 mL ($20 \cdot 10^{-3}$ L) olduğundan bu çözeltinin M derişimi

$$M_{H_2SO_4} = \frac{n_{H_2SO_4}}{V_{H_2SO_4}} = \frac{7{,}3 \cdot 10^{-4} \text{ mol } H_2SO_4}{20 \cdot 10^{-3} \text{ L } H_2SO_4} = \mathbf{0{,}037\ M\ H_2SO_4}$$ olarak hesaplanır.

Yukarıda yapılan işlemler aşağıdaki gibi bir araya toplanabilir.

$$M_{H_2SO_4} = \frac{14{,}3 \text{ mL NaOH} \cdot \frac{1 \text{ L NaOH}}{1000 \text{ mL NaOH}} \cdot \frac{0{,}1024 \text{ mol NaOH}}{1 \text{ L NaOH}} \cdot \frac{1 \text{ mol } H_2SO_4}{2 \text{ mol NaOH}}}{20 \cdot 10^{-3} \text{ L } H_2SO_4}$$

İşlemler yapıldığında H_2SO_4 derişimi **0,037 M** olarak bulunur.

2. yol

Eşdeğerlik noktasında H^+ ve OH^- sayıları eşit olduğundan

$$M_{H_2SO_4} \cdot V_{H_2SO_4} \cdot z_{H_2SO_4} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$$

eşitliği yazılabilir. Burada eşitliğin iki tarafında da hacim olduğu için -birimleri aynı olmak şartıyla- litreye çevirmeden de işlem yapılabilir.

$$M_{H_2SO_4} \cdot 20 \cdot 2 = 0{,}1024 \cdot 14{,}3 \cdot 1$$

$M_{H_2SO_4} = \mathbf{0{,}037\ M}$ olarak bulunur.

Örnek

5 L'lik HBr çözeltisinden alınan 10 mL numunenin titrasyonunda 0,04546 M ayarlı $Ba(OH)_2$ çözeltisi kullanılıyor. **15,6 mL $Ba(OH)_2$ çözeltisi ilavesinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre 5 L çözelti içinde kaç mol HBr asidi vardır?**

Çözüm

1. yol

HBr ile $Ba(OH)_2$ arasında gerçekleşen tepkime

$$2HBr + Ba(OH)_2 \rightarrow BaBr_2 + 2H_2O$$

şeklindedir. Reaksiyonda kullanılan 15,6 mL ($15,6 \cdot 10^{-3}$ L) çözeltide $Ba(OH)_2$ in mol sayısı

$$n_{Ba(OH)_2} = M_{Ba(OH)_2} \cdot V_{Ba(OH)_2} = 0,04546 \cdot 15,6 \cdot 10^{-3} = 7,09 \cdot 10^{-4} \text{ mol } Ba(OH)_2$$

bulunur. Tepkime denkleminde HBr ile $Ba(OH)_2$ bileşikleri arasındaki stokiyometrik oran 1:2 olduğundan

1 mol $Ba(OH)_2$	2 mol HBr ile tepkimeye giriyorsa
$7,09 \cdot 10^{-3}$ mol $Ba(OH)_2$	n mol HBr ile tepkimeye girer.

$$n_{HBr} = 2 \cdot 7,09 \cdot 10^{-3} = 1,418 \cdot 10^{-3} \text{ mol HBr bulunur.}$$

Titre edilen 10 mL numune 5 L çözeltiden alınmıştır. Soruda 5 L çözeltideki HBr mol sayısı istendiğine göre orantı kurularak toplam mol sayısı hesaplanır. 5 L = 5000 mL

10 mL çözeltide	$1,418 \cdot 10^{-3}$ mol HBr bulunuyorsa
5000 mL çözeltide	n mol HBr bulunur.

$$\text{n mol HBr} = \frac{5000 \cdot 1,418 \cdot 10^{-3}}{10} = \mathbf{0,709} \text{ moldür.}$$

2. yol

Eşdeğerlik noktasında H^+ ve OH^- sayıları eşit olduğundan

$$M_{HBr} \cdot V_{HBr} \cdot z_{HBr} = M_{Ba(OH)_2} \cdot V_{Ba(OH)_2} \cdot z_{Ba(OH)_2}$$

eşitliği yazılabilir. Buradan HBr çözeltisinin molar derişimi bulunur.

$$M_{HBr} \cdot 10 \cdot 1 = 0,04546 \cdot 15,6 \cdot 2$$

$$M_{HBr} = 0,1418 \text{ M bulunur.}$$

Molar derişim 1 L çözeltide bulunan mol sayısı olduğu için 5 L çözeltideki HBr'ün mol sayısı

$$n_{HBr} = M_{HBr} \cdot V_{HBr} = 0,1418 \cdot 5$$

n_{HBr} = **0,709 mol** olarak bulunur.

Sıra Sizde

1. 15 mL HCl çözeltisinin titrasyonunda 0,09845 M ayarlı NaOH çözeltisi kullanılıyor. **23,2 mL NaOH çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre HCl çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

2. 1 değerli kuvvetli asit çözeltisinin 30 mL'si metiloranj indikatörünün yanında titre ediliyor. Titrasyonda 0,1015 M ayarlı NaOH çözeltisi kullanılıyor. **4,4 mL NaOH çözeltisi ilave edildiği anda çözeltinin rengi sarıya döndüğüne göre asit çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

3. 2 değerli asit çözeltisinin 2 L'lik şişesinde kaç mol asit olduğu belirlenmek isteniyor. Bu şişeden 20 mL asit alınarak 0,042 M ayarlı $Ba(OH)_2$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 16 mL baz çözeltisi kullanıldığına göre 2 L'lik şişede bulunan asidin mol sayısı kaçtır?**

6.2.2. ZAYIF ASİTLERİN TİTRASYONU

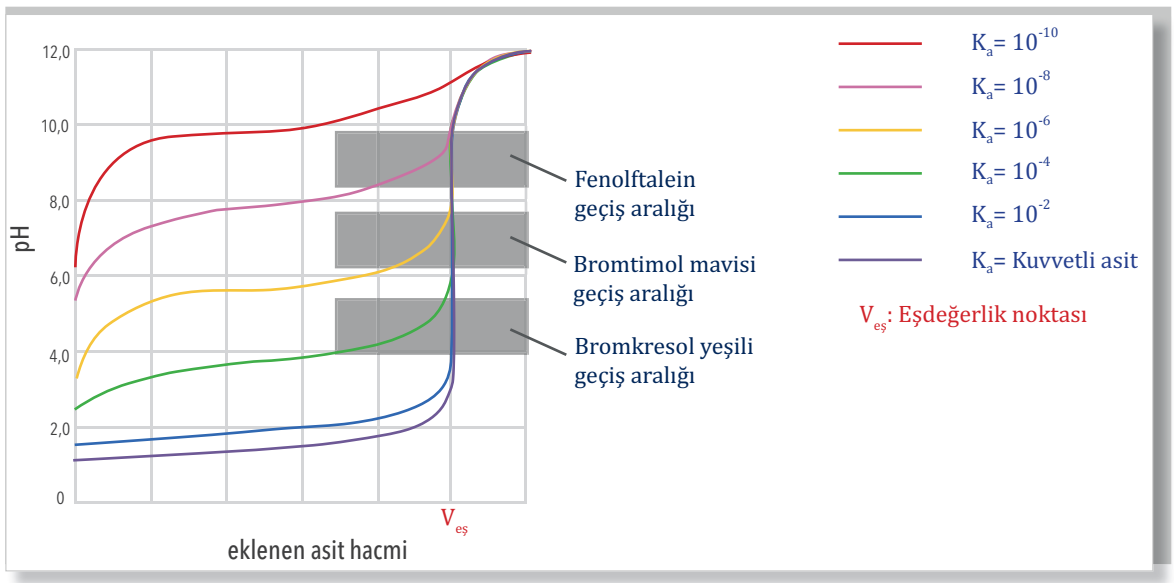
Zayıf asitler suda çok az iyonlaşır. Titrasyon sırasında baz çözeltisi eklendikçe asit ayrışır. Eşdeğerlik noktasına kadar çözeltide tampon sistemi meydana gelir. Eşdeğerlik noktasında titre edilen zayıf asit, baz ile tuz çözeltisi oluşturur. Bu tuz hidroliz olduğu için eşdeğerlik noktasında ortam baziktir. Bir değerli zayıf asitlerin titrasyonu kuvvetli asitlerle aynı şekilde yapılır. Çok değerli zayıf asitlerin oluşturdukları H^+ iyonları eklenen baz çözeltisiyle teker teker reaksiyona girer.

Bir Değerli Zayıf Asitlerin Titrasyonu

Bir değerli HA zayıf asidinin NaOH ile titrasyonunda

$$HA(suda) + Na^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow Na^+(suda) + A^-(suda) + H_2O(s)$$

tepkimesi gerçekleşir. Eşdeğerlik noktası öncesinde, NaOH çözeltisinin ilave edilmesi ile birlikte HA/A^- tampon çözeltisi oluşur. Eşdeğerlik noktasında, oluşan tuzun bazik karakteri HA asidinin kuvveti ile ters orantılıdır. HA'nın K_a değeri ne kadar küçükse eşdeğerlik noktasında pH o kadar büyüktür. Eşdeğerlik noktasının pH'ı, kullanılan indikatörün renk değişim aralığına yakın olmalıdır. Bu nedenle indikatör seçilirken asidin K_a değeri dikkate alınmalıdır. K_a değeri 10^{-7} den daha küçük olan bir asidin titrasyonunda pH 3-7 aralığında renk değiştiren bir indikatör (metiloranj vb.) eşdeğerlik noktasından önce renk değiştireceği için negatif hataya sebep olur. Böyle bir asit için pH 8'in üzerinde renk değiştiren fenolftalein gibi bir indikatör kullanmak gerekir. Doğru indikatör ile çalışıldığı sürece kuvvetli asitlerle aynı şekilde hesaplama yapılarak çözelti derişimi ve içerdiği asit miktarı hesaplanabilir. K_a değeri görece büyük olan bir asidin titrasyonunda ise daha küçük pH'larda renk değiştiren indikatörler kullanılabilir. K_a değeri 10^{-4}-10^{-5} seviyesinde olan asitler için renk değişim aralığı pH 6-8 aralığında olan indikatörler ile çalışılabilir. K_a değeri 10^{-3} ve daha büyük olan asitlerde için ise kuvvetli asitler kullanılan indikatörlerden faydalanılabilir (Görsel 6.5).



Görsel 6.5 : 1 değerli asitlerin asitlik sabitleri (K_a) ile titrasyon eğrileri arasındaki ilişki

Çok Değerli Zayıf Asitlerin Titrasyonu

Çok değerli zayıf asitler protonlarını birer birer verdiği için bu asitlerin titrasyonlarında değerlikleri kadar eşdeğerlik noktası olur. Örneğin H_2A formülü ile gösterilen bir asidin NaOH ile titrasyonunda önce

$$H_2A(suda) + Na^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow Na^+(suda) + HA^-(suda) + H_2O(s)$$

tepkimesi gerçekleşir. NaOH ilave edilmeye başlandıktan hemen sonra birinci eşdeğerlik noktasına gelininceye kadar H_2A/HA^- tamponu oluşur. Asidin tümüyle HA^- iyonuna dönüşmesi ile birinci eşdeğerlik noktasına ulaşılır. Bu anda ortamın pH'ını HA^- iyonu belirler. Baz ilave etmeye devam edilirse ikinci proton

$$HA^-(suda) + Na^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow Na^+(suda) + A^{2-}(suda) + H_2O(s)$$

tepkimesine göre harcanır. Birinci eşdeğerlik noktasından sonra baz ilavesi ile ortamda HA^-/A^{2-} tamponu oluşur. HA^- tamamen A^{2-} iyonuna dönüştüğü anda ikinci eşdeğerlik noktasına ulaşılır. Bu anda ortamın pH değeri A^{2-} iyonu tarafından belirlenir. Bundan sonra baz ilave edilmeye devam edilirse A^{2-} iyonunun su ile hidrolizi baskılanmış olur ve pH'ı sadece eklenen baz çözeltisi belirler.

Seçilen indikatörün hangi eşdeğerlik noktasını tespit etmeye uygun olduğu bilinmelidir. Bunun için yine asidin iyonlaşma sabiti değerinden yararlanılır. Ancak çok değerli zayıf asitlerin, protonlarını teker teker verdikleri için 2 tane K_a değerleri vardır. Birinci proton için asitlik sabiti K_{a_1} ikinci proton için asitlik sabiti K_{a_2}dir. K_{a_1} her zaman K_{a_2} den daha büyüktür.

İndikatör birinci eşdeğerlik noktası için uygun bir indikatörse yukarıdaki birinci reaksiyon dikkate alınarak hesaplama yapılır. İkinci eşdeğerlik noktasına uygun bir indikatör ile titrasyon yapılıyorsa yukarıdaki iki reaksiyonun toplamına göre hesaplanır.

$$H_2A(suda) + 2Na^+(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow 2Na^+(suda) + A^{2-}(suda) + 2H_2O(s)$$

2 değerli bir asit olan H_2CO_3 için $K_{a_1} = 4{,}5.10^{-5}$, $K_{a_2} = 4{,}7.10^{-11}$ dir. Birinci eşdeğerlik noktasında ortamın pH'ı yaklaşık 7,5 olur. İkinci eşdeğerlik noktasında ise pH yaklaşık 11 dir. Bu durumda metiloranj gibi asidik ortamda renk değiştiren bir indikatör kullanılması negatif hata oluşturur. Bromtimol mavisi (BTM) renk değişim aralığı (6-7,6) birinci eşdeğerlik noktasına karşılık gelir. Birinci iyonlaşma dikkate alınıp 1 değerli asit titrasyonu gibi hesaplama yapılır (Görsel 6.6).

Görsel 6.6 : Çeşitli pH değerlerinde BTM'nin renk değişimi

Fenolftaleinin renk değişim aralığı (8-10) bu asidin titrasyonu için uygun değildir. Her iki eşdeğerlik noktası da bu aralığın dışında kalır. Alizarin sarısının renk değişim aralığı ise (10,2-12,1) ikinci eşdeğerlik noktasını içine alır. Alizarin sarısı kullanılan titrasyonlarda iki iyonlaşmanın toplamı dikkate alınarak hesaplama yapılır.

Örnek

Sirke asidi olarak bilinen asetik asit (CH_3COOH) 1 değerli zayıf asittir. Sirkeden alınan 15 mL örnek, içindeki asetik asit miktarını bulmak için fenolftalein indikatörü yanında 0,09866 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 12,90 mL NaOH çözeltisi ilave edilmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre sirkedeki asetik asit derişimi kaç M'dır?** (Çözeltinin asitliğinin sadece asetik asitten kaynaklandığı kabul edilecek.)

Çözüm

1. yol

Doğru indikatör yardımı ile 1 değerli kuvvetli asitlerle aynı şekilde hesaplama yapılır. Molaritelerden mol sayısı hesaplanırken veya mol sayısından molarite hesaplanırken hacim L'ye çevrilmelidir.

Bu durumda $V_{CH_3COOH} = 15\ mL = 15 \cdot 10^{-3}\ L$

$V_{NaOH} = 12,90\ mL = 12,90 \cdot 10^{-3}\ L$ olur.

Titrasyon sırasında

$$CH_3COOH + NaOH \longrightarrow CH_3COONa + H_2O$$

tepkimesi gerçekleşir. CH_3COOH ile NaOH bileşikleri arasında stokiyometrik oran 1:1 olduğu için eşdeğerlik noktasında

$n_{CH_3COOH} = n_{NaOH}$ olur.

$n_{NaOH} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} = 0,09866 \cdot 12,90.10^{-3} = 1,273 \cdot 10^{-3}$ mol NaOH bulunur.

$n_{CH_3COOH} = n_{NaOH}$ olduğundan CH_3COOH'in mol sayısı da $1,273 \cdot 10^{-3}$ olur.

$$M_{CH_3COOH} = \frac{n_{CH_3COOH}}{V_{CH_3COOH}} = \frac{1,273 \cdot 10^{-3}}{15 \cdot 10^{-3}} = 0,0848\ M$$

Sirke içerisinde **0,0848 M CH_3COOH** bulunmaktadır.

2. yol

Eşdeğerlik noktasında asidin yapısındaki H^+ iyonu sayısı eklenen OH^- iyonu sayısına eşit olacağından kuvvetli asitlerde olduğu gibi

$$M_{Asit} \cdot V_{Asit} \cdot z_{Asit} = M_{Baz} \cdot V_{Baz} \cdot z_{Baz}$$

eşitliği de kullanılabilir.

$M_{Asit} \cdot 15 \cdot 1 = 0,09866 \cdot 12,90 \cdot 1$

$M_{Asit} =$ **0,0848 M CH_3COOH** bulunur.

Örnek

1 L nitröz asit (HNO_2) çözeltisi içinde çözünmüş HNO_2 asidinin miktarı bulunmak isteniyor. Bunun için asitten alınan 20 mL örnek, fenolftalein indikatörü yanında 0,1065 M ayarlı NaOH ile titre ediliyor. **Titrasyonda 32,8 mL NaOH çözeltisi kullanıldığına göre asit çözeltisinde bulunan HNO_2 asidi kaç gramdır?** (HNO_2: 47)

Çözüm

Nitröz asit çözeltisinin molar derişiminden yararlanılarak istenen hacimdeki çözeltide çözünmüş mol sayısı ve kütlesi bulunabilir.

$$M_{HNO_2} \cdot V_{HNO_2} \cdot z_{HNO_2} = M_{NaOH} \cdot V_{NaOH} \cdot z_{NaOH}$$

$$M_{HNO_2} \cdot 20 \cdot 1 = 0{,}1065 \cdot 32{,}8 \cdot 1$$

$$M_{HNO_2} = 0{,}1747\ M$$

Analiz edilen çözelti 1 L olduğundan HNO_2 in mol sayısı çözeltinin M derişimine eşittir.

$n_{HNO_2} = 0{,}1747$ mol

1 mol HNO_2 47 g ise

0,1747 mol HNO_2 m (g) gramdır.

$$m_{HNO_2} = 0{,}1747 \cdot 47$$

$m_{HNO_2} =$ **8,210 g HNO_2** bulunur.

Sıra Sizde

Formik asit, karınca asidi olarak bilinen 1 değerli organik asittir. Bu asidin bir çözeltisinin derişimi bulunmak isteniyor. Bunun için alınan 20 mL örnek, fenolftalein indikatörü yanında 0,1024 M ayarlı NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **32,8 mL NaOH ilave edildiğinde çözeltinin rengi kalıcı olarak pembeye döndüğüne göre formik asit derişimi kaç M'dır?**

4. Laboratuvar Çalışması

Ayarlı Baz Çözeltisi İle Kuvvetli Asit Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

HCl çözeltisinin derişimini ayarlı NaOH çözeltisi yardımıyla belirlemek.

Kimyasal Maddeler

- HCl çözeltisi
- Ayarlı NaOH çözeltisi
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Spor düzeneği
- Huni
- Erlen
- Pipet
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Temiz bir erlene 20 mL HCl çözeltisi koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü damlatıp hafifçe çalkalayınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete NaOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açarak erlendeki çözelti pembe renk alıncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcanan NaOH miktarını dikkatlice okuyarak sarfiyatı kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

V_{HCl}:

M_{NaOH}:

V_{NaOH}:

Değerlendirme

1. Bu titrasyonda elde edilen pembe renk nasıl olmalıdır? Titrasyon sonucunda koyu pembe renkli çözeltinin elde edilmesi neyi gösterir?

2. Titrasyonda harcadığınız NaOH ve HCl çözeltilerinin hacimlerinden yararlanarak asidin derişimini hesaplayınız.

5. Laboratuvar Çalışması

Ayarlı Baz Çözeltisi İle Zayıf Asit Derişiminin Belirlenmesi

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

Amaç

CH_3COOH çözeltisinin derişimini ayarlı NaOH çözeltisi yardımıyla belirlemek .

Kimyasal Maddeler

- CH_3COOH çözeltisi
- Ayarlı NaOH çözeltisi
- Fenolftalein

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Pipet
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Erlene 20 mL CH_3COOH çözeltisi koyunuz.
3. Saf su ile yaklaşık 50 mL'ye seyreltiniz.
4. Üzerine 1-2 damla fenolftalein indikatörü damlatınız. Çözeltinin rengine dikkat ediniz.
5. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
6. Temiz bir bürete NaOH çözeltisi doldurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Büretin musluğunu hafifçe açarak erlendeki çözelti pembe renk alıncaya kadar titrasyon işlemine devam ediniz.
8. Harcanan NaOH miktarını dikkatlice okuyarak sarfiyatı kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

V_{CH_3COOH}:

M_{NaOH}:

V_{NaOH}:

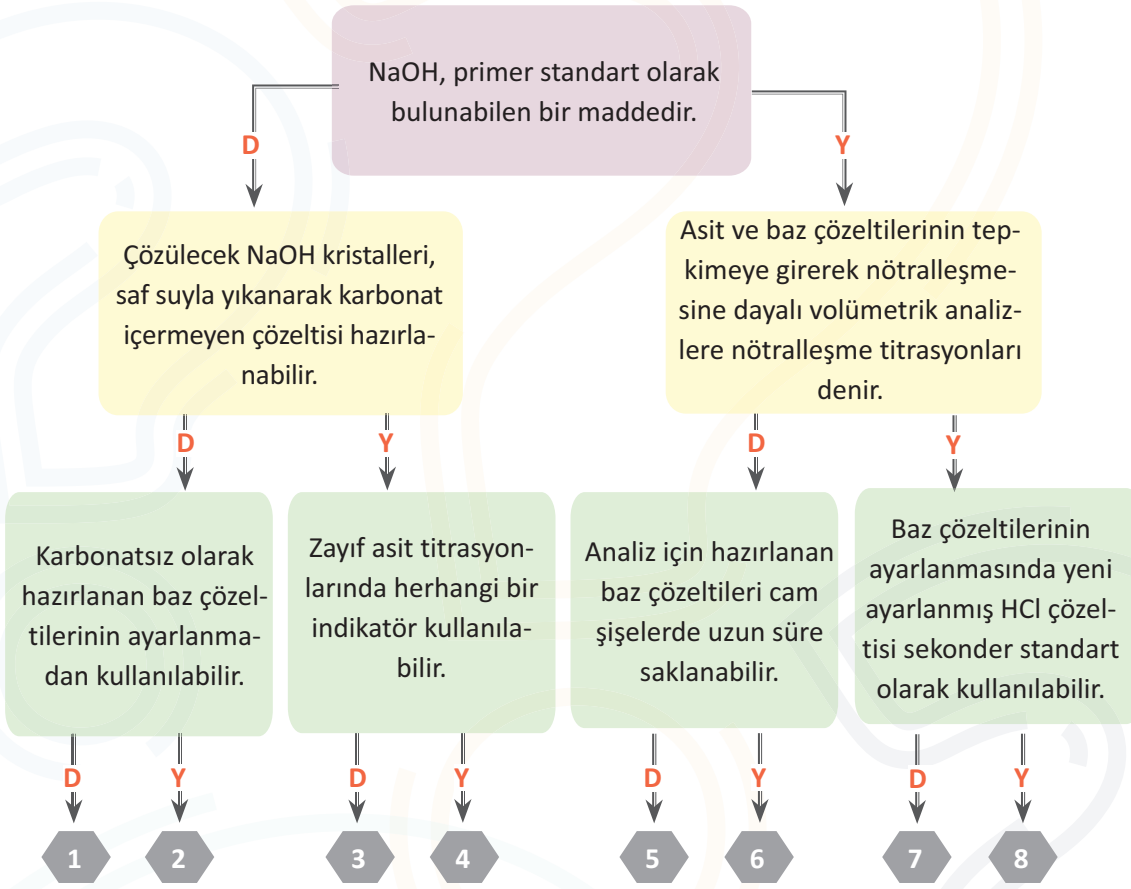
Değerlendirme

1. Analizde indikatör olarak fenolftalein yerine metiloranj kullanılması analiz sonucunu nasıl etkiler? Açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız NaOH ve CH_3COOH çözeltilerinin hacimlerinden yararlanarak asidin derişimini hesaplayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Asit miktarı tayini hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Asit miktarı tayini ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Hazırlanan baz çözeltisinin, atmosferdeki CO_2 ile etkileşime girmemesi için şişenin ağzı sıkıca kapatılmalıdır.

( ) **b.** Asit titrasyonunda eşdeğerlik noktasına ulaşmak için gereken baz miktarı asidin kuvvetine bağlıdır.

( ) **c.** Primer standart maddeler %100'e yakın saflıkta olmalıdır.

( ) **ç.** Zayıf asit titrasyonlarında titrant olarak zayıf baz çözeltileri kullanılır.

( ) **d.** Baz çözeltileri ayarlanırken her zaman primer standart madde kullanılır.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 **1.10^{-4} M KOH çözeltisinin pH değeri hangi seçenekte doğru verilmiştir?**

A) 4 B) 5
C) 7 D) 9
E) 10

2 **NaOH bileşiği ile ilgili**

I. Primer standart olduğu için çözeltisinin ayarlanmasına gerek yoktur.
II. Formülünde 1 tane OH^- içerdiğinden tesir değerliği 1 dir.
III. Kuvvetli baz olduğu için zayıf asitlerin titrasyonunda kullanılamaz.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

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

3 0,8 mol HCl, yeteri kadar $Mg(OH)_2$ ile nötralleşme tepkimesi veriyor. **Tepkime sonunda kaç mol su oluşmuştur?**

A) 0,8 B) 0,6
C) 0,4 D) 0,2
E) 0,1

4 20 mL NaOH çözeltisi 0,08 M HCl çözeltisi ile titre ediliyor. **25 mL titrant ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre analiz edilen NaOH çözeltisinin pH değeri kaçtır?**

A) 1 B) 4
C) 7 D) 10
E) 13

5 Yaklaşık 0,1 M olarak hazırlanmış NaOH çözeltisi, 0,0987 M ayarlı HCl çözeltisi ile ayarlanmak isteniyor. Erlene konulan 20 mL ayarlı HCl çözeltisi içine iki damla fenolftalein indikatörü ilave edilerek NaOH çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 21,6 mL NaOH çözeltisi kullanıldığına göre NaOH çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

A) 0,1016 B) 0,0995
C) 0,0914 D) 0,0914
E) 0,0905

6 **Aşağıdakilerden hangisi NaOH çözeltisinin ayarlanmasında kullanılan primer standart maddelerden biridir?**

A) NaCl B) K_2SO_4
C) HCl D) $AgNO_3$
E) $H_2C_2O_4 .2H_2O$

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1 **Asit miktarı tayini için kullanılacak olan baz çözeltilerinin CO_2 içermemesi neden önemlidir?**

2 Hastaneye CO zehirlenmesi şüphesi ile yatırılan bir hastadan alınan kan numunesi analiz için laboratuvar çalışanı Kemal'e gönderilir. Kemal, kanda CO tayini yapmak için kan numunesini seyreltip asitlendirerek özel bir hücreye koyar. Bu hücrede, kanda bulunan CO gazı $PdCl_2$ çözeltisine difüzlenir ve

$Pd^{2+} + CO + 3H_2O \rightarrow Pd + CO_2 + 2H_3O^+$

reaksiyonu ile tamamen CO_2 gazına dönüşür. Reaksiyon sonucu elde edilen çözeltiyi 0,02 M NaOH çözeltisi ile titre eder. **Kan numunesinin 1 mL'si için 0,65 mL NaOH harcandığına göre Kemal, 100 mL kandaki CO miktarını miligram cinsinden ne kadar bulmuştur?**

(CO: 28)

$CO_2 + 2NaOH \rightarrow Na_2CO_3 + H_2O$

3 Üzüm suyu, içerdiği tartarik asitten ($H_2C_4H_4O_6$) dolayı asidiktir. Tartarik asit 2 değerli zayıf bir asittir. Bir üzüm suyu numunesinden 25 mL alınarak ayarlı 0,0894 M NaOH çözeltisiyle uygun indikatör yanında ikinci iyonlaşma tamamlanıncaya kadar titre ediliyor. **Titrasyonda 8,2 mL NaOH harcandığına göre üzüm suyundaki tartarik asit ($H_2C_4H_4O_6$) konsantrasyonunu 100 mL'de gram cinsinden hesaplayınız.** ($H_2C_4H_4O_6$: 150,1)

4 Bir sirkedeki asetik asit (CH_3COOH) miktarının belirlenmesi amacıyla 5 mL sirke numunesi alınıyor. İki damla fenolftalein indikatörü eklendikten sonra ayarlı 0,0983 M NaOH'in 46,3 mL'si ile titre ediliyor. **Sirkedeki asetik asidin g/L cinsinden derişimi kaçtır?** (CH_3COOH: 60)

5 Nötralleşme titrasyonu için hazırlanan yaklaşık 0,1 M NaOH çözeltisi $KH(IO_3)_2$ primer standardı ile ayarlanmak isteniyor. 0,402 g $KH(IO_3)_2$ katısı tartılarak bir miktar suda çözülüyor. Elde edilen çözelti NaOH ile titre ediliyor. **Titrasyonda 11 mL NaOH çözeltisi kullanıldığına göre NaOH çözeltisinin kesin derişimi kaç M'dır?** [$KH(IO_3)_2$: 389,95]

7. ÖĞRENME BİRİMİ

PERMANGANOMETRİK ANALİZLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Permanganometrik analizlerde kullanılan $KMnO_4$ tuzu, koyu menekşe renkli kristal yapıda bir katıdır. Çok seyreltik çözeltilerinde bile bu rengi kendini gösterir.

Diğer titrimetrik analizlere göre permanganometride analizin dönüm noktasını gözlemlemek için indikatör kullanılmaz. Bunun yerine $KMnO_4$ çözeltisinin karakteristik renginden yararlanılır.

Potasyum permanganat ile yapılan analizlerin sonlandığı nasıl gözlenir? Bu gibi indikatör görevi gören çeşitli kimyasallar olabilir mi? Tartışınız.

Temel Kavramlar

- İndirgen
- İndirgenme
- Redoks
- Redoks titrasyonu
- Yükseltgen
- Yükseltgenme

KONULAR

7.1. REDOKS TİTRASYONLARI

7.2. PERMANGANOMETRİ

7.3. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

7. 4. PERMANGANOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

- Redoks Tepkimeleri
- Redoks Titrasyonları

7.1. REDOKS TİTRASYONLARI

7.1.1. REDOKS TEPKİMELERİ

Reaktifler arasında elektron alışverişine dayanan, atomların yükseltgenme basamaklarının değiştiği tepkimelere **yükseltgenme-indirgenme (redoks) tepkimeleri** denir.

$$Cu^{2+}(suda) + Zn(k) \rightarrow Cu(k) + Zn^{2+}(suda)$$

tepkimesi bir redoks tepkimesidir. Tepkimede Cu^{2+} iyonları metalik Zn atomlarından elektron alır. Bir redoks tepkimesinde elektron alan maddenin yapısındaki bir atomun yükseltgenme basamağının küçülmesine **indirgenme (redüksiyon)**; elektron veren maddenin yapısındaki bir atomun yükseltgenme basamağının büyümesine ise **yükseltgenme (oksidasyon)** adı verilir. Yalnız yükseltgenmenin olduğu tepkimeye **yükseltgenme yarı tepkimesi**, yalnız indirgenmenin olduğu tepkimeye **indirgenme yarı tepkimesi** denir.

Yükseltgenme yarı tepkimesi: $Zn(k) \rightarrow Zn^{2+}(suda) + 2e^-$

İndirgenme yarı tepkimesi: $Cu^{2+}(suda) + 2e^- \rightarrow Cu(k)$

Redoks tepkimesi üzerinden hesaplama yapabilmek için tepkimenin denkleştirilmesi gerekir. Bu tepkimelerin denkleştirilmesi alınan ve verilen elektron sayılarının eşitlenmesi ile yapılır.

BİLGİ KUTUSU

Bir redoks tepkimesinde yükseltgenen madde; karşısındaki maddenin indirgenmesine sebep olduğu için **indirgeyici** ya da **indirgen**, indirgenen madde karşısındaki maddenin yükseltgenmesine sebep olduğu için **yükseltgeyici** ya da **yükseltgen** olarak adlandırılır.

Yükseltgenme Basamaklarının Belirlenmesi

- Elementel hâlde tüm atomların yükseltgenme basamakları sıfırdır. Na, Fe, O_2, S_8 gibi maddeler element hâlde oldukları için atomların yükseltgenme basamakları sıfırdır.
- Tek atomlu iyonlarda atomun yükseltgenme basamağı iyonun yüküne eşittir.

  Na^+ iyonunda sodyumun yükseltgenme basamağı +1,

  Al^{3+} iyonunda alüminyumun yükseltgenme basamağı +3,

  O^{2-} iyonunda oksijenin yükseltgenme basamağı -2 dir.
- Bir bileşikte atomların yükseltgenme basamakları toplamı sıfıra eşitken çok atomlu iyonlarda (kök) ise iyonun yüküne eşittir.

  H_2SO_4 bileşiğinde 2.H + S + 4.O = 0 olur.

  SO_4^{2-} iyonunda S + 4.O = -2 dir.

  Bazı elementler tüm bileşiklerinde, bazı elementler ise çoğu bileşiğinde aynı yükseltgenme basamağına sahiptir. Bu elementler bilinirse farklı yükseltgenme basamaklarına sahip olan elementlerin verilen bileşik veya iyondaki yükseltgenme basamağı bulunabilir.
- Flor elementi tüm bileşiklerinde -1 yük alır.
- Hidrojen elementi, metallerle oluşturduğu ikili bileşiklerinde -1, diğer tüm bileşiklerinde +1 yük alır. Hidrojen; NaH, KH, MgH_2, AlH_3 bileşiklerinde -1; H_2O, HNO_3, CH_4, C_2H_5OH, $NaHCO_3$ gibi birçok bileşikte ise +1 yükseltgenme basamağına sahiptir.
- Oksijen elementi OF_2 bileşiğinde +2, peroksit bileşiklerinde (H_2O_2, Na_2O_2, BeO_2 vb.) -1, diğer bileşiklerinde -2 yükseltgenme basamağındadır. Oksijen; H_2O, HNO_3, $KMnO_4$, C_2H_5OH, $NaHCO_3$ gibi birçok bileşikte -2 yükseltgenme basamağına sahiptir.

BİLGİ KUTUSU

Peroksit, O_2^{2-} iyonudur. Birbirine kovalent bağla bağlı iki oksijen atomunun her biri -1 yükseltgenme basamağında olduğu için peroksit iyonu -2 yüklüdür. Sadece IA ve IIA grubu elementleri peroksit iyonu ile bileşik yapabilir. IA grubu elementlerinden K, Rb, Cs elementleri **süperoksit** adı verilen KO_2, RbO_2 ve CsO_2 bileşiklerini de yapabilir. Bu bileşiklerde O_2 toplamda -1 yüke sahiptir.

- Alkali metaller (Li, Na, K....) ve gümüş (Ag) tüm bileşiklerinde +1,
  Toprak alkali metaller (Be, Mg, Ca...) ve çinko (Zn) tüm bileşiklerinde +2,
  Al metali tüm bileşiklerinde +3 yükseltgenme basamağına sahiptir.
- Halojenler (F, Cl, Br, I) metallerle ikili bileşiklerinde -1, kükürt (S) ise metallerle ikili bileşiklerinde -2 yükseltgenme basamağındadır. Örneğin
  Klor, NaCl, $FeCl_3$, Hg_2Cl_2 bileşiklerinde -1 yükseltgenme basamağındadır.
  Na_2S, CuS, FeS bileşiklerinde kükürt -2 yükseltgenme basamağındadır.

Örnek

H_2SO_4 bileşiğinde S atomunun yükseltgenme basamağını hesaplayınız.

Çözüm

Hidrojen +1, oksijen -2 yükseltgenme basamağındadır.

$2.H + S + 4.O = 0$ eşitliğinde H ve O'in değerleri yerine konulursa

$2 \cdot (+1) + S + 4 \cdot (-2) = 0$

$+2 + S - 8 = 0$

$S - 6 = 0 \Rightarrow$ **S = +6** olarak hesaplanır.

Örnek

HPO_4^{2-} iyonunda P atomunun yükseltgenme basamağını hesaplayınız.

Çözüm

HPO_4^{2-} iyonunun yükü -2 olduğundan

$H + P + 4.O = -2$ olur. Bu eşitlikte H ve O'in değerleri yerine konulursa

$+1 + P + 4 \cdot (-2) = -2$

$+1 + P - 8 = -2$

$P - 7 = -2 \Rightarrow$ **P = +5** bulunur.

Sıra Sizde

Aşağıda verilen bileşik ve iyonlardaki altı çizili atomların yükseltgenme basamaklarını bulunuz.

$H_2\underline{Cr}O_4$:

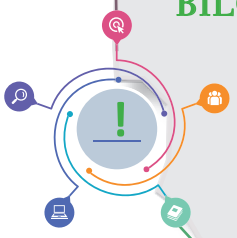
$K\underline{Mn}O_4$:

$Na_2\underline{C}_2O_4$:

$\underline{C}O_3^{2-}$:

$\underline{N}H_4^+$:

$\underline{Cr}_2O_7^{2-}$:



BİLGİ KUTUSU

Çok atomlu bir iyonun içerdiği elementlerin yükseltgenme basamakları hangi bileşikte olursa olsun aynıdır. Bu nedenle iyonlar tanınırsa yükseltgenme basamakları kolayca belirlenir. Örneğin sülfat (SO_4^{2-}) iyonunda S elementi +6 yükseltgenme basamağına sahiptir. Sülfat bulunduran tüm bileşiklerde (H_2SO_4, Na_2SO_4, $CaSO_4$, $NaHSO_4$, Ag_2SO_4…) S'ün yükseltgenme basamağı +6 dır.

Redoks Tepkimelerinin Denkleştirilmesi

Bir redoks tepkimesi aşağıdaki adımların takip edilmesi ile kolayca denkleştirilebilir.

1. Tepkimedeki elementlerin yükseltgenme basamakları belirlenip alınan-verilen elektron sayıları tespit edilir.
2. Uygun katsayılar kullanılarak alınan ve verilen elektron sayıları birbirine eşitlenir.
3. H ve O dışındaki elementlerin sayılarının -kontrol edilip- girenler ve ürünlerde eşit olmaları sağlanır.
4. İyonlu tepkimelerde girenler ve ürünlerdeki yükler kontrol edilir. Tepkime asidik ortamda denkleştiriliyorsa H^+ iyonu, bazik ortamda denkleştiriliyorsa OH^- iyonu ile yükler eşitlenir.
5. H ve O sayıları kontrol edilip eksik olan tarafa H_2O yazılarak eşitlik sağlanır.

Örnek

$Na_2S + H_2Cr_2O_7 + HCl \rightarrow CrCl_3 + S + NaCl + H_2O$

tepkimesini en küçük katsayılarla denkleştiriniz.

Çözüm

Her bir elementin yükseltgenme basamağı bulunur.

$$\overset{+}{Na}_2\overset{2-}{S} + \overset{+}{H}_2\overset{6+}{Cr}_2\overset{2-}{O}_7 + \overset{+}{H}\overset{-}{Cl} \rightarrow \overset{3+}{Cr}\overset{-}{Cl}_3 + \overset{0}{S} + \overset{+}{Na}\overset{-}{Cl} + \overset{+}{H}_2\overset{2-}{O}$$

Tepkimedeki elementlerden kükürdün yükseltgenme basamağı -2'den 0'a çıkarken kromun yükseltgenme basamağı +6'dan +3'e düşmektedir. Alınan verilen elektron sayılarının eşitlenmesi için uygun katsayılar kullanılmalıdır.

$3 \cdot (S^{2-} \rightarrow S + 2e^-)$

$1 \cdot (Cr_2^{6+} + 6e^- \rightarrow 2Cr^{3+})$

UYARI : İndirgenme tepkimesini yazılırken $H_2Cr_2O_7$ bileşiğinde 2 krom atomunun bulunduğunu, 1 krom atomunun 3 elektron, 2 krom atomunun toplam 6 elektron aldığına dikkat edilmelidir.

Elektron sayılarını eşitlemek için kullanılan katsayılar tepkimeye taşınır.

$$3Na_2S + H_2Cr_2O_7 + HCl \rightarrow 2CrCl_3 + 3S + NaCl + H_2O$$

H ve O dışındaki elementlerin sayıları kontrol edilir.
Girenlerde 6 tane Na atomu olduğu görülüyor. O hâlde NaCl'ün katsayısı 6 olmalıdır.

$$3Na_2S + H_2Cr_2O_7 + HCl \rightarrow 2CrCl_3 + 3S + 6NaCl + H_2O$$

Bu durumda ürünlerde toplam 12 tane Cl olur (2 $CrCl_3$ ve 6 NaCl). Girenlerde Cl sadece HCl'de olduğundan HCl'ün katsayısı 12 olmalıdır.

$$3Na_2S + H_2Cr_2O_7 + 12HCl \rightarrow 2CrCl_3 + 3S + 6NaCl + H_2O$$

Tepkimede iyon bulunmadığından yüklerin kontrol edilmesi gerekmez (Her iki tarafta da 0).

H ve O dışındaki tüm elementlerin sayıları eşittir. Tepkimenin girenler kısmında 7 tane O, 14 tane H bulunuyor. Denk olması için ürünlerde 7 tane H_2O olmalıdır.

Denkleştirilmiş redoks tepkimesi

$$3Na_2S + H_2Cr_2O_7 + 12HCl \rightarrow 2CrCl_3 + 3S + 6NaCl + 7H_2O$$

şeklindedir.

Örnek

$NO_3^- + Al \rightarrow NH_3 + AlO_2^-$ tepkimesini **bazik ortamda** denkleştiriniz.

Çözüm

Tepkimedeki her bir elementin yükseltgenme basamağı bulunur.

$$(\overset{5+}{N}\overset{2-}{O_3})^- + \overset{0}{Al} \rightarrow \overset{3-}{N}\overset{+}{H_3} + (\overset{3+}{Al}\overset{2-}{O_2})^-$$

Azot elementinin +5'ten -3'e indirgendiği, Al elementinin ise 0'dan +3'e yükseltgendiği görülmektedir.

$3 \cdot (N^{5+} + 8e^- \rightarrow N^{3-})$

$8 \cdot (Al \rightarrow Al^{3+} + 3e^-)$

Elektron sayılarını eşitlemek için kullanılan katsayılar tepkimeye taşınır.

$$3NO_3^- + 8Al \rightarrow 3NH_3 + 8AlO_2^-$$

H ve O dışında N ve Al elementleri bulunmaktadır. Her ikisinin de sayıları girenlerde ve ürünlerde birbirine eşittir (N girenler ve ürünlerde üçer tane, Al girenler ve ürünlerde sekizer tane).

Tepkime iyonlu olduğu için yükler kontrol edilmelidir. Girenlerin yükünün -3 olduğu ($3\ NO_3^-$ iyonu) ürünlerin yükünün -8 olduğu ($8\ AlO_2^-$ iyonu) görülmektedir. Girenlerin toplam yükü ürünlerden 5 fazladır. Bazik ortamda eşitlemek için OH^- iyonu kullanılır. Bunun için girenlere 5 OH^- iyonu eklenmelidir.

$$3NO_3^- + 8Al + 5OH^- \rightarrow 3NH_3 + 8AlO_2^-$$

Girenler ve ürünlerin yükleri -8'dir. Son adım olarak H ve O elementlerinin sayıları eşitlenmelidir. Girenlerde 14 O, 5 H atomu varken ürünlerde 16 O ($8\ AlO_2^-$), 9 H ($3\ NH_3$) atomu vardır. Eşitlenmeleri için girenler kısmına $2\ H_2O$ eklenmelidir.

Bazik ortamda denkleştirilmiş redoks tepkimesi

$$3NO_3^- + 8Al + 5OH^- + 2H_2O \rightarrow 3NH_3 + 8AlO_2^-$$

şeklindedir.

UYARI: Aynı tepkime -gerçekleşmesinden bağımsız olarak- asidik ortamda da denkleştirilebilir. Bu işlemde tek fark yüklerin eşitlendiği adımda OH^- iyonu yerine aksi tarafa H^+ eklenmesidir.

Yukarıdaki tepkimenin asidik ortamda denkleştirilmiş hâli

$$3NO_3^- + 8Al + 7H_2O \rightarrow 3NH_3 + 8AlO_2^- + 5H^+$$

şeklindedir.

Örnek

$As_2S_3 + MnO_4^- \rightarrow Mn^{2+} + AsO_4^{3-} + SO_4^{2-}$ tepkimesini **asidik ortamda** denkleştiriniz.

Çözüm

$$As_2^{3+}S_3^{2-} + (Mn^{7+}O_4^{2-})^- \rightarrow Mn^{2+} + (As^{5+}O_4^{2-})^{3-} + (S^{6+}O_4^{2-})^{2-}$$

Tepkimedeki elementlerin yükseltgenme basamakları incelendiğinde manganın yükseltgenme basamağının +7'den +2'ye indiği görülmektedir. As_2S_3 bileşiğinde ise As, +3'ten +5'e; S, -2'den +6'ya yükseltgenir. Bu şekilde bir bileşikteki birden fazla elementin yükseltgenme basamağı değişiyorsa bileşiğin toplamda ne kadar elektron verdiğine veya aldığına bakılmalıdır. Önce As_2S_3 bileşiğinin elektron sayısının değişimi belirlenir. Bunun için bileşikteki elementlerin ayrı ayrı ne kadar elektron değişimi yaptığı bulunup toplanabilir.

$$(As_2^{3+} \rightarrow 2As^{5+} + 4e^-)$$

$$(S_3^{2-} \rightarrow 3S^{6+} + 24e^-)$$

Bu iki tepkimenin toplamından

$$As_2S_3 \rightarrow 2As^{5+} + 3S^{6+} + 28e^-$$

As_2S_3 bileşiğinin toplam 28 elektron verdiği görülmektedir.

UYARI : Burada elementlerin ayrı ayrı elektron sayılarının değişimlerine bakılmadan toplam yükten yararlanılarak bileşiğin elektron sayılarının değişimi bulunabilir.

$$As_2S_3 \rightarrow 2As^{5+} + 3S^{6+}$$

tepkimesinde girenlerin toplam yükünün 0, ürünlerin toplam yükünün +28 olduğu görülüyor. O hâlde yük eşitliği için ürünlere 28 elektron yazılması gerekir.

Alınan ve verilen elektron sayıları eşitlenmelidir.

$$5 \cdot (As_2S_3 \rightarrow 2As^{5+} + 3S^{6+} + 28e^-)$$

$$28 \cdot (Mn^{7+} + 5e^- \rightarrow Mn^{2+})$$

Katsayılar tepkimeye taşınır.

$$5As_2S_3 + 28MnO_4^- \rightarrow 28Mn^{2+} + 10AsO_4^{3-} + 15SO_4^{2-}$$

Girenler ve ürünlerde oksijen dışındaki element sayıları birbirine eşittir.

Girenler ve ürünlerde toplam yükler kontrol edilir. Girenlerin toplam yükü -28 ($28\ MnO_4^-$), ürünlerin toplam yükü ise -4 tür ($28\ Mn^{2+}$, $10\ AsO_4^{3-}$, $15\ SO_4^{2-}$). Asidik ortamda yüklerin eşitlenmesi için girenler kısmına 24 H^+ iyonu yazılmalıdır.

$$5As_2S_3 + 28MnO_4^- + 24H^+ \rightarrow 28Mn^{2+} + 10AsO_4^{3-} + 15SO_4^{2-}$$

H ve O sayılarını eşitlemek için ürünlere 12 H_2O yazılır. Tepkimenin asidik ortamda denkleşmiş hâli

$$5As_2S_3 + 28MnO_4^- + 24H^+ \rightarrow 28Mn^{2+} + 10AsO_4^{3-} + 15SO_4^{2-} + 12H_2O$$

şeklindedir.

Sıra Sizde

Aşağıda verilen redoks tepkimelerini uygun katsayılar kullanarak denkleştiriniz.

1. $HNO_2 + Zn + NaOH \rightarrow NH_3 + Na_2ZnO_2 + H_2O$

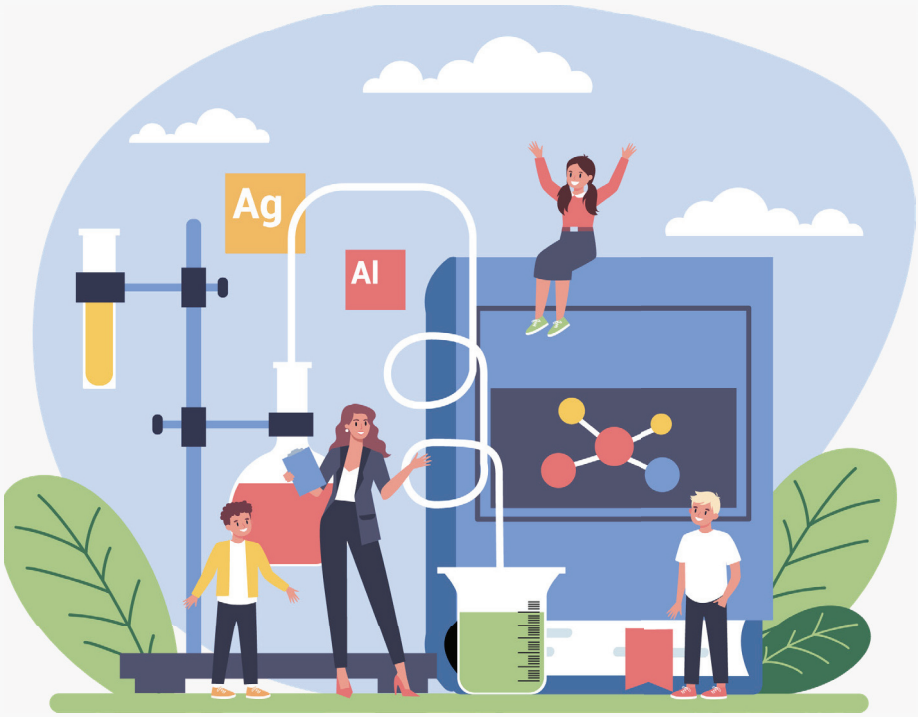
2. $Fe^{2+} + MnO_4^- \rightarrow Mn^{2+} + Fe^{3+}$ (asidik ortam)

3. $Cr_2O_7^{2-} + S^{2-} \rightarrow Cr^{3+} + S$ (asidik ortam)

4. $Cr^{3+} + IO_4^- \rightarrow CrO_4^{2-} + I^-$ (bazik ortam)

5. $H_2O_2 + MnO_4^- \rightarrow MnO_2 + O_2$ (bazik ortam)

2. BÖLÜM



7.2. PERMANGANOMETRİ

Neler Öğreneceğiz?

» Permanganometri

Analiz edilecek madde, yükseltgenme özelliği gösteriyorsa uygun bir yükseltgen çözeltisi kullanılarak titre edilebilir. Demir(II), kalay(II), oksalat gibi iyonlar bu şekilde analiz edilebilir. En yaygın kullanılan yükseltgenler seryum(IV) tuzları, $KMnO_4$ ve $K_2Cr_2O_7$ bileşikleridir. Bu üç yükseltgenin de birbirine göre avantajları ve dezavantajları vardır.

Seryum(IV) çözeltileri, primer standart saflıktaki tuzlarından hazırlandıkları için ayarlama gerektirmez. Ayrıca permanganat çözeltisi ile titrasyonun sahip olduğu birçok dezavantajı göstermez.

Permanganat çözeltisi kararsız olduğu için fazla miktarda hazırlanmamalı, hazırlandıktan sonra düzenli aralıklarla ayarı yapılarak kullanılmalıdır. Seryum(IV) çözeltileri ise bozunmadan çok uzun süre saklanabilir. Buharlaşma vb. etkiler dışında derişimi değişmez.

Permanganat iyonu klorür iyonunu yükseltger. Bu nedenle titrasyon ortamında klorür iyonu varsa önlem alınmadığı takdirde bir kısım permanganat klorür ile tepkimeye girecek bu da fazladan titrant harcanmasına sebep olacaktır. Seryum(IV) ise klorür iyonunu yükseltgemez. Bu nedenle fazladan önlem alınmasına gerek yoktur.

Seryum(IV) çözeltilerinin bu üstünlüklerine rağmen permanganat çok daha yaygın şekilde kullanılır. Bunun birinci nedeni permanganat titrasyonlarında bir indikatör kullanılmasına gerek olmamasıdır çünkü permanganat çözeltisi, çok seyreltik olduğu durumlarda dahi çözeltiye belirgin bir mor renk verir. Dönüm noktasına ulaşıldığı, bu rengin takibiyle kolayca anlaşılabilir. Diğer sebep ise potasyum permanganatın seryum(IV) bileşiklerine göre çok daha ucuz olmasıdır.

Potasyum dikromat, seryum(IV) bileşiklerinin ve permanganatın dezavantajlarını göstermez. Seryum(IV) bileşikleri gibi pahalı değildir. Kararlıdır, bozunmadan uzun süre kalabilir. Kaynatma ile bozulmaz. Klorür ile reaksiyon vermez. Ancak permanganat ve seryum(IV) çözeltilerine göre daha yavaş reaksiyon vermesi titrasyonda dezavantajdır.

Bu yükseltgenler dışında iyot, bromat, periyodik asit gibi yükseltgenler özel bazı bileşik gruplarının analizinde kullanılmaktadır.

7.2.1. PERMANGANAT İYONUNUN KİMYASAL ÖZELLİKLERİ

Permanganat iyonu en etkili yükseltgenlerden birisidir. Birçok maddeyi kolayca yükseltger. 0,1 M veya daha derişik H^+ iyonu içeren ortamda

$$MnO_4^-(suda) + 8H^+(suda) + 5e^- \rightarrow Mn^{2+}(suda) + 4H_2O(s)$$

yarı tepkimesine göre indirgenir. İndirgenme, daha düşük asit derişiminde veya bazik ortamda +3, +4 veya +6 yükseltgenme basamağına kadar olur.

Permanganat titrasyonları, asidik ortamda yapıldığından mangan(II)'ye kadar indirgenir. Permanganat iyonu bu tepkimede 5 elektron aldığından tesir değerliği (z) 5'tir.

Permanganat titrasyonları eklenen permanganat çözeltisinin renginin takip edilmesiyle yapılır. Dönüm noktasına kadar ilave edilen permanganat harcanacağından rengi hemen kaybolur. Analit tükendikten sonra permanganat harcanmayacağı için dönüm noktasında renk kaybolmaz. Erlendeki çözeltinin rengi mor olduğu zaman titrasyona son verilir.

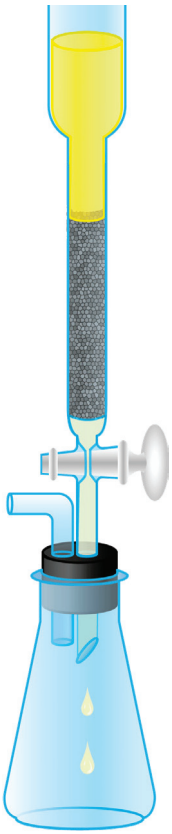
Eşdeğerlik noktasından sonra ortamda kalan MnO_4^- iyonları, oluşan Mn^{2+} ile

$$2MnO_4^-(suda) + 3Mn^{2+}(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow 5MnO_2(k) + 4H^+(suda)$$

reaksiyonuna göre harcanacağından mor renk kalıcı değildir ancak dönüm noktasının belirlenmesine yetecek kadar (yaklaşık 30 saniye) mor görünür.

7.2.2. PERMANGANOMETRİ UYGULAMALARINDA ÖNEMLİ İŞLEMLER

Ön İndirgeme



Görsel 7.1: İndirgenme düzeneği

Permanganat ile yapılan titrasyonlar, analitin yükseltgenmesine dayandığı için tümüyle yükseltgenebilecek hâle dönüştürülmesi gerekir. Örneğin demir numunelerinde Fe^{2+} ve Fe^{3+} iyonları bir arada bulunur. Demir(II) iyonları permanganatla yükseltgenme tepkimesi verir ancak demirin en büyük yükseltgenme basamağı +3 olduğu için demir(III) iyonları yükseltgenme tepkimesi vermez. O hâlde demir numunesinden hazırlanan bir çözelti doğrudan permanganatla titre edilirse sadece demir(II) miktarı belirlenebilir, demir(III) analiz edilemez. Bu nedenle analiz öncesinde tüm demir(III) iyonlarının demir(II) ye indirgenmesi gerekir.

Analiz öncesinde numune içinde aranacak olan maddeye ait tüm türlerin indirgenerek titrasyona hazırlanmasına **ön indirgeme** denir.

Ön indirgeme için çinko, alüminyum, bakır, kurşun, nikel gibi metaller, $SnCl_2$, amalgamlar (Hg'lı alaşımlar) kullanılabilir. Bu metaller analitin içine doğrudan çubuklar hâlinde batırılabilir ancak daha geniş yüzey alanı ile daha hızlı indirgenme olması istenirse metal toz hâlinde kullanılabilir. Bu durumda toz hâldeki indirgenin fazlası süzülerek ortamdan uzaklaştırılmalıdır. Süzmeye alternatif olarak Görsel 7.1'deki gibi bir düzenek de kullanılabilir. İndirgeyici reaktif bir kolona doldurulur. Bu kolon, vakuma bağlanmış bir erlene bağlanır. Kolonun üstünden numune çözeltisi ilave edilir. Kolonda toz hâldeki indirgeyicinin içinden geçen analit tamamen istenilen yükseltgenme basamağına indirgenmiş olur. İndirgenmenin tam olduğundan emin olunması için analitin kolondan akış hızının dakikada 5 mL'den fazla olmaması gerekir.

Çinko amalgam (Zn-Hg) (Jones indirgeyicisi) ve klorürlü ortamda gümüş metali (Walden indirgeyicisi) ön indirgeme için kullanılan reaktiflerdendir.

Walden ve Jones indirgenlerinin yükseltgenme reaksiyonları aşağıdaki gibidir.

$$Ag(k) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k) + e^-$$ **Walden reaksiyonu**

$$Zn(Hg)(k) \rightarrow Zn^{2+}(suda) + Hg(s) + 2e^-$$ **Jones reaksiyonu**

Metalik çinko yerine çinko amalgamı kullanılmasının nedeni metalik çinkonun H^+ iyonlarını indirgemesidir. Hg, çinkonun H^+ ile reaksiyona girmesini engeller. Bu sayede gereksiz yere indirgen harcanmamış ve numune çözeltisi çinko ile çok kirlenmemiş olur.

BİLGİ KUTUSU

Zn-Hg amalgamı, çinko granüllerinin cıva(II) klorür çözeltisinde bir süre bekletilmesiyle oluşturulur.

Dönüm Noktasının Belirlenmesi

Bir redoks titrasyonunda, dönüm noktası standart hidrojen elektrot (SHE) gibi bir referans elektrota karşı oluşturulan galvanik hücrenin potansiyelinin takip edilmesi ile potansiyometrik olarak belirlenebilir. Bu yöntemde elektrot potansiyelinin çözelti derişimine bağlılığından yararlanılarak titrant ilavesi ile gerilimin nasıl değişeceği yorumlanır. Dönüm noktasını belirlemenin yaygın bir yolu da uygun indikatör ile reaksiyonu takip etmektir. $KMnO_4$ çözeltisi renkli olduğu için permanganometrik titrasyonlarda indikatör kullanılmaz.

Hesaplamaların Yapılması

Ayarlı bir titrant ile yapılan titrasyonda -dönüm noktası tespit edildikten sonra- reaksiyon stokiyometrisinden yararlanılarak analit miktarı belirlenebilir. Reaksiyon stokiyometrisi belirlenirken permanganatın 5 elektron alarak indirgendiği dikkate alınır. Analitin yükseltgenirken aldığı elektron sayısını permanganatın indirgenirken aldığı elektron sayısıyla eşitleyecek uygun katsayılar dikkate alınarak tepkime stokiyometrisi belirlenir.

Örnek

$$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$$

tepkimesine göre 50 mL oksalat çözeltisi üzerine 24,8 mL 0,01016 M $KMnO_4$ çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşılıyor. **Analit çözeltisindeki oksalat derişimi kaç molardır?**

Çözüm

Harcanan permanganat çözeltisinde bulunan permanganatın mol sayısı

$$n_{MnO_4^-} = M_{MnO_4^-} \cdot V_{MnO_4^-} = 0{,}01016 \cdot 24{,}80 \cdot 10^{-3} = 2{,}52.10^{-4} \text{ mol olarak bulunur.}$$

MnO_4^- ile $C_2O_4^{2-}$ arasında stokiyometrik oranın 2:5 olduğu görülmektedir.

2 mol MnO_4^- ile — 5 mol $C_2O_4^{2-}$ tepkimeye giriyorsa

$2{,}52.10^{-4}$ mol MnO_4^- ile — n mol $C_2O_4^{2-}$ tepkimeye girer.

$$n_{C_2O_4^{2-}} = \frac{2{,}52 \cdot 10^{-4} \cdot 5}{2} = 6{,}30 \cdot 10^{-4} \text{ mol } C_2O_4^{2-}$$

Titre edilen çözelti 50 mL (50.10^{-3} L) olduğuna göre çözeltinin molar derişimi

$$M_{C_2O_4^{2-}} = \frac{n_{C_2O_4^{2-}}}{V_{C_2O_4^{2-}}} = \frac{6{,}30 \cdot 10^{-4}}{50 \cdot 10^{-3}} = 0{,}0126 \text{ M bulunur.}$$

UYARI : Redoks tepkimelerinde maddenin tesir değerliği (z) bir maddenin aldığı veya verdiği elektron sayısıdır. Tepkimede alınan-verilen elektron sayısı eşit olacağından yükseltgen ve indirgen arasında

$$z_{yükseltgen} \cdot M_{yükseltgen} \cdot V_{yükseltgen} = z_{indirgen} \cdot M_{indirgen} \cdot V_{indirgen}$$ eşitliği yazılabilir.

3. BÖLÜM

7.3. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

7.3.1. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

Neler Öğreneceğiz?

- Permanganat Çözeltisinin Hazırlanması
- Permanganat Çözeltisinin Ayarlanması

Permanganat iyonu, suyu aşağıdaki tepkimeye göre yükseltger.

$$4MnO_4^-(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow 4MnO_2(k) + 3O_2(g) + 4OH^-(suda)$$

Isı ve ışık bu reaksiyonun hızını artıracağı için çözelti, koyu renk şişelerde, ışık almayan serin bir yerde saklanmalıdır. Ayrıca asitler, bazlar, mangan(II) ve MnO_2 bu reaksiyonu katalizler. Bu etkiler azaltılırsa orta derecede kararlı bir çözelti hazırlanabilir. Bu şekilde hazırlanıp saklanan çözelti, kullanılmadan önce ayarlanmalıdır.

Derişik çözeltide su ile bozunma daha hızlı gerçekleşeceği için permanganatın 0,01-0,02 M'lık çözeltileri ile çalışmak gerekir. $KMnO_4$ çözeltisi çok seyreltik olmasına rağmen 0,1 M H^+ içeren ortamda tesir değerliği 5 olacağı için titrasyonda fazla çözelti sarfiyatına sebep olmaz. Örneğin demir titrasyonunda her 1 mol MnO_4^- iyonu 5 mol Fe^{2+} ile reaksiyona girer.

Hazırlanan çözeltide bulunan organik maddeler gibi indirgen safsızlıklar, küçük miktarda da olsa zamanla çözeltinin bozunmasına sebep olur. Bu safsızlıklardan kurtulmanın en iyi yolu hızlıca yükseltgenmelerini sağlamaktır. Bunun için çözelti hazırlandıktan sonra kaynama sıcaklığına kadar ısıtılır. Yüksek sıcaklıkta tepkimelerin gerçekleşme hızı artacağı için safsızlıkların etkisi giderilmiş olur. Çözelti karanlık bir yere alınıp bir gece kadar bekletilerek soğutulur. Bu esnada oluşan MnO_2 in süzülerek uzaklaştırılması gerekir. Ancak permanganat süzgeç kâğıdını yükseltgeyeceği için süzme işlemi cam pamuğu veya süzme krozeleri ile yapılmalıdır.

Belirli derişimde $KMnO_4$ çözeltisinin hazırlanmasında takip edilecek işlem basamakları şu şekildedir.

- Hesaplanan miktarda $KMnO_4$ katısı tartılarak behere aktarılır.
- Bir miktar kaynatılıp soğutulmuş saf su ile çözünmesi sağlanır.
- Hazırlanan çözelti balon jojeye aktarılır.
- Balon jojenin ölçü çizgisine kadar kaynatılıp soğutulmuş saf su ilave edilir.
- Çözelti, balon jojenin kapağı kapatılarak çalkalanarak karıştırılır.
- Hacim çizgisi tekrar kontrol edilir.
- Çözelti, behere alınıp kaynama sıcaklığına kadar ısıtıldıktan sonra karanlık ortamda bir gece dinlendirilir.
- Cam pamuğu veya Gooch krozesi ile süzülerek koyu renkli bir şişeye doldurulur.

Örnek

1 L 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisi nasıl hazırlanır? ($KMnO_4$: 158)

Çözüm

$$M_{KMnO_4} = \frac{n_{KMnO_4}}{V_{KMnO_4}} \Rightarrow n_{KMnO_4} = M_{KMnO_4} \cdot V_{çözelti} = 0{,}01 \cdot 1 = 0{,}01 \text{ mol } KMnO_4$$

1 L çözelti için 0,01 mol $KMnO_4$ gerekir.

1 mol $KMnO_4$	158 g
0,01 mol $KMnO_4$	m (g)

$m = 0{,}01 \cdot 158 = \mathbf{1{,}58\ g\ KMnO_4}$ çözeltide bulunmalıdır.

Hem ayarlama ile kesin derişimi tespit edileceğinden hem de permanganat iyonunun bir kısmı bozunacağından 1,58 g'ı hassas olarak tartmak için çabalamaya gerek yoktur. Yaklaşık 1,6 g $KMnO_4$ tartılarak az miktarda suda çözülür. 1 L'lik balon jojeye aktarılıp ölçü çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Çözelti, permanganat içindeki indirgen safsızlıkların uzaklaştırılması ve oluşan mangan(IV) oksidin çökelmesi için beherde 10-15 dakika kaynatılmalıdır. Kaynama işlemi sonrası eksilen hacim kaynatılıp, soğutulmuş saf su ile tamamlanıp bir gece karanlıkta dinlendirildikten sonra cam pamuğu ya da Gooch krozesi ile süzülür. Temiz, koyu renkli bir şişede saklanır.

Sıra Sizde

0,02 M 2 L $KMnO_4$ çözeltisi hazırlamak için kaç g $KMnO_4$ katısı tartılmalıdır? ($KMnO_4$: 158)

1. Laboratuvar Çalışması

0,01 M Permanganat Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,01 M derişimde $KMnO_4$ çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $KMnO_4$
- Saf su (kaynatılıp soğutulmuş)

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- 1 L'lik balon joje
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Cam pamuğu
- Huni

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{KMnO_4}:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Gereken $KMnO_4$ miktarını hesaplayınız, temiz bir beher içinde katıyı tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
3. $KMnO_4$ katısını saf suda çözünüz.
4. Çözeltiyi 1 L'lik balon jojeye aktarınız.
5. Ölçü çizgisine kadar saf su ilave ediniz. Balon jojeyi çalkalayarak çözeltinin karışmasını sağlayınız.
6. Hazırladığınız çözeltiyi 10-15 dakika kadar kaynatıp eksilen kısmı saf su ile tamamlayınız. Karanlık ortamda bir gece dinlendiriniz.
7. Dinlendirdiğiniz çözeltiyi cam pamuğu ile süzünüz.
8. Elde ettiğiniz çözeltiyi koyu renkli bir şişeye aktarınız, ağzını sıkıca kapattıktan sonra etiketleyiniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

$KMnO_4$ çözeltisinin koyu renkli şişelerde saklanmasının sebebini açıklayınız.

7.3.2. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

$KMnO_4$ çözeltisinin ayarlanması için yaygın olarak primer standart bir madde olan sodyum oksalat ($Na_2C_2O_4$) kullanılır. $Na_2C_2O_4$ ın mol kütlesi 134 gramdır. Oksalat ile permanganat arasındaki tepkime

$$2MnO_4^-(suda) + 5C_2O_4^{2-}(suda) + 16H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 10CO_2(g) + 8H_2O(s)$$

şeklindedir. Denklemden permanganat ile oksalat arasında stokiyometrik oranın 2:5 olduğu görülmektedir. Yani 2 mol $KMnO_4$ ile 5 mol $Na_2C_2O_4$ eşdeğerdir.

Ayarlamada kullanılacak olan $Na_2C_2O_4$ 110 °C sıcaklıkta 2 saat kurutulur. Desikatörde soğutulmuş olan $Na_2C_2O_4$ tan 0,1-0,2 g arasında bir miktar, analitik terazide tartılır. Katı, bir erlene alınıp 100 mL kadar saf su ve 20-30 mL seyreltik H_2SO_4 çözeltisi ile çözülür. Bu çözeltinin $KMnO_4$ çözeltisi ile titre edilmesi ile ayarlama yapılmış olur. Titrasyon 70-80 °C sıcaklıkta yapılmalıdır. Çünkü ortamda safsızlık olarak bulunması muhtemel olan Cl^- iyonları titrasyonu olumsuz etkiler. 70-80 °C sıcaklıkta bu etki önemli ölçüde azalır.

UYARI : Hacim okuma, $KMnO_4$ çözeltisi gibi koyu renkli çözeltilerde menisküs çizgisi görülemeyeceğinden sıvı seviyesinin üstünden yapılır.

$H_2C_2O_4$ zayıf bir asit olduğu için asitlendirilmiş ortamda oksalat iyonları oksalik aside dönüşür. Bu nedenle yukarıdaki tepkimeyi oksalat iyonu ile değil oksalik asitle yazmak daha doğrudur.

$$2MnO_4^-(suda) + 5H_2C_2O_4(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 10CO_2(g) + 8H_2O(s)$$

Denklemin bu şekilde olmasının tepkime stokiyometrisine bir etkisi olmadığına dikkat edilmelidir. Oksalik asit ile permanganat arasında gerçekleşen tepkime oldukça yavaştır ancak Mn^{2+} iyonu bu reaksiyonu katalizler. Bu nedenle ilk birkaç mL permanganat ilave edildiğinde permanganatın rengi hemen kaybolmaz. Ortamda mangan(II) iyonları oluşmaya başladıktan sonra bu reaksiyon hızlanır. Reaktif ilave edilir edilmez renk kaybolur. Permanganatın rengi 30 saniye kadar kaybolmazsa dönüm noktasına gelinmiş demektir. Renk, permanganat ile mangan(II) arasında gerçekleşen reaksiyonla yine kaybolacaktır.

BİLGİ KUTUSU

Bir reaksiyonda gerçekleşen ürünlerden birinin reaksiyonu katalizlemesine **otokataliz** denir. Yukarıdaki reaksiyonda oluşan Mn^{2+} iyonlarının aynı reaksiyonu katalizlemesi otokatalize örnektir.

Örnek

Primer standart saflıktaki 0,1255 g $Na_2C_2O_4$ hassas olarak tartılıp bir erlende yaklaşık 100 mL su ile çözülüyor ve üzerine 20 mL kadar 3 M H_2SO_4 çözeltisi ekleniyor. Elde edilen bu çözelti ile $KMnO_4$ çözeltisi ayarlanmak isteniyor. **Titrasyonunda 34,85 mL $KMnO_4$ ilave edilmesiyle dönüm noktasına ulaşıldığına göre $KMnO_4$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** ($Na_2C_2O_4$: 134)

Çözüm

1. yol

Önce $Na_2C_2O_4$ ın mol sayısı hesaplanmalıdır.

1 mol $Na_2C_2O_4$	134 g
n mol $Na_2C_2O_4$	0,1255 g

$$n = \frac{0,1255}{134} = 9,366 \cdot 10^{-4} \text{ mol } Na_2C_2O_4$$

Tepkime stokiyometrisinden

2 mol $KMnO_4$	5 mol $Na_2C_2O_4$ ile harcanıyorsa
a mol $KMnO_4$	$9,366 \cdot 10^{-4}$ mol $Na_2C_2O_4$ ile harcanır.

$$a = \frac{2 \cdot 9,366 \cdot 10^{-4}}{5} = 3,746 \cdot 10^{-4} \text{ mol } KMnO_4 \text{ çözeltide bulunur.}$$

Titrasyonda harcanan çözelti hacmi 34,85 mL olduğuna göre molar derişimi

$$M_{KMnO_4} = \frac{n_{KMnO_4}}{V_{çözelti}} = \frac{3,746 \cdot 10^{-4}}{34,85 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0,0107\ M\ KMnO_4} \text{ olur.}$$

2. yol

$$M_{KMnO_4}\left(\frac{\text{mol } KMnO_4}{\text{L çözelti}}\right) = 0,1255 \text{ g } Na_2C_2O_4 \cdot \frac{1 \text{ mol } Na_2C_2O_4}{134 \text{ g } Na_2C_2O_4} \cdot \frac{2 \text{ mol } KMnO_4}{5 \text{ mol } Na_2C_2O_4} \cdot \frac{1}{34,86 \cdot 10^{-3} \text{ L çözelti}}$$

M_{KMnO_4} = **0,0107 M** bulunur.

Sıra Sizde

$KMnO_4$ çözeltisinin ayarlanması için primer standart $Na_2C_2O_4$ tuzundan 0,1340 gram tartılıp çözeltisi hazırlanıyor. **Bu çözelti üzerine 32,6 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edilmesiyle dönüm noktasına ulaşıldığına göre $KMnO_4$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** ($Na_2C_2O_4$:134)

2. Laboratuvar Çalışması

0,01 M Permanganat Çözeltisinin Ayarlanması

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

Amaç

0,01 M olarak hazırlanan $KMnO_4$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $Na_2C_2O_4$
- 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Sıcak su banyosu
- Spor düzeneği
- Saat camı
- Huni

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 5 gram $Na_2C_2O_4$ tuzunu tartınız.
3. Tuzu, 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan tuzdan analitik terazi yardımıyla 0,1-0,2 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Tarttığınız tuzu erlene alarak, 40-50 mL saf su ilave edip çözünüz.
6. Üzerine 20 mL 3 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek sıcak su banyosunda 70-80 °C'ye kadar ısıtınız.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
8. Büreti $KMnO_4$ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yapınız.
9. Oksalat çözeltisini 30 saniyelik kalıcı mor renk oluncaya kadar $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız çözelti miktarını kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{Na_2C_2O_4}$:

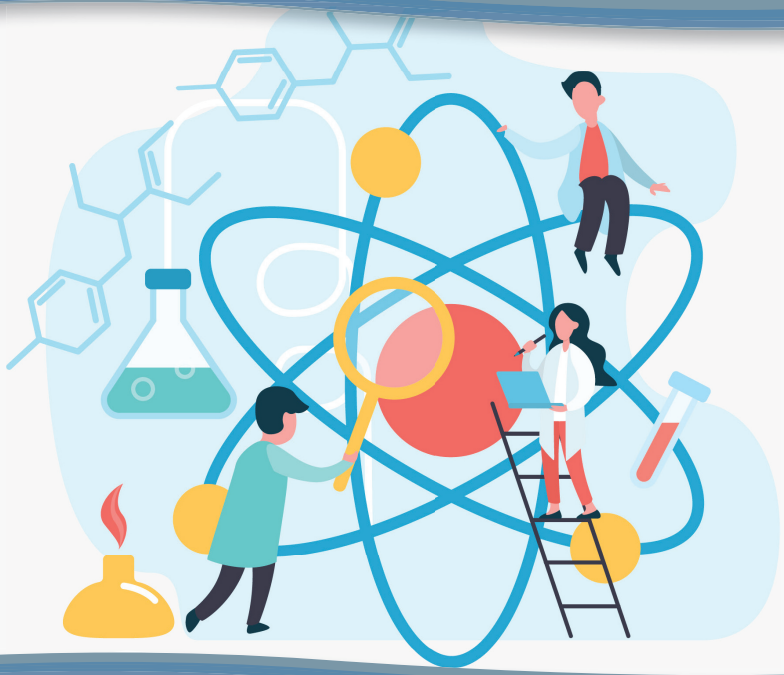
V_{KMnO_4} :

Değerlendirme

1. 6. basamakta çözeltinin 70-80 °C sıcaklığa kadar ısıtılmasının nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $KMnO_4$ çözeltisinin hacmi ve $Na_2C_2O_4$ miktarından yararlanarak $KMnO_4$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

4. BÖLÜM



7. 4. PERMANGANOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

Neler Öğreneceğiz?

- Demir Analizi
- Kalsiyum Analizi

7.4.1. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİ İLE DEMİR ANALİZİ

Demir, doğada +2 ve +3 yükseltgenme basamağına sahip bileşikleri hâlinde bulunur. Permanganometri demir cevherinde bulunan demir miktarının analizinde çok kullanılan yöntemlerdendir. Analiz için önce cevherin çözülmesi gerekir. Numune, demir bileşikleri HCl içeren ortamda çok daha iyi çözüneceğinden HCl çözeltisinde çözülerek analize hazırlanır.

Demir miktarı analizi, Fe^{2+} iyonlarının permanganat ile Fe^{3+} iyonlarına yükseltgenmesine dayanılarak yapılır. Bu nedenle örnekteki demirin tümünün Fe^{2+} hâlinde olması gerekir. Doğal numunelerde mutlaka demirin bir kısmı hava oksijeni ile yükseltgenerek Fe^{3+} ya dönüşür. Bu nedenle numune çözeltisine ön indirgeme yapılır. İndirgeme için $SnCl_2$, Jones veya Walden indirgeyicisi kullanılır.

Ön İndirgeme

Jones indirgeyicisi kullanılacaksa Görsel 7.1'deki düzenekteki kolona Zn-Hg amalgamı konulup içinden numune yavaşça geçirilir. Fe^{3+} iyonları ile amalgam arasında

$$2Fe^{3+}(suda) + Zn(Hg)(k) \rightarrow 2Fe^{2+}(suda) + Zn^{2+}(suda) + Hg(s)$$

tepkimesi gerçekleşir. Jones indirgeyicisi kullanılırken süzme krozesinden dakikada 5 mL'den fazla çözelti geçmemesine dikkat edilmelidir. Aksi hâlde indirgenme tam olmayabilir. Bu da analizde negatif hataya sebep olur.

Fe^{3+} iyonlarının indirgenmesinde $SnCl_2$ de yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu yöntemde demir numunesi üzerine derişik HCl'lü ortamda ve sıcakta $SnCl_2$ çözeltisi eklenir.

$$2Fe^{3+}(suda) + Sn^{2+}(suda) \rightarrow 2Fe^{2+}(suda) + Sn^{4+}(suda)$$

tepkimesi gerçekleşir. Tepkimenin tamamlandığı Fe^{3+} nın sarı renginin kaybolmasından anlaşılır. Sarı renk kaybolduktan sonra indirgenmenin tam olduğundan emin olmak için birkaç damla daha $SnCl_2$ çözeltisi ilave edilir. Çözeltide kalan fazla Sn^{2+} giderilmezse permanganatla yükseltgeneceği için pozitif hataya sebep olur. Bunun için ortama fazla miktarda (10 mL kadar) $HgCl_2$ çözeltisi eklenir. $HgCl_2$ ile Sn^{2+} arasında

$$Sn^{2+}(suda) + 2HgCl_2(suda) \rightarrow Sn^{4+}(suda) + Hg_2Cl_2(k) + 2Cl^-(suda)$$

reaksiyonu gerçekleşir. $HgCl_2$ permanganatla reaksiyona girmez. Hg_2Cl_2 ise suda çözünmediği için titrasyonu bozmaz.

$HgCl_2$ tek seferde, hızlıca eklenmelidir. Yavaş yavaş eklenmesi hâlinde kalay(II) iyonları Hg^{2+} yı metalik cıvaya kadar indirger. Ortamda metalik cıva bulunması oluşan demir(III)'ün tekrar demir(II)'ye indirgenmesine, bu da analizde pozitif hataya sebep olur.

Hg_2Cl_2 beyaz renkli bir katıdır. Eğer oluşan çökelek gri renkli ise numuneyi döküp yeni numuneyle tekrar çalışmak gerekir. Hg_2Cl_2 çökeleği oluşmaması da indirgemek için eklenen kalay(II)'nin tamamen harcandığını gösterir. Bu durumda da indirgenmenin tam olduğundan emin olunamayacağı için numuneyi döküp yeni numune ile çalışmak gerekir.

Demir bileşiklerinin çözülmesi sırasında HCl çözeltisi, ön indirgenmede $SnCl_2$ veya Walden indirgeni kullanılması durumunda numune içinde klorür iyonları bulunacaktır. Klorür iyonları, permanganatla yükseltgenerek fazla permanganat harcanmasına sebep olur. Bunu önlemek için aşağıdaki yollardan birisi uygulanmalıdır.

1. Demir numunesi HCl'lü ortamda çözüldükten sonra çözeltiye damla damla 15 mL kadar derişik H_2SO_4 eklenir. HCl'ün kokusu kaybolana kadar çeker ocakta buharlaştırılıp Jones indirgeyicisi ile ön indirgeme yapılır.
2. Numune çözeltisine titrasyon öncesi Zimmermann-Reinhardt çözeltisi eklenir. Zimmermann-Reinhardt çözeltisi H_2SO_4 ve H_3PO_4 li ortamda $MnSO_4$ (Mn^{2+}) çözeltisidir. Mn^{2+} iyonları permangatın indirgenme potansiyelini klorürün yükseltgenme potansiyelinin altına düşürür. Bu sayede klorürün yükseltgenmesi önlenmiş olur. Zimmermann-Reinhardt çözeltisinde bulunan fosfat iyonları ise titrasyonda oluşan demir(III) iyonları ile renksiz $[Fe(PO_4)_2]^{3-}$ kompleksini oluşturup klorürün sarı renkli $[FeCl_4]^-$ kompleksinin oluşmasını engeller. Bu durum dönüm noktasının görülmesini kolaylaştırırır.

Zimmermann-Reinhardt Çözeltisinin Hazırlanması

20 g kadar $MnSO_4.4H_2O$ katısı 100 mL saf suda çözülür. Başka bir kapta 40 mL derişik H_2SO_4 ile 40 mL derişik H_3PO_4 ve 120 mL saf su ile çözelti hazırlanır. Asit çözeltileri buzla hazırlanmış soğuk su banyosunda, suya damla damla ve dikkatlice ilave edilmelidir. Elde edilen iki çözelti dikkatli bir şekilde karıştırılır.

Fe^{3+} iyonları Fe^{2+} ya indirgendikten ve ortamdaki Cl^- iyonlarının etkileri giderildikten sonra titrasyon yapılabilir. Titrasyon sırasında gerçekleşen indirgenme ve yükseltgenme yarı tepkimeleri

$$Fe^{2+}(suda) \rightarrow Fe^{3+}(suda) + e^-$$

$$MnO_4^-(suda) + 8H^+(suda) + 5e^- \rightarrow Mn^{2+}(suda) + 4H_2O(s)$$

şeklindedir. Alınan ve verilen elektron sayıları eşitlenerek toplanırsa net redoks tepkimesi

$$5Fe^{2+}(suda) + MnO_4^-(suda) + 8H^+(suda) \rightarrow 5Fe^{3+}(suda) + Mn^{2+}(suda) + 4H_2O(s)$$

elde edilir. Tepkimede Fe^{2+} ile MnO_4^- iyonları arasında stokiyometrik oran 5:1 dir.

Örnek

Demir iyonları içeren bir çözeltiden alınan 10 mL numune $SnCl_2$ ile indirgendikten sonra Zimmermann-Reinhardt çözeltisi eklenip 0,0126 M ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 14,65 mL $KMnO_4$ çözeltisi harcandığına göre numunedeki toplam demir derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Harcanan MnO_4^- iyonlarının mol sayısı

$$n_{MnO_4^-} = M_{MnO_4^-} \cdot V_{MnO_4^-} = 0{,}0126 \cdot 14{,}65 \cdot 10^{-3} = 1{,}846 \cdot 10^{-4} \text{ bulunur.}$$

Fe^{2+} iyonları ile MnO_4^- iyonları arasında gerçekleşen tepkime

$$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow 5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O$$

şeklindedir. Fe^{2+} ile MnO_4^- iyonlarının stokiyometrik oranı 5:1 dir.

1 mol MnO_4^- ile	5 mol Fe^{2+} tepkimeye giriyorsa
$1{,}846 \cdot 10^{-4}$ mol MnO_4^- ile	n mol Fe^{2+} tepkimeye girer.

$$n_{Fe^{2+}} = 5 \cdot 1{,}846.10^{-4} = 9{,}23 \cdot 10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

O hâlde çözeltideki Fe^{2+} derişimi

$$M_{Fe^{2+}} = \frac{n_{Fe^{2+}}}{V_{numune}} = \frac{9{,}23 \cdot 10^{-4}}{10 \cdot 10^{-3}} = 0{,}0923 \text{ M hesaplanır.}$$

Sıra Sizde

Bir çözeltideki toplam demir iyonlarının derişimi bulunmak isteniyor. Bunun için çözeltiden alınan 50 mL örnek gerekli işlemler yapıldıktan sonra 0,01025 M ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 20,40 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edilmesiyle dönüm noktasına ulaşıldığına göre demir iyonlarının derişimi kaç M'dır?**

Örnek

Demir cevherinden 0,1860 g tartılıp HCl çözeltisi ile tüm demir bileşikleri çözünür hâle getiriliyor. Çözünmeyen safsızlıklar süzülerek uzaklaştırıldıktan sonra ön indirgeme yapılıyor. Zimmermann-Reinhardt çözeltisi eklendikten sonra 0,0118 M ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **22,65 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre cevherdeki demir yüzdesi kaçtır?** (Fe: 56)

Çözüm

$$n_{MnO_4^-} = M_{MnO_4^-} \cdot V_{MnO_4^-} = 0{,}0118 \cdot 22{,}65 \cdot 10^{-3} = 2{,}673 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

1 mol MnO_4^- ile	5 mol Fe^{2+} tepkimeye giriyorsa
$2{,}673 \cdot 10^{-4}$ mol MnO_4^- ile	n mol Fe^{2+} tepkimeye girer.

Numunedeki demirin toplam mol sayısı

$$n_{Fe} = 5 \cdot 2{,}673 \cdot 10^{-4} = 1{,}336 \cdot 10^{-3} \text{ hesaplanır.}$$

1 mol Fe	56 g ise
$1{,}336 \cdot 10^{-3}$ mol Fe	m (g) olur

$$m\,(g) = 1{,}336 \cdot 10^{-3} \cdot 56 = 0{,}0748 \text{ g Fe bulunur.}$$

$$\%Fe = \frac{\text{g Fe}}{\text{g numune}} \cdot 100 = \frac{0{,}0748}{0{,}1860} \cdot 100 = 40{,}22$$

Cevherde kütlece **% 40,22 Fe** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

1. Bir demir cevherinden alınan büyük numuneden 0,2045 gramı analiz numunesi olarak hassas şekilde tartılıyor. Numune, gerekli işlemler yapılıp hazırlandıktan sonra 0,00988 M $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **38,70 mL $KMnO_4$ çözeltisi eklenmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre numunedeki Fe yüzdesi kaçtır?** (Fe: 56)

2. %14 demir içerdiği bilinen bir numuneden bir miktar alınarak analiz için tartılıyor. Gerekli işlemlerden sonra 0,00817 M $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **35,3 mL $KMnO_4$ çözeltisi eklenmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre analiz için alınan numune miktarı kaç gramdır?** (Fe: 56)

3. Laboratuvar Çalışması

Permanganometrik Yöntemle Demir Analizi

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

Amaç

Demir numunesindeki Fe yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Demir numunesi
- 6 M HCl çözeltisi
- Saf su
- %10'luk $SnCl_2$ çözeltisi
- Zimmerman-Reinhard çözeltisi
- Doygun $HgCl_2$ çözeltisi
- Ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Sıcak su banyosu
- Saat camı
- Huni
- Spor düzeneği

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

$M_{MnO_4^-}$:

$V_{MnO_4^-}$:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Numuneden yaklaşık 5 g tartınız. 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
3. Kurutulan numuneden 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Numuneyi behere alarak üzerine 20 mL su ve 10 mL HCl çözeltisi ekleyerek çözünüz.
5. Sıcak su banyosunda çözeltinin rengi sarıdan yeşile dönünceye kadar %10'luk $SnCl_2$ çözeltisinden damla damla ilave ediniz.
6. Çözelti yeşile döndükten sonra 2-3 damla daha $SnCl_2$ çözeltisi ilave ediniz.
7. Çözelti soğuduktan sonra beyaz çökelek oluşuncaya kadar $HgCl_2$ çözeltisi ilave ediniz.
8. Çözeltiyi 200 mL'ye seyreltikten sonra Zimmerman-Reinhard çözeltisinden 15 mL ilave ediniz.
9. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti, ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yapınız.
10. Çözeltide 30 saniyelik kalıcı renk oluşuncaya kadar $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız $KMnO_4$ çözeltisinin hacmini kaydediniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Analizde $SnCl_2$ ve $HgCl_2$ çözeltilerinin kullanılma amacı nedir? Açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $KMnO_4$ çözeltisinin hacminden ve demir numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki demir yüzdesini hesaplayınız.

7.4.2. PERMANGANAT ÇÖZELTİSİ İLE KALSİYUM ANALİZİ

Kalsiyum, tüm bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağına sahiptir. Bu nedenle demir analizinde olduğu gibi mevcut bir iyonunun başka bir iyona yükseltgenmesi mümkün değildir. Dolayısıyla permanganometri ile doğrudan analiz edilemez. Analiz, çözeltideki kalsiyum iyonlarını tamamen çöktürmek için harcanan oksalatın permanganat ile titre edilmesine dayanır.

Analiz için önce numunedeki kalsiyumun çözülmesi gerekir. Kalsiyum bileşikleri arasında suda az çözünenler vardır. Özellikle karbonat, fosfat gibi tuzları suda oldukça az çözünür. Bunların çözünür hâle gelmesi için ortamın asidik olması gerekir. Asitli ortamda kalsiyum tuzunun anyonları protonlanarak çözünür hâle gelir.

$$CaCO_3(k) + HCl(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + HCO_3^-(suda) + Cl^-(suda)$$

$$CaHPO_4(k) + HCl(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + H_2PO_4^-(suda) + Cl^-(suda)$$

Bu şekilde çözeltiye alınan kalsiyum iyonları zayıf bazik ortamda $Na_2C_2O_4$ ilave edilmesi ile çöktürülür.

$$Ca^{2+}(suda) + C_2O_4^{2-}(suda) \rightarrow CaC_2O_4(k)$$

Bunun için numuneden elde edilen çözeltiye yeterli miktarda oksalat çözeltisi eklenip, üzerine NH_3 çözeltisi ilave edilerek çözeltinin bazik olması sağlanır. Bu sırada çözeltinin bazikliği metil kırmızısı gibi bir indikatörle takip edilmelidir. Çöktürmenin tam olması için ortamın bazik olması önemlidir çünkü kalsiyum oksalat asidik ortamda nitel olarak tespit edilmesine yetecek kadar çökmesine rağmen çökmeden kalan kısmı nicel analizde analit kaybına neden olur.

Çökelek Gooch krozesi ile süzüldükten sonra saf su ile yıkanır. Süzüntüye her defasında $AgNO_3$ çözeltisi damlatılarak bulanıklaşma olup olmadığına bakılmalıdır. Bulanıklaşma olması çökelek üzerinde Cl^- iyonlarının varlığını gösterir. Bu iyonlar, permanganat ile yükseltgeneceğinden analizde hataya sebep olur. Bu nedenle yıkama işlemine, süzüntüye $AgNO_3$ ilave edildiğinde bulanıklaşma olmayıncaya kadar devam edilir.

Elde edilen çökeleğin gravimetrik analizdeki gibi kurutulmasına gerek yoktur. Krozedeki çökeleğin üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisi eklenerek çözünmesi sağlanır. Çökeleğin tamamen çözündüğünden emin olunmalıdır. Çözünme, oksalatın oksalik aside dönüşmesi ile gerçekleşir.

$$CaC_2O_4(k) + 2H^+(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + H_2C_2O_4(suda)$$

Burada elde edilen oksalik asit, permanganatla titre edilerek kalsiyum miktarına geçiş yapılır.

$$2MnO_4^-(suda) + 5H_2C_2O_4(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 10CO_2(g) + 8H_2O(s)$$

Denklemlerden oksalik asit ile kalsiyum iyonu arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülür. O hâlde, titrasyonda bulunan oksalik asidin mol sayısı kalsiyumun mol sayısına eşittir. Reaksiyonda oluşan Mn^{2+} iyonları otokatalizör etkisi göstererek reaksiyonun gözlenebilir hızda oluşmasını sağlar. Bu analizde de $KMnO_4$ çözeltisinin ayarlanmasında olduğu gibi titrasyona yavaş başlanmalıdır.

BİLGİ KUTUSU

Permanganometri, kan serumunda kalsiyum analizi için kullanılan yöntemlerden biridir.

Örnek

Bir çözeltinin 100 mL'sinde bulunan tüm kalsiyum iyonları CaC_2O_4 hâlinde çöktürüldükten sonra elde edilen çökelek H_2SO_4 ile çözülüyor ve 0,00986 M $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 7,85 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre analiz edilen çözeltideki Ca^{2+} iyonlarının molar derişimi kaçtır?**

Çözüm

CaC_2O_4 katısı, H_2SO_4 ile

$$CaC_2O_4 + 2H^+ \rightarrow Ca^{2+} + H_2C_2O_4$$

tepkimesine göre çözünerek tüm oksalat iyonları oksalik aside dönüşür. Oksalik asit permanganatla

$$2MnO_4^- + 5H_2C_2O_4 + 6H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$$

tepkimesine göre yükseltgenir. Tepkime denkleminden MnO_4^- ile $H_2C_2O_4$ bileşikleri arasındaki stokiyometrik oranın 2:5 olduğu görülür.

Titrasyonda kullanılan MnO_4^- mol sayısı

$$n_{MnO_4^-} = M_{MnO_4^-} \cdot V_{MnO_4^-} = 0{,}00986 \cdot 7{,}85 \cdot 10^{-3} = 7{,}74 \cdot 10^{-5} \text{ bulunur.}$$

Buradan $H_2C_2O_4$ mol sayısı

2 mol MnO_4^- ile	5 mol $H_2C_2O_4$ reaksiyona giriyorsa
$7{,}74.10^{-5}$ mol MnO_4^- ile	n mol $H_2C_2O_4$ reaksiyona girer.

$$n_{H_2C_2O_4} = 7{,}74 \cdot 10^{-5} \cdot \frac{5}{2} = 1{,}935 \cdot 10^{-4} \text{ bulunur.}$$

Birinci denklemden Ca^{2+} ile $H_2C_2O_4$ arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir. O hâlde Ca^{2+} iyonları da $1{,}935 \cdot 10^{-4}$ moldür.

Titre edilen Ca^{2+} çözeltisi hacmi 100 mL olduğuna göre molar derişimi

$$M_{Ca^{2+}} = \frac{n_{Ca^{2+}}}{V_{numune}} = \frac{1{,}935 \cdot 10^{-4}}{0{,}1} = 1{,}935 \cdot 10^{-3} \text{ M } Ca^{2+} \text{ hesaplanır.}$$

Örnek

Kalsiyum tuzları içeren bir kayaçtan alınan 0,260 g numune 5 M HCl ile tamamen çözülüyor. Elde edilen çözeltinin üzerine yeteri kadar $Na_2C_2O_4$ ilave edilerek çöktürülüyor. 6 M NH_3 çözeltisi ile ortam bazikleştirilerek çökmenin tam olması sağlanıyor. Çökelek, süzülüp üzerinde bulunan klorür iyonları tamamen uzaklaştırılana kadar yıkandıktan sonra 2 M H_2SO_4 ilave edilerek tekrar çözünmesi sağlanıyor ve elde edilen çözelti 0,01084 M ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **33,60 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edilmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre numunedeki kalsiyumun kütlece yüzdesini hesaplayınız.** (Ca: 40)

Çözüm

Bu örnekte kalsiyum iyonlarının mol sayısı bulunup kütlesine geçilir ve bu kütlenin toplam numunedeki yüzdesi hesaplanır.

MnO_4^- ile $H_2C_2O_4$ arasındaki

$$2MnO_4^- + 5H_2C_2O_4 + 6H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$$

reaksiyonundan aralarındaki stokiyometrik oranın 2:5 olduğu görülmektedir. MnO_4^- iyonunun mol sayısı

$$n_{MnO_4^-} = M_{MnO_4^-} . V_{MnO_4^-} = 0,01084 . 33,60.10^{-3} = 3,64.10^{-4} \text{ mol bulunur.}$$

2 mol MnO_4^- ile 5 mol $H_2C_2O_4$ reaksiyona giriyorsa

$3,64.10^{-4}$ mol MnO_4^- ile n mol $H_2C_2O_4$ reaksiyona girer.

$$n_{H_2C_2O_4} = 3,64.10^{-4} \cdot \frac{5}{2} = 9,10 \cdot 10^{-4} \text{ mol hesaplanır.}$$

Ca^{2+} ile $H_2C_2O_4$ arasında 1:1 stokiyometrik oran olduğu bilindiğine göre Ca^{2+} nın mol sayısı da $9,10 \cdot 10^{-4}$ tür.

Ca'un atom kütlesi 40 $g.mol^{-1}$ olduğundan $9,10 \cdot 10^{-4}$ mol Ca^{2+} ın kütlesi

$$9,10 \cdot 10^{-4} \cdot 40 = 0,0364 \text{ g bulunur.}$$

Ca kütlesi ile numune kütlesi arasında orantı kurularak kalsiyum yüzdesi

$$\%Ca^{2+} = \frac{m_{Ca^{2+}}}{m_{numune}} \cdot 100 = \frac{0,0364}{0,260} \cdot 100 = 14 \text{ bulunur.}$$

Numunenin **%14'ü Ca^{2+}** iyonudur.

Sıra Sizde

100 mL çözeltideki kalsiyum miktarını analiz etmek için gerekli işlemler yapılarak titrasyona hazırlanılıyor. Titrasyon için 0,009560 M $KMnO_4$ çözeltisi kullanılıyor. **19,65 mL $KMnO_4$ çözeltisi eklendiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre örnek çözeltideki Ca^{2+} derişimi kaç M'dır?**

Sıra Sizde

0,3689 g kalsiyum numunesi gerekli ön işlemlerden geçirildikten sonra elde edilen oksalik asit çözeltisi 0,01160 M $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda dönüm noktasına kadar 36,80 mL $KMnO_4$ çözeltisi harcandığına göre numunede kütlece % kaç kalsiyum vardır?** (Ca:40)

4. Laboratuvar Çalışması

Permanganometrik Yöntemle Kalsiyum Analizi

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

Amaç

Kalsiyum numunesindeki Ca yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ca numunesi
- 6 M HCl çözeltisi
- Saf su
- Metil kırmızısı
- Doygun $Na_2C_2O_4$ çözeltisi
- 6 M NH_3 çözeltisi
- 6 M H_2SO_4 çözeltisi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- Ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Sıcak su banyosu
- Gooch krozesi
- Saat camı
- Huni
- Spor düzeneği

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 3 gram Ca numunesi tartınız.
3. 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.

4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunuzu kaydediniz.
5. Numuneyi behere alınız, üzerine 20 mL su ve 10 mL 6 M HCl çözeltisi ekleyerek iyice çözünüz.
6. Çözeltiyi dikkatlice kaynatarak CO_2 i uzaklaştırınız.
7. Çözeltiyi 200 mL'ye seyrelterek su banyosunda 60-70 °C'ye kadar ısıtınız.
8. Üzerine doygun $Na_2C_2O_4$ çözeltisinden 25 mL ilave ediniz.
9. Karışıma, metil kırmızısı ekleyip çözeltinin rengi sarıdan kırmızıya dönünceye kadar 6 M NH_3 çözeltisinden damla damla ilave ediniz.
10. Oluşan maddeyi Gooch krozesi yardımıyla süzünüz.
11. Çökeleği saf su ile yıkayınız.
12. Süzüntü $AgNO_3$ çözeltisi ile Cl^- tepkimesi vermeyinceye kadar yıkama işlemine devam ediniz.
13. Çökelek üzerine 6 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek iyice çözünmesi sağlayınız.
14. Oluşan çözeltiyi bir erlene aktarınız.
15. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti ayarlı $KMnO_4$ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yapınız.
16. Çözeltide 30 saniyelik kalıcı renk oluşuncaya kadar $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız $KMnO_4$ çözeltisinin hacmini kaydediniz.
17. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

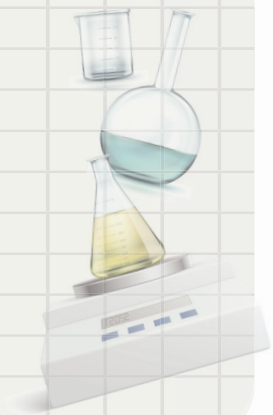
$M_{MnO_4^-}$:

$V_{MnO_4^-}$:

Değerlendirme

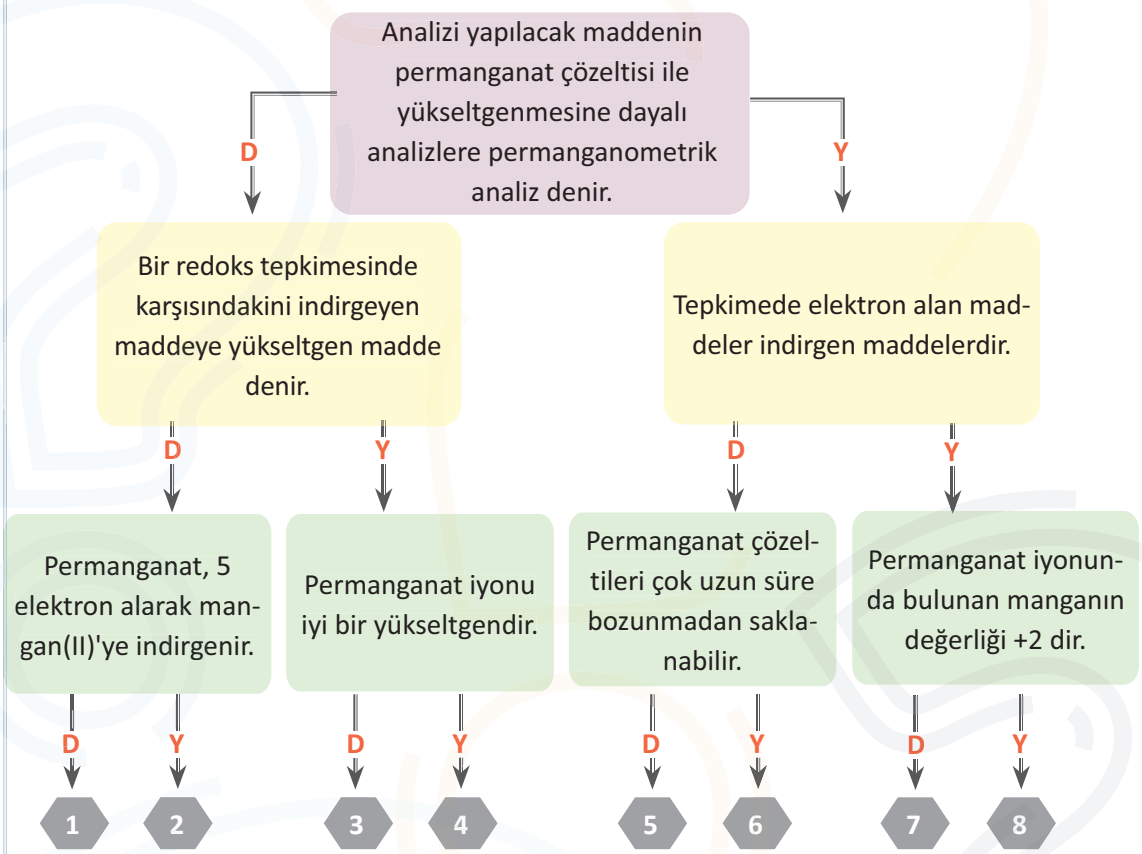
1. Ca^{2+} iyonu yükseltgenebilen bir tür değildir. Analizde MnO_4^- ile yükseltgenen kimyasal tür nedir? Açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $KMnO_4$ çözeltisinin hacminden ve kalsiyum numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki kalsiyum yüzdesini hesaplayınız.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Permanganometrik analizler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Permanganometrik analizler ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Bir maddenin elektron aldığı tepkime indirgenme yarı tepkimesidir.

( ) **b.** Permanganat çözeltisi mutlaka sıcak ortamda hazırlanmalıdır.

( ) **c.** Redoks tepkimeleri, alınan ve verilen elektron sayılarının eşitlenmesi ile denkleştirilir.

( ) **ç.** Potasyum permanganat, primer standart bir madde olduğu için çözeltisi ayarlanmadan kullanılabilir.

( ) **d.** Potasyum permanganat çözeltisi, ışıktan etkilendiği için koyu renkli çözelti şişelerinde karanlıkta muhafaza edilmelidir.

C) Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1) Aşağıda verilen bileşiklerden hangisinde kromun yükseltgenme basamağı diğerlerinden farklıdır?

A) $K_2Cr_2O_7$
B) Na_2CrO_4
C) Cr_2O_3
D) $(NH_4)_2Cr_2O_7$
E) $CaCrO_4$

2) $2Fe(k) + O_2(g) \rightarrow 2FeO(k)$

tepkimesi için aşağıdaki bilgilerden hangisi yanlıştır?

A) Redoks tepkimesidir.
B) Demir metali yükseltgenmiştir.
C) O_2 yükseltgen maddedir.
D) O_2 nin yükseltgenme basamağı -2 dir.
E) Fe metali indirgen maddedir.

3) Aşağıdakilerden hangisi yükseltgenmeye dayalı redoks titrasyonlarında titrant olarak seryum(IV) çözeltisi yerine MnO_4^- çözeltisi kullanılmasının sebeplerindendir?

A) Permanganat çözeltisi primer standart özellik gösterir.
B) Titrasyonda ayrıca indikatör kullanımına gerek yoktur.
C) Permanganat çözeltisi çabuk bozunur.
D) Permanganat iyonu klorür iyonunu yükseltger.
E) Seryum(IV) bileşikleri permanganata göre daha ucuzdur.

4) Yaklaşık 0,1 M 1 L permanganat çözeltisi hazırlamak için tartılması gereken $KMnO_4$ kütlesi hangi seçenekte doğru verilmiştir? ($KMnO_4$:158)

A) 4,2
B) 15,8
C) 5,26
D) 7,9
E) 3,16

5) Permanganat iyonu güçlü bir yükseltgendir. **Buna göre**

I. Fe^{3+}
II. CO_3^{2-}
III. S^{2-}

kimyasal türlerinden hangileri permanganat iyonu ile tepkime vermez?
(Elementlerin en büyük yükseltgenme basamakları: Fe: +3, C: +4, S: +6)

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

6) Permanganat ile demir analizinde numunedeki tüm demir iyonlarını Fe^{2+} ye dönüştürmek için

I. $SnCl_2$ eklemek
II. $HgCl_2$ eklemek
III. Jones indirgeyicisi

yöntemlerinden hangileri kullanılır?

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

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1 **Permanganometrik analizlerde indikatör kullanılmamasının nedenini açıklayınız.**

2 Kaan laboratuvar teknisyenidir. Yaptığı doğa yürüyüşü sırasında siyah bir cevher bulur ve cevheri laboratuvara götürerek gerekli nitel analizleri yapar. Analiz sonucunda bulduğu mineralin piroluzit olduğunu öğrenir. Kaan, piroluzitteki MnO_2 yüzdesini bulmak için 0,4204 gram numune alarak H_2SO_4 ile asitlendirilmiş ortamda 0,4020 gram $Na_2C_2O_4$ ile reaksiyona girmesini sağlar. Oksalatın fazlasını titre etmek için 20 mL 0,02 M permanganat çözeltisi harcar. **Buna göre piroluzitteki MnO_2 yüzdesi kaçtır?** ($Na_2C_2O_4$: 134, MnO_2: 86,94)

$MnO_2 + Na_2C_2O_4 + 2H_2SO_4 \rightarrow MnSO_4 + Na_2SO_4 + 2CO_2 + 2H_2O$

$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$

3 Oksalat içeren bir çözeltinin permanganat ile titrasyonu sırasında, başlangıçta eklenen permanganatın rengi çok yavaş kaybolur ancak zaman geçtikçe rengin kaybolması hızlanır. **Ortamdaki reaktif (oksalat) derişimi titrasyon sırasında azalmasına rağmen tepkimenin hızlanmasının sebebi nedir? Açıklayınız.**

4 $KMnO_4$ çözeltisini ayarlamak için $Na_2C_2O_4$ tuzundan 0,1587 gram tartılıp saf su ile 100 mL çözeltisi hazırlanıyor. **Analit üzerine 38,8 mL $KMnO_4$ çözeltisi ilave edilmesiyle dönüm noktasına ulaşıldığına göre $KMnO_4$ çözeltisinin molar derişimini hesaplayınız.**
($Na_2C_2O_4$: 134)

$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$

5 **Bazik ortamda gerçekleşen $Mn(NO_3)_2 + S \rightarrow MnO_4^- + SO_4^{2-} + NO$ tepkimesini en küçük katsayılar ile denkleştiriniz.**

6 Bir kalsiyum filizinden alınan 0,6 g numune uygun bir çözücüde çözüldükten sonra içindeki kalsiyum iyonları kalsiyum oksalat şeklinde çöktürülüp ayrılıyor. Çökelek, süzülüp yıkandıktan sonra bir erlene aktarılarak üzerine 10 mL derişik H_2SO_4 ve 100 mL saf su eklenip ısıtılıyor. Oluşan karışım, 35,1 mL 0,0187 M $KMnO_4$ çözeltisi ile menekşe rengini alıncaya kadar titre ediliyor. **Buna göre numunedeki kalsiyum yüzdesi kaçtır?** (Ca: 40)

$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$

7 **%80 saflıkta $CaCO_3$ içeren kireç taşının 0,3 gramını titre etmek için derişimi 0,0192 M olan $KMnO_4$ çözeltisinden kaç mL kullanılmalıdır?** (C: 12, O: 16, Ca: 40)

$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$

8 0,237 g saf demir derişik HCl'de çözüldükten sonra bütün demir iyonları Fe^{2+} iyonlarına dönüştürülüyor. Oluşan karışıma Zimmeman-Reinhart çözeltisi eklenerek yaklaşık 0,02 M olan 36,44 mL $KMnO_4$ çözeltisi ile titre ediliyor. **$KMnO_4$ çözeltisinin gerçek molaritesini hesaplayınız.** (Fe: 56)

$5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow 5Fe^{3+} + Mn^{2+} + 4H_2O$

8. ÖĞRENME BİRİMİ

İYODOMETRİK ANALİZLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Cu^{2+}, CrO_4^{2-}, MnO_4^- gibi maddeler yükseltgen maddelerdir. Bu maddeler yükseltgenebilecek bir maddeden kolaylıkla elektron alabilir. Bunlar gibi yükseltgen maddelerin analiz edilmesinde kullanılacak kimyasallar hangi özellikte olmalıdır?

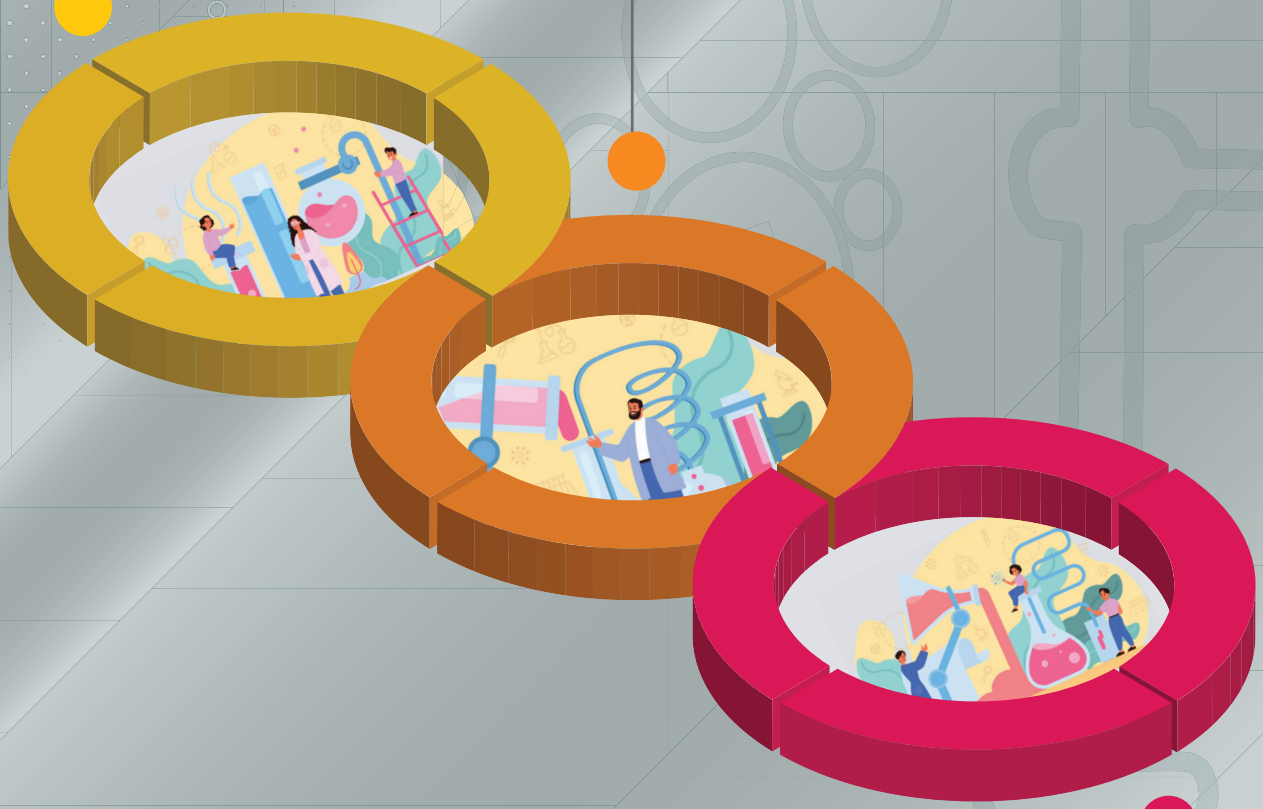
Temel Kavramlar

- Geri titrasyon
- İyodometri
- İyodimetri

KONULAR

8.1. İNDİRGENMEYE DAYALI REDOKS TİTRASYONLARI

8.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI



8.3. İYODOMETRİ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

» İndirgenmeye Dayalı Redoks Titrasyonları

8.1. İNDİRGENMEYE DAYALI REDOKS TİTRASYONLARI

Analiz edilecek madde, indirgenme özelliği gösteriyorsa uygun bir indirgen ile titre edilebilir ancak birçok indirgen madde suda çözünmüş oksijen ile kolayca yükseltgenerek bozunduğu için yükseltgenler kadar yaygın kullanılmaz. Uzun süre saklanabilen tek genel indirgen tiyosülfat ($S_2O_3^{2-}$) iyonudur. Tiyosülfat yükseltgenerek tetratiyonat iyonuna dönüşür.

$$\mathbf{2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow S_4O_6^{2-}(suda) + 2e^-}$$

İndirgen olarak kullanılan bir diğer reaktif demir(II) çözeltisidir. Demir(II) iyonu nötral ortamda kolayca demir(III) iyonuna yükseltgendiğinden kararlı değildir ancak 0,5 M H_2SO_4 çözeltisi ilave edilmiş ortamda kısa süreli kararlı çözelti elde edilebilir. Demir(II) çözeltileri organik peroksitlerin, hidroksilaminin(NH_2OH), krom(VI), seryum(IV) gibi metal katyonlarının ve nitrat, klorat, perklorat gibi anyonların analizinde kullanılır. Demir(II) iyonu analizde doğrudan kullanılamaz. Demir(II) çözeltisinin aşırısı analit çözeltisine ilave edilir. Hesaplama, yükseltgenmeden kalan demir(II) iyonlarının bir yükseltgenle ($Cr_2O_7^{2-}$, Ce^{4+}, MnO_4^-) geri titrasyonundan yararlanılarak yapılır.

8.1.1. İYODOMETRİK TİTRASYONLAR

İyodür iyonu zayıf bir indirgendir. Güçlü yükseltgenlerle yükseltgenerek I_2 a dönüşür.

$$2I^-(suda) \rightarrow I_2(suda) + 2e^-$$

İyodürün doğrudan reaksiyonunu gözlemek için uygun bir indikatör yoktur. Ayrıca reaksiyon yavaş gerçekleştiği için iyodür doğrudan titrant olarak kullanılamaz.

Analiz edilecek yükseltgen maddenin çözeltisine fazla miktarda iyodür çözeltisi eklenir. İyodür iyonu, yükseltgen maddeye eşdeğer miktarda I_2 oluşturur. Oluşan I_2 un miktarı tiyosülfatla titre edilerek bulunur. Buradan analiz edilen maddenin miktarına stokiyometrik hesaplamalarla ulaşılır. Bu işleme **iyodometri** adı verilir.

$$I_2(suda) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow 2I^-(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$

BİLGİ KUTUSU

İyodun (I_2) yükseltgen olarak kullanıldığı titrasyonlar da yapılır. Bu reaksiyonlarda bir indirgene karşı I_2 indirgenerek I^- iyonuna dönüşür. Bu işleme **iyodimetri** denir.

Örneğin permanganat iyonunun analizi yapılırken ortama fazla miktarda iyodür çözeltisi eklenir. İyodür ile permanganat arasında

$$2MnO_4^-(suda) + 10I^-(suda) + 16H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 5I_2(suda) + 8H_2O(s)$$

reaksiyonu gerçekleşir. Tepkimede her 2 mol permanganat iyonuna karşılık 5 mol I_2 oluşur. MnO_4^- ile I_2 arasında 2:5 stokiyometrik oranı vardır. Oluşan I_2 tiyosülfatla titre edilir. I_2 ile $S_2O_3^{2-}$ arasındaki stokiyometrik oran 1:2 olduğundan permanganat ile tiyosülfat arasında 1:5 oranı olduğu görülür. Buradan çözeltideki permanganat miktarı hesaplanır.

İyodometrik titrasyonlar asidik ortamda yapılmalıdır. Bazik ortamda gerçekleşen reaksiyonlarda oluşan iyot dismutasyona uğrar. Dismutasyon, aynı maddeden yapı olarak iki farklı ürünün oluşmasıdır. Titrasyonda tiyosülfat ile I_2 reaksiyona gireceği için I_2 nin bozunması analizin hatalı olmasına sebep olur. Dismutasyonla oluşan HIO, tiyosülfatı sülfata yükseltger.

$$I_2(suda) + OH^-(suda) \rightarrow HIO(suda) + I^-(suda)$$

$$4HIO(suda) + S_2O_3^{2-}(suda) + 6OH^-(suda) \rightarrow 2SO_4^{2-}(suda) + 4I^-(suda) + 5H_2O(s)$$

İyodometride indikatör olarak en çok nişasta kullanılır. Titrasyonun bitişi iyot-nişasta kompleksinin mavi renginin kaybolmasıyla anlaşılır. Nişasta çözeltisi dönüm noktasından hemen önce ilave edilmelidir. Bu an, çözeltideki I_2 tan kaynaklanan kahverengi rengin açık sarıya dönmesi ile tespit edilir. Nişastanın erken eklenmemesinin iki sebebi vardır. Birincisi, başlangıçta ortamda bol miktarda bulunan I_2, nişasta tarafından çok fazla adsorbe edilir. Bu kompleks, yavaş ayrışacağından tepkimede dönüm noktası tam olarak belirlenemez. İkincisi, asidik ortamda nişastanın parçalanmasıdır. Bu şekilde iyodu adsorbe edemeyecek türler oluşur. Nişastanın dışında sodyum nişasta glikolat, polivinil alkol veya ekstraksiyon indikatörleri de kullanılabilir.

BİLGİ KUTUSU

Titrant olarak tiyosülfat çözeltisi yerine arsenit veya $FeSO_4$ gibi indirgenlerin çözeltileri de kullanılabilir.

Örnek

0,240 g bakır numunesi iyodometrik yöntemle analiz ediliyor. Numune tamamen çözünür hâle getirilip içerdiği tüm bakırın Cu^{2+} **katyonuna** yükseltgenmesi sağlandıktan sonra aşırı miktarda KI çözeltisi eklenerek

$$2Cu^{2+} + 2I^- \rightarrow 2Cu^+ + I_2$$

tepkimesi gerçekleştiriliyor. **Oluşan I_2 0,1130 M 22,7 mL $Na_2S_2O_3$ çözeltisi ile titre edildiğine göre numunedeki bakırın yüzdesi kaçtır?** (Cu: 63,55)

Çözüm

1. yol

I_2 ile $S_2O_3^{2-}$ arasında

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

tepkimesi gerçekleşir. Tiyosülfatın mol sayısından yararlanılarak I_2 un mol sayısı aşağıdaki gibi bulunur.

$$n_{S_2O_3^{2-}} = M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0,1130 \cdot 22,7 \cdot 10^{-3} = 2,5651 \cdot 10^{-3} \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$

2 mol $S_2O_3^{2-}$ ile 1 mol I_2 ile tepkimeye girdiğine göre

$2,5651 \cdot 10^{-3}$ mol $S_2O_3^{2-}$ ile n mol I_2 tepkimeye girer.

$$n_{I_2} = \frac{2,5651 \cdot 10^{-3} \cdot 1}{2} = 1,2826 \cdot 10^{-3} \text{ mol } I_2$$

I_2 ile Cu^{2+} arasında verilen tepkimede 2 mol Cu^{2+}nın 1 mol I_2 oluşturduğu görülüyor. O hâlde

$$n_{Cu^{2+}} = 2 \cdot n_{I_2} = 2 \cdot 1,2826 \cdot 10^{-3} = 2,5651 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Cu^{2+} \text{ bulunur.}$$

Numunedeki tüm bakır, analiz öncesinde Cu^{2+} katyonuna yükseltgendiğinden bakırın toplam mol sayısı da $2,5651 \cdot 10^{-3}$ tür.

1 mol Cu 63,55 g olduğuna göre

$2,5651 \cdot 10^{-3}$ mol Cu m (g) olur.

$m = 2,5651 \cdot 10^{-3} \cdot 63,55 = 0,1630$ g Cu hesaplanır.

Numune kütlesi 0,240 gram verilmiştir.

0,240 g numunede 0,1630 g bakır bulunduğuna göre

100 g numunede x (g) bakır bulunur.

$$x = \frac{0,1630}{0,240} \cdot 100 = 67,92 \text{ olur.}$$

Numunede **%67,92 Cu** vardır.

2. yol

Bakırın mol sayısı aşağıdaki gibi hesaplanabilir.

$$\text{mol Cu} = \frac{0{,}1130 \text{ mol } S_2O_3^{2-}}{1 \text{ L çözelti}} \cdot 22{,}7 \text{ mL çözelti} \cdot \frac{1 \text{ L çözelti}}{1000 \text{ mL çözelti}} \cdot \frac{1 \text{ mol } I_2}{2 \text{ mol } S_2O_3^{2-}} \cdot \frac{2 \text{ mol Cu}}{1 \text{ mol } I_2}$$

Birimler sadeleştirilip işlemler yapıldığı zaman bakırın mol sayısı $2{,}5651.10^{-3}$ bulunur. Daha sonra bakırın kütlesi ve kütlece yüzde derişimi aynı şekilde hesaplanır.

3. yol

$$2Cu^{2+} + 2I^- \rightarrow 2Cu^+ + I_2$$
$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

tepkime denklemleri incelenirse 2 mol Cu^{2+} 1 mol I_2 oluşturduğu, 1 mol I_2 nin 2 mol $S_2O_3^{2-}$ ile tepkimeye girdiği görülür. O halde maddelerin mol sayıları arasında

$$2 \text{ mol } Cu^{2+} \equiv 1 \text{ mol } I_2 \equiv 2 \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$

denkliği yazılabilir.

Reaksiyonda harcanan $S_2O_3^{2-}$ ile Cu^{2+} nın mol sayılarının eşit olduğu görülmektedir. $S_2O_3^{2-}$ nin mol sayısı

$$n_{S_2O_3^{2-}} = M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0{,}1130 \cdot 22{,}7 \cdot 10^{-3} = 2{,}5651 \cdot 10^{-3} \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$

bulunur. Buradan numunedeki bakırın kütlesi ve kütlece yüzde derişimi aynı şekilde hesaplanır.

Sıra Sizde

0,4320 g bakır(II) numunesi tamamen çözüldükten sonra aşırı miktarda KI çözeltisi ekleniyor. **Tepkimede oluşan I_2 0,1680 M 18,6 mL $Na_2S_2O_3$ çözeltisi ile titre edildiğine göre numunedeki bakırın yüzdesi kaçtır?** (Cu: 63,55)

Örnek

Yer dezenfektanı numunesinde bulunan hipoklorit (ClO^-) derişimi iyodometrik yöntemle tayin edilmek isteniyor. Bunun için 5,00 mL dezenfektan 10 mL kadar KI çözeltisine ilave edilip

$$ClO^- + 2I^- + 2H^+ \rightarrow Cl^- + I_2 + H_2O$$

tepkimesine göre I_2 oluşması sağlanıyor. Oluşan I_2 0,0984 M $S_2O_3^{2-}$ ile nişastalı indikatörlüğünde titre ediliyor. **12,75 mL $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre dezenfektandaki ClO^- iyonlarının derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

Titrasyonda kullanılan tiyosülfatın mol sayısı

$$n_{S_2O_3^{2-}} = M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0{,}0984 \cdot 12{,}75 \cdot 10^{-3} = 1{,}2546 \cdot 10^{-3} \text{ mol } S_2O_3^{2-} \text{ olarak hesaplanır.}$$

Tiyosülfat ile I_2 arasında

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

tepkimesi gerçekleştiği için aşağıdaki orantı ile I_2 miktarı bulunur.

2 mol $S_2O_3^{2-}$ ile 1 mol I_2 tepkimeye girdiğine göre

$1{,}2546 \cdot 10^{-3}$ mol $S_2O_3^{2-}$ ile n mol I_2 tepkimeye girer.

$$n_{I_2} = \frac{1{,}2546.10^{-3} \cdot 1}{2} = 6{,}273 \cdot 10^{-4} \text{ mol } I_2$$

$$ClO^- + 2I^- + 2H^+ \rightarrow Cl^- + I_2 + H_2O$$

tepkimesine göre her 1 mol ClO^- ile 1 mol I_2oluştuğundan ClO^- in mol sayısı da $6{,}273.10^{-4}$ bulunur. Analiz edilen yer dezenfektanının hacmi 5,00 mL olduğuna göre M derişimi

$$M_{ClO^-} = \frac{n_{ClO^-}}{V_{numune}} = \frac{6{,}273 \cdot 10^{-4}}{5{,}00 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0{,}1255\ M} \text{ olarak hesaplanır.}$$

2. yol

Tiyosülfat ile hipoklorit arasında

$$z_{yükseltgen} \cdot M_{yükseltgen} \cdot V_{yükseltgen} = z_{indirgen} \cdot M_{indirgen} \cdot V_{indirgen}$$

eşitliği

$$1 \cdot M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 1 \cdot M_{ClO^-} \cdot V_{ClO^-}$$

şeklinde yazılabilir. Soruda verilen değerler yerine yazılırsa ClO^- iyonlarının derişimi **0,1255 M** olarak hesaplanır.

Sıra Sizde

MnO_4^- içeren bir çözeltinin derişimi iyodometrik yöntemle belirlenmek isteniyor. Çözeltinin 100 mL'si üzerine KI çözeltisinin aşırısı ilave ediliyor. Tüm MnO_4^- iyonları

$$2MnO_4^- + 10I^- + 16H^+ \longrightarrow 2Mn^{2+} + 5I_2 + 8H_2O$$

tepkimesine göre harcandıktan sonra oluşan I_2, 0,1080 M 19,8 mL $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Buna göre çözeltideki MnO_4^- derişimi kaç M'dır?**

İYODOMETRİDE DİKKAT EDİLMESİ GEREKEN HUSUSLAR

- Titrasyon soğukta yapılmalıdır. Aksi hâlde iyot buharlaşarak ortamdan uçar.
- Gerekli ise analite ön yükseltgeme yapılmalıdır.
- Nişasta indikatörü iyodun çoğu titre edildikten sonra konulmalıdır.
- Titrasyon yapılırken erlen devamlı çalkalanmalıdır. Aksi hâlde tiyosülfat, asidik ortamda sülfüroz asit ve kükürt oluşturacak şekilde ayrışır.
- İyodometrik titrasyonlar hızlı yapılmalıdır. Numuneye iyodür eklendikten sonra hemen titrasyona başlanır. Aksi hâlde fazla iyodür hava oksijeni ile yükseltgenerek I_2 a dönüşeceğinden pozitif hata oluşur.
- İyot çözeltisi organik maddelerle (plastik, mantar vb.) temas ettirilmemelidir.
- Alkollü ortamda, indikatörün rengi zayıflayacağı için titrasyon yapılmamalıdır.

2. BÖLÜM

8.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

Neler Öğreneceğiz?

- Tiyosülfat Çözeltisinin Hazırlanması
- Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanması

8.2.1. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

Tiyosülfat çözeltisi hazırlamak için $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısı kullanılır. Bu çözelti kararlı değildir. Asidik ortamda tiyosülfat iyonu, sülfit (SO_3^{2-}) ve elementel kükürt oluşturacak şekilde bozunduğu için çözelti bazik ortamda hazırlanmalıdır.

$$2S_2O_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow 2HSO_3^{2-}(suda) + 2S(k)$$

Mikroorganizmalar, güneş ışığı ve bakır(II) iyonları $S_2O_3^{2-}$ iyonunun bozunmasına sebep olduğu için çözelti steril olmalıdır. Çözeltide kaynatılıp, soğutulmuş saf su kullanılmalı; hazırlanacağı kap kaynatılıp soğutulmuş saf su ile çalkalanarak temizlenmelidir. Çözeltiye Na_2CO_3 eklenerek bazik bir ortam oluşturulmalı; boraks, kloroform gibi maddeler eklenerek bakteriler yok edilmelidir.

$Na_2S_2O_3.5H_2O$'ın mol kütlesi 248 g olduğundan 1 L'lik 0,1 M çözeltisinde 24,8 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ tuzu bulunur. Hazırlanacak her 1 L çözelti için 25 g $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısı tartılır. Kaynamış soğutulmuş saf suda çözülür ve üzerine 1 gram boraks katısı ilave edilir. Çözelti kaynamış soğutulmuş saf su ile 1 litreye tamamlanır. Ayarlama işlemi yapılana kadar karanlık bir ortamda renkli şişelerde bekletilir.

Belirli derişimde $Na_2S_2O_3$ çözeltisinin hazırlanmasında takip edilecek işlem basamakları şu şekildedir.

- Çözelti hazırlanırken kullanılacak tüm malzemeler kaynatılmış soğutulmuş saf su ile çalkalanarak temizlenir.
- Çözelti hazırlanırken kaynatılmış soğutulmuş saf su kullanılmalıdır.
- Hesaplanan miktarda $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısı tartılarak behere aktarılır.
- Bir miktar saf su ile çözünmesi sağlanır.
- Hazırlanan çözelti balon jojeye aktarılır.
- Balon jojenin ölçü çizgisine kadar saf su ilave edilir.
- Çözeltinin her 1 L'si için 0,1 g kadar Na_2CO_3 ve 0,5 g kadar $Na_2B_4O_7$ ilave edilip karıştırılır.
- Balon jojenin kapağı kapatılarak çözelti karıştırılır.
- Hacim çizgisi tekrar kontrol edilir.
- Çözelti renkli bir şişeye alınıp karanlık bir ortamda saklanır.

Sıra Sizde

$Na_2S_2O_3.5H_2O$ kullanılarak 0,1 M 250 mL tiyosülfat çözeltisi nasıl hazırlanır? ($Na_2S_2O_3.5H_2O$:248)

1. Laboratuvar Çalışması

0,1 M $Na_2S_2O_3$ Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,1 M derişimde $Na_2S_2O_3$ çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $Na_2S_2O_3.5H_2O$
- Katı $Na_2B_4O_7$
- Katı Na_2CO_3
- Saf su (kaynatılmış soğutulmuş)

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Pipet
- Spatül
- Analitik terazi
- 100 mL'lik balon joje
- Piset

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{Na_2S_2O_3.5H_2O}$:

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Çözelti hazırlamada kullanacağınız malzemeleri kaynatılıp soğutulmuş saf su ile yıkayınız.
3. 100 mL 0,1 M $Na_2S_2O_3$ çözeltisi için gereken $Na_2S_2O_3.5H_2O$ kütlesini hesaplayınız.
4. Belirlediğiniz miktarda $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısını beherde darasını alarak tartınız.
5. Yeterli miktarda saf su ile çözünüz.
6. Üzerine 0,05 g kadar boraks ve 0,01 g kadar Na_2CO_3 katısı ilave ederek çözünüz.
7. Beherdeki çözeltiyi 100 mL'lik balon jojeye aktarınız.
8. Beheri saf su ile çalkalayarak balon jojeye aktarınız.
9. Balon jojeyi yarısına kadar saf su ile doldurunuz. Çalkalayarak iyice karışmasını sağlayınız.
10. Balon jojeyi ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurup karıştırınız.
11. Elde ettiğiniz çözeltileri arkadaşlarınızın çözeltileriyle birleştirdikten sonra şişeleyerek etiketleyiniz.
12. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Çözeltiye boraks ilave edilmesinin nedenini açıklayınız.

8.2.2. TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Tiyosülfat, koruyucu reaktifler eklense dahi zamanla bozunur. Bu nedenle çözelti sık sık ayarlanarak kullanılmalıdır. Ayarlama için primer standart madde veya ayarlı çözeltiler ($KMnO_4$ veya I_2) kullanılabilir. Analiz hatalarını azaltmak için tiyosülfat çözeltisi mümkünse analizi yapılacak maddenin primer standart hâli ile ayarlanır. Örneğin Cr^{3+} tayini yapılacaksa $K_2Cr_2O_7$, Cu^{2+} tayini yapılacaksa metalik bakır primer standart madde olarak kullanılmalıdır. Ayarlama işlemlerinde indikatör olarak nişasta çözeltisi kullanılır. Hesaplamalar stokiyometrik yolla veya stokiyometrik oranlar kullanılarak elde edilen

$$1 \cdot M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = z_{primer} \cdot n_{primer}$$

bağıntısı yardımıyla yapılır. Redoks reaksiyonlarında tesir değerliği mol başına alınan ya da verilen elektron sayısı olduğundan $S_2O_3^{2-}$ iyonunun tesir değerliği 1'dir. Primer standart maddenin tesir değerliği ise eşitlikte z_{primer} olarak gösterilmektedir.

Nişasta Çözeltisinin Hazırlanması

Yaklaşık 1 g nişasta 20 mL su ile iyice karıştırılır. Bu karışım kaynamakta olan 80 mL kadar su üzerine eklenip 2-3 dakika daha kaynatılır. Soğuduktan sonra bakterisit (bakteri önleyici) olarak 0,01 g HgI_2 eklenip ağzı kapatılır. Hazırlanan nişasta çözeltisi birkaç gün içinde kullanılmalıdır.

Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanmasında Kullanılan Primer Standart Maddeler

Potasyum dikromat ($K_2Cr_2O_7$): Mol kütlesi 294,2 g olan potasyum dikromat yüksek sıcaklıkta bozunmayan ve higroskopik özellik göstermeyen iyi bir primer standart maddedir. İyodürü

$$Cr_2O_7^{2-}(suda) + 6I^-(suda) + 14H^+(suda) \rightarrow 2Cr^{3+}(suda) + 3I_2(suda) + 7H_2O(s)$$

tepkimesine göre yükseltger. Bu tepkimede oluşan I_2 tiyosülfatla titre edilir. Titrasyonda

$$I_2(suda) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow 2I^-(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$

tepkimesi gerçekleşir. Dikromat, I_2 ve tiyosülfat arasındaki stokiyometrik ilişki

$$1 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-} \equiv 3 \text{ mol } I_2 \equiv 6 \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$ şeklindedir.

150 °C'de kurutulmuş potasyum dikromattan analitik terazide 0,2 g kadar tartılır. Saf suda çözüldükten sonra 8 mL kadar derişik HCl ve 2 gram kadar KI katısı ilave edilir. Reaksiyon kabı karanlıkta 5 dakika bekletilir. Bu sırada hava oksijeni uzaklaştırılmazsa iyodürün bir kısmı oksijen tarafından yükseltgenir. Bunun için ortama 2 g kadar $NaHCO_3$ veya Na_2CO_3 eklenir.

Potasyum iyodat (KIO_3): Molekül kütlesi 214 g olan potasyum iyodat, dikromat gibi sıcağa dayanıklıdır ve higroskopik değildir. 150 °C'de kurutulmuş potasyum iyodattan 0,2 gram civarında tartılır. Saf suda çözüldükten sonra 1 spatül kadar KI eklenir. Karışım kuvvetli bir asitle asitlendirildiğinde

$$IO_3^-(suda) + 5I^-(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 3I_2(suda) + 3H_2O(s)$$

reaksiyonda oluşan I_2 un tamamı $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre edilir. Her 1 mol IO_3^- tan 3 mol I_2 oluştuğu için reaksiyon stokiyometrisi

$$1 \text{ mol } IO_3^- \equiv 3 \text{ mol } I_2 \equiv 6 \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$ şeklindedir.

Örnek

İyodometrik titrasyonda kullanılmak üzere hazırlanan $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi $K_2Cr_2O_7$ ile ayarlanmak isteniyor. Hassas olarak 0,2354 g $K_2Cr_2O_7$ tartılıp saf suda çözüldükten sonra asidik ortamda aşırı miktarda KI çözeltisi ile tepkimeye sokuluyor. Tepkimede oluşan I_2, $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile nişasta indikatörlüğünde titre ediliyor. **38,6 mL tiyosülfat çözeltisi eklendiği zaman çözeltideki mavi renk kaybolduğuna göre tiyosülfat çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** ($K_2Cr_2O_7$:294,2)

Çözüm

Gerçekleşen reaksiyonlar

$$Cr_2O_7^{2-} + 6I^- + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 3I_2 + 7H_2O$$

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

şeklindedir. Her 1 mol $Cr_2O_7^{2-}$ reaksiyonundan 3 mol I_2 oluştuğu ve 1 mol I_2 un 2 mol $S_2O_3^{2-}$ ile tepkimeye girdiği görülmektedir. O hâlde reaksiyonlarda stokiyometrik oran

$$1 \text{ mol } Cr_2O_7^{2-} \equiv 3 \text{ mol } I_2 \equiv 6 \text{ mol } S_2O_3^{2-}$$

şeklindedir. Yani tepkimede kullanılan tiyosülfatın mol sayısı, primer standart olarak kullanılan potasyum dikromatın mol sayısının 6 katıdır. Potasyum dikromatın mol sayısı

$$n_{K_2Cr_2O_7} = \frac{m\ K_2Cr_2O_7}{M_A\,(K_2Cr_2O_7)} = \frac{0,2354}{294,2} = 8,00 \cdot 10^{-4} \text{ mol olur.}$$

$S_2O_3^{2-}$ iyonunun mol sayısı

$$n_{S_2O_3^{2-}} = 6 \cdot n_{K_2Cr_2O_7} = 6 \cdot 8,00 \cdot 10^{-4} = 4,80 \cdot 10^{-3} \text{ mol bulunur.}$$

Kullanılan $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin hacmi 38,6 mL olduğuna göre M derişimi

$$M = \frac{n_{S_2O_3^{2-}}}{V_{çözelti}} = \frac{4,80 \cdot 10^{-3}}{38,6 \cdot 10^{-3}} = 0,1244 \text{ M olur.}$$

2. Laboratuvar Çalışması

0,1 M Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanması

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

Amaç

0,1 M olarak hazırlanan $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- 0,1 M $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi
- Katı $K_2Cr_2O_7$
- Katı KI
- Katı $NaHCO_3$
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Nişasta çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Baget
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. $K_2Cr_2O_7$ katısını 110 °C'de etüvde kurutunuz.
3. Kurutma işleminden sonra 0,2 g kadar $K_2Cr_2O_7$ katısını tartarak bir miktar saf suda çözünüz. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Çözeltiyi erlene boşaltarak üzerine 2 g $NaHCO_3$, 2 g KI ve 10 mL kadar 3 M H_2SO_4 çözeltisi ekleyiniz. Erleni 10 dakika kadar karanlıkta bekletiniz.
5. Çözeltiyi yaklaşık 300 mL'ye seyreltiniz.
6. Titrasyon düzeneğini kurarak sıfır ayarını yapınız.
7. Çözeltinin rengi açık kahverengi oluncaya kadar tiyosülfat çözeltisi ile titre ediniz.
8. Çözeltiye 3 mL nişasta çözeltisi ilave ediniz.
9. Koyu mavi renk açık yeşil oluncaya kadar tiyosülfat çözeltisi ile titre ediniz. Harcanan tiyosülfat çözeltisinin hacmini kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{K_2Cr_2O_7}$:

$V_{S_2O_3^{2-}}$:

Değerlendirme

1. Analizde H_2SO_4 çözeltisinin kullanılmasının nedeni nedir? Açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin hacminden ve $K_2Cr_2O_7$ miktarından yararlanarak $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

3. BÖLÜM

8.3. İYODOMETRİ UYGULAMALARI

8.3.1. AYARLI TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİ İLE KROM ANALİZİ

Neler Öğreneceğiz?

- Tiyosülfat Çözeltisi ile Krom Analizi
- Tiyosülfat Çözeltisi ile Bakır Analizi

Krom analizi dikromatın iyodometrik analizi şeklinde yapıldığı için önce numunede bulunan tüm krom türlerinin dikromata yükseltgenmesi gerekir. Ön yükseltgeme için kullanılan başlıca reaktifler, $HClO_4$ (perklorik asit), $K_2S_2O_8$ veya $(NH_4)_2S_2O_8$ (potasyum persülfat veya amonyum persülfat), $KMnO_4$ (potasyum permanganat), $NaBiO_3$ (sodyum bizmutat), H_2O_2 veya Na_2O_2 (hidrojen peroksit veya sodyum peroksit) bileşikleridir.

Ön yükseltgeme sonrasında ortamda fazla yükseltgenin kaynatma yapılarak veya uygun kimyasal ile uzaklaştırılması gerekir. Örneğin bazik ortamda peroksitle yükseltgeme sıcak su banyosunda gerçekleştirilirse yükseltgenin fazlası da bozunarak uzaklaşır.

Yükseltgenme tamamlandıktan sonra oluşan kromatın üzerine asidik ortamda aşırı miktarda iyodür çözeltisi eklenir.

$$Cr_2O_7^{2-}(suda) + 6I^-(suda) + 14H^+(suda) \rightarrow 2Cr^{3+}(suda) + 3I_2(suda) + 7H_2O(s)$$

Oluşan I_2 tiyosülfatla titre edilerek krom miktarı hesaplanır.

$$I_2(suda) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow 2I^-(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$

Tepkimeler incelendiğinde maddelerin arasında stokiyometrik oranın

$$\mathbf{1\ mol\ Cr_2O_7^{2-} \equiv 3\ mol\ I_2 \equiv 6\ mol\ S_2O_3^{2-}}$$

şeklinde olduğu görülür. 1 mol $Cr_2O_7^{2-}$ iyonunda 2 mol Cr olduğu için Cr ile tiyosülfat arasında stokiyometrik oran 1:3 tür. Yani her 3 mol tiyosülfat 1 mol Cr atomuna eşdeğerdir.

Reaksiyon ortamı Cr^{3+} iyonundan dolayı yeşil renklidir. I_2 içeren çözeltiye nişasta ilave edildiği zaman çözelti mavi renkli olur. I_2 tükenip nişasta-iyot kompleksinin mavi rengi kaybolduğu zaman çözelti rengi yeşil olur.

Örnek

Bir krom filizinden alınan 0,1650 g numune, analitik terazide tartıldıktan sonra suda tamamen çözülüyor. Ön yükseltgeme yapıldıktan sonra oluşan çözelti, nişasta indikatörlüğünde 0,09670 M $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 26,8 mL tiyosülfat çözeltisi kullanıldığına göre numunedeki krom yüzdesi kaçtır?** (Cr: 52)

Çözüm

Gerçekleşen reaksiyonlar

$$Cr_2O_7^{2-} + 6I^- + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 3I_2 + 7H_2O$$

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

şeklindedir. Buradan her 6 mol $S_2O_3^{2-}$ ile 2 mol Cr 'un eşdeğer olduğu görülür. Titrasyonda kullanılan $S_2O_3^{2-}$

$n_{S_2O_3^{2-}} = M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0{,}09670 \cdot 26{,}8 \cdot 10^{-3} = 2{,}59 \cdot 10^{-3}$ mol bulunur.

6 mol $S_2O_3^{2-}$ 2 mol Cr ile eşdeğerdir.

$2{,}59 \cdot 10^{-3}$ mol $S_2O_3^{2-}$ n mol Cr ile eşdeğer olur.

$$n_{Cr} = \frac{2 \cdot 2{,}59 \cdot 10^{-3}}{6} = 8{,}64 \cdot 10^{-4} \text{ mol olur.}$$

Cr'un atom kütlesi 52 g.mol^{-1} olduğuna göre

$$m_{Cr} = 52 \cdot 8{,}64 \cdot 10^{-4} = 4{,}493 \cdot 10^{-2} \text{ g olur.}$$

$$\%\ Cr = \frac{4{,}493 \cdot 10^{-2}}{0{,}1650} \cdot 100 = 27{,}23$$ Numude %27,23 Cr vardır.

Numunedeki tüm krom türleri $Cr_2O_7^{2-}$ iyonuna dönüştürülerek analiz edildiği için sonuç Cr^{3+} veya $Cr_2O_7^{2-}$ şeklinde değil % krom olarak verilir.

3. Laboratuvar Çalışması

İyodometrik Yöntemle Krom Tayini

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

Amaç

Krom numunesindeki Cr yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi
- Krom numunesi
- Katı KI
- 2 M H_2SO_4
- Nişasta çözeltisi
- Katı $NaHCO_3$
- Saf su
- Katı Na_2O_2
- Katı NaOH

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2 gram krom numunesi tartınız.
3. Numuneyi 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,5-1,0 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Numuneyi erlene aktararak 100 mL 2 M H_2SO_4 çözeltisinde çözünüz.
6. Numune çözeltisine NaOH ilave ederek ortamın bazik olmasını sağlayınız. Gri-yeşil renkli çökelek oluşumunu gözlemleyiniz.
7. NaOH'in aşırısını ekleyerek yeşil renkli çözelti elde ediniz.
8. Yeşil renkli çözeltiye, renk tamamen sarıya dönünceye kadar spatül yardımıyla Na_2O_2 ekleyiniz.
9. Çözeltiye 2 M H_2SO_4 ilave ederek asidik hâle gelmesini sağlayınız.
10. Sıcak su banyosunda birkaç dakika kaynatarak peroksitin fazlasını uzaklaştırınız.
11. Erlene 5 g KI katısı ve 2 g $NaHCO_3$ katısı ekleyiniz.
12. Erleni 8-10 dakika kadar karanlıkta bekletiniz.
13. Çözeltiyi saf su ile 300 mL kadar seyreltiniz.
14. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti tiyosülfat çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
15. Çözeltinin rengi açık kahverengi oluncaya kadar $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediniz.
16. Erlene 2 mL nişasta çözeltisi ilave ediniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune} :

$M_{S_2O_3^{2-}}$:

$V_{S_2O_3^{2-}}$:

17. Oluşan mavi renk kaybolunceya kadar $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titrasyona devam ediniz. Harcadığınız tiyosülfat çözeltisinin hacmini kaydediniz.

18. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Numune çözeltisine bazik ortamda Na_2O_2 veya H_2O_2 eklenmesinin sebebini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin hacminden ve krom numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki krom yüzdesini hesaplayınız.

8.3.2. AYARLI TİYOSÜLFAT ÇÖZELTİSİ İLE BAKIR ANALİZİ

Bakır cevherinde ya da alaşımlarda bakır miktarının iyodometrik yöntemle bulunması için önce tüm bakır türleri Cu^{2+} katyonuna yükseltgenir. Oluşan Cu^{2+} iyonları zayıf asidik ortamda iyodür ile Cu^{+} katyonuna indirgenir. Bu tepkimede oluşan I_2 un $S_2O_3^{2-}$ ile titre edilmesiyle analiz yapılır. Ortamı zayıf asidik yapmak için CH_3COOH kullanılır. İşlemde

$$2Cu^{2+}(suda) + 4I^{-}(suda) \rightarrow 2CuI(suda) + I_2(suda)$$

$$I_2(suda) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow 2I^{-}(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$

reaksiyonları gerçekleşir. Reaksiyonlar incelendiğinde maddeler arasındaki stokiyometrik oranın

$$2\ mol\ Cu^{2+} \equiv 1\ mol\ I_2 \equiv 2\ mol\ S_2O_3^{2-}$$

şeklinde olduğu görülür. Analitteki bakırın mol sayısı, $S_2O_3^{2-}$ iyonunun mol sayısına eşittir.

I_2 molekülleri tepkimede oluşan CuI tarafından adsorbe edilir. Bu durum, titrasyonda dönüm noktasının belirsiz olmasına sebep olur. Bunu önlemek için ortama dönüm noktasına yakın bir yerde KSCN veya NH_4SCN eklenmelidir. Tiyosiyanat iyonu Cu^{+} ile CuSCN oluşturur. Bu bileşik CuI çökeleğinin üzerini kaplayarak iyodu çökelekten uzaklaştırır.

Örnek

Bakır filizinden alınan 0,4465 g numune, derişik HNO_3 ile tamamen çözüldükten sonra 50 mL saf su ile seyreltiliyor. Oluşan çözeltiye KI eklenerek CuI ve I_2 oluşması sağlanıyor. Oluşan I_2 0,1120 M $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 34,6 mL $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi eklendiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre numunedeki bakırın yüzdesi kaçtır?** (Cu: 63,55)

Çözüm

Analizde gerçekleşen tepkimeler

$$2Cu^{2+} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$$

$$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$$

şeklinde olduğundan analiz edilen bakırın mol sayısı kullanılan $S_2O_3^{2-}$ iyonunun mol sayısına eşittir.

$$n_{Cu} = n_{S_2O_3^{2-}} = M_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}} = 0,1120 \cdot 34,6 \cdot 10^{-3} = 3,875 \cdot 10^{-3} \text{ mol bulunur.}$$

1 mol Cu 63,55 g olduğundan numunedeki Cu kütlesi

$$m_{Cu} = 63,55 \cdot 3,875 \cdot 10^{-3} = 0,2462 \text{ g bulunur.}$$

$$\%Cu = \frac{\text{g Cu}}{\text{g numune}} \cdot 100 = \frac{0,2462}{0,4465} \cdot 100 = \mathbf{55,14}$$

Numude **%55,14 Cu** bulunmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Numunede tüm bakır türleri arandığı için sonuç Cu^+ veya Cu^{2+} şeklinde değil % bakır şeklinde verilir.

Sıra Sizde

Bakır(II) tuzu çözeltisinin derişimi iyodometrik yöntemle tayin edilmek isteniyor. Çözeltiden alınan 50 mL'lik örnek gerekli işlemlerden sonra 0,09656 M $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 21,2 mL $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi kullanıldığına göre numunedeki Cu^{2+} derişimi kaç M'dır?**

4. Laboratuvar Çalışması

İyodometrik Yöntemle Bakır Tayini

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

Amaç

Bakır numunesindeki Cu yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ayarlı $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi
- Bakır numunesi
- Katı KI
- Katı NH_4SCN
- 4 M CH_3COOH
- Nişasta çözeltisi

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Beher
- Huni

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 2 gram bakır tuzu tartarak 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
3. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Numuneyi erlene aktararak 100 mL saf suda çözünüz.
5. Çözeltinin üzerine 4 M CH_3COOH çözeltisi ve 2 gram KI katısı ekleyiniz.
6. Erleni 8-10 dakika kadar karanlıkta bekletiniz.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti tiyosülfat çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız. Çözeltinin rengi açık kahverengi oluncaya kadar $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titre ediniz.
8. Erlene 2 mL nişasta çözeltisi ilave ediniz.
9. Oluşan mavi renk açılıncaya kadar $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ile titrasyona devam ediniz.
10. Üzerine 1 gram NH_4SCN katısı ekleyerek mavi renk tamamen kayboluncaya kadar titrasyona devam ediniz. Harcadığınız tiyosülfat çözeltisinin hacmini kaydediniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune} :

$M_{S_2O_3^{2-}}$:

$V_{S_2O_3^{2-}}$:

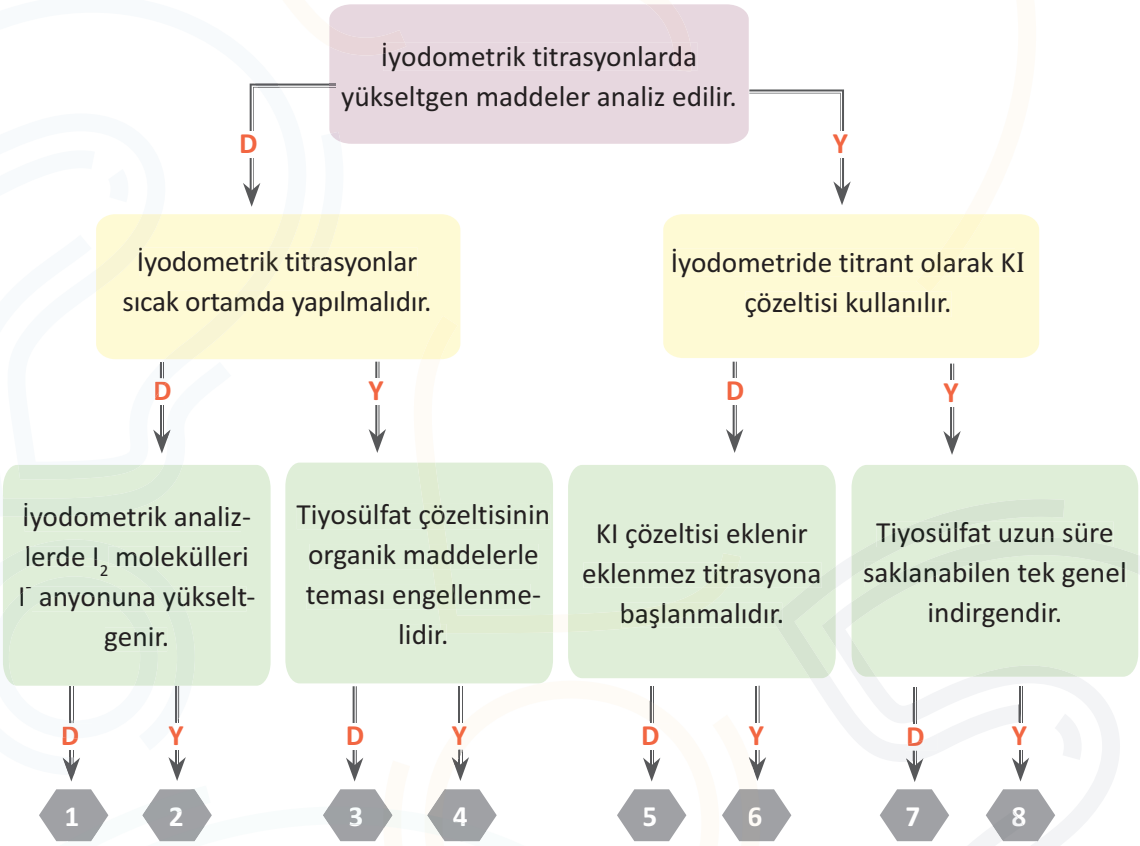
Değerlendirme

1. Titrasyon sırasında ortama NH_4SCN katısı eklenmesinin nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin hacminden ve bakır numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki bakır yüzdesini hesaplayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **İyodometrik analizler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **İyodometrik analizler ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** İyodometrik analizler kuvvetli bazik ortamda gerçekleştirilir.

( ) **b.** Tiyosülfat çözeltisi kararsız bir çözeltidir.

( ) **c.** İyodür iyonu zayıf bir indirgendir.

( ) **ç.** I_2 un yükseltgen olarak kullanıldığı titrasyonlara iyodometri denir.

( ) **d.** Tiyosülfat çözeltisinin bozulmaması için asidik ortamda hazırlanması gerekir.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 **0,1 M 1 L I_2 çözeltisi hazırlamak için tartılması gereken iyot katısının kütlesi hangi seçenekte doğru verilmiştir?** (I: 127)

A) 1,27
B) 2,54
C) 12,7
D) 25,4
E) 254

2 **$Na_2S_2O_3$ çözeltisi hazırlandıktan sonra koruyucu madde eklenmesinin nedeni aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?**

A) Ortamı bazik hâle getirmek
B) Ortamı zayıf asidik hâle getirmek
C) Işıktan etkilenmesini önlemek
D) Mikroorganizmalardan etkilenmesini önlemek
E) Molar derişimini ayarlamak

3 **İyodometrik analizde dikkat edilecek hususlar ile ilgili olarak aşağıda verilenlerden hangisi yanlıştır?**

A) İyodun buharlaşmaması için titrasyon soğukta yapılmalıdır.
B) İyodun açığa çıkması için bekletme işlemi ışıklı ortamda yapılmalıdır.
C) Renk değişimini görebilmek için titrasyon alkolsüz ortamda yapılmalıdır.
D) Nişasta indikatörü titrasyonun dönüm noktasına yakın eklenmelidir.
E) Titrasyon yeterince hızlı bir şekilde yapılmalıdır.

4 Mert, iyodometrik yöntemle bakır analizi yapmaktadır. Analizde sırasıyla

- Çözeltiye KI'ün aşırısını ilave etme
- Çözelti üzerine nişasta çözeltisi ekleme
- Ayarlı tiyosülfat çözeltisi ile titre etme

işlemlerini uygulamıştır. Ancak bu titrasyonda dönüm noktasını tespit edemediği için analizi başarısız olmuştur.

Mert'in dönüm noktasını tespit edememesinin nedeni

I. Nişasta çözeltisini çok erken eklemesi
II. Numune üzerine I_2 yerine KI eklemesi
III. Dönüm noktasından önce KSCN eklememesi

işlemlerinden hangileridir?

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

5 $I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$

tepkimesiyle ilgili

I. İyot yükseltgenmiştir.
II. Tiyosülfat iyonu indirgenmiştir.
III. Tiyosülfat indirgen maddedir.

ifadelerinden hangileri yanlıştır?

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

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1. **İyodometrik bakır analizi yapılırken nişasta eklenmeden önce ortama KSCN eklenmesinin nedenini açıklayınız.**

2. **İyodür iyonunun analizlerde doğrudan titrant olarak kullanılmamasının sebepleri nelerdir?**

3. **0,05 M 500 mL $Na_2S_2O_3$ çözeltisi hazırlamak için $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısından kaç gram tartılmalıdır?** ($Na_2S_2O_3$: 158, H_2O: 18)

4. 2021 yılında Marmara Denizi'ndeki besin maddeleri yoğunluğunun artması ve deniz suyu sıcaklığının yüksek seyretmesiyle artan fitoplankton ve mikroorganizma faaliyetleri sonucu müsilaj (deniz salyası) denilen oluşumlar tehlikeli boyutlara ulaşmıştır. Aşırı biriken müsilaj deniz yüzeyini kaplamış atmosfer ile deniz suyunun bağlantısını keserek oksijenin suda çözünmesini engellemiş ve deniz ekosistemine ciddi zararlar vermiştir.

   Laboratuvar teknisyeni Filiz, Marmara Denizi'nde müsilajlı bir bölgede sudan numune alarak çözünmüş oksijen miktarını tespit etmek istiyor. Deniz suyundan aldığı 100 mL numune üzerine yeterli NaI ekledikten sonra asitlendirerek O_2 nin iyodürü yükseltgemesini sağlıyor. Elde ettiği çözeltiyi 0,0098 M tiyosülfat çözeltisiyle titre ediyor. **5,9 mL tiyosülfat ilavesi ile dönüm noktasına ulaştığına göre Filiz'in analiz ettiği deniz suyunda çözünmüş O_2 derişimi kaç mg/L'dir?** (O: 16)

   $O_2 + 4I^- + 4H^+ \rightarrow 2I_2 + 2H_2O$

   $I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$

5 Bir madenden elde edilen laboratuvar numunesinde bulunan bakır miktarının belirlenmesi amacıyla numuneden 0,9 g alınıyor. Suda çözülüp tüm bakır türleri Cu^{2+} katyonuna yükseltgendikten sonra üzerine yeterince KI çözeltisi ve derişik H_2SO_4 eklenip karanlık bir yerde 10 dakika bekletiliyor. Karışım nişasta indikatörlüğünde 0,0998 M olan tiyosülfat çözeltisinin 36,3 mL'si ile titre ediliyor. **Buna göre numunedeki bakırın yüzdesini hesaplayınız.** (Cu: 63,5)

$2Cu^{2+} + 4I^- \rightarrow 2CuI + I_2$

$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$

6 Bir krom cevherinden 0,27 g numune alınıyor. Numune uygun şekilde çözüldükten sonra ortamdaki krom iyonları kromata yükseltgeniyor. Karışıma yeterince KI ve H_2SO_4 çözeltisi eklenerek karanlık bir yerde 10 dakika bekletiliyor. Oluşan karışım nişasta indikatörlüğünde 0,1020 M $Na_2S_2O_3$ çözeltisinin 58,7 mL'si ile titre ediliyor. **Buna göre numunedeki kromun yüzdesini hesaplayınız.** (Cr: 52)

$Cr_2O_7^{2-} + 6I^- + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 3I_2 + 7H_2O$

$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$

7 Bir tiyosülfat çözeltisini KIO_3 çözeltisi ile ayarlamak için 0,2004 g KIO_3 tartılıp 50 mL saf su ile çözülüyor. Üzerine KI katısı ve H_2SO_4 çözeltisi eklenerek karanlık ortamda 5 dakika bekletiliyor. Dinlendirilen çözelti üzerine 150 mL saf su eklenip karıştırıldıktan sonra tiyosülfat çözeltisi ile titre ediliyor. **İndikatör ilavesinden sonra mavi renk kayboluncaya kadar 50,1 mL $Na_2S_2O_3$ çözeltisi kullanıldığına göre $S_2O_3^{2-}$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?** (KIO_3: 214)

$IO_3^- + 5I^- + 6H^+ \rightarrow 3I_2 + 3H_2O$

$I_2 + 2S_2O_3^{2-} \rightarrow 2I^- + S_4O_6^{2-}$

9. ÖĞRENME BİRİMİ

ARJANTOMETRİK ANALİZLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Atık suların arıtılarak tarımda sulama suyu olarak kullanılması günümüzde giderek yaygınlaşmaktadır. İçme sularına kıyasla atıklarda daha çok klorür bulunur ve bu iyonun fazlası bitkilerin gelişimini olumsuz etkiler. Ziraat mühendisi olsanız atık sulardaki klor miktarını ve klorürün giderilmesini nasıl sağlamaya çalışırdınız. Tartışınız.

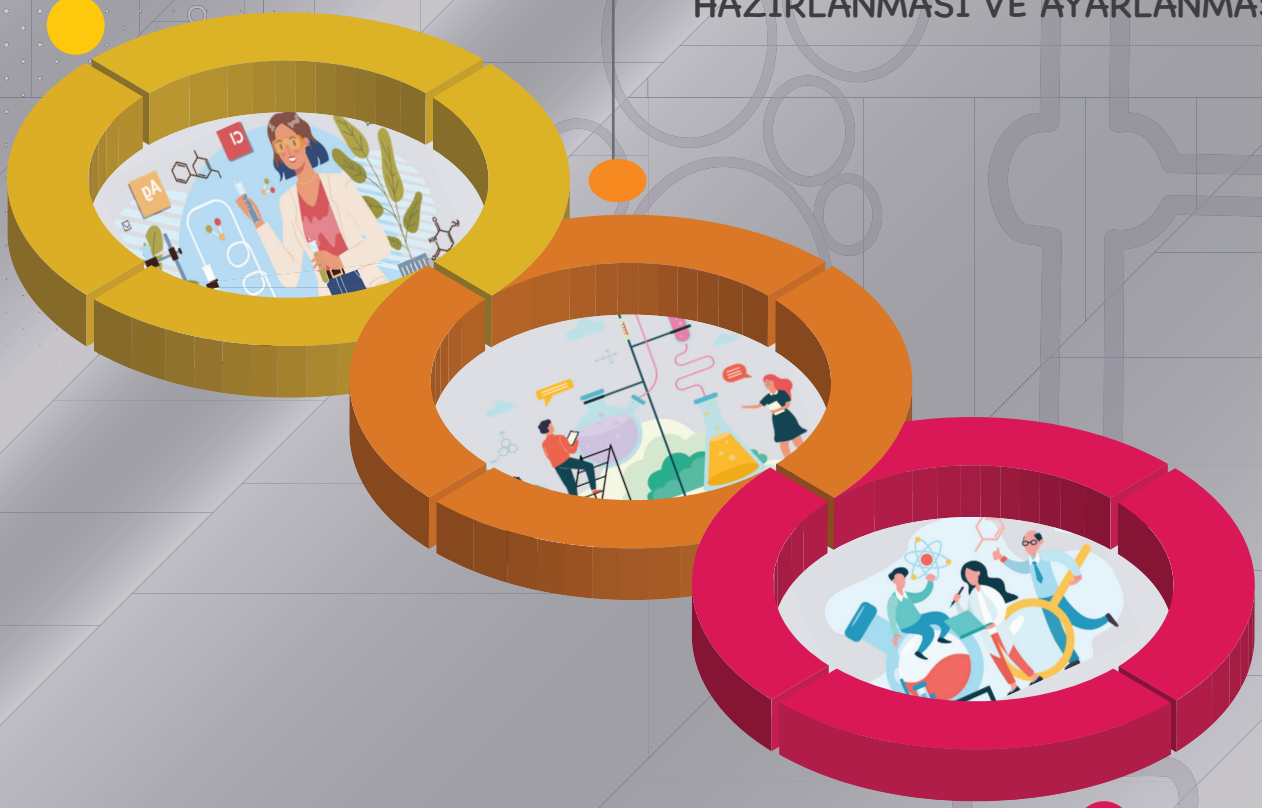
Temel Kavramlar

- Arjantometri
- Çöktürme
- Fajans metodu
- Mohr metodu
- Volhard metodu

KONULAR

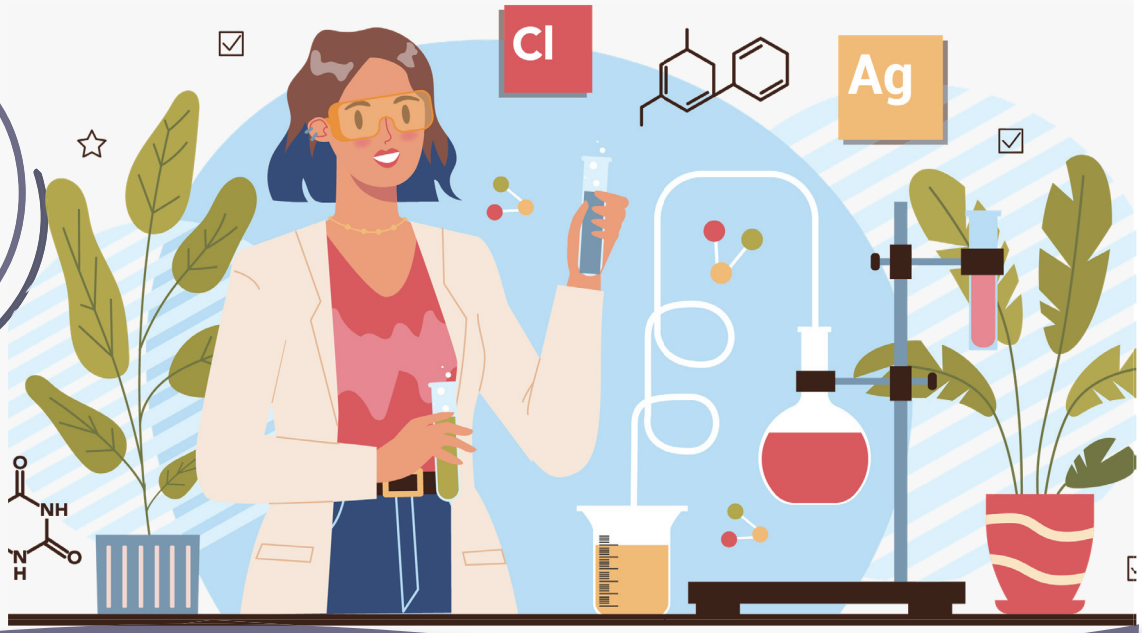
9.1. ÇÖKTÜRME TİTRASYONLARI

9.2. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI



9.3. ARJANTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM



9.1. ÇÖKTÜRME TİTRASYONLARI

Neler Öğreneceğiz?

- Çöktürme Titrasyonları
- Arjantometri

Birçok tuz suda çok az çözünür. AgCl, $BaSO_4$ gibi çok az çözünen tuzlar pratikte çözünmez kabul edilir. Bu tuzların iyonlarından birini içeren çözeltiye tuzun diğer iyonunun çözeltisi eklendiğinde çökelme başlar. Örneğin SO_4^{2-} iyonları içeren bir çözeltinin üzerine $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi eklendiğinde

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

tepkimesine göre $BaSO_4$ katısı çöker. Bu tepkimeden yararlanılarak SO_4^{2-} iyonlarının varlığı nitel olarak belirlenebilir. Çözeltideki tüm SO_4^{2-} iyonlarının çökmesi için gereken Ba^{2+} iyonlarının mol sayısından yararlanılarak SO_4^{2-} iyonlarının mol sayısını hesaplamak da mümkündür.

BİLGİ KUTUSU

Çözünme tepkimeleri denge tepkimeleridir. Tepkimenin denge sabiti **çözünürlük çarpımı sabiti (Kçç)** olarak adlandırılır. Kçç değeri çok küçük olan tuzların suda çözünmediği varsayılabilir. Bu tuzların iyonları çözeltide bir araya gelirse çökelme gerçekleşir.

Örnek

Bir çözeltinin 250 mL'sindeki tüm SO_4^{2-} iyonlarının çökmesi için 5,22 g $Ba(NO_3)_2$ tuzu kullanıldığına göre çözeltideki SO_4^{2-} iyonlarının derişimi kaç M'dır? (N: 14, O: 16, Ba: 137)

Çözüm

$Ba(NO_3)_2$ tuzunun mol sayısı bulunarak çökelme tepkimesinden SO_4^{2-} iyonunun mol sayısı hesaplanmalıdır.
$Ba(NO_3)_2$ tuzunun mol kütlesi

$Ba + 2(N + 3 \cdot O) = 137 + 2\,(14 + 3 \cdot 16) = 261$ g.mol^{-1} olarak hesaplanır.

1 mol $Ba(NO_3)_2$	261 g
n mol $Ba(NO_3)_2$	5,22 g

$$n = \frac{5{,}22 \cdot 1}{261} = 0{,}02 \text{ mol } Ba(NO_3)_2$$ çöktürmede kullanılır.

1 mol $Ba(NO_3)_2$ tuzunda 1 mol Ba^{2+} iyonu bulunduğu için tepkimeye giren Ba^{2+} iyonunun mol sayısı da 0,02 dir. Çökelme tepkimesi

$$Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO_4\downarrow$$

şeklindedir. Ba^{2+} ile SO_4^{2-} arasındaki stokiyometrik oran 1:1 olduğu için SO_4^{2-} iyonu da 0,02 moldür. Çözeltinin hacmi 250 mL (0,25 L) olduğuna göre

$$M_{SO_4^{2-}} = \frac{n_{SO_4^{2-}}}{V_{\text{çözelti}}} = \frac{0{,}02}{0{,}25} = \mathbf{0{,}08\ M} \text{ bulunur.}$$

Sıra Sizde

1. **CO_3^{2-} iyonlarını içeren 100 mL çözeltideki tüm CO_3^{2-} iyonlarının Ag_2CO_3 hâlinde çöktürülmesi için 0,04 mol $AgNO_3$ tuzu kullanıldığına göre çözeltideki CO_3^{2-} derişimi kaç M'dır?**

2. Sülfür (S^{2-}) içeren 250 mL çözeltideki tüm sülfür iyonlarının çöktürülmesi için 0,2 M 500 mL $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi kullanılıyor. **Çöken bileşik ZnS olduğuna göre çözeltideki S^{2-} derişimi kaç M'dır?**

9.1.1. ARJANTOMETRİ

Yeterince hızlı gerçekleşemeyen çökelme reaksiyonları titrimetride kullanılmaya uygun değildir. Ag^+ iyonlarının halojenür, CN^-, SCN^- gibi anyonlarla verdiği çökelme reaksiyonları hızlı gerçekleştiği için titrimetride kullanılabilir. Ag^+ iyonu kullanılarak gerçekleştirilen çökelme reaksiyonlarına dayalı titrasyonlara **arjantometrik titrasyonlar** denir.

BİLGİ KUTUSU

Sembolü Ag olan gümüş elementinin Latince adı argentumdur. Gümüş bileşiklerinin çöktürülmesine dayalı titrasyonlara bu nedenle **arjantometrik titrasyonlar** denir. Güney Amerika'yı keşfeden kaşifler gümüş madenlerinin bol olduğu bu bölgeye Arjantin adını vermişlerdir.

Gümüş nitrat suda iyi çözünen bir bileşiktir. Onun dışındaki birçok gümüş bileşiğinin çözünürlüğü ihmal edilecek kadar azdır. Gümüş elementinin halojenür (F^-, Cl^-, Br^-, I^-), sülfür (S^{2-}), tiyosiyanat (SCN^-), fosfat (PO_4^{3-}), arsenat (AsO_4^{3-}) gibi birçok iyon ile oluşturduğu bileşikler suda ihmal edilecek kadar az çözünür. Bu nedenle birçok iyonun tespit edilmesinde arjantometriden yararlanılır. Arjantometri ile anyon tayini doğrudan veya geri titrasyonla yapılabilir.

Örnek

50 mL hacimli bir çözeltideki AsO_4^{3-} iyonlarının derişimi arjantometri ile tespit edilmek isteniyor. AsO_4^{3-} iyonlarının

$$3Ag^+ + AsO_4^{3-} \rightarrow Ag_3AsO_4\downarrow$$

tepkimesine göre çöktürülmesi için 0,0998 M 25,6 mL $AgNO_3$ çözeltisi kullanılıyor. **Buna göre çözeltideki AsO_4^{3-} iyonlarının derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Titrasyonda kullanılan Ag^+ iyonlarının mol sayısı $AgNO_3$ ın mol sayısına eşittir.

$$n_{Ag^+} = n_{AgNO_3} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = 0{,}0998 \cdot 25{,}6 \cdot 10^{-3} = 2{,}55 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Ag^+ \text{ kullanılmıştır.}$$

Tepkime denkleminden Ag^+ ile AsO_4^{3-} iyonları arasında 3:1 stokiyometrik oranı olduğu görülür.

3 mol Ag^+ iyonu ile	1 mol AsO_4^{3-} iyonu çöküyorsa
$2{,}55.10^{-3}$ mol Ag^+ iyonu ile	n mol AsO_4^{3-} iyonu çöker.

$$n_{AsO_4^{3-}} = \frac{2{,}55 \cdot 10^{-3} \cdot 1}{3} = 8{,}50 \cdot 10^{-4} \text{ mol } AsO_4^{3-}$$

Çözeltideki AsO_4^{3-} iyonları derişimi

$$M_{AsO_4^{3-}} = \frac{n_{AsO_4^{3-}}}{V_{çözelti}} = \frac{8{,}50 \cdot 10^{-4}}{50 \cdot 10^{-3}} = 0{,}017 \text{ M } AsO_4^{3-} \text{ hesaplanır.}$$

2. BÖLÜM

9.2. $AgNO_3$ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

9.2.1. $AgNO_3$ ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

Neler Öğreneceğiz?

- $AgNO_3$ Çözeltisinin Hazırlanması
- $AgNO_3$ Çözeltisinin Ayarlanması

$AgNO_3$ suda kolaylıkla çözünebilen primer standart bir maddedir. Organik maddelerle indirgenebileceği için bu tür maddelerle teması engellenmelidir. Güneş ışığında bozunabilen çözeltiyi, renkli şişelerde ve karanlık bir ortamda saklamak gerekir.

$AgNO_3$ çözeltisi, primer standart gümüş nitratın saf suda çözülmesi ile hazırlanabileceği gibi metalik gümüşün HNO_3 çözeltisinde çözülmesi ile de elde edilebilir. Analizlerde genellikle gümüş nitratın 0,1 M'lık çözeltisi kullanılır. $AgNO_3$ oldukça pahalı bir kimyasal olduğundan gereksiz kullanımından kaçınılmalıdır.

Belirli derişimde $AgNO_3$ çözeltisinin hazırlanmasında takip edilecek işlem basamakları şunlardır.

- Hesaplanan miktarda $AgNO_3$ katısı tartılarak behere aktarılır.
- Bir miktar su ile çözünmesi sağlanır.
- Hazırlanan çözelti uygun balon jojeye aktarılır.
- Balon jojenin ölçü çizgisine kadar saf su ilave edilir.

- Balon jojenin kapağı kapatılıp bir kaç kez ters çevrilir.
- Hacim çizgisi tekrar kontrol edilir.
- Hazırlanan çözelti renkli bir şişeye doldurularak karanlık bir ortamda saklanır.

Örnek

1 L 0,1 M'lık $AgNO_3$ çözeltisi nasıl hazırlanır? ($AgNO_3$: 169,92)

Çözüm

$$M_{AgNO_3} = \frac{n_{AgNO_3}}{V_{çözelti}}$$

$$n_{AgNO_3} = M_{AgNO_3} \cdot V_{çözelti} = 0,1 \cdot 1 = 0,1 \text{ mol } AgNO_3$$

1 L çözelti için 0,1 mol $AgNO_3$ gerekir.

1 mol $AgNO_3$	169,92 g
0,1 mol $AgNO_3$	m (g)

$$m = 16,992 \text{ g } AgNO_3$$

16,992 g $AgNO_3$ tartılarak az miktarda suda çözülür. 1 L'lik balon jojeye aktarılıp ölçü çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Hazırlanan çözelti temiz, koyu renkli bir şişede saklanır.

Sıra Sizde

0,05 M 500 mL $AgNO_3$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram gümüş nitrat tartılmalıdır? ($AgNO_3$: 169,92)

1. Laboratuvar Çalışması

0,1 M $AgNO_3$ Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,1 M derişimde $AgNO_3$ çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $AgNO_3$
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Spatül
- 100 mL 'lik balon joje
- Piset
- Analitik terazi

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Gereken $AgNO_3$ miktarını hesaplayarak katıyı temiz bir beherde tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
3. $AgNO_3$ katısını saf suda çözünüz.
4. Çözeltiyi 100 mL'lik balon jojeye aktarınız.
5. Ölçü çizgisine kadar saf su ilave ediniz. Balon jojeyi çalkalayarak çözeltinin karışmasını sağlayınız.
6. Elde ettiğiniz çözeltiyi arkadaşlarınızın hazırladığı çözeltilerle birleştirdikten sonra koyu renkli bir şişeye aktararak ağzını sıkıca kapattıktan sonra etiketleyiniz.
7. Çalışma sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{AgNO_3} :

Değerlendirme

$AgNO_3$ çözeltisi neden koyu renkli şişede saklanır? Açıklayınız.

9.2.2. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Analizde primer standart gümüş nitrat kullanılacaksa çözeltisi saf su ile hazırlanıp ayarlamaya gerek olmadan kullanılabilir. $AgNO_3$ katısının saf olup olmadığından emin olunamıyorsa ayarlama NaCl kullanılarak yapılmalıdır.

NaCl'ün mol kütlesi 58,443 $g.mol^{-1}$ dir. NaCl ile $AgNO_3$ arasındaki tepkime

$$AgNO_3(suda) + NaCl(suda) \rightarrow AgCl(k) + NaNO_3(suda)$$

şeklindedir. Denklemden gümüş nitrat ile sodyum klorür arasındaki stokiyometrik oranın 1:1 olduğu görülmektedir.

Ayarlama işlemi katı primer standart NaCl ile yapılabileceği gibi belirli derişimde hazırlanmış NaCl çözeltisi ile de yapılabilir. Ayarlamada kullanılacak NaCl 110 °C sıcaklıkta 2 saat kurutulur. Desikatörde kurutulan NaCl katısından 0,1-0,2 g arası bir miktar tartılarak erlene alınır. Üzerine saf su eklenerek tamamen çözülür. Elde edilen çözelti üzerine 1 mL 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi eklenir. Kırmızı-portakal renkli Ag_2CrO_4 çökeleği oluşuncaya kadar $AgNO_3$ çözeltisi ile titre edilir.

Örnek

Primer standart olmayan $AgNO_3$ kullanılarak hazırlanan yaklaşık 0,1 M çözelti, primer standart NaCl ile ayarlanmak isteniyor. 0,1461 g NaCl tuzu hassas olarak tartılıp erlende saf su ile çözülüyor. Karışıma 1 mL K_2CrO_4 çözeltisi eklenip $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediliyor. **26,4 mL $AgNO_3$ çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre $AgNO_3$ çözeltisinin gerçek derişimi kaç M'dır?** (NaCl: 58,44)

Çözüm

Ag^+ iyonları ile NaCl arasındaki tepkime

$$Ag^+ + NaCl \rightarrow AgCl\downarrow + Na^+$$

şeklindedir. Tepkime stokiyometrisi 1:1 olduğu için titrasyonda $AgNO_3$ ın mol sayısı NaCl'ün mol sayısına eşit olduğunda dönüm noktasına ulaşılır.

$$n_{NaCl} = \frac{0,1461}{58,44} = 0,0025 \text{ mol bulunur.}$$

$n_{AgNO_3} = n_{NaCl}$ ve $n = M \cdot V$ olduğu için

$M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = n_{NaCl}$ yazılabilir. Eşitlikte verilen değerler yerine konulursa

$$M_{AgNO_3} \cdot 26,4 \cdot 10^{-3} = 0,0025$$

$$M_{AgNO_3} = \mathbf{0,0947\ M} \text{ bulunur.}$$

2. Laboratuvar Çalışması

0,1 M Gümüş Nitrat Çözeltisinin Ayarlanması

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

Amaç

0,1 M olarak hazırlanan $AgNO_3$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı NaCl
- 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Baget
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2 g NaCl katısını 110 °C'de etüvde 2 saat kurutunuz.
3. Kurutulmuş NaCl'den 0,1-0,2 g arasında bir miktarı hassas olarak tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Tarttığınız katıyı erlene alınız. Üzerine 25 mL saf su ekleyip katıyı tamamen çözünüz.
5. Erlenin içerisine 1 mL 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ilave ediniz.
6. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
7. Büreti $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Erlendeki çözelti, kırmızı-portakal rengi oluncaya kadar gümüş nitrat çözeltisi ile titre ediniz. Titrasyonda harcanan $AgNO_3$ çözeltisinin hacmini kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

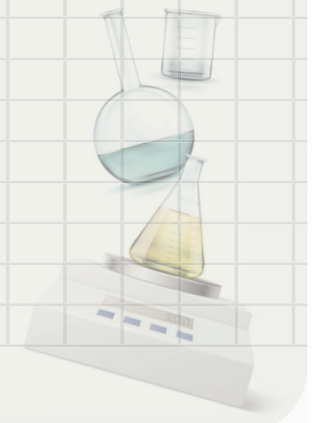
m_{NaCl} :

V_{AgNO_3} :

Değerlendirme

1. Analizde K_2CrO_4 çözeltisinin kullanılma amacını açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $AgNO_3$ çözeltisinin hacminden ve NaCl miktarından yararlanarak $AgNO_3$ çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.



3. BÖLÜM

9.3. ARJANTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

Arjantometri, en çok klorür iyonlarının miktarını belirlemede kullanılır. Arjantometrik analiz metodları, uygulanan yöntem ve kullanılan indikatörlere göre üçe ayrılır.

Neler Öğreneceğiz?

- Mohr Metodu
- Fajans Metodu
- Volhard Metodu

9.3.1. MOHR METODU

İndikatör olarak CrO_4^{2-} iyonunun (K_2CrO_4 tuzu) kullanıldığı yöntemdir. Bu yöntem Alman farmasötik kimyacı Friedrich Mohr (Fridrih Mor) tarafından geliştirilmiştir. AgCl tuzunun çözünürlüğü Ag_2CrO_4 tuzundan daha az olduğu için AgCl daha önce çöker.

$$AgCl(k) \rightleftharpoons Ag^+(suda) + Cl^-(suda) \quad Kçç = 1{,}8 \cdot 10^{-10}$$

$$Ag_2CrO_4(k) \rightleftharpoons 2Ag^+(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \quad Kçç = 1{,}2 \cdot 10^{-12}$$

BİLGİ KUTUSU

AgCl'ün Kçç değeri daha büyüktür ancak suda çözünürken 2 iyon (1 Ag^+ ve 1 Cl^-) verir. Bu nedenle Kçç ifadesi ($[Ag^+][Cl^-]$) ikinci derecedendir. Ag_2CrO_4 tuzu ise çözünürken 3 iyon (2 Ag^+ ve 1 CrO_4^{2-}) verdiği için Kçç ifadesi ($[Ag^+]^2[CrO_4^{2-}]$) üçüncü derecedendir. AgCl'ün çözünürlüğü Kçç değerinin karekökü ile, Ag_2CrO_4 ın çözünürlüğü Kçç değerinin küpkökü ile ilişkilidir.

Ag_2CrO_4 tuzu, eşdeğerlik noktasına ulaşıldığında Ag^+ nın ilave edilmesiyle çökmeye başlar. Ag_2CrO_4 ın çökmeye başladığı, oluşan kırmızı renkli çökelekten anlaşılır. CrO_4^{2-} iyonunun derişimi 0,002 M'dan büyük olursa çözeltiye vereceği sarı renk dönüm noktasının görülmesini zorlaştırır. Derişimin gereğinden daha az olması da Ag_2CrO_4 tuzunun çökmesini geciktirerek pozitif hataya neden olur. Bu hata, analit ile aynı hacimde $CaCO_3$ süspansiyonuna aynı miktarda indikatör eklenip **boş (kör) titrasyon** yapılarak giderilebilir. Bu şekilde indikatör için kullanılan reaktifin miktarı belirlenerek ilk titrasyondaki hacimden çıkarılırsa analit için ne kadar titrantın kullanıldığı tespit edilebilir. Klorür çözeltisi titre edilirken çöken AgCl'den dolayı bulanıklık oluşur. Ag_2CrO_4 ın kırmızı rengi, bu bulanıklık içinde nasıl görülüyorsa boş titrasyonda da aynı şekilde görülmelidir. Bunun için boş titrasyonda saf su yerine $CaCO_3$ süspansiyonu kullanılmalıdır.

Analiz edilen çözeltinin derişimi çok düşük değilse indikatörün geç çökmesi büyük bir hataya sebep olmaz. Böyle bir durumda boş titrasyon yapmaya da gerek yoktur.

Örnek

Bir çözeltideki Cl^- iyonlarının derişimi Mohr metoduyla belirlenmek isteniyor. Bunun için çözeltinin 50 mL'si üzerine %4'lük K_2CrO_4 çözeltisinden 1 mL ekleniyor ve 0,1085 M $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediliyor. 36,2 mL $AgNO_3$ çözletisi ilave edilmesiyle çözeltide Ag_2CrO_4 ın kırmızı rengi görülüyor. Daha sonra titrantın ne kadarının CrO_4^{2-} iyonları için harcandığını belirlemek amacıyla 50 mL $CaCO_3$ süspansiyonuna %4'lük K_2CrO_4 çözeltisinden 1 mL eklenip boş titrasyon yapılıyor. **Boş titrasyonda harcanan $AgNO_3$ çözeltisi 0,4 mL olduğuna göre çözeltideki Cl^- derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

1. yol

Boş titrasyonda 0,4 mL $AgNO_3$ çözeltisi harcandığına göre analiz yapılırken de yaklaşık 0,4 mL çözelti CrO_4^{2-} için harcanmıştır. O hâlde yalnız Cl^- için harcanan $AgNO_3$ çözeltisi hacmi

$36,2 - 0,4 = 35,8$ mL'dir.

Ag^+ iyonları ile NaCl arasındaki tepkime

$$Ag^+ + Cl^- \rightleftharpoons AgCl\downarrow$$

şeklindedir. Ag^+ ile Cl^- arasındaki stokiyometrik oran 1:1 olduğu için çözeltideki Cl^- anyonunun mol sayısı eklenen Ag^+ katyonunun mol sayısına eşittir.

$$n_{Cl^-} = n_{Ag^+} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = 0,1085 \cdot 35,8 \cdot 10^{-3} = 3,88 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Cl^- \text{ bulunur.}$$

$$M_{Cl^-} = \frac{n_{Cl^-}}{V_{çözelti}} = \frac{3,88.10^{-3}}{50.10^{-3}} = \mathbf{0,0776\ M}$$

Analiz edilen çözeltideki Cl^- iyonlarının derişimi **0,0776 M**'dır.

2. yol

$$\text{mol } Cl^- = 35,8\ \text{mL } AgNO_3 \cdot \frac{1\ \text{L } AgNO_3}{1000\ \text{mL } AgNO_3} \cdot \frac{0,1085\ \text{mol } Ag^+}{1\ \text{L } AgNO_3} \cdot \frac{2\ \text{mol } Cl^-}{1\ \text{mol } Ag^+}$$

İşlemler yapıldığında Cl^- iyonlarının mol sayısı $3,88 \cdot 10^{-3}$ bulunur. Bu değerin çözelti hacmine bölünmesi ile Cl^- iyonlarının derişimi **0,0776 M** olarak hesaplanır.

Örnek

Bir böcek öldürücünün (insektisit) içindeki klorür miktarı Mohr metodu ile tayin edilmek isteniyor. Böcek öldürücüden alınan 0,2108 g numune uygun reaktiflerle parçalanıp içerdiği klorür su ile ekstrakte ediliyor. **Elde edilen çözelti 18,9 mL 0,04410 M $AgNO_3$ ile titre edildiğine göre insektisit içindeki klorür yüzdesi kaçtır?** (Cl: 35,45)

Çözüm

1. yol

Titrasyonda gerçekleşen tepkime

$$Ag^+ + Cl^- \rightleftharpoons AgCl\downarrow$$

olduğu için kullanılan Ag^+ iyonunun mol sayısı analiz edilen Cl^- iyonlarının mol sayısına eşittir.

$$n_{Cl^-} = n_{Ag^+} = M_{AgNO_3} \cdot V_{AgNO_3} = 0{,}04410 \cdot 18{,}9 \cdot 10^{-3} = 8{,}335 \cdot 10^{-4} \text{ mol } Cl^- \text{ bulunur.}$$

Klorun atom kütlesi 35,453 $g.mol^{-1}$ olduğu için

$$m_{Cl^-} = n_{Cl^-} \cdot M_A(Cl) = 8{,}335 \cdot 10^{-4} \cdot 35{,}45 = 0{,}0295 \text{ g}$$

0,2108 g numunede — 0,0295 g Cl^- bulunduğuna göre
100 g numunede — m (g) Cl^- bulunur.

$$\%\,Cl = \frac{0{,}0295}{0{,}2108} \cdot 100 = 13{,}99$$

İnsektisitte **%13,99 Cl^-** bulunmaktadır.

2. yol

$$g\ Cl^- = 18{,}9\ \cancel{mL\ AgNO_3} \cdot \frac{1\ \cancel{L\ AgNO_3}}{1000\ \cancel{mL\ AgNO_3}} \cdot \frac{0{,}04410\ \cancel{mol\ Ag^+}}{1\ \cancel{L\ AgNO_3}} \cdot \frac{1\ \cancel{mol\ Cl^-}}{1\ \cancel{mol\ Ag^+}} \cdot \frac{35{,}45\ g\ Cl^-}{1\ \cancel{mol\ Cl^-}}$$

İşlemler yapıldığında Cl^- iyonları kütlesi 0,0295 g bulunur. 0,2108 g numune olduğu için klorür yüzdesi yukarıdaki gibi **%13,99** hesaplanır.

Sıra Sizde

Klorür içeren bir maddeden 0,4580 g numune alınarak Mohr metodu ile analiz ediliyor. Titrasyonda 0,09650 M $AgNO_3$ kullanılıyor. **20,6 mL $AgNO_3$ çözeltisinin ilave edilmesi ile Ag_2CrO_4 katısından kaynaklanan kırmızı renk oluştuğuna göre numunedeki Cl^- iyonunun yüzdesi kaçtır?** (Cl: 35,45)

3. Laboratuvar Çalışması

Mohr Yöntemi İle Klor Tayini

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

Amaç

Klor numunesindeki Cl yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Klor numunesi
- 0,1 M K_2CrO_4
- Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Baget
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2 gram klor numunesini tartınız.
3. 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Numuneyi erlene aktararak 50 mL saf suda çözünüz.
6. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
7. Büreti $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Üzerine 2 mL 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ilave ediniz.
9. Çözeltiyi, rengi kırmızı-portakal rengi oluncaya kadar $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediniz. Harcanan $AgNO_3$ çözeltisinin hacmini kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune} :

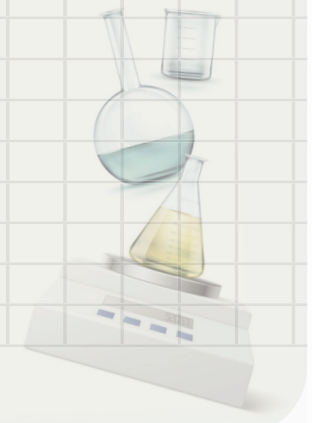
M_{AgNO_3} :

V_{AgNO_3} :

Değerlendirme

1. Çözeltinin kırmızı-portakal rengine dönüşmesinin nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $AgNO_3$ çözeltisinin hacminden ve numune miktarından yararlanarak numunenizdeki klor yüzdesini hesaplayınız.



9.3.2. FAJANS METODU

İndikatör olarak titrantın az çözünen renkli bileşikleri yerine oluşan çökeleğin yüzeyine adsorbe olarak titrant ile renkli kompleks meydana getirebilen bileşikler kullanılabilir. Bu tip indikatörlere **adsorbsiyon indikatörleri** adı verilir. Adsorbsiyon indikatörleri ilk kez Polonyalı kimyacı K. Fajans (Fayans) tarafından bulunmuştur.

Arjantometrik klorür tayininde adsorbsiyon indikatörü olarak floreseinden faydalanılır. Günümüzde diklorofloresein de bu yöntemde kullanılmaktadır. Floresein kısmen H^+ ve floreseinat anyonu oluşturarak iyonlaşır.

Titrasyon sırasında çözeltiye Ag^+ iyonu eklendikçe kolloidal hâlde dağılmış AgCl çökeleği oluşur. Eşdeğerlik noktasından önce AgCl partiküllerinin etrafı çözeltide bol bulunan Cl^- iyonları ile sarılmış hâldedir. Bu durum floreseinat anyonunun eşdeğerlik noktası öncesinde oluşan AgCl partiküllerine yaklaşmasına engel olur. Eşdeğerlik noktasından sonra, kolloidal AgCl parçacıkları artık ortamda fazlası bulunan Ag^+ iyonları ile sarılıdır. Bu durumda + yüklü olan parçacıklar floreseinat iyonlarını adsorbe edebilir. Dönüm noktasının sağlıklı görünebilmesi için AgCl'ün dibe çökmek yerine sıvı içinde kolloidal hâlde dağılması gerekir. Çözeltiye dekstrin gibi bir kolloid eklenirse çökeleğin kolloidal süspansiyon oluşturması sağlanmış olur.

Fajans metodunda dönüm noktası, karışımın kırmızı renk alması ile tespit edilir. Mohr metodu gibi doğrudan titrasyon olduğu için hesaplamalar aynı şekilde yapılır. Diğer taraftan Mohr metodunun aksine seyreltik reaktif çözeltilerinde indikatör hatasını gidermek için boş titrasyona gerek yoktur.

FLORESEİN ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANIŞI

0,2 g floreseinin 100 mL %70'lik alkolde çözülmesiyle hazırlanır.

Sıra Sizde

Göl suyundan alınan bir numunede klorür analizi yapılmak isteniyor. 20 mL göl suyu numunesi, 0,08845 M $AgNO_3$ çözeltisi ile bir adsorbsiyon indikatörü yanında titre ediliyor. **Titrasyonda 42,2 mL $AgNO_3$ çözeltisi kullanıldığına göre numunede Cl^- iyonları derişimi kaç M'dır?**

4. Laboratuvar Çalışması

Fajans Yöntemi İle Klor Tayini

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

Amaç

Klor numunesindeki Cl yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Klor numunesi
- Dekstrin
- Floresein veya diklorofloresein çözeltisi
- Ayarlı $AgNO_3$ çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Baget
- Huni
- Beher

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2 gram Cl numunesi numune tartınız. 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
3. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. Numuneyi erlene aktararak 50 mL saf suda çözünüz.
5. Çözeltinin nötr olup olmadığını kontrol ediniz. Eğer nötr değilse fenolftalein indikatörü eşliğinde önce baz daha sonra da asit ilave ederek nötr yapınız.
6. Çözeltiye 5 damla diklorofloresein ve 0,1 g dekstrin ekleyerek çözeltiyi karıştırınız.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Çözeltinin rengi kalıcı kırmızı renk oluncaya kadar $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediniz. Harcanan $AgNO_3$ çözeltisi hacmini kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune} :

M_{AgNO_3} :

V_{AgNO_3} :

Değerlendirme

1. Çözeltinin nötr olmasının önemini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız $AgNO_3$ çözeltisinin hacminden ve numune miktarından yararlanarak numunenizdeki klor yüzdesini hesaplayınız.

9.3.3. VOLHARD METODU

19. yüzyılın son çeyreğinde Alman kimyacı Jacob Volhard (Ceykıp Volhard) tarafından geliştirilen bu metod Ag^+ iyonlarının tiyosiyanat (SCN^-) ile titrasyonuna dayanır. Tiyosiyanat iyonları Ag^+ iyonları ile

$$Ag^+(suda) + SCN^-(suda) \rightarrow AgSCN(k)$$

tepkimesine göre çöker. Ortamda indikatör olarak bulunan demir(III) iyonlarının tiyosiyanatla oluşturduğu koyu kırmızı kompleksin varlığı ile titrasyonun tamamlandığı anlaşılır.

$$Fe^{3+}(suda) + SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)]^{2+}(k)$$

Eşdeğerlik noktası öncesinde ortama ilave edilen tüm SCN^- iyonları Ag^+ ile çöker. Ortamdaki Ag^+ iyonları tükendikten sonra eklenen SCN^- iyonları ortamdaki Fe^{3+} iyonları ile kırmızı renkli kompleksler oluşturur. Fe^{3+} derişiminin, titrasyon sırasında 0,2 M'dan büyük olması dönüm noktasında renk değişimini görmeyi zorlaştıracağından 0,1 M veya daha seyreltik olması tercih edilir. 2-3 M demir(III) iyonu içeren çözeltinin 1 mL'sinin titrasyon ortamına alınması ile çözeltide yeterli derişimde demir(III) iyonunun bulunması sağlanmış olur. Demir şapı [$FeNH_4(SO_4)_2$] indikatör çözeltisi hazırlamak için uygun bir bileşiktir.

Örnek

$AgNO_3$ çözeltisinin derişimi Volhard metodu ile belirlenmek isteniyor. Bunun için çözeltinin 50 mL'si, bir erlene alınıp üzerine 1 mL 2 M $FeNH_4(SO_4)_2$ çözeltisi eklendikten sonra 0,1025 M KSCN çözeltisi ile titre ediliyor. **30,6 mL KSCN ilave edildiği anda çözeltide demir(III) tiyosiyanat kompleksinin kırmızı rengi gözlendiğine göre $AgNO_3$ çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Ag^+ ile SCN^- arasında gerçekleşen

$$Ag^+ + SCN^- \rightarrow AgSCN\downarrow$$

tepkimesi 1:1 olduğu için çözeltideki Ag^+ mol sayısı, dönüm noktasında çözeltiye eklenen SCN^- mol sayısına eşittir.

$$n_{Ag^+} = n_{SCN^-} = M_{SCN^-} \cdot V_{SCN^-} = 0{,}1025 \cdot 30{,}6 \cdot 10^{-3} = 3{,}14 \cdot 10^{-4} \text{ mol } Ag^+ \text{ bulunur.}$$

Çözeltideki Ag^+ mol sayısı çözünen $AgNO_3$ mol sayısına eşittir.

$$M_{AgNO_3} = \frac{n_{AgNO_3}}{V_{çözelti}} = \frac{3{,}14 \cdot 10^{-3}}{50 \cdot 10^{-3}} = 0{,}0628 \text{ M } AgNO_3 \text{ bulunur.}$$

Volhard metodu ile Cl^- analizi geri titrasyon yöntemi ile yapılır. Analiz edilecek çözeltiye derişimi bilinen $AgNO_3$ çözeltisinden belirli hacimde eklenir. Cl^- iyonları AgCl hâlinde çöktürüldükten sonra artan Ag^+ iyonları ayarlı SCN^- çözeltisi ile titre edilir.

AgCl'ün çözünürlüğü AgSCN'tan daha fazladır. Bu nedenle ortamda AgCl katısı varken

$$\mathbf{AgCl(k) + SCN^-(suda) \rightleftharpoons AgSCN(k) + Cl^-(suda)}$$

tepkimesi gerçekleşir. Bu durum hem dönüm noktasının belirsizleşmesine hem de bir miktar SCN^- iyonu bu reaksiyona harcanacağından Cl^- miktarının az bulunmasına sebep olur. Hatayı önlemek için klorür iyonları çöktürüldükten sonra süzülerek AgCl katısı uzaklaştırılmalıdır. Süzme işlemi gravimetrik klorür tayininde yapıldığı gibi yapılır. AgSCN'tan daha az çözünen gümüş tuzlarının analizinde süzme işlemine gerek yoktur.

Örnek

Volhard metoduyla bir çözeltide klorür analizi yapılmak isteniyor. Bunun için çözeltiden 20 mL alınarak üzerine 30 mL 0,09980 M $AgNO_3$ çözeltisi ekleniyor. Oluşan AgCl katısı Gooch krozesi ile tamamen süzüldükten sonra süzüntüye 1 mL 2 M $FeNH_4(SO_4)_2$ çözeltisi ekleniyor. Süzüntü 0,1180 M KSCN çözeltisi ile asidik ortamda titre ediliyor. **14,5 mL KSCN çözeltisi ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre analiz edilen çözeltideki Cl^- iyonlarının derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Klorürü çöktürmek için eklenen Ag^+ iyonunun mol sayısı

$$n_{Ag^+} = M_{Ag^+} \cdot V_{Ag^+} = 0{,}09980 \cdot 30 \cdot 10^{-3} = 2{,}994 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Ag^+ \text{ bulunur.}$$

Eklenen Ag^+ iyonlarının bir kısmı Cl^- iyonlarını çöktürmüş, kalanı çözeltide kalmıştır. Bu çözeltinin SCN^- ile titrasyonundan çözeltide kalan Ag^+ iyonlarının mol sayısı tespit edilir. Ag^+ ile SCN^- iyonları arasında gerçekleşen çökelme tepkimesi

$$Ag^+ + SCN^- \rightarrow AgSCN\downarrow$$

şeklinde olduğundan titre edilen Ag^+ mol sayısı eklenen SCN^- mol sayısına eşittir.

$$n_{Ag^+} = n_{SCN^-} = M_{SCN^-} \cdot V_{SCN^-} = 0{,}1180 \cdot 14{,}5 \cdot 10^{-3} = 1{,}711 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Ag^+ \text{ bulunur.}$$

Cl^- için harcanan Ag^+ mol sayısı, toplam Ag^+ mol sayısından titrasyonda bulunan Ag^+ mol sayısının çıkarılmasıyla bulunur.

$$Cl^- \text{ için harcanan } Ag^+ \text{ mol sayısı} = 2{,}994 \cdot 10^{-3} - 1{,}711 \cdot 10^{-3} = 1{,}283 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Ag^+$$

AgCl tuzunda Ag^+:Cl^- oranı 1:1 olduğundan

$$n_{Cl^-} = n_{Ag^+} = 1{,}283 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Cl^- \text{ iyonu vardır.}$$

Analiz edilen çözeltideki Cl^- derişimi

$$M_{Cl^-} = \frac{n_{Cl^-}}{V_{çözelti}} = \frac{1{,}283 \cdot 10^{-3}}{20 \cdot 10^{-3}} = \mathbf{0{,}06415\ M\ Cl^-} \text{ iyonu bulunur.}$$

5. Laboratuvar Çalışması

Volhard Yöntemi İle Klor Tayini

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

Amaç

Klor numunesindeki Cl yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Klor numunesi
- 0,1 M ayarlı KSCN çözeltisi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 2 M $FeNH_4(SO_4)_2$ çözeltisi
- %1'lik HNO_3 çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Analitik terazi
- Saat camı
- Spatül
- Pipet
- Piset
- Etüv
- Baget
- Gooch krozesi

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune} :

V_{AgNO_3} :

M_{KSCN} :

V_{KSCN} :

İşlem Basamakları

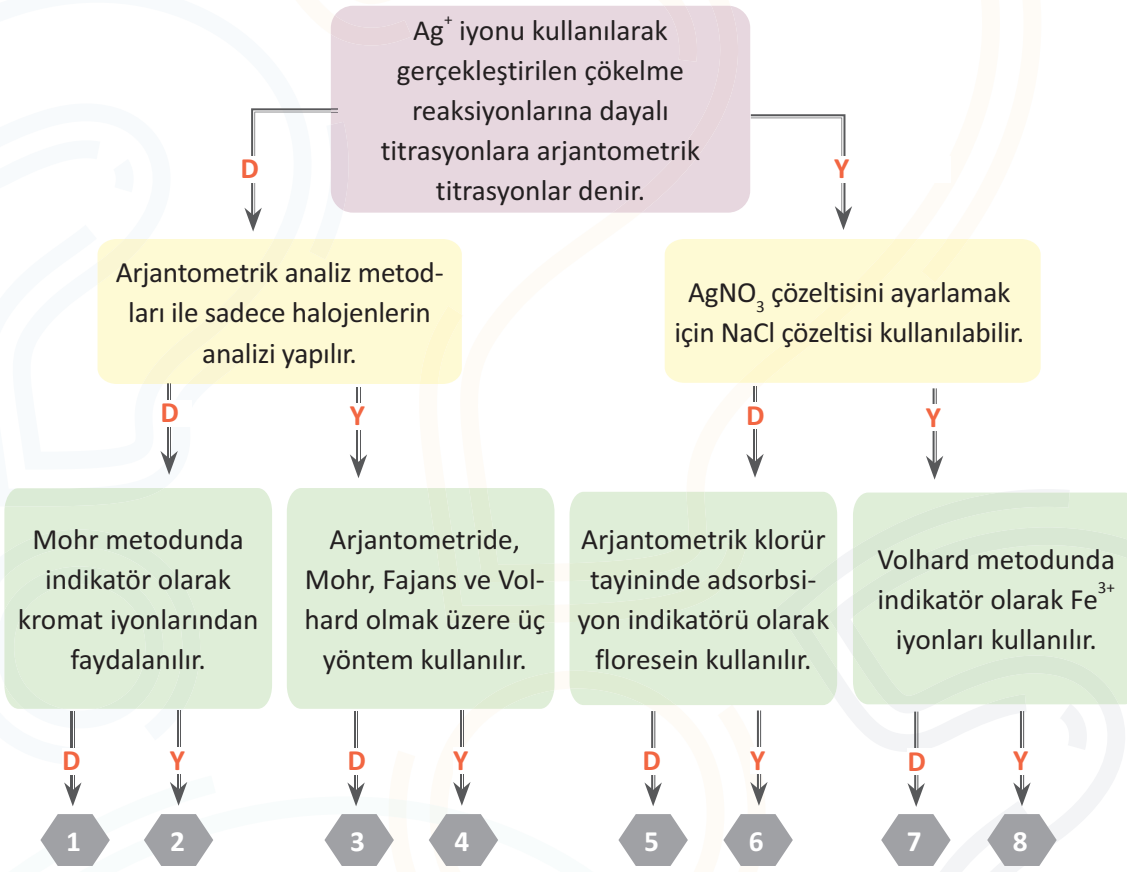
1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 2 gram klor numunesi tartınız.
3. 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,2-0,3 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Numuneyi erlene aktararak 50 mL saf suda çözünüz.
6. AgCl'ün tamamı çökünceye kadar $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. İlave ettiğiniz $AgNO_3$ çözeltisinin hacmini kaydediniz.
7. Oluşan AgCl çökeleğini Gooch krozesi ile süzünüz.
8. Çökeleği %1'lik HNO_3 çözeltisi ile yıkayınız. Yıkama suyunu süzüntüye ilave ediniz.
9. Süzüntüye 1mL 2 M $FeNH_4(SO_4)_2$ indikatörü ilave ediniz.
10. Çözeltiyi, rengi kalıcı kırmızı renk oluncaya kadar 0,1 M'lık ayarlı KSCN çözeltisi ile titre ediniz. Harcanan KSCN çözeltisinin hacmini kaydediniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Titrasyonda harcadığınız KSCN, $AgNO_3$ çözeltilerinin hacminden ve numune miktarından yararlanarak numunenizdeki klor yüzdesini hesaplayınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Arjantometrik analizler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Arjantometri ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Arjantometri ile doğrudan anyon analizi yapılabilir.

( ) **b.** $AgNO_3$ suda kolaylıkla çözünebilen sekonder standart bir maddedir.

( ) **c.** Çökelek yüzeyine adsorbe olarak renkli bir kompleks oluşturabilen bileşikler adsorbsiyon indikatörleri olarak kullanılır.

( ) **ç.** Volhard metodu ile Cl^- analizi geri titrasyon yöntemi ile yapılır.

( ) **d.** Fajans metodunda dönüm noktası, karışımın kırmızı renk alması ile tespit edilir.

C Aşağıda verilen soruları okuyunuz. Uygun seçeneği işaretleyiniz.

1 **Arjantometri ile ilgili**

I. Çöktürücüsü Ag^+ iyonu olan titrasyonlardır.

II. Sadece geri titrasyon yöntemi kullanılır.

III. Katyonların volümetrik analizinde kullanılır.

ifadelerinden hangileri yanlıştır?

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

2 I. SCN^-

II. S^{2-}

III. Cl^-

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri Ag^+ iyonu ile çökelek oluşturur?

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

3 I. Volhard

II. Fajans

III. Mohr

Yukarıda verilen klor analizi yöntemlerinden hangileri geri titrasyona dayalıdır?

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

4 **Bir çözeltinin 100 mL'sindeki tüm PO_4^{3-} iyonlarının çökmesi için 3,47 g $AgNO_3$ tuzu kullanıldığına göre çözeltideki PO_4^{3-} iyonlarının derişimi kaç M'dır?**
(O:16, N:14, Ag:108)

A) 0,068
B) 0,088
C) 0,120
D) 0,186
E) 0,204

5 Bir çözeltide klorür derişimini bulmak için Mohr ve Fajans yöntemleri ile analiz yapılıyor.

Mohr metodu ile yapılan analizde Cl^- derişimi 0,04580 M bulunuyor. Aynı çözeltiden alınan ikinci bir örneğe Fajans metodu ile yapılan titrasyonda Cl^- derişimi 0,04060 M hesaplanıyor.

Aynı çözeltiye yapılan bu iki analiz sonuçları ile ilgili

I. Sonuçlar arasındaki önemli bir fark olmadığı için iki titrasyonun da sadece rastgele hata içerdiği kabul edilebilir.

II. Mohr metodunda indikatör için harcanan titrant hacmi dikkate alınmadığından sonuç hatalıdır.

III. Her iki metot da numuneye aşırı miktarda $AgNO_3$ eklenip fazla Ag^+ iyonlarının geri titrasyonuna dayanır.

yargılarından hangileri doğrudur?

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

D Aşağıda verilen soruları cevaplandırınız.

1. $AgNO_3$ çözeltisinin özellikle renkli şişelerde ve karanlık ortamlarda saklanmasının nedeni ne olabilir? Açıklayınız.

2. Arjantometrik yöntemlerle analiz edilen iyonlara örnek veriniz.

3. Aşağıda verilen indikatörlerin hangi arjantometrik yöntemde kullanıldıklarını yazınız.

a. $FeNH_4(SO_4)_2$	
b. K_2CrO_4	
c. Floresein	

4. 0,05 M 100 mL $AgNO_3$ çözeltisi hazırlamak için $AgNO_3$ katısından kaç gram tartmak gerekir? ($AgNO_3$: 169,92)

5 1879 yılında keşfedilen sakarin, $C_7H_5NO_3S$ formülüne sahip organik bir bileşiktir. Düşük kalorilidir ve sakkarozdan ortalama 500 kat daha tatlıdır. Bu nedenle diyabet hastaları tarafından sıklıkla tercih edilir. Şekerlemelerde, meşrubatlarda, ilaç ve diş macunlarında tatlandırıcı olarak sakarinin genellikle sodyum tuzu kullanılır.

Bir ilaç firmasında laboratuvar teknisyeni olarak çalışan Mustafa, ürettikleri sakarin tabletlerinin analizini yapıyor. Etken madde miktarı tespiti için 10 adet sakarin tableti suda çözdükten sonra üzerine 20 mL 0,060 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave ederek tüm sakarinin gümüş sakarinat hâlinde çökmesini sağlıyor. Çözeltide kalan Ag^+ iyonları Fe^{3+} içeren ortamda ayarlı KSCN çözeltisi ile titre ediliyor. Çözeltideki sakarin miktarı, çöktürmede harcanan Ag^+ miktarından yararlanılarak hesaplanmak isteniyor. **Mustafa, titrasyonda 0,0523 M KSCN çözeltisinden 8 mL harcadığında titrasyon tamamlandığına göre bir tablette bulunan ortalama sakarin miktarı kaç miligramdır?** ($C_7H_5NO_3S$: 183)

$C_7H_4NO_3SNa + Ag^+ \rightarrow C_7H_4NO_3SAg + Na^+$

$Ag^+ + SCN^- \rightarrow AgSCN$

6 Gümüş içerdiği bilinen bir maddeden 5 g numune alınıyor. Uygun yöntemlerle çözülen numune, Volhard metodu ile demir(III) şapı indikatörlüğünde analiz ediliyor. **Analiz için 0,1 M KSCN çözeltisinden 15,5 mL kullanıldığına göre numunedeki gümüş yüzdesini hesaplayınız.** (Ag: 108)

$Ag^+ + SCN^- \rightarrow AgSCN$

7 Klorür içeren bir maddeden 0,20 g numune alınarak Mohr metodu ile K_2CrO_4 indikatörlüğünde analiz ediliyor. **0,0955 M $AgNO_3$ çözeltisinden 28 mL kullanılığına göre numunedeki klorür yüzdesini hesaplayınız.** (Cl: 35,5)

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$

8 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi primer standart NaCl ile ayarlanmak isteniyor. 120 °C sıcaklıkta 2 saat kurutulan NaCl'den 0,1490 g katı tartılıp 50 mL suda çözülüyor. **Elde edilen çözeltinin $AgNO_3$ ile titrasyonunda 26,3 mL harcandığına göre dönüm noktasına ulaşıldığında $AgNO_3$ çözeltisinin kesin derişimi kaç M olur?** (NaCl: 58,44)

$Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$

9 Bir numunedeki iyodür miktarı, arjantometrik metotla NaI cinsinden belirlenmek isteniyor. **Titrasyonda, derişimi 0,998 M olan $AgNO_3$ çözeltisinden 21,2 mL harcandığına göre numunedeki sodyum iyodürün miktarını hesaplayınız.** (NaI: 150)

$Ag^+ + I^- \rightarrow AgI$

10. ÖĞRENME BİRİMİ

KOMPLEKSOMETRİK ANALİZLER

HAZIRLIK ÇALIŞMASI

Birçok metal katyonu anyonlarla birleşerek suda çok az çözünen tuzlar oluşturur. Bu metaller, üzerinde ortaklaşılmamış elektron çifti bulunduran EDTA gibi bazı bileşiklerle suda çok iyi çözünen kompleks adı verilen yapılar oluşturur.

Arsenik, cıva, kurşun gibi ağır metaller vücuda alınmaları halinde toksik etki gösterir. Bu elementler, vücuda alınmaları durumunda dokularda birikerek zamanla sağlığı olumsuz yönde etkiler.

Bu metaller gibi toksik etki gösteren metallerin vücutta etkinliğinin önlenmesi için kompleks oluşumlarından nasıl yararlanılabilir?

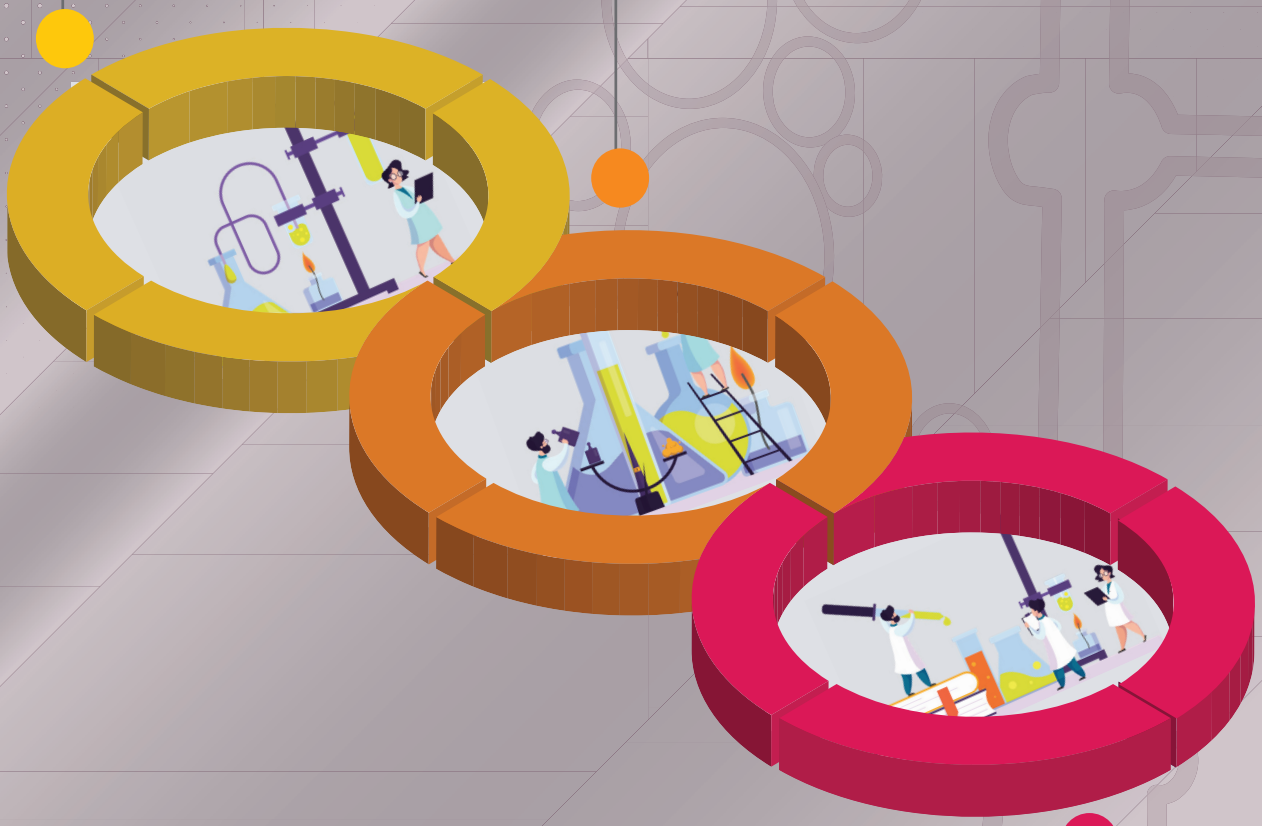
Temel Kavramlar

- Kompleks
- Kompleksometrik titrasyonlar
- Koordinasyon bağı
- Lewis asidi
- Lewis bazı
- Ligand
- Şelat

KONULAR

10.1. KOMPLEKS OLUŞUM REAKSİYONLARI

10.2. EDTA ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI



10.3. KOMPLEKSOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

1. BÖLÜM

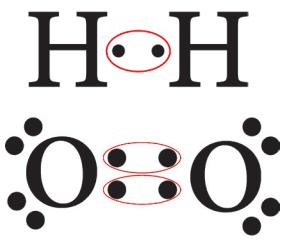
10.1. KOMPLEKS OLUŞUM REAKSİYONLARI

Neler Öğreneceğiz?

- Koordinasyon Bağı
- Kompleks Oluşum Titrasyonları

Birçok metal iyonu, eşlenmemiş elektron çifti bulunduran bileşik veya iyonlarla **kompleks** adı verilen kararlı yapılar oluşturur. Kompleksler, nitel ve nicel analizde istenmeyen metallerin girişim yapmasını önlemek için kullanıldıkları gibi doğrudan metallerin analizinde de kullanılabilir. Üzerinde eşleşmemiş elektron çifti bulunduran, bu elektron çiftleri ile metalle kompleks oluşturan yapılara **ligand** denir. Ligand ile metal arasında oluşan bağ **koordinasyon bağı** ya da **koordine kovalent bağ** olarak adlandırılır.

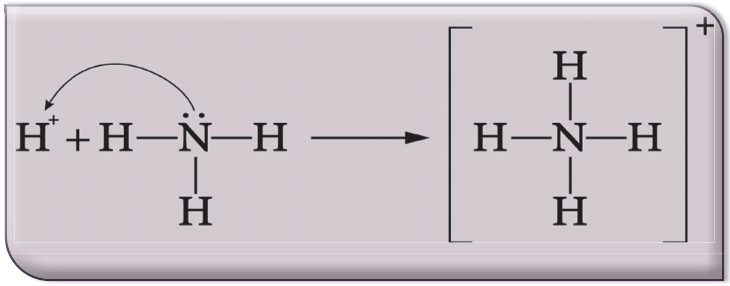
10.1.1. KOORDİNASYON BAĞININ OLUŞUMU



Görsel 10.1: H_2 ve O_2 moleküllerinin kovalent bağ ile oluşumu

Kovalent bağ bir çift elektronun ortak kullanılmasıyla oluşur. Çoğunlukla her bağ için bağ yapan iki atom birer elektron ile katkı yapar. Örneğin H_2 molekülünde birer elektronun ortak kullanılması ile 1 tane kovalent bağ oluşur. O_2 molekülünde ise her oksijen atomu ikişer elektron katkısı yaparak 2 tane kovalent bağ oluşturur (Görsel 10.1).

Koordinasyon bağı, bir kovalent bağ türüdür. Kovalent bağ için gereken her iki elektron da aynı atom tarafından sağlanır. Örneğin NH_3 ın asitle reaksiyonu sonucu oluşan NH_4^+ iyonu koordinasyon bağı ile meydana gelir (Görsel 10.2). H^+ iyonu azot atomu üzerindeki elektron çifti ile koordinasyon bağı yapar.



Görsel 10.2: NH_4^+ iyonunun koordinasyon bağı ile oluşumu

Koordinasyon bağı oluşumunda elektron çifti sunan madde (elektron donör) **Lewis bazı**, bu elektron çiftine bağlanan madde ise **Lewis asidi** olarak adlandırılır. NH_4^+ iyonunun oluşumunda H^+ iyonu Lewis asidi, NH_3 ise Lewis bazıdır.

Kompleksler

Kompleksler, Lewis asidi olarak davranan metal atomu veya katyonunun Lewis bazı olarak davranan bir liganda bağlanmasıyla oluşur. Ag^+ iyonları bulunduran bir çözeltiye veya bir gümüş çökeleği üzerine NH_3 çözeltisi ilave edilirse

$$Ag^+(suda) + 2NH_3(suda) \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+(suda)$$

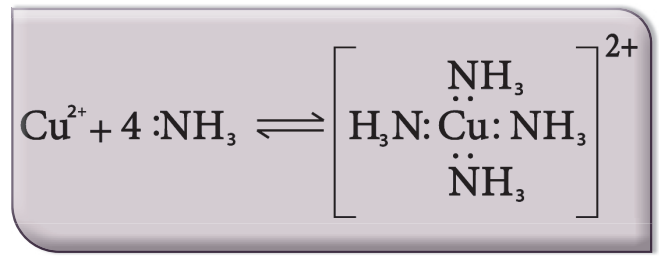
kompleksi meydana gelir. Bir metal atomu veya katyonunun ligandlarla yapabileceği koordine kovalent bağ sayısına o atomun veya katyonun **koordinasyon sayısı** denir. Ag^+ katyonu 2 tane koordine kovalent bağ yapabildiği için koordinasyon sayısı 2 dir. Koordinasyon sayısı genellikle 2, 4 veya 6 olur.

BİLGİ KUTUSU

Metalin koordinasyon sayısının bileşikte aldığı değerlikle ilgisi yoktur.

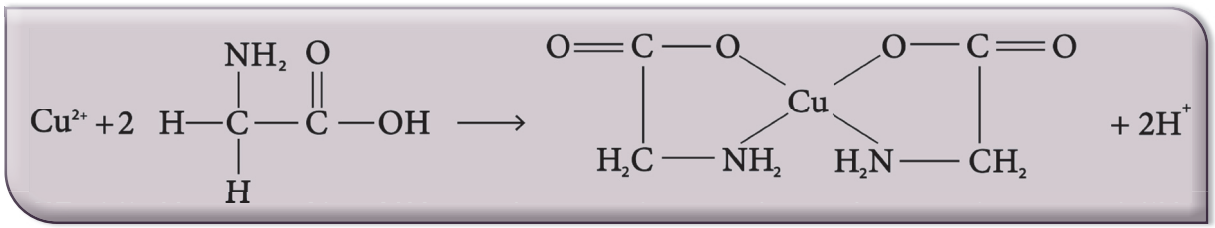
Bakır(II) katyonu, 4 tane NH_3 ile birer tane koordinasyon bağı yapabilir (Görsel 10.3).

Bakır(II) katyonunun koordinasyon sayısı dörttür.

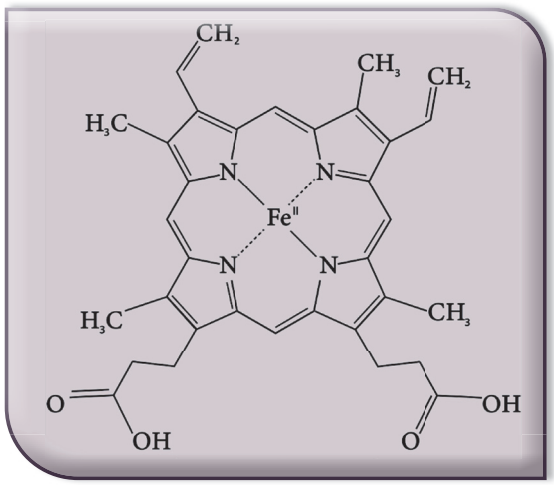


Görsel 10.3: $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ kompleksinin koordinasyon bağı ile oluşumu

Bir ligandın koordinasyon bağı oluşumu için sunduğu elektron çifti sayısına **diş sayısı** denir. NH_3 bir çift elektron sunduğu için tek dişli bir liganddır. Bir aminoasit olan glisin (CH_2NH_2COOH) bir tane $-NH_2$ azotu ve bir tane -OH oksijeni ile olmak üzere iki tane koordinasyon bağı yapabildiği için iki dişli bir liganddır. Bakır(II)'nin koordinasyon sayısı 4 olduğundan 1 tane Cu^{2+} ile 2 tane glisin molekülü kompleksleşir (Görsel 10.4).



Görsel 10.4: Cu^{2+} nın glisin ile kompleksleşmesi



Görsel 10.5: Kana kırmızı rengini veren şelat: hem

Üç, dört, beş ve altı dişli ligandlar bilinmektedir. İki ya da daha fazla dişli ligandlar, oluşturdukları komplekslerde metal katyonunun çevresini halka şeklinde veya üç boyutlu bir yapı hâlinde sarar. Bu tip komplekslere **şelat** denir. Alyuvarlarda bulunan hemoglobin, globin proteinlerine bağlı hem grupları sayesinde kırmızı renklidir. **Hem grubu** merkezinde Fe^{2+} iyonu bulunan bir şelattır (Görsel 10.5).

Tek dişli ligandlar metallerle reaksiyonda birden fazla kompleksi aynı anda oluşturabilir. Örneğin demir(III) iyonları içeren çözelti üzerine tiyosiyanat (SCN^-) çözeltisi eklenmesi ile oluşan koyu kırmızı renk, $[Fe(SCN)]^{2+}$, $[Fe(SCN)_2]^+$, $[Fe(SCN)_4]^-$ gibi komplekslerin oluşturduğu karışımdan ileri gelir. İki ya da daha fazla dişli ligandlar ise hem daha kararlı kompleksler oluşturur hem de bir metalle tek bir ürün meydana getirir.

Komplekslerin Adlandırılması

Kompleksler, önce ligand adı sonra merkezi katyon adı okunarak adlandırılır. Ligand adından önce ligandın sayısı Latince olarak belirtilir. Nötr ya da + yüklü komplekslerde merkezi katyon adı Türkçe veya Latince okunur. – yüklü komplekslerde ise merkezi katyonun Latince adının sonuna –at eki getirilir.

$[Ag(NH_3)_2]^+$: diammin gümüş

$[Cu(NH_3)_4]^{2+}$: tetraammin bakır(II)

Anyonik ligandlar adının sonuna –o eki alır.

$[Fe(CN)_6]^{4-}$: heksasiyano ferrat(II)

$[Co(H_2O)_6]^{3+}$: hekzaakua kobalt(III)

$[CoCl_6]^{3-}$: hekzakloro kobaltat(III)

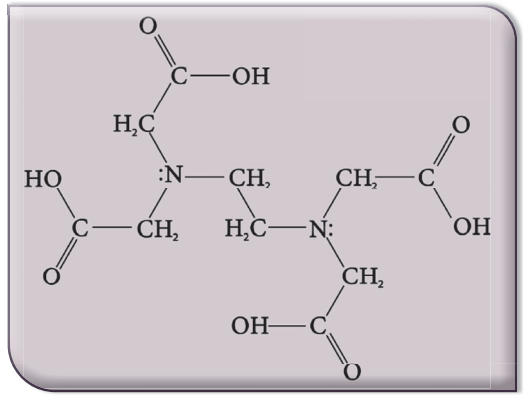
$[Cu(C_2O_4)_2]^{2-}$: dioksalato cuprat(II)

10.1.2. KOMPLEKSOMETRİK TİTRASYONLAR

Bir çözeltideki metal iyonlarının uygun bir ligandla kompleks oluşturmasına dayanılarak yapılan titrasyonlara **kompleksometrik titrasyon** denir.

Tek dişli ligandlar, aynı reaksiyonda birden fazla ürün oluşturduklarından bu titrasyonlarda kullanışlı değildir. Her bir ürünün oluşum tepkimesi farklı stokiyometrik katsayılarla gerçekleştiği için birden fazla ürün oluşturan bir reaksiyondan analitik hesaplama yapmak mümkün değildir. Tiyosiyanat, Fe^{3+} iyonu ile tepkimesinde bir kompleks karışımı oluşturduğundan demir(III) iyonunun nicel analizinde kullanılamaz. İki ya da daha fazla dişli ligandlar ise hızlı reaksiyon vermeleri ve kararlı kompleks oluşturmaları sayesinde titrant olarak kullanılır. İsviçreli kimyager G. Schwarzenbach (Şvarzınbah) 1945 yılında aminokarboksilli asitlerin [yapılarında hem amino (NH_2, NHR, NR_2) hem de karboksil (-COOH) grubu bulunduran organik bileşikler] titrasyonlarda oldukça kullanışlı olduklarını gösterdi. Bu çalışmadan sonra periyodik tablodaki birçok metal için kompleks oluşumuna dayalı volümetrik yöntemler geliştirildi.

Metal analizlerinde en yaygın kullanılan aminokarboksilli asit EDTA kısaltmasıyla bilinen etilen diamin tetra asetik asittir (Görsel 10.6).



Görsel 10.6: Etilen diamin tetra asetik asit (EDTA)

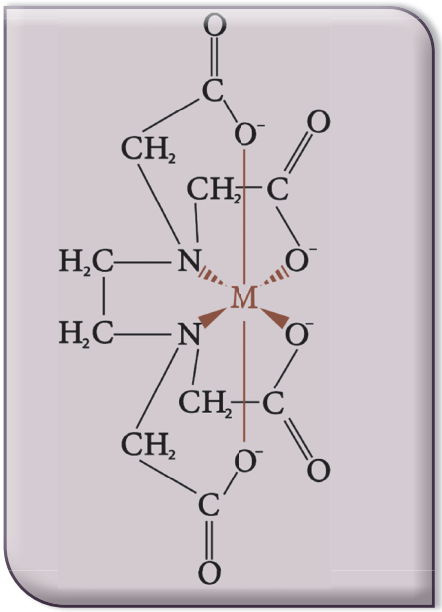
EDTA, 4 değerli bir organik asittir ve genellikle H_4Y şeklinde gösterilir. Moleküldeki iki azot ve dört karboksil grubunun her biri kompleksleştiricidir. Yani 6 dişli bir liganddır. 6 dişli olduğu için tüm metallerle 1:1 stokiyometrik oranda kompleksleşme reaksiyonu verir. Bu nedenle EDTA ile gerçekleşen kompleks oluşum reaksiyonlarında tüm metallerin ve EDTA'nın **tesir değerliği 1** dir.

EDTA, alkali metaller dışındaki her metalle kompleks oluşturabilir. Bu nedenle metallerin kompleksometrik analizinde oldukça kullanışlı bir reaktiftir. Tüm metallerle 1:1 oranında kompleks oluşturması analizi kolaylaştıran başka bir etkendir.

EDTA zayıf bir asit olduğu için sulu çözeltide kısmen iyonlaşarak ortamın pH değerine göre H_4Y, H_3Y^-, H_2Y^{2-}, HY^{3-} ve Y^{4-} türlerinden bir kaçının karışımı hâlinde bulunur. Çok düşük pH'lı çözeltilerde daha çok H_4Y formunda bulunurken çözelti bazikleştikçe proton kaybetmiş türler baskın hâle gelir. pH 3-6 arasında H_2Y^{2-} baskın türken pH 10'un üzerinde Y^{4-} iyonu çözeltide ana bileşen durumundadır.

Çözeltide EDTA'nın hangi formu bulunursa bulunsun kompleksleşme reaksiyonuna protonları (H^+) kaybederek girer. Diğer bir deyişle metal, protonlar ile yer değiştirir. M^{n+} katyonu ile EDTA türlerinin kompleksleşme reaksiyonları aşağıdaki gibi gösterilir.

$$M^{n+} + H_4Y \rightleftharpoons MY^{n-4} + 4H^+$$
$$M^{n+} + H_3Y^- \rightleftharpoons MY^{n-4} + 3H^+$$
$$M^{n+} + H_2Y^{2-} \rightleftharpoons MY^{n-4} + 2H^+$$
$$M^{n+} + HY^{3-} \rightleftharpoons MY^{n-4} + H^+$$
$$M^{n+} + Y^{4-} \rightleftharpoons MY^{n-4}$$



Görsel 10.7: Metal-EDTA şelatının yapısı

Tüm tepkimelerde metal, Y^{4-} ile kompleks oluşturduğu için hepsi yukarıdaki son tepkime ile ifade edilebilir. Gümüş, kalsiyum ve alüminyum katyonlarının EDTA komplekslerinin oluşumu aşağıdaki gibi gösterilebilir.

$$Ag^+ + Y^{4-} \rightleftharpoons AgY^{3-}$$
$$Ca^{2+} + Y^{4-} \rightleftharpoons CaY^{2-}$$
$$Al^{3+} + Y^{4-} \rightleftharpoons AlY^-$$

Bir metalin EDTA ile oluşturduğu kompleksin (şelat) yapısı Görsel 10.7'deki gibidir.

Örnek

1,6235 g saf $FeCl_3$ bileşiği asitlendirilmiş suda çözülüyor. Tüm Fe^{3+} iyonlarının şelat oluşturması için gereken EDTA'nın mol sayısı nedir? (Cl: 35,45, Fe: 56)

Çözüm

EDTA tüm katyonlarla 1:1 stokiyometrik oranda kompleks oluşturur. Bu nedenle EDTA'nın mol sayısı, Fe^{3+} iyonlarının mol sayısına eşittir. $FeCl_3$ bileşiğinin 1 molünde 1 mol Fe^{3+} bulunduğu için

$$n_{EDTA} = n_{Fe^{3+}} = n_{FeCl_3} = \frac{m_{FeCl_3}}{M_A(FeCl_3)}$$ yazılabilir.

$FeCl_3$ bileşiğinin mol kütlesi

$$Fe + 3 \cdot Cl = 56 + 3 \cdot 35,45 = 162,35 \text{ g.mol}^{-1} \text{ dir.}$$

$$n_{EDTA} = \frac{m_{FeCl_3}}{M_A(FeCl_3)} = \frac{1,6235}{162,35} = 0,01 \text{ mol bulunur.}$$

Tüm Fe^{3+} iyonlarının şelataşması için **0,01 mol EDTA** gereklidir.

Örnek

Bir çözeltinin 30 mL'sindeki Mn^{2+} iyonlarının tümü, $7{,}5.10^{-4}$ mol EDTA ile kompleksleşme tepkimesine girdiğine göre çözeltideki Mn^{2+} derişimi kaç M'dır?

Çözüm

EDTA tüm katyonlarla 1:1 oranında tepkime verdiği için metal katyonunun mol sayısı EDTA 'nın mol sayısına eşittir. O hâlde

$$n_{Mn^{2+}} = n_{EDTA} = 7{,}5 \cdot 10^{-4} \text{ mol yazılabilir.}$$

$$M_{Mn^{2+}} = \frac{n_{Mn^{2+}}}{V_{çözelti}} = \frac{7{,}5 \cdot 10^{-4}}{30.10^{-3}} = 0{,}025 \text{ M bulunur.}$$

Örnek

Ni^{2+} çözeltisinin 50 mL'si 0,2 M EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. Titrasyonda 26,5 mL EDTA'nın ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre çözeltideki Ni^{2+} derişimi kaç M'dır?

Çözüm

EDTA'nın mol sayısı

$$n_{EDTA} = M \cdot V = 0{,}2 \cdot 26{,}5.10^{-3} = 5{,}3 \cdot 10^{-3} \text{ olarak hesaplanır.}$$

EDTA 1:1 oranında tepkimeye girdiğinden çözeltide

$$n_{Ni^{2+}} = n_{EDTA} = 5{,}3 \cdot 10^{-3} \text{ mol } Ni^{2+} \text{ vardır.}$$

$$M_{Ni^{2+}} = \frac{n_{Ni^{2+}}}{V_{çözelti}} = \frac{5{,}3 \cdot 10^{-3}}{50 \cdot 10^{-3}} = 0{,}106 \text{ M bulunur.}$$

BİLGİ KUTUSU

EDTA her metal ile 1:1 oranında tepkimeye girdiği için

$n_{metal} = n_{EDTA}$ eşitliği yazılabilir.

$n = M \cdot V$ olduğundan bu eşitlik

$$M_{metal} \cdot V_{metal} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$$

şeklinde yazılabilir. EDTA ile yapılan titrasyonda metal derişimi bu bağıntı ile hesaplanabilir.

Sıra Sizde

Bakır(II) içeren bir kayadan alınan 2 g numunedeki tüm bakır(II) iyonları 0,01 mol EDTA ile kompleksleşme tepkimesine girdiğine göre kayadaki bakır(II) yüzdesi kaçtır? (Cu: 63,55)

Titrasyona pH Etkisi

EDTA ile kompleks oluşturabilen metallerin tümü her pH'da bu reaksiyonu verebilir. Bir reaksiyonun titrasyonda kullanılabilir olması için reaksiyonun tam ve yeterince hızlı gerçekleşmesi, yan reaksiyonların da ihmal edilecek kadar az olması gerekir.

Kompleks oluşum reaksiyonları denge reaksiyonudur. Bir denge reaksiyonunda denge sabiti ne kadar büyükse reaksiyon o kadar yüksek verimle gerçekleşeceğinden analitik olarak o kadar kullanışlıdır. Ortam pH'ının düşük olması Y^{4-} konsantrasyonunu azaltıp H_4Y konsantrasyonunu artırır. Bu durum kompleks oluşum dengesini girenlere doğru yürütür. Diğer bir deyişle reaksiyonun verimi düşer. Kompleksin oluşum sabiti çok büyükse bu durum titrasyonda sorun yaratmaz. Görece küçük oluşum sabitine sahip metaller için düşük pH'larda reaksiyon analitik değildir. Bu tip metallerin analizinde ortamın bazik olması gerekir. Aşağıda bazı katyonların kompleks oluşum tepkimeleri ve 25 °C sıcaklıktaki oluşum sabitleri verilmiştir.

Tablo 10.1: Bazı Metallerin EDTA İle Titrasyonunda Gereken Minimum pH Değerleri

KATYON	MİNİMUM pH DEĞERİ	OLUŞUM SABİTLERİ
Fe^{3+}	1	$1{,}3.\ 10^{25}$
Hg^{2+}	2	$6{,}3.\ 10^{21}$
Al^{3+}	3	$1{,}3.\ 10^{16}$
Fe^{2+}	5	$2{,}1.\ 10^{14}$
Ca^{2+}	8	$5{,}0.\ 10^{10}$
Mg^{2+}	10	$4{,}9.\ 10^{8}$

Tablo 10.1'de görüldüğü gibi kompleksin oluşum sabiti ne kadar küçükse titrasyon için gereken pH o kadar büyüktür. Pek çok metal katyonu, yüksek pH'lı çözeltilerde hidroksit bileşikleri hâlinde çöker. Metalin bazik ortamda titre edilmesi gereken durumlarda çözeltiye NH_3 gibi yardımcı kompleksleştirici bir madde eklenir. Kompleks oluşumu ile metal hidroksitinin çökmesi önlenmiş olur. Daha sonra bu çözelti titre edilir. Katyon, ortama EDTA eklendikçe mevcut kompleksten ayrılıp EDTA ile kompleks oluşturur ancak bu yöntemin işe yaraması için katyonun EDTA ile kompleks oluşum sabitinin yardımcı kompleksleştirici ile olan kompleks oluşum sabitinden büyük olması gerekir.

Dönüm Noktasının Tespiti

Dönüm noktası, uygun elektrotlar kullanılarak potansiyometrik yolla tespit edilebilir. Potansiyometrik metotlar, genellikle daha kesin sonuç verir ancak bir kimyasal indikatörle elde edilen kesinlik yeterli olduğu için daha çok bu yol tercih edilir.

Kompleks oluşum titrasyonlarında kullanılan indikatörler, analiz edilen metalle renkli kompleks oluşturabilen şelatlaştırıcı boyalardır. Bu şekilde kullanılabilen 200'e yakın boya bilinmektedir ancak EDTA ile yapılan titrasyonlarda yaygın olarak eriokrom siyahı-T kullanılmaktadır.

Eriokrom siyahı-T'nin seyreltik çözeltisi gök mavisi renklidir. Metallerle oluşturduğu kompleksler ise çözeltiye kırmızı-siyah renk verir. Bir metal çözeltisine eriokrom siyahı-T çözeltisi damlatılırsa metalle kompleks oluşturur. Çözeltiye EDTA ilave edildikçe katyonlar EDTA ile şelat oluşturmaya başlar. Tüm metal ile kompleks oluşturmaya yetecek kadar EDTA eklendiğinde eriokrom siyahı-T molekülleri serbest kalacağından çözeltinin rengi maviye döner (Görsel 10.8).

Görsel 10.8: Seyreltik serbest eriokrom siyahı-T çözeltisi

Bir indikatörün titrasyona uygun olabilmesi için metal katyonu ile kompleks oluşum sabitinin EDTA ile olan kompleks oluşum sabitinden küçük olması ve metal-indikatör kompleksinin yeterince kararlı olması gerekir. Oluşum sabiti, EDTA ile olan oluşum sabitinden büyük olursa ortama EDTA eklenmesi ile metal, kompleksten ayrılıp indikatörü serbest bırakmaz. Metal-indikatör kompleksi yeterince kararlı değilse bu kez kompleks eşdeğerlik noktasından önce bozunur, analizde negatif hata meydana gelir. Örneğin eriokrom siyahı-T'nin magnezyumla oluşum sabiti yeterince büyüktür ancak kalsiyumla yeteri kadar kararlı kompleks oluşturamaz. Bu durumda Ca^{2+} analizinde eriokrom siyahı-T uygun bir indikatör değildir ancak analizde ortama biraz Mg^{2+} iyonu eklenmesi ile bu sorun çözülür. Mg^{2+} iyonları eriokrom siyahı-T ile kompleks oluşturarak çözeltinin koyu kırmızı rengini korur. Ca^{2+} iyonları bittikten sonra eklenen EDTA, magnezyum-indikatör kompleksini bozarak indikatörün mavi renk almasını sağlar.

EDTA titrasyonlarında çalışılacak pH değerine ve analiz edilecek metale göre kalmagit, pirokatekol moru, variamin mavisi B vb. indikatörleri de kullanılır.

UYARI : Nötralleşme titrasyonlarında renk değişiminin kalıcı olarak görüldüğü ilk an dönüm noktasıdır. Kompleksometrik titrasyonlarda ise renk değişiminin tamamlanması gerekir. Eriokrom siyahı-T ile yapılan titrasyonlarda renk **gök mavisi** olunca ya kadar titrasyona devam edilmelidir.

2. BÖLÜM

Neler Öğreneceğiz?

- EDTA Çözeltisinin Hazırlanması
- EDTA Çözeltisinin Ayarlanması

10.2. EDTA ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

10.2.1. EDTA ÇÖZELTİSİNİN HAZIRLANMASI

EDTA'nın sudaki çözünürlüğü düşüktür. Bu nedenle analiz için kullanılacak çözeltisi disodyum tuzundan ($Na_2H_2Y.2H_2O$) hazırlanır.

$Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu analitik saflıkta ticari olarak bulunur. Bu tuz, yaklaşık 100 °C sıcaklıkta 2 saat kadar kurutulduktan sonra primer standart olarak kullanılabilir. $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzunun mol kütlesi 372,24 g olduğundan 0,01 M'lık 1 L çözeltisinde 3,7224 g EDTA tuzu bulunur. Tartılan EDTA tuzu kurutulduktan sonra bir miktar saf suda çözülür. Ardından balon jojenin hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

Belirli derişimde EDTA çözeltisinin hazırlanmasında takip edilecek işlem basamakları aşağıda verilmiştir.

- Hesaplanan miktarda kurutulmuş $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu tartılarak behere aktarılır.
- Bir miktar saf su ile çözünmesi sağlanır.
- Hazırlanan çözelti balon jojeye aktarılır.

- Balon jojenin ölçü çizgisine kadar saf su ilave edilir.
- Balon jojenin kapağı kapatılıp, birkaç kez ters çevrilerek çözeltinin iyice karışması sağlanır.
- Hacim çizgisi tekrar kontrol edilir.
- Şişelenerek etiketlenir.

Örnek

Primer standart $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu kullanılarak 500 mL 0,01 M EDTA çözeltisi nasıl hazırlanır?

Çözüm

Çözülecek tuzun mol sayısı $n = M.V$ eşitliğinden hesaplanır.

$n_{EDTA} = M \cdot V = 0,01 \cdot 0,5 = 0,005$ mol EDTA bulunmalıdır.

1 mol $Na_2H_2Y{\cdot}2H_2O$ tuzu	372,24 g olduğuna göre
0,005 mol $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu	m (g)

$m = 0,005 \cdot 372,24 = 1,8612$ g bulunur.

3 g kadar $Na_2H_2Y{\cdot}2H_2O$ tuzu bir etüvde yaklaşık 100 °C sıcaklıkta 2 saat kadar kurutulur. Kurutulmuş tuzdan 1,8612 g analitik terazide tartılır ve 500 mL'lik balon jojeye aktarılır. Üzerine su eklenerek çözülür ve hacmi 500 mL'ye tamamlanır.

1. Laboratuvar Çalışması

0,01 M EDTA Çözeltisinin Hazırlanması

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

Amaç

Yaklaşık 0,01 M derişimde EDTA çözeltisi hazırlamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $Na_2H_2Y.2H_2O$
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- 250 mL'lik balon joje
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Saat camı

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 5 gram kadar $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzunu 100 °C'ye ayarlanmış etüvde 2 saat kadar kurutunuz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{Na_2H_2Y.2H_2O}$:

3. Gereken EDTA tuzu miktarını hesaplayarak katıyı temiz bir beherde tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
4. EDTA'yı bir miktar saf suda çözünüz.
5. Çözeltiyi 250 mL'lik balon jojeye aktarınız.
6. Ölçü çizgisine kadar saf su ilave ediniz. Balon jojeyi çalkalayarak çözeltinin karışmasını sağlayınız.
7. Elde ettiğiniz çözeltiyi bir şişeye aktararak ağzını sıkıca kapattıktan sonra etiketleyiniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

EDTA çözeltisinin hazırlanmasında $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzunun kullanılmasının nedenini açıklayınız.

10.2.2. EDTA ÇÖZELTİSİNİN AYARLANMASI

Primer standart $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu ile hazırlanan EDTA çözeltisi ayarlanmadan kullanılabilir ancak $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu primer standart saflıkta değilse ayarlanması gerekir. Bunun için saf $CaCO_3$, $MgSO_4.7H_2O$, $ZnSO_4$ gibi primer standartlardan yararlanılabilir. Bu primer standartların tümü yüksek pH'ta analize uygun kompleks oluşturur. Bu nedenle ayarlama yapılırken titrasyon ortamına NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ilave edilmelidir. EDTA tüm metallerle 1:1 stokiyometrik oranında tepkimeye girdiğinden titrasyonda harcanan EDTA'nın mol sayısı tartılan bileşikteki metalin mol sayısına eşit olacaktır.

Ayarlamada kullanılacak olan $MgSO_4.7H_2O$ 110 °C sıcaklıktaki etüvde 1-2 saat kurutulur. Desikatörde soğutulmuş olan $MgSO_4.7H_2O$ katısından yaklaşık 0,1 gram tartılır. Katı, bir erlene alınıp 100 mL kadar saf suda çözülür. Üzerine yaklaşık 10 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave edilir. Elde edilen çözeltinin EDTA çözeltisi ile titre edilmesiyle ayarlama yapılmış olur.

Eriokrom siyahı-T Çözeltisinin Hazırlanması

0,5 g toz hâline getirilmiş eriokrom siyahı-T'nin 100 mL etil alkolde çözülmesi ile hazırlanır. Çözelti bir ay kadar kullanılabilir.

NH_3/NH_4^+ Tampon Çözeltisinin Hazırlanması

280 mL derişik NH_3 çözeltisi içinde 33,5 g NH_4Cl katısı çözülüp 500 mL'lik balon jojeye aktarılır. Ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur.

Örnek

0,02 M olarak hazırlanmış EDTA çözeltisinin kesin derişimi $MgSO_4.7H_2O$ kullanılarak belirlenmek isteniyor. Primer standart 0,1526 g $MgSO_4.7H_2O$ tuzu tartılıp bir erlende saf suda çözüldükten sonra 10 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve birkaç damla eriokrom siyahı-T indikatörü ekleniyor. Büret EDTA çözeltisi ile doldurulup erlendeki $MgSO_4.7H_2O$ çözeltisi titre ediliyor. **29,8 mL EDTA çözeltisi eklenmesi ile erlendeki çözelti gök mavisi renge döndüğüne göre EDTA çözeltisinin kesin derişimi kaç M'dır?** ($MgSO_4.7H_2O$: 246)

Çözüm

$MgSO_4.7H_2O$ tuzunun 1 molünde 1 mol Mg^{2+} iyonu olduğundan tuzun mol sayısı Mg^{2+} iyonlarının mol sayısına eşittir.

$$n_{Mg^{2+}} = \frac{0,1526}{246} = 6,203 \cdot 10^{-4} \text{ mol } MgSO_4.7H_2O \text{ tartılmıştır.}$$

$$n_{EDTA} = n_{Mg^{2+}} = 6,203 \cdot 10^{-4} \text{ mol EDTA bulunur.}$$

Kullanılan EDTA çözeltisi 29,8 mL olduğuna göre molar derişimi

$$M_{EDTA} = \frac{n_{EDTA}}{V_{EDTA}} = \frac{6,203 \cdot 10^{-4}}{29,8 \cdot 10^{-3}} = 0,0208 \text{ M olarak bulunur.}$$

Sıra Sizde

EDTA çözeltisi, $MgSO_4.7H_2O$ kullanılarak ayarlanmak isteniyor. 0,1840 g $MgSO_4.7H_2O$ tartılıp erlende çözüldükten sonra hazırlanan EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **32,8 mL EDTA ilavesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre çözeltinin kesin derişimi kaç M'dır?** ($MgSO_4.7H_2O$: 246)

2. Laboratuvar Çalışması

0,01 M EDTA Çözeltisinin Ayarlanması

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

Amaç

0,01 M olarak hazırlanan EDTA çözeltisinin kesin derişimini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Katı $MgSO_4.7H_2O$
- 0,01 M EDTA çözeltisi
- NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi
- Eriokrom siyahı-T
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- Beher
- Etüv
- Piset
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Sıcak su banyosu
- Huni

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 3 gram $MgSO_4.7H_2O$ katısı tartınız.
3. Katıyı 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1-2 saat kurutunuz.
4. Kurutulan primer standart maddeden analitik terazi yardımıyla 0,1 gram tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Tarttığınız katıyı erlene alarak 100 mL saf su ile çözünüz.
6. Çözeltinin üzerine 10 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz.
8. Büreti EDTA ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
9. Çözeltinin rengi kırmızıdan maviye dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

$m_{MgSO_4.7H_2O}$:

V_{EDTA}:

Değerlendirme

1. Analizde NH_3/NH_4^+ tamponunun kullanılmasının nedenini açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız EDTA çözeltisinin hacminden ve $MgSO_4.7H_2O$ miktarından yararlanarak EDTA çözeltisinin kesin derişimini hesaplayınız.

3. BÖLÜM

10.3. KOMPLEKSOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

10.3.1. EDTA İLE MAGNEZYUM ANALİZİ

Neler Öğreneceğiz?

- EDTA ile Mg^{2+} Analizi
- EDTA ile Ca^{2+} Analizi

Magnezyum, EDTA ile yüksek pH'lı ortamda kararlı ve hızlı şekilde kompleks oluşturur. EDTA ile magnezyum analizi mutlaka pH 10 ve üzerinde yapılmalıdır. Bunun için analiz edilecek çözelti NH_3/NH_4^+ karışımı ile tamponlanır. Bu çözelti üzerine eriokrom siyahı-T indikatörü ilave edildiğinde magnezyum iyonları indikatörle kırmızı renkli kompleks oluşturur. Bu kompleks EDTA-Mg^{2+} kompleksine göre kararsız olduğu için ortamda EDTA varsa Mg^{2+} iyonları kompleksten kolayca ayrılır, EDTA ile kompleks oluşturur. Kompleks oluşum tepkimesi aşağıdaki gibi yazılır.

$$Mg^{2+} + Y^{4-} \rightleftharpoons MgY^{2-}$$

Eriokrom siyahı-T indikatörü serbest kalınca mavi renk alır. Ortamın rengi tamamen gök mavisi olduğunda çözeltideki tüm magnezyum iyonlarının EDTA ile kompleks oluşturduğu, indikatör ile bağlı Mg^{2+} iyonu kalmadığı anlaşılır.

EDTA ile kompleksleşme tepkimesi 1:1 oranında olduğu için dönüm noktasına kadar eklenen EDTA'nın mol sayısı çözeltide bulunan Mg^{2+} iyonlarının mol sayısına eşittir.

Örnek

Saf olmayan magnezyum klorür tuzu örneğinden alınan 0,1425 g numune içindeki $MgCl_2$ tamamen çözüldükten sonra ortama NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisinden 10 mL ilave ediliyor. Elde edilen çözelti eriokrom siyahı-T indikatörü yanında 0,0507 M ayarlı EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **23,4 mL EDTA çözeltisi ilave edilmesi ile çözeltinin rengi gök mavisine döndüğüne göre örnekteki $MgCl_2$ yüzdesi kaçtır?** (Mg: 24,3, Cl: 35,5)

Çözüm

EDTA tüm metallerle 1:1 oranında kompleks oluşturduğu için titrasyonda kullanılan EDTA'nın mol sayısı analiz edilen metalin mol sayısına eşittir.

$$n_{MgCl_2} = n_{Mg^{2+}} = n_{EDTA} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$$

$$n_{MgCl_2} = 0{,}0507 \cdot 23{,}4 \cdot 10^{-3} = 1{,}186 \cdot 10^{-3} \text{ mol } MgCl_2 \text{ bulunur.}$$

$MgCl_2$ tuzunun mol kütlesi

$$Mg + 2.Cl = 24{,}3 + 2 \cdot 35{,}5 = 95{,}3 \text{ g.mol}^{-1} \text{ dir.}$$

Örnekteki $MgCl_2$ kütlesi

$$m_{MgCl_2} = n_{MgCl_2} \cdot M_A(MgCl_2) = 1{,}186 \cdot 10^{-3} \cdot 95{,}3 = 0{,}1131 \text{ g'dır.}$$

Numune 0,1425 g olduğuna göre $MgCl_2$ yüzdesi

$$\%\, MgCl_2 = \frac{0{,}1131 \text{ g } MgCl_2}{0{,}1425 \text{ g numune}} \cdot 100 = \mathbf{79{,}37} \text{ bulunur.}$$

Numune kütlece **%79,37 $MgCl_2$** içerir.

Örnek

İçinde sadece Mg^{2+} ve alkali metal katyonlarını bulunduran bir çözeltinin 100 mL'si pH'ı 10'a tamponlanmış çözeltide 0,025 M 33,60 mL EDTA çözeltisi ile titre edildiğine göre çözeltide Mg^{2+} iyonları derişimi kaç M'dır?

Çözüm

EDTA, Mg^{2+} iyonları ile 1:1 oranında kompleks oluşturacağı için

$n_{Mg^{2+}} = n_{EDTA}$ eşitliği geçerlidir. $n = M \cdot V$ olduğundan

$M_{Mg^{2+}} \cdot V_{Mg^{2+}} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$ eşitliği yazılır.

Bu eşitlikte bilinmeyen sadece Mg^{2+} iyonlarının derişimidir. Bilinen değerler yerine yazılırsa

$$M_{Mg^{2+}} \cdot 100 = 0{,}025 \cdot 33{,}60$$

$$M_{Mg^{2+}} = \frac{0{,}025 \cdot 33{,}60}{100} = \mathbf{0{,}0084\ M} \text{ olur.}$$

Sıra Sizde

1. Saf olmayan $MgSO_4$ tuzundan alınan 0,230 g örnek suda tamamen çözüldükten sonra pH'ı 10'a tamponlanıp 0,0202 M EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **Titrasyonda 46,8 mL EDTA harcandığına göre örnekteki $MgSO_4$ yüzdesi kaçtır?** ($MgSO_4$: 120)

2. Mg^{2+} iyonları içeren 50 mL numune çözeltisi NH_3/NH_4^+ ile tamponlanıyor. **Çözelti 0,0492 M 24,6 mL EDTA ile titre edildiğine göre numunedeki Mg^{2+} iyonları derişimi kaçtır?**

3. Bir yeşil bitkinin yapraklarında magnezyum analizi yapılmak isteniyor. Bunun için 20 g bitki yaprağı tamamen kül edilerek organik maddeler uzaklaştırılıyor. Elde edilen kül uygun koşullarda suda tamamen çözülüyor. Daha sonra kül içinde bulunabilecek Mg^{2+} dışındaki iyonlar uygun çöktürücülerle uzaklaştırılıyor. Elde edilen çözelti 0,020 M EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **24,2 mL EDTA ilave edilmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre analiz edilen bitki örneğinde kaç mg magnezyum bulunmaktadır?** (Mg: 24)

3. Laboratuvar Çalışması

Kompleksometrik Yöntemle Magnezyum Analizi

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

Amaç

Magnezyum numunesindeki Mg^{2+} yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Mg numunesi
- NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi
- Eriokrom siyahı-T indikatörü
- Saf su
- Ayarlı EDTA çözeltisi

Araç Gereç

- Baget
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Beher
- Huni
- Saat camı

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 3 gram numune tartınız.
3. Numuneyi 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,1-0,2 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunu kaydediniz.
5. Numuneyi bir erlenin içerisinde 100 mL saf su ilave ederek iyice çözünüz.
6. Çözeltinin üzerine 10 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti ayarlı EDTA ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Çözeltinin rengi kırmızıdan gök mavisine dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

M_{EDTA}:

V_{EDTA}:

Değerlendirme

1. Eriokrom siyahı-T indikatörünün fazla eklenmesi titrasyonda herhangi bir değişikliğe neden olur mu? Açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız EDTA çözeltisinin hacminden ve magnezyum numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki magnezyum yüzdesini hesaplayınız.

10.3.2. EDTA İLE KALSİYUM ANALİZİ

EDTA'nın kalsiyum ile oluşturduğu kompleks, magnezyum ile oluşturduğu kompleksten daha kararlıdır. Bu nedenle pH 10'un altında da kararlı ve hızlı kompleks oluşturabilir. Kalsiyumun EDTA ile analizinde pH>8 olmalıdır ancak yüksek pH'lı ortamda Ca^{2+}, OH^- ile çökme tepkimesi vermediği için kalsiyum analizi de magnezyum gibi NH_3/NH_4^+ ile tamponlanmış ortamda yapılır, 10'dan büyük pH'lı ortamda yapılmasında sakınca yoktur.

Kalsiyum iyonlarının eriokrom siyahı-T ile yaptığı kompleksin kararlılığı azdır. Titrasyon sırasında erken bozunarak dönüm noktasının belirsizleşmesine sebep olur. Ortamda az mikarda Mg^{2+} iyonu bulunması bu olumsuzluğu giderir. Mg^{2+} iyonları eriokrom siyahı-T ile kararlı bir kompleks oluşturur. Ortama eklenen EDTA, Ca^{2+} iyonları ile kompleks oluşturur. Tüm Ca^{2+} iyonları harcandıktan sonra eklenen EDTA indikatöre bağlı Mg^{2+} ile reaksiyona girerek eriokrom siyahı-T'yi serbest bırakır ve çözelti rengi gök mavisine döner.

Analite Mg^{2+} eklendiğinde titrasyonda kullanılan EDTA'nın bir kısmı Mg^{2+} ile tepkimeye girer. Bu kısım belirlenip toplam harcanan EDTA'dan çıkarılmazsa analizde pozitif hataya neden olur. Bu hatayı önlemenin etkili bir yolu analiz edilecek çözeltiye molce 1:1 oranında Mg^{2+}-EDTA içeren çözelti eklenmesidir. Bu halde Mg^{2+} için fazladan EDTA gerekmeyeceği için eklenen titrant sadece Ca^{2+} iyonları tarafından harcanmış olur. Titrasyonda eklenen EDTA'nın mol sayısı çözeltideki kalsiyumun mol sayısına eşit olunca eşdeğerlik noktasına ulaşılmış olur.

Örnek

Kireç taşının içindeki $CaCO_3$ miktarını belirlemek için taştan 0,2215 g örnek alınıyor. Numune tamamen çözüldükten sonra NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisinden 10 mL ilave ediliyor. Daha sonra çözeltiye molce 1:1 EDTA-Mg^{2+} karışımından 2 mL ekleniyor. Elde edilen çözelti eriokrom siyahı-T indikatörü yanında 0,0494 M ayarlı EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **34,8 mL EDTA çözeltisi eklenmesiyle çözeltinin rengi gök mavisine döndüğüne göre örnekteki $CaCO_3$ yüzdesi kaçtır?** ($CaCO_3$:100)

Çözüm

EDTA tüm metallerle 1:1 oranında kompleks oluşturduğu için titrasyonda kullanılan EDTA'nın mol sayısı analiz edilen metalin mol sayısına eşittir.

$$n_{CaCO_3} = n_{Ca^{2+}} = n_{EDTA} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$$

$$n_{CaCO_3} = 0{,}0494 \cdot 34{,}8 \cdot 10^{-3} = 1{,}719 \cdot 10^{-3} \text{ mol bulunur.}$$

$CaCO_3$ mol kütlesi 100 g olduğuna göre örnekteki $CaCO_3$ kütlesi

$$m_{CaCO_3} = n_{CaCO_3} \cdot M_A(CaCO_3) = 1{,}719 \cdot 10^{-3} \cdot 100 = 0{,}1719 \text{ g'dır.}$$

Numune 0,2215 g olduğuna göre $CaCO_3$ yüzdesi

$$\%\, CaCO_3 = \frac{0{,}1719 \text{ g } CaCO_3}{0{,}2215 \text{ g numune}} \cdot 100 = \mathbf{77{,}61 \text{ bulunur.}}$$

Numune kütlece **%77,61 $CaCO_3$** içerir.

Örnek

İçinde sadece Ca^{2+} iyonlarını bulunduran bir çözeltinin 50 mL'si pH'ı 10'a tamponlanarak 0,0113 M 28,20 mL EDTA çözeltisi ile titre edildiğine göre çözeltideki Ca^{2+} iyonlarının derişimi kaç M'dır?

Çözüm

EDTA, Ca^{2+} iyonları ile 1:1 oranında kompleks oluşturacağı için

$n_{Ca^{2+}} = n_{EDTA}$ eşitliği geçerlidir. $n = M \cdot V$ olduğu için

$M_{Ca^{2+}} \cdot V_{Ca^{2+}} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$ eşitliği yazılır.

Bu eşitlikte bilinmeyen sadece Ca^{2+} iyonlarının derişimidir. Bilinen değerler yerine yazılırsa

$$M_{Ca^{2+}} \cdot 50 = 0{,}0113 \cdot 28$$

$$M_{Ca^{2+}} = \frac{0{,}0113 \cdot 28}{50} = 0{,}0064\ M \text{ olur.}$$

Sıra Sizde

1. Bir çözeltide Ca^{2+} iyonlarının derişimini belirlemek için çözelti EDTA ile titre ediliyor. Bu çözeltiden alınan 50 mL numune üzerine 10 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve eriokrom siyahı-T indikatörü ekleniyor. Daha sonra eşit mol sayıda Mg^{2+} ve EDTA içeren 2 mL çözelti ilave ediliyor. **0,0221 M EDTA çözeltisinden 26,2 mL eklendiğinde dönüm noktasına ulaşıldığına göre çözeltideki Ca^{2+} iyonları kaç M'dır?**

2. 0,1680 g $CaCO_3$ numunesi suda tamamen çözülüp gerekli işlemler yapıldıktan sonra 0,025 M ayarlı EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. **34,5 mL EDTA çözeltisi ilave edilmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığına göre numunedeki $CaCO_3$ yüzdesi kaçtır?** ($CaCO_3$: 100)

4. Laboratuvar Çalışması

Kompleksometrik Yöntemle Kalsiyum Analizi

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

Amaç

Kalsiyum numunesindeki Ca^{2+} yüzdesini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Ca numunesi
- NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi
- Eriokrom siyahı-T indikatörü
- 0,1M ayarlı EDTA çözeltisi
- Molce 1:1 Mg^{2+}- EDTA çözeltisi
- Saf su

Araç Gereç

- Baget
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Beher
- Huni
- Saat camı

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 3 gram numune tartınız.
3. Numuneyi 110 °C'ye ayarlanmış etüvde 1 saat kadar kurutunuz.
4. Kurutulan numuneden analitik terazi yardımıyla 0,1-0,2 gram aralığında tartınız. Tartım sonucunuzu kaydediniz.
5. Numuneyi bir erlenin içerisinde 100 mL saf su ilave ederek iyice çözünüz.
6. Çözeltinin üzerine 5 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi, 5 mL molce 1:1 Mg^{2+}- EDTA çözeltisi karışımı ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
7. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti ayarlı EDTA ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
8. Çözeltiyi, rengi kırmızıdan gök mavisine dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Harcadığınız EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz.
9. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

m_{numune}:

M_{EDTA}:

V_{EDTA}:

Değerlendirme

1. Numune içerisine Mg^{2+}-EDTA karışımının eklenmesinin amacını açıklayınız.

2. Titrasyonda harcadığınız EDTA çözeltisinin hacminden ve kalsiyum numunesinin miktarından yararlanarak numunenizdeki kalsiyum yüzdesini hesaplayınız.

10.3.3. EDTA İLE KALSİYUM-MAGNEZYUM KARIŞIMI ANALİZİ

Su sertliğine sebep olan başlıca katyonlar Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarıdır. İçme suyunun sertliği belirlenirken sıklıkla EDTA titrasyonundan yararlanılır. Kalsiyumun EDTA ile kompleks oluşum sabiti magnezyumunkinden daha büyüktür. Böyle bir çözeltiye EDTA eklenmesi ile önce Ca^{2+} iyonları şelat oluşturur. Tüm Ca^{2+} tükendikten soran Mg^{2+} şelatlaşma reaksiyonu verir. EDTA titrasyonu ile bir çözeltide bu iki iyonun miktarları ve derişimleri ayrı ayrı hesaplanabilir. Bunun için önce belirli hacimdeki örnek NH_3/NH_4^+ tamponunda EDTA ile titre edilir. Bu titrasyonla çözeltideki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının molar derişimlerinin toplamı bulunur.

Alınan aynı miktardaki ikinci bir analiz numunesi üzerine zayıf bazik ortamda oksalat ilave edilerek (amonyum oksalat veya sodyum oksalat) tüm kalsiyumun CaC_2O_4 şeklinde çökmesi sağlanır. Daha sonra karışım süzülerek çökelek ve süzüntü ayrılır. Bu durumda süzüntüde kalan kalsiyum iyonları ihmal edilecek kadar azdır. Bu süzüntüden belli hacimde alınıp NH_3/NH_4^+ tamponunda EDTA ile titre edilir. Bu titrasyon çözeltideki Mg^{2+} iyonlarının derişimini verir. Toplam Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları derişiminden Mg^{2+} derişiminin çıkarılması ile Ca^{2+} iyonları derişimi hesaplanmış olur. Bu titrasyonda eriokrom siyahı-T indikatörü kullanılır. Ortamda Mg^{2+} iyonları zaten bulunduğu için ayrıca indikatör eklemeye gerek yoktur.

Örnek

Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarını bir arada bulunduran bir çözeltinin 2 L'sinden 10 mL alınıp 0,02 M 16,8 mL EDTA ile titre ediliyor. Aynı çözeltiden alınan 10 mL örnek üzerine $(NH_4)_2C_2O_4$ eklenip oluşan çökelek süzüldükten sonra tekrar 0,02 M EDTA ile titre ediliyor. Bu titrasyonda 11,7 mL EDTA çözeltisi harcanıyor. **Çözeltideki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının derişimi kaç M'dır?** (Mg: 24,3, Ca: 40,1)

Çözüm

İlk titrasyonda eklenen EDTA Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının tamamı ile tepkimeye girer. Bu nedenle EDTA'nın mol sayısı Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının mol sayılarının toplamıdır.

$$n_{Ca^{2+}} + n_{Mg^{2+}} = n_{EDTA}$$

Bu durumda M_K, karışımda Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının molar derişimlerinin toplamı olmak üzere

$$M_K \cdot V_{numune} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA} \text{ yazılabilir.}$$

$$M_K \cdot 10 = 0{,}02 \cdot 16{,}8 \Rightarrow M_K = \frac{0{,}02 \cdot 16{,}8}{10} = 0{,}0336 \text{ M}$$

İkinci örnek üzerine $(NH_4)_2C_2O_4$ eklenmesiyle Ca^{2+} iyonları çöker. Geriye kalan süzüntüde sadece Mg^{2+} iyonları bulunur. Titrasyonda harcanan EDTA sadece Mg^{2+} ile tepkimeye girer.

$$n_{Mg^{2+}} = n_{EDTA} \qquad M_{Mg^{2+}} \cdot V_{numune} = M_{EDTA} \cdot V_{EDTA}$$

$$M_{Mg^{2+}} \cdot 10 = 0{,}02 \cdot 11{,}7 \Rightarrow M_{Mg^{2+}} = \frac{0{,}02 \cdot 16{,}8}{10} = \mathbf{0{,}0234\ M\ Mg^{2+}} \text{ bulunur.}$$

$$M_{Ca^{2+}} + M_{Mg^{2+}} = 0{,}0336 \text{ M}$$

$$M_{Ca^{2+}} + 0{,}0234 = 0{,}0336 \Rightarrow M_{Ca^{2+}} = 0{,}0336 - 0{,}0234 = \mathbf{0{,}0102\ M\ Ca^{2+}} \text{ bulunur.}$$

Sıra Sizde

1. Bir kaynak suyundaki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının derişimleri bulunmak isteniyor. Sudan alınan 100 mL örnek 0,01 M EDTA ile titre ediliyor. 15,7 mL EDTA çözeltisi ilave edildiğinde dönüm noktasına ulaşılıyor. Aynı kaynaktan alınan ikinci bir 100 mL örnek üzerine yeterli miktarda $Na_2C_2O_4$ eklenip süzüldükten sonra süzüntü aynı derişimde 9,3 mL EDTA ile titre ediliyor. **Buna göre kaynak suyundaki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının derişimi kaç M'dır?**

2. Kuyu suyundan alınan bir numunenin içindeki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyon derişimleri bulunmak isteniyor. Sudan alınan 50 mL örnek üzerine 10 mL NH_3/NH_4^+ tamponu ve 5 mL eriokrom siyahı-T indikatörü eklenip 0,0223 M EDTA çözeltisi ile titre ediliyor. 12,6 mL EDTA çözeltisi eklendiğinde dönüm noktasına ulaşılıyor. Aynı sudan alınan 50 mL örnek üzerine yeterli miktarda $Na_2C_2O_4$ çözeltisi eklenip oluşan çökelek süzüldükten sonra aynı şekilde titre ediliyor. **İkinci titrasyonda 8,8 mL EDTA çözeltisi harcandığına göre kuyu suyundaki Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları derişimleri kaç M'dır?**

5. Laboratuvar Çalışması

Kompleksometrik Yöntemle Kalsiyum ve Magnezyumun Birlikte Analizi

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

Amaç

Bir çözeltide kalsiyum ve magnezyum iyonlarının derişimlerini hesaplamak.

Kimyasal Maddeler

- Mg-Ca karışımı numunesi
- NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi
- Eriokrom siyahı-T indikatörü
- 0,1 M ayarlı EDTA çözeltisi
- Saf su
- $Na_2C_2O_4$ çözeltisi

Araç Gereç

- Baget
- Etüv
- Piset
- Spatül
- Analitik terazi
- Büret
- Erlen
- Spor düzeneği
- Beher
- Huni
- Beyaz bant süzgeç kâğıdı

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Bir erlene analiz edilecek çözeltiden 50 mL alınız.
3. Çözeltinin üzerine 5 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
4. Titrasyon düzeneğini kurunuz. Büreti, ayarlı EDTA ile doldurarak sıfır ayarını yapınız.
5. Çözeltiyi, rengi kırmızıdan gök mavisine dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları için harcadığınız toplam EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz.
6. Bir behere analiz edilecek çözeltiden 50 mL alınız.
7. Çözelti üzerine $Na_2C_2O_4$ çözeltisi ekleyerek Ca^{2+} iyonlarının CaC_2O_4 şeklinde tamamen çökmesini sağlayınız.
8. Çökeleği süzerek süzüntüyü bir erlene alınız.
9. Erlendeki çözeltiye 5 mL NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ve 5-6 damla eriokrom siyahı-T indikatörü ilave ediniz.
10. Bürete tekrar sıfır ayarı yapınız. Çözeltiyi, rengi kırmızıdan gök mavisine dönünceye kadar EDTA çözeltisi ile titre ediniz. Mg^{2+} için harcadığınız EDTA çözeltisinin hacmini kaydediniz.
11. Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Veriler

Analize ait verilerinizi bu alana kaydediniz.

M_{EDTA}:

1. titrasyon

V_{numune}:

V_{EDTA}:

2. titrasyon

V_{numune}:

V_{EDTA}:

Değerlendirme

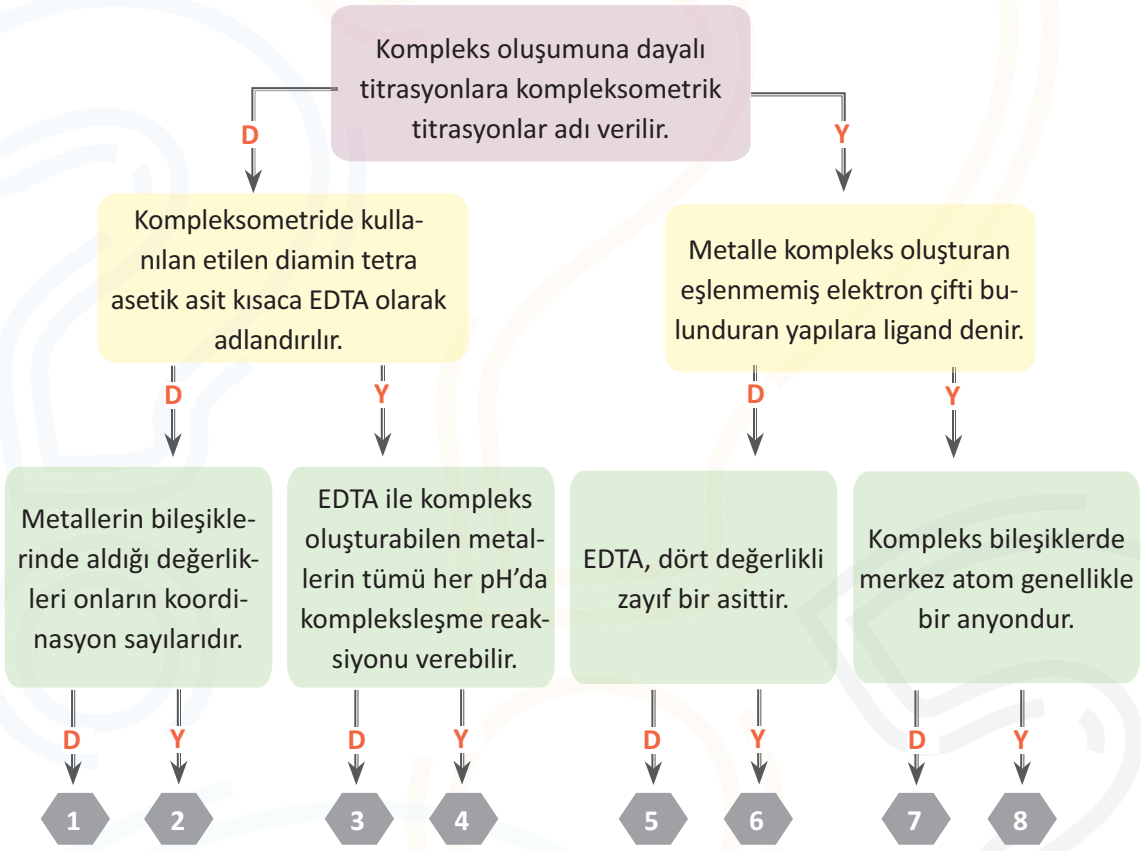
1. Ca^{2+} iyonlarının analizi yapılmasına rağmen numuneye niçin Mg^{2+}-EDTA karışımı eklenmemiştir?

2. Birinci titrasyonda harcadığınız EDTA çözeltisinin hacminden yararlanarak Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarının toplam derişimini hesaplayınız.

3. İkinci titrasyonda harcadığınız EDTA çözeltisinin hacminden yararlanarak Mg^{2+} iyonlarının derişimini ve Mg^{2+}-Ca^{2+} iyonlarının toplam derişiminden yararlanarak Ca^{2+} derişimini hesaplayınız .

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. **Kompleksometrik analizler hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?**



B **Kompleksometrik analizler ile ilgili aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içerisine D/Y yazarak belirtiniz.**

( ) **a.** Koordinasyon bağı oluşumunda elektron çifti sunan maddelere Lewis asidi denir.

( ) **b.** Hemoglobin bileşiği, demir(II) kompleksi olan hem grubu içerir.

( ) **c.** EDTA'nın sudaki çözünürlüğü oldukça düşüktür.

( ) **ç.** EDTA altı dişli bir liganddır.

( ) **d.** EDTA, Fe^{3+} iyonları ile 3:2 stokiyometrik oranında kompleksleşme reaksiyonu verir.

D Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1 Bir çözeltideki Sc^{3+} iyonlarının derişimi, EDTA kullanılarak tespit edilmek isteniyor. **Çözeltinin 50 mL'si 0,02 M 30 mL EDTA çözeltisi ile titre edildiğine göre Sc^{3+} iyonları derişimi kaç M'dır?**

A) 0,06 B) 0,048 C) 0,03 D) 0,024 E) 0,012

2 **Kompleks bileşikler ile ilgili olarak aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Kompleks bileşiklerde merkez iyon genellikle bir metaldir.

B) Kompleks bileşikler, merkez atomun ligandla koordinasyon bağı yapması sonucu oluşur.

C) Merkez iyonun bağlandığı yüklü veya yüksüz gruplara ligand adı verilir.

D) Merkez atomun ligandlarla yapabildiği bağ sayısına koordinasyon sayısı denir.

E) Birden fazla eşleşmemiş elektron çifti bulunduran ligandlara şelat adı verilir.

3 **EDTA ile ilgili**

I. Alkali metallerle kompleks oluşturabilir.

II. Kompleksleşme tepkimesine daima 1:1 oranında girer.

III. Tüm titrasyonları düşük pH'larda gerçekleştirilir.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

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

4 **Cu^{2+} iyonları, tek dişli ligand olan SCN^- iyonları ile $[Cu(SCN)_4]^{2-}$ kompleksi oluşturabildiğine göre bakır(II)'nin koordinasyon sayısı kaçtır?**

A) 1 B) 2 C) 3 D) 4 E) 5

5 **Aşağıda EDTA ile ilgili ifadelerden hangisinin doğru (D) ya da yanlış (Y) şeklinde değerlendirilmesi hatalı verilmiştir?**

		D	Y
A)	Açık adı etilen di amin tetra asetik asittir.	✓	
B)	Birden fazla bağ yapmamış elektron çifti bulunduran bir liganddır.		✓
C)	Kompleksleşme reaksiyonlarında tesir değerliği dörttür.		✓
D)	Alkali metaller dışındaki metallerle şelat oluşturur.	✓	
E)	Dört değerli kuvvetli bir asittir.		✓

6 **$[Ni(CN)_4]^{2-}$ kompleks bileşiği ile ilgili**

I. Merkez atomu nikel metalidir.

II. Merkez atom +2 değerliklidir.

III. Tetrasiyano nikelat şeklinde adlandırılır.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

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

D Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1. **Eriokrom siyahı-T indikatörü yanında EDTA ile kalsiyum analizi yapılırken analite Mg^{2+} çözeltisi eklenmesinin nedenini açıklayınız.**

2. **ETDA çözeltisinin ayarlaması yapılırken ortama eklenen NH_3/NH_4^+ tamponunun etkisini açıklayınız.**

3. **Aşağıda formülü verilen kompleksleri adlandırınız.**

a) $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$	
b) $[PtCl_6]^{2-}$	
c) $[Fe(CN)_6]^{3-}$	

4. Demir(III) oksit (Fe_2O_3) ve çinko oksit (ZnO) içeren bir numunede bu oksitlerin miktarlarını tespit etmek için EDTA ile titrasyonlarından yararlanılıyor. Bu numuneden 1,908 g alınarak seyreltik HCl çözeltisinde tamamen çözülmesi sağlanıyor. Elde edilen çözeltinin hacmi saf su ile 1 L'ye tamamlanıyor. Bu çözeltiden 50 mL alınıp yeterli miktarda NaF çözeltisi eklenerek demir(III) iyonları maskeleniyor. Demir(III) iyonları maskelenmiş çözeltiye 0,0112 M EDTA çözeltisinden 24,8 mL eklendiğinde dönüm noktasına ulaşılıyor. Hazırlanan numune çözeltisinden alınan ikinci 50 mL'lik kısım aynı derişimde EDTA çözeltisi ile titre edildiğinde 39,7 mL titrant harcanıyor. **Buna göre numunede kütlece Fe_2O_3 ve ZnO yüzdeleri kaçtır?** (O: 16, Fe: 56, Zn: 65)

5 **Primer standart $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu kullanılarak 1 L 0,05 M EDTA çözeltisinin hazırlanması için kaç gram katı tartılmalıdır?** ($Na_2H_2Y.2H_2O$: 372,24)

6 Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları içeren sudan alınan 100 mL numune eriokrom siyahı-T indikatörlüğünde 0,02 M olan EDTA ile titre ediliyor. Titrasyonda 20 mL EDTA harcanıyor. İkinci bir 100 mL numune alınarak içindeki kalsiyum iyonları amonyum oksalat ile çöktürülüp ayrıldıktan sonra kalan süzüntü 8 mL 0,02 M EDTA ile titre ediliyor. **Buna göre numunedeki kalsiyum ve magnezyum miktarlarını miligram olarak hesaplayınız.** (Mg: 24, Ca: 40)

7 Sadece Ca^{2+} katyonlarını içerdiği bilinen bir sudan alınan 50 mL numune 0,01 M EDTA ile titre ediliyor. **Titrasyonda 4,5 mL EDTA harcandığına göre numunedeki Ca^{2+} iyonlarının miktarını hesaplayınız.** (Ca: 40)

8 İçme suyunun sertliği $CaCO_3$ cinsinden belirlenmek isteniyor. İçme suyundan alınan 100 mL numune, çözünmüş $CaCO_3$ miktarını belirlemek için 0,0125 M EDTA ile titre ediliyor. **Titrasyonda 16 mL EDTA harcandığına göre suda çözünmüş bulunan $CaCO_3$ ın derişimi kaç ppm' dir?** ($CaCO_3$: 100, 1ppm= 1 mg/L)

KAYNAKÇA

Kaynakça Apa 6 kriterlerine göre hazırlanmıştır.

- Afşar, H. (2010). Temel Analitik Kimya (2. b.). İstanbul: Beta.
- Alpaydın, S., & Şimşek, A. (2013). Genel Kimya. Konya: Nobel.
- Atık Yönetimi Yönetmeliği. (2015, 02 04). T.C. Resmi Gazete.
- Christian, G. D., Dasgupta, P. K., & Schug, K. A. (2021). Analitik Kimya (7. b.). (R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Gündüz, T. (2017). Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı (12 b.). Ankara: Gazi.
- Harris, D. C. (1994). Analitik Kimya. (G. Somer, Çev.) Ankara: Gazi Büro Kitabevi.
- Mortimer, C. E. (1993). Modern Üniversite Kimyası. İstanbul: Çağlayan Kitabevi.
- Petrucci , R. H., Herring, G. F., Bissonnette, C., & Madura, J. D. (2012). Genel Kimya, İlkeler ve Modern Uygulamalar (10 b.). (T. Uyar, S. Aksoy, & R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Skoog, D. A., West, D. M., & Holler, F. J. (1999). Analitik Kimya (7. b., Cilt 1.). (E. Kılıç, & F. Köseoğlu , Çev.) Ankara: Bilim.
- Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği numune alma ve analiz metotları tebliği. (2009, 10 10). T.C. Resmi Gazete.
- T.C. Millî Eğitim Bakanlığı. (2020). Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi, Anadolu Meslek ve Anadolu Teknik Programı, Kimya Teknolojisi Alanı, Çerçeve Öğretim Programı. Ankara.
- TDK. (2012). Yazım kılavuzu. Ankara: Türk Dil Kurumu Yayınları.
- Türk gıda koteksi gıda maddelerinde pestisit kalıntılarının resmi kontrolü için numune alma metotları tebliği (2006/51). (2006, 12 02). T.C. Resmi Gazete.
- Yer üstü suları, yer altı suları ve sedimentten numune alma ve biyolojik örnekleme tebliği. (2015, 02 21). T.C. Resmi Gazete.

GENEL AĞ KAYNAKÇASI

- https://www.bilimgenc.tubitak.gov.tr (15.08.2021 16:00)
- https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2015/02/20150221-11.htm (21.05.2021 14:00)
- https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2011/08/20110815-6.htm (15.05.2021 21:30)
- https://www.resmigazete.gov.tr/eskiler/2009/10/20091010-6.htm (15.05.2021 22:00)
- https://www.sozluk.gov.tr/ (05.12.2021 20:45)
- https://www.tdk.gov.tr/ (10.12.2021 22:30)

GÖRSEL KAYNAKÇASI

Karekodu okutarak ya da **http://kitap.eba.gov.tr/karekod/Kaynak.php?KOD=1525** adresinden görsel kaynakçaya ulaşabilirsiniz.

SIRA SİZDE CEVAP ANAHTARI

SAYFA	CEVAP
1. ÖĞRENME BİRİMİ	
29	**a.** nokta numune **b.** paçal numune **c.** temsili numune **ç.** analiz numunesi **d.** tanık numune
2. ÖĞRENME BİRİMİ	
48	**a.** deri, kürk ve tekstil endüstrisinden kaynaklı atıklar **b.** astarlar, yapışkanlar, yalıtıcılar ve baskı mürekkeplerinin imalat, formülasyon tedarik ve kullanımından kaynaklanan atıklar-muhtemel tehlikeli **c.** inorganik kimyasal işlemlerden kaynaklanan atıklar-muhtemel tehlikeli **ç.** organik kimyasal işlemlerden kaynaklanan atıklar-tanımlanmamış atık **d.** petrol rafinasyonu, doğal gaz saflaştırma ve kömürün pirolitik işlenmesinden kaynaklı atıklar-kesinlikle tehlikeli
51	H3, H1, H4, H6, H7, H14
3. ÖĞRENME BİRİMİ	
65	**1.** %42,8 **2.** %6,73
69	**1.** %34,57 **2.** %20,3
73	132 g
4. ÖĞRENME BİRİMİ	
86	**1.** 0,2 mol **2.** 0,2 mol **3.** 2,5 mol **4.** 11 g
87	K: 1 mol, S: 0,5 mol, O: 2 mol
92	I: 0,247, II: 0,412, III: 0,7
93	**1.** %38,20 **2.** a) FeS_2: %7,5, b) Fe: %3,5, c) S: %4
97	**1.** %53,72 **2.** 2,0318 g **3.** %36,97
102	0,6073 g
106	**1.** 0,2246 g **2.** 0,6541 g **3.** %37,0
111	**1.** 0,1349 g **2.** 0,8410 g
5. ÖĞRENME BİRİMİ	
125	**1.** NaOH: 0,4 mol, Na_2SO_4: 0,2 mol, H_2O: 0,4 mol **2.** 0,15 mol, 8,4 g
126	**1.** 0,6 M **2.** 0,5 M **3.** 35,1 g
131	• $H_2SO_3 + 2NaOH \rightarrow Na_2SO_3 + 2H_2O$ • $H_2SO_4 + Ca(OH)_2 \rightarrow CaSO_4 + 2H_2O$ • $3H_2CO_3 + 2Al(OH)_3 \rightarrow Al_2(CO_3)_3 + 6H_2O$ • $3HCl + Fe(OH)_3 \rightarrow FeCl_3 + 3H_2O$
135	**1.** a: 1,00 b: 1,48 c: 7,00 ç: 12,30 **2.** 0,062 M **3.** 0,059 M, pH = 0,93
143	0,1143 M
145	**1.** 0,0989 M **2.** 34,3 mL
148	0,1021 M
151	0,0356 M
154	0,2384 M

SAYFA	CEVAP
6. ÖĞRENME BİRİMİ	
169	0,094 M
170	0,0242 M
172	**1.** 0,0981 M **2.** 0,1129 M **3.** 0,0433 M
178	**1.** 0,1523 M **2.** 0,0149 M **3.** 0,0672 mol
182	0,1679 M
7. ÖĞRENME BİRİMİ	
193	Cr: +6, Mn: +7, C: +3, C: +4, N: -3, Cr: +6
197	**1.** $HNO_2 + 3Zn + 6NaOH \rightarrow NH_3 + 3Na_2ZnO_2 + 2H_2O$ **2.** $5Fe^{2+} + MnO_4^- + 8H^+ \rightarrow Mn^{2+} + 5Fe^{3+} + 4H_2O$ **3.** $Cr_2O_7^{2-} + 3S^{2-} + 14H^+ \rightarrow 2Cr^{3+} + 3S + 7H_2O$ **4.** $8Cr^{3+} + 3IO_4^- + 40OH^- \rightarrow 8CrO_4^{2-} + 3I^- + 20H_2O$ **5.** $3H_2O_2 + 2MnO_4^- \rightarrow 2MnO_2 + 3O_2 + 2OH^- + 2H_2O$
203	6,32 g
206	0,012 M
210	0,0209 M
211	**1.** %52,35 **2.** 0,5768 g
215	$4,696.10^{-3}$ M
216	%11,57

SAYFA	CEVAP
8. ÖĞRENME BİRİMİ	
227	%45,97
229	0,0043 M
231	6,2 gram $Na_2S_2O_3.5H_2O$ katısı tartılarak bir miktar saf suda çözülür. 250 mL balonjojeye aktarılır ve menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Ters düz edilir.
240	0,0409 M
9. ÖĞRENME BİRİMİ	
249	**1.** 0,2 M **2.** 0,4 M
252	4,248 g
258	%15,39
260	0,1866 M
10. ÖĞRENME BİRİMİ	
278	%31,775
283	0,0228 M
287	**1.** %49,32 **2.** 0,02421 M **3.** 11,62 mg
290	**1.** 0,0116 M **2.** %51,34
293	**1.** $[Mg^{2+}]=9,3.10^{-4}$ M, $[Ca^{2+}]=6,4.10^{-4}$ M **2.** $[Mg^{2+}]=3,92.10^{-3}$ M, $[Ca^{2+}]=1,69.10^{-3}$ M

CEVAP ANAHTARI

1. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. a. D
b. Y
c. D
ç. Y
d. D

C. **1.** E **2.** B **3.** D **4.** B **5.** D **6.** B

D. **1.** Analiz edilen numunenin özelliklerin bilinmesi, madde ile ilgili işlerin planlanması ve analiz metodunun güvenilirliğinin artırılması için.

2. Katı maddenin farklı bölgelerinden alınan numuneler kırma, öğütme, harmanlama gibi ön işlemlerden geçirilip numunenin tamamen karışması sağlanır.

3. Yapılacak analizin niteliğine göre durgun suyun farklı derinlik seviyelerinden örnekler alınıp karıştırılması ile laboratuvar numunesi elde edilir.

4. Vakumlanmış paslanmaz çelik ya da PVC kaplar ile vakumlu plastik torbalar.

5. Numune kabını etiketlemiştir.

2. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 3.çıkış

B. a. D
b. D
c. D
ç. Y
d. D

C. **1.** C **2.** A **3.** B **4.** D **5.** D **6.** C **7.** B **8.** C

D. **1.** c-b-a

2. Organik kimyasal işlemler.

3. Atığın yeniden değerlendirilmesi, geri dönüştürülmesi veya bertaraf edilmesi atığın niteliğine göre yapılır. Atık etiketleri üzerinde bulunan atıkla ilgili bilgiler atığın doğaya, sağlığa etkileri hakkında bilgi verir.

4.

TEHLİKELİ ATIK ETİKETİ

ATIK ÜRETİCİSİ : ..... Devlet Hastanesi .....
ATIK ADI : .. Etil alkol .....
ATIK KODU : .. 18.yy.zz .....
ATIK İÇERİĞİ : .. C_2H_5OH .....
DEPOLAMA TARİHİ : .. GG.AA.YYYY .....

☐ E : PATLAYICI
☒ F : KOLAY ALEVLENİR YANABİLİR
☐ O : OKSİTLEYİCİ
☐ T : TOKSİK
☒ N : ÇEVRE İÇİN TEHLİKELİ
☒ Xn : TAHRİŞ EDİCİ
☐ C : AŞINDIRICI

3. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 6.çıkış

B. a. Y
b. D
c. Y
ç. D
d. Y

C. **1.** A **2.** E **3.** B **4.** C

D. **1.** Vakumlu etüvde düşük basınçta 70-80 °C'de kurutma yapılır. Baharatlar vb. bitkilerden elde edilen maddeler ise toluen gibi suda çözünmeyen bir madde içinde çözülür. Bu şekilde su maddeden ayrılır.

2. Kül inorganik madde kalıntısı olduğu için tamamen organik bir maddenin yakılması sonucu kül kalmaz.

3. %42,3

4. %18,77

5. %12,37

6. %1,34

7. %12,37

8. %0,87

9. 0,2 mm % 61,67
0,09 mm % 95,67

4. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. a. Y
b. D
c. Y
ç. Y
d. D

C. **1.** E **2.** E **3.** D **4.** B **5.** A **6.** A

D. **1.** Sağlıklı süzme yapılabilmesi için çökeleğin büyük kristallerden oluşması gerekir. Ayrıca küçük kristallerin toplam yüzey alanı büyük olacağından yüzey absorbsiyonu ile fazla kirlilik barındırır. Sıcakta çöktürme yapılmasıyla daha büyük kristaller elde edilir.

2. Fosfat, karbonat, florür, kromat gibi iyonların sülfatla birlikte çökmesini önlemek ve iri taneli çökelek elde etmek için HCl eklenir.

3. %50,66

4. %35,67

5. 0,2089 g

6. %51,84

5. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 1.çıkış

B. a. D
b. Y
c. D
ç. Y
d. Y

C. **1.** D **2.** C **3.** B **4.** E **5.** C **6.** B

D. **1.** Ortama eklenen indikatörün renk değişiminden, bir standart yarı hücreye karşı oluşturulan pilin gerilimindeki değişmeden (potansiyometrik yolla) veya çözeltinin elektrik iletkenliğindeki değişmenin takip edilmesi ile.

2. 72,40 mL

3. 0,1041 M

4. 0,0924 M

5. 0,0281 g

6. %85,79

7. X:12,60 Y:7 Z:1,30

8. $2KOH + H_2SO_4 \rightarrow K_2SO_4 + 2H_2O$ 0,2 mol H_2SO_4

6. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 6.çıkış

B. a. D
b. Y
c. D
ç. Y
d. Y

C. **1.** E **2.** B **3.** A **4.** E **5.** C **6.** E

D. **1.** Karbondioksit su ile karbonik asit oluşturarak bazın bir kısmı ile kendisi reaksiyona gireceğinden fazla titrant harcanmasıyla analizde pozitif hataya sebep olur.

2. 0,182 mg/mL

3. 0,22 g/100 mL

4. 54,62 g/L

5. 0,0937 M

7. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 3.çıkış

B. a. D
b. Y
c. D
ç. Y
d. D

C. **1.** C **2.** D **3.** B **4.** B **5.** C **6.** C

D. **1.** $KMnO_4$ bileşiğinin karakteristik mor rengi vardır. Gerçekleşen redoks tepkimesi sonunda Mn^{2+} ya indirgenir ve ortam renksiz olur.

2. %41,36

3. Ürünlerdeki Mn^{2+} iyonlarının tepkimeyi otokatalizlemesi sonucu tepkime hızlanır.

4. 0,0122 M

5. $6Mn(NO_3)_2 + S + 8OH^- \longrightarrow 6MnO_4^- + SO_4^{2-} + 12NO + 4H_2O$

6. %10,94

7. 50 mL

8. 0,023 M

8. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 7.çıkış

B. a. Y
b. D
c. D
ç. Y
d. Y

C. **1.** D **2.** D **3.** B **4.** D **5.** C

D. **1.** Oluşan CuSCN bileşiği I_2 moleküllerini çökelekten uzaklaştırarak dönüm noktasının belirgin olarak görülmesini sağlar.

2. İyodürün reaksiyonunu doğrudan gözlemlemek için uygun bir indikatör olmaması ve reaksiyonun yavaş gerçekleşmesi.

3. 6,2 gram

4. 4,626 mg/L

5. %25,56

6. %38,44

7. 0,112 M

9. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 3.çıkış

B. a. D
b. Y
c. D
ç. D
d. D

C. 1. D **2.** E **3.** A **4.** A **5.** B

D. 1. $AgNO_3$ çözeltisi güneş ışığında bozunabilmektedir.

2. F^-, Cl^-, Br^-, I^-, CN^-, SCN^-, S^{2-}, PO_4^{3-}, AsO_4^{3-} vb.

3. 1-c, 2-a, 3-b

4. 0,85 gram

5. 14,3 mg

6. %3,35

7. %47,46

8. 0,09694 M

9. 3,17 gram

10. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. a. Y
b. D
c. D
ç. D
d. Y

C. 1. E **2.** E **3.** B **4.** D **5.** B **6.** E

D. 1. Ca^{2+} iyonlarının eriokrom siyahı-T ile yaptığı kompleks kararsızdır. Titrasyon sırasında bozunarak dönüm noktasının belirsizleşmesine sebep olur. Bunun önüne geçmek için eriokrom siyahı-T ile kararlı kompleks oluşturan Mg^{2+} iyonlarından belirli miktarda ortama eklenir.

2. EDTA çözeltisinin ayarlanmasında kullanılan primer standartların tümü yüksek pH değerlerinde analize uygun kompleksler oluşturur. Bu nedenle ayarlama yapılırken titrasyon ortamına NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisi ilave edilmelidir.

3. a.tetraammin çinko b. hegzakloro platinat c. hegzasiyano ferrat(III)

4. Fe_2O_3: %0,700 ZnO: %1,179

5. 18.6 gram

6. Ca: 9,6 mg Mg: 3,84 mg

7. $1,8.10^{-3}$ gram

8. 200 ppm