

**T.C.
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

ORTA ÖĞRETİM PROJESİ

LABORATUVAR HİZMETLERİ

VOLÜMETRİK ANALİZ İŞLEMLERİ
524LT0010

Ankara, 2011

- Bu modül, mesleki ve teknik eğitim okul/kurumlarında uygulanan Çerçeve Öğretim Programlarında yer alan yeterlikleri kazandırmaya yönelik olarak öğrencilere rehberlik etmek amacıyla hazırlanmış bireysel öğrenme materyalidir.
- Millî Eğitim Bakanlığınca ücretsiz olarak verilmiştir.
- **PARA İLE SATILMAZ.**

İÇİNDEKİLER

AÇIKLAMALAR	ii
GİRİŞ	1
ÖĞRENME FAALİYETİ-1	3
1. TİTRASYON ÖNCESİ HAZIRLIKLAR	3
1.1. Kimyasal Analiz.....	3
1.2. Volümetrik Analiz.....	5
1.3. Volümetride Kullanılan Terimler.....	6
1.3.1. Titrasyon ve Geri Titrasyon.....	6
1.3.2. Ayarlı Çözelti	7
1.3.3. Eş Değerlik ve Dönüm Noktası	7
1.4. İndikatör	7
1.4.1. İndikatör Çeşitleri	8
1.4.2. İndikatör Hazırlama	9
1.5. Volümetride Kullanılan Araç Gereçler	10
1.6. Titrasyon Öncesi İşlemler	10
UYGULAMA FAALİYETİ	12
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	14
ÖĞRENME FAALİYETİ-2	15
2. TİTRASYON	15
2.1. Titre Etme	15
2.2. Eş Değerlik Noktası veya Dönüm Noktası Tespiti	16
2.3. Titrasyon Yaparken Dikkat Edilecek Hususlar	17
UYGULAMA FAALİYETİ	18
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	20
ÖĞRENME FAALİYETİ-3	21
3. TİTRASYON SONRASI İŞLEMLER.....	21
3.1. Sarfiyat Okuma	21
3.2. Hesaplama.....	22
3.3. Büret Temizliği	23
UYGULAMA FAALİYETİ	24
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	25
ÖĞRENME FAALİYETİ-4	26
4. ÇÖZELTİ AYARLAMA	26
4.1. Çözelti Ayarlama Kullarılan Standart Maddeler	26
4.2. Çözelti Ayarlama İşlemleri	28
4.3. Faktör Hesaplama	28
UYGULAMA FAALİYETİ	30
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	33
MODÜL DEĞERLENDİRME	34
CEVAP ANAHTARI.....	35
KAYNAKÇA	37

AÇIKLAMALAR

KOD	524LT0010
ALAN	Laboratuvar Hizmetleri
DAL/MESLEK	Alan Ortak
MODÜLÜN ADI	Volümetrik Analiz İşlemleri
MODÜLÜN TANIMI	Volümetrik analiz işlemleri ve çözeltileri ayarlama ile ilgili bilgi ve becerilerinin kazandırıldığı öğrenme materyalidir.
SÜRE	40/32
ÖN KOŞUL	Analiz Çözeltileri-1 modülünü başarmış olmak
YETERLİK	Volumetrik analiz işlemleri yapmak
MODÜLÜN AMACI	Genel Amaç Gerekli ortam sağlandığında tekniğine uygun olarak volümetrik analiz işlemlerini yapabileceksiniz. Amaçlar 1. Titrasyon öncesi hazırlıkları yapabileceksiniz. 2. Titrasyon yapabileceksiniz. 3. Titrasyon sonrası işlemleri yapabileceksiniz. 4. Çözeltileri ayarlayabileceksiniz.
EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI	Ortam Laboratuvar, kütüphane, internet, bireysel öğrenme ortamları vb. Donanım Etüv, saat camı, spatül, hassas terazi, mezür, huni, statif, kısıkaç, büret, erlenmayer, pipet, piset, kâğıt, kalem, hesap makinesi, 0,5 N sodyum hidroksit çözeltisi, % 1'lik fenol ftalein indikatör çözeltisi, metil oranj indikatörü, 0,1 N HCl, sodyum karbonat, sirke numunesi, temizlik çözeltileri
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	Modül içinde yer alan her öğrenme faaliyetinden sonra verilen ölçme araçları ile kendinizi değerlendireceksiniz. Öğretmen modül sonunda ölçme aracı (çoktan seçmeli test, doğru-yanlış vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

GİRİŞ

Sevgili Öğrenci,

Bu modülde, laboratuvar çalışmalarının temel işlemlerinden biri olan volümetrik analizi ve uygulamalarını öğreneceksiniz. Bu bilgiler iş hayatınızda başarılı olmanıza yardımcı olacaktır.

Laboratuvar çalışmalarında analiz yöntemi seçiminde zaman, maliyet ve analiz sonuçlarının güvenilirliği tercih sebebidir. Volümetrik analizler, kısa sürede gerçekleşmesi, maliyetinin düşük ve sonuçlarının güvenilir olması nedeniyle geniş bir kullanım alanına sahiptir. Volümetride kullanılan çözelti derişimlerinin tam olarak bilinmesi hesaplamalarda kesin derişimin kullanılması analiz sonuçlarının güvenilirliğini arttırmaktadır.

Bu modül sizlere volümetrik analizler işlemleri ve çözeltileri ayarlama konularındaki bilgi ve becerilerin kazandırılmasında yardımcı olacaktır.

ÖĞRENME FAALİYETİ-1

AMAÇ

Titrasyon öncesi hazırlıkları yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Volümetrik analizin amaçlarını araştırınız.
- Volümetrik analiz çeşitlerini araştırınız.
- Titrasyon nedir? Araştırınız.
- Titrasyonda kullanılan araç gereçler hakkında bilgi toplayınız.

1. TİTRASYON ÖNCESİ HAZIRLIKLAR

1.1. Kimyasal Analiz

Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini ve bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu inceleyen kimya dalına **analitik kimya** denir. Analitik kimyanın temeli, kimyasal analizlere dayanır. Buna bağlı olarak kimyasal analizi ve çeşitlerini bilmek ve tanımlamak gerekir.

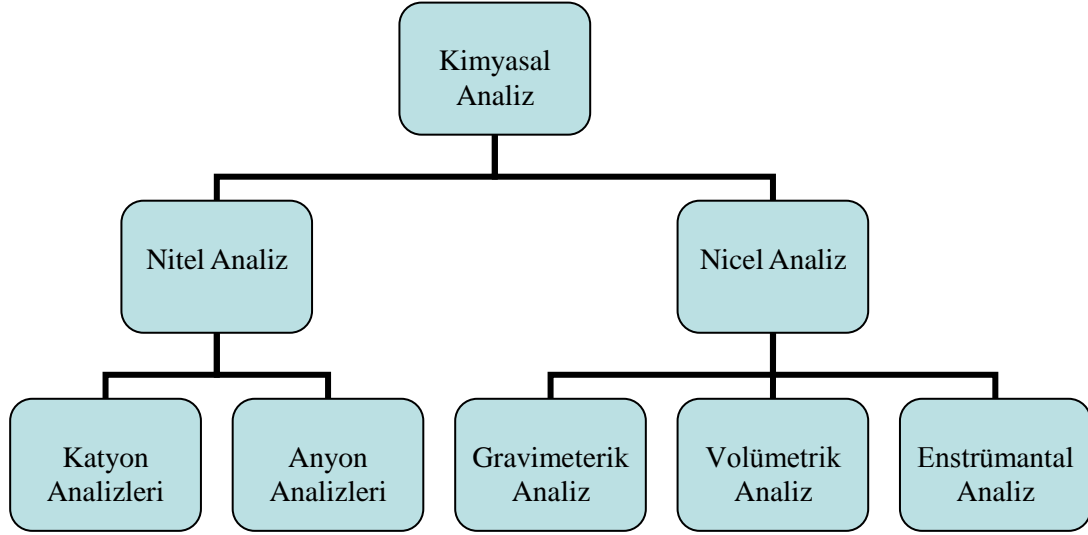
Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini ve bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu anlamak amacıyla yapılan pratik ve teorik çalışmalara **kimyasal analiz** denir. Kimyasal analiz yapılış amacına göre ikiye ayrılır:

- **Nitel (Kalitatif) Analiz:** Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini anlamak amacıyla yapılan kimyasal analize **nitel analiz** denir.
- **Nicel (Kantitatif) Analiz:** Bir maddedeki bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu anlamak amacıyla yapılan kimyasal analize **nicel analiz** denir.

Tanımlardan da anlaşılacağı üzere nicel analize başlamadan önce numunenin nitel analizinin yapılmış olması gerekir.

Nitel analiz, **katyon** ve **anyon** analizi olmak üzere ikiye ayrılır.

- **Katyon Analizi:** Bir maddede hangi katyonların bulunduğunu öğrenmek amacıyla yapılan nitel analizdir.
- **Anyon Analizi:** Bir maddede hangi anyonların bulunduğunu öğrenmek amacıyla yapılan nitel analizdir.



Şekil 1.1: Kimyasal analizin sınıflandırılması

Nicel analiz, **gravimetric**, **volumetric** ve **enstrümantal** analiz olmak üzere üçe ayrılır. Bu modül içerisinde nicel analiz çeşitlerinden volumetric analiz incelenecektir.

- **Gravimetric Analiz:** Miktarı belirlenecek maddenin, numunedeki diğer maddelerden çeşitli fiziksel yöntemlerle veya kimyasal tepkimelerden yararlanıp belli bir bileşik hâline getirilerek ayrılıp tartılması suretiyle miktarının bulunması esasına dayanan analiz metoduna **gravimetric analiz** denir. Gravimetric analizlerde çeşitli yöntemlerden yararlanılmakla beraber en çok kullanılan çöktürme yöntemidir. Esas olan aranan maddenin çözeltiden saf bir bileşik hâlinde çöktürülerek ayrıldıktan sonra tartılarak miktarının belirlenmesidir.
- **Volumetric Analiz:** Aranan maddenin belirli bir miktarının veya belirli hacimdeki çözeltilisinin derişimi tam olarak bilinen başka bir çözeltili ile reaksiyona sokularak tepkimenin meydana gelmesi için harcanan çözeltili miktarından aranan madde miktarının tespit edilmesi esasına dayanan analiz metoduna **volumetric analiz** denir. Volumetric analizin en önemli üstünlüğü numune analize hazırlandıktan sonra analizin çok kısa sürede tamamlanabilmesidir.
- **Enstrümantal Analiz:** Adından da anlaşılacağı gibi cihaz kullanılarak yapılan analizlere **enstrümantal analiz** denir. Kullanılan sinyale göre elektrik etkileşimli ve ışık etkileşimli olarak iki kolda incelenir. Elektrik etkileşimli analizde elektrotlar ile oluşturulan pil sistemleri kullanılır ve elektro analitik kimya olarak da geçer. Potansiyometri, kondüktometri gibi birçok alt kolu vardır. Işık etkileşimli sistemler ise yöntemine göre spektroskopik ve/veya spektrofotometrik olarak adlandırılır. Bunun da atomik absorpsiyon, atomik flüoresans gibi değişik birçok alt kolu mevcuttur.

1.2. Volümetrik Analiz

Volümetrik analiz, kullanım alanı en yaygın nicel analiz yöntemidir. Birbirleriyle tepkimeye giren maddelerin eş değer gram sayılarının eşitliği esasına dayanır. Volümetrik analizlerde numune veya numune çözeltisinden belli bir hacim alınarak konsantrasyonu bilinen bir çözelti ile tepkimeye sokulur. Konsantrasyonu bilinen bu çözeltiye standart çözelti denir. Tepkimede harcanan standart çözelti miktarından aranan madde miktarı tespit edilir.

Bir kimyasal tepkimenin volümetrik amaçla kullanılabilmesi için aşağıdaki koşulları taşıması gerekir:

- Tepkime stokiyometrik olmalıdır. Tek ve basit bir denklemle ifade edilebilmelidir.
- Tepkime hızlı olmalıdır. Tepkime yeterince hızlı değilse uzun süre beklemek gerekir. Bu da zaman kaybına neden olur. Tepkimenin yavaş olması ortamdaki diğer maddeler ile istenmeyen bazı tepkimelerin olmasına da neden olabilir.
- Tepkime tam olmalıdır. Derişimi belli çözelti eklendiğinde tepkime en az % 99.9 oranında gerçekleşmelidir. Aksi hâlde stokiyometrik ilişkiyi kurmak mümkün olmaz.
- Tepkimenin tamamlandığı noktada (eş değerlik noktası), gözlenebilir fiziksel veya kimyasal bir değişme meydana gelmelidir. Bu gerçekleşmezse bu noktada gözlenebilir değişim gösteren ve indikatör denilen maddeler kullanılabilir.

Volümetrik analizin dayandığı dört temel reaksiyon çeşidi ve buna bağlı olarak dört çeşit titrasyon yöntemi vardır.

➤ Asit–Baz Titrasyonları

Asitlerle bazlar arasında geçen reaksiyonlara asit–baz reaksiyonları denir. Ortamda var olan veya herhangi bir şekilde ortaya çıkarılan bir bazın ayarlı bir asit çözeltisiyle reaksiyona sokulması veya bir asidin ayarlı bir bazla reaksiyona sokulması esasına dayanan titrasyonlara asit–baz reaksiyonları denir. Ayarlı bir asit çözeltisi ile baz miktarı tayinine alkalimetre, ayarlı bir baz çözeltisi ile asit miktarı tayinine ise **asidimetri** adı verilir. Örneğin ayarlı HCl çözeltisi ile NaOH tayini alkalimetri, ayarlı NaOH çözeltisi ile H₂SO₄ tayini ise asidimetri dir.

➤ Çöktürme Titrasyonları

Çözünürlüğü az olan maddelerin titrasyon yoluyla tayinleri üzerine kurulan metotlara **çöktürme titrasyonları** denir. Çöktürme titrasyonları ile halojenler ve bazı iyonlar gravimetrik yollardan daha kolay ve daha emin olunarak analiz edilebilir. Çöktürme titrasyonlarında ayarlı çözelti olarak gümüş nitratın kullanıldığı titrasyonlara **arjantometri** denir.

➤ **Kompleksometrik Titrasyonlar**

Kompleks oluşumu üzerine kurulmuş olan titrasyonlara, **kompleksometri** denir. Bir kompleks oluşumunun volümetrik amaçla kullanılabilmesi için kompleksin dayanıklılık sabitinin büyük ve oluşan kompleksin bir cinsli olması gerekir. Yani oluşan ürünün kompleksler karışımı olmaması gerekir.

➤ **Redoks Titrasyonları**

Yükseltgenme – indirgenme reaksiyonları üzerine kurulan titrasyonlara, **redoks titrasyonları** denir. Yükseltgenme bir maddenin elektron kaybetmesi, indirgenme ise elektron almasıdır. Bir yerde yükseltgenme varsa onun yanında mutlaka indirgenme de vardır. Başka bir ifadeyle elektronlar çözelti ortamında serbest kalmaz ancak bir maddeden diğerine geçebilir. Bir madde tarafından verilen elektronlar diğer madde tarafından alınır. Verilen elektronun aynen alınması bu tip reaksiyonların temelini teşkil eder.

1.3. Volümetride Kullanılan Terimler

Titrasyon, ayarlı çözelti, dönüm noktası gibi kavramlar volümetride sıklıkla karşılaşılan kavramlardır.

1.3.1. Titrasyon ve Geri Titrasyon

Bir maddenin derişimi tam olarak bilinen bir çözelti ile eş değerlik noktasına kadar reaksiyona sokulmasına **titrasyon**, yapılan eyleme ise **titre etmek** denir.



Resim 1.1: Titrasyon

Bütün titrasyonlarda derişimi bilinen ve bilinmeyen iki ayrı çözeltinin belirli hacimleri tepkimeye sokulur. Bunun için analizi yapılacak çözelti bir erlenmayere, derişimi bilinen çözelti ise bürete konur. Analizi yapılacak çözeltini üzerine birkaç damla indikatör damlatılır. Bürete doldurulan standart çözelti, analizi yapılacak çözeltiye damla damla ilave

edilir, bu sırada analiz çözeltilisinin bulunduğu erlen çalkalanarak karışma sağlanır. Renk değişimi gözlemlendiği anda titrasyon sonlandırılır.

Bazı hâllerde ise belli hacimde derişimi bilinen çözeltili numune çözeltili üzerine eklenir. Bu standart çözeltilinin fazlası, aranan maddenin veya başka bir maddenin derişimi belli çözeltili ile titre edilir. Bu işleme **geri titrasyon** denir. Bu durumda ayırıcın eklenen miktarından geri titre edilen miktarı çıkarılarak hesaplama yapılır.

1.3.2. Ayarlı Çözelti

Volumetrik analizde kullanılan derişimi tam olarak bilinen çözeltiliye ayarlı çözeltili denir. Çözeltilinin derişiminin tam olarak hesaplanması için yapılan işleme ise o çözeltilinin ayarlanması denir.

Titrasyon sırasında hataları azaltmak için uygun seyreltiklikte standart çözeltiler kullanılmalıdır. Titre edilen madde miktarına bağlı olarak genellikle 1 N, 0,1 N, 0,01 N vb. çözeltiler kullanılır.

Titrasyon sonunda yapılacak hesaplamaları kolaylaştırmak için özellikle rutin analizlerde konvensiyonel çözeltiler kullanılır. Konvensiyonel çözeltilinin (standart çözeltili) 1 ml'si titre edilen maddenin 1 mg'ına karşılık olacak şekilde ayarlanır. Böylece titrasyonda büretten okunan ml (mililitre) cinsinden sarfiyat, doğrudan doğruya tayin edilen maddenin mg (miligram) olarak miktarını verir.

0,1 N, 0,01 N vb. olacak şekilde hazırlanan standart çözeltiler, safsızlık, tartım hatası vb. nedenlerle genellikle tam istenen konsantrasyonda hazırlanamaz. Ya daha derişik ya da daha seyreltik çözeltiler elde edilir. Bu nedenle saf bir maddenin hassas olarak tartılan miktarları, hazırlanan çözeltili ile titre edilerek gerçek normalite hesaplanır. Bu şekilde gerçek normalitesi hesaplanmış çözeltiliye **ayarlı çözeltili** denir. Analiz sonucunun hesaplanmasında bu normalite kullanılır.

1.3.3. Eş Değerlik ve Dönüm Noktası

Bir titrasyonda eklenen reaktif miktarının, miktarı belirlenecek maddenin konsantrasyonuna kimyasal olarak eşit olduğu noktaya eş değerlik noktası denir. Titrasyonda eş değerlik noktasını belirlemek için kullanılan indikatörün renginin tamamen değiştiği noktaya ise dönüm noktası denir.

Bir titrasyonda eş değerlik noktası ile dönüm noktası aynı olabileceği gibi farklı da olabilir. Bu titrasyonda indikatör kullanılıp kullanılmadığına bağlıdır.

1.4. İndikatör

Bir titrasyonda eş değerlik noktasını veya ona en yakın noktayı belirlemek amacıyla kullanılan maddelere indikatör denir.

1.4.1. İndikatör Çeşitleri

İndikatörler çok çeşitli olmasına rağmen genel olarak üç temel grupta incelenebilir:

- **Asit-baz indikatörleri:** Hemen hemen tamamı organik boyalar olup zayıf asit veya zayıf baz özelliğindedir. Her indikatörün renk değiştirdiği pH aralıkları farklıdır. Farklı pH aralıklarında kullanılabilir. Aşağıda bazı indikatörlerin adı, asit ve bazdaki rengi ve kullanılacağı pH aralıkları verilmiştir:

İndikatörün Adı	Asitteki Rengi	Bazdaki Rengi	pH Aralığı
Fenolftalein	Renksiz	Pembe	8.0-10.0
Metil oranj	Kırmızı	Turuncu	3.2-4.4
Metil kırmızısı	Kırmızı	Sarı	4.4-6.2
Bromtimol mavisi	Sarı	Mavi	6.2-7.6

- **Çökeltme veya kompleksleşme indikatörleri:** Çökeltme ve kompleksleşme reaksiyonlarında kullanılan indikatörler üç farklı grupta incelenebilir.
 - **Çözeltide renk değişimi meydana getiren indikatörler:** Ortama indikatör olarak ilave edilen madde ile ayarlı çözeltilerin eş değerlik noktasından hemen sonra çözeltide renkli bir ürün oluşturmasıyla titrasyon sonucunu bildiren maddelerdir.
 - **Dönüm noktasında farklı renkte çökelek meydana getiren indikatörler:** Bu amaçla en çok kromat indikatörü kullanılır. Ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile klorür tayininde kullanılan kromat indikatörü eş değerlik noktasından hemen sonra ortamda farklı renkte (turuncu) ikinci bir çökelek oluşturarak titrasyon sonunu bildirir.
 - **Soğurma (absorbsiyon) indikatörleri:** Titrasyon sonunda ortamda oluşmuş olan çökeleğin rengini değiştiren indikatörlerdir. Örneğin, ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile klorür tayininde kullanılan fluoressein indikatörü bu türdendir. Eş değerlik noktasından hemen sonra ortamda oluşmuş olan beyaz renkli AgCl çökeleğinin rengini siyaha boyayarak titrasyonun bittiğini gösterir.
- **Yükseltgenme ve indirgenme indikatörleri:** Yükseltgenme ve indirgenme (Redoks) reaksiyonlarında kullanılan indikatörlerdir. Genellikle indirgen maddelerdir. Eş değerlik noktasından hemen sonra ayarlı çözelti ile yükseltgendiğinde farklı renge dönüşebilen organik maddelerdir. Dikkat edilecek nokta indikatörün indirgenme potansiyelinin analiz edilecek maddenin indirgenme potansiyelinden daha küçük olmasıdır. Nişasta çözeltisi iyot ile yapılan titrasyonlarda kullanılan bir indikatördür. Difenil amin sodyum sülfonat da yükseltgenme ve indirgenme titrasyonlarında sık kullanılan bir indikatördür.

1.4.2. İndikatör Hazırlama

Sık kullanılan bazı indikatörlerin hazırlanma aşamaları aşağıda verilmiştir:

- **Fenolftalein (10 g/l'lik):** Bu belirtecin rengi, 8,3-10,0 pH bölgesinde renksizlikten kırmızıya dönüşür. 10 g/l'lik 2,5 g fenolftalein, % 95'lik etil alkolde çözülür ve çözelti aynı etil alkol ile 250 ml'ye seyreltilir.
- **Metil kırmızısı (0,1 g/l'lik):** 25 mg ince toz hâlindeki metil kırmızısı, 95 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ve 5 ml % 95'lik etil alkol karışımında ısıtılarak çözülür, çözünme tamamlandıktan sonra 125 ml % 95'lik etil alkol katılır, çözeltinin tümü 250 ml'lik bir ölçülü balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Metilen mavisi (0,15 g/l'lik):** 38 mg metilen mavisi, suda çözülür ve su ile 250 ml'ye tamamlanır.
- **Metiloranj (0,4 g/l'lik):** 0,1 g metiloranj 50 ml % 95'lik etil alkolde çözülür, 250 ml'lik ölçülü balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Perdelenmiş metiloranj (1 g/l'lik):** 0,25 g metiloranj ve 0,15 g ksilen siyanol FF 50 ml % 95'lik etil alkolde çözülür, 250 ml'lik ölçülü bir balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir. Perdelenmiş metiloranj belirtecinin rengi 2,9 -4,6 pH bölgesinde kırmızıdan yeşile dönüşür.
- **Bromokresol yeşili (0,4 g/l'lik):** 2,9 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ve 5 ml % 95'lik etil alkol karışımı hazırlanır. 0,1 g bromokresol yeşili karışıma ilave edildikten sonra ısıtılarak çözülür. Çözünme tamamlandıktan sonra çözeltinin tümü 250 ml'lik bir ölçülü balona alınır, 50 ml % 95'lik etil alkol katılır ve çözelti su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Bromokresol moru (0,4 g/l'lik):** 0,1 g bromokresol moru, 5 ml % 95'lik etil alkolde çözününceye kadar ısıtılır. Çözünme tamamlandıktan sonra 20 ml % 95'lik etil alkol ve 3,7 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ısıtılır. Çözeltinin tümü 250 ml'lik bir ölçülü balona alınarak 30 ml % 50'lik etil alkol katılır. İyice karıştırıldıktan sonra su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Bromofenol Mavisi (0,4 g/l'lik):** 3,0 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ile 5 ml % 50'lik etil alkolde karıştırılır. 0,1 g bromofenol mavisi karışıma ilave edildikten sonra ısıtılarak çözülür. Çözünme tamamlandıktan sonra 50 ml % 95'lik etil alkol katılır, çözeltinin tümü 250 ml'lik ölçülü bir balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir.
- **m-Kresol moru (0,4 g/l'lik):** 0,1 g m-kresol moru, 50 ml % 95'lik etil alkolde çözülür, buna 5,2 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi katılır, çözeltinin tümü 250 ml'lik ölçülü bir balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Kresol Kırmızısı (0,2 g/l'lik):** 50 mg kresol kırmızısı, 2,05 ml 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ve 5 ml % 95'lik etil alkolde ısıtılarak çözülür, çözünme tamamlandıktan sonra 50 ml % 95'lik etil alkol katılır. Çözeltinin tümü 250 ml'lik bir ölçülü balona aktarılır ve su ile işarete kadar seyreltilir.
- **Dimetil sarısı (2 g/l'lik):** 0,5 g dimetil sarısı, 50 ml % 95'lik etil alkolde çözülür, çözeltinin tümü 250 ml'lik ölçülü bir balona aktarılır ve % 95'lik etil alkol ile işarete kadar seyreltilir.
- **2,4-Dinitrofenol (1 g/l'lik):** 0,25 g 2,4-dinitrofenol suda çözülür ve çözelti su ile 250 ml'ye seyreltilir.

1.5. Volümetride Kullanılan Araç Gereçler

Volümetride kullanılan ölçü kaplarının en önemlileri mezür, balon joje, pipet, piset ve büretlerdir. Volümetri, hacim ölçümü esasına dayandığına göre ölçü kaplarının özel bir önemi vardır. Bu araçların tamamına yakını camdan yapılmış olup çok özel durumlarda kuvarz veya plastikten yapılmış olanları kullanılır.

Büretler, bir ucu muslukla kapatılmış, diğer ucu açık ve üzeri numaralanmış bir cam boru görünümündedir. Normal kullanımlar için 25, 50 ve 100 ml'lik olanları vardır. Büretlerin düz ve otomatik olmak üzere iki farklı tipi mevcuttur. Düz olanlar bir spora, otomatik olanlar ise bir çözelti şişesine bağlanarak kullanılır. Bunların dışında günümüzde yaygınlaşmakta olan dijital büretler de mevcuttur.



Resim 1.2: Düz ve dijital büretler

Her kap, volümetride ölçü kabı olarak kullanılmaz. Bir kabın ölçü kabı olarak kullanılması için aşağıdaki koşulları sağlaması gerekir:

- Kaplar mutlaka kimyasal maddelere ve ısıya karşı dayanıklı olmalı ve özel kullanımlar dışında mutlaka camdan yapılmalıdır.
- Camın kesiti dairesel veya özel durumlarda oval olmalı, köşeli olmamalıdır. Kabın dar bölgesinden geniş bölgesine geçiş keskin olmamalıdır.
- Cam üzerindeki ölçü işaretleri düzenli ve okunabilir şekilde olmalı, silinebilecek şekilde olmamalıdır. İşaretler dairesel yüzeyin tamamını veya en az yarısını kaplamalıdır.
- Kabın üzerinde hacmin hangi sıcaklık için geçerli olduğu ve hata aralığı belirtilmelidir.

1.6. Titrasyon Öncesi İşlemler

Volümetrik analizlerde analizin en önemli aşaması titrasyon aşamasıdır. Titrasyona başlanmadan gerekli hazırlıklar tamamlanmalı, numune analize hazırlanmalı, kullanılacak çözelti, indikatör ve malzemeler hazırlanmalıdır.

Bütün analizlerde olduđu gibi volümetrik analizlerde de numune hazırlama çok önemlidir. Analiz edilecek maddenin özelliđi ve tayin edilecek maddenin cinsine göre numune hazırlanmalıdır. Örneđin, meyve suyunda toplam asit tayini yapılacağı zaman homojen hâle getirilmiş meyve suyundan belli bir hacim almak yeterli olduđu hâlde, meyvede toplam asit tayini yapılacağı zaman meyve önce öğütölür. Ardından da öğütölen meyveden belirli bir miktar alınarak çözeltisi hazırlanmaktadır. Bu çözelti süzöldükten sonra süzöntüden belirli bir miktar alınarak analiz yapılmaktadır. Bu şekilde usulüne göre numune hazırlandıktan sonra analize geçilir.

Analizde kullanılacak standart çözelti ve indikatör usulüne uygun olarak hazırlanmalı ve uygun kaplarda muhafaza edilmelidir. Volümetrik analiz hacim esasına dayalı bir analiz metodu olduđundan analizde kullanılacak büret ve diđer ölçü kapları dođru seçilmeli, gerekli temizlik kontrolleri yapılmalıdır.

Analiz çözeltisi, standart çözelti ve indikatör hazırlanıp kullanılacak malzemeler seçildikten sonra büret bir kısıkaç yardımıyla statife bağlanarak titrasyon düzeneđi kurulur. Büret, titrasyonda kullanılacak ayarlı çözelti ile çalkalandıktan sonra huni yardımıyla sıfır çizgisinin biraz üstüne kadar doldurulur. Daha sonra musluk yavaşça açılarak sıvı yüzeyinde oluşan kavisin alt sınırı sıfır çizgisine gelinceye kadar damla damla boşaltılır. Bu esnada musluk ile büretin ucu arasındaki kısımda hava kalmamasına dikkat edilmelidir. Varsa musluk hızla açılıp kapatılarak bu hava giderilmelidir.





Resim 1.3: Büretin sıfır ayarını yapma

Öte yandan analiz çözeltisinden yeteri kadar alınarak erlene aktarılıp birkaç damla indikatör eklendikten sonra titrasyona geçilir.

UYGULAMA FAALİYETİ

- Aşağıdaki işlem basamaklarını ve önerileri dikkate alarak sirkede toplam asit tayini için titrasyon öncesi hazırlıkları yapınız.

Uygulamada kullanılan araç gereç ve kimyasallar: Statif, kısıkaç, büret, erlenmayer, pipet, piset, 0,5 N sodyum hidroksit çözeltisi, % 1'lik fenol ftalein indikatör çözeltisi, sirke

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Büreti destek çubuğuna bağlayınız. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Rahat titre etmek için büretin uç kısmı ile tezgâh arasında yeterli mesafe olmasına dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Büreti 0,5 N NaOH çözeltisi ile çalkalayınız.➤ Büreti 0,5 N NaOH çözeltisi ile doldurunuz. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Çalkalamada kullandığınız çözeltiyi akıtarak atınız.➤ Büreti çözelti ile doldurmadan musluğunu kontrol ederek kaçırmadığından emin olunuz.

<p>➤ Çözeltilerden bir miktar akıtılarak büretin uç kısmında kalan hava boşluğunu alınız.</p>	<p>➤ Titrasyona başlamadan büretin ucunda hava boşluğu olup olmadığını kontrol ediniz, hava boşluğu varsa musluğu hızlıca açıp kapatarak gideriniz.</p>
<p>➤ Büretteki 0,5 N NaOH çözeltisinin hacmini kaydediniz.</p>	<p>➤ Hava boşluğu alındıktan sonra büretteki çözelti miktarı azalacağından mutlaka kaydediniz veya tamamlayınız.</p>
<p>➤ Erlene yaklaşık 10 ml sirke numunesi alınız.</p>	<p>➤ Uygun hacimde erlen seçiniz. ➤ Erlenin temiz olup olmadığını kontrol ediniz.</p>
<p>➤ Numuneyi rengi açılıncaya kadar saf su ile seyreltiniz.</p>	<p>➤ Renk istenilen oranda açılınca seyreltme işlemini sonlandırınız.</p>
<p>➤ Numune çözeltisine 2-3 damla fenol ftalein indikatörü damlatınız.</p>	<p>➤ İndikatörün fazlasını ilave etmekten kaçınınız. ➤ Çalkalayarak indikatörün homojen dağılmasını sağlayınız.</p>

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki boşlukları uygun şekilde doldurunuz.

1. Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini ve bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu inceleyen kimyanın koluna denir.
2. Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini ve bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu anlamak amacıyla yapılan pratik ve teorik çalışmalara denir.
3. Bir maddedeki bileşenlerin hangi oranlarda bulunduğunu anlamak amacıyla yapılan kimyasal analize analiz denir.
4. Aranılan maddenin belirli bir miktarının veya belirli hacimdeki çözeltisinin derişimi tam olarak bilinen başka bir çözelti ile eş değerk noktasına kadar reaksiyona sokulması esasına dayanan analiz metoduna denir.
5. Ayarlı bir asit çözeltisi ile baz miktarı tayinine, ayarlı bir baz çözeltisi ile asit miktarı tayinine ise adı verilir.
6. Titrasyonda eş değerk noktasının bulunmasında kullanılan ve bu noktada (veya buna en yakın noktada) çözeltinin görünümünü değıştiren maddeye denir.
7. Fenolftalein indikatörü baz çözeltilerinde renk alır.

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-2

AMAÇ

Titrasyon yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Titrasyon yaparken dikkat edilmesi gereken konuları araştırınız.
- Eş değelik noktası ve dönüm noktası nasıl tespit edilir araştırınız.

2. TİTRASYON

2.1. Titre Etme

Titrasyon öncesi hazırlıklar tamamlandıktan sonra titrasyona geçildiğinde sağ elle erlen, sol elle de büret musluğu Şekil 2.1’de görüldüğü gibi tutulur. Erlen büretin altına getirilip büretin uç kısmı içine gelecek şekilde ayarlandıktan sonra sol elle musluk açılıp ayarlı çözelti damla damla ilave edilmeye başlanır. Her damla düştüğünde erlen dairesel olarak döndürülerek çalkalanıp çözeltinin iyice karışması sağlanır. Analiz çözeltisinde renk değişikliği olduğu anda musluk kapatılır. Oluşan renk bir süre gözlenerek renkte geriye dönme olup olmadığı kontrol edilir. Renkte geriye dönüş olmuşsa renk kalıcı oluncaya kadar titre etmeye devam edilir. Renk değişimi sağlandığı anda işlem sonlandırılır.



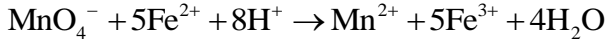
Şekil 2.1: Titre etme

Bazı analizlerde, ayarlı çözelti örnek üzerine belirli miktarda fazlaca ilave edilir. Ayarlı çözeltinin fazlası, başka bir ayarlı çözelti veya analiz edilen maddenin ayarlı çözeltisi ile titre edilir. Hesaplamalarda bu durum göz önünde bulundurulur.

2.2. Eş Değerlik Noktası veya Dönüm Noktası Tespiti

Eş değerlik noktası veya dönüm noktası, bir titrasyonun sona erdiğini belirten noktalar. Bir titrasyonda eş değerlik noktası ile dönüm noktası aynı olabileceği gibi farklı da olabilir. Bu titrasyonda indikatör kullanılıp kullanılmadığına bağlıdır.

Bir titrasyonda ayarlı çözeltinin titre edilen maddeyi tam olarak tükettiği noktaya eş değerlik noktası denir. Örneğin kuvvetli bir asit ile kuvvetli bir bazın titrasyonunda pH'nın 7 olduğu nokta eş değerlik noktasıdır. Demirin permanganatla titrasyonunda ise ortamdaki demirin tamamının permanganatla tepkimeye girdiği nokta eş değerlik noktasıdır. Eş değerlik noktası belli bir stokiyometrik eşitliğe dayandığından teorik olarak hesaplanabilir. Örneğin, demirin permanganatla titrasyonunun eş değerlik noktası, aşağıdaki eşitlikte görüldüğü gibi ortamdaki bütün demirin her 5 molüne eş değer olan 1 mol permanganattır.



Dönüm noktası ise titrasyonda eş değerlik noktasını belirlemek için kullanılan indikatörün renginin değiştiği noktaya denir. Ayarlı bir asit çözeltisi ile baz tayininde indikatör olarak çoğunlukla fenolftaleyn çözeltisi kullanılır. Damla damla asit ekleyerek yapılan analizde damlanın düştüğü noktada kırmızı renk meydana gelir ancak bu dönüm noktası değildir. Çünkü çalkalandığında renk kaybolur. Titrasyona devam edildiğinde öyle bir nokta gelir ki asitin bir damla fazlası bütün çözeltiyi kırmızı renge boyar. Bu noktaya dönüm noktası denir. Bu titrasyonda dönüm noktası ile eş değerlik noktası aynı değildir. Çünkü fenolftalein pH yaklaşık 8,5 iken kırmızı renge döner. Eş değerlik noktası ise pH 7 iken söz konusudur.



Resim 2.1: Titre etme

Çoğu titrasyonlarda dönüm noktası ile eş değerlik noktası birbirinden farklıdır. Çünkü titrasyonların çoğunda indikatör kullanılmaktadır. Örneğin, indikatör kullanılmayan potasyum permanganatla yapılan analizlerde (permanganometri) eş değerlik noktası ile dönüm noktası aynı olduğu hâlde indikatör kullanılan asit-baz titrasyonlarında ise farklı noktalar.

Permanganometrik demir tayininde eş değerlik noktası, numunedeki demir (II)'nin tamamı demir (III)'e yükseltgindikten sonra (eş değerlik noktası), ayarlı potasyum permanganat (KMnO_4) çözeltisinin bir damla fazlası çözeltinin pembe renge boyanmasına neden olur. Bu da titrasyonun sona erdiğini gösterir.

Ayarlı bir baz çözeltisi ile asit tayininde indikatör olarak brom timol mavisi kullanılabilir. Titrasyonun bitmesine yakın noktada indikatörün rengi sarıdan maviye döner ancak mavi renk çalkalandığında hemen kaybolur. Çünkü dönüm noktasına henüz ulaşılmamıştır. Ancak örnekteki asit titre edilmiştir (eş değerlik noktası). Bundan sonra harcanacak her baz damlası indikatörün titrasyonu için kullanılacaktır. İndikatör kalıcı olarak renk değiştirdiğinde dönüm noktasına ulaşılmış olur.

2.3. Titrasyon Yaparken Dikkat Edilecek Hususlar



Sağlıklı bir titrasyon yapabilmek için izlenmesi gereken bir işlem sırası ve uyulması gereken bazı kuralları vardır. Bu kurallardan önemli olan bazıları aşağıda verilmiştir:

- Titrasyon için uygun ölçülerde analiz kapları seçilmeli ve kaplar temiz olmalıdır. Kullanılacak erlenin hacmi, titrasyon sonunda birikeceği tahmin edilen çözeltinin hacminin en az iki katı olmalıdır.
- Ayarlı çözelti ağzı kapalı ve üzeri etiketlenmiş olarak saklanmalı, sıcakta veya güneş ışığında bırakılmamalı, kullanılmadan önce mutlaka çalkalanmalıdır.
- Dönüm noktasını belirlemek için uygun indikatör seçilmeli ve fazlasının ilavesinden kaçınılmalıdır.
- Büret musluğunun sağlıklı çalışıp çalışmadığı, akıtıp akıtmadığı kontrol edilmeli, akıtıyorsa vazelin sürülerek giderilmeye çalışılmalıdır.
- Büret ayarlı çözelti ile doldurulmadan önce birkaç kez az miktarda ayarlı çözelti ile çalkalanmalıdır.
- Büretin uç kısmında hava kabarcığı kalmamış olmasına dikkat edilmelidir. Analize başlamadan önce büretin ucundaki damla temiz bir kaba dokundurularak alınmalı, bu amaçla kâğıt veya pamuk kesinlikle kullanılmamalıdır.
- Ayarlı çözelti büretten damla damla ilave edilmeli ve bu sırada erlenmayer düzenli olarak çalkalanmalıdır.
- Titrasyona oluşan renk, en az 15 saniye kalıcı oluncaya kadar devam edilmelidir.
- Titrasyon sonunda sarfiyatın okunması, büretin çeperlerindeki sıvının akmasını sağlamak için 5-10 saniye sonra yapılmalı fakat kesinlikle daha sonraya bırakılmamalıdır.
- Analiz sonunda bürette kalan ayarlı çözelti şişesine konulmamalı, atılmalıdır.

UYGULAMA FAALİYETİ

- Aşağıdaki işlem basamaklarını ve önerileri dikkate alarak sirkede toplam asit tayini için titrasyona hazırlanmış analiz numunesini titre ediniz.

Uygulamada kullanılan araç gereçler: Titrasyon düzeneği, erlenmayer, numune çözeltisi

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Sirke numunesinin bulunduğu erleni büretin musluğunun altına getiriniz. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Erlenin sağ elinizle tutunuz.➤ Büretin ucunun erlenin ağzının ortasında olmasına dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Büretin musluğunu açarak damla damla NaOH ilave ediniz. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Büretin musluğunu sol elinizle ve resimde görüldüğü gibi tutunuz.➤ Musluğu yavaş ve dikkatli açınız .➤ Damla sayısının saniyede 2-3 adet olmasına dikkat ediniz.

- Titrasyon süresince erlenmayeri çalkalayınız.



- Çalkalamayı dikkatli yapınız.
- Dışarıya çözelti sıçratmayınız.
- Çalkalama yapmazsanız istenmeyen bazı tepkimelerin oluşmasına sebep olabileceğinizi unutmayınız.

- Çözelti rengi kırmızıdan sarıya dönünce NaOH ilavesini durdurunuz.



- Dönüm noktasını kaçırmayınız.

- Oluşan sarı rengin kalıcı olup olmadığını gözlemleyiniz.
- Sarı renk kalıcı oluncaya kadar titrasyona devam ediniz.

- Sarı renk 15–20 saniye süre içerisinde kaybolmamış ise titrasyonu sona erdiriniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki boşlukları uygun şekilde doldurunuz.

1. Titrasyon yaparken erlen sağ elle, da sol elle tutulur.
2. Bir titrasyonda eş değerlik noktası ile dönüm noktası aynı olabileceği gibi farklı da olabilir. Bu titrasyonda kullanılıp kullanılmadığına bağlıdır.
3. Titrasyonda kullanılacak erlenin hacmi, titrasyon sonunda birikeceği tahmin edilen çözeltilerin hacminin en az katı olmalıdır.
4. Ayarlı çözelti ağzı kapalı ve üzeri etiketlenmiş olarak saklanmalı, sıcakta veya güneş ışığında bırakılmamalı, kullanılmadan önce mutlaka
5. Büret musluğunun sağlıklı çalışıp çalışmadığı, akıtıp akıtmadığı kontrol edilmeli akıtıyorsa sürülerek giderilmeye çalışılmalıdır.
6. Büret ayarlı çözelti ile doldurulmadan önce birkaç kez az miktarda ile çalkalanmalıdır.
7. Analize başlamadan önce büretin ucundaki damla temiz bir kaba dokundurularak alınmalı, bu amaçla veya kesinlikle kullanılmamalıdır.

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarlarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-3

AMAÇ

Titrasyon sonrası işlemleri yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Titrasyondan sonra yapılacak işlemler nelerdir? Araştırınız.
- Volümetrik analiz sonuç hesaplaması ile ilgili araştırma yapınız.
- Büret temizliğinde kullanılan yıkama çözeltileri nelerdir? Araştırınız.

3. TİTRASYON SONRASI İŞLEMLER

3.1. Sarfiyat Okuma

Titrasyon tamamlandığı anda sarfiyatın doğru olarak okunması ve kaydedilmesi sonucun güvenilirliği için çok önemlidir. Büret içerisindeki çözelti renksiz ise sıvı menisküsünün alt seviyesi, renkli sıvılarda ise üst seviyesi alınır. Çünkü renkli sıvıların menisküsünün alt seviyesi görünmez. Özellikle renksiz sıvıların okunmasında bazı hatalar yapılır. Bu, sıvı seviyesine bakan gözün sıvı ile aynı seviyede olmamasından ileri gelir. Ya göz sıvının seviyesinden daha aşağıdan bakar ya da sıvı seviyesinden daha yukarıdan bakar.



Resim 3.1: Büretin göz seviyesinde okunması

Volümetrinin en çok hata yapılan yerlerinden birisi de büret okumak olduğundan bu husus ihmal edilmemeli, mililitrelik taksimatın yüzde birine kadar hassasiyetle okumaya gayret edilmelidir. Çözelti akarken büret temiz bile olsa cidarında ince bir film kalacağından bunun aşağıya inmesi için 5-10 saniye beklenmelidir. Yeterli süre beklendikten sonra okuma yapılarak harcanan ayarlı çözelti miktarı tespit edilir.

3.2. Hesaplama

Titrasyonda, titre edilen maddeye eş değer miktar standart madde reaksiyona girdiğinde işlem tamamlanır. Aranılan madde miktarı aşağıdaki formül yardımıyla hesaplanır.

$$m = \frac{S \cdot N \cdot F \cdot E}{1000}$$

Bu formülde; m = Aranılan maddenin miktarını,
S = Titrasyon için harcanan ayarlı çözelti hacmini (ml),
N = Ayarlı çözeltinin yaklaşık derişimini,
F = Volümetrik faktörü,
E = Aranılan maddenin eş değer ağırlığını ifade eder.

Örnek: Bir sirke örneğinden alınan 5 ml 100 ml'ye seyreltilmiştir. Buradan alınan 25 ml'nin titrasyonu için faktörü 1,12 olan 0,1 normal NaOH çözeltisinden 14,3 ml sarf edilmiştir. Sirke örneğindeki asetik asit miktarı gr/l olarak nedir? (MA:60, Td:1)

Çözüm:

$$m = \frac{F \cdot S \cdot N \cdot E}{1000} \Rightarrow m = \frac{1,12 \cdot 14,3 \cdot 0,1 \cdot (60/1)}{1000} \Rightarrow m = 0,096 \text{ g}$$

Analiz için 25 ml sirke çözeltisi kullanıldığına göre 100 ml sirke çözeltisinin asetik asit miktarını hesaplayacak olursak

25 ml çözeltide 0,096 g asetik asit var ise
100 ml çözeltide X g vardır

$$X = \frac{100 \cdot 0,096}{25} \Rightarrow X = 0,384 \text{ g}$$

100 ml numune çözeltisinde 5 ml sirke bulunduğuna göre 1000 ml sirke örneğinin asetik asit miktarını hesaplayacak olursak

5 ml sirkede 0,384 g asetik asit var ise
1000 ml sirkede X ml vardır

$$X = \frac{1000 \cdot 0,384}{5} \Rightarrow X = 76,8 \text{ g/l asetik asit vardır.}$$

3.3. Büret Temizliđi

Büret kullanılmadan önce deterjan veya temizleme çözeltisi ile iyice yıkanmalı çeşme suyu ve saf su ile iyice durulanmalıdır. Kullanılmadan önce temizlik kontrolü yapılmalı, su akıtıldığında içinde su damlacıkları bırakmamalıdır. Ayrıca yeni temizlenmiş bir büret ayarlı çözelti ile doldurulduğunda seyrelme nedeniyle çözeltinin konsantrasyonu deđişir. Bu nedenle büret çözelti ile doldurulmadan önce ya tamamen kurutulmalı ya da az miktarda ayarlı çözelti ile birkaç kez çalkalanmalıdır.

Büretin kirlilik derecesine ve kirin kaynađına göre temizlik sırasında çeşitli çözeltiler kullanılır. Temiz bir büret alındığında saf su ile yıkanıp çalkalanır ve suyu akıtılır. Bütün yıkama işlemlerinde büretler en son saf su ile yıkanarak kullanılır.

Yađlı lekeler taşıyan büret, sabunlu su ile yıkanır. Yıkama işlemi için büret fırçası kullanılır. Daha sonra sabunlu su çeşme suyu ile temizlenir ve saf sudan geçirilerek kullanılır. Çok yađlı büretler önce aseton veya benzenle yıkanıp ondan sonra yıkama çözeltisi ile yıkanır. Yađsı lekeler çıkmamış ise kromik asit çözeltisi ile doldurulur. 1-2 dakika bekletilen çözelti büret ters çevrilerek boşaltılır. Çeşme suyu ile durulanır ve saf sudan geçirilerek kullanılır.



Resim 3.2: Büret fırçası ile büret temizliđi

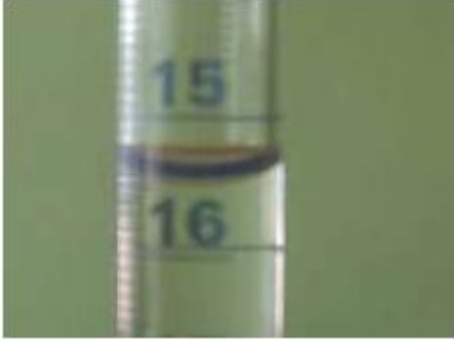

Ayrıca pas gibi çıkmayan lekeler kral suyu ile temizlenir. Permanganat konulan büretler MnO_2 teşekkülünden dolayı H_2SO_4 ile asitlendirilmiş $FeSO_4$ çözeltisi ile gümüş nitrat konulan büretler de metalik Ag'den kirlendiđi için HNO_3 ile temizlenir.

Vazelin veya yađsı maddeler büretin ucunu tıkamışsa ince bir tel yardımıyla veya ısıtılarak açılmalıdır.

UYGULAMA FAALİYETİ

- Aşağıdaki işlem basamaklarını ve önerileri dikkate alarak sirkede toplam asit tayininde titrasyon sonrası işlemleri yapınız.

Uygulamada kullanılan araç gereç ve kimyasallar: Kâğıt, kalem, hesap makinesi, büret, temizlik çözeltileri

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none">➤ Büretten harcanan NaOH miktarını okuyunuz ve kaydediniz. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Büreti kuralına göre okuyunuz.➤ Kaydı hatalı yapmayınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Sirkede toplam asit miktarını hesaplayınız. $m = \frac{S \cdot N \cdot F \cdot E}{1000}$	<ul style="list-style-type: none">➤ Hesaplamaları dikkatli yapınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Titrasyon sonunda bürette kalan NaOH çözeltisini boşaltınız. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Boşalttığınız çözeltiyi tekrar çözelti şişesine koymayınız, usulüne uygun olarak imha ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Büreti ve analizde kullandığımız malzemelerini temizleyiniz.	<ul style="list-style-type: none">➤ Temizliği kuralına uygun olarak yapınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki boşlukları uygun şekilde doldurunuz.

1. Büret içerisindeki çözelti renksiz ise sıvı menisküsünün.....seviyesinden okunur.
2. Büretten sıvı seviyesini okurken sıvı ile gözseviyede olmalıdır.
3. Büret kullanılmadan önce temizlik kontrolü yapılmalı, su akıtıldığında içinde bırakmamalıdır.
4. Bütün yıkama işlemlerinde büretler en son ile yıkanarak kullanılır.
5. Çok yağlı büretler önce veya benzinle yıkanıp ondan sonra yıkama çözeltisi ile yıkanır.
6. Büretlerdeki pas gibi çıkmayan lekeler ile temizlenir.
7. Vazelin veya yağsı maddeler büretin ucunu tıkamışsa ince bir tel yardımıyla veya açılmalıdır.

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-4

AMAÇ

Çözeltileri ayarlayabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Çevrenizdeki laboratuvarlarda sık kullanılan ayarlı çözeltileri araştırınız.
- Çözelti ayarlamada kullanılan standart maddeleri araştırınız.

4. ÇÖZELTİ AYARLAMA

Bütün volümetrik analizler için ayarlı çözelti gerekir. Analizde kullanılan çözeltilerdeki herhangi bir yanlışlık analiz sonucunu tamamen etkileyeceğinden ayarlı çözeltinin hazırlanması volümetrik analizin en önemli bölümünü oluşturur.

Çok saf olmayan maddelerle hazırlanan çözeltilerin derişimleri ile gerçek derişimleri farklıdır. Bu tür çözeltilerin gerçek derişimlerinin belirlenmesi işlemine **çözelti ayarlama** denir. Çözeltiler çok saf ve belirli bir formülde tartılabilen maddelerin belirli bir miktarı ile tepkimeye sokulur. Harcanan çözelti hacminden yararlanarak çözeltinin gerçek derişimi hesaplanır. Bu şekilde derişimi kesin olarak belirlenen çözeltilere **ayarlı çözeltiler** denir.

4.1. Çözelti Ayarlama Kullarılan Standart Maddeler

Çözelti ayarlama iki çeşit standart kullanılmaktadır:

- Primer standart maddeler
- Sekonder standart maddeler

Volümetride, çözelti ayarlama kullarılan çok saf maddeye birincil veya primer standart madde denir. Sodyum karbonat, sodyum oksalat, potasyum bikarbonat, boraks, potasyum iyodat ve civa II oksit gibi maddeler primer standart madde olarak kullanılır.

Primer standart olarak kullarılan maddeler kimyasal yapıları belli, saf maddelerdir ve katı hâlde bulunur. Ayarlanacak çözeltinin özelliğine göre kullarılan primer standart madde belirlenerek bunun standart çözeltisi hazırlanıp kullanılır. Primer standart maddeler çözelti hâlinde bulunmaz. Çözelti hâlinde olanlar kullarılan olursa bunlar sekonder standart madde olur.



Resim 4.1: Primer standart maddeler

Bir maddenin primer standart olarak kullanılabilmesi için;

- Maddenin bileşimi tam olarak bilinmeli ve oldukça saf olmalıdır.
- Ayarlanacak çözelti ile hızlı ve stokiyometrik bir tepkime vermelidir.
- Oda sıcaklığında mutlaka kararlı olmalı, bir etüvde kurutulabilmeli ve su veya karbondioksit gibi maddeleri soğurucu özelliği olmamalıdır.
- Küçük tartımlardaki hata oranı büyük tartımdakinden daha büyük olacağından mümkünse eş değer ağırlığı büyük olmalıdır.

Aşağıdaki tablo çeşitli primer standart maddeleri ve bunlarla ayarlanan ayarlı çözeltileri göstermektedir.

Primer Standart	Mol Ağırlığı (g)	Ayarlanan Ayarlı Çözeltiler
Sodyum karbonat (Na_2CO_3)	106,00	HCl, H_2SO_4
Oksalik asit ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)	126,06	NaOH, KOH, KMnO_4
Potasyum hidrojen ftalat (KHC_8O_4)	204,23	HClO_4 , CH_3COOH
Benzoik asit ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-COOH}$)	122,12	NaOCH_3 , LiOCH_3
Sodyum klorür (NaCl)	58,44	AgNO_3
Çinko metali (Zn)	65,37	EDTA
Potasyum iyodat (KIO_3)	214,00	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$

Tablo 4.1: Primer standart maddeler ve ayarlı çözeltiler

Çözelti ayarlamada çok saf madde yerine ayarı belli başka bir çözelti de kullanılabilir. Kullanılan bu ayarı belli çözeltilere **ikincil** veya **sekonder standart** denir. Örneğin, ayarlı bir asit çözeltisi ile bir baz çözeltisinin ayarlanmasında asit çözeltisi veya gümüş nitrat çözeltisinin ayarı belli sodyum klorür ile ayarlanmasında sodyum klorür çözeltileri birer ikincil standart maddelerdir.

Ayarlama işlemlerinde ikincil standart kullanmak, birincil standarttaki kurutma ve tartma gibi bazı işlemleri içermediğinden daha az zaman alır ve bu nedenle laboratuvarında ayarlı çözeltiler bulundurulur. Bu çözeltilerin zamanla bozulmaması, buldukları kaptan ve güneş ışığından etkilenmemesi gerekir. Aksi hâlde ayarlı olarak bilinen çözeltinin derişimi değışeceğinden birçok hataya sebep olabilir.

4.2. Çözelti Ayarlama İşlemleri

Çözelti ayarlama için öncelikle primer standart madde 90-100 °C sıcaklıktaki etüvde 2-3 saat kurutulur. Daha sonra desikatöre alınarak soğutulur. Virgülden sonra dört rakam olacak hassasiyette tartılır (0,1234 gibi) ve yaklaşık 50-100 ml saf su içerisinde çözündürülür. Üzerine kullanılacak indikatör çözeltisinden 2-3 damla eklenerek ayarı yapılacak çözelti ile dönüm noktasına kadar titre edilir ve harcanan hacim kaydedilir (V_1).

Harcanan çözelti miktarından önce volümetrik faktör daha sonra da kesin derişim hesaplanır.

4.3. Faktör Hesaplama

Dönüm noktasında primer maddenin eş deęer gram sayısı titrantın eş deęer gram sayısına eşit olacaktır. Bu ilkedan hareketle aşağıdaki eşitlik kullanılıp önce volümetrik faktör, daha sonra da volümetrik faktör ile yaklaşık derişimin çarpımından **kesin derişim** hesaplanır.

$$F = \frac{m \cdot 1000}{E \cdot N \cdot S}$$

bağıntısı kullanılır.

Burada;

- F = Volumetrik faktör
- m = Primer standart maddenin kütlesi (g),
- S = Harcanan çözelti hacmi (ml)
- E = Standart maddenin eş deęer ağırlığı,
- N = Yaklaşık derişimdir.

$$\text{Kesin Derişim} = F \times \text{Yaklaşık Derişim}$$

Örnek: 0,1N HCl çözeltisini ayarlamak için primer standart madde olarak saf Na_2CO_3 'tan 0,1045 gram alınarak 250 ml'lik erlene konuyor. Üzerine 50 ml saf su eklenerek çözülüyor ve 1-2 damla metiloranj indikatörü ekleniyor. Renk kırmızı oluncaya kadar titre ediliyor. Titrasyonda harcanan asit çözeltisinin hacmi 21,4 ml olarak okunuyor. Buna göre bu asit çözeltisinin faktörünü ve kesin normalitesinin bulunuz (Na_2CO_3 'ın molekül ağırlığı 106, tesir deęerliği 2).

Çözüm:

Verilenler: $E=106/2=53$
 $m=0,1045$ g
 $N=0,1$ normal
 $S=21,4$ ml

Değerleri formüldeki yerlerine koyarsak;

$$F = \frac{m \cdot 1000}{E \cdot N \cdot S} \Rightarrow F = \frac{0,1045 \cdot 1000}{53 \cdot 0,1 \cdot 21,4} \Rightarrow F = 0,921 \text{ olarak bulunur.}$$

Kesin Derişim= $F \times$ Yaklaşık Derişim



Kesin Derişim= $0,921 \times 0,1$





Kesin Derişim= $0,0921$ N




UYGULAMA FAALİYETİ

- Aşağıdaki işlem basamaklarını ve önerileri dikkate alarak yaklaşık derişimi 0,1 N olan HCl çözeltisini sodyum karbonat (Na_2CO_3) ile ayarlayınız.

Uygulamada kullanılan araç gereç ve kimyasallar: Etüv, saat camı, spatül, hassas terazi, erlen, mezür, büret, huni, hesap makinesi, metil oranj indikatörü, 0,1 N HCl, sodyum karbonat

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none">➤ Yeterli miktarda sodyum karbonatı etüvde kurutunuz.	<ul style="list-style-type: none">➤ Etüvün sıcaklık ve süre ayarını yapmayı unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Erlene 0,1-0,2 g sodyum karbonat tartınız. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Tartım kurallarına uyunuz.➤ Tartımı on binde bir hassasiyetinde yapınız.➤ Tartımı kaydetmeyi unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Sodyum karbonatı 100 ml saf su ile çözdürerek çözelti hazırlayınız. 	<ul style="list-style-type: none">➤ Sodyum karbonatı bir miktar saf su ile çözdürdükten sonra istenilen hacme tamamlayınız.

<p>➤ Sodyum karbonat çözeltisinin üzerine metil oranj indikatörü ilave ediniz.</p> 	<p>➤ Temiz bir damlalık kullanınız.</p>
<p>➤ Titrasyon öncesi hazırlıkları yaparak büreti 0,1 N HCl çözeltisi ile doldurunuz.</p> 	<p>➤ Büreti çözelti ile doldururken büret yüksekliğini ayarlayınız. ➤ Büreti çözelti ile doldururken uygun bir huni kullanınız. ➤ Titrasyona başlamadan büretin ucundaki hava boşluğu gideriniz.</p>
<p>➤ Sodyum karbonat çözeltisini 0,1 N HCl ile titre ediniz.</p> 	<p>➤ Çözeltinin damla damla akmasını sağlayınız. ➤ Damlanın dışarıya düşmemesine dikkat ediniz. ➤ Damla düştükçe erlenmayeri taşırmadan yavaş yavaş sallayınız.</p>
<p>➤ Çözelti rengi soğan kabuğu rengi olunca titrasyonu sonlandırınız.</p> 	<p>➤ Renk dönüşümü olunca titrasyona ara veriniz ve çalkalamaya devam ediniz. ➤ Renk kaybolduysa titrasyona devam ediniz, kaybolmadı ise titrasyonu bitiriniz.</p>

<p>➤ Harcanan HCl miktarını büretten okuyunuz ve kaydediniz.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Göz hizasında okuma yapınız. ➤ Okuma yapmadan önce yeterli süre bekleyiniz. ➤ Harcanan HCl miktarını hassas olarak kaydediniz.
<p>➤ Volümetrik faktörü ve HCl çözeltisinin kesin normalitesini hesaplayınız.</p> $F = \frac{m \cdot 1000}{E \cdot N \cdot S}$	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Hesaplamaları dikkatli yapınız.
<p>➤ Ayarlı çözeltiyi uygun ortamda saklayınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Ayarlı çözeltinin özelliğine dikkat ederek ortamı seçiniz. ➤ Renkli şişelerde saklayınız.
<p>➤ Titrasyon sonrası işlemleri yapınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Titrasyon sonunda bürette kalan çözeltiyi boşaltınız. ➤ Büreti ve analizde kullandığınız malzemelerini temizleyiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki boşlukları uygun şekilde doldurunuz.

1. Çözeltilerin gerçek derişimlerinin belirlenmesi işlemine denir.
2. Derişimi kesin olarak belirlenen çözeltileredenir.
3. Volümetride çözeltiyi ayarlayabilmek için kullanılan çok saf maddeye veya standart denir.
4. Primer standart olarak kullanılan maddeler kimyasal yapıları belli, maddelerdir.
5. Bir maddenin primer standart olarak kullanılabilmesi için; tam olarak bilinmeli ve oldukça saf olmalıdır.
6. Bir maddenin primer standart olarak kullanılabilmesi için; ayarlanacak çözelti ile hızlı ve bir tepkime vermelidir.
7. Bir maddenin primer standart olarak kullanılabilmesi için; sıcaklığında mutlaka kararlı olmalıdır.
8. Bir maddenin primer standart olarak kullanılabilmesi için; büyük olmalıdır.
9. Çözelti ayarlama için öncelikle primer standart madde °C sıcaklıktaki etüvde 2-3 saat kurutulur.
10. Çözeltilerde kesin derişimi hesaplamak için yaklaşık derişim ile çarpılır.

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise “Modül Değerlendirme”ye geçiniz.

MODÜL DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki boşlukları uygun şekilde doldurunuz.

1. Bir maddenin hangi bileşenlerden meydana geldiğini anlamak amacıyla yapılan kimyasal analize analiz denir.
2. Bir maddede hangi bulunduğunu öğrenmek amacıyla yapılan nitel analize anyon analizi denir.
3. Cihaz kullanılarak yapılan analizlere denir.
4. Çöktürme titrasyonlarında ayarlı çözelti olarak gümüş nitratin kullanıldığı titrasyonlaradenir.
5. Çözünürlüğü az olan maddelerin titrasyon yoluyla tayinleri üzerine kurulan metotlara denir.
6. Yükseltgenme – indirgenme reaksiyonları üzerine kurulan titrasyonlara denir.
7. Bazen belli hacimde derişimi bilinen çözelti (ayıraç) numune çözeltisi üzerine eklenir. Ayıracın fazlası, aranan maddenin veya başka bir maddenin derişimi belli çözeltisi ile titre edilir. Bu işlemedenir.
8. Titrasyon yaparken erlenmayer sürekli
9. Titrasyonda dönüm noktasını belirlemek için uygun seçilmeli ve fazlasının ilavesinden kaçınılmalıdır.
10. Ayarlı çözelti büretten ilave edilmeli ve bu sırada erlenmayer düzenli olarak çalkalanmalıdır.
11. Titrasyon tamamlandığında oluşan en az 15 saniye kalıcı olmalıdır.
12. Titrasyon sonunda sarfiyatın okunması, büretin çeperlerindeki sıvının akmasını sağlamak için saniye sonra yapılmalı fakat kesinlikle daha sonraya bırakılmamalıdır.
13. Büret içerisindeki çözelti renkli ise sıvı menisküsününseviyesinden okunur.

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki modüle geçmek için öğretmeninize başvurunuz.

CEVAP ANAHTARLARI

ÖĞRENME FAALİYETİ-1'İN CEVAP ANAHTARI

1	Analitik kimya
2	Kimyasal analiz
3	Nicel
4	Volümetrik analiz
5	Alkalimetri, asidimetri
6	İndikatör
7	Pembe

ÖĞRENME FAALİYETİ-2'NİN CEVAP ANAHTARI

1	Büret musluğu
2	İndikatör
3	İki
4	Çalkalanmalıdır
5	Vazelin
6	Ayarlı çözelti
7	Kâğıt – pamuk

ÖĞRENME FAALİYETİ-3'ÜN CEVAP ANAHTARI

1	Alt
2	Aynı
3	Su damlacıkları
4	Saf su
5	Aseton
6	Kral suyu
7	Isıtılarak

ÖĞRENME FAALİYETİ-4'ÜN CEVAP ANAHTARI

1	Çözelti ayarlama
2	Ayarlı çözelti
3	Primer birincil
4	Saf
5	Bileşimi
6	Stokiyometrik
7	Oda
8	Eş değer ağırlığı
9	90-100
10	Volümetrik faktör

MODÜL DEĞERLENDİRMENİN CEVAP ANAHTARI

1	Nitel
2	Anyonların
3	Enstrümental analiz
4	Arjantometri
5	Çöktürme titrasyonları
6	Redoks titrasyonları
7	Geri titrasyon
8	Çalkalanmalıdır
9	İndikatör
10	Damla damla
11	Renk
12	5-10
13	Üst

KAYNAKÇA

- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya (Nisel)**, Devlet Kitapları, Ankara, 2001.
- DEMİR Mustafa, Şahinde DEMİRCİ, Ali USANMAZ, **Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı**, Devlet Kitapları, Ankara, 2001.
- DİLAVER Sabahattin, **ÖSS Hazırlık**, Kaya Yayınları, İstanbul, 1995.
- DÖLEN Emre, **Analitik Kimya Volümetrik Yöntemler**, Marmara Üniversitesi Yayın No: 455, İstanbul, 1988.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Ders Kitabı**, A.Ü.Fen Fakültesi Gazi Yayınları, Ankara, 1999.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı**, A.Ü.Fen Fakültesi, Gazi Yayınları, Ankara, 1999.
- GÜVEN Selma, **Laboratuvar Güvenliği**, Tarımsal Araştırmaları Destekleme ve Geliştirme Vakfı, Yalova, 1999.
- ŞENGÜN İnci, **Analitik Kimya**, İ.Ü. Eczacılık Fakültesi, İstanbul, 1984.
- www.cem.yildiz.edu.tr
- www.atlas.cc.itu.edu.tr
- www.aof.anadolu.edu.tr
- www.kimyaevi.org