

**T.C.
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

KİMYA TEKNOLOJİSİ

**ARJANTOMETRİ
524KI0051**

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. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİ HAZIRLANMASI ve ayarlanması	3
1.1. Arjantometri.....	3
1.2. 0,1 N Gümüş Nitrat Çözeltisinin Hazırlanması	3
1.2.1. 0,1 N Gümüş Nitrat Çözeltisinin Ayarlanması.....	4
1.3. Çöktürme Titrasyonları	5
1.3.1. Çöktürme Titrasyonlarında Kullanılan İndikatörler	9
UYGULAMA FAALİYETİ	12
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	17
ÖĞRENME FAALİYETİ-2	19
2. VOLHARD YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ	19
2.1. Yöntem.....	19
2.2. Klorür Tayini	20
UYGULAMA FAALİYETİ	22
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	25
ÖĞRENME FAALİYETİ-3.....	26
3. MOHR YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ.....	26
3.1. Yöntem.....	26
3.2. Klorür Tayini	27
UYGULAMA FAALİYETİ	29
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	32
ÖĞRENME FAALİYETİ-4	33
4. FAJANS YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ.....	33
4.1. Yöntem.....	33
4.2. Klorür Tayini	34
UYGULAMA FAALİYETİ	35
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	38
MODÜL DEĞERLENDİRME	39
CEVAP ANAHTARLARI.....	40
KAYNAKÇA	42

AÇIKLAMALAR

KOD	524KI0051
ALAN	Kimya Teknolojisi
DAL	Kimya
MODÜLÜN ADI	Arjantometri
MODÜLÜN TANIMI	Gümüş nitrat çözeltisinin hazırlanması ve ayarlanması, çöktürme titrasyonları, ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile yapılan Volhard, Mohr ve Fajans yöntemleriyle klorür tayinleri ile ilgili bilgi ve becerilerinin kazandırıldığı öğrenme materyalidir.
SÜRE	40/24
ÖN KOŞUL	
YETERLİK	Arjantometrik analiz yapabilmek
MODÜLÜN AMACI	Genel Amaç Gerekli ortam sağlandığında kuralına uygun olarak arjantometrik analiz yapabileceksiniz. Amaçlar 1. Gümüş nitrat çözeltisini hazırlayabilecek ve ayarlayabileceksiniz. 2. Volhard yöntemiyle klorür tayini yapabileceksiniz. 3. Mohr yöntemiyle klorür tayini yapabileceksiniz. 4. Fajans yöntemiyle klorür tayini yapabileceksiniz.
EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI	Ortam: Sınıf, atölye, laboratuvar, işletme, kütüphane, ev, bilgi teknolojileri ortamı (internet), kendi kendinize veya grupta çalışabileceğiniz tüm ortamlar Donanım: Projeksiyon, bilgisayar ve donanımları, internet bağlantısı, öğretim materyalleri vb. gümüş nitrat katısı, hassas terazi, beher, balon joje, pipet, piset, büret, erlenmayer, spor ve bağlantı parçaları, gerekli indikatör çözeltileri, analiz için örnekler
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 testi, boşluk doldurma, eşleştirme vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

GİRİŞ

Sevgili Öğrenci,

Bu modülde Kimya Teknolojisi alanının nicel analizlerinden çöktürme titrasyonlarını ve uygulamalarını öğreneceksiniz. Bu bilgiler sizin iş hayatına atılmanıza yardımcı olacaktır.

Bu modülü tamamladığınızda, çöktürme titrasyonlarını yapabilecek ve analiz sonuçlarını hesaplayabilecek kadar bilgi ve beceri edineceksiniz.

Mesleğinizi en iyi şekilde öğrenebilmeniz ve uygulayabilmeniz için mesleki alandaki teknolojik gelişmeleri takip etmelisiniz.

Ülkemizin geleceği açısından çok önemli olduğunuzu unutmamalısınız. Üzerinize düşen görevler çerçevesinde ve sizi ilgilendirebilecek her konuda kendinizi geliştirmelisiniz. Araştırmacı olmalı ve daima çalışmalısınız. O takdirde, sizden beklenen umutlar, boşa çıkmayacaktır.

Türkiye Cumhuriyeti'nin kurucusu ulu önder Mustafa Kemal Atatürk, bizlere çok çalışmamız gerektiğini her zaman işaret etmiş ve bu uğurda millete hitaben “Hiçbir şeye muhtaç değiliz, yalnız tek bir şeye çok ihtiyacımız vardır: Çalışkan olmak!” demek kaydıyla başarının çalışmakla geleceğini vurgulamıştır.



ÖĞRENME FAALİYETİ-1

AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, kuralına uygun olarak gümüş nitrat çözeltisi hazırlayacak ve ayarlayabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Molar çözelti hazırlamayı tekrarlayınız.
- Gümüş ve bileşikleri hakkında araştırma yapınız.
- Güç çözünen gümüş tuzlarının çözünürlüklerini araştırınız.
- Çözelti ayarlama işlemini araştırınız.
- Gümüş nitrat çözeltisi için başka ayarlama yöntemlerini araştırınız.

1. GÜMÜŞ NİTRAT ÇÖZELTİSİ HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

Gümüş nitrat (AgNO_3), beyaz kristaller hâlinde, suda çözünür, zehirlidir ve cildi tahrip eden özellikleri vardır. Camın ayna hâline getirilmesinde veya metallerin gümüşle kaplanmasında kullanılır. İpeğin ve boynuzun boyanmasında, fotoğrafçılıkta, sabit mürekkeplerin imalatında, antiseptik ve parazit öldürücü madde olarak da kullanılır. Buna bazen “cehennem taşı” da denilmektedir. Bununla beraber, bu isim aynı zamanda, içine az miktarda sodyum ve potasyum nitrat, bazen de az miktarda gümüş klorür katılmak suretiyle birlikte eritilmiş bulunan gümüş nitrata da verilmiş olup dağılayıcı olarak kullanılmaktadır.

1.1. Arjantometri

Güç çözünen maddelerin titrasyon yoluyla tayinleri üzerine kurulan metotlara çöktürme titrasyonları denir.

Çöktürme titrasyonları ile halojenler ve bazı iyonlar gravimetrik yöntemlerden daha kolay ve daha emin olarak analiz edilebilir.

Çöktürme titrasyonlarında ayarlı çözelti olarak gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlara **arjantometri** denir. Arjantometri ile genellikle halojenürler (X^-) ve rodanür [(tiyosiyandır), (SCN^-)] tayin edilir.

1.2. 0,1 N Gümüş Nitrat Çözeltisinin Hazırlanması

Ağzı cam kapaklı tartım kabına 10 gram kadar gümüş nitrat (AgNO_3) alınarak etüvde $100-110^\circ\text{C}$ 'de 2 saat kadar kurutulur. Desikatörde soğutulan maddeden 8,496 g alınarak 500

ml'lik balon jojeye aktarılır. Önce bir miktar saf suda çözülür. Daha sonra balon jojenin ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur. Böylece derişimi tam 0,1 normal olan gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi elde edilir.

1.2.1. 0,1 N Gümüş Nitrat Çözeltisinin Ayarlanması

Gümüş nitratın saflık derecesinden emin olunmadığı durumlarda hazırlanan 0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi primer standart özellikteki sodyum klorüre (NaCl) karşı ayarlanır.

1.2.1.1. Primer Standart Maddeler İle Ayarlanması

NaCl çok saf olarak elde edilebilir. Ancak biraz nem çekici olduğundan bir etüvde kurutulduktan sonra kullanılabilir. 100-110 °C'de 2 saat kadar kurutulmuş olan NaCl 'den 0,1 -0,2 g civarında duyarlı olarak tartılır. Yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getirildikten sonra genellikle mohr yöntemine göre titre edilerek ayarlama işlemi yapılır.

Ayarlama ile ilgili hesaplama;

$$F = \frac{T \cdot 1000}{S \cdot N \cdot E} \quad \text{eşitliğinden yapılabilir.}$$

Formülde;

T= Aranan maddenin tartımı

F= Volümetrik faktör

S= Titrasyon için harcanan ayarlı çözelti sarfiyatı (ml)

N= Ayarlı çözeltinin yaklaşık normalitesi (AgNO_3 için 0,1 N)

E= Örneğin eşdeğer ağırlığıdır (NaCl için 58,46 g).

1.2.1.2. Segonder Standart Maddeler İle Ayarlanması

Primer standart özelliğe sahip NaCl katısından 0,1 N derişimde çözelti hazırlanır. Bunun için 100–110 °C'de 2 saat kadar kurutulmuş olan NaCl 'den duyarlı olarak 5,8460 g tartım alınır. Balon jojede 1 l'ye tamamlanırsa tam 0,1 normallik çözeltisi hazırlanmış olur. Buradan 25'er ml'lik örnekler alınarak ayarlanacak gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi ile genellikle mohr yöntemine göre titre edilerek ayarlama işlemi yapılır.

Ayarlama ile ilgili hesaplama;

$$N_{\text{NaCl}} \cdot V_{\text{NaCl}} = N_{\text{AgNO}_3} \cdot V_{\text{AgNO}_3} \quad \text{eşitliğinden yapılabilir.}$$

Formülde; N_{NaCl} = Sodyum klorürün normalitesini (0,1 N)

V_{NaCl} = Sodyum klorürün hacmini (25 ml)

N_{AgNO_3} = Gümüş nitratın tam normalitesini

V_{AgNO_3} = Titrasyon için sarf edilen gümüş nitratın hacmini ifade eder.

Örnek: Bir AgNO_3 çözeltisinin ayarlanmasında 25 ml gümüş nitrat çözeltisi için 75 ml'sinde 0,75 g KSCN ihtiva eden çözeltiden 25 ml kullanılıyor. AgNO_3 katısının normalitesi kaçtır?

Çözüm:

$$\text{EGS}_{\text{KSCN}} = \frac{m}{\text{EDA}} \Rightarrow \text{EGS}_{\text{KSCN}} = \frac{0,75}{\frac{97}{1}} = 0,007731 \text{ eşdeğer g}$$

$$N = \frac{\text{EGS}}{V(\text{lt})} \Rightarrow N = \frac{0,007731}{0,075} \quad N = 0,10308 \text{ normal} = N_{\text{AgNO}_3}$$

Gümüş nitrat ile KSCN' nin kullanılan hacimleri eşit olduğundan derişimleri de eşittir

Örnek: Yaklaşık derişimi 0,1 Normal olan AgNO_3 çözeltisini ayarlamak için 0,1332 g NaCl tartımı alınıyor. Gerekli işlemlerden sonra titrasyonu için 18,9 ml AgNO_3 çözeltisi sarf ediliyor. Buna göre AgNO_3 çözeltisinin faktörü nedir? (Na:23 Cl:35,5)

Çözüm:

$$F = \frac{T.1000}{S.N.E} \quad F = \frac{0,1332.1000}{18,9.0,1.58,5} \quad F = 1,2047$$

Örnek: Yaklaşık derişimi 0,1 normal olan AgNO_3 çözeltisini ayarlamak için tam derişimi 0,1025 olan sekonder standart NaCl çözeltisinden 25 ml alınarak gerekli işlemleri yapılıyor. Titrasyonu için 24,3 ml AgNO_3 çözeltisi sarf edildiğine göre AgNO_3 çözeltisinin tam derişimi nedir?

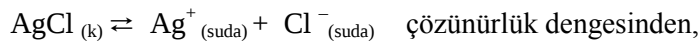
Çözüm:

$$(N.V)_{\text{NaCl}} = (N.V)_{\text{AgNO}_3} \quad (0,1025.0,025) = (N.0,0243) \quad N_{\text{AgNO}_3} = 0,10545$$

1.3. Çöktürme Titrasyonları

Çöktürme titrasyonlarında çökelme miktarı, ortamda bulunan iyonların derişimleri ile ilgili olduğundan çözeltideki derişim değışimleri izlenebilir ve bununla ilgili titrasyon eğrisi grafikleri çizilebilir.

Örneğin ayarlı gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi ile klorür tayininde derişim değışimlerini izleyerek ilgili titrasyon eğrisi grafiğı çizilebilir. Klorür (Cl^-) örneğı üzerine gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi ilave edilmeye başlandığında hemen gümüş klorür (AgCl) çökeleğı meydana gelir. İlave edilen gümüş iyonlarının (Ag^+) büyük çoğunluğu AgCl çökeleğı şeklinde çöker. Ancak çözünürlük dengesi ölçüsünde az bir miktarı çözeltide kalır. Ortamda klorür (Cl^-) var olduğu sürece çökmeden kalan gümüş iyonları (Ag^+) derişimi;



$$K_{\text{çç}} = [\text{Ag}^+] [\text{Cl}^-] \text{ çözünürlük çarpımı eşitliğinden}$$

$$[Ag^+] = \frac{K_{\text{ÇÇ}}}{[Cl^-]} \text{ 'den hesaplanabilir.}$$

Çökeltinin çözünürlük çarpımı biliniyorsa ilave edilen ayarlı gümüş nitrat ($AgNO_3$) çözeltisi hacmine karşılık, çözeltideki Ag^+ veya Cl^- derişiminin eksi logaritması alınır S şeklindeki titrasyon eğrisi elde edilir.

Örneğin; 100 ml 0,1 M NaCl çözeltisinin 100 ml 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ile titrasyon eğrisini çizilmek istenirse; $AgCl$ 'ün $K_{\text{ÇÇ}} = 1,10^{-10}$

a) Titrasyona başlamadan önce; Ortamdaki $[Cl^-]$ 0,1 M olduğundan;

$$pCl = -\log [Cl^-] \quad pCl = -\log 0,1 \quad \underline{pCl = 1} \text{ olur.}$$

Çözeltiye 10 ml $AgNO_3$ çözeltisi ilave edildiğinde $[Cl^-]$ derişimi;

$(N.V)_{Cl^-} - (N.V)_{Ag^+} = (N.V)_{Cl^- \text{ son}}$ eşitliğinden
(Tesir değerkleri 1 olduğundan dolayı Normalite = Molarite) alınabilir.

$$[Cl^-] = \frac{100 \cdot 0,1 - 10 \cdot 0,1}{100 + 10} \Rightarrow [Cl^-] = \frac{9}{110} \Rightarrow [Cl^-] = 0,082 \text{ M olur.}$$

$$pCl = -\log [Cl^-]$$

$$pCl = -\log 0,082$$

$$\underline{pCl = 1,09} \text{ olur.}$$

Bu anda çözeltideki $[Ag^+]$ derişimi ise çöken $AgCl$ 'ün iyonlaşmasından gelen miktar kadardır ve derişimi;

$$[Ag^+] = \frac{K_{\text{ÇÇ}}}{[Cl^-]} \Rightarrow [Ag^+] = \frac{1,10^{-10}}{0,082} \text{ den } [Ag^+] = 1,22 \cdot 10^{-9} \text{ M olur.}$$

$$pAg = -\log [Ag^+] \quad pAg = -\log 1,22 \cdot 10^{-9} \quad \underline{pAg = 8,91} \text{ olur.}$$

c) Titrasyona 25 ml $AgNO_3$ çözeltisi ilave edildiğinde $[Cl^-]$ derişimi ve $[Ag^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$[Cl^-] = 0,06 \text{ M} \quad \underline{pCl = 1,22}$$

$$[Ag^+] = 1,66 \cdot 10^{-9} \text{ M} \quad \underline{pAg = 8,77}$$

ç) Titrasyona 50 ml $AgNO_3$ çözeltisi ilave edildiğinde $[Cl^-]$ derişimi ve $[Ag^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$[Cl^-] = 3,33 \cdot 10^{-2} \text{ M} \quad \underline{pCl = 1,48}$$

$$[Ag^+] = 3,00 \cdot 10^{-9} \text{ M} \quad \underline{pAg = 8,52}$$

d) Titrasyona 75 ml $AgNO_3$ çözeltisi ilave edildiğinde $[Cl^-]$ derişimi ve $[Ag^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$[Cl^-] = 1,43 \cdot 10^{-2} \text{ M} \quad \underline{pCl = 1,85}$$

$$[Ag^+] = 7,00 \cdot 10^{-9} \text{ M} \quad \underline{pAg = 8,15}$$

e) Titrasyona 90 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 5,20 \cdot 10^{-3} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 2,28}} \\ [\text{Ag}^+] &= 1,90 \cdot 10^{-8} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 7,72}} \end{aligned}$$

f) Titrasyona 99 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 5,03 \cdot 10^{-4} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 3,23}} \\ [\text{Ag}^+] &= 1,90 \cdot 10^{-7} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 6,72}} \end{aligned}$$

g) Titrasyona 99,9 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 5,03 \cdot 10^{-5} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 4,31}} \\ [\text{Ag}^+] &= 1,90 \cdot 10^{-6} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 5,72}} \end{aligned}$$

ğ) Titrasyona 100 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde eşdeğerlik noktasına ulaşılacağından iyon derişimleri, çözünürlük çarpımı dengesinden;

$$\begin{aligned} K_{\text{çç}} &= [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-] \text{ eşitliğinden} \\ 1 \cdot 10^{-10} &= [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-] \text{ den;} \\ [\text{Ag}^+] &= [\text{Cl}^-] = 1 \cdot 10^{-5} \text{ olur.} \\ [\text{Cl}^-] &= 10^{-5} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 5,00}} \\ [\text{Ag}^+] &= 10^{-5} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 5,00}} \end{aligned}$$

h) Titrasyona 100,1 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Ag}^+]$ derişimi fazla ilave edilmiş olan 0,1 ml 0,1 M AgNO_3 çözeltisinden gelen miktar kadardır.

$$\begin{aligned} (\text{N.V})_{\text{Ag}^+} - (\text{N.V})_{\text{Cl}^-} &= (\text{N.V})_{\text{Ag}^+ \text{ son}} \text{ eşitliğinden} \\ [\text{Ag}^+] &= \frac{100,1 \cdot 0,1 - 100 \cdot 0,1}{100 + 100,1} \Rightarrow [\text{Ag}^+] = \frac{0,01}{200,1} \Rightarrow [\text{Ag}^+] = 5 \cdot 10^{-5} \text{ M olur.} \end{aligned}$$

$[\text{Cl}^-]$ derişimi ise yukarıda olduğu gibi;

$\text{AgCl} \rightleftharpoons \text{Ag}^+ + \text{Cl}^-$ çözünürlük dengesinden,

$$K_{\text{çç}} = [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-] \text{ eşitliğinden} \Rightarrow [\text{Cl}^-] = \frac{K_{\text{çç}}}{[\text{Ag}^+]} \text{ den hesaplanabilir.}$$

$$[\text{Cl}^-] = \frac{1 \cdot 10^{-10}}{5 \cdot 10^{-5}} \quad [\text{Cl}^-] = 2 \cdot 10^{-6} \text{ M olur.}$$

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 2,00 \cdot 10^{-6} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 5,70}} \\ [\text{Ag}^+] &= 5,00 \cdot 10^{-5} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 4,31}} \end{aligned}$$

ı) Titrasyona 101 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 2,00 \cdot 10^{-7} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pCl} = 6,70}} \\ [\text{Ag}^+] &= 5,00 \cdot 10^{-4} \text{ M} & \underline{\underline{\text{pAg} = 3,31}} \end{aligned}$$

i) Titrasyona 110 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 1,90 \cdot 10^{-8} \text{ M} & \text{pCl} &= 7,72 \\ [\text{Ag}^+] &= 5,20 \cdot 10^{-3} \text{ M} & \text{pAg} &= 2,28 \end{aligned}$$

j) Titrasyona 150 ml AgNO_3 çözeltisi ilave edildiğinde $[\text{Cl}^-]$ derişimi ve $[\text{Ag}^+]$ derişimi hesaplamaları benzer şekilde yapıldığında;

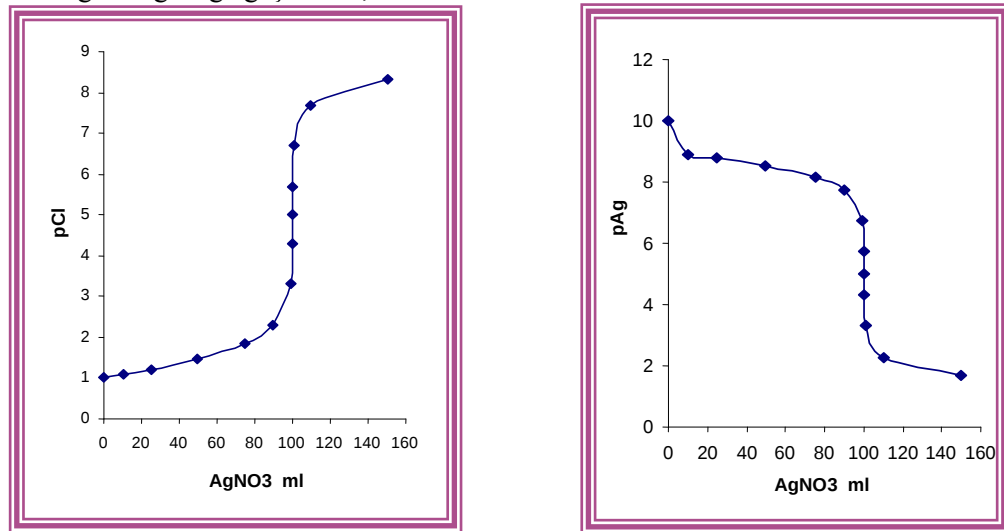
$$\begin{aligned} [\text{Cl}^-] &= 5,00 \cdot 10^{-9} \text{ M} & \text{pCl} &= 8,31 \\ [\text{Ag}^+] &= 2,00 \cdot 10^{-2} \text{ M} & \text{pAg} &= 1,70 \end{aligned} \quad \text{olarak bulunur.}$$

Bu değerler bir tablo hâlinde toplanır ve grafiğe geçirilirse;

Deney	Eklenen AgNO_3 ml	$[\text{Cl}^-]$	$[\text{Ag}^+]$	pCl	pAg
a	0,00	0,1	0,00	1	10
b	10,00	$8,20 \cdot 10^{-2}$	$1,22 \cdot 10^{-9}$	1,09	8,91
c	25,00	$6,00 \cdot 10^{-2}$	$1,66 \cdot 10^{-9}$	1,23	8,77
ç	50,00	$3,30 \cdot 10^{-2}$	$3,00 \cdot 10^{-9}$	1,48	8,52
d	75,00	$1,43 \cdot 10^{-2}$	$7,00 \cdot 10^{-9}$	1,85	8,15
e	90,00	$5,26 \cdot 10^{-3}$	$1,90 \cdot 10^{-8}$	2,28	7,72
f	99,00	$5,03 \cdot 10^{-4}$	$1,90 \cdot 10^{-7}$	3,23	6,72
g	99,90	$5,00 \cdot 10^{-5}$	$1,90 \cdot 10^{-6}$	4,31	5,72
ğ	100,00	$1,00 \cdot 10^{-5}$	$1,00 \cdot 10^{-5}$	5,00	5,00
h	100,10	$2,0 \cdot 10^{-6}$	$5,00 \cdot 10^{-5}$	5,70	4,31
ı	101,00	$2,0 \cdot 10^{-7}$	$5,00 \cdot 10^{-4}$	6,70	3,31
i	110,00	$2,0 \cdot 10^{-8}$	$5,20 \cdot 10^{-3}$	7,70	2,28
j	150,00	$5,0 \cdot 10^{-9}$	$2,00 \cdot 10^{-2}$	8,31	1,70

Tablo 3.1: 1-100 ml 0,1 M NaCl çözeltisinin 0,1 M AgNO_3 çözeltisi ile titrasyonu ile ilgili değerler

Bu değerler grafiğe geçirilirse;



Grafik 3.2: 1 –100ml 0,1 M NaCl ün 100ml 0,1 M AgNO_3 çözeltisi ile titrasyon eğrileri

Eğrileri elde edilir.

1.3.1. Çöktürme Titrasyonlarında Kullanılan İndikatörler

Çöktürme titrasyonlarında oldukça değişik özelliklerde indikatörler kullanılır. Bunlar (eşdeğerlik noktasından hemen sonra, dönüm noktasında);

- Renkli çökelek meydana getiren indikatörler (kromat indikatörü),
- Renkli çözelti meydana getiren indikatörler (kompleks indikatörü),
- Ortamda var olan çökeleğin rengini değiştiren indikatörler (soğurma indikatörleri) dir.

İndikatörlerin eşdeğerlik noktasının hemen ötesinde (dönüm noktası) ister farklı renkte bir çökelek ister renkli bir çözelti meydana getirsınler, bunların hepsinin çözünürlük çarpımının veya denge sabitlerinin çok küçük olması gerekir. Ayrıca ortama ilave edilen ayarlı çözelti ile tepkime başlangıcında bir bileşik verse bile titrasyon süresinde, bu bileşiğin tekrar bileşenlerine ayrılarak ayarlı çözeltinin, analiz edilecek örnekle bileşik vermesini engellemelidir.

İndikatörlerin iyi sonuç verebilmesi, ayarlı çözeltinin çok seyreltik olmamasına da bağlıdır. Örneğin 0,1 N çözeltinin 0,1 ml'si ile gözlenebilecek bir renk 0,001 N çözeltinin ancak 6-7 ml'si ile gözlenebilir.

1.3.1.1. Renkli Çökelek Meydana Getiren İndikatörler (Kromat İndikatörü)

Bazı titrasyonlarda farklı renkte ikinci bir çökelek meydana getirilmesiyle dönüm noktası belirlenebilir. İndikatör olarak kullanılacak maddenin ayarlı çözelti ile verdiği çökeleğin çözünürlüğünün titrasyon maddesinin, çökeleğinden biraz daha çok ve farklı bir renkte olması gerekir. Bu şartları sağlayan maddeler, çöktürme titrasyonlarında indikatör olarak kullanılabilir.

Örneğin, Mohr metodu ile klorür tayininde indikatör olarak potasyum kromat çözeltisi kullanılır.

Titrasyon tepkimesi $\text{Ag}^+_{(\text{suda})} + \text{Cl}^-_{(\text{suda})} \rightleftharpoons \text{AgCl}_{(\text{k})} \downarrow$ beyaz çökelek

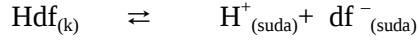
İndikatör tepkimesi $2\text{Ag}^+_{(\text{suda})} + \text{CrO}_4^{2-}_{(\text{suda})} \rightleftharpoons \text{Ag}_2\text{CrO}_4_{(\text{k})} \downarrow$ turuncu çökelek

Kromat indikatörü: 0,1 molarlık veya kütlece % 5'lik K_2CrO_4 çözeltisi olacak şekilde hazırlanır.

1.3.1.2. Renkli Çözelti Meydana Getiren İndikatörler(Kompleks İndikatörü)

Çöktürme titrasyonlarında dönüm noktasını belirlemek için kullanılan indikatör çeşitlerinden birisi de belirtecin fazlası ile indikatör olarak kullanılan maddenin eşdeğerlik noktasından hemen sonra renkli bir çözelti meydana getirmesidir. Buna örnek olarak Volhard metodu ile klorür tayininde kullanılan demir (III) iyonu $[\text{Fe}^{+3}]$ $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ verilebilir. Ortamdaki $[\text{Fe}^{+3}]$ iyonu, titrasyonda ayraç olarak kullanılan rodanür (SCN^-) ile eşdeğerlik noktasından hemen sonra (dönüm noktası),

Eşdeğerlik noktasında rengin iyi gözlenmesi df^- derişimine bağıdır. Gerek flüoressein gerekse diklorofluoressein zayıf asit olduklarından;



dengesi büyük ölçüde ortamın pH'ına bağıdır. pH değerin büyük olması ortamda $df^-_{(suda)}$ derişiminin artmasına, küçük olması ise $df^-_{(suda)}$ derişiminin azalmasına neden olur. Bu nedenle ortam pH'ına dikkat etmek gerekir. Yüksek pH'larda gereğinden daha az $AgNO_3$ çözeltisi, düşük pH'larda ise gereğinden daha fazla $AgNO_3$ çözeltisi harcanır. Fluoressein için $pH = 7-10$, diklorofluoressein için ise $pH = 4-6$ arası olmalıdır. Eosin ise $pH = 2$ civarında kullanılır. Bu pH'ta eosin indikatörü ile Cl^- tayin edilemez.

Bu tip titrasyonlar için bir diğr faktör de sıcaklıktır. Sıcaklık yüksek olmamalıdır. Çünkü yüksek sıcaklıkta çökeleklerin koloidal hâle geçme özelliği azalır.

- **Fluoressein çözeltisi:** 0,2 g fluoresseinin 100 ml %70'lik alkolde çözülmesi ile hazırlanır. Bu amaçla fluoresseinin sodyum tuzu da kullanılabilir.
- **Eosin çözeltisi:** 0,1 g eosinin %70'lik alkolde çözülmesi veya 0,1 g sodyum tuzunun 100 ml suda çözülmesi ile hazırlanır.

UYGULAMA FAALİYETİ

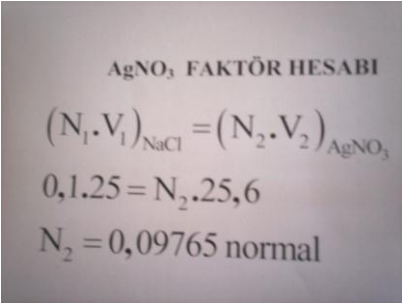
0,1 normal gümüş nitrat çözeltisinin hazırlanmasına ve ayarlanmasına ilişkin aşağıdaki uygulamaları yapınız.

Kullanılan araç gereçler: Gümüş nitrat, sodyum klorür, terazi, etüv, beher, desikatör, spatül, 500 ml'lik balon joje, piset, saf su

İşlem Basamakları	Öneriler
0,1 N gümüş nitrat çözeltisi hazırlamak için;	
➤ 10 gram kadar gümüş nitrat tartınız. 	➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız. ➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz. ➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uygun çalışınız. ➤ Kullanacağınız cam malzemeleri temizleyiniz ve kurulayınız.
➤ 100-110 °C'de 2 saat süreyle etüvde kurutunuz. 	➤ Etüvü 100-110 °C'ye ayarlamayı unutmayınız. ➤ Saate bakmayı ve not etmeyi ihmal etmeyiniz.
➤ Soğutulan AgNO₃ katısından 8,4960 gram tartınız. 	➤ Desikatörün kapağını dikkatli kapatınız ve açınız. ➤ Tartımı kuralına uygun yapınız.

➤ 500 ml’lik balon jojeye alınız. Bir miktar saf suda çözünüz 	➤ Balon jojeyi tamamlarken ölçü çizgisine dikkat ediniz.
➤ 500 ml kadar saf su ekleyiniz.	➤ Ölçü çizgisini geçirmeyiniz.
➤ Renkli cam şişede saklayınız.	➤ Aktarırken dışarıya dökmeyiniz.
0,1 N gümüş nitrat çözeltisini ayarlamak için;	
➤ Saf sodyum klorürü 2 saat süreyle 100-110 °C’deki etüvde kurutunuz. 	➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız. ➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz. ➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uygun çalışınız. ➤ Kullanacağınız cam malzemeleri temizleyiniz ve kurulaştırınız. ➤ Etüvü 100 -110 °C’ye ayarlamayı unutmayınız ➤ Saate bakmayı ve not etmeyi ihmal etmeyiniz.
➤ 250 ml’lik erlene 0,1 – 0,2 g civarında tartınız. 	➤ Tartımı kuralına uygun yapınız. ➤ Tarttığınız örnek miktarını kaydediniz.

➤ Yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getiriniz. 	➤ Seyreltme ve çözme esnasında dışarı çözelti taşırmayınız.
➤ 0,1 M potasyum kromat çözeltisinden 2 ml veya % 5'lik çözeltisinden 1 ml ilave ediniz. 	➤ İndikatörü gereğinden fazla eklemeyiniz. Çünkü titrasyonu için fazla ayarlı çözelti sarf edersiniz
➤ Büreti gümüş nitrat çözeltisi ile doldurunuz. 	➤ Büreti taşırmadan doldurunuz. ➤ Sıfır ayarı yapmadan önce uç kısmını gümüş nitrat çözeltisi ile doldurmayı unutmayınız. ➤ Sıfır ayarını dikkatli yapınız.
➤ Turuncu renkli ikinci bir çökelek oluncaya kadar titre ediniz. 	➤ Titrasyonu yaparken saniyede 3 damla gümüş nitrat çözeltisi düşecek şekilde büret musluğunu ayarlayınız. ➤ Dönüm noktasına yaklaştığınızda daha dikkatli olunuz. ➤ Renk dönüşümü gerçekleştiğinde rengin 30 saniye kalıcı olmasına dikkat ediniz.

➤ Büretten sarfiyatı okuyunuz. 	➤ Titrasyon bitiminde 5 saniye kadar büret içindeki çözeltinin inmesini bekleyiniz. ➤ Sarfiyatı kuralına uygun okuyunuz.
➤ Gümüş nitrat çözeltisinin faktör hesabını yapınız. 	➤ Hesaplamayı hatalı yapmayınız.
➤ Aynı işlemi en az iki kez tekrar etmek	➤ Birbirine yakın değerler bulmalısınız.

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için Evet, kazanamadığınız beceriler için Hayır kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1.	10 gram gümüş nitrat tarttınız mı?		
2.	100–110 °C’de 2 saat süreyle etüvde kuruttunuz mu?		
3.	Soğutulan maddeden 8,4960 gram tarttınız mı?		
4.	500 ml’lik balon jojeye alarak saf suda çözdünüz mü?		
5.	500 ml’ye kadar saf su eklediniz mi?		
6.	Renkli cam şişede sakladınız mı?		
7	Saf sodyum klorürü 2 saat süreyle 110 °C’deki etüvde kuruttunuz mu?		
8	250 ml lik erlene 0,1 – 0,2 g civarında tarttınız mı?		
9	Yaklaşık 100 ml’lik çözelti hâline getirdiniz mi?		
10	0,1 M potasyum kromat çözeltisinden 2 ml veya % 5’lik çözeltisinden 1 ml ilave ettiniz mi?		
11	Büreti gümüş nitrat çözeltisi ile doldurdunuz mu?		
12	Turuncu renkli ikinci çökelek oluncaya kadar titrasyon yaptınız mı?		
13	Büretten sarfiyatı okudunuz mu?		
14	Faktör hesabı yaptınız mı?		
15	Aynı işlemi en az iki kez tekrar ettiniz mi?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme”ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

1. Güç çözünen maddelerin titrasyon yoluyla tayinleri üzerine kurulan metotlara denir.
2. Çöktürme titrasyonlarında ayarlı çözelti olarak gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlara denir.
3. Çözeltideki Ag^+ veya Cl^- derişiminin eksi logaritması alınırsa titrasyon eğrisi elde edilir.
4. Çöktürme titrasyonlarında kullanılan İndikatörlerin hepsinin veya çok küçük olması gerekir.
5. Kromat indikatörü..... veyalik K_2CrO_4 çözeltisi olacak şekilde hazırlanır.
6. Gümüş nitrat camın hâline getirilmesinde veya metallerin kaplanmasında kullanılır.
7. Gümüş nitrat ipeğin ve boynuzun kullanılır.
8. Gümüş nitrat, sabit mürekkeplerin antiseptik ve madde olarak kullanılır.
9. Gümüş nitrata bazenda denilmektedir.
10. Gümüş nitrat çözeltisi primer standart özelliktekikarşı ayarlanır.
11. Primer standart sodyum klorür etüvde°C'de ... süre ile kurutulur.
12. Ayarlanacak gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi ile genellikle göre titre edilerek ayarlanır.

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

13. 0,01 normal 1000 ml AgNO_3 çözeltisi için kaç g AgNO_3 gerekir? (Ag:108 N:14 O:16)
A) 2,56 g B) 1,7 g C) 0,17 g D) 3,4 g
14. 25,5 g AgNO_3 tuzu saf su ile balon jojede 500 ml'lik hacme tamamlanıyor. Çözeltinin normal derişimi kaç olur? (Ag:108 N:14 O:16)
A) 2,5 normal B) 0,25 normal C) 3 normal D) 0,3 normal

15. Yaklaşık derişimi 0,1 normal olan AgNO_3 çözeltisini ayarlamak için 0,1225 g NaCl tartımı alınıyor. Gerekli işlemlerden sonra titrasyonu için 19,5 ml AgNO_3 çözeltisi sarf ediliyor. Buna göre AgNO_3 çözeltisinin faktörü nedir? (Na:23 Cl:35,5)
A) 1,0738 B) 0,9966 C) 1,2244 D) 1,1564
16. Yaklaşık derişimi 0,1 normal olan AgNO_3 çözeltisinin ayarlanmasında 0,1 normal NaCl çözeltisinden alınan 25 ml'lik kısmın titrasyonu için 26,7 ml AgNO_3 çözeltisi harcanıyor. Buna göre AgNO_3 çözeltisinin tam derişimi nedir?
A) 0,1041 B) 0,09875 C) 0,09363 D) 0,1025

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

Gerekli ortam sağlandığında, kuralına uygun olarak Volhard yöntemiyle klorür tayini yapabilecek bilgi ve beceriye sahip olabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

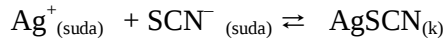
- Volhard yöntemiyle klorür tayini hakkında araştırma yapınız.
- Klorür tayin yöntemleri hakkında araştırma yapınız.

2. VOLHARD YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ

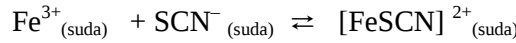
2.1. Yöntem

Volhard metodu, gümüş tayini için geliştirilmiş olmasına rağmen değiştirilmiş şekliyle halojenler ve daha başka maddelerde tayin edilebilir.

Bu metotla direkt titrasyonla ayarlı rodanür (SCN^-) çözeltisiyle gümüş tayin edilir. İndikatör olarak demir III iyonu (Fe^{3+}), $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ kullanılır. Gümüş tayini esnasında;

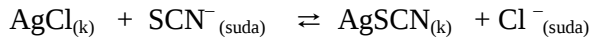


Tepkimesi olur ve eşdeğerlik noktasının hemen ötesinde SCN^- ün bir damla fazlası ortamdaki Fe III iyonları ile koyu kırmızı renkli demir III mono tiyosiyanür ($[\text{FeSCN}]^{2+}$) kompleksinin oluşmasına neden olur.



Kompleks nitrik asitli ortamda daha iyi görülür. Aksi hâlde Fe III hidroksit çöker.

Halojenürlerin analizinde ise belirli bir hacimdeki ayarlı gümüş nitrat çözeltisi örneğe eklenir ve gümüşün fazlası ayarlı SCN^- ile geri titre edilir. Klorür tayininde geri titrasyondan önce AgCl çökeleğinin süzülerek uzaklaştırılması gerekir. Aksi hâlde geri titrasyon sırasında



tepkimesi gereğince bir miktar AgCl çözülür. Bu olay da analiz hatasına neden olur. Diğer halojenürlerin çözünürlüğü daha az olduğundan SCN^- ile tepkime vermez.

Bu metot diğerlerine göre daha çok kullanılır. Yalnız dönüm noktasını gözetlemek biraz fazla dikkat ister. Çünkü titrasyon esnasında oluşan AgSCN bol miktarda gümüş iyonu absorbe eder. Bu iyonları kurtarmak için uzun süre çalkalamak gerekir. Son damla SCN^- ile meydana gelen renk uzunca bir süre kalınca titrasyona son verilir.

2.2. Klorür Tayini

Çözünen klorür içeren madde 100-110 °C'de 2 saat kadar kurutulur. Buradan dikkatlice tartılmış 2 g kadar madde 250 ml'lik bir balon jojeye alınarak 250 ml'lik çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltiden alınan 50 ml'lik örnek üzerine 50 ml ayarlı 0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi damla damla çalkalanarak ilave edilir.

Çökeleğin iyice çökmesi ve absorbe olmuş (soğurulmuş) gümüş iyonlarının çözeltiye geçmesi için bir süre daha çalkalanır. Üzerine oluşan gümüş klorür çökeleğini süzmemek için 1 ml 6 M nitrik asit ve 3 ml nitrobenzen ilave edilir. Çökelek süzülürse buna gerek kalmaz. İndikatör olarak her 100 ml çözelti için 2 ml % 40'lık demir amonyum şapı çözeltisi ilave edilir ve ayarlı rodanür (SCN^-) çözeltisi ile geri titre edilir. Titrasyon esnasında çözelti sürekli çalkalanır. Dönüm noktasında meydana gelen koyu kırmızı rengin kalıcı olduğu zaman titrasyona son verilir.

➤ Volhard Metoduyla Yapılan Çeşitli Titrasyonlar

- Gümüş nitratla verdiği çökelek ortamdan uzaklaştırılmadan analizi yapılan iyonlar; Br^- , I^- , SCN^- , AsO_4^{3-} tır. Bunlardan birini bulunduran bir çözeltiye miktarı belirli fazlaca gümüş nitrat konur ve meydana gelen çökelek süzülmeden AgNO_3 ın fazlası ayarlı SCN^- ile Fe III indikatörü yanında geri titre edilir.
- Gümüş nitratla verdiği çökelek süzüldükten sonra süzüntüsü titre edilen iyonlar; Cl^- , S^{2-} , CN^- , CrO_4^{2-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, PO_4^{3-} dır. Bu iyonlardan birini bulunduran ortama miktarı belirli fazlaca gümüş nitrat konur ve meydana gelen çökelek süzüldükten sonra süzüntü ayarlı SCN^- ile Fe III indikatörü yanında geri titre edilir.
- Değiştirilmiş Volhard metoduyla K^+ , BH_4^+ analiz edilebilir.

Örnek: NaCl ve Na_2SO_4 ihtiva eden bir numunenin 0,14 g'ı için 20 ml 0,1 N AgNO_3 çözeltisi kullanılıyor. Karışımın bileşimini hesaplayınız (Na:23 Cl:35,5 S:32 O:16).

Çözüm:

$\text{EGS}_{\text{NaCl}} + \text{EGS}_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = \text{EGS}_{\text{AgNO}_3}$ eşitlik bilinenler türünden yazılırsa;

$$\left(\frac{m}{\text{EDA}} \right)_{\text{NaCl}} + \left(\frac{m}{\text{EDA}} \right)_{\text{Na}_2\text{SO}_4} = (N \cdot V)_{\text{AgNO}_3} \text{ yazılabilir.}$$

Örnekteki NaCl miktarına x dersek; Na_2SO_4 miktarı 0,14 - x olur.

Değerler yerlerine konular işlemler yapılsa;

$$\frac{x}{58,5} + \frac{0,14 - x}{142 / 2} = 0,02 \cdot 0,1$$

$$0,01709x + 0,001971 - 0,01408x = 0,002$$

$$0,00301x = 0,000029$$

$$x = 0,0096 \text{ gr. NaCl} \quad 0,14 - 0,0096 = 0,1304 \text{ gr. Na}_2\text{SO}_4 \text{ olarak bulunur}$$

Örnek: NaCl ve NH₄SCN ihtiva eden bir karışımın 0,298 g'ı için 41,3 ml 0,1 N AgNO₃ sarf ediliyor. Karışımın bileşimini hesaplayınız. (Na:23 Cl:35,5 N:14 H:1 S:32 C:12 O:16)

Çözüm:

$EGS_{NaCl} + EGS_{NH_4SCN} = EGS_{AgNO_3}$ eşitlik bilinenler türünden yazılırsa;

$$\left(\frac{m}{EDA} \right)_{NaCl} + \left(\frac{m}{EDA} \right)_{NH_4SCN} = (N.V)_{AgNO_3} \text{ yazılabilir.}$$

Örnekteki NaCl miktarına x dersek; NH₄SCN miktarı 0,2980 – x olur.

Değerler yerlerine konular işlemler yapılırsa;

$$\frac{x}{58,5} + \frac{0,2980 - x}{76} = 0,0413 \cdot 0,1$$

$$0,01709x + 0,003921 - 0,01315x = 0,00413$$

$$0,00394x = 0,00413 - 0,003921$$

$$0,00394x = 0,000209$$

$$x = 0,05304 \text{ gr. NaCl} \quad 0,2980 - 0,05304 = 0,24496 \text{ gr. NH}_4\text{SCN olarak bulunur}$$

Örnek: 0,3655 g KI'ün 100 ml'de çözülmesiyle hazırlanan örneğe 30 ml 0,11 N AgNO₃ eklenmiştir. AgNO₃ ın fazlasını geri titre etmek için 0,12 N SCN⁻ den kaç ml kullanılmalıdır? (K:39 I:127)

Çözüm:

$$EGS_{Ag^+} = EGS_{KI} + EGS_{KSCN}$$

$$(N.V)_{Ag^+} = \left[\frac{m}{EDA} \right]_{KI} + (N.V)_{KSCN}$$

$$0,03 \cdot 0,11 = \frac{0,3655}{166/1} + 0,12 \cdot V$$

$$0,0033 = 0,0022 + 0,12V$$

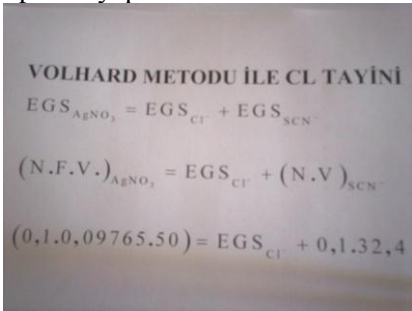
$$0,12V = 0,0011 \quad V = 0,00916 \text{ lt.} = 9,16 \text{ ml.}$$

UYGULAMA FAALİYETİ

0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi ile Volhard yöntemiyle klorür tayinine ilişkin aşağıdaki uygulamayı yapınız.

Araç ve Gereçler: 0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi, klorür örneği, % 40'lık demir amonyum şapı $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$, terazi, etüv, beher, desikatör, spatül, piset, saf su

İşlem Basamakları	Öneriler
➤ Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml'lik behere alınız. 	➤ Örneği dikkatli alınız. ➤ Aldığınız örnek miktarını kaydediniz. ➤ Az ya da fazla almanız analiz hatası yapmanıza sebep olur.
➤ Yaklaşık 100 ml' ye seyreltiniz.	➤
➤ 1 ml 6 M nitrik asit ile 3 ml nitrobenzen ekleyiniz. 	➤ Fazla madde ilave etmekten kaçınınız. ➤ Adı geçen maddeler yok ise çökeleği çözeltiden süzerek ayırınız.
➤ Gümüş nitrat çözeltisi ile tüm klorürü gümüş klorür hâlinde çöktürünüz. 	➤ Gümüş nitrat ilavesini dikkatli ve yavaş yapınız. ➤ İlave ettiğiniz miktarı not ediniz.

➤ İndikatör olarak 2 ml % 40'lık demir amonyum şapı $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$ çözeltisi ilave ediniz. 	➤ İndikatörü gereğinden fazla eklemeyiniz. Çünkü titrasyonu için fazla ayarlı çözelti sarf edersiniz
➤ Büretteki ayarlı KSCN çözeltisi ile kırmızı renk oluncaya kadar titre ediniz. 	➤ Titrasyonu yaparken saniyede 3 damla KSCN çözeltisi düşecek şekilde büret musluğunu ayarlayınız. ➤ Dönüm noktasına yaklaştığınız da daha dikkatli olunuz. ➤ Renk dönüşümü gerçekleştiğinde rengin 30 saniye kalıcı olmasına dikkat ediniz.
➤ Harcanan KSCN miktarını büretten okuyunuz. 	➤ Titrasyon bitiminde 5 saniye kadar büret içindeki çözeltinin inmesini bekleyiniz. ➤ Sarfiyatı kuralına uygun okuyunuz.
➤ Hesaplama yapınız. 	➤ Hesaplamayı hatalı yapmayınız

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için Evet, kazanamadığınız beceriler için Hayır kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1.	Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml' lik behere aldınız mı?		
2.	Yaklaşık 100 ml' ye seyrelttiniz mi?		
3.	1 ml 6 M nitrik asit ile 3 ml nitrobenzen eklediniz mi?		
4.	Gümüş nitrat çözeltisi ile tüm klorürü gümüş klorür hâlinde çöktürdünüz mü?		
5.	Erlene indikatör çözeltisi (% 40'lık demir amonyum şapı $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}]$) eklediniz mi?		
6.	Büretteki ayarlı KSCN çözeltisi ile kırmızı renk oluncaya kadar titre ettiniz mi?		
7.	Harcanan KSCN miktarını büretten okudunuz mu?		
8.	Hesaplama yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme”ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

1. Volhard metodu ile klorür tayinindeindikatör olarak kullanılır.
2. Gümüş nitratla verdiği çökelek ortamdan uzaklaştırılmadan analizi yapılan iyonlartır.
3. Soğurma indikatörleridir.
4. Soğurma indikatörlerinde eşdeğerlik noktasında rengin iyi gözlenmesiderişimine bağlıdır.

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

5. KSCN çözeltisinin ayarlanmasında 0,3570 g AgNO_3 alınmış ve titrasyonu için 21,50 ml KSCN çözeltisi kullanılmıştır. KSCN çözeltisinin derişimi nedir? (Ag:108 N:14 O:16)
A) 0,09988N B) 0,08965N C) 0,09767N D) 0,1025N
6. 0,1967 gsaf elektrolitik gümüşün titrasyonu için 21,37 ml KSCN çözeltisi harcadığına göre KSCN çözeltisinin normalitesini bulunuz. (Ag: 108)
A) 0,08533N B) 0,08955N C) 0,09523N D) 0,07788N
7. Bir gümüş alaşımından alınan 0,3000 g örnek nitrik asitte çözülerek gerekli işlemlerden sonra 23,8 ml 0,1N NH_4SCN çözeltisi ile titre ediliyor. Alaşımdaki gümüş yüzdesi nedir? (Ag: 108)
A) 95,52 B) 83,25 C) 76,66 D) 85,57
8. 0,17 g AgNO_3 örneğini titre etmek için kaç ml 0,0909 N KSCN çözeltisi gereklidir? (Ag:108)
A) 11,00 ml B) 15,6 ml C) 9, 8 ml D) 12,6 ml
9. Bir Cu-Ag alaşımından alınan 1,053 g örnek 38,26 ml 0,0903 N KSCN çözeltisi ile titre edildiğine göre alaşımdaki gümüş yüzdesi nedir? (Ag: 108 Cu : 63,5)
A) 41,00 B) 35,4 C) 23,9 D) 32,6
10. 1,5 g KCl tuzu ile 250 ml'lik çözelti hazırlanıp bundan 50 ml'lik örnek alınıyor. Bunun üzerine 40 ml 0,11N gümüş nitrat ekleniyor. AgCl süzülüp ayrıldıktan sonra Fe III İndikatörlüğünde KSCN ile titre ediliyor. Titrasyonda 5 ml 0,1N KSCN harcadığına göre KCl % kaç saflıktadır? (K: 39 Cl: 35,5)
A) 91,50 B) 85,7 C) 96,85 D) 92,6

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-3

AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, kuralına uygun olarak mohr yöntemiyle klorür tayini yapabilecek bilgi ve beceriye sahip olabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

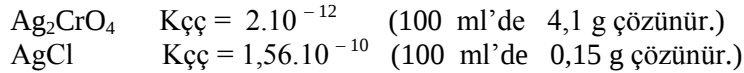
- Mohr yöntemiyle klorür tayini hakkında araştırma yapınız.
- Klorür tayin yöntemleri hakkında araştırma yapınız.

3. MOHR YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ

3.1. Yöntem

Kromat indikatörü yanında yapılan titrasyonlara Mohr metoduyla yapılan titrasyonlar denir. Bu metot en çok Cl^- ve Br^- tayininde kullanılır. Titrasyonda dönüm noktası son AgNO_3 damlası ile meydana gelen turuncu renkli gümüş kromat (Ag_2CrO_4) çökeleğinin oluşması ile anlaşılır.

Titrasyona başından beri önce gümüş kromatın çökmemesinin nedeni Ag_2CrO_4 ın çözünürlüğünün AgCl ün çözünürlüğünden büyük olmasıdır.

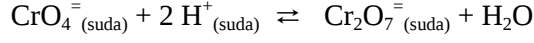


Eşdeğerlik noktasında çözeltide bulunması gereken Ag^+ derişimi $1,3.10^{-5} \text{ M}$ ($K_{\text{çç}} = 1,56.10^{-10}$)'dir.

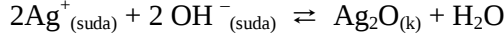
$$\begin{aligned} K_{\text{çç}} &= [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-] \text{ eşitliğinden} \\ 56.10^{-10} &= [\text{Ag}^+][\text{Cl}^-] \text{ den} \\ [\text{Ag}^+] &= [\text{Cl}^-] = 1,3.10^{-5} \text{ olur.}) \end{aligned}$$

Bu derişimdeki Ag^+ ile çökelek verebilmesi için ortama ilave edilmesi gereken kromat iyonu (CrO_4^{2-}) derişimi $0,013\text{M}$ olması gerekir. Ancak bu derişimdeki kromat iyonu çözeltiyi iyice sarı renge boyayacağından oluşan Ag_2CrO_4 çökeleğinin rengini görmek güçleşir. Bu nedenle ortamdaki kromat iyonu derişimi daha düşük olmalıdır. Yapılan denemelerde bu derişimin $0,002 \text{ M}$ olması gerektiği tespit edilmiştir. Bu derişimi sağlamak için 100 ml'lik bir örnek çözeltisine kütlece % 5'lik potasyum kromat (K_2CrO_4) çözeltisinden 1 ml , veya $0,1$ molarlık çözeltisinden 1 ml ilave etmek yeterlidir.

Titrasyonda ortamın pH'ı önemlidir. Çünkü düşük pH'larda kromat iyonu (CrO_4^{2-}) büyük ölçüde dikromat iyonu ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$) hâline dönüşür ve eşdeğerlik noktası geçildiği hâlde gümüş kromat çökeleği meydana gelmez.



Yüksek pH'larda da gümüş iyonundan gümüş hidroksit veya gümüş oksit çökeleği meydana gelir.



Mohr metoduyla en iyi sonuç bikarbonatlı (HCO_3^-) ortamda alınır. (pH = 7–10)

3.2. Klorür Tayini

100-110 °C'de, bir saat kadar kurutulmuş, nötral klorür örneğinden dikkatle tartılmış 2 g kadar örnek, 250 ml'lik bir balon jode çözülerek 250 ml'lik çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltiden alınan 50 ml'lik örnek yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getirilir. 1 ml % 5'lik kromat indikatör çözeltisi yanında ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile turuncu renkli ikinci bir çökelek oluncaya kadar titre edilir.

Titrasyon çözeltinin sürekli karıştırılması ve damla damla gümüş nitrat ilavesiyle yapılır. Dönüm noktasına doğru gümüş nitrat damlasının düştüğü yerde oluşan turuncu çökeleğin kaybolması çok yavaş olur. Bu nedenle erlen iyi çalkalanır ve bir sonraki damla düşmeden çökeleğin çözünmesi sağlanır. Renk değişikliği kalıcı oluncaya kadar titrasyona devam edilir.

Örnek 4.1: 0,565 g'lık bir klorür örneği Mohr yöntemine göre titre edildiğinde 0,1070 N ayarlı AgNO_3 çözeltisinden 37,4 ml harcandığı görülmüştür. Buna göre örnekteki klorür yüzdesi nedir? (Cl:35,5)

$$T = \frac{\text{F.S.N.E}}{1000} \quad T = \frac{1.37,4.0,1070.35,5}{1000} \quad T = 0,1421 \text{ gr. Cl}$$

$$\% \text{Cl} = \frac{0,1421}{0,565} \cdot 100 \quad \% \text{Cl} = 25,15$$

Örnek 4.2: Bir örnekteki KIO_3 indirgendikten sonra AgNO_3 çözeltisi ile titre ediliyor. Bu titrasyonda 38,72 ml 0,1 N AgNO_3 çözeltisi kullanıldığına göre örnek içindeki KIO_3 miktarı nedir? (K:39, I:127, O:16)

$$T_{\text{KIO}_3} = \frac{\text{F.S.N.E}}{1000} \Rightarrow T = \frac{1.38,72.0,1.214}{1000} \Rightarrow T = 0,8286 \text{ gr KIO}_3$$

Örnek 4.3: 0,3891 g örnekteki klorürün titrasyonu için 27,42 ml AgNO₃ çözeltisi (Cl eşdeğeri 3,847 mg/ml)harcandığına göre örnekteki klorür yüzdesini bulunuz. (Cl: 35,5)

1 ml AgNO₃ çözeltisi 3,847 mg Klorüre eşdeğer ise
1000 ml AgNO₃ çözeltisi 3,847 g Klorüre eşdeğerdir.

$$N_{Cl} = \frac{m}{EDA.V(lt)} \quad N_{Cl} = \frac{3,847}{35,5.1} \quad N_{Cl} = 0,1085 = N_{Ag}$$

$$T = \frac{F.S.N.E}{1000} \quad T = \frac{1.27,42.0,1085.35,5}{1000} \quad T = 0,1056 \text{ gr.}$$

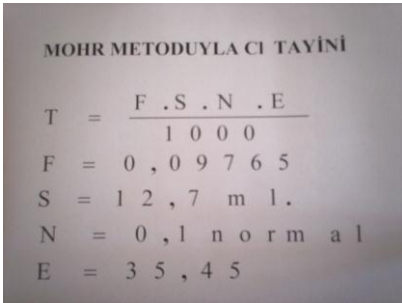
$$\%Cl = \frac{0,1056}{0,3891} .100 \quad \%Cl = 27,13$$

UYGULAMA FAALİYETİ

0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi ile Mohr yöntemiyle klorür tayinine ilişkin aşağıdaki uygulamayı yapınız.

Araç Gereçler: 0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi, klorür örneği, terazi, etüv, beher, desikatör, spatül, piset, saf su

İşlem basamakları	Öneriler
➤ Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml'lik behere alınız. 	➤ Örneği dikkatli alınız. ➤ Aldığınız örnek miktarını kaydediniz. ➤ Az ya da fazla almanız analiz hatası yapmanıza sebep olur.
➤ Yaklaşık 100 ml' ye seyreltiniz.	➤
➤ 0,1 M potasyum kromat çözeltisinden 2 ml veya % 5'lik çözeltisinden 1 ml ilave ediniz. 	➤ İndikatörü gereğinden fazla eklemeyiniz. Çünkü titrasyonu için fazla ayarlı çözelti sarf edersiniz.
➤ Ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile turuncu renkli ikinci bir çökelek oluncaya kadar titre ediniz. 	➤ Çalkalama yaparken dışarıya çözelti taşırmayınız. ➤ Titrasyonu yaparken saniyede 3 damla gümüş nitrat çözeltisi düşecek şekilde büret musluğunu ayarlayınız. ➤ Dönüm noktasına yaklaştığınızda daha dikkatli olunuz. ➤ Titrasyon bitiminde 5 saniye kadar büret içindeki çözeltinin inmesini bekleyiniz.

➤ Harcanan gümüş nitrat miktarı büretten okuyunuz. 	➤ Sarfiyatı kuralına uygun okuyunuz.															
➤ Hesaplama yapınız.  MOHR METODUYLA CI TAYİNİ <table><tr><td>T</td><td>=</td><td>$\frac{F \cdot S \cdot N \cdot E}{1000}$</td></tr><tr><td>F</td><td>=</td><td>0 , 0 9 7 6 5</td></tr><tr><td>S</td><td>=</td><td>1 2 , 7 m l .</td></tr><tr><td>N</td><td>=</td><td>0 , 1 n o r m a l</td></tr><tr><td>E</td><td>=</td><td>3 5 , 4 5</td></tr></table>	T	=	$\frac{F \cdot S \cdot N \cdot E}{1000}$	F	=	0 , 0 9 7 6 5	S	=	1 2 , 7 m l .	N	=	0 , 1 n o r m a l	E	=	3 5 , 4 5	➤ Hesaplamayı hatalı yapmayınız.
T	=	$\frac{F \cdot S \cdot N \cdot E}{1000}$														
F	=	0 , 0 9 7 6 5														
S	=	1 2 , 7 m l .														
N	=	0 , 1 n o r m a l														
E	=	3 5 , 4 5														

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için Evet, kazanamadığınız beceriler için Hayır kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1.	Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml' lik behere aldınız mı?		
2.	Yaklaşık 100 ml ye seyrelttiniz mi?		
3.	0,1 M potasyum kromat çözeltisinden 2ml veya % 5' lik çözeltisinden 1 ml ilave ettiniz mi?		
4.	Ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile turuncu renkli ikinci bir çökelek oluncaya kadar titre ettiniz mi?		
5	Harcanan gümüş nitrati büretten okudunuz mu?		
6	Hesaplama yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme”ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

1. Kromat indikatörü yanında yapılan titrasyonlara yapılan titrasyonlar denir.
2. Bu metot en çok ... ve.....tayininde kullanılır.
3. Titrasyonda dönüm noktası son AgNO_3 damlası ile meydana gelen turuncu renkli..... çökeleğinin oluşması ile anlaşılır.

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

4. 0,2046 g saf NaCl örneğini titre etmek için kaç ml 0,0987 normal AgNO_3 çözeltisi gerekir? (Na:23 Cl:35,5)
A) 36,5 ml B) 35,47 ml C) 26,8 ml D) 30,9 ml
5. 250 ml KCl çözeltisinden alınan 25 ml'lik örnek 34 ml 0,1050 normal AgNO_3 çözeltisi ile titre edildiğine göre ilk örnekteki KCl miktarını bulunuz.
A) 3,36 g B) 3,54 g C) 2,24 g D) 2,66 g
6. NaCl eşdeğeri 5,972 mg./ml olan bir AgNO_3 çözeltisi ile 0,2158 g örneğin titrasyonunda 31,47 ml harcandığına göre örnekteki klorür yüzdesini hesaplayınız. (Na: 23 Cl: 35,5)
A) % 87,1 B) % 65,6 C) % 90,4 D) % 75,9
7. Bir NH_4Cl çözeltisinin titrasyonu için 30 ml AgNO_3 çözeltisi (Klor eşdeğeri 0,003512 g/ml) harcandığına göre örnekteki klor miktarını bulunuz. (Cl:35,5)
A) 0,1336 g B) 0,09659 g C) 0,1054 g D) 0,1265 g

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

Gerekli ortam sağlandığında, kuralına uygun olarak Fajans yöntemiyle klorür tayini yapabilecek bilgi ve beceriye sahip olabileceksiniz.

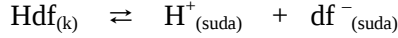
ARAŞTIRMA

- Fajans yöntemiyle klorür tayini hakkında araştırma yapınız.
- Klorür tayin yöntemleri hakkında araştırma yapınız.

4. FAJANS YÖNTEMİYLE KLORÜR TAYİNİ

4.1. Yöntem

Adsorbsiyon indikatörü yanında birçok madde, özellikle halojenler ve rodanür (SCN^-) titre edilirler. Adsorbsiyon indikatörleri eşdeğerlik noktasının hemen ötesinde (dönüm noktasında) çökeğin yüzeyinde bir renk değişikliği meydana getirir (Veya var olan rengi kaybeder.). Genellikle anyondur. En önemlileri fluoressein ve türevi olan diklorofluoresseindir. Her ikisi de zayıf asidik maddedir. İndikatörü Hdf şeklinde gösterirsek çözeltisinde;

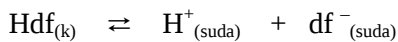


dengesi meydana gelir. Oluşan fluoresseinat (df^-) anyonu sarımsı yeşildir ve Ag^+ iyonu ile çözünürlüğü oldukça büyük olan koyu renkli bir bileşik verir. Fluoressein iyodür ve bromür için çok iyi klorür için ise oldukça iyi bir indikatördür.

Oluşan çökeğin renginin hemen değişmemesinin nedeni şu şekilde açıklanabilir: X'in bir halojenür (Cl^- , Br^- , I^-) veya rodanür [tiyosiyanyür (SCN^-)] olduğu kabul edilirse eşdeğerlik noktasına kadar ortamda daha çok AgX.X^- adsorbsiyon maddesi olduğundan df^- iyonu çökeğe yaklaşamaz, aksine aynı yüklerden dolayı itilir. Eşdeğerlik noktasının hemen ötesinde AgX.Ag^+ adsorbsiyon maddesi meydana geldiğinden df^- adsorblanır (zıt yüklerden dolayı) ve çökeğin yüzeyi renklenir. Renklenmenin şiddeti;

- Ortamdaki AgX.Ag^+ derişimine,
- Ortamdaki df^- nin derişimine
- Ortamdaki AgX.Ag^+ df^- bileşiğinin çözünürlük çarpımına bağlıdır.

Diklorofluoressein yanında gümüş halojenürler gün ışığına karşı çok hassas olduğundan, titrasyonlar direkt gün ışığında yapılmaz. Buna dikkat edilmezse pembe çökelek yerine gri veya siyah çökelek meydana gelir ve dönüm noktası gözlenemez.



dengesi büyük ölçüde ortamın pH'ına bağlıdır. Bu nedenle ortam pH'ına dikkat etmek gerekir. Fluoressein için pH =7–10, diklorofluoressein için ise pH = 4–6 arası olmalıdır.

Eosin ise pH = 2 civarında kullanılır. Bu pH'ta eosin indikatörü ile Cl^- tayin edilemez.

Bu tip titrasyonlar için bir diğer faktör de sıcaklıktır. Sıcaklık yüksek olmamalıdır. Çünkü yüksek sıcaklıkta çökeleklerin koloidal hâle geçme özelliği azalır.

Kolloidliği artırmak için ortama Dekstrin ve polivinil alkol gibi maddeler ilave edilir.

4.2. Klorür Tayini

Nötral ya da zayıf asitli ortamda yapılır. İndikatör olarak fluoressein ya da diklorofluoressein kullanılır. Hangisi kullanılırsa kullanılsın dönüm noktası yeşil–sarı çözelti içerisindeki beyaz çökeleğin aniden hafif kırmızıya dönüşmesi ile anlaşılar.

100-110 °C'de kurutulan, çözünür klorür içeren örnekten yaklaşık 2 g'lık tartım alınarak 250 ml'lik balon jojeye alınarak 250 ml'lik çözeltisi hazırlanır. Buradan alınan 50 ml'lik örnek yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getirilir.

Çözeltinin pH'ı fenolftalein indikatörü kullanılarak klorürsüz nitrik asit veya bir baz ile 7'ye ayarlanır. Oluşan çözeltiye 4-5 ml %2'lik dekstrin (ya da 0,1 g) çözeltisi ile 10 damla diklorofluoressein indikatörü ilave edilir.

Direkt güneş ışığından uzakta ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilir. Yeşil–sarı çözelti içerisindeki beyaz çökeleğin aniden hafif kırmızıya dönüşmesi ile titrasyona son verilir. Harcanan gümüş nitrat sarfiyatı okunur ve analiz sonuç hesabı yapılır.

Örnek 5.1: Bir AgNO_3 çözeltisinin 1 ml'si 1,6 mg NaI 'ü çöktürüyor. AgNO_3 çözeltisinin normalitesini hesaplayınız. (Na: 23, I: 127)

$$(\text{EGS})_{\text{AgNO}_3} = (\text{EGS})_{\text{NaI}} \Rightarrow (\text{N.V})_{\text{AgNO}_3} = \left(\frac{\text{m}}{\text{EDA}} \right)_{\text{NaI}}$$

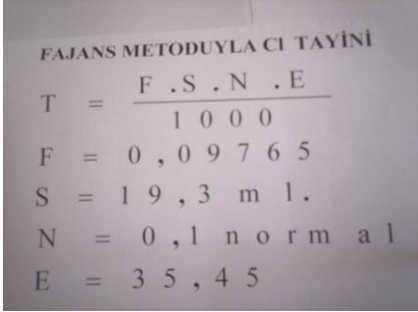
$$\text{N.0,001} = \frac{0,0016}{150} \Rightarrow 0,15.\text{N} = 0,0016 \Rightarrow \text{N} = 0,01066 \text{ normal}$$

UYGULAMA FAALİYETİ

0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi ile Fajans yöntemiyle klorür tayinine ilişkin aşağıdaki uygulamayı yapınız.

Araç Gereçler: 0,1 normal gümüş nitrat çözeltisi, klorür örneği, indikatör, terazî, etüv, beher, desikatör, spatül, piset, saf su

İşlem Basamakları	Öneriler
➤ Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml' lik behere alınız. 	➤ Örneği dikkatli alınız. ➤ Aldığınız örnek miktarını kaydediniz. ➤ Az ya da fazla almanız analiz hatası yapmanıza sebep olur.
➤ Yaklaşık 100 ml' ye seyreltiniz.	➤
➤ Örneğin pH fenol ftalein indikatörü kullanılarak klorürsüz nitrik asit veya bir bazla 7'ye ayarlayınız. 	➤ pH ayarlamasını iyi yapınız. ➤ Ortam pH' ı önemlidir.
➤ 5 damla diklorofloresin ve 0,1 g dekstrin eklemek 	➤ İndikatörü gereğinden fazla eklemeyiniz. Çünkü titrasyonu için fazla ayarlı çözelti sarf edersiniz. ➤ Madde ilavelerinde dikkatli olunuz

➤ Kalıcı pembe renk oluncaya kadar ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile titre etmek 	➤ Direkt güneş ışığı çökeleğin kararmasına neden olur. ➤ Kırmızı olması gereken renk siyaha doğru döner. ➤ Dönüm noktasını dikkatli takip ediniz. ➤ Fazla ayarlı çözelti ilave etmeyiniz.
➤ Harcanan gümüş nitrat miktarını büretten okuyunuz. 	➤ Titrasyon bitiminde 5 saniye kadar büret içindeki çözeltinin inmesini bekleyiniz. ➤ Sarfiyatı kuralına uygun okuyunuz.
➤ Hesaplama yapınız. 	➤ Hesaplamayı hatalı yapmayınız.

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için Evet, kazanamadığınız beceriler için Hayır kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1.	Tayini yapılacak klorür çözeltisinden 10 – 20 ml arasında 250 ml’ lik behere aldınız mı?		
2.	Yaklaşık 100 ml’ye seyrelttiniz mi?		
3.	Örneğin pH ını fenol ftalein indikatörü kullanılarak klorürsüz nitrik asit veya bir bazla 7’ ye ayarladınız mı?		
4.	5 damla diklorofloressin ve 0,1 g dekstrin eklediniz mi?		
5.	Kalıcı pembe renk oluncaya kadar ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile titre ettiniz mi?		
6.	Harcanan gümüş nitratı büretten okudunuz mu?		
7.	Hesaplama yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme”ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

1. Adsorbsiyon indikatörleri eşdeğerlik noktasının hemen ötesinde (dönüm noktasında) çökeleğin yüzeyinde bir..... meydana getirir.
2. Adsorbsiyon indikatörleri genellikledur.
3. Diklorofluoressein yanında gümüş halojenürler gün ışığına karşı çok hassas olduklarından, titrasyonlar yapılmaz.

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

4. NaCl ve KCl içeren bir maddeden alınan 0,3000 g örneğin titrasyonu için 48,72 ml 0,0989 normal AgNO_3 çözeltisi harcandığına göre örnekteki klorür yüzdesi nedir? (K: 39 Na: 23 Cl: 35,5)
A) %61,5 B) %50,8 C) %56,9 D) %45,6
5. 0,3538 g primer standart NaCl'ün titrasyonu için 48,37 ml AgNO_3 çözeltisi harcandığına göre AgNO_3 çözeltisinin normalitesini hesaplayınız. (Na: 23 Cl: 35,5)
A) 0,1252 N B) 0,1525 N C) 0,09654 N D) 0,09925 N

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

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

1. Arjantometri ile genellikle..... ve..... tayin edilir.
2. Çöktürme titrasyonlarında çökelme miktarı, ortamda bulunan iyonların ile ilgilidir.
3. İndikatör olarak kullanılacak maddenin ayarlı çözelti ile verdiği çökeleğin çözünürlüğünün titrasyon maddesi çökeleğinden biraz daha ... ve olması gerekir.
4. pH değerinin büyük olması ortamda df^- derişiminin , küçük olması ise df^- derişiminin..... neden olur.
5. Fluoressein iyodür ve bromür için çok iyi ... için ise oldukça iyi bir indikatördür.
6. Fajans yöntemiyle klorür tayini..... ya da ortamda yapılır.

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

7. KCl ve KBr ihtiva eden bir numunenin 0,32 g'ı için 30,95 ml 0,1 N $AgNO_3$ çözeltisi sarf ediliyor. Karışımdaki KBr miktarını hesaplayınız.
A) 0,239 g B) 0,256 g C) 0,156 g D) 0,196 g
8. 0,195 g saf klorür bileşiği suda çözölmüş ve Mohr metodu ile çöktürölmüşdür. 0,0965 N $AgNO_3$ tan 27,1 ml kullanıldığına göre karışımdaki klorür %'si nedir ?
A) % 40,5 B) % 65,8 C) % 47,6 D) % 58,9
9. 0,148 g 2 değerklikli metal klörürü 0,1 N $AgNO_3$ in 26,6 ml'si ile titre edilmiştir. Buna göre metalin atom ağırlığı nedir?
A) 85,6 g B) 126,3 g C) 96,8 g D) 111,28 g
10. 4,77 g NaCl ve KCl karışımı 1 lt suda çözülmüş ve buradan alınan 25 ml 0,053 N $AgNO_3$ in 32,94 ml'si ile titre edilmiştir. Karışımdaki KCl yüzdesi nedir?
A) % 44,44 B) %66,66 C) %55,55 D) %77,77
11. 0,145 g NaCl potasyum kromat indikatörlüğünde $AgNO_3$ ile titre ediliyor. Titrasyon sonunda 15,15 ml sarfiyat yapıldığına göre $AgNO_3$ çözeltisinin normalitesi nedir?
A) 0,1226 N B) 0,1636 N C) 0,0998 N D) 0,1254 N

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 modöle geçmek için öğretmeninize başvurunuz.

CEVAP ANAHTARLARI

ÖĞRENME FAALİYETİ – 1’İN CEVAP ANAHTARI

1.	Çöktürme titrasyonları
2.	Arjantometri
3.	S şeklinde
4.	Çözünürlük çarpımının – denge sabitlerinin
5.	0,1 molarlık – kütlece % 5
6	Ayna – gümüşle
7	Boyanmasında
8	Fotoğrafçılıkta – imalatında – parazit öldürücü
9	Cehennem taşı
10	Sodyum klorür
11	100 – 110 - 2 saat
12	Mohr
13	B
14	D
15	A
16	C

ÖĞRENME FAALİYETİ – 2’NİN CEVAP ANAHTARI

1	Demir III iyonu
2	Br^- , I^- , SCN^- , AsO_4^{3-}
3	Zayıf organik asitler
4	df^- derişimine
5	C
6	A
7	D
8	A
9	B
10	C

ÖĞRENME FAALİYETİ – 3'ÜN CEVAP ANAHTARI

1.	Mohr metoduyla
2.	Cl^- , Br^-
3.	Gümüş kromat
4.	B
5.	D
6.	A
7.	C

ÖĞRENME FAALİYETİ -4'ÜN CEVAP ANAHTARI

1.	Renk değişikliği
2.	Anyon
3.	Direkt gün ışığında
4.	C
5.	A

MODÜL DEĞERLENDİRMENİN CEVAP ANAHTARI

1.	Halojenürler – rodanür
2.	Derişimleri
3.	Çok – farklı bir renkte
4.	Artmasına – azalmasına
5.	Klorür
6.	Nötral – zayıf asitli
7.	A
8.	C
9.	D
10.	B
11.	B

KAYNAKÇA

- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya Laboratuvarı**, Millî Eğitim Bakanlığı Yayınları, İstanbul, 2004.
- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya Uygulaması**, Millî Eğitim Bakanlığı Yayınları, İstanbul, 1985.
- DEMİR Mustafa, Şahinde DEMİRCİ, Ali USANMAZ, **Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı**, Devlet Kitapları, Ankara, 2001.
- DÖLEN Emre, **Analitik Kimya Volümetrik Yöntemler**, Marmara Üniversitesi Yayın Nu.: 455 İstanbul, 1988.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Ders Kitabı**, AÜ Fen Fakültesi, Analitik Kimya Kürsüsü, Ankara, 1975.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı**, II. Baskı, AÜ Fen Fakültesi, Analitik Kimya Kürsüsü, Ankara, 1975.