

YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ASİT KARIŞIMLARININ TİTRASYONLA ANALİZİ

Kimyager Hakan BUDAK

**F.B.E. Kimya Anabilim Dalı Analitik Kimya Programı
Hazırlanan**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı : Prof.Dr. Hüseyin AFŞAR

İSTANBUL, 2005

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ	iv
KISALTIMA LİSTESİ	v
ŞEKİL LİSTESİ	vi
ÇİZELGE LİSTESİ	vii
TEŞEKKÜR	viii
ÖZET.....	ix
ABSTRACT.....	x
1 GİRİŞ.....	1
2 GENEL BÖLÜM.....	2
2.1 Asitler ve Bazlar	2
2.1.1 Asitlerin ve Bazların Kuvvetleri.....	3
2.1.2 Asit-Baz Titrasyonları.....	3
2.1.3 Susuz Ortam Titrasyonları.....	4
2.2 pH Elektrodu.....	4
2.3 İndikatör Çeşitleri	5
2.4 İndikatör Karışımları	5
2.5 Potansiyometrik Titrasyonlar.....	6
2.5.1 Asit-Baz Titrasyonlarında Dönüm Noktası Tayini.....	7
2.6 Asit Karışımları Titrasyonları.....	7
2.6.1 Kuvvetli Asit - Zayıf Asit Karışımları.....	7
2.6.2 Diğer Asit Karışımı Titrasyonları.....	7
2.7 Absorpsiyon Spektrofotometrisi	8
2.8 Formik Asit ve Asetik Asidin Kullanım Alanları.....	9
3 Deney Bölümü.....	11
3.1 Kullanılan Cihazlar Kimyasal Malzemeler.....	11
3.2 Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanması.....	11
3.2.1 Asit-Baz Çözeltilerinin Hazırlanması.....	11
3.2.2 İndikatör Çözeltilerinin Hazırlanması.....	12
3.3 Deneylerin Uygulanması.....	13
3.3.1 Potansiyometrik Titrasyonlar.....	13
3.4 Uygun İndikatör Seçimi.....	30
3.4.1 İndikatör Karışım Oranının Belirlenmesi.....	30
3.4.2 pH Değişim Aralığının Belirlenmesi.....	31
3.5 İndikatör Karışımı Eşliğinde Yapılan Titrasyonlar.....	34
4 Sonuçların Değerlendirilmesi.....	35
4.1 Potansiyometrik Titrasyonların Değerlendirilmesi.....	35
4.2 İndikatör Karışımı Eşliğinde Yapılan Titrasyonların Değerlendirilmesi	41
Kaynaklar.....	43

Özgeçmiş.....	45
---------------	----

SİMGE LİSTESİ

HA	Bir asit
BOH	Bir baz
$HÇ$	Bir çözücü
b	Işın yolu (cm)
T	Geçirgenlik
A	Absorbans
ΔA	Absorbans farkı
ϵ	Molar absorptivite
c	Derişim (mol/L)
nm	Nanometre
E_{pil}	Pil potansiyeli
E_{cam}	Cam elektrodun potansiyeli
E_{ref}	Referans elektrodun potansiyeli

KISALTMA LİSTESİ

v.b.	Ve Benzeri
v.d.	Ve Diğerleri
KDV	Katma Değer Vergisi
TSE	Türk Standartları Enstitüsü
UV	Ultra Viole
VIS	Visible

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1	Cam pH Elektrodu.....	5
Şekil 2.2	Asit-Baz Titrasyonlarında Dönüm Noktası Tayini.....	7
Şekil 2.3	Formik Asit.....	9
Şekil 2.4	Asetik asit.....	9
Şekil 3.1	Klorür Asidi Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	14
Şekil 3.2	Sülfürik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	14
Şekil 3.3	Nitrik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	15
Şekil 3.4	Perklorik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	15
Şekil 3.5	Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	16
Şekil 3.6	Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	16
Şekil 3.7	Klorür Asidi Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	17
Şekil 3.8	Sülfürik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	17
Şekil 3.9	Nitrik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	18
Şekil 3.10	Perklorik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	18
Şekil 3.11	Klorür Asidi Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	19
Şekil 3.12	Sülfürik Asit Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	19
Şekil 3.13	Nitrik Asit Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	20
Şekil 3.14	Perklorik Asit Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	20
Şekil 3.15	Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	21
Şekil 3.16	Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	21
Şekil 3.17	Klorür Asidi-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	22
Şekil 3.18	Sülfürik Asit-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	22
Şekil 3.19	Nitrik Asit-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	23
Şekil 3.20	Perklorik Asit -Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	23
Şekil 3.21	Klorür Asidi-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	24
Şekil 3.22	Sülfürik Asit-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	24
Şekil 3.23	Nitrik Asit-Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	25
Şekil 3.24	Perklorik Asit -Asetik Asit Çözeltilisinin Sodyum Asetat ile Potansiyometrik Tit.....	25
Şekil 3.25	Klorür Asidi-Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	26
Şekil 3.26	Sülfürik Asit-Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	26
Şekil 3.27	Nitrik Asit-Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	27
Şekil 3.28	Perklorik Asit -Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Hidroksit ile Potansiyometrik Tit.....	27
Şekil 3.29	Klorür Asidi-Formik Asit Çözeltilisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	28

Şekil 3.30	Sülfürik Asit-Formik Asit Çözeltisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	28
Şekil 3.31	Nitrik Asit-Formik Asit Çözeltisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	29
Şekil 3.32	Perklorik Asit -Formik Asit Çözeltisinin Sodyum Formiyat ile Potansiyometrik Tit.....	29
Şekil 3.33	Farklı Oranlarda Karıştırılan İndikatörlerin Maksimum Dalga Boylarındaki Absorbans Değerleri.....	30
Şekil 3.34	pH 3,50 ve pH 3,85'deki Değişik Dalga Boylarındaki BFM/DMS İndikatörlerinin Maksimum Dalga Boylarındaki Absorbans Farkı Değerleri...	31
Şekil 3.35	Metilen Mavisi/Dimetil Sarısı İndikatör Karışımının Renk Dönümü.....	32
Şekil 3.36	Farklı pH değerlerindeki Renk Dönümü Metilen Mavisi/Dimetil Sarısı. Renkleri ve pH Değerleri Üstten Başlayarak, Sırasıyla:.....	32
Şekil 3.37	Bromfenol Mavisi/Dimetil Sarısı İndikatör Karışımının Renk Dönümü.....	33
Şekil 3.38	Farklı pH değerlerindeki Renk Dönümü Bromfenol Mavisi/Dimetil Sarısı Renkleri ve pH Değerleri Üstten Başlayarak, Sırasıyla:.....	33
Şekil 3.39	Farklı pH değerlerinde Asetik Asit-Klorür Asidi Karışımının Bromfenol Mavisi/Dimetil Sarısı İndikatör Karışımı ile Tit.'nun Renk Dönümü.....	34
Şekil 3.40	Farklı pH değerlerinde Asetik Asit-Klorür Asidi Karışımının Bromfenol Mavisi/Dimetil Sarısı İndikatör Karışımı ile Tit.'nun UV-VIS Spektrumu. Renkleri ve pH Değerleri Üstten Başlayarak, Sırasıyla:.....	34

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 2.1	Farklı İndikatörlerin Renk Dönümü pH Değerleri.....	6
Çizelge 2.2	Bazı Asitlerin Birim/Ton Fiyatları.....	10
Çizelge 3.1	Çalışılan Asit-Baz Çözeltilerinin Gerçek Normaliteleri.....	12
Çizelge 3.2	İndikatör Çözeltilerinin Hazırlanması	12
Çizelge 3.3	Brom Fenol Mavisi ve Dimetil Sarısı İndikatörlerinin Kimyasal Formülleri...	13
Çizelge 4.1	Çizelge 4.1 5 mL 0,105 N HCl + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	36
Çizelge 4.2	5 mL 0,099 N H ₂ SO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	36
Çizelge 4.3	5 mL 0,101 N HNO ₃ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	36
Çizelge 4.4	5 mL 0,101 N HClO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	36
Çizelge 4.5	5 mL 0,105 N HCl + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,099 N CH ₃ COONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	37
Çizelge 4.6	5 mL 0,099 N H ₂ SO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,099 N CH ₃ COONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	37
Çizelge 4.7	5 mL 0,101 N HNO ₃ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,099 N CH ₃ COONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	37
Çizelge 4.8	5 mL 0,107 N HClO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının 0,099 N CH ₃ COONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	37
Çizelge 4.9	5 mL 0,105 N HCl + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	38
Çizelge 4.10	5 mL 0,099 N H ₂ SO ₄ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	38
Çizelge 4.11	5 mL 0,101 N HNO ₃ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	38
Çizelge 4.12	5 mL 0,107 N HClO ₄ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	38
Çizelge 4.13	5 mL 0,105 N HCl + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,099 N HCOONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	39
Çizelge 4.14	5 mL 0,099 N H ₂ SO ₄ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,099 N HCOONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	39
Çizelge 4.15	5 mL 0,101 N HNO ₃ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,099 N HCOONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	39
Çizelge 4.16	5 mL 0,107 N HClO ₄ + 5 mL 0,105 N HCOOH Karışımının 0,099 N HCOONa ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	39
Çizelge 4.17	5 mL 0,105 N HCl + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının İndikatör Karışımı Eşliğinde 0,102 N NaOH ile Titrasyonu.....	40
Çizelge 4.18	5 mL 0,099 N H ₂ SO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının İndikatör Karışımı Eşliğinde 0,102 N NaOH ile Titrasyonu.....	40
Çizelge 4.19	5 mL 0,101 N HNO ₃ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının İndikatör Karışımı Eşliğinde 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	40
Çizelge 4.20	5 mL 0,101 N HClO ₄ + 5 mL 0,104 N CH ₃ COOH Karışımının İndikatör Karışımı Eşliğinde 0,102 N NaOH ile Potansiyometrik Titrasyonu.....	40
Çizelge 4.21	Sonuçları Sıfır Hipotezine Göre değerlendirilmesi.....	41

TEŐEKKÜR

Uzun süren alıőmalarım sırasında bilgi ve tecrübelerini cömert bir şekilde paylaşan Sayın Hocam Prof. Dr. Hüseyin AFŐAR'a ve maddi manevi desteęini esirgemeyen sevgili eőim Arő.Gör. Türkan BÖRKLÜ BUDAK' a ve ailesine ve en sıkıntılı durumlarda tatlı gülücükleriyle hayat bulduęum biricik kızım Hilal BUDAK' a teőekkürü bor bilirim.

ÖZET

Formik asit ve asetik asit endüstriyel alanda sıklıkla kullanılan pahalı asitler arasında yer almaktadır. Maliyetlerinin yüksek olmasından dolayı nisbeten daha ucuz olan asitlerle karıştırılarak pazarlanabilmektedirler. Bu çalışmada formik asit ve asetik asidin; hidroklorik asit, nitrat asidi, sülfürik asit ve bunun yanısıra perklorik asit ile zayıf asit-kuvvetli asit ikili karışımları hazırlanmış, kuvvetli bir baz olan sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonları yapılmıştır. Elde edilen titrasyon eğrileri incelendiğinde zayıf asit ve kuvvetli aside ait olan iki farklı dönüm noktası görülmektedir. Daha sonra zayıf asidin eş (konjuge) bazıyla potansiyometrik titrasyonlar tekrarlanmış ve sadece kuvvetli aside ait olan bir dönüm noktası belirlenmiştir.

Potansiyometrenin temin edilemediği durumlarda dahi, hileli ürünün tespit edilmesini sağlayabilmek amacıyla farklı indikatör karışımları kullanılarak titrasyonlar tekrarlanmıştır. Bromfenol mavisi / dimetil sarısı indikatör karışımı eşliğinde gerçekleştirilen titrasyon sonuçları incelenmiştir.

Elde edilen verilerin değerlendirilmesi ile belirlenen hedeflere uygun olarak, hileli yapıya sahip olan zayıf asit-kuvvetli asit karışımları; zayıf asidin eş bazının kullanılması ile yapılan potansiyometrik titrasyonla yada önerilen indikatör karışımı eşliğinde kuvvetli bir bazla titrasyonla kolaylıkla analiz edilebilmektedir.

Anahtar Kelimeler: Formik asit, asetik asit, asit karışımı analizi, indikatör karışımı

ABSTRACT

Formic acid and acetic acid are very expensive acids. However they are frequently used in industry. Because of that, they are mixed with cheaper acids on the market. In this study, formic acid and acetic acid were mixed with hydrochloric acid, nitric acid, sulfuric acid and perchloric acid to prepare the weak acid–strong acid mixtures together. On the other hand, potentiometric titration was applied with the sodium hydroxide which is a strong base. There were two end points, in the resulted titration curves. First one belongs to weak acid, second one belongs to strong acid. The potentiometric titration was applied several times with a conjugate base of weak acid. As a result, just one curve was obtained and this curve only belongs to the strong acid.

Potentiometric titrations were repeated with different indicator mixtures to understand the fake acid solution as if there was no potentiometre available. Bromophenol blue/dimethyl yellow indicator mixtures were used in the titration. The data was examined to find the fake mixtures of weak acid–strong acid.

It is easy to detect any fake acid mixture by observing potentiometric titration of acid mixture with a conjugate base of weak acid or titration with a strong base and a given indicator mixture.

Keywords: Formic acid, acetic acid, analysis of acid mixture, indicator mixture

1. GİRİŞ

Formik asit ve asetik asit; tekstil, ilaç, gıda ve fotoğrafçılık gibi farklı endüstriyel alanlarda geniş kullanım alanı bulan asitlerdir. Diğer sık kullanılan asitlere (klorür asidi, sülfürik asit v.b.) oranla maliyetleri daha yüksektir. Bu nedenle kuvvetli asit olarak nitelendirdiğimiz ve oldukça düşük maliyetli olan asitlerle belli miktarlarda karıştırılarak, bu şekilde hileli yollarla çeşitli imalatlarda kullanılmak üzere pazarlanmaktadır.

Potansiyometrik titrasyon yöntemi kullanılarak asit karışımlarının analizi yapılabilir. Burada asit karışımları sodyum hidroksit gibi kuvvetli bir bazla titre edildiğinde önce kuvvetli sonra zayıf aside ait olan iki dönüm noktası ortaya çıkar. Birinci dönüm noktasına karşılık gelen baz tüketiminden kuvvetli asit, ikinci dönüm noktasına karşılık gelen baz tüketiminin birincisinden farkından da, zayıf asit miktarı hesaplanır.

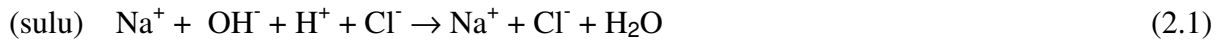
Oysa ki titrasyonda, kuvvetli bir baz yerine söz konusu zayıf asidin eş (konjuge) bazının çözeltisi kullanılırsa sadece kuvvetli aside ait olan tek dönüm noktası görülür.

Yapılan bu çalışmada zayıf asit – kuvvetli asit karışımları önce kuvvetli bir baz olan sodyum hidroksit ile titre edildi. Ardından yine zayıf asit – kuvvetli asit karışımları zayıf asidin eş (konjuge) bazı kullanılarak potansiyometrik titrasyonlar yapıldı. Asetik asit – hidroklorik asit titrasyonları, indikatör karışımları yardımı ile de tekrarlandı. Denemeler sonunda belirlenmiş olan bromfenol mavisi/ dimetil sarısı indikatör karışımı eşliğinde tekrarlanarak potansiyometre cihazının bulunmadığı durumlarda dahi, hileli olarak hazırlanıp piyasada satışa verilen asit karışımlarının analizinin mümkün olabileceği bir yöntem geliştirilmiş oldu.

2. GENEL BÖLÜM

2.1 Asitler ve Bazlar

En genel anlamda, asit-baz tanımı Lewis tarafından yapılmıştır. Lewis'e göre elektron çifti alabilen maddeler "asit", elektron çifti verebilen maddeler "baz"dır. Bu tanım asit ve bazların elektron çiftlerini alıp vererek koordinatif kovalent bağ kurmalarına dayalı olup, özellikle susuz ortamda ve proton içermeyen asitlerin reaksiyonlarının açıklanmasında yararlıdır. Diğer bir tanım Brönsted-Lowry tarafından verilmiş olan asit ve bazların proton alışverişine dayalı olanıdır. Buna göre, sulu çözelti koşulu aranmaksızın; asit proton verebilen, baz ise proton alabilen maddedir. Su ortamındaki proton alışverişi iyonlar, susuz ortamdakiler ise ağırlıklı olarak moleküller ve iyon çiftleri arasında olur. Pratik kullanılabilirlik açısından Analitik Kimyada asit ve bazların en çok kullanılan tanımı Brönsted-Lowry'e ait olanıdır.



Formül başına bir proton verebilen maddelere monoproitik asit, iki veya daha fazla proton verebilen asitlere de poliproitik asit denir. Asitler ve bazlar sulu çözeltilerinde iyonlarına ayrılma derecelerine göre kuvvetli, zayıf ve çok zayıf olmak üzere üçe ayrılırlar. Yalnız özellikleri çözücünün tabiatına bağlıdır; örneğin sulu ortamda zayıf bir asit olan asetik asit sıvı amonyak içinde kuvvetli bir asittir.

Amfoter bir maddenin, asit veya baz olduğunu söylemek kesinlikle zordur ve bir asit-baz çifti reaksiyona girip başka bir asit-baz çifti oluşturur. Örneğin H_2O , proton aldığı reaksiyonda baz, proton verdiği reaksiyonda ise asit özelliği gösterir:

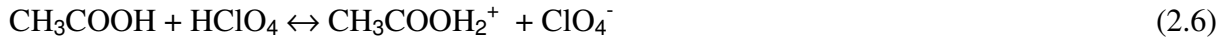


Bu durumda Cl^- ve OH^- anyonları sırasıyla HCl ve H_2O asitlerin “eş (konjuge) bazları”, benzer biçimde NH_4^+ ve H_3O^+ asitleri de sırasıyla NH_3 ve H_2O bazlarının “eş (konjuge) asitleri” olur. Genel olarak çok kuvvetli bir bazın eş asidi, çok zayıf asit ve çok kuvvetli bir asidin eş bazı, çok zayıf bir bazdır.

Hidrojen iyonu (H^+), sulu çözeltide tek başına bulunamaz. Ortamdaki su moleküllerinden biri tarafından solvatize edilerek H_3O^+ iyonunu oluşturur ki, bu iyonun hidroksonyum iyonu adı verilir. Solvatizasyonun karmaşık yapısından dolayı Analitik Kimyada basit kullanım nedeniyle genellikle proton H^+ biçiminde gerektiği durumlarda da denklem 2.4'deki gibi H_3O^+ şeklinde gösterilebilir.

2.1.1 Asit ve Bazların Kuvvetleri

Bir çözücünün proton verme ve alma eğilimi, içerisinde çözünen asit veya bazın kuvvetini belirler. Örneğin, perklorik asit ve hidroklorik asit suda çözüldüklerinde kuvvetli asitlerdir. Suya göre ise daha zayıf proton çekici olan susuz asetik asitte ise, bu asitlerin hiçbiri tamamen iyonlaşmaz. Asetik asitte aşağıdaki gibi bir denge meydana gelir.



Fakat bu çözücüde perklorik asit, hidroklorik asitten çok daha kuvvetlidir ve iyonlaşması 5000 defa daha fazladır. Bundan dolayı asetik asit, bu ikisi arasında asitlik farkını ortaya çıkaran, başka bir deyişle farklandırıcı etki gösteren bir çözücüdür. Su ise perklorik asit, nitrik asit, hidroklorik asit ve sülfürik asit için seviyeleme etkisi gösteren bir çözücüdür. Çünkü bu asitlerin hepsi suda tamamen iyonlaştığı için, asitlik kuvvetleri arasında fark gözlenmez. Bazlar için de çözücülerin farklandırma ve seviyeleme etkileri söz konusudur (Skoog,1996).

2.1.2 Asit-Baz Titrasyonları

Asitler ve bazlar gerek cins, gerek konstrasyon ve gerekse kuvvetlilik bakımından, çok farklı olduklarından, çeşitli titrasyon eğrilerinden söz edilir. Her titrasyon özel bir indikatör varlığında yapılır. Titrasyon için indikatör seçimi çok önemli bir işittir. İndikatörlerin rengine pH dan başka faktörler de etki ettiğinden, titrasyon işlemi yapılırken bir takım faktörleride göz önüne almak gerekmektedir. Bu faktörler şunlardır:

a) Sıcaklık

b) Çözücünün türü

c) Kolloid tanecikler

Özellikle son iki faktör indikatörlerin renk deęiřtirme pH' sını bir pH biriminden fazla deęiřtirebilir. Bundan dolayı sadece uygun indikatör seçmek ve titrasyon teorisini bilmek yetmez. Ortam hakkında da yeterli bilgi sahibi olmak gerekir.

En genel řekli ile bir asit-baz titrasyonuna ait reaksiyon denklemleri 2.7 – 2.9'da belirtilmektedir



HA : Bir asit

BOH : Bir baz

H \check{C} : Bir çözücü

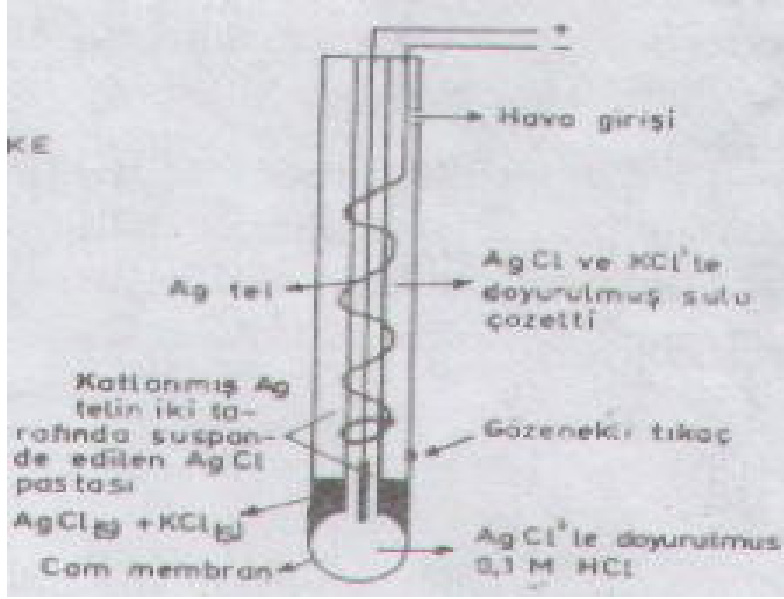
2.1.3 Susuz Ortam Titrasyonları

Titrimetrik reaksiyonların en bařta gelen özelliklerinden biri, reaksiyonların tam olarak gerçekteşmesidir. Asitlik ve bazlık sabitleri sulu ortamda 10^{-8} veya daha küçük olan asit ve bazların titrasyonları bu řartı gerçekteşiremezler. Bu nedenle sulu ortamda direk titre edilemezler. Böyle asitlerin titrasyonları bařka bir ortamda yapılır. Bu ortamlarda kullanılan çözücüler; amfiprotik ve aprotik çözücülerdir.

2.2 pH Elektrodu

Potansiyometrik titrasyonlarda genellikle cam elektrot kullanılmaktadır. Farklı derişimde iki asit çözeltilisinin arasına, karşılıklı olarak cam membran yerleştilirse elektrolitlerin pH'sını ölçmekte kullanılabilen bir potansiyel farkı oluşur. Elektrodun içi gümüş klorür ile kaplanmış gümüşten yapılmıştır. İkinci bir referans elektrot, elektrokimyasal pili tamamlamak için kullanılan doygun kalomel elektrot veya yine bir Ag/AgCl elektrodu olabilir. Günümüzde üretilen cam elektrotlar Şekil 2.1'de gösterildiđi gibi, pH ölçüm ve referans elektrotlarını aynı yapıda barındıran birleşik elektrotlardır. Elektrodun cam ampul kısmına yakın bir gözenekli tıkaç aracılığı ile devre tamamlanır ve bu tür bir birleşik elektrodun uçları pHmetreye

bağlanırsa pil potansiyeli ölçülerek ($E_{pil} = E_{cam} - E_{ref}$) potansiyometrik yoldan pH bulunmuş olur.



Şekil 2.1 Cam pH elektrodu

2.3 İndikatör Çeşitleri

İndikatörler, çözeltinin hidrojen iyonu aktivitesine göre renk değiştiren organik yapıda zayıf asit veya zayıf bazlardır. İndikatör çeşitlerini aşağıdaki gibi sınıflandırabiliriz:

- 1- Asit-Baz İndikatörleri
- 2- Redoks İndikatörleri
- 3- Çöktürme İndikatörleri
- 4- Kompleksometrik Titrasyon İndikatörleri (Metalokromik İndikatörler; metal iyonu varlığında indikatör işlevi gören organik bileşikler)

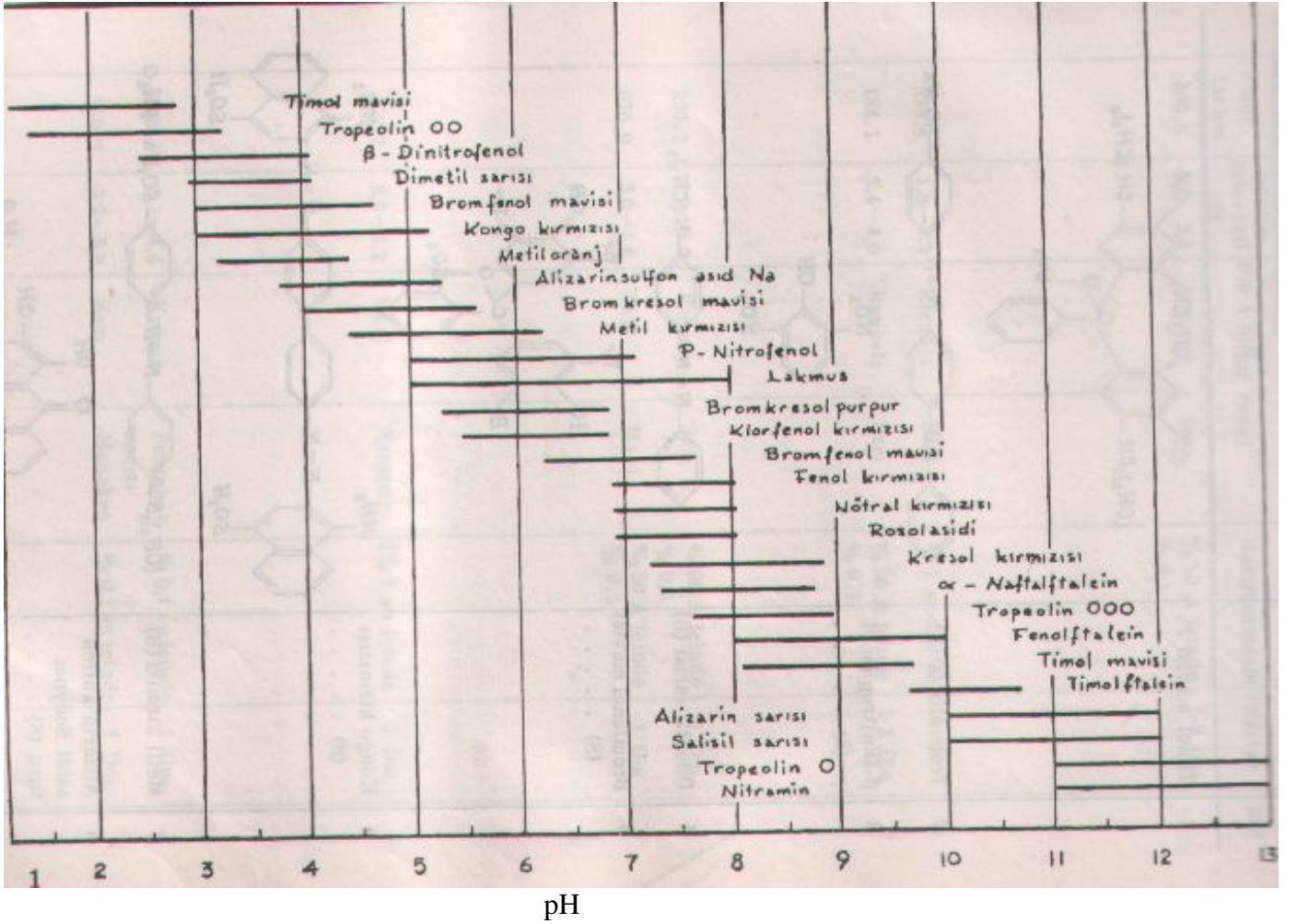
2.4 İndikatör Karışımları

Analitik kimya uygulamalarında, indikatör karışımları eşliğinde titrasyon yapılarak analiz sonucuna ulaşılabilmektedir. İndikatör karışımı kullanılmasının nedenini ise aşağıdaki şekilde açıklayabiliriz:

Normalde pH indikatörlerinin sahip olduğu belirli bir pH dönüm aralığı vardır. Bu pH aralığının altında ve üstündeki değerlerde, indikatörler farklı renklere sahip olmaktadır. pH dönüm aralığı birbiri üzerine kısmen çakışan değerlere sahip indikatör karışımı kullanılarak bu renk dönüm aralığı daraltılmış olur ve daha hassas değerde sonuç alınabilmesine imkan sağlanır. Ancak dikkat edilmesi gereken diğer bir nokta ise, seçilecek indikatörlerin dönüm renklerinin birbirlerinin tamamlayıcısı veya birinin renksiz olması gerekmektedir.

Farklı indikatörlerin pH dönüm aralıklarını Çizelge 2.1’ de gösterilmektedir (Erdem ve Baykut,1968).

Çizelge 2.1 Farklı indikatörlerin renk dönümü pH değerleri



2.5 Potansiyometrik Titrasyonlar

Analitik kimyada potansiyometrik titrasyonlar aşağıdaki şekilde sınıflandırılabilir.

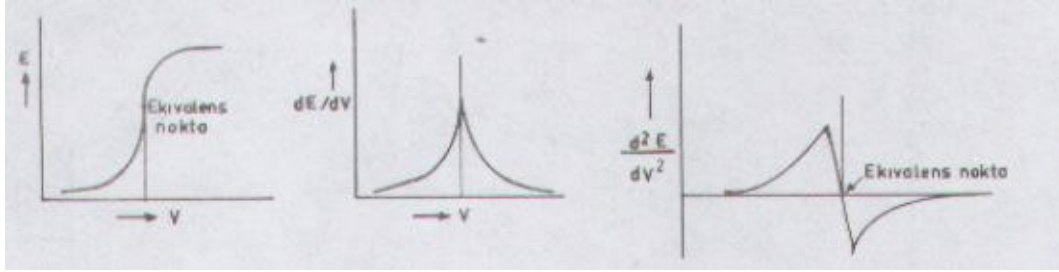
- Nötralleşme reaksiyonları
- Çökme reaksiyonları

c) Yükseltgenme-İndirgenme reaksiyonları

d) Kompleksleşme reaksiyonları

2.5.1 Asit-Baz Titrasyonlarının Dönüm Noktası Tayini

Bir potansiyometrik titrasyonun dönüm noktasını tayin etmek için, birkaç yöntem kullanılabilir. Bunlardan en pratik olanı, titrant hacmine karşı, potansiyelin doğrudan grafiğe geçirilmesine dayanan yöntemdir. Eğrinin sıçrama yaptığı bölgenin orta noktası tespit edilir ve dönüm noktası olarak alınır. Bu orta noktayı tespit etmek için farklı grafik metodlar önerilmiştir.



Şekil 2.2 Asit-baz titrasyonlarında dönüm noktası tayini

2.6 Asit Karışımları Titrasyonları

Asit karışımları titrasyonlarına ait literatür verileri incelendiğinde çok genel bir sınıflandırma yapılacak olursa iki ana başlık altında toparlanabilir.

2.6.1 Kuvvetli Asit – Zayıf Asit Karışımları

Bir zayıf asitle bir kuvvetli asit karışımı farklı indikatörler eşliğinde iki basamakta titre edilebilir. Ancak zayıf asidin asitlik sabitinin 10^{-5} 'den küçük olması ve zayıf asidin fazla seyreltik olmaması gerekir.

2.6.2 Diğer Asit Karışımı Titrasyonları

Genellikle matematik verilerin ışığında, bilgisayar programları yardımıyla potansiyometrik titrasyon sonuçlarının değerlendirildiğini ve bu sayede farklı asitlerin konsantrasyonlarının tayin edilebildiğini görmekteyiz. Örneğin paslanmaz çelikten üretilen pH elektrodu

kullanılarak, akış enjeksiyon analizini de içeren sistemde potansiyometrik titrasyonlar yapılmıştır. Burada, süksinik asit ve okzalik asit karışımlarının sodyumhidroksit ile titre edilmesi sırasında elde edilen veriler bilgisayar programı ile değerlendirilmiş ve asit karışımının tayini gerçekleştirilmiştir (Cleidiene vd,2000).

Yine gerçekleştirilen başka uygulamalarda da ortak nokta olarak kuvvetli bir baz ile (sodyum hidroksit ile) farklı bir kalibrasyon yöntemi kullanılarak asit karışımlarının potansiyometrik titrasyon ile tayini gerçekleştirilmiştir (Cleidiene vd,2000; Yongnian,1998; Papanastasiou vd,1993; Papanastasiou vd,1995; Ivaska vd,1980).

Ayrıca TSE' nin asetik asit ve formik asit için önerdiği standart metodlarında da fenol ftalein indikatörü eşliğinde sodyum hidroksit ile titrasyon ve potansiyometrik titrasyon esas alınmaktadır (TS4583, 1985; TS4575, 1985; TS4576, 1985).

Bu çalışmada ise, zayıf asit-kuvvetli asit çözeltisi karışımına, zayıf asidin eş (konjuge) bazı kullanılarak potansiyometrik titrasyon uygulanmıştır. Sonuçta sadece kuvvetli aside ait tek dönüm noktası elde edilerek, bu sayede zayıf asit çözeltisi içerisinde bulunan kuvvetli asit çözeltisinin analizi yapılabilmektedir.

Ayrıca, indikatör karışımı (brom fenol mavisi/ dimetil sarısı) eşliğinde titrasyon yapılarak da asetik asit çözeltisi içerisindeki kuvvetli asit miktarı pratik olarak analiz edilebilmiştir.

Bu çalışma belirtilen açılardan orjinalliğe sahiptir.

2.7 Absorbsiyon Spektrofotometrisi

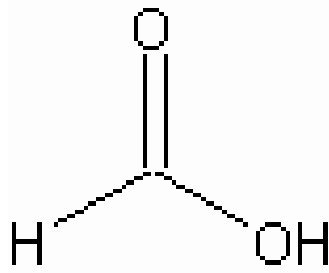
Absorbsiyon spektroskopisi b cm ışın yoluna sahip bir kaptaki bulunan çözeltinin geçirgenliğinin (T) veya absorbansının (A) ölçümüne dayanır. Normal olarak absorbans absorpsiyon yapan madde ile aşağıdaki eşitlikte belirtildiği gibi doğru orantılı olarak değişir.

$$A = -\log T = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (2.15)$$

Bu eşitlik Beer kanununun matematiksel olarak ifadesidir. Temelinde bu kanuna dayanan spektrofotometre kullanılmaktadır. Bazıları sadece görünür bölge için imal edilmiş olup; diğerleri ultraviyole ve görünür bölgede kullanılabilirler. Çok az sayıda cihaz da ultraviyole bölgeden yakın infrarede kadar ölçebilme özelliğine sahiptir (Skoog vd.,1998).

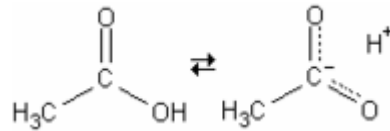
2.8 Formik Asit ve Asetik Asidin Kullanım Alanları

Formik asit ilk kez kırmızı karınca *Formica Rufa*'dan keşfedildiği için ismine formik asit denilmektedir. Kuvvetli bir alifatik karboksilik asittir (Şekil 2.1). Günümüzde deri, lastik ve tekstil endüstrilerinde pH kontrolü amacıyla, tarımda koruyucu amaçla, ilaç ve gıda endüstrilerinde antimikrobiyal olarak, elektrokaplama endüstrisinde ise metal temizleyici olarak kullanılmaktadır (1-2).



Şekil 2.3 Formik asit

Asetik asit renksiz zayıf bir organik karboksilik asittir (Şekil 2.2). Glasiyel asetik asit %99,5 oranında saf asetik asit içermektedir. Sirkenin başlıca bileşeni asetik asittir ve günümüzde gıdalarda koruyucu madde olarak kullanılmasının yanı sıra lastik, plastik, ilaç, tekstil ve fotoğrafçılık alanlarında da kullanılmaktadır (3-4).



Şekil 2.4 Asetik asit

Asetik asit ve formik asit diğer bazı kuvvetli asitlere oranla daha pahalıdır. Bazı asitlerin birim fiyatları Çizelge 2.2'de gösterilmektedir (5-6).

Çizelge 2.2 Bazı asitlerin birim/ton fiyatları

Asidin Adı	Birim Fiyatı (\$+KDV/ton)
CH ₃ COOH (glasiyel)	940
CH ₃ COOH (%80)	740
HCOOH	875
HClO ₄	1175
HCl(%37)	120
HNO ₃ (%65)	67
H ₂ SO ₄ (%98)	52

3. DENEY BÖLÜMÜ

3.1 Kullanılan Cihazlar ve Kimyasal Malzemeler

Bu çalışmanın deney aşamasında yapılan asit-baz titrasyonlarında pH ölçümü OPM 223\253 model cam elektrotlu pH metre ile gerçekleştirildi. Uygun indikatör karışımının belirlenebilmesi bölümünde gerçekleştirilen tüm denemelerde Agilent 8453 UV Spektrofotometresi kullanıldı.

Çalışılan asit çözeltileri formik asit (%95), glasiyel asetik asit, hidroklorik asit (%37), nitrik asit (%65), perklorik asit (%70) ve sülfürik asit (%95-98) Merck çözeltilerinden hazırlandı. Baz çözeltileri ise sodyum hidroksit, sodyum formiat Fluka'dan, sodyum asetat Riedel-de Haen' den çözülerek hazırlandı.

Titrasyonda yer alan indikatör karışımında kullanılan; bromfenol mavisi, dimetil sarısı, metilen mavisi Merck' den hazırlandı.

Tüm asit-baz çözeltilerinin hazırlanmasında deiyonize su, indikatör çözeltilerinin hazırlanmasında ise %96' lık etanol kullanıldı.

3.2 Kullanılan Çözeltilerin Hazırlanması

3.2.1 Asit-Baz Çözeltilerinin Hazırlanması

Tüm asit-baz çözeltileri 2N'lik derişik çözeltiler halinde hazırlanarak hata yapma ihtimali asgari seviyeye indirildi. Denemeler sırasında derişik çözeltilerinin uygun oranlarda seyreltilmesi ile hazırlanan çözeltiler kullanıldı. Çalışma için hazırlanan derişik asit-baz çözeltilerinin normalite değerleri Çizelge 3.1' de belirtilmiştir.

Çizelge 3.1 Çalışılan asit-baz çözeltilerinin gerçek normaliteleri

Hazırlanan Derişik Çözeltiler(N)			Derişik Çözeltilerden Seyreltilerek Hazırlanan Çözeltiler(N)		
Çözelti Adı	\bar{X}	$\bar{X} \pm t S / \sqrt{n}$	Çözelti Adı	\bar{X}	$\bar{X} \pm t S / \sqrt{n}$
CH ₃ COOH	2,07	2,044 – 2,096	CH ₃ COOH	0,104	0,102 – 0,105
HCOOH	2,10	2,054 – 2,146	HCOOH	0,105	0,103 – 0,107
HClO ₄	2,13	2,082 – 2,178	HClO ₄	0,107	0,104 – 0,109
HCl	2,10	2,064 – 2,136	HCl	0,105	0,103 – 0,107
HNO ₃	2,01	1,975 – 2,045	HNO ₃	0,101	0,099 – 0,102
H ₂ SO ₄	1,99	1,956 – 2,024	H ₂ SO ₄	0,099	0,098 – 0,101
CH ₃ COONa	1,99	1,899 – 2,081	CH ₃ COONa	0,099	0,095 – 0,104
HCOONa	1,98	1,949 – 2,011	HCOONa	0,099	0,097 – 0,101
NaOH	2,04	1,943 – 2,137	NaOH	0,102	0,097 – 0,107
$p = 0,05 \quad n = 5 \quad t_{\text{tablo}} = 2,78$					

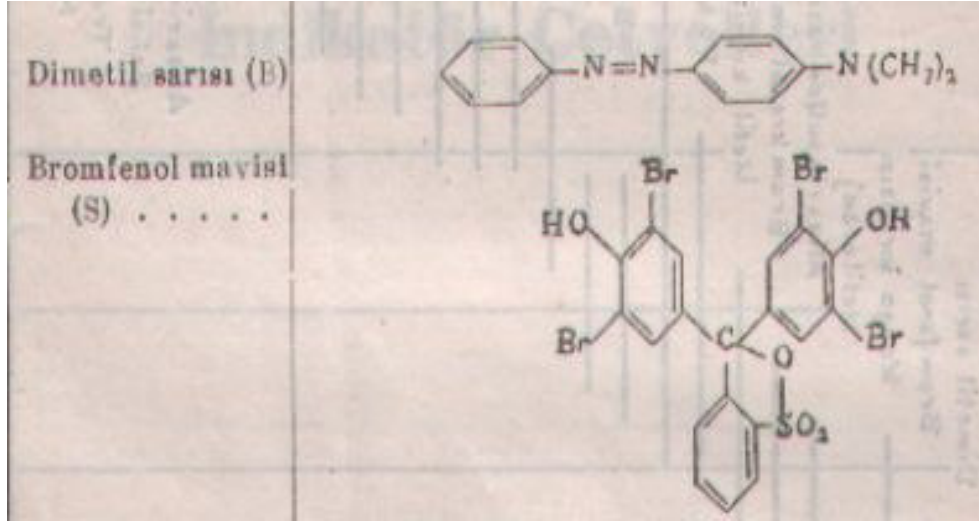
3.2.2 İndikatör Çözeltilerinin Hazırlanması

Referans alınan kaynaklara göre indikatör çözeltileri Çizelge 3.2’ de belirttikleri şekilde hazırlanmıştır (Afşar ve Karşılıyan, 1994).

Çizelge 3.2 İndikatör çözeltilerinin hazırlanması

İndikatör adı	Hazırlama şekli	pH dönüm değerleri ve renkleri
Dimetil sarısı	0,1 g, 100 mL etanolde çözüldü (%90)	pH = 2,90 – 4,00 kırmızı-sarı
Bromfenol mavisi	0,1 g, 100 mL etanolde çözüldü (%20’lik)	pH = 3,00 – 4,60 sarı-mavi
Metilen mavisi	0,1 g, 100 mL suda çözüldü	yükseltgenme, mavi – indirgenme, renksiz (0,53 V - 0,01 V)

Çizelge 3.3 Brom fenol mavisi ve dimetil sarısı indikatörlerinin kimyasal formülleri

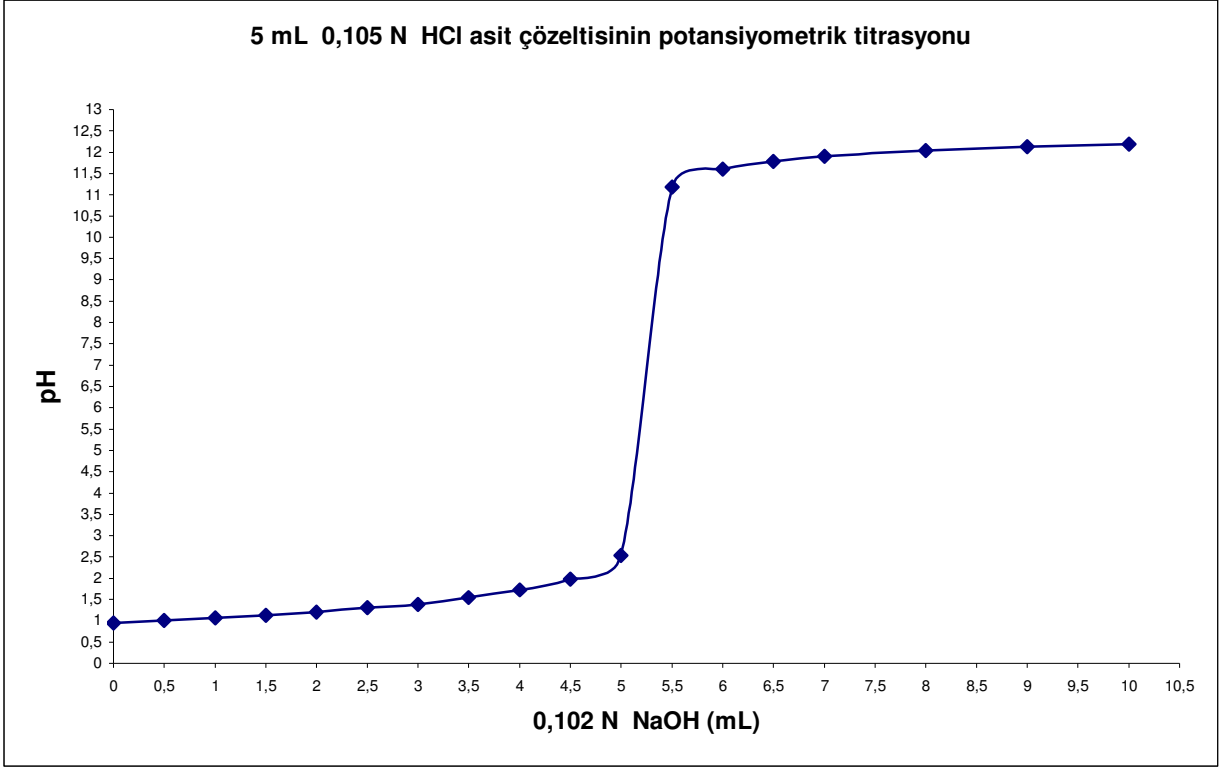


3.3 Deneyleerin Uygulanması

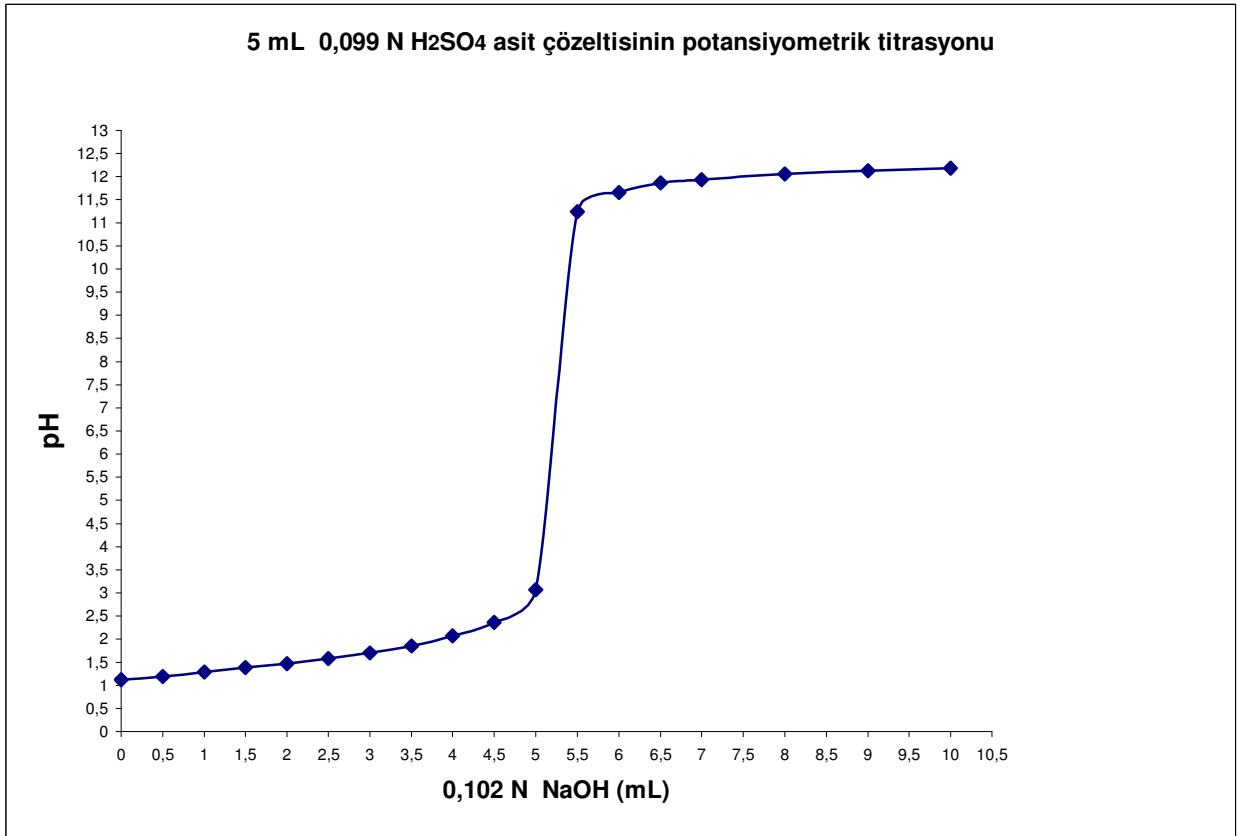
3.3.1 Potansiyometrik Titrasyonlar

Asit-baz çözeltileri derişik çözeltilerinden seyreltme yapılarak 0.1 N olacak şekilde hazırlandı. Her bir asit çözeltilisinin 5'er mL'lik hacimleri önce tek olarak kuvvetli bir baz olan NaOH ile ardından CH_3COONa ve HCOONa ile potansiyometrik olarak tayin edildi. Ardından zayıf asit-kuvvetli asit karışımı oluşturularak asetik asit ve formik asitin farklı asitlerle olan 5'er mL'lik karışımları yine önce NaOH ile daha sonra da eş bazı (konjuge bazı) ile potansiyometrik olarak titre edildi.

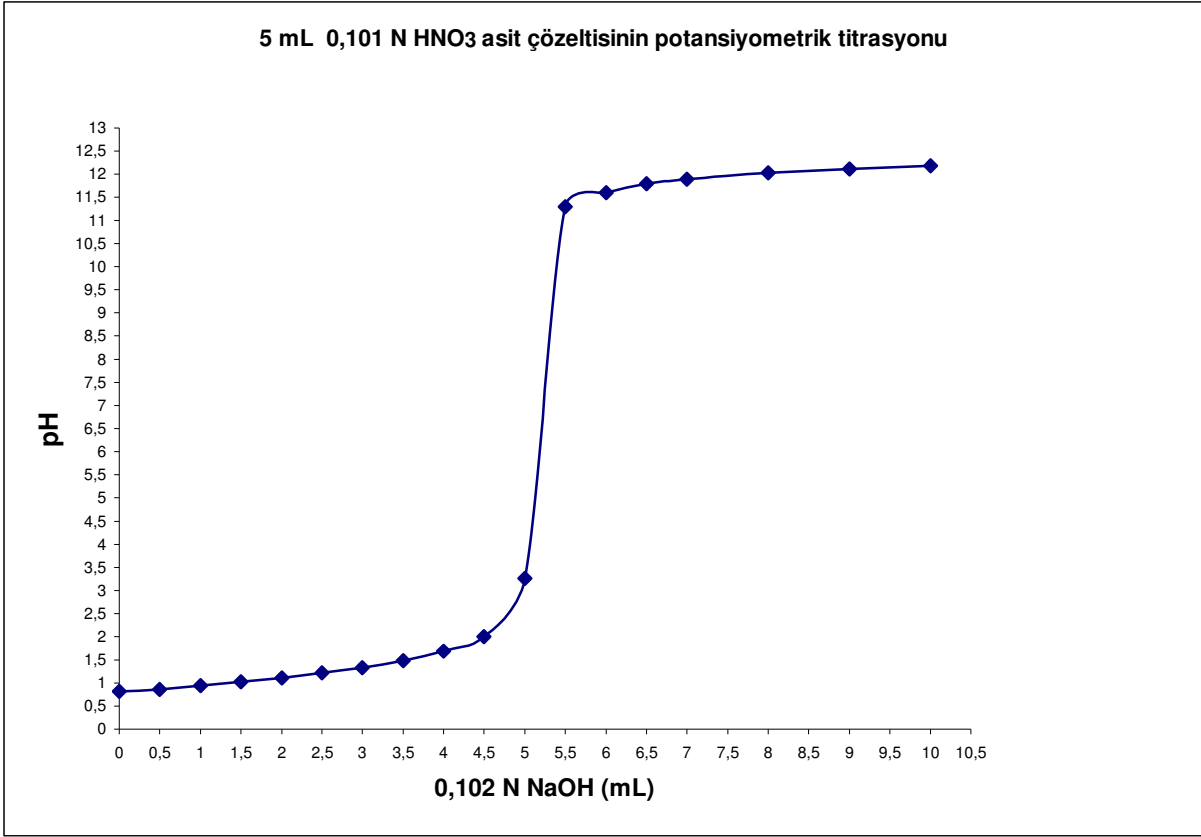
İlave edilen baz hacmi apsise, deęişen pH deęeri de ordinata yazılarak potansiyometrik titrasyon eğrileri oluşturuldu (Şekil 3.1 – Şekil 3.32). Bu eğrilerden bulunan ekivalent noktalardan titrasyon sonunda bulunan sonuçlar medg cinsinden hesaplandı. Çözeltide bulunan gerçek asit miktarları ve titrasyon sonunda bulunan asit miktarları % geri kazanımı ve t testine göre incelemeleri yapıldı. Bulunan sonuçlar Bölüm 4'de yer alan, Çizelge 4.1 – Çizelge 4.16'da belirtilmektedir.



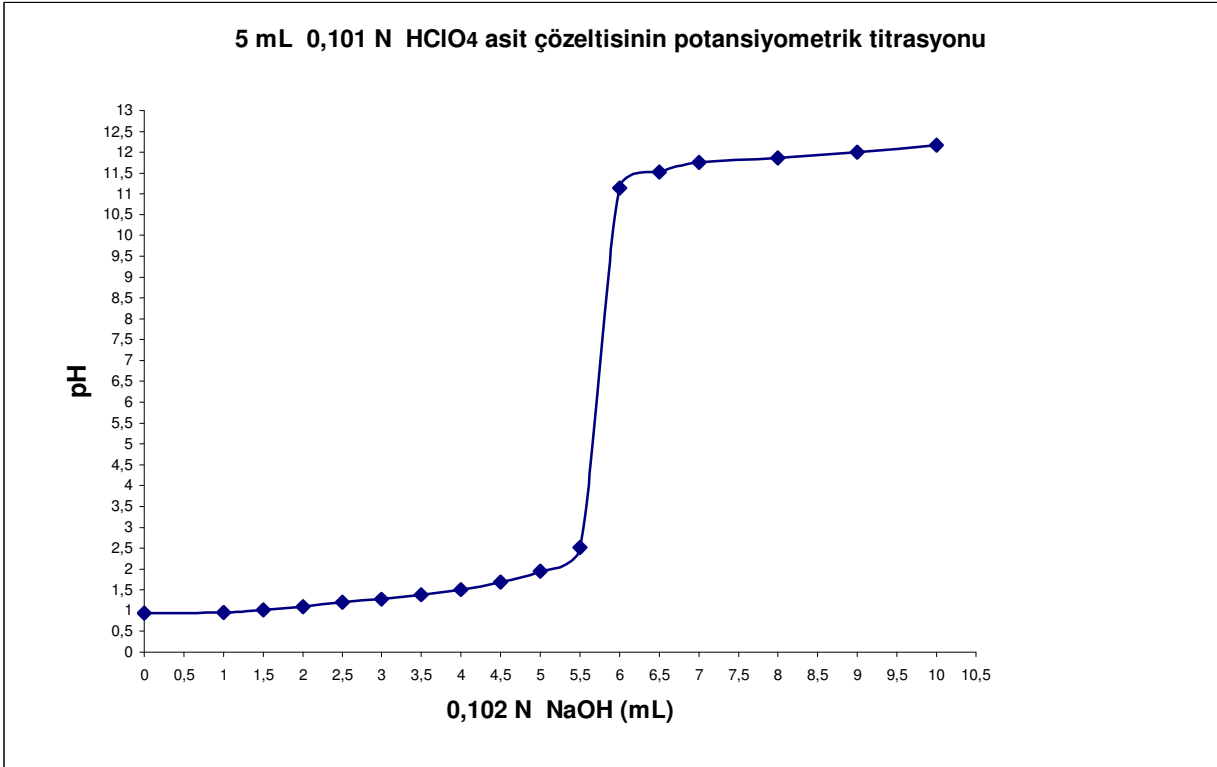
Şekil 3.1 Klorür asidi çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



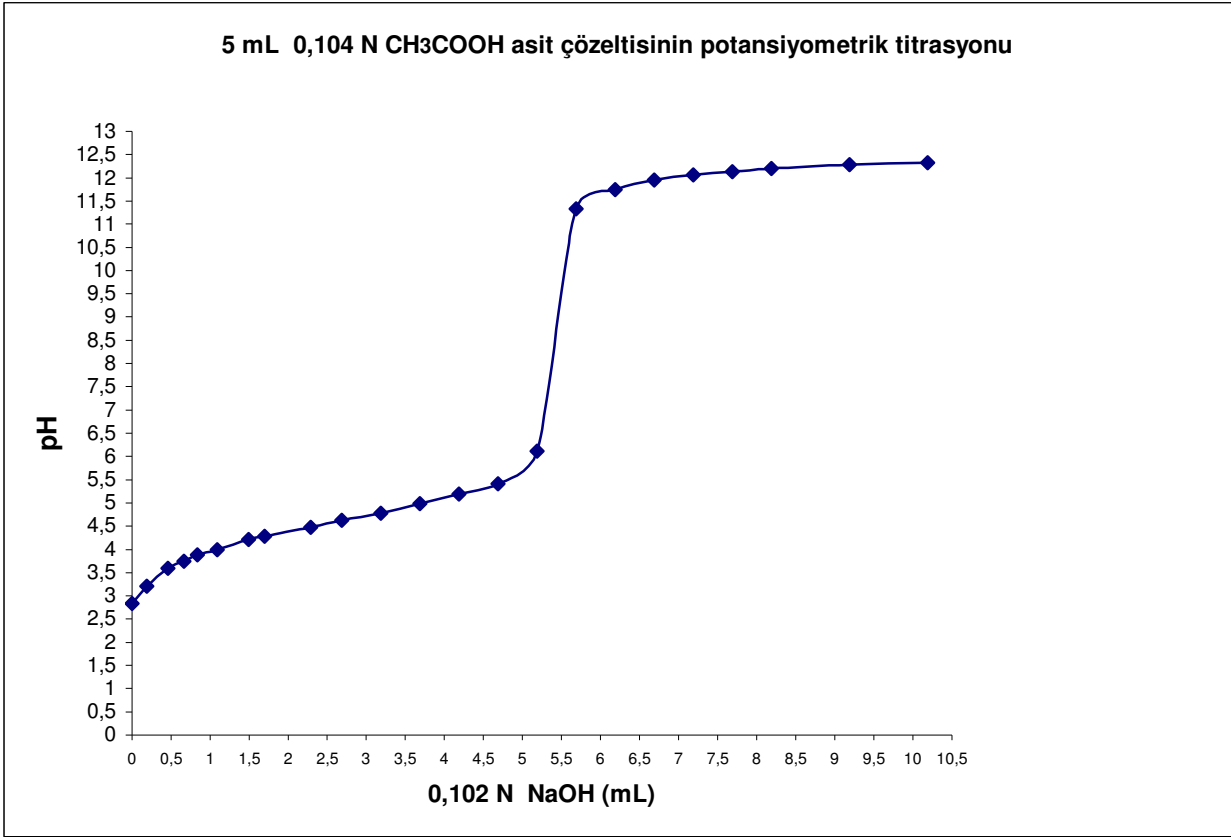
Şekil 3.2 Sülfürik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



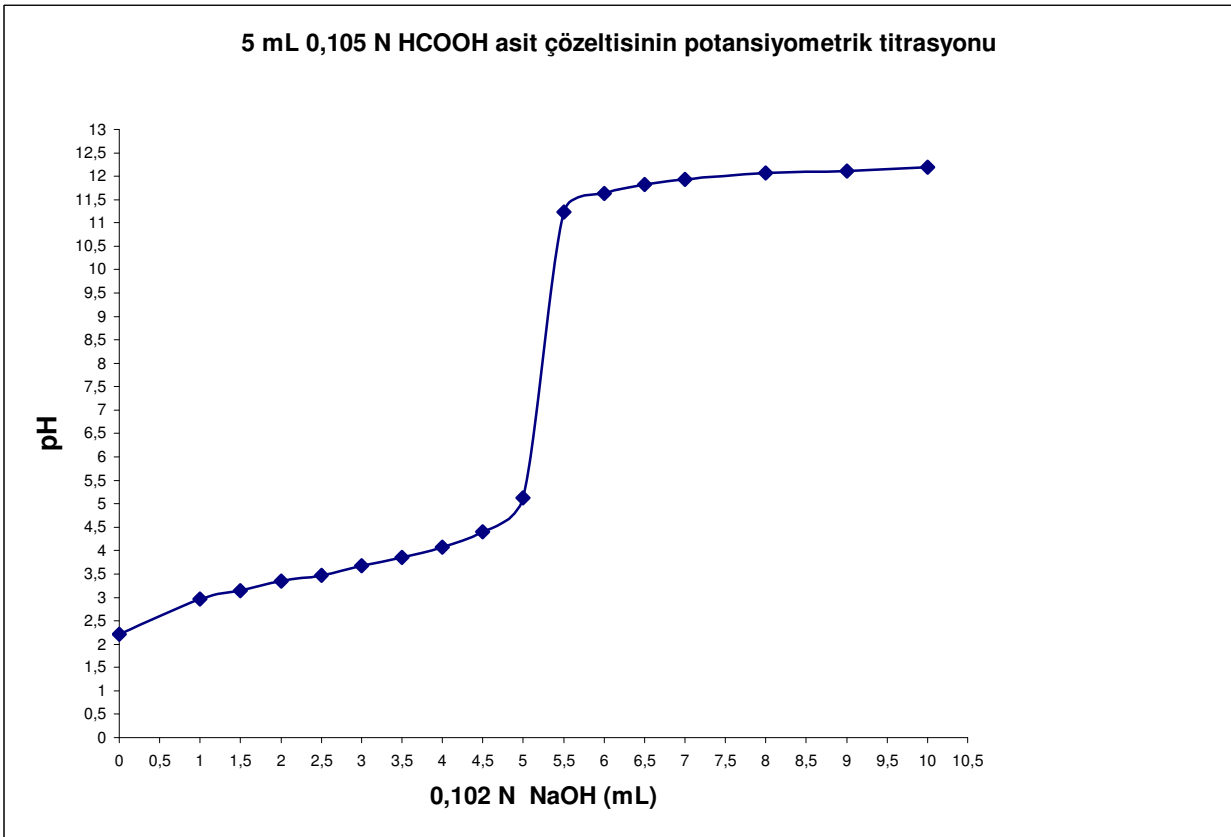
Şekil 3.3 Nitrik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



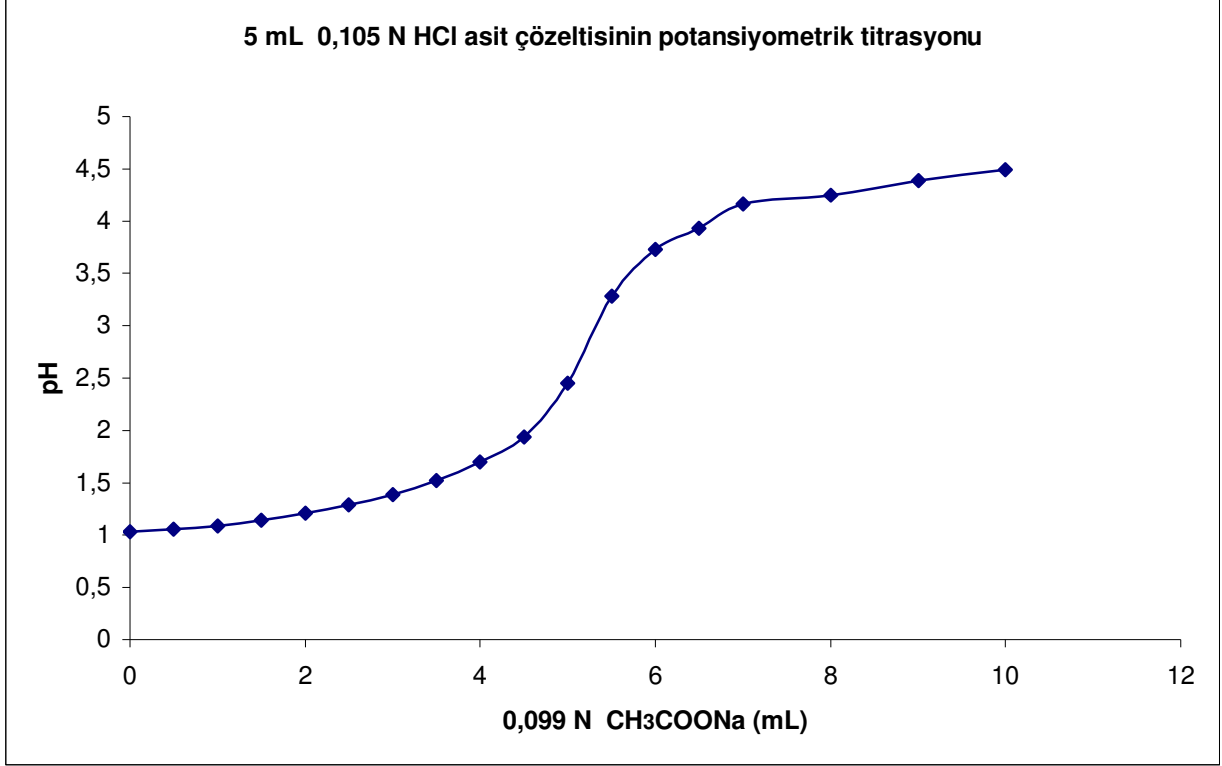
Şekil 3.4 Perklorik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



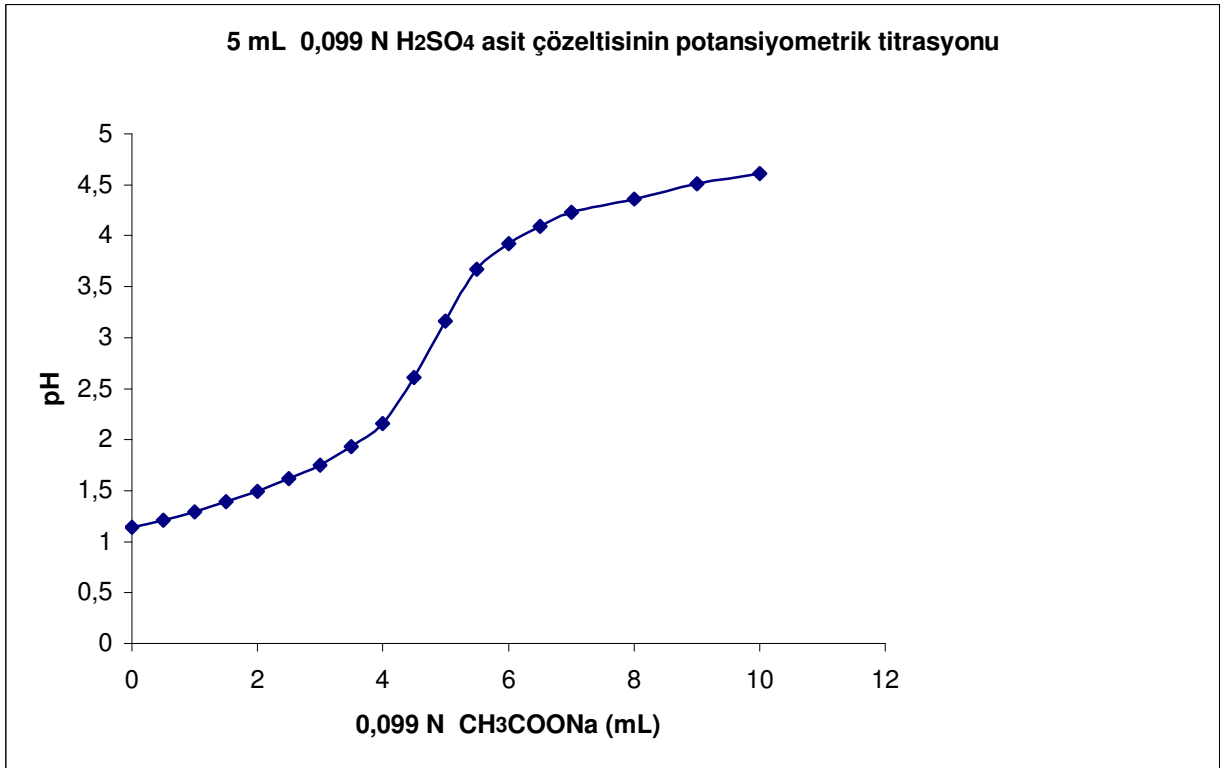
Şekil 3.5 Asetik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



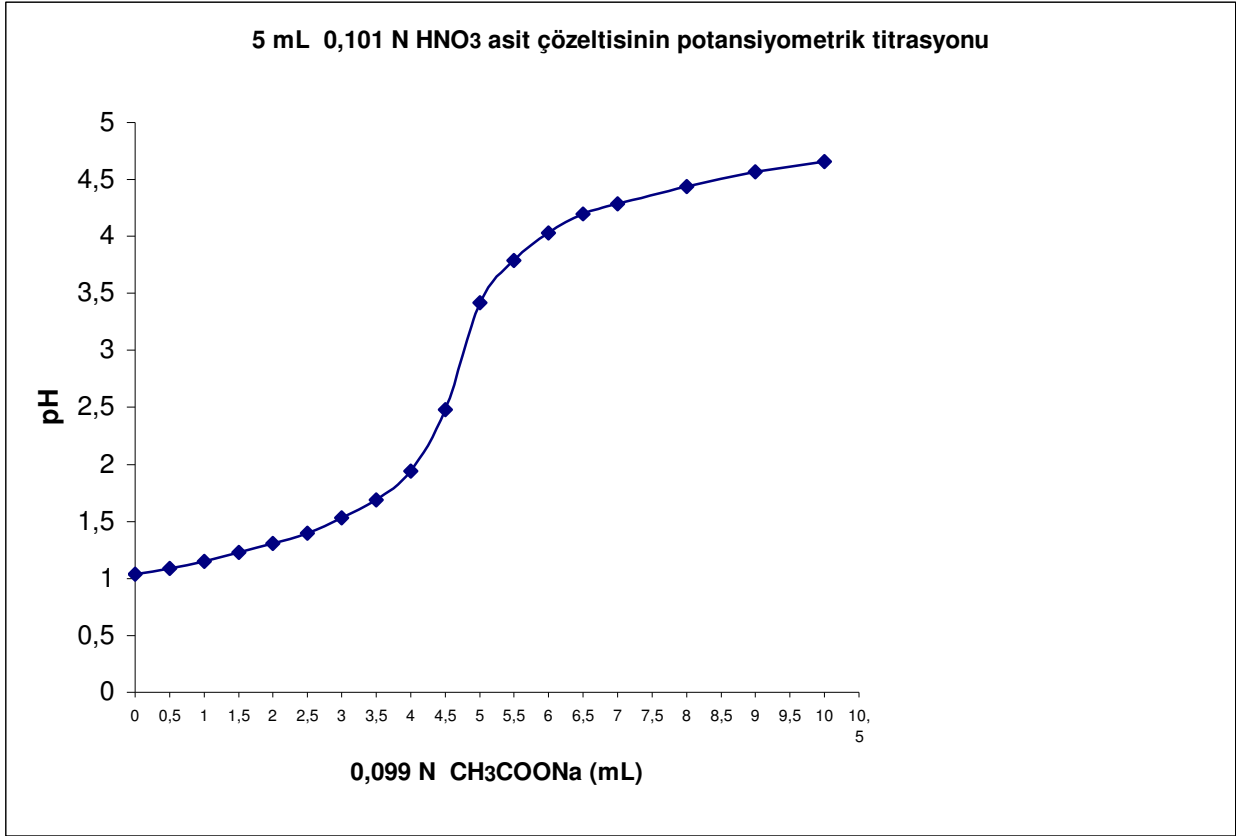
Şekil 3.6 Formik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



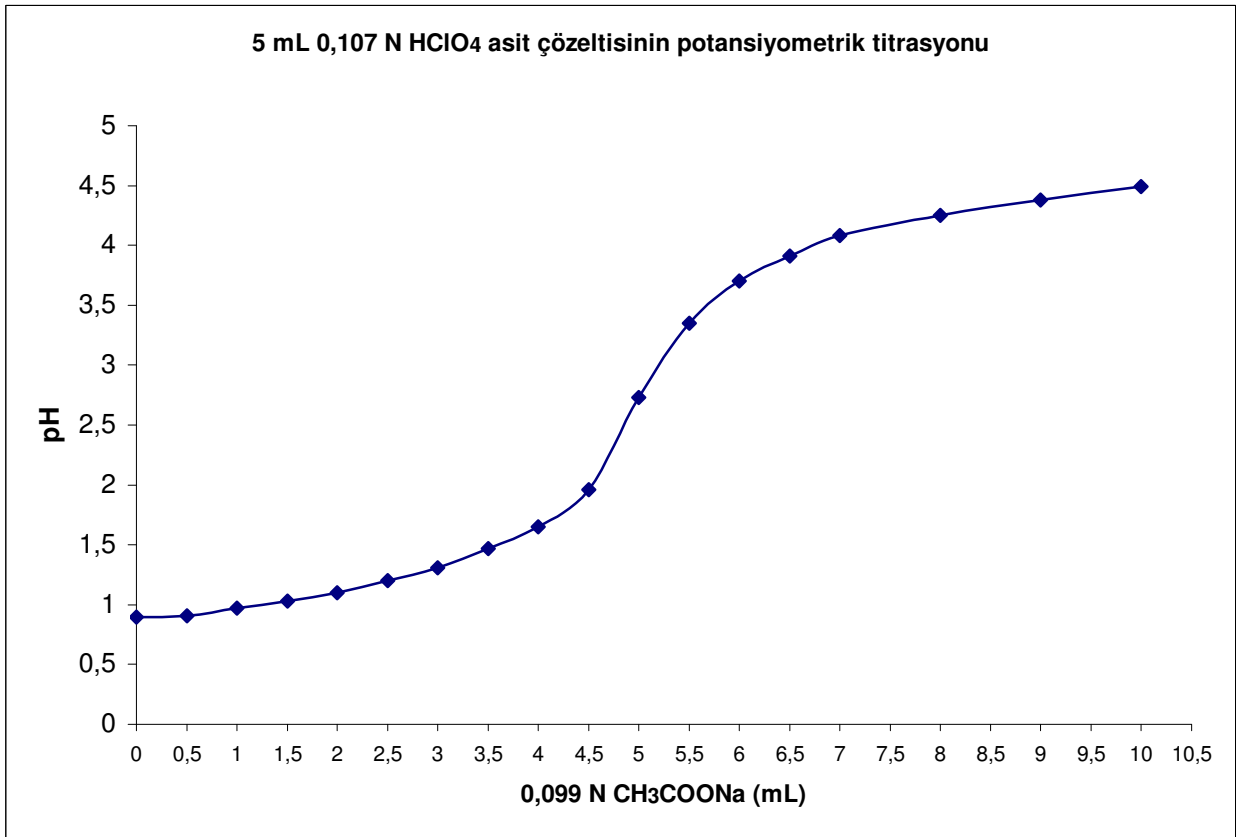
Şekil 3.7 Klorür asidi çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



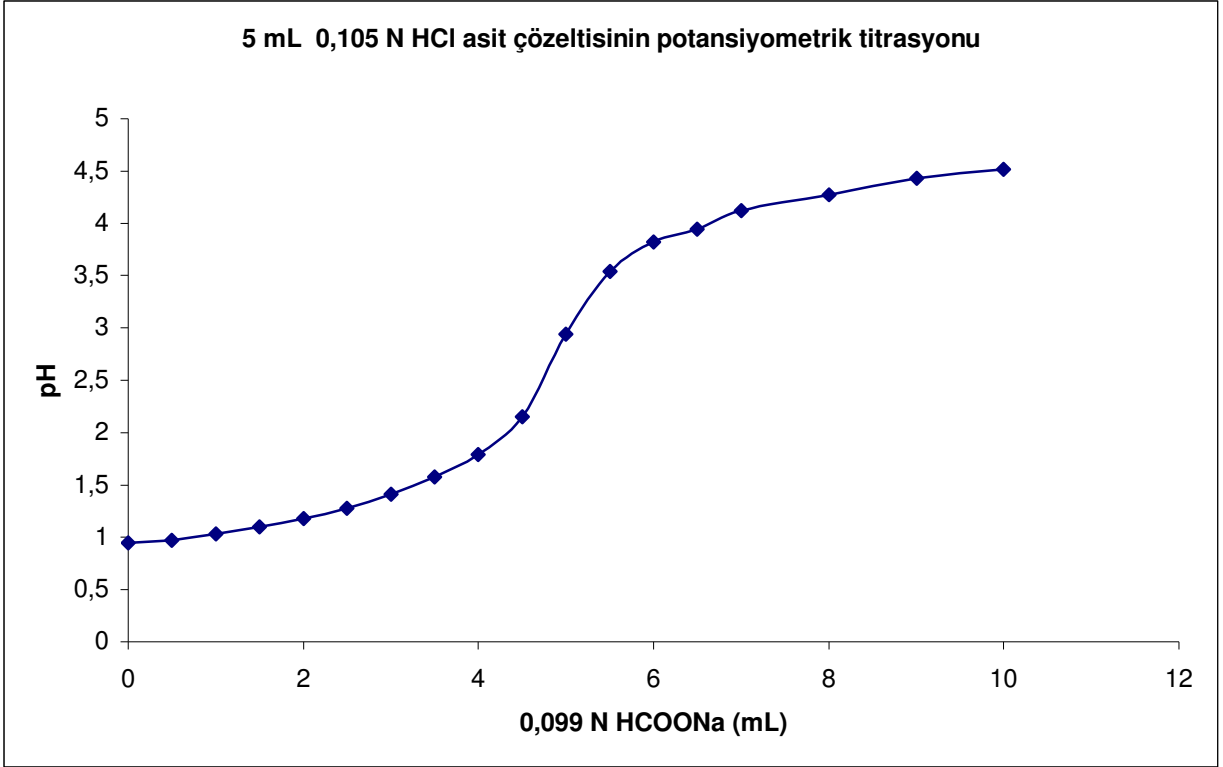
Şekil 3.8 Sülfürik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



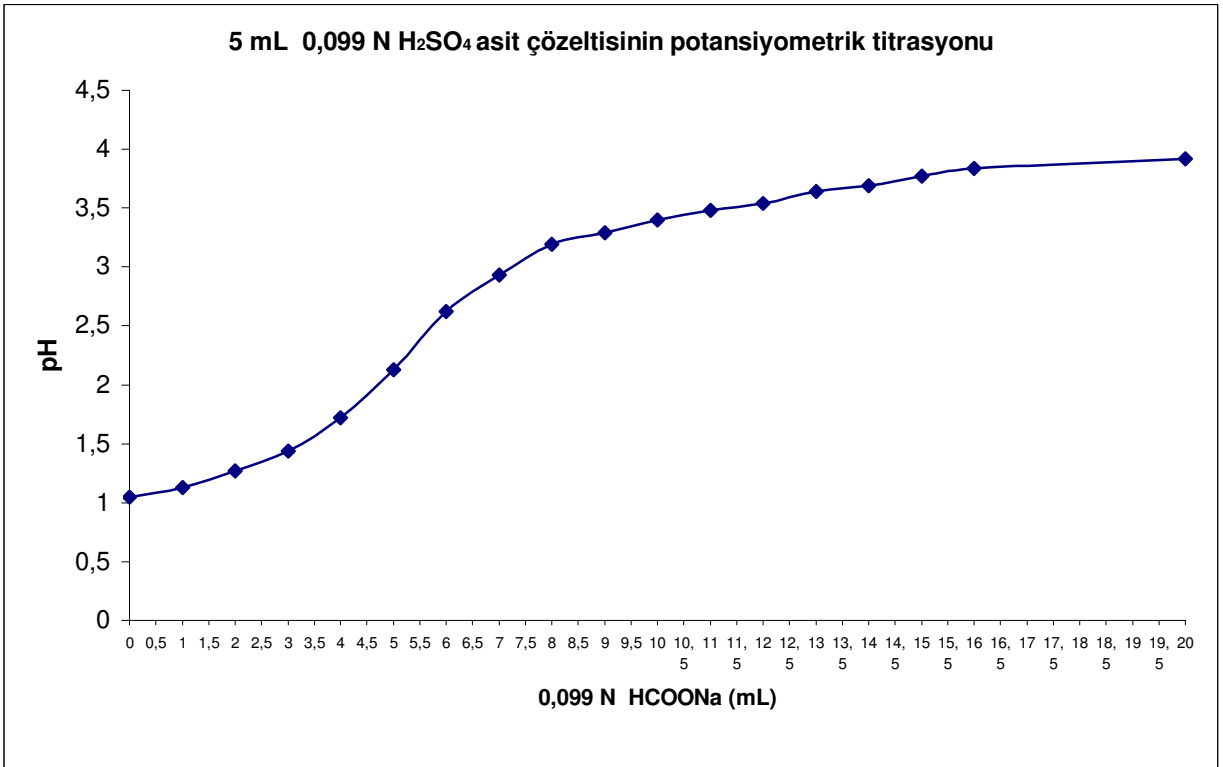
Şekil 3.9 Nitrik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



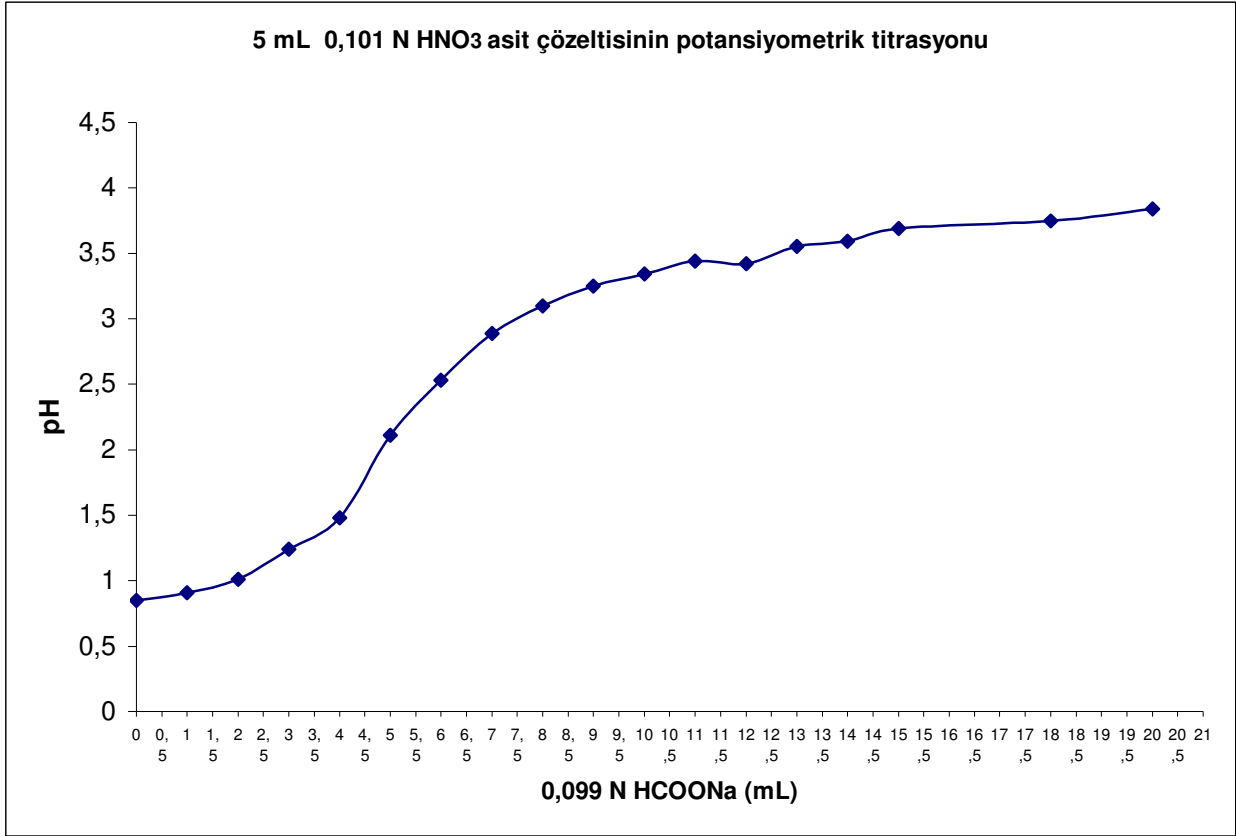
Şekil 3.10 Perklorik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



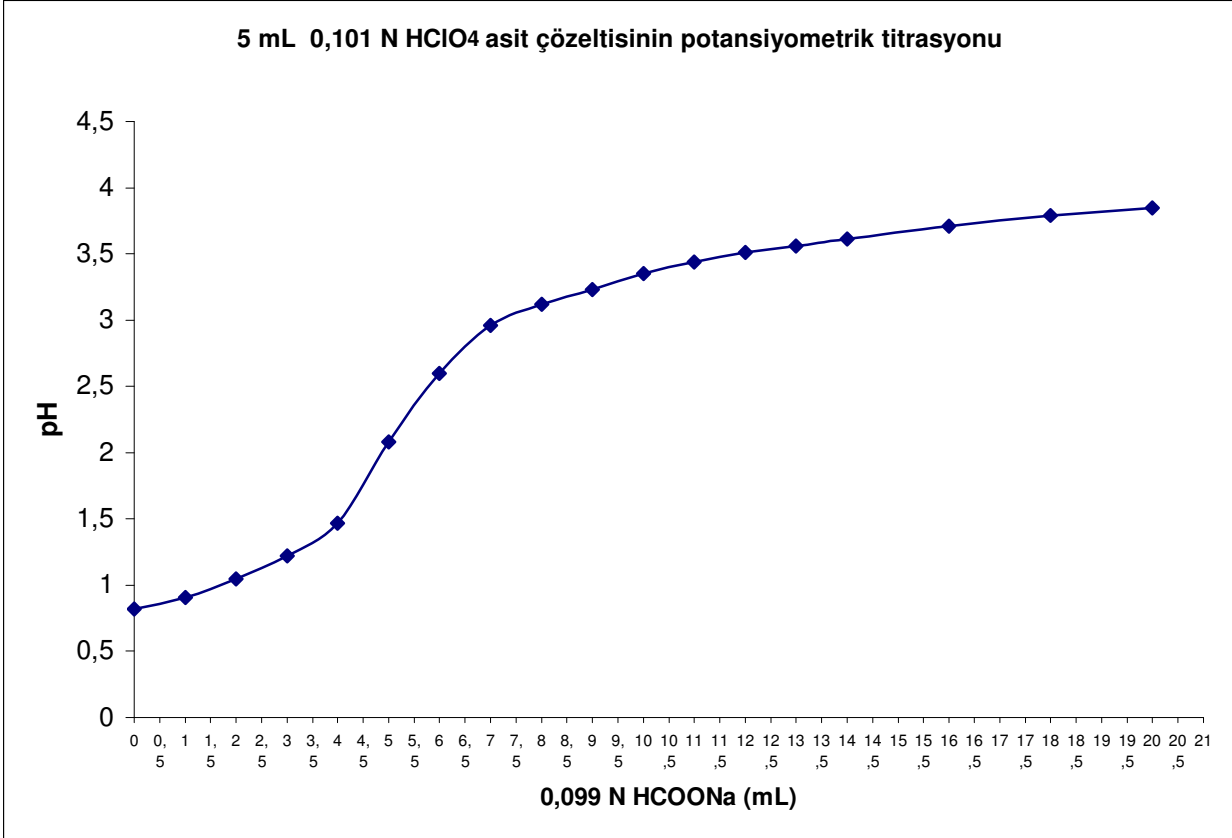
Şekil 3.11 Klorür asidi çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



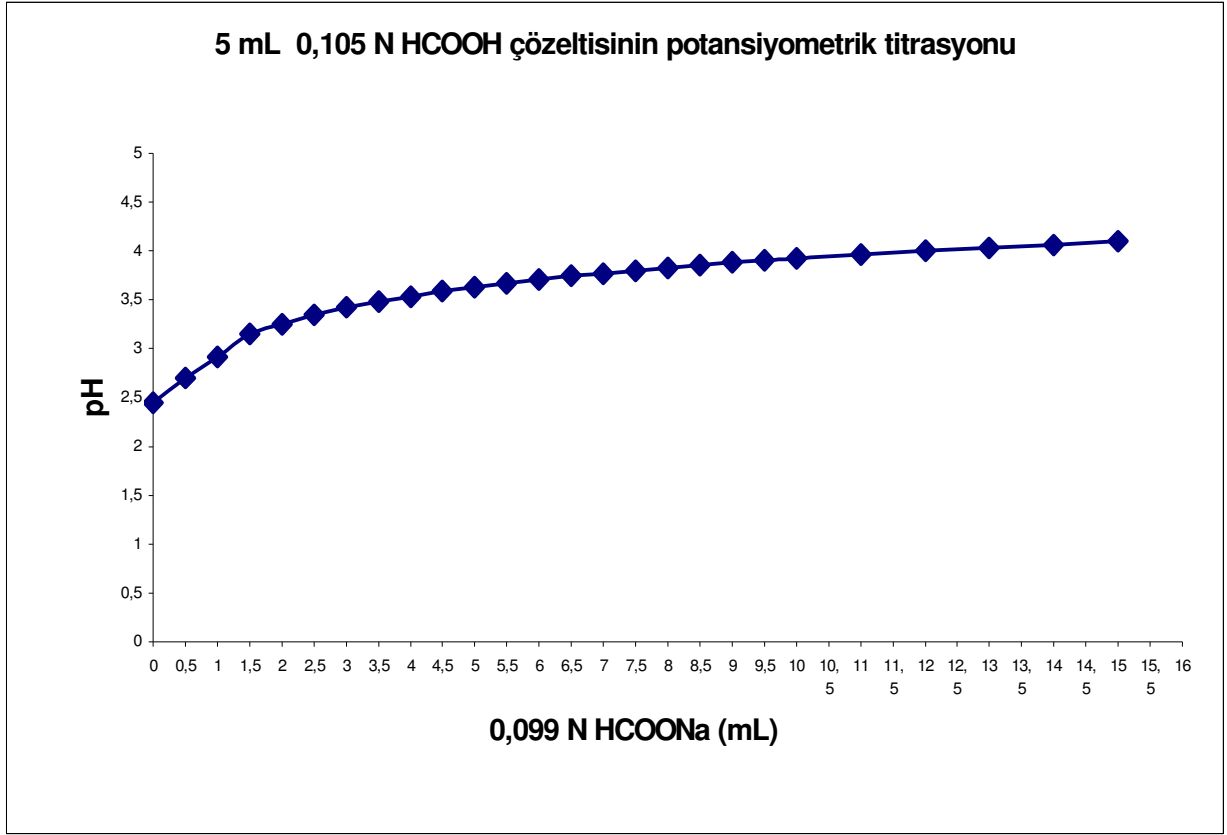
Şekil 3.12 Sülfürik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



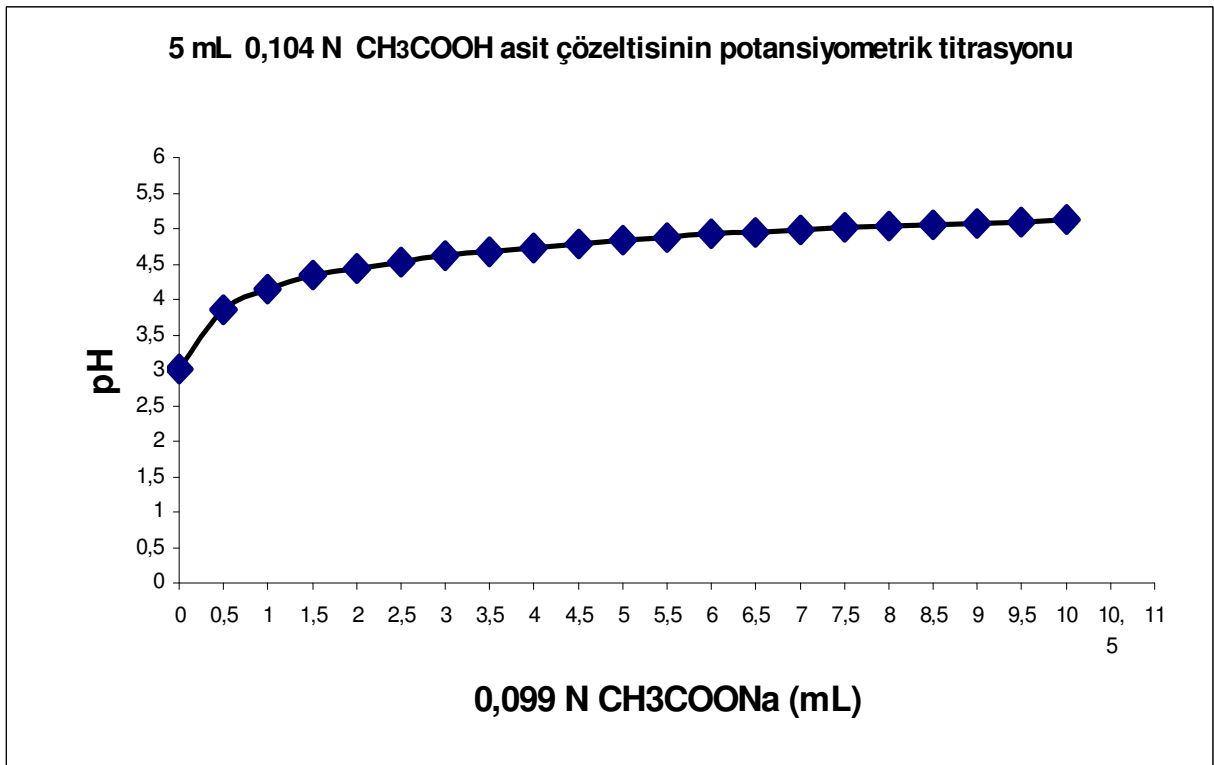
Şekil 3.13 Nitrik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



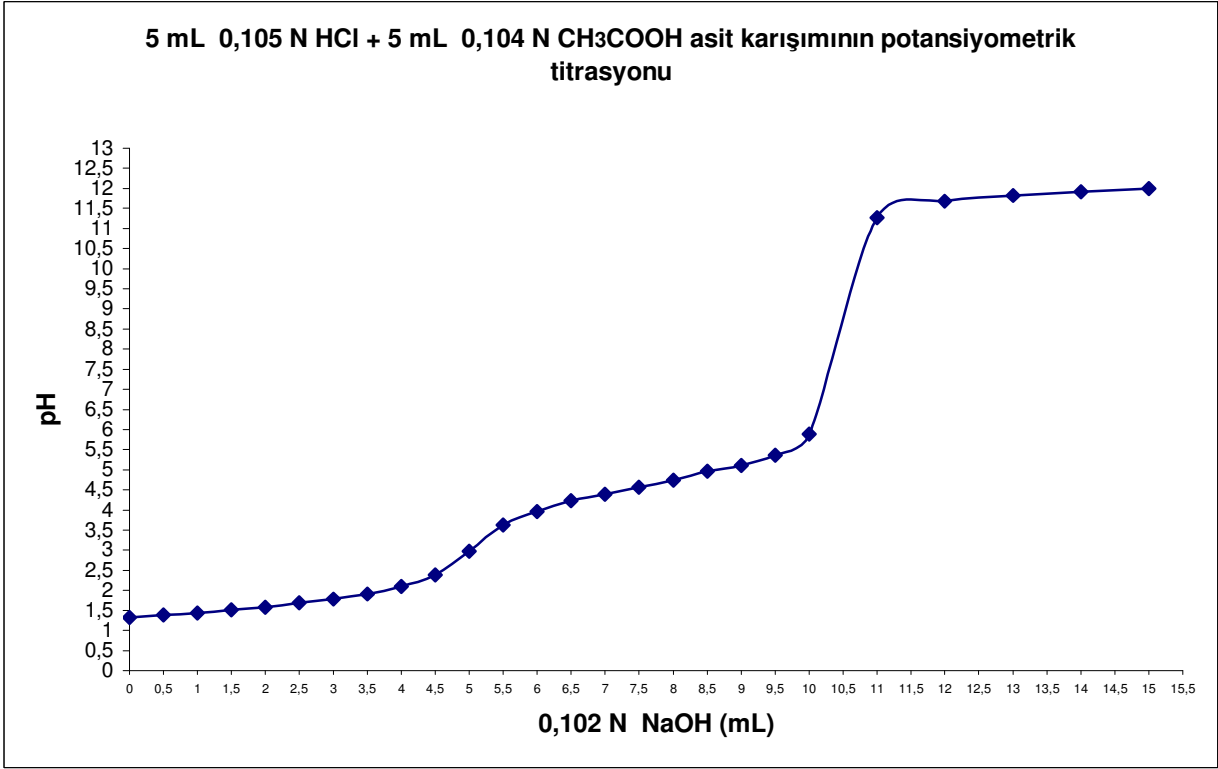
Şekil 3.14 Perklorik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



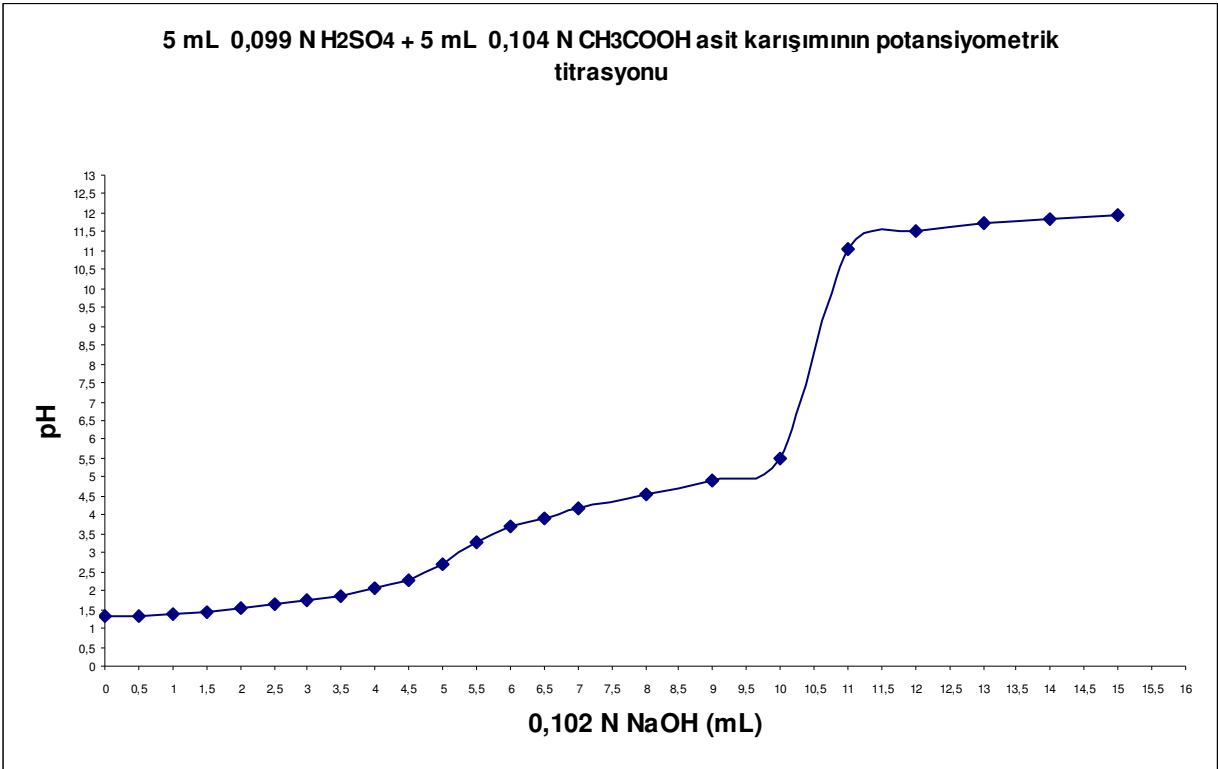
Şekil 3.15 Formik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



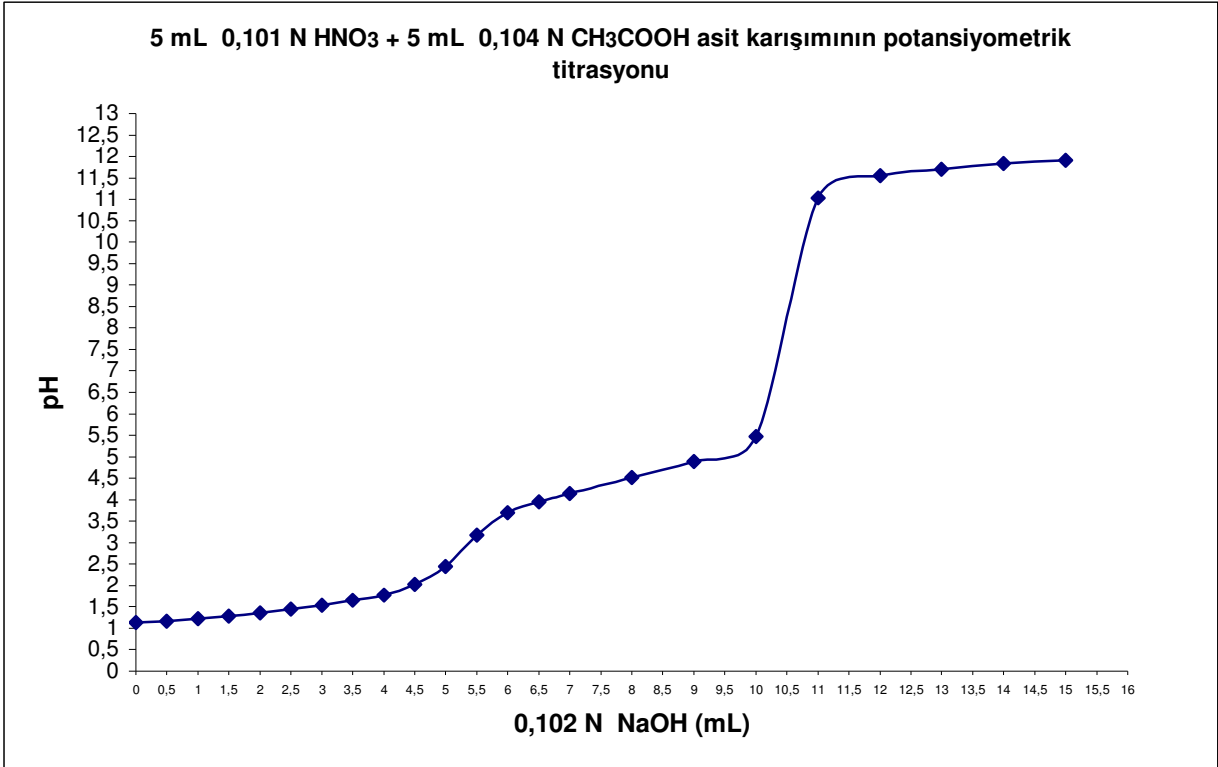
Şekil 3.16 Asetik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



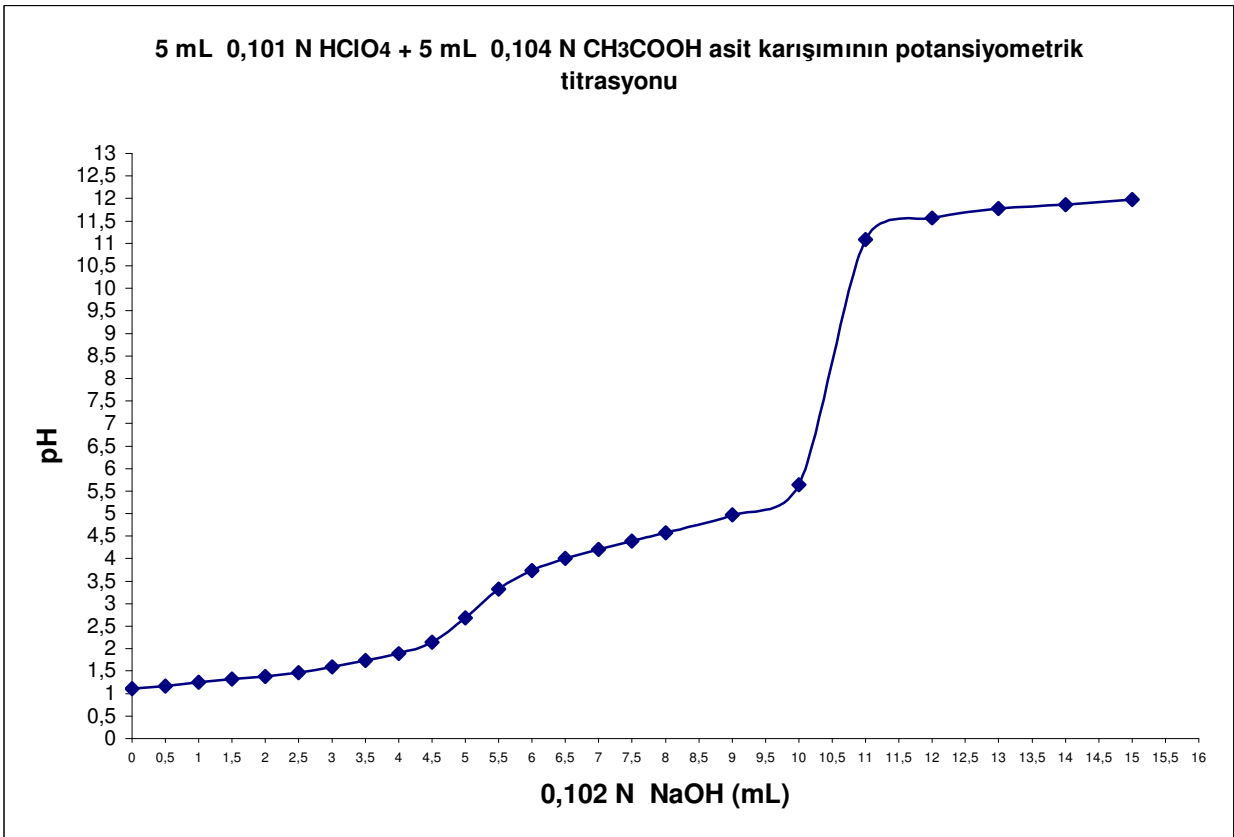
Şekil 3.17 Klorür asidi – asetik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



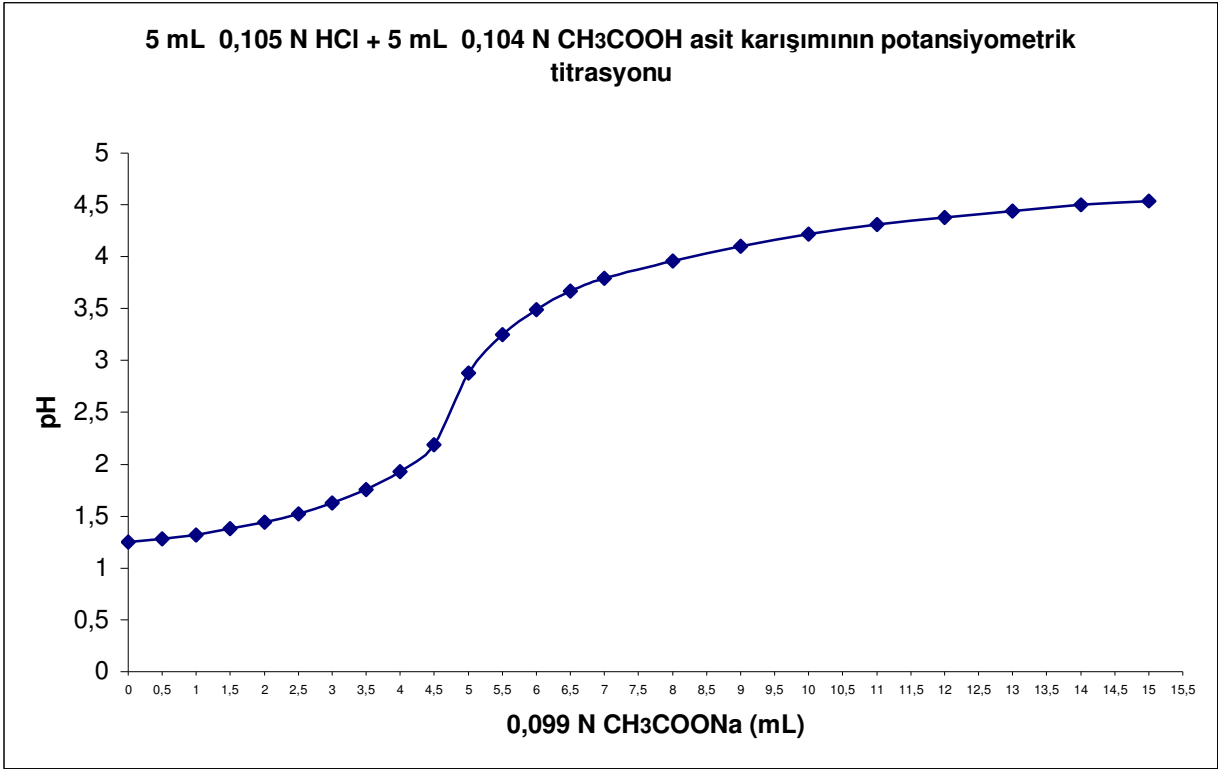
Şekil 3.18 Sülfürik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



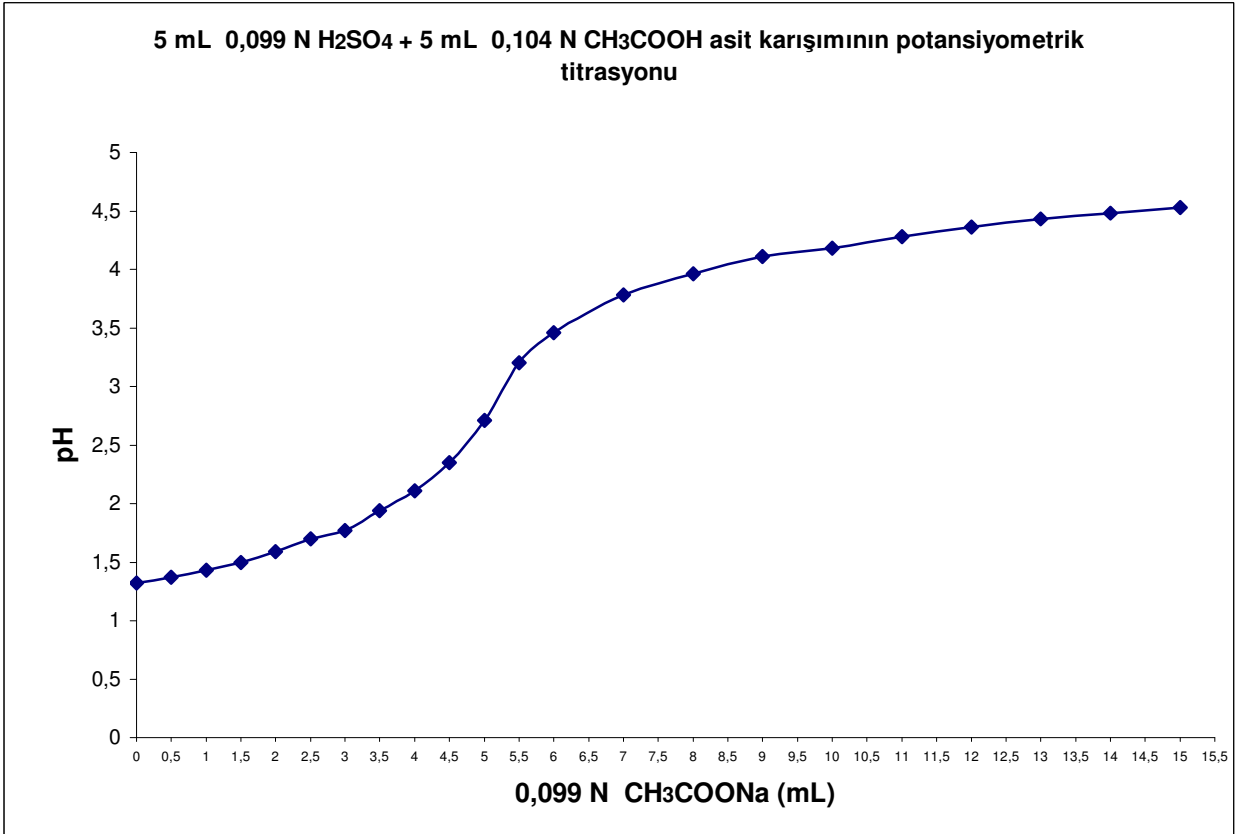
Şekil 3.19 Nitrik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



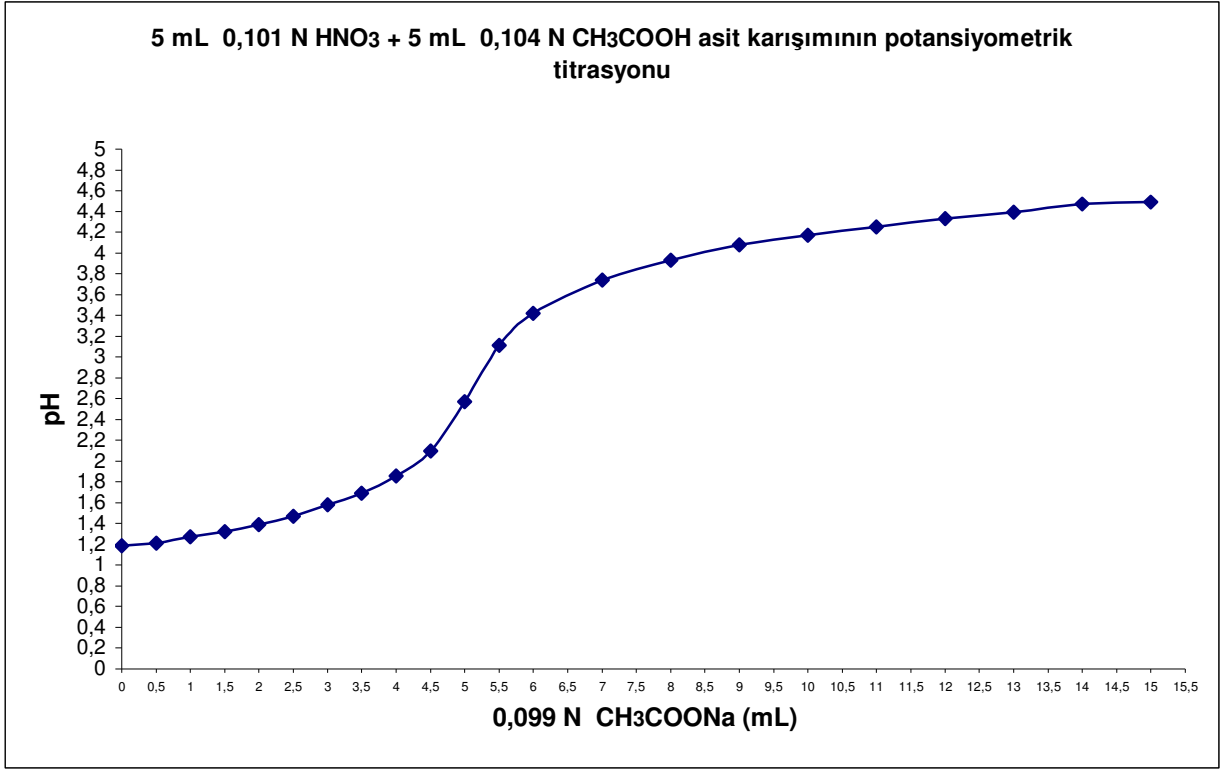
Şekil 3.20 Perklorik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



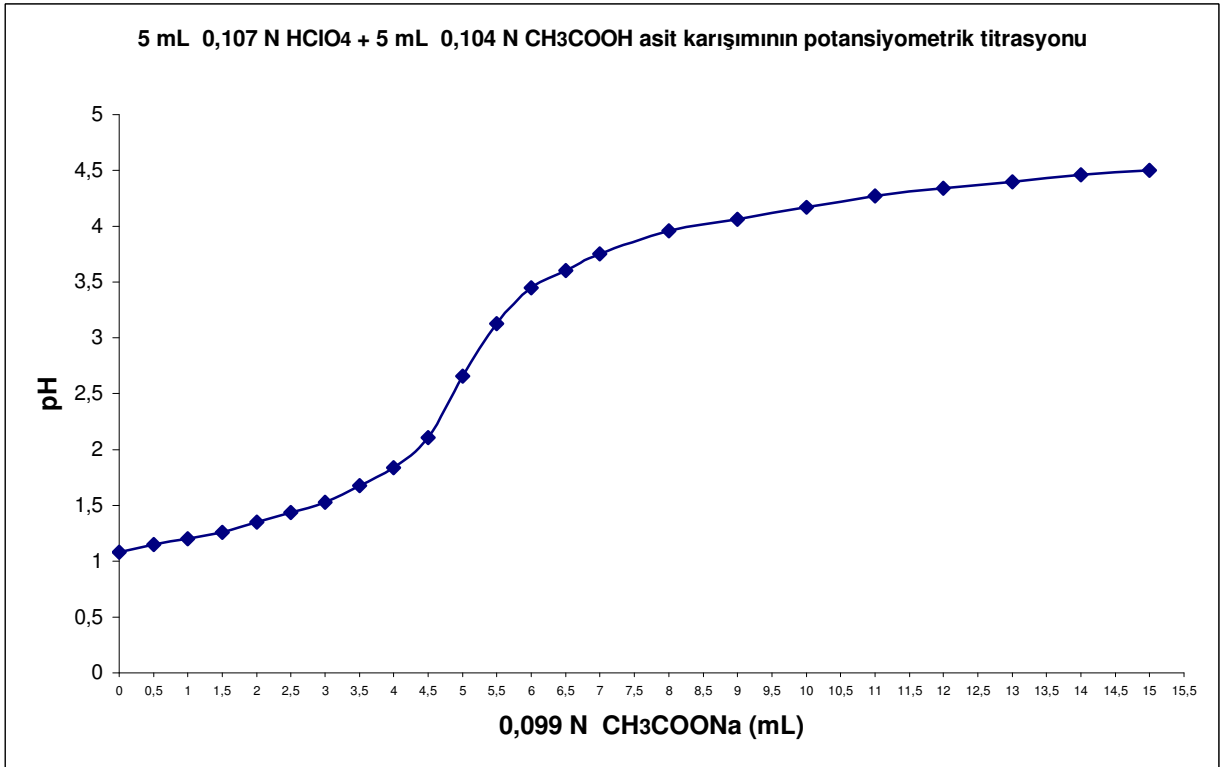
Şekil 3.21 Klorür asidi – asetik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



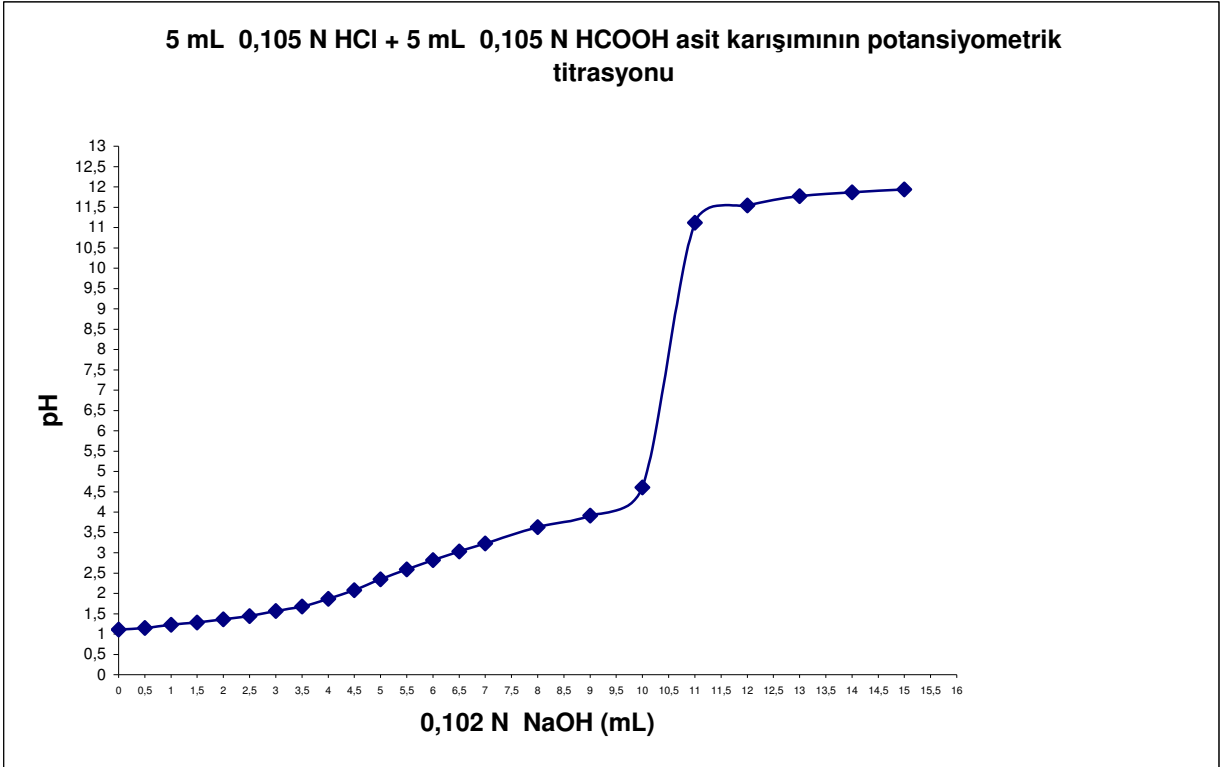
Şekil 3.22 Sülfürik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



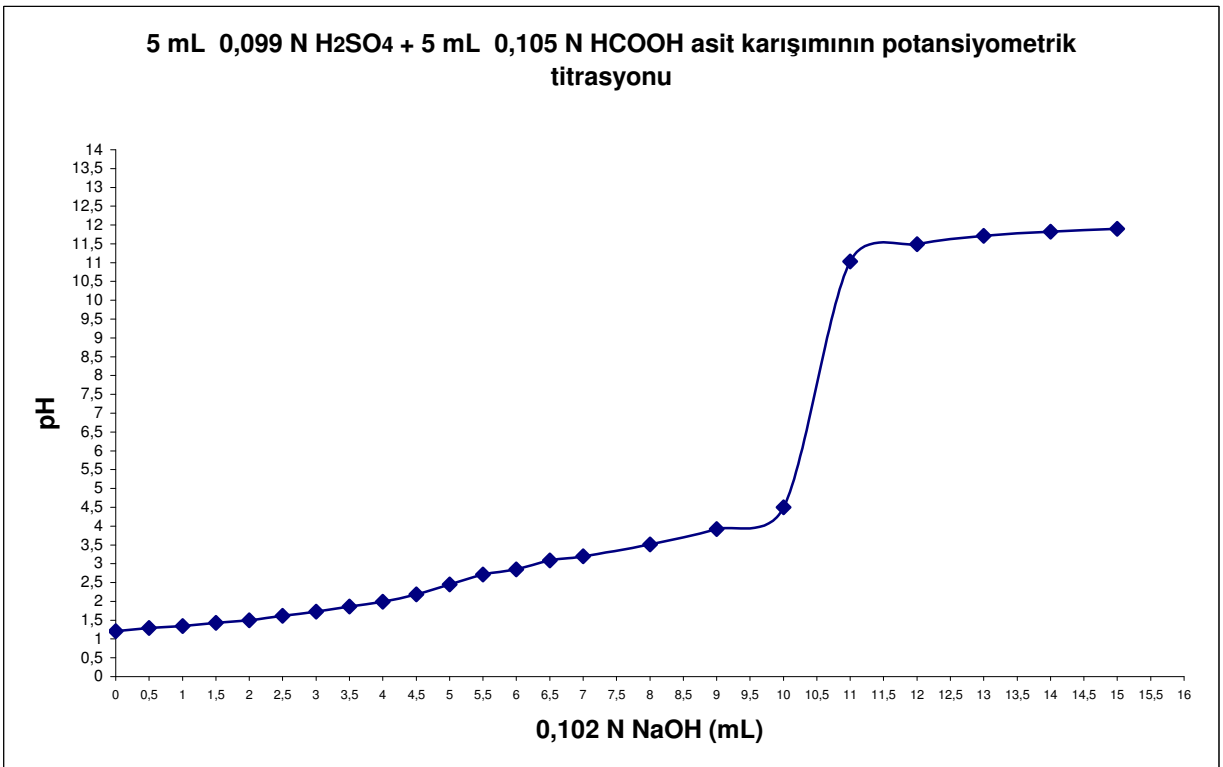
Şekil 3.23 Nitrik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



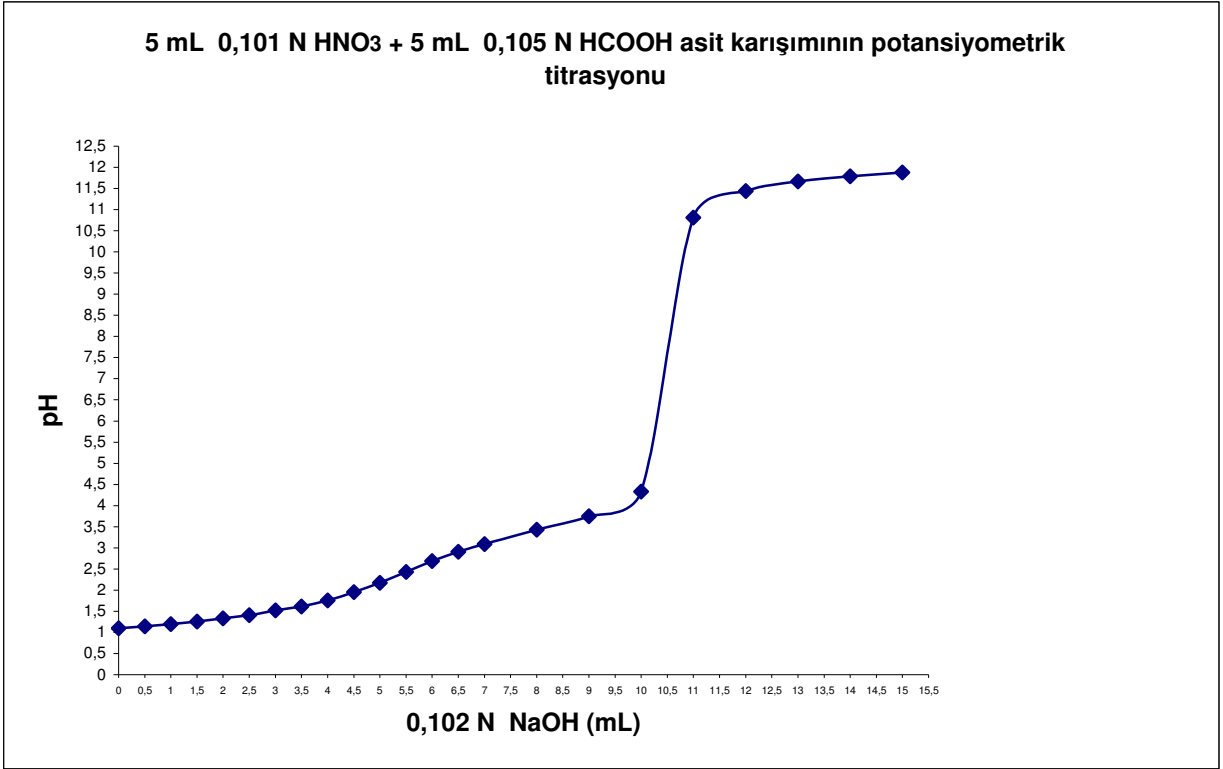
Şekil 3.24 Perklorik asit – asetik asit çözeltisinin sodyum asetat ile potansiyometrik titrasyonu



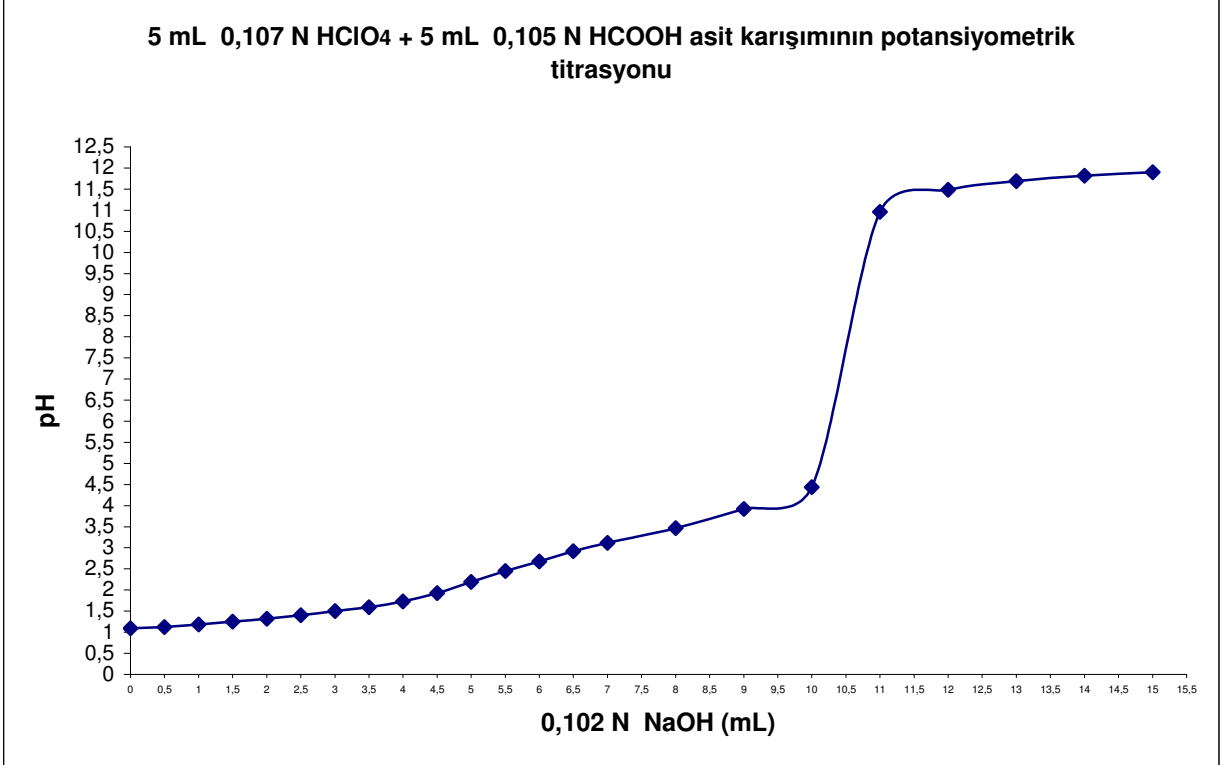
Şekil 3.25 Klorür asidi – formik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



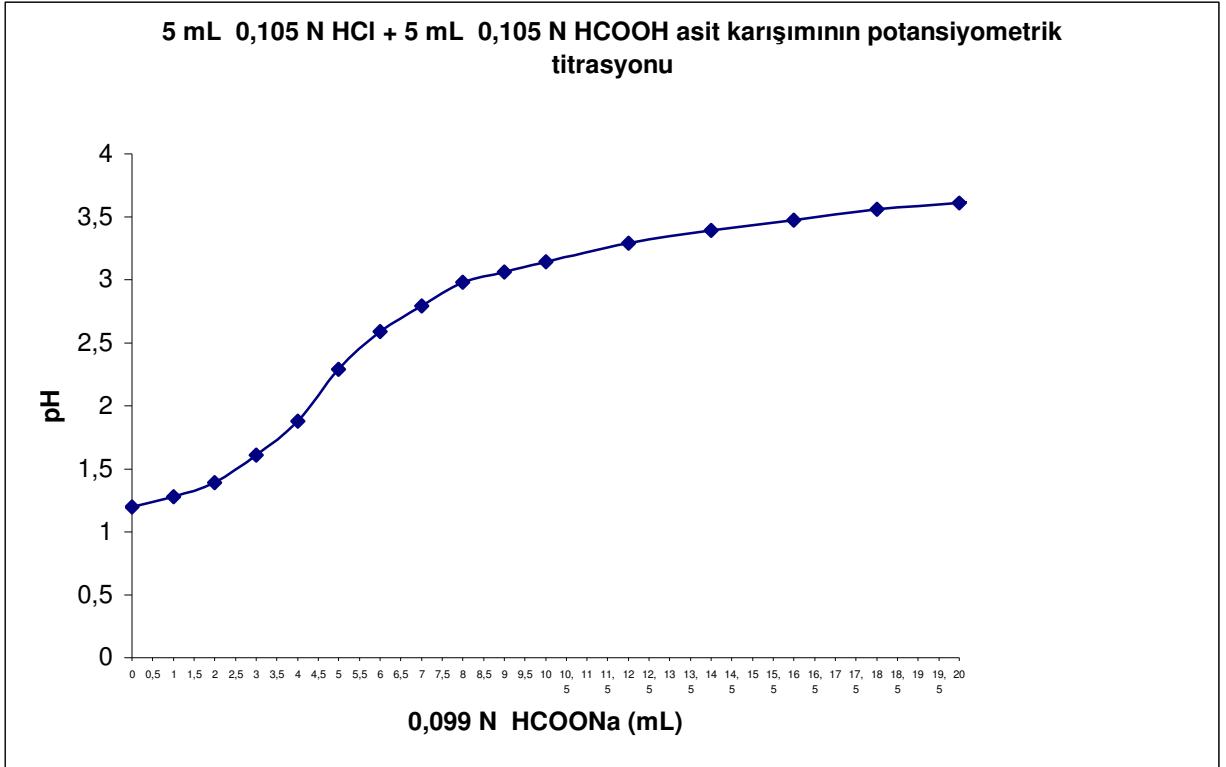
Şekil 3.26 Sülfürik asit – formik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



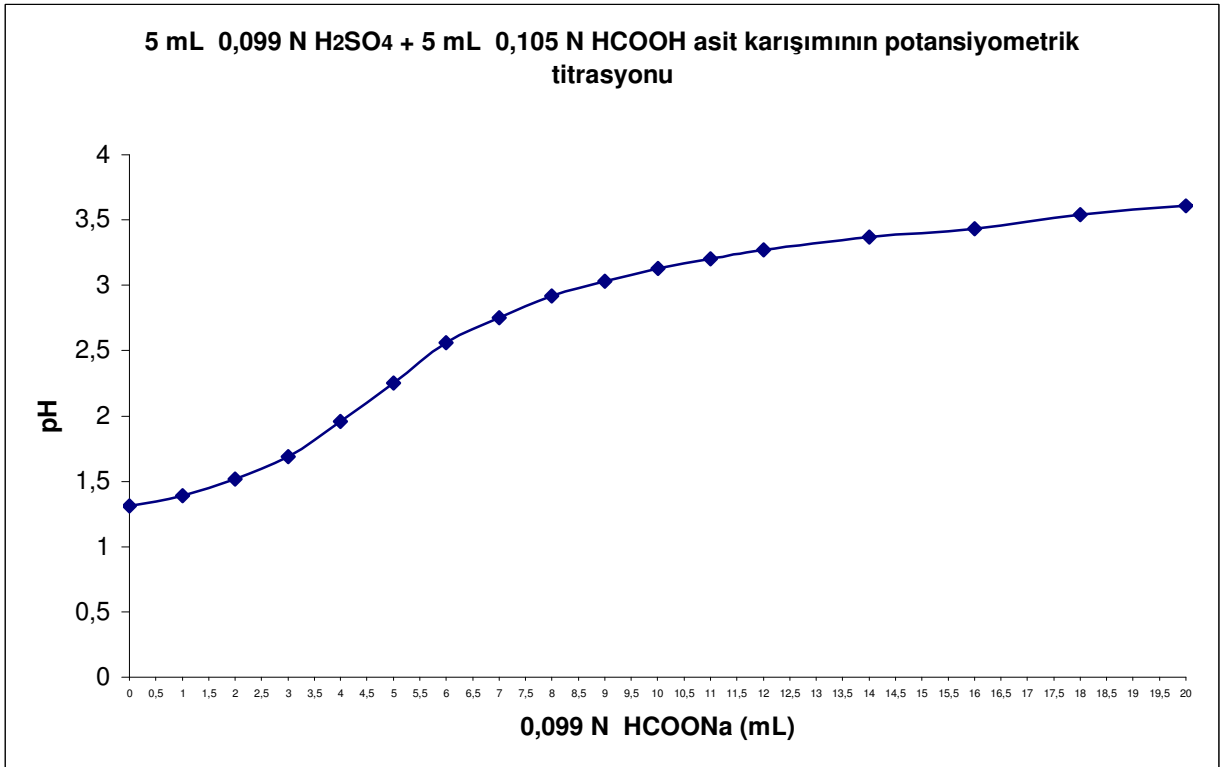
Şekil 3.27 Nitrik asit – formik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



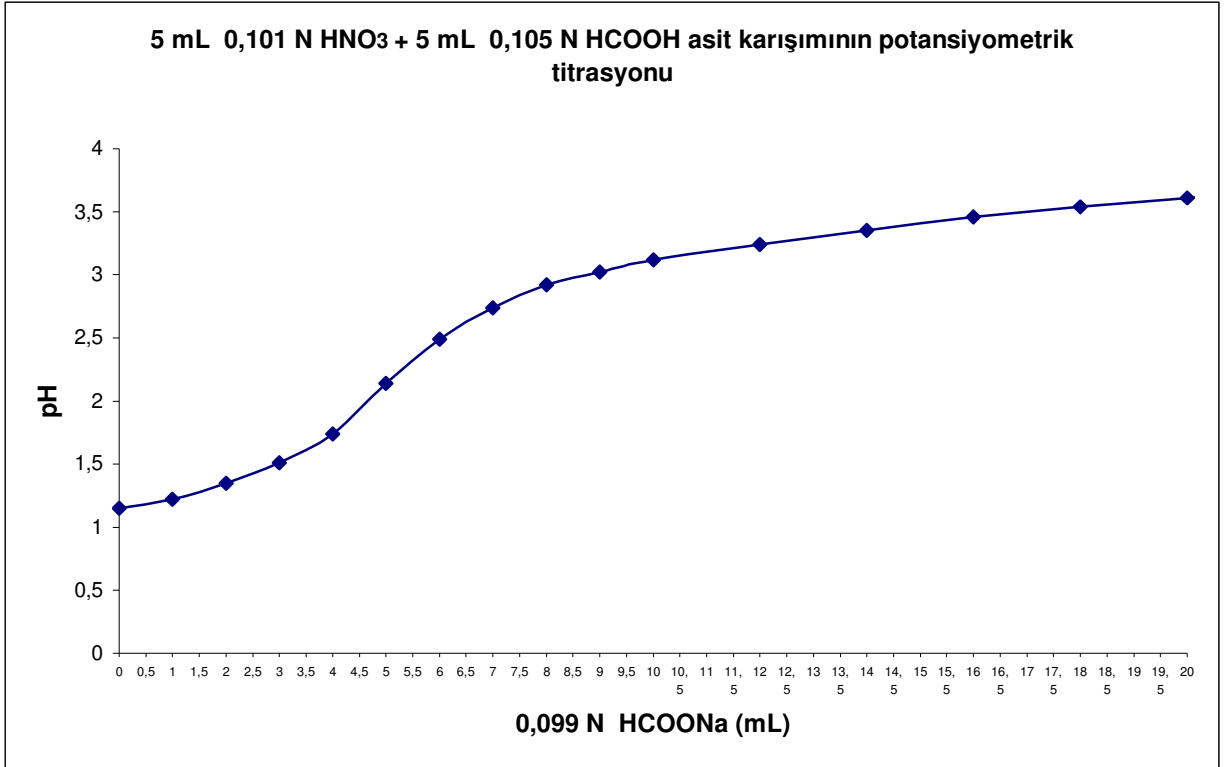
Şekil 3.28 Perklorik asit – formik asit çözeltisinin sodyum hidroksit ile potansiyometrik titrasyonu



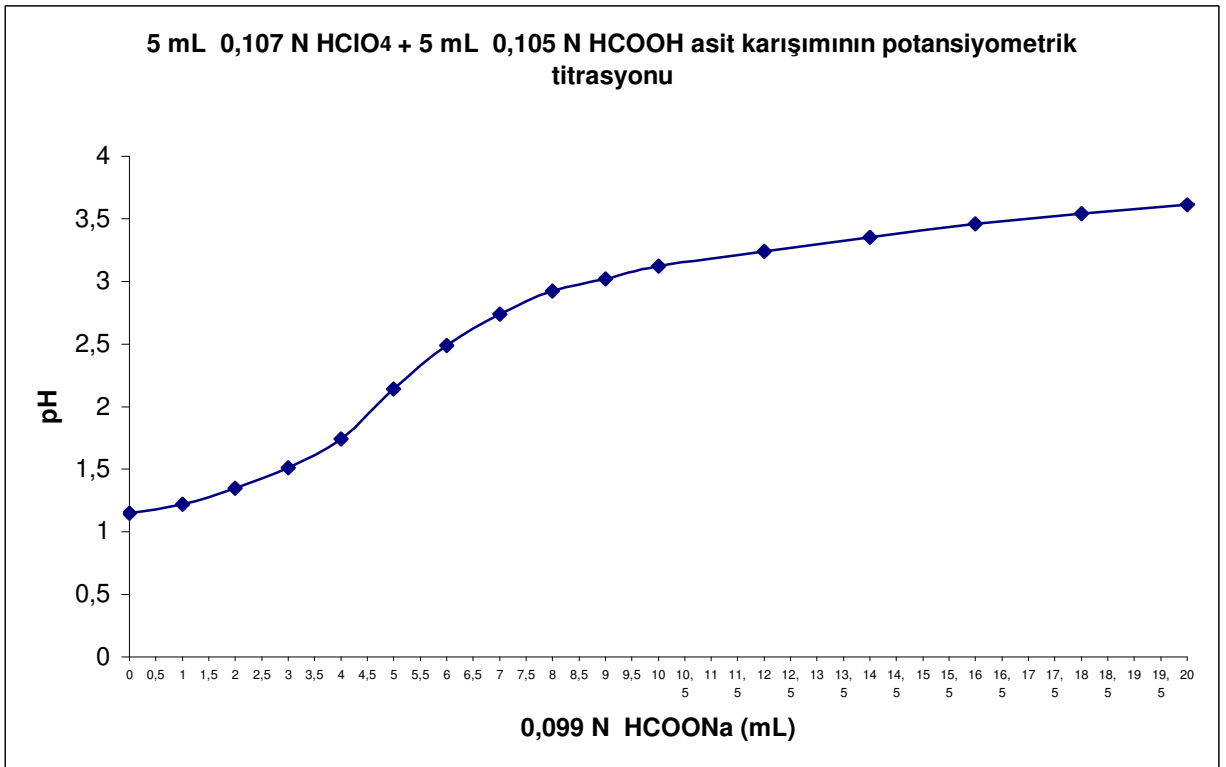
Şekil 3.29 Klorür asidi – formik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



Şekil 3.30 Sülfürik asit – formik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu



Şekil 3.31 Nitrik asit – formik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu

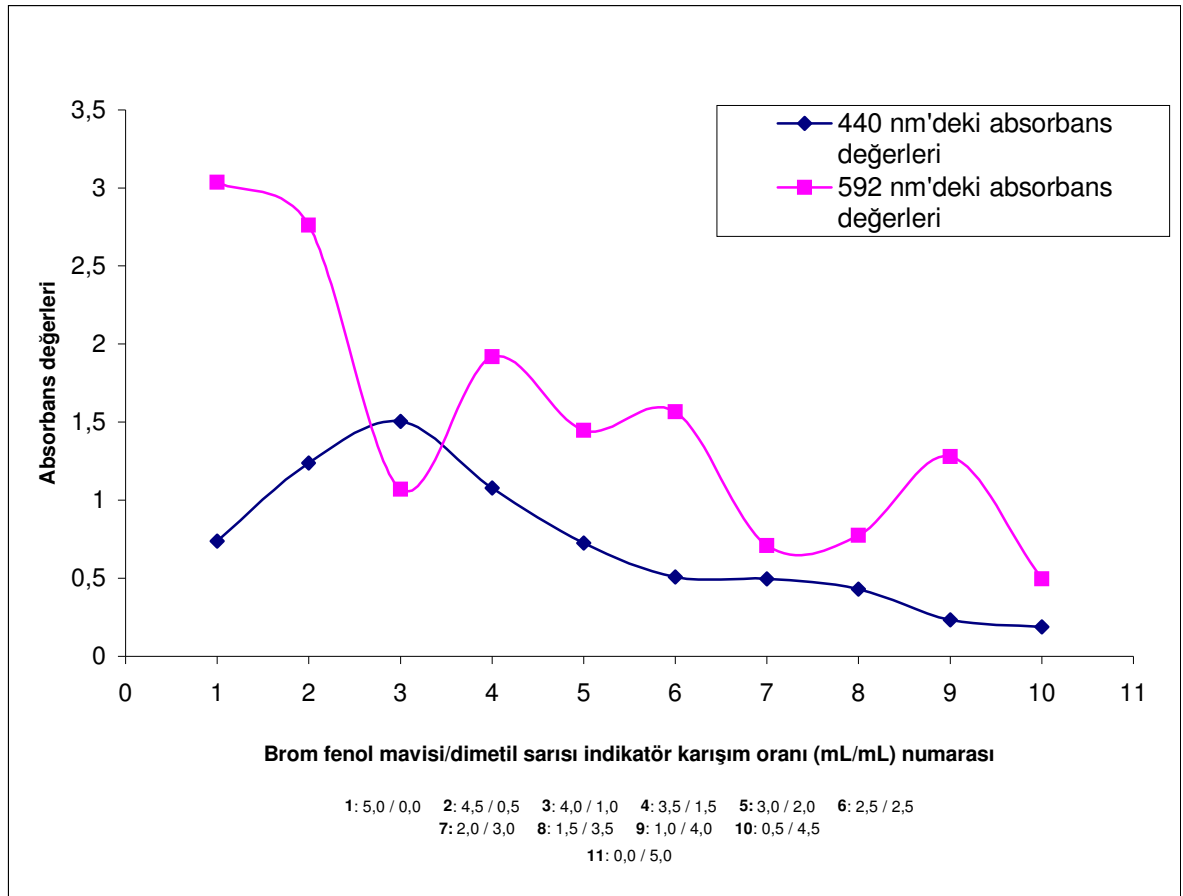


Şekil 3.32 Perklorik asit – formik asit çözeltisinin sodyum formiyat ile potansiyometrik titrasyonu

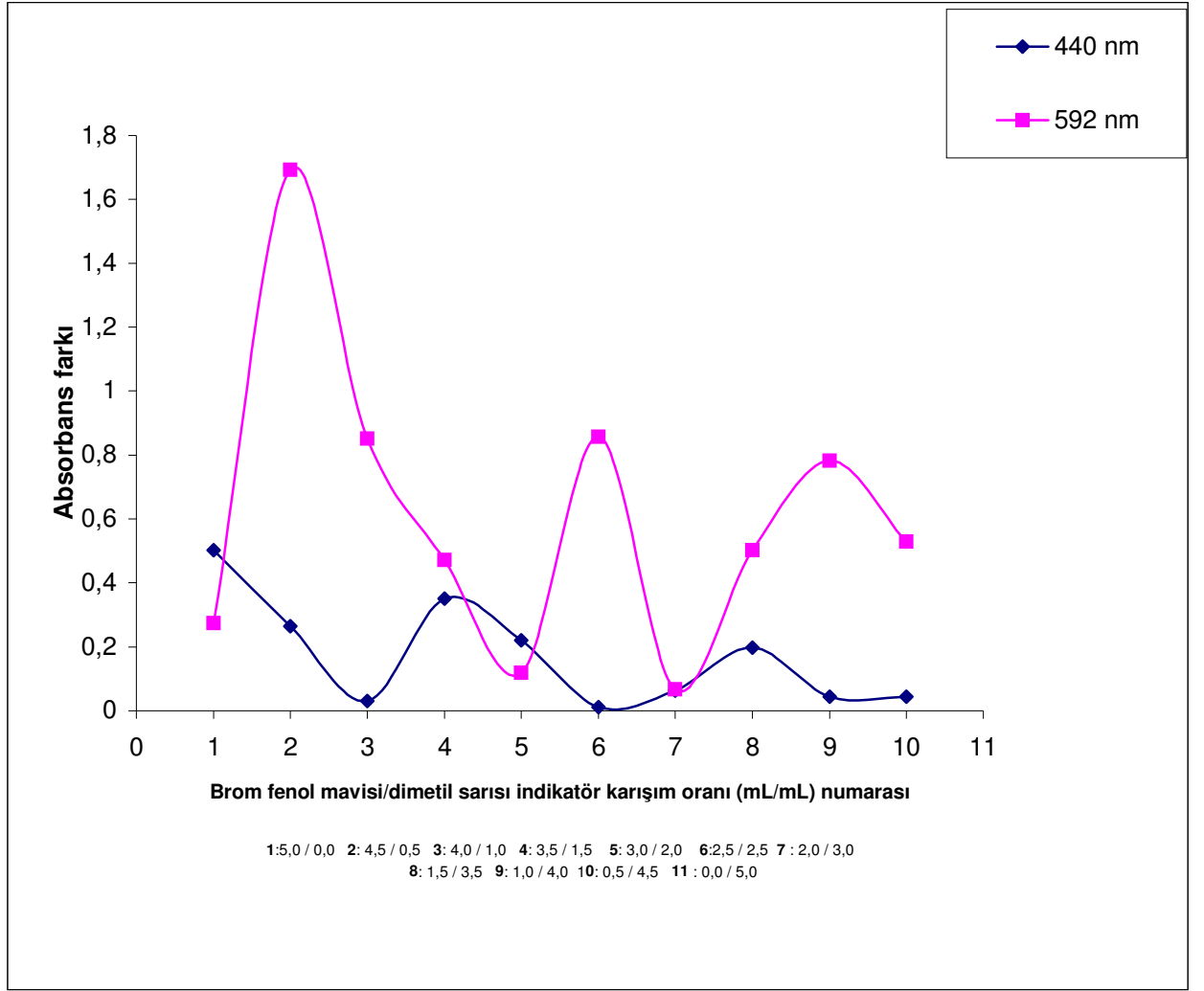
3.4 Uygun İndikatör Seçimi

3.4.1 İndikatör Karışım Oranının Belirlenmesi

Potansiyometrenin temin edilemediği ortamlarda dahi sadece indikatör karışımı eşliğinde hileli asetik asit ve formik asit çözeltilerinin titrasyonla tayinini mümkün kılabilmek için $\text{CH}_3\text{COOH} - \text{HCl}$ karışımının titrasyon eğrisinin dönüm noktası olan $\text{pH} = 3,1$ civarlarında renk değiştiren Bromfenol mavisi ve Dimetil sarısı indikatörleri tespit edildi. Ancak bunların hangi oranlarda karıştırılması gerektiğini belirleyebilmek için farklı oranlarda karıştırılmış indikatör çözeltileri asit-baz titrasyonuna uygulandı. $\text{pH} = 3,5$ ile $\text{pH} = 3,9$ arasında değişen değerlere sahip farklı NaOH-HCl karışım oranlarının UV spektrumları alındı. Bu spektrumların incelenmesi sonunda, biri 440 nm diğeri de 592 nm de olan iki maksimum pik tespit edildi. Maksimum dalga boylarında en fazla absorbans değişimine sahip olan indikatör karışımı oranı, uygun indikatör karışımı olarak belirlendi. Şekil 3.33’de 440 nm ve 592 nm’deki absorbans değerleri, Şekil 3.34’de de ΔA değerleri gösterilmektedir.



Şekil 3.33 Farklı oranlarda karıştırılan indikatörlerin maksimum dalga boylarındaki absorbans değerleri

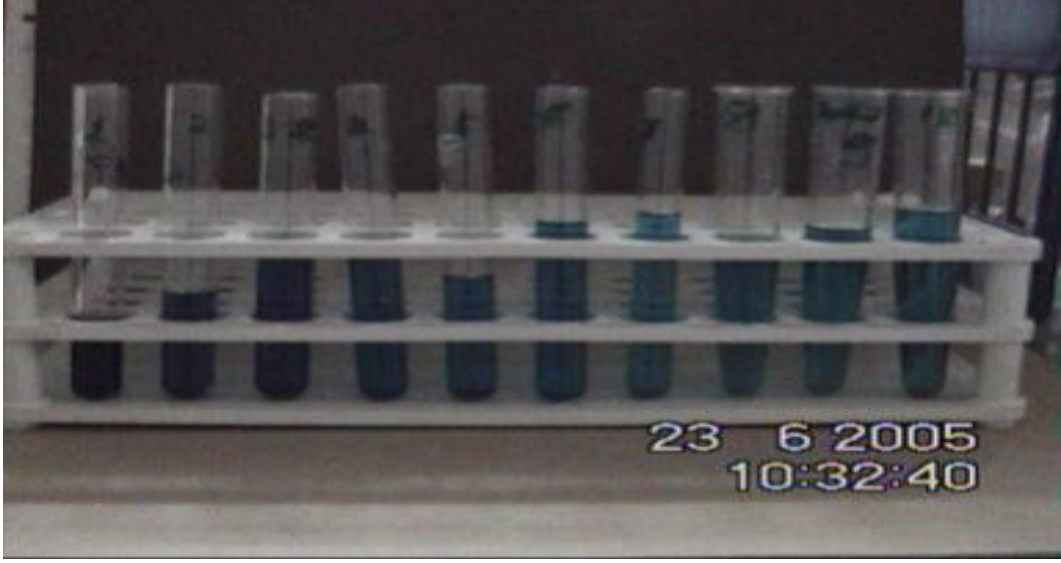


Şekil 3.34 pH 3,50 ve pH 3,85'daki değişik dalga boylarındaki brom fenol mavisi / dimetil sarısı indikatörlerinin absorbans farkı (ΔA) değerleri

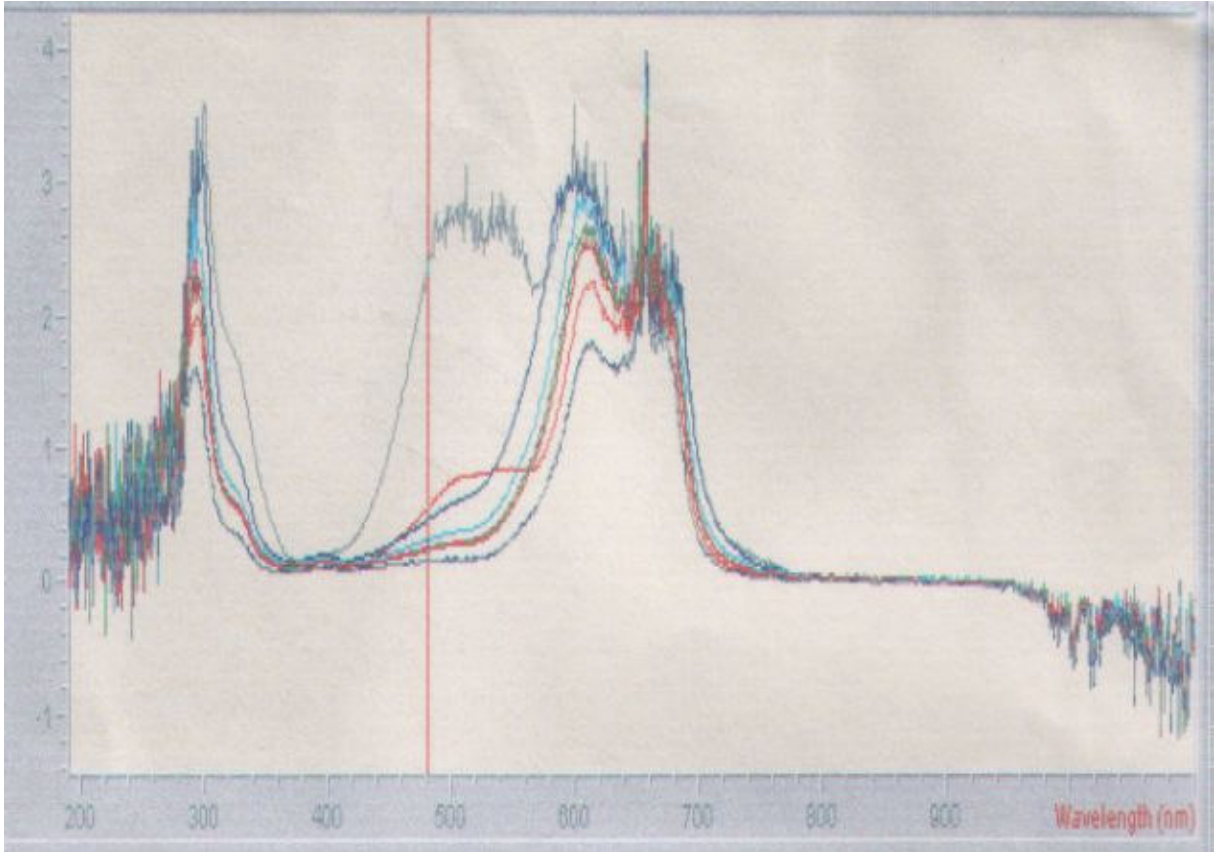
3.4.2 pH Değişim Aralığının Belirlenmesi

Uygun karışım oranı belirlendikten sonra indikatör karışımının renk dönüm pH değerinin belirlenmesi aşamasına geçildi. Bu maksatla; önce literatürde var olan metilen mavisi- dimetil sarısı karışımının pH=3,25 olarak verilen pH dönüm aralığı test edildi.

Şekil 3.35’de gösterilen renk dönümü ve Şekil 3.36’da verilen UV spektrumu ile bu karışımın renk dönüm pH değerleri gösterilmektedir.



Şekil 3.35 Metilen mavisi / dimetil sarısı indikatör karışımının renk dönümü



Şekil 3.36 Farklı pH değerlerindeki renk dönümü metilen mavisi / dimetil sarısı. Renkleri ve pH değerleri üstten başlayarak, sırasıyla:

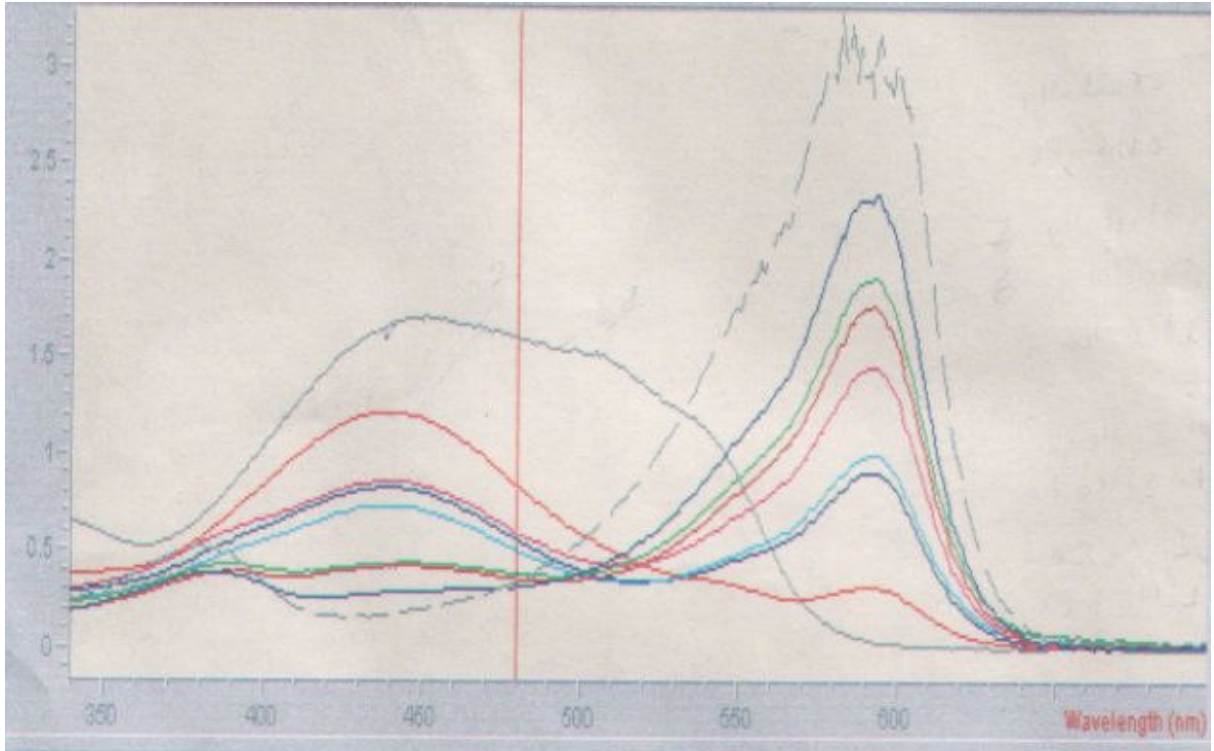
- 1: gri; 1,59 2: pembe; 2,51 3: lacivert(1); 3,23 4: açık mavi; 3,65 5: yeşil; 3,78 6: kırmızı; 3,88
7: lacivert(2); 3,99

Aynı şekilde bizim deneyimizde kullanılan indikatör karışımının uygun değeri farklı pH değerlerine getirilerek UV spektrumu alındı.

Şekil 3.37 ve Şekil 3.38’ de bulunan değerler gösterilmektedir.



Şekil 3.37 Bromfenol mavisi / dimetil sarısı indikatör karışımının renk dönümü



Şekil 3.38 Farklı pH değerlerindeki renk dönümü bromfenol mavisi / dimetil sarısı. Renkleri ve pH değerleri üstten başlayarak, sırasıyla:

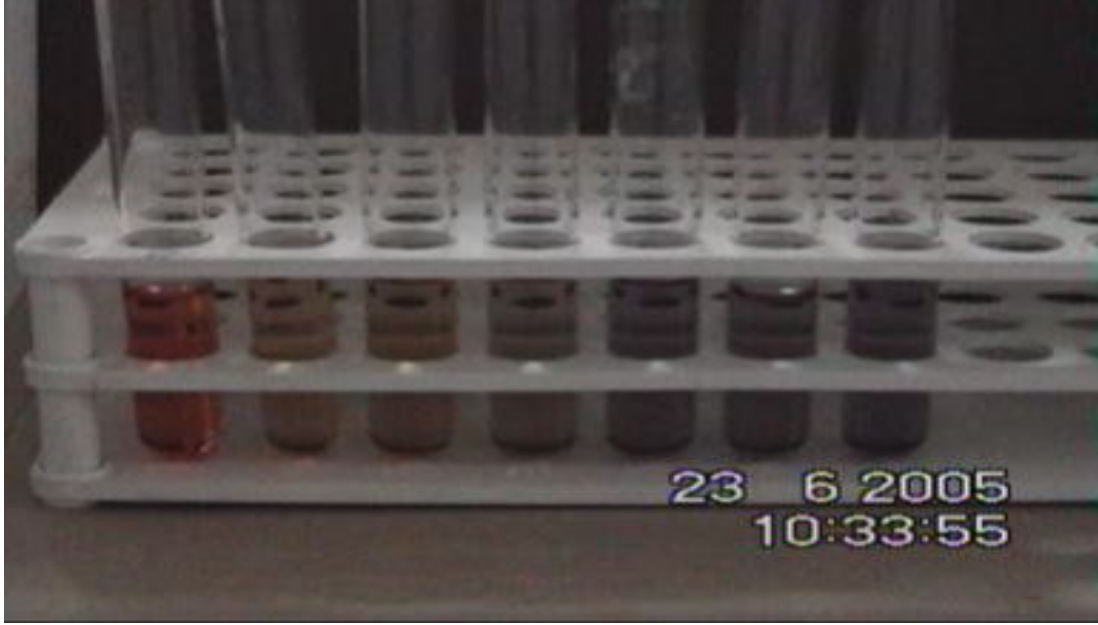
1: gri; 1,00 2: kırmızı(1); 3,00 3: lacivert; 3,67 4: turkuaz yeşil; 3,76 5: pembe; 3,82 6: kırmızı(2); 4,00 7: yeşil; 4,18

8: lacivert(2); 4,65 9: kesikli; 5,75

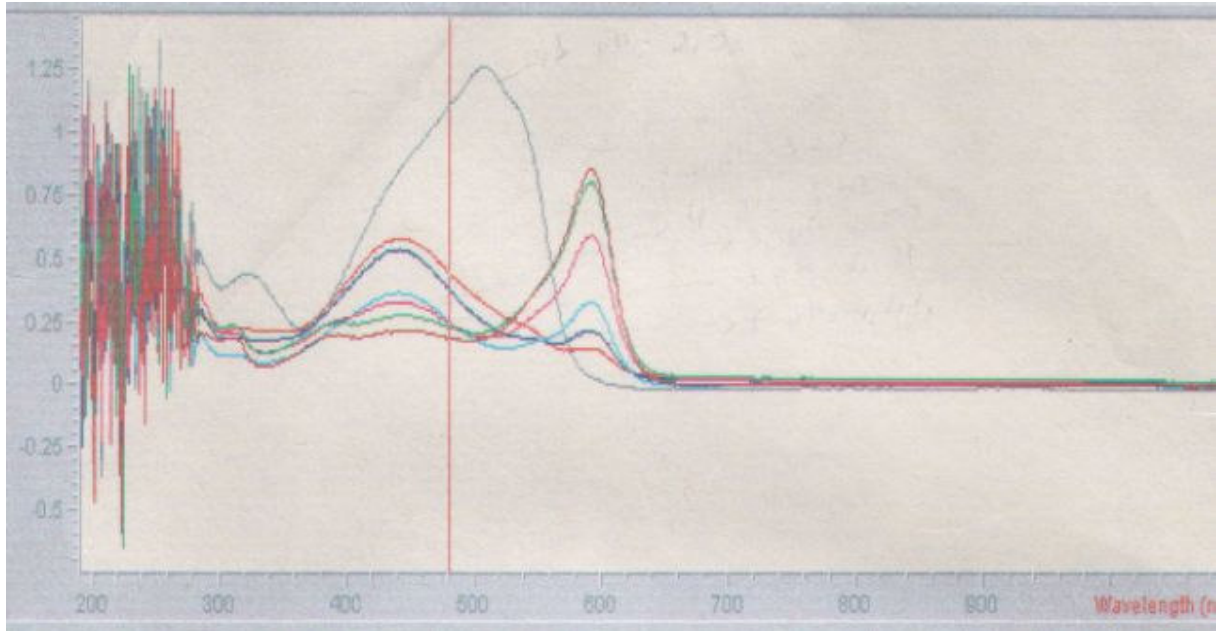
3.5 İndikatör Karışımı Eşliğinde Yapılan Titrasyonlar

İdeal karışım oranı belirlenen bromfenol mavisi/dimetil sarısı indikatörü asetik asidin farklı asitlerle olan karışımlarına uygulandı. Bulunan sonuçlar Çizelge 3.4' de gösterilmektedir.

Şekil 3.39 ve Şekil 3.40'da titrasyona ait renk dönüşümü ve UV spektrumu gösterilmektedir.



Şekil 3.39 Farklı pH değerlerinde asetik asit-klorür asidi karışımının, bromfenol mavisi / dimetil sarısı indikatör karışımı ile titrasyonunun renk dönüşümü



Şekil 3.40 Farklı pH değerlerinde asetik asit-hidroklorik asit karışımının, bromfenol mavisi / dimetil sarısı indikatör karışımı ile titrasyonunun UV-VIS spektrumu. Renkleri ve pH değerleri üstten başlayarak, sırasıyla:

1: gri; 2,02 2: kırmızı(1); 2,94 3: lacivert; 3,20 4: turkuaz yeşil; 3,62 5: pembe; 4,00 6: yeşil; 4,31 7: kırmızı(2); 4,44 8: lacivert(2); 4,65 9: kesikli; 5,75

4. SONUÇLARIN DEĞERLENDİRİLMESİ

4.1 Potansiyometrik Titrasyonların Değerlendirilmesi

Potansiyometrik titrasyon eğrileri ekstrapole edilerek dönüm noktaları belirlendi. Zayıf asidin eş (konjuge) bazı ile yapılan asit karışımlarının titrasyonunda, kuvvetli aside ait olan tek dönüm noktası görüldü (Şekil 3.21 – Şekil 3.24, Şekil 3.29 – Şekil 3.32). Tezin hedeflenen amaçlarından birine uygun olarak pratik manada kuvvetli aside ait tek dönüm noktası elde edildi.

Çözeltiye konulan ve asit karışımlarından bulunan değerler arasında % geri kazanım ve t testine göre değerlendirmeler yapıldı. Sonuçlar Çizelge 4.1 – Çizelge 4.16'da gösterilmektedir. Çizelgelerde görüldüğü gibi çalışmanın duyarlılığı oldukça iyidir ve bulunan değerler kendini tekrarlamaktadır. Ancak tekrar sayısının ($n = 4$) durumu nedeni ile standart sapma ve buna bağlı olarak hesaplanan güven aralığı sağlıklı sonuç sunamamaktadır.

Sonuçlar ayrıca “sıfır hipotezine” göre incelenmiştir. Bulunan sonuçlar Çizelge 4.21'de gösterilmektedir. Burada da görüldüğü üzere sıfır hipotezi (Çizelge 4.11 ve 4.15 için olan hariç) red edilmektedir.

Çizelge 4.1 5,0 mL 0,105 N HCl +5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HCl (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,52	0,55
2	0,52	0,52
3	0,53	0,52
4	0,52	0,53
\bar{X}	0,52	0,53
μ	0,53 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,51 - 0,53	0,51 - 0,55
S	0,006	0,014
%R	98,11	98,15
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	3,33 > 3,18	1,43 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	3,33 < 5,84	1,43 < 5,84

Çizelge 4.2 5,0 mL 0,099 N H₂SO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	H ₂ SO ₄ (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,53	0,53
2	0,53	0,53
3	0,54	0,53
4	0,54	0,52
\bar{X}	0,53	0,53
μ	0,53 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,52 - 0,54	0,52 - 0,54
S	0,008	0,006
%R	100,00	96,30
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	0,00 < 3,18	3,33 > 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	0,00 < 5,84	3,33 < 5,84

Çizelge 4.3 5,0 mL 0,101 N HNO₃+ 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HNO ₃ (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,54	0,53
2	0,54	0,53
3	0,54	0,52
4	0,53	0,53
\bar{X}	0,54	0,53
μ	0,55 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,53 - 0,55	0,52 - 0,53
S	0,006	0,006
%R	98,18	98,15
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	3,33 > 3,18	3,33 > 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	3,33 < 5,84	3,33 < 5,84

Çizelge 4.4 5,0 mL 0,101 N HClO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HClO ₄ (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,53	0,54
2	0,53	0,54
3	0,55	0,48
4	0,53	0,53
\bar{X}	0,54	0,52
μ	0,56 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,52 - 0,56	0,47 - 0,57
S	0,012	0,029
%R	96,43	96,30
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	3,33 > 3,18	1,37 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	3,33 < 5,84	1,37 < 5,84

* 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Çizelge 4.5 5,0 mL 0,105 N HCl + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,099 N CH₃COONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HCl (medg)	
1	0,48	
2	0,46	
3	0,47	
4	0,46	
\bar{X}	0,47	
μ	0,53 *	0,51 **
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,45 - 0,49	
S	0,010	
%R	88,68	92,16
P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18	12,00>3,18	8,00>3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	12,00>5,84	8,00>5,84
	*	**

Çizelge 4.6 5,0 mL 0,099 N H₂SO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,099 N CH₃COONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	H ₂ SO ₄ (medg)	
1	0,51	
2	0,49	
3	0,50	
4	0,51	
\bar{X}	0,50	
μ	0,53 *	0,48 **
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,48 - 0,52	
S	0,010	
%R	94,34	104,17
P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t ₃ ^{0,05} tablo = 3,18	6,00>3,18	4,00>3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	6,00>5,84	4,00<5,84
	*	**

Çizelge 4.7 5,0 mL 0,101 N HNO₃ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,099 N CH₃COONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HNO ₃ (medg)	
1	0,52	
2	0,51	
3	0,50	
4	0,52	
\bar{X}	0,51	
μ	0,55 *	0,47 **
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,49 - 0,53	
S	0,010	
%R	92,73	108,51
P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18	8,00>3,18	8,00>3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	8,00>5,84	8,00>5,84
	*	**

Çizelge 4.8 5,0 mL 0,107 N HClO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının 0,099 N CH₃COONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HClO ₄ (medg)	
1	0,50	
2	0,50	
3	0,48	
4	0,50	
\bar{X}	0,49	
μ	0,56 *	0,50 **
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,47 - 0,51	
S	0,012	
%R	87,50	98,00
P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18	11,67>3,18	1,67<3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	11,67>5,84	1,67<5,84
	*	**

* 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

** 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,099 N CH₃COONa ile potansiyometrik titrasyonu

Çizelge 4.9 5,0 mL 0,105 N HCl + 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HCl (medg)	HCOOH (medg)
1	0,58	0,50
2	0,54	0,53
3	0,54	0,53
4	0,55	0,52
\bar{X}	0,55	0,52
μ	0,53 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,52 - 0,58	0,50 - 0,54
S	0,019	0,014
%R	103,77	96,30
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	2,50 < 3,18	2,86 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	2,50 < 5,84	2,86 < 5,84

Çizelge 4.10 5,0 mL 0,099 N H₂SO₄ + 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	H ₂ SO ₄ (medg)	HCOOH (medg)
1	0,53	0,53
2	0,53	0,53
3	0,54	0,50
4	0,54	0,53
\bar{X}	0,54	0,53
μ	0,53 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,53 - 0,55	0,50 - 0,55
S	0,008	0,017
%R	101,89	98,15
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	2,50 < 3,18	1,18 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	2,50 < 5,84	1,18 < 5,84

Çizelge 4.11 5,0 mL 0,101 N HNO₃+ 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HNO ₃ (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,56	0,51
2	0,48	0,56
3	0,56	0,51
4	0,56	0,52
\bar{X}	0,54	0,52
μ	0,55 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,48 - 0,60	0,48 - 0,56
S	0,040	0,024
%R	98,18	96,30
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	0,50 < 3,18	1,67 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	0,50 < 5,84	1,67 < 5,84

Çizelge 4.12 5,0 mL 0,107 N HClO₄ + 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HClO ₄ (medg)	CH ₃ COOH (medg)
1	0,56	0,51
2	0,56	0,50
3	0,57	0,49
4	0,52	0,54
\bar{X}	0,55	0,51
μ	0,56 *	0,54 *
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,52 - 0,58	0,48 - 0,54
S	0,022	0,022
%R	98,21	94,44
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	0,91 < 3,18	2,73 < 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	0,91 < 5,84	2,73 < 5,84

* 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Çizelge 4.13 5,0 mL 0,105 N HCl + 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,099 N HCOONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HCl (medg)	
1	0,51	
2	0,48	
3	0,51	
4	0,48	
\bar{X}	0,50	
μ	0,53 *	0,49 ***
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,47 - 0,53	
S	0,018	
%R	94,34	102,04
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	3,33>3,18	1,11 >3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	3,33<5,84	1,11>5,84

Çizelge 4.14 5,0 mL 0,099 N H₂SO₄ + 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,099 N HCOONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	H ₂ SO ₄ (medg)	
1	0,53	
2	0,52	
3	0,51	
4	0,51	
\bar{X}	0,52	
μ	0,53 *	0,48 ***
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,50 - 0,54	
S	0,01	
%R	98,11	108,33
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	2,00<3,18	8,00 >3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	2,00<5,84	8,00>5,84

Çizelge 4.15 5,0 mL 0,101 N HNO₃+ 5,0 mL 0,105 N HCOOH karışımının 0,099 N HCOONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HNO ₃ (medg)	
1	0,50	
2	0,54	
3	0,54	
4	0,55	
\bar{X}	0,53	
μ	0,55 *	0,50 ***
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,50- 0,56	
S	0,022	
%R	96,36	106,00
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	1,82< 3,18	2,73 <3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	1,82< 5,84	2,73 < 5,84

Çizelge 4.16 5,0mL 0,107 N HClO₄+ 5,0 mL 0,105 N HCOOHkarışımının 0,099 N HCOONa ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HClO ₄ (medg)	
1	0,52	
2	0,52	
3	0,52	
4	0,51	
\bar{X}	0,52	
μ	0,56 *	0,52 ***
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n= 4	0,51 - 0,53	
S	0,006	
%R	92,86	100,00
P=0,05 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 3,18	13,00>3,18	0,00< 3,18
P=0,01 n ₁ =n ₂ = 4 t _{tablo} = 5,84	13,00>5,84	0,00< 5,84

* 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

*** 5,0mL tek asit içeren çözeltinin 0,099 N HCOONa ile potansiyometrik titrasyonu

Çizelge 4.17 5,0 mL 0,105 N HCl + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının indikatör karışımı eşliğinde 0,102 N NaOH ile titrasyonu

Çizelge 4.18 5,0 mL 0,099 N H₂SO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının indikatör karışımı eşliğinde 0,102 N NaOH ile titrasyonu

Örnek No	HCl (medg)
1	0,60
2	0,57
3	0,62
4	0,60
\bar{X}	0,60
μ	0,53
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,57 - 0,63
S	0,021
%R P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18 P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	113,21 6,67>3,18 6,67>5,84
	*

Örnek No	H ₂ SO ₄ (medg)
1	0,64
2	0,63
3	0,59
4	0,62
\bar{X}	0,62
μ	0,53
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,59 - 0,65
S	0,022
%R P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18 P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	116,98 8,18>3,18 8,18>5,84
	*

Çizelge 4.19 5,0 mL 0,101 N HNO₃+ 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının indikatör karışımı eşliğinde 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Çizelge 4.20 5,0 mL 0,101 N HClO₄ + 5,0 mL 0,104 N CH₃COOH karışımının indikatör karışımı eşliğinde 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu

Örnek No	HNO ₃ (medg)
1	0,64
2	0,66
3	0,58
4	0,59
\bar{X}	0,62
μ	0,55
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,56 - 0,68
S	0,039
%R P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18 P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	112,73 3,59>3,18 3,59<5,84
	*

Örnek No	HClO ₄ (medg)
1	0,62
2	0,60
3	0,57
4	0,58
\bar{X}	0,59
μ	0,56
$\bar{X} \pm t.S/\sqrt{n}$ P=0,05 n=4	0,56 - 0,62
S	0,022
%R P=0,05 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 3,18 P=0,01 n ₁ =n ₂ =4 t _{tablo} = 5,84	105,36 2,73<3,18 2,73<5,84
	*

* 5,0 mL tek asit içeren çözeltinin 0,102 N NaOH ile potansiyometrik titrasyonu
Çizelge 4.21 Sonuçların sıfır hipotezine göre değerlendirilmesi

Çizelge No	S _{küme}	X ₁ – X ₂	t.S _{küme} · √ [(N ₁ +N ₂)/(N ₁ .N ₂)]	sıfır hipotezi
4.1 ve 4.5 için	0,01	0,05	0,023	0,05 > 0,023
4.2 ve 4.6 için	0,01	0,03	0,023	0,03 > 0,023
4.3 ve 4.7 için	0,01	0,03	0,023	0,03 > 0,023
4.4 ve 4.8 için	0,01	0,05	0,023	0,05 > 0,023
4.9 ve 4.13 için	0,02	0,05	0,04	0,05 > 0,04
4.10 ve 4.14 için	0,01	0,023	0,020	0,023 > 0,020
4.11 ve 4.15 için	0,03	0,01	0,07	0,01 < 0,07
4.12 ve 4.16 için	0,01	0,03	0,02	0,03 > 0,02

4.2 İndikatör Karışımı Eşliğinde Yapılan Titrasyonların Değerlendirilmesi

Potansiyometrenin bulunmadığı ortamlarda da, oldukça pratik olarak bir titrasyonla asit karışımının analizinin yapılabilmesi amacıyla uygun indikatör karışımı bulunmaya çalışıldı. Bu amaçla Şekil 3.17'deki grafik incelendi. Kuvvetli aside (klorür asidine) ait olan dönüm noktasındaki pH değeri 3,1 olarak gözlemlendi. Bu pH değerini içeren renk dönüm pH değerine sahip indikatörler belirlendi. Bu indikatörler incelenirken pH dönüm aralıklarının kesişen noktaları bulunmasına, dönüm renklerinin birbirinin tamamlayıcısı veya birinin renksiz (yada çekimlik renkte) olmasına dikkat edildi. Renk dönüşleri ve pH değerleri Çizelge 3.2'de verilen Bromfenol mavisi / Dimetil sarısı indikatör karışımı seçildi. Bu indikatörlerin hangi oranlarda karıştırılması gerektiğini belirleyebilmek için Bölüm 3.4.1'deki işlemler yapılarak Şekil 3.33 elde edildi. En fazla absorpsiyon değişimi gösteren indikatör karışımı gözle en rahat renk değişimi görülebilen indikatör karışımıdır. Bu nedenle Bromfenol mavisi / Dimetil sarısı (h/h) oranı 4,5 / 0,5 olan 2 numaralı karışım en uygun olarak görülmektedir (Şekil 3.34).

İndikatör karışımı klorür asidin sodyum hidroksit ile titrasyonuna uygulandı ve pH= 3,5 – 3,85 arasındaki değerlerde turuncudan → maviye olan renk dönüşümü gözlemlendi (Şekil 3.37). Bu renk dönüşümü UV-VIS spektrumları alınarak desteklendi (Şekil 3.38).

Bulunan pH dönüm aralığının literatürle ne derece uyum gösterdiğini anlayabilmek için literatürde pH dönüm aralığı 3,25 olarak verilen Metilen mavisi / Dimetil sarısı indikatör karışımı klorür asidi çözeltisine eklenerek sodyum hidroksit ile titre edildi (Şekil 3.35). Yine

UV-VIS spektrumları alınarak menekşe maviden → laciverte olan renk dönümü ispatlanmış oldu (Şekil 3.36). Literatürde 3,25 olarak verildiği halde pH 3,23 – 3.65 arasında renk dönümünün gerçekleştiği belirlendi.

Bu çalışmada belirlenen Bromfenol mavisi / Dimetil sarısı (pH= 3,5 – 3,85; turuncudan → maviye) indikatör karışımının, literatürde yer alan Metilen mavisi / Dimetil sarısı (pH 3,23 – 3.65; menekşe maviden → laciverte) indikatör karışımından daha daha dar bir pH dönüm aralığında sonuç verdiği ve renk dönümünün gözle daha rahat bir şekilde görülebildiği tespit edilmiştir.

Belirlenen uygun indikatör karışımı eşliğinde asetik asit - hidroklorik asit karışımı, sodyum hidroksit ile titre edildi. Renk dönümü ve UV spektrumları Şekil 3.39 ve Şekil 3.40'da gösterilmektedir. Burada 440 nm'de pH=2,94 ve pH=3,20'de belirgin bir azalma görülmekle birlikte pH =3,62' de (mavi olan) buradaki absorbanans ani olarak azalmıştır. Dolayısıyla bu indikatör karışımı kullanılarak ortamdaki hidroklorik asidin tamamının titre olduğu baz hacmini saptamak mümkün olabilecektir. pH ölçümünde kullanılan potansiyometre her ortamda bulunmayabilir. Geliştirilen bu yöntemle bunları gerektirmeden kuvvetli asit olan hidroklorik asit miktarı hesaplanabilmektedir.

Yine çözeltiliye konulan ve indikatör karışımı eşliğinde bulunan değerler arasında % geri kazanım ve t testine göre değerlendirmeler yapıldı. Sonuçlar Çizelge 4.17 – Çizelge 4.20'de gösterilmektedir. Çizelgelerde görüldüğü gibi yine tekrar sayısının n = 4 olması istatistiksel değerlendirmeler üzerinde olumsuz yönde etkili bir faktördür. Bunun yanı sıra titrimetrik analizin renk dönümüne dayalı olması, o anki şartlarda bulunabilecek arka fonun değişikliği, havanın etkisi, terazinin etkisi veya sarfiyatta meydana gelebilecek çok az miktardaki değişikliğin bile tabloda görülen sonuçları olumsuz yönde etkilemiş olabileceğini düşündürmektedir.

KAYNAKLAR

Afşar, H.; Yayınlanmamış Ders Notları

Afşar, H. ve Karşılıyan, H., (1994), Analitik Kimyada Temel Çizelgeler, Filiz Kitabevi, İstanbul.

Apak, R., (1995), Temel Analitik Kimya, İstanbul Üniversitesi Yayınları, İstanbul.

Baykut, F.ve Erdem,B.(1968), Analitik Kimya, Kutalmış Matbaası, İstanbul.

Cleidiane, G. Z., Jarbas, J.R.R. ve Ronei, J.P, (2000), Talanta, 51:6:1163-1169.

Gündüz, T. (1993), Kantitatif Analiz Ders Kitabı, Ankara.

Ivaska, A. Ve Nagypal, I., (1980), Talanta, 27:9:721-726.

Papanastasiou, G. ve Ziogas, I., (1995), Talanta, 42:6:827-836.

Papanastasiou, G., Ziogas, I. ve Kokkinidis, G., (1993), Anal. Chim. Acta, 277:1:119-135.

Skoog, D.A., Holler, F.J. ve West, D.M., (1996), Fundamentals of Analytical Chemistry, Seventh Edition, Saunders College Publishing, Orlando.

Skoog, D.A., Holler, F.J. ve Nieman,T.A., (1998), Principles of Instrumental Analysis, Fifth Edition, Saunders College Publishing, Orlando.

Türk Standardı Enstitüsü, TS 4576/Ekim, 1985.

Türk Standardı Enstitüsü, TS 4575/Ekim, 1985.

Türk Standardı Enstitüsü, TS 4583/Ekim, 1985.

Yongnian, N., (1998), Anal. Chim. Acta, 367:145-152.

İNTERNET KAYNAKLARI

[1] www.kemira.com

[2] www.scorecard.org

[3] www.answer.com

[4] www.recipland.com

[5] www.yilmazkimya.com

[6] www.kemiteks.com

ÖZGEÇMİŞ

Doğum Tarihi	13.05.1974	
Doğum Yeri	Karabük	
Lise	1988-1991	Avcılar 50.Yıl İNSA Lisesi
Lisans	1992-1998	Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen-Edeb. Fak., Kimya Bölümü
Yüksek Lisans	2002-...	Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Analitik Kimya Anabilim Dalı

Çalıştığı kurumlar

2001-2003	KİM-PA İLAÇ LTD. İmalat Müdürü
2003-.....	ATABAY İLAÇ A.Ş. İmalat Müdürü