DENEY 6

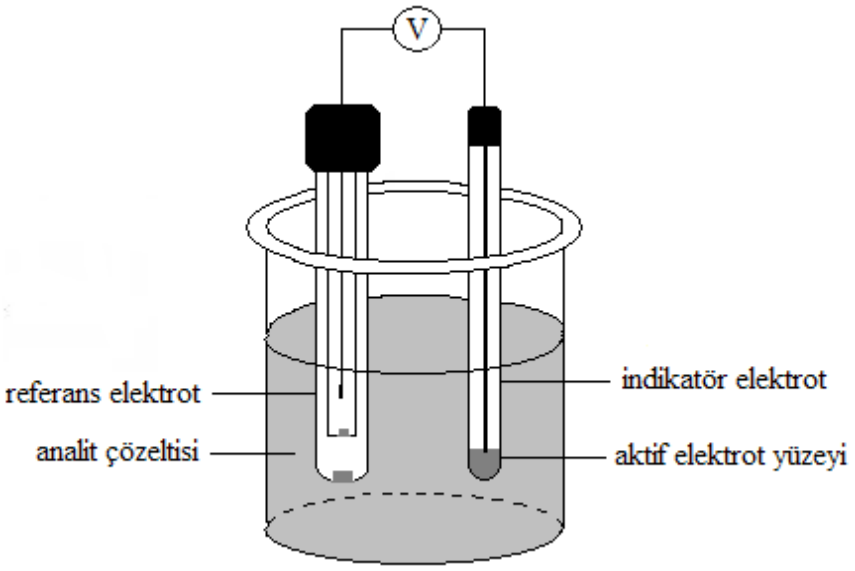
6. POTANSİYOMETRİ

6.1. GİRİŞ VE TEORİ

Bir çözeltinin elektrokimyasal bir hücre haline getirilerek önemli miktarda akım almadan potansiyelinin ölçülmesi, ölçülen potansiyelden yararlanılarak da içindeki maddenin derişiminin tayin edilmesi prensibi üzerine kurulmuş olan metotlar topluluğuna potansiyometri veya potansiyometrik analiz metotları denir. Bu yöntem titrimetrik analizlerde kullanılmakta ve renkli/ renksiz bütün maddelere uygulanabilmektedir.

Yakın zamanlarda geliştirilen, iyon seçici membran elektrot metotlarıyla bu alandaki tayinler daha da artırılmıştır. Membran elektrotlarla katyon ve anyonlar büyük bir doğruluk derecesinde süratle tayin edilebilmektedir.

Potansiyometrik sistem, bir test hücresi (elektrolitik çözelti), buna bağlantılı olan indikatör elektrot (değişken potansiyel) ve referans elektrot (sabit potansiyel) ile kararlı bir potansiyometreden oluşur. Bunlara "potansiyometrik hücre elemanları" da denir. Şekil 6.1' de basit bir potansiyometrik sistem görülmektedir.



Şekil 6.1. Basit bir potansiyometrik sistem

Analit çözeltisine daldırılan indikatör elektrotta, mevcut iyon veya iyonların derişimine bağlı olan bir potansiyel değişimi meydana gelir. Dolayısıyla potansiyel değişimi ölçülerek iyonların deişimleri tayin edilebilir.

Derişim ile elektrot potansiyeli arasındaki ilişki aşağıdaki gibidir.

$aA + bB + ...+ ne^- \leftrightarrows cC + dD +$

tersinir yarı reaksiyonu ele alındığında, bir elektrodun potansiyel farkı (E), Nernst Eşitliğiyle verilmiştir.

$$E = E^o - \frac{RT}{nF} In \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b}$$

E: İndikatör elektrot potansiyeli

E°: Standart elektrot potansiyeli

R: Gaz sabiti, 8,314 $J.mol^{-1}.K^{-1}$

T: Sıcaklık, kelvin (0 ^{0}C için 273,15 K)

F: Faraday sabiti= (96486 $J.volt^{-1}$)

[A], [B], [C] ve [D]: Elektrotta hissedilen iyon aktiviteleri

a, b, c ve d: yarı tepkimede yer alan her bir türün mol sayısı

n: Alınıp-verilen elektron sayısı veya membrandaki aktif iyon yüküdür.

a_i iyon aktivitesi olmak üzere, eşitlik tek bir iyon için yazılırsa, aşağıdaki gibi olur.

$$E = E^0 \pm \frac{RT}{nF} Ina_i$$

(±) ; Anyonlar için (-), katyonlar için (+) olur.

Eğer iyon aktivitesi a_1' den a_2' ye değişirse potansiyel değişimi aşağıdaki gibi olur.

$$E = E^0 \pm \frac{RT}{nF} In \frac{a_2}{a_1}$$

Eşitliğe göre, çözeltide iyon aktivitesinin artması sonucu elektrodun cevabı logaritmik olarak gözlenir.

$$E = E^o \pm \frac{2.303RT}{nF} \log \frac{a_2}{a_1}$$

Eğer ölçümler 25°C'de alınırsa, sabit sayılar yerine yazıldığında Nernst Eşitliği aşağıdaki gibi olur.

$$E = E^o \pm \frac{0.0592}{n} \log \frac{a_2}{a_1}$$

Buna göre 25°C' de E-log(a) ilişkisinin teorik değişimi n yüklü iyonlar için 59,2/n mV' dur. Bu değişim genel olarak katyonlar için pozitif anyonlar için negatiftir.

Potansiyometride kullanılan cihazlara, potansiyometreler denir. Potansiyometreler genelde basit ve ucuz cihazlardır. Bunlarda başlıca üç kısım bulunur.

1) Referans elektrot,
2) İndikatör elektrot,
3) Potansiyel ölçme cihazı.

6.1.1. Referans Elektrot

Titre edilecek çözeltiden hiç etkilenmeyen elektroda referans elektrot denir. Referans elektrotla birlikte kullanılan ikinci elektroda da indikatör elektrot adı verilir. İndikatör elektrot, tayini yapılacak maddenin derişimiyle orantılı bir potansiyel gösterir.

İyi bir referans elektrot, şu şartları yerine getirmelidir:

1) Tersinir (reverzibl) olmalı ve Nernst denklemine uymalıdır,
2) Zamanla bağımlı olmayan sabit bir potansiyel vermelidir,
3) Az miktarlarda akım alındıktan sonra eski haline kısa zamanda dönmelidir,
4) Sıcaklık değişmelerinde çok küçük bir histerizis göstermelidir.

Ancak, hiçbir referans elektrot yukarıda sayılan şartların hepsini birden yerine getiremez. Her elektrodun kendine has bazı kusurları vardır.

Yaygın olarak kullanılan referans elektrotlar aşağıda verilmektedir:

1) Referans hidrojen elektrodu
2) Kalomel referans elektrotlar
3) Gümüş/Gümüş klorür referans elektrotlar

6.1.2. İndikatör Elektrotlar

İndikatör elektrotlar, tayini yapılacak iyonun aktivitesinde meydana gelen bir değişikliğe çok kısa zamanda cevap veren ve özelliklerini her zaman devam ettiren

elektrotlardır. Ancak, hiçbir elektrot, cevabında bir iyona kesin olarak seçici (spesifik) değildir. Bununla beraber, son zamanlarda bazı iyonlara oldukça seçici olan elektrotlar imal edilebilmiştir.

İndikatör elektrotlar ikiye ayrılır. Bunlar:

1) Metalik olanlar
   - ❖ *Birinci sınıf*
   - ❖ *İkinci sınıf*
   - ❖ *Üçüncü sınıf*
   - ❖ *Redoks*
2) Membran olanlar
   - ❖ *Kristalin olanlar*
   - ❖ *Kristalin olmayanlar*

dır.

Membran İndikatör Elektrotlar

Membran indikatör elektrotlar da, metal indikatör elektrotlar gibi bazı iyonların tayininde kullanılır. Bu amaçla yapılan çalışmalarla bazı iyonlara (anyon, katyon) seçici membranlar bulunmuştur. Membranlara *pİyon [p(iyon)]* veya *px elektrotları* denir. Çünkü, bunlarla da derişim değil, aktivite bulunur (pCu, pNO_3 gibi). Bunlardan bazıları, iyonlara karşı seçicidir. Ancak, başka iyonlara karşı da az çok ilgi gösterirler.

Membran indikatör elektrotlar, kristalin olanlar ve kristalin olmayanlar diye iki gruba ayrılır. Bu gruplar da ayrıca alt gruplara ayrılır.

Kristalin olan membran elektrotlara:

1) Tek kristalli olanlar. Bunlara F^- iyonu tayin etmede kullanılan LaF_3 tek kristali
2) Polikristalin veya karışık kristalli olanlar. Bunlara da S^{2-} ve Ag^+ iyonlarını tayin etmede kullanılan Ag_2S kristali,

örnek verilebilir.

Kristalin olmayan membran elektrotlara:

1) Cam olanlar, bunlara örnek, H^+ ve Na^+ iyonları tayin etmede kullanılan silikat camları,
2) Sıvı olanlar. Bunlara örnek, Ca^{2+} tayininde kullanılan sıvı iyon değiştiriciler,

örnek verilebilir.

Bir membran az da olsa elektrik akımını iletir. Böyle bir iletme genellikle tek yüklü iyonların membran dokusu içindeki hareketiyle gerçekleşir.

Cam Membran Elektrotlar

Rutin pH ölçümlerinde hidrojen elektrot kullanımında karşılaşılan zorluklar nedeniyle cam elektrot yaygın bir şekilde kullanılır ve standart ölçüm elektrodu olarak bilinir. Cam elektrot, hidrojen iyonlarının geçişine seçici olarak izin veren, sabit asitlikte bir referans çözeltisinden analit çözeltisini ayıran bir cam membrandan oluşur. İç referans elektrotla bağlantıda olan bu çözelti, klorür iyonlarını içeren tampon çözelti (genellikle pH' sı 7 olan KCI çözeltisi) veya hidroklorik asit (HCI) çözeltisidir. Cam membranın iç ve dış yüzeyi arasındaki pH farkı, bu pH farkı ile orantılı bir potansiyel fark oluşturur. Çözelti sıcaklığı 30 ^{o}C iken iç ve dış çözelti arasındaki 1 birimlik pH farkı yaklaşık 60 mV' luk bir potansiyele karşılık gelir. Cam elektrotla pH ölçümü bu potansiyel farkın ölçümüne dayanır [3,26].

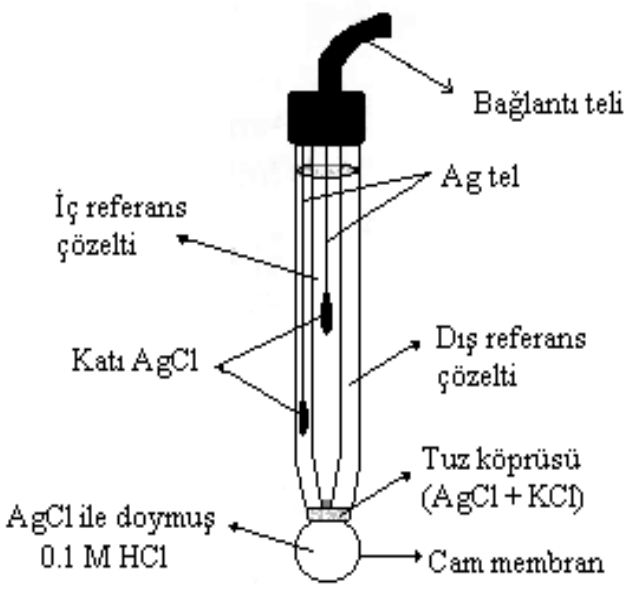
Cam elektrot çözeltiye daldırıldığında dış yüzey hidratlanır ve çözeltideki hidrojen iyonları cam membrandaki sodyum iyonları ile yer değiştirerek yüzeyde hidrojen iyonlarınca zengin bir tabaka oluşturur. Membranın iç yüzeyinde oluşan yük miktarı, dış çözeltideki hidrojen iyonlarının miktarıyla orantılıdır.

Membran yüzeyinde oluşan potansiyel fark, aşağıda Nernst Eşitliğinde gösterildiği gibi dış çözeltideki hidrojen iyonları aktivesinin logaritmasıyla orantılıdır.

$$E = E_o + \frac{2.303RT}{nF} \log a_{H^+} \qquad (14)$$

Eşitlikte; $E =$ elektrot potansiyeli, $E_0 =$ elektrodun standart potansiyeli, $R =$ gaz sabiti (8.3144 J K^{-1} mol^{-1}), $T =$ sıcaklık (Kelvin), $n =$ değerlik ($n = 1$ hidrojen iyonları için), $F =$ Faraday sabiti ve $a_{H^+} =$ hidrojen iyonlarının aktivitesi' dir [3].

Laboratuvarlarda pH'ın rutin tayini için genellikle kombine pH cam elektrot kullanılmaktadır. Şekil 6.2' de indikatör ve referans elektrotları tek bir prob içerisinde olan kombine bir pH elektrot gösterilmektedir.



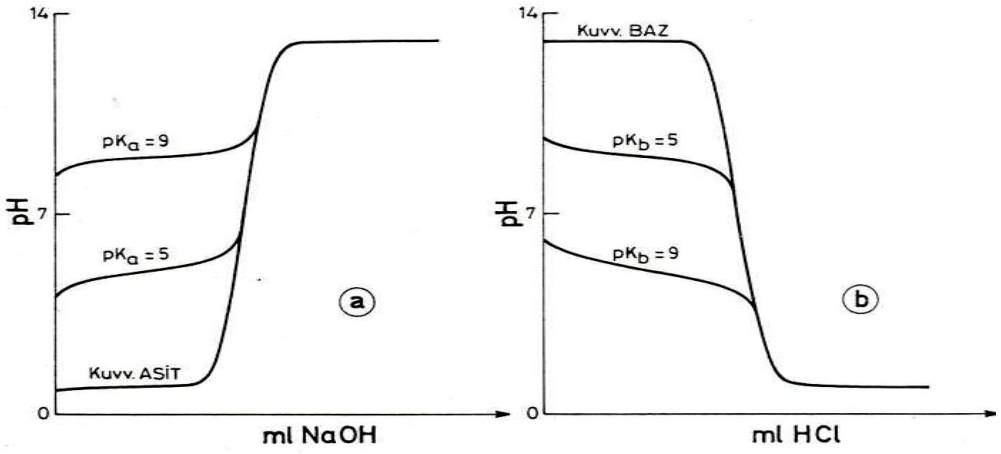
Şekil 6.2. Gümüş/gümüş klorür referans elektrotlu kombine cam elektrot

6.2. POTANSİYOMETRİK TİTRASYONLAR

Çeşitli duyarlıkları ya da seçicilikleri olan elektrotlar kullanılarak her bir titrant ilavesiyle çözeltinin potansiyeli ölçülerek nicel analiz yapılır. Potansiyometrik titrasyonda her titrant eklenmesinden sonra ölçülen potansiyel veya pH değeri eklenen titrant hacmine karşı grafiğe geçirilerek potansiyometrik titrasyon eğrisi oluşturulur. S şeklinde olan potansiyometrik titrasyon eğrisinde dönüm noktası eğrinin eğiminin en büyük olduğu noktadır. Dönüm noktasının hatasız bir biçimde elde edilebilmesi için eşdeğerlik noktası civarındaki titrant eklenmesi çok özenli olarak yapılmalıdır. Potansiyometrik titrasyon ile doğru ve kesin sonuçlar elde edilir ve sürekli olarak bir potansiyel değişmesi ölçüldüğünden sıvı temas potansiyelinin ve aktiflik katsayısının ölçümlere etkisinin dikkate alınması gerekmez. Yükseltgenme-indirgenme tepkimelerinin potansiyometrik yoldan izlenmesi için bir Pt elektrot kullanılırken, asit-baz, çökelme ve kompleksleşme tepkimelerinin oluştuğu titrasyonların potansiyometrik yoldan izlenmesinde uygun bir iyon seçici elektrot kullanılır.

Asit-baz titrasyonlarında yaygın olarak kullanılan iyon seçici elektrot cam elektrottur. Bu titrasyonlarda eşdeğerlik noktasında pH değerinde birdenbire büyük bir değişme olur. Asitin veya bazın kuvveti azaldıkça yani pK_a veya pK_b değerleri arttıkça dönüm noktasında gözlenen pH değişmesinin büyüklüğü ve keskinliği azalır. Aynı durum kullanılan titrant derişiminin azaldığı zaman ve zayıf bir asidin kuvvetli bir baz

yerine zayıf bir bazla titre edildiğinde de gözlenir. Şekil 6.3' de çeşitli kuvvetteki asitlerin bir kuvvetli bazla ve çeşitli kuvvetteki bazların bir kuvvetli asitle titre edildiklerinde elde edilen titrasyon eğrileri görülmektedir. Potansiyometrik olarak bulunan dönüm noktaları, indikatör kullanılan titrasyonlardan daha doğru sonuç verir.



Şekil 6.3. Çeşitli kuvvetteki (a) asitlerin kuvvetli bir bazla, (b) bazların kuvvetli bir asitle titrasyonunda elde edilen potansiyometrik titrasyon eğrileri

Nötralleşme titrasyonlarında kuvvetli asitler için derişim $3x10^{-4}$ ve daha büyük, zayıf asitler için ise derişim ile asitlik sabiti çarpımı 10^{-7} ve daha büyük olduğu zaman analiz yapılabilir. Titrasyon eğrilerinden görüldüğü gibi, kuvvetli asit veya bazların titrasyon eğrilerinin dönüm noktası pH değeri 7 dir. Zayıf asitlerin titrasyonunda elde edilecek dönüm noktası pH değeri 7 den büyük, zayıf bazların titrasyonunda elde edilecek dönüm noktası pH değeri ise 7 den küçüktür.

Potansiyometrik nötralleşme titrasyonları her tip çözeltiye; asidik ve bazik renkli çözeltilere, asidik ve bazik bulanık çözeltilere (jeller dahil), asit ve baz karışımları, poliasitler ve polibazlara uygulanır. Bu metodun en büyük dezavantajı, diğer indikatörlü metotlara göre daha çok zaman almasıdır.

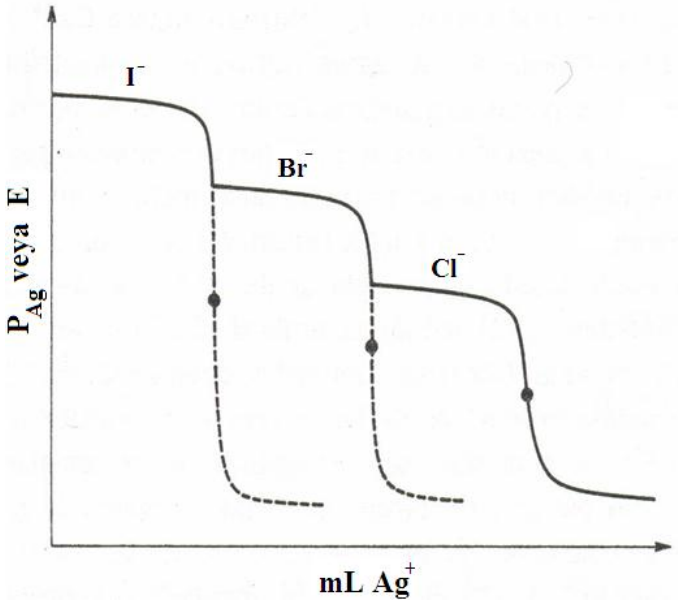
Cl^-, Br^- I^-, CN^-, SCN^-, S^{2-} iyonları, $AgNO_3$ ile titre edilerek ve bu iyonlar için seçimlilik gösteren katı hal iyon seçici elektrotlar kullanılarak potansiyometrik yöntemle tayin edilebilir. Ag^+ iyonlarının tayini ise aynı yöntemle ve NaI titrantı kullanılarak yapılır.

$$Ag^+ + X \rightarrow AgX$$

türü çökelme tepkimesine göre titrasyonun dönüm noktasında

$[Ag^+] = [X^-] = (Kçç)^{½}$

olur. Eşdeğerlik noktasındaki pX^- veya pAg^+ sıçramasının büyüklüğü, çöken maddenin ne kadar az çözünür bir tuz oluşuna baglıdır. Şekil 6.4'de, halojenür karışımının Ag^+ ile titre edilmesi gösterilmektedir. Buradaki kesikli çizgiler ortamda sadece o türün varlığında titrasyon eğrisinin alacağı şekil verilmiştir.



Şekil 6.4. Eşit derişimde I^-, Br^-, Cl^- iyonlarını içeren çözeltinin potansiyometrik titrasyonu

6.2.1. Dönüm Noktası Tayin Yöntemleri

Potansiyometrik çalışmalarda dönüm noktası çeşitli yöntemlerle tayin edilir. Bunlar;

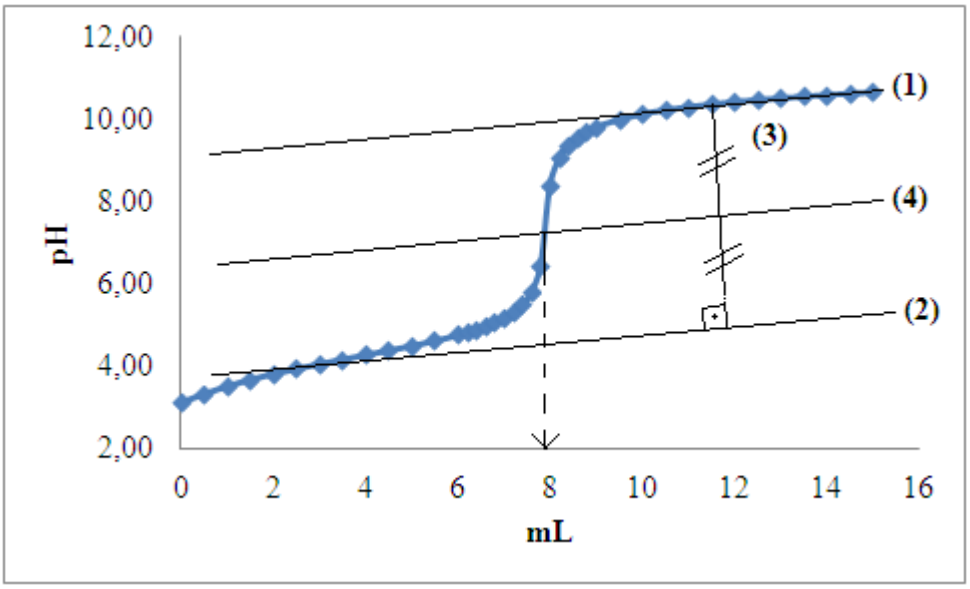
a) E(pH)-mL grafiğiyle,

b) $\Delta E(\Delta pH)/\Delta V$-mL grafiğiyle

c) $\Delta^2 E(\Delta pH)/\Delta V^2$-mL grafiğiyle

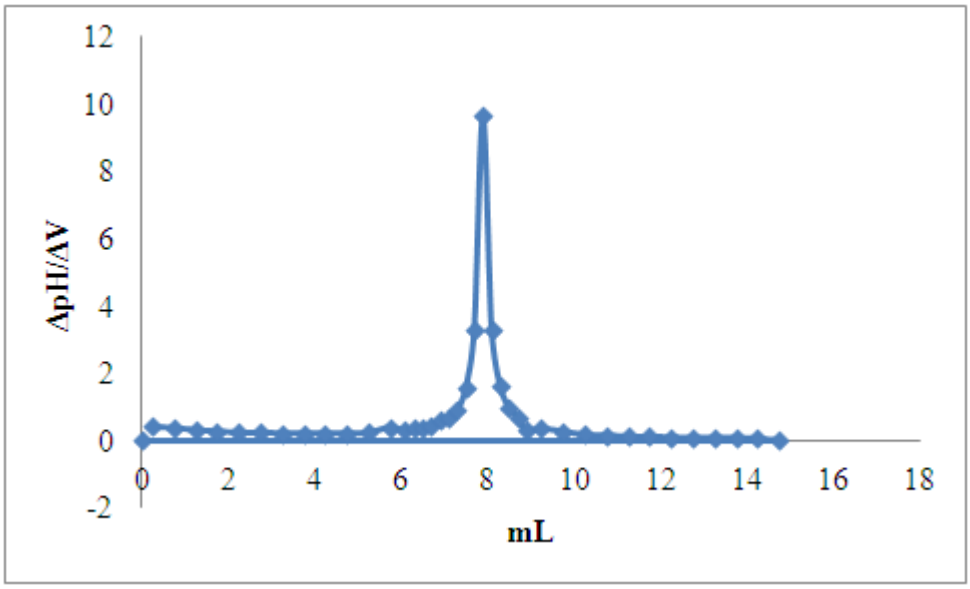
İlk yöntemde, harcanan titrantın mL hacmine karşılık okunan potansiyel farkı veya pH grafiği (mL-E veya mL-pH) çizilir. Eğrinin dik olarak yükseldiği kısmın orta noktası paralel doğrular yöntemiyle belirlenir. Bunun için titrasyon eğrisine Şekil 6.5'

de görüldüğü gibi (1) ve (2) parelel doğruları çizilir. Paralel doğruların arasına (3) doğrusu dik olarak çizilir ve orta noktası belirlenir. Bu noktadan (1) ve (2) doğrusuna paralel bir doğru daha çizilerek (4) titrasyon eğrisi kestirilir. Doğrunun titrasyon eksenini kestiği noktadan hacim ekseninine dik inilerek dönüm noktası yaklaşık olarak belirlenir.



Şekil 6.5. pH-mL grafiği

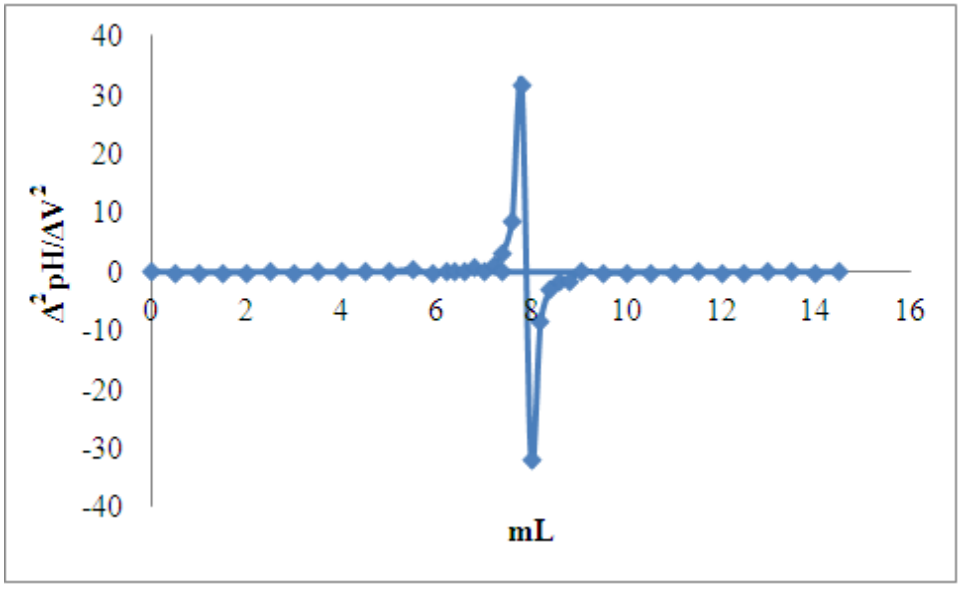
İkinci yöntemde ortama ilave edilen titrantın birim hacmi başına potansiyel veya pH değişimleri (ΔE/ΔV veya ΔpH/ΔV) ordinat eksenine titrantın ortalama mL hacimleri de apsis eksenine işaretlenir. Şekil 6.6' da titrasyon grafiği türev esasına göre çizilmiştir. Genel olarak bulunan noktaların ekstrapolasyonundan bulunan maksimum, harcanan titrant hacmini verir. Ancak, böyle bir maksimum bulunmasında bir takım hatalar yapılır. Çünkü maksimum noktası ekstrapolasyonun nasıl yapıldığına bağlıdır.



Şekil 6.6. ΔpH/ΔV-mL grafiği (birinci türev eğrisi)

Her iki yöntemde de dönüm noktasının bulunmasında, eğrinin eşdeğerlik noktası etrafında simetrik olması esas olarak alınır. Ancak, her titrasyonda da bu esasa rastlanmaz.

Potansiyelin veya pH' nın hacimle değişmesinin ikinci türevi alınmak ve $\Delta^2E/\Delta V^2$-mL veya $\Delta^2pH/\Delta V^2$-mL grafiği çizilmek suretiyle de dönüm noktası bulunabilir. Böyle bir grafikte $\Delta^2E/\Delta V^2$ veya $\Delta^2pH/\Delta V^2$ değerinin sıfır olduğu nokta eşdeğerlik noktası olarak alınır. Şekil 6.7' de $\Delta^2pH/\Delta V^2$-mL grafiği görülmektedir.



Şekil 6.7. $\Delta^2pH/\Delta V^2$-mL grafiği (ikinci türev eğrisi)

6.2.2. pK_a Tayini

Potansiyometrik asit-baz titrasyonu ile, zayıf asit ve bazların dissosyasyon sabitleri ve eşdeğer gramları da tayin edilebilir. Bu amaçla zayıf asit, ayarlı kuvvetli bir bazla potansiyometrik olarak titre edilir. Titrasyon için harcanan çözeltinin mL hacminin yarısından çizilen dikmenin pH eğrisini kestiği nokta söz konusu asidin dissosyasyon sabitinin pK_a' sını verir. Çünkü, zayıf bir asit için,

$$K_a = \frac{[H^+][A^-]}{[HA]}$$

yazılır. **Yarı titrasyon noktasında,**

$$[A^-] = [HA]$$
$$K_a = [H^+]$$
$$pK_a = pH$$

olur.

Bir asit dissosyasyon sabiti ve eşdeğer gramı yardımıyla kolaylıkla teşhis edilebilir.

6.3. POTANSİYOMETRİK TİTRASYON DENEYLERİ

6.3.1. pH Metrenin Kalibrasyonu

Tüm pH metre elektrotlarının bir ömrü vardır. pH metre elektrotlarını bir pil gibi düşünülürse ne kadar sık kullandığımıza, kullanıldığı alana ve kullanıcıya bağlı olarak kullanım ömrününde değişkenlik gösterir. Tamamen kullanım şekline bağlı olarak bir elektrotun çoğu uygulamalarda 6 aydan 24 aya kadar ömrü olabilir. Fakat elektrot, yüksek sıcaklıklara, yüksek basınca, HF veya kostik uygulamalarına maruz bırakıldığında büyük ölçüde ömrü azalmaktadır. pH metrelerde kalibrasyon da elektrotun bir ömrünün olması nedeniyle yapılır. pH metrenin ve dolayısı ile elektrotun kullanımı arttıkça zaman içerisinde ömrü biter ve doğru ölçüm yapabilmek için kalibrasyona ihtiyaç duyulur.

pH metrenin kalibrasyonu pH'sı bilinen tamponlara karşı yapılır. Bunun için pH 4, 7 ve 9 tamponları kullanılır. Genellikle pH 4 ve 7 tamponları ile iki noktada kalibrasyon yapılır.

Bir behere yarısına kadar pH 4 tamponu doldurulur ve pH metre cihazının elektrodu pH 4 tamponuna daldırılarak "CAL" tuşuna basılır. Cihaz tampon çözeltiyi otomatik olarak tanır ve kendini otomatik olarak kalibre eder. Daha sonra elektrot pH 7 tamponuna daldırılarak aynı işlem tekrarlanır. Cihaz ekranında kalibrasyon işleminin tamamlandığı görülür. Cihaz bu işlemden sonra ana ekranına döner artık kalibre edilmiş bir şekilde ölçüm yapmaya hazırdır.

6.3.2. Kuvvetli Asit-Kuvvetli Baz Titrasyonu

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

- ✓ Büret
- ✓ Beher
- ✓ Balık
- ✓ Manyetik karıştırıcı
- ✓ NaOH
- ✓ HCI

Deneyin Yapılışı

25 mL 0.100 M HCI çözeltisi, 100 mL' lik bir behere alınır ve beher magnetik karıştırıcı üzerine yerleştirilerek içine magnetik balık (çubuk) koyulur. Karıştırıcı çalıştırılır, karıştırma hızı ve devri ayarlanır. Çözeltinin içine saf sudan geçirilmiş kombine cam pH elektrot daldırılır. Daha sonra bürete 0.100 M NaOH çözeltisi doldurularak beher içindeki asit çözeltisi titre edilmeye başlanır. Asit çözeltisinin titrasyon öncesi pH değeri kaydedilir. Titrasyonda her defasında 0,5 mL titrant eklenerek pH değişimleri not edilir. pH değerlerindeki sıçrama aralıkları artmaya başlandığında hassasiyeti arttırmak için eklenen titrant miktarı 0,1 mL'ye düşürülür. Her defasında karşılık gelen ve değişen pH değerleri not alınır. Sıçrama aralıkları azaldığında yine başlangıçtaki gibi 0,5 mL titrant eklenerek titrasyona devam edilir.

Titrasyon sonunda eklenen baz hacmine karşı ölçülen pH değerleri grafiğe geçirilerek (mL baz-pH) titrasyon grafiği çizilir ve dönüm noktası tesbit edilir. Deney, bir kez de derişimi bilinmeyen HCl çözeltisi ile yapılarak derişimi

$$M_{asit} \times V_{asit} = M_{baz} \times V_{baz}$$

formülüyle bulunur.

Sonuçların Değerlendirilmesi

Kuvvetli Asit - Kuvvetli Baz Titrasyonu							
V (mL)	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**	**V (mL)**	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**

6.3.3. Zayıf Asit-Kuvvetli Baz Titrasyonu

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

- ✓ Büret
- ✓ Beher
- ✓ Balık
- ✓ Manyetik karıştırıcı
- ✓ CH_3COOH
- ✓ NaOH

Deneyin Yapılışı

25 mL 0.100 M CH_3COOH çözeltisi, 100 mL' lik bir behere alınır ve beher magnetik karıştırıcı üzerine yerleştirilerek içine magnetik balık koyulur. Karıştırıcı çalıştırılır, karıştırma hızı ve devri ayarlanır. Çözeltinin içine kombine pH cam elektrot daldırılır. Daha sonra bürete 0.100 M NaOH çözeltisi doldurularak beher içindeki asit çözeltisi titre edilmeye başlanır. Asit çözeltisinin titrasyon öncesi pH değeri kaydedilir. Titrasyonda her defasında 0,5 mL titrant eklenerek pH değişimleri not edilir. pH değerlerindeki sıçrama aralıkları artmaya başlandığında hassasiyeti arttırmak için eklenen titrant miktarı 0,1 mL'ye düşürülür. Her defasında karşılık gelen ve değişen pH

değerleri not alınır. Sıçrama aralıkları azaldığında yine başlangıçtaki gibi 0,5 mL titrant eklenerek titrasyona devam edilir.

Titrasyon sonunda eklenen baz hacmine karşı ölçülen pH değerleri grafiğe geçirilerek (mL baz-pH) titrasyon grafiği çizilir ve dönüm noktası tesbit edilir. Deney, bir kez de derişimi bilinmeyen CH_3COOH çözeltisi ile yapılarak derişimi

$$M_{asit} \times V_{asit} = M_{baz} \times V_{baz}$$

formülüyle bulunur.

Dönüm noktasının yarısında $[CH_3COOH] = [CH_3COO^-]$ olduğundan pH = pKa olur.

Bu eşitliklerden faydalanılarak Ka denge sabiti bulunur.

Sonuçların Değerlendirilmesi

Zayıf Asit - Kuvvetli Baz Titrasyonu							
V (mL)	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**	**V (mL)**	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**

6.3.4. Sirkede Asetik Asit Tayini

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

- ✓ Büret
- ✓ Beher
- ✓ Balık
- ✓ Manyetik karıştırıcı
- ✓ Sirke
- ✓ NaOH

Deneyin Yapılışı

1 mL sirke çözeltisi 250 mL'lik behere alınır ve saf su ile 100 mL'ye seyreltilir. Behere magnetik balık koyularak magnetik karıştırıcıda çözeltinin karışması sağlanır. Çözeltiye cam pH elektrot daldırılır ve sirke çözeltisinin titrasyon öncesi pH değeri kaydedilir. Bürete 0.100 M NaOH doldurularak beher içindeki sirke çözeltisi titre edilmeye başlanır. Titrasyonda her defasında 0.5 mL titrant eklenerek pH değişimleri not edilir. pH değerlerindeki sıçrama aralıkları artmaya başlandığında hassasiyeti arttırmak için eklenen titrant miktarı 0.1 mL'ye düşürülür. Her defasında karşılık gelen ve değişen pH değerleri not alınır. Sıçrama aralıkları azaldığında yine başlangıçtaki gibi 0.5 mL titrant eklenerek titrasyona devam edilir.

Titrasyon sonunda eklenen baz hacmine karşı ölçülen pH değerleri grafiğe geçirilerek (mL baz-pH) titrasyon grafiği çizilir ve dönüm noktası tesbit edilir.

Dönüm noktası belirlendikten sonra aşağıdaki eşitlikten faydalanarak sirkede asetik asit miktarı hesaplanır.

$$\frac{\frac{m_{Asetik\ Asit}}{MA_{Asetik\ Asit}}}{\frac{TDx1000}{}} = M_{NaOH}xV_{NaOH} \qquad TD = \mathbf{1}$$

NOT: Sirkede asetik asit miktarı yüzde (%) cinsinden bulunmak istenirse alınan 1 mL sirke örneğinin yoğunluğu belirlenerek yüzdeye geçilebilir.

Sonuçların Değerlendirilmesi

SİRKEDE ASETİK ASİT TAYİNİ							
V (mL)	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**	**V (mL)**	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**

6.3.5. Meyve Sularında Asitlik Tayini

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

- ✓ Büret
- ✓ Beher
- ✓ Balık
- ✓ Manyetik karıştırıcı
- ✓ Meyve suyu
- ✓ NaOH

Deneyin Yapılışı

10 mL meyve suyu 100 mL'lik behere alınarak üzerine 20 mL saf su eklenir. Beher magnetik karıştırıcı üzerine yerleştirilerek içine magnetik balık koyulur. Karıştırıcı çalıştırılır, karıştırma hızı ve devri ayarlanır. Cam pH elektrot çözeltiye daldırılır. Bürete 0.100 M NaOH doldurularak beher içindeki meyve suyu titre edilmeye başlanır. Meyve suyunun titrasyon öncesi pH değeri kaydedilir. Titrasyonda her defasında 0.5 mL titrant eklenerek pH değişimleri not edilir. pH değerlerindeki sıçrama aralıkları artmaya başlandığında hassasiyeti arttırmak için eklenen titrant miktarı 0.1 mL'ye düşürülür. Her defasında karşılık gelen ve değişen pH değerleri not alınır. Sıçrama aralıkları azaldığında yine başlangıçtaki gibi 0.5 mL titrant eklenerek titrasyona devam edilir.

Titrasyon sonunda eklenen baz hacmine karşı ölçülen pH değerleri grafiğe geçirilerek (mL baz-pH) titrasyon grafiği çizilir ve dönüm noktası tespit edilir.

Dönüm noktası belirlendikten sonra aşağıdaki eşitlikten faydalanarak meyve suyundaki asit miktarı sitrik asit cinsinden hesaplanır.

$$\frac{\frac{m_{Sitrik\ Asit}}{MA_{Sitrik\ Asit}}}{TDx1000} = M_{NaOH}xV_{NaOH} \qquad TD = 3$$

NOT: Meyve sularında yaygın asit çoğunlukla sitrik asit olduğundan toplam asitlik sitrik asit cinsinden verilir.

Sonuçların Değerlendirilmesi

Meyve Suyunda Asitlik Tayini							
V (mL)	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**	**V (mL)**	**pH**	**Seyreltme Faktörü (1+v/V)**	**Son pH**

6.4. ARAŞTIRMA SORULARI

1. Yeni bir cam elektrot neden önce damıtık suda uzunca bir süre bekletilir?

2. Laboratuvar ortamında standart hidrojen elektrodu hazırlanabilir mi?

3. pH tayininde görülen alkali ve asit hatalarının nedenlerini açıklayınız?

4. Ag/AgCl referans elektrodu hangi yönden kalomel elektrottan daha iyidir?

5. Yarı nötralleşme noktası pH'sı nedir? Bundan nasıl bir yarar sağlanır?

6. Zayıf bir HA asidi kuvvetli bir bazla titre ediliyor. Bu titrasyon eğrisinden Ka sabiti nasıl hesaplanır, prensibini şekil çizerek gösteriniz.

7. Yüzeyler arası (sınır) potansiyeli nedir?

8. Kimyasal bir indikator kullanılarak yapılan titrasyonla potansiyometrik olarak yapılan titrasyon arasında ne gibi farklar vardır?

9. Bir pilin şematik olarak gösterilmesinde bir çizgi ve çift çizgi ne amaçla kullanılır?

KAYNAKLAR

Skoog, D.A., Nieman, T.A., Holler, F.J., 1998. Enstrümantal Analiz İlkeleri, 615s.

Genç, Ö., Yıldız, A., 1997. Enstrümantal Analiz Yöntemleri, s. 321-322.

Gündüz, T., 1987. İnstrümental Analiz, s. 485-488.

Kalkan, S., Yeni Tip Fe_2O_3 Temelli Katı-hal Kompozit pH Elektrot ve Potansiyometrik Uygulamaları, 2007, Yüksek Lisans Semineri, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Samsun.