

**T.C.
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

GIDA TEKNOLOJİSİ

**GIDALARDA VOLUMETRİK
ANALİZLER- 2
541GI0057**

Ankara, 201

-
- 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	iii
GİRİŞ	1
ÖĞRENME FAALİYETİ-1	3
1. Mohr Yöntemi ile Klorür Tayini	3
1.1. Çöktürme Titrasyonları	3
1.2. Mohr Yöntemi ile Titrasyon	4
1.2.1. Esası	4
1.2.2. Mohr Yöntemi ile Titrasyon Yaparken Dikkat Edilecek Noktalar	5
1.3. 0,1 N Ayarlı AgNO_3 Çözeltisi Hazırlanması	5
1.3.1. 0,1 N AgNO_3 Çözeltisi Hazırlanması	5
1.3.2. 0,1 N AgNO_3 Çözeltisini Ayarlama	6
1.4. Mohr Yöntemi ile Gıdalarda Tuz Tayini	8
1.4.1. İlkesi	8
1.4.2. Kullanılan Araç ve Gereçler	9
1.4.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler	9
1.4.4. Deney İşlem Basamakları	9
1.4.5. Sonuç	10
UYGULAMA FAALİYETİ	11
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	17
ÖĞRENME FAALİYETİ-2	20
2. İYODOMETRİK YÖNTEMLE İYOT TAYİNİ	20
2.1. Redoks Titrasyonları	20
2.2. İyodometri	21
2.2.1. Tanımı ve Esası	21
2.2.2. İyodometride Kullanılan İndikatörler	22
2.2.3. 0,1 N Ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Çözeltisinin Hazırlanması	22
2.3. Gıdalarda İyot Tayini Yapma	29
2.3.1. İlkesi	29
2.3.2. Kullanılan Araç ve Gereçler	29
2.3.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler	29
2.3.4. Deney İşlem Basamakları	30
2.3.5. Sonuç	31
UYGULAMA FAALİYETİ	32
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	36
ÖĞRENME FAALİYETİ-3	40
3. KOMPLEKSOMETRİK YÖNTEMLE KALSİYUM TAYİNİ	40
3.1. Kopleksleştirme Titrasyonları	40
3.2. 0,01 M Ayarlı EDTA Çözeltisinin Hazırlanması	41
3.2.1. 0,01 M EDTA Çözeltisi Hazırlama İşlem Basamakları:	41
3.2.2. 0,01 M EDTA Çözeltisini Ayarlama	42
3.3. Gıdalarda Kalsiyum Miktarı Tayini Yapma	43
3.3.1. İlkesi	43
3.3.2. Kullanılan Araç ve Gereçler	43
3.3.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler	44
3.3.4. Deney İşlem Basamakları	44
3.3.5. Sonuç	44

UYGULAMA FAALİYETİ	45
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	48
MODÜL DEĞERLENDİRME	51
CEVAP ANAHTARLARI	54
KAYNAKÇA	55

AÇIKLAMALAR

MODÜLÜN KODU	541GI0057
ALAN	Gıda Teknolojisi
DAL / MESLEK	Gıda Kontrol / Gıda Laboratuvar Teknisyeni
MODÜLÜN ADI	Gıdalarda Volumetrik Analizler II
MODÜLÜN TANIMI	Mohr yöntemi ile klorür tayini, iyodometri yöntemi ile iyot ve kompleksometrik yöntemle kalsiyum tayini yapabilmek yeterliliğinin kazandırıldığı öğrenme materyalidir.
SÜRE	40/24
ÖN KOŞUL	Analiz Öncesi Hazırlıklar, Çözelti Hazırlama, Gıdalarda Volumetrik Analizler -1 ve Analiz Sonrası İşlemler modüllerini başarmış olmak ön koşuldur.
YETERLİK	Gıdalarda volumetrik analizleri yapmak
MODÜLÜN AMACI	Genel Amaç Bu modül ile gerekli bilgileri alıp, uygun ortam sağlandığında analiz yöntemine uygun olarak gıdalarda volumetrik analizleri yapabileceksiniz. Amaçlar <ol style="list-style-type: none">1. Klorür tayini yapabileceksiniz.2. İyot tayini yapabileceksiniz3. Kalsiyum miktarı tayini yapabileceksiniz
EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI	Kimya laboratuvarı, kurutma kabı, ölçü kaşığı, spatül, etüv, hassas terazi, tartım kabı, desikatör, maşa, 250 ml'lik erlen, beher, huni, baget, büret, kıskaç, pipet, puar, mezür, piset, bek, kafesli tel, üç ayak, damlalıklı şişe, saat camı, spor, 100 ml'lik balon joje, 1 litrelik balon joje, salça, halka, süzgeç kağıdı, zeytin yağı, saat, ağzı traşlı ve kapaklı 250 ml'lik erlen, su numunesi, otomatik dijital göstergeli büret, otomatik cam büret, saf su, metil oranj indikatör çözeltisi, alkolde çözülmüş % 1'lik fenolftaleyn indikatör çözeltisi, 0,1 N HCl çözeltisi, 0,1 N ayarlı NaOH çözeltisi, 0,1 N ayarlı AgNO ₃ çözeltisi, % 5 lik K ₂ CrO ₄ indikatör çözeltisi, 0,1 N Ayarlı Na ₂ S ₂ O ₃ .5H ₂ O çözeltisi, buzlu asetik asit, karbon tetraklorür, % 10'luk potasyum iyodür çözeltisi, % 1' lik taze hazırlanmış nişasta indikatör çözeltisi, iyot triklorür (ICl ₃) veya iyot monoklorür (ICl) ,wijs çözeltisi, 0,01 M ayarlı EDTA çözeltisi, pH 10 tampon çözeltisi, Eriokromblack-T indikatörü, diğer laboratuvar araç ve gereçleri, temizlik malzemeleri.
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	Modülün içinde yer alan her faaliyetten sonra, verilen ölçme araçları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek kendi kendinizi değerlendireceksiniz. Modül sonunda ise kazandığınız bilgi, beceri ve tavırları ölçmek amacıyla öğretmen tarafından hazırlanacak yazılı ve uygulamalı ölçme araçları ile değerlendirileceksiniz.

GİRİŞ

Sevgili Öğrenci,

Gıdalarda analizler, değişik analiz metotları uygulanarak yapılmaktadır. Bunlardan en çok kullanılanları gravimetrik, volumetrik, enstrümental analiz metotlarıdır. Bunlardan biri olan volumetrik analiz metodu, nicel analiz metotlarından biri olup, derişimi kesin olarak bilinen çözeltinin belirli hacmiyle titrasyon yaparak analiz çözeltisi içindeki bilinmeyen maddenin derişimi ve buradan da aranan madde miktarının bulunması ilkesine dayanır.

Bu modül ile; volumetrik analizin kurallarını öğrenip, mühr yöntemi ile klorür tayini, iyodometri yöntemi ile iyot ve kompleksometrik yöntemle kalsiyum tayini yapabileceksiniz.

Bu modülde öğrendiğiniz bilgi, kazanacağınız yeterlilik ve becerileri gıda teknolojisi alanında sıklıkla kullanacaksınız.

ÖĞRENME FAALİYETİ-1

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam, sağlandığında analiz metoduna uygun olarak klorür tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Çöktürme titrasyonları gıdalarda nelerin analizlerinde kullanılır araştırınız. Araştırmanızı rapor haline getirerek sınıfta arkadaşlarınızla paylaşınız.

1. MOHR YÖNTEMİ İLE KLORÜR TAYİNİ

1.1. Çöktürme Titrasyonları

Çöktürme titrasyonlarında, analiz edilecek maddenin çözeltisi, ayarlı bir çöktürücü ile tepkimeye sokulur. Tepkime sonunda ortamda oldukça zor çözünen bir çökelek meydana gelir. Çökmenin tamamlandığı nokta uygun bir indikatörle belirlenir.

Bu yöntemin kullanımı sınırlıdır. Çünkü çökmenin tamamlandığı noktanın belirlenmesinde uygun bir indikatörün bulunması zordur.

Çökme tepkimesinin volumetrik analizlerde kullanılabilmesi için aşağıdaki koşullar gereklidir:

- Çökelen maddenin çözünürlüğü az olmalıdır.
- Çökme tepkimesi hızlı olmalı ve çabuk dengeye gelmelidir.
- Beraber çökme, iyon hapsedme veya absorpsiyon gibi sonucu etkileyecek olaylar olmamalıdır.
- Titrasyon sonunu belirleyecek uygun bir indikatör kullanılmalıdır.

Çöktürme titrasyonu uygulamalarında çoğu zaman ayarlı gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi kullanılır.

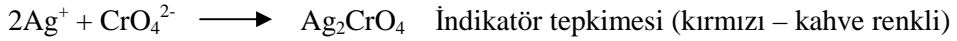
Ayarlı gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisi ile yapılan volumetrik analizlere arjantometri denir.

Arjantometrik titrasyonlarda üç farklı türden indikatör kullanılabilir. Buna göre de arjantometrik titrasyonlar üç farklı şekilde isimlendirilir.

- Mohr Yöntemi
- Volhard Yöntemi
- Fajans Yöntemi

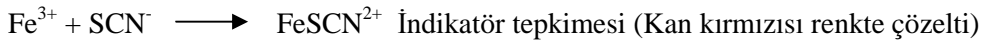
➤ **Mohr Yöntemi**

Klorür (Cl^-) numunesinin potasyum kromat (K_2CrO_4) veya sodyum kromat (Na_2CrO_4) indikatörü yanında gümüş nitrat çözeltisi ile titre edilmesidir. En çok Cl^- ve Br^- iyonlarının analizinde kullanılır. Bu yöntemde indikatör kromat (CrO_4^{2-}) iyonudur. Titrasyonun dönüm noktası koyu kırmızı – kahve renkli gümüş kromat (Ag_2CrO_4) çökeleğinin meydana gelmesi ile anlaşılır.



➤ **Volhard Yöntemi**

Volhard yöntemi bazı halojenür iyonlarının analizini sağlayan dolaylı bir titrasyondur. Bu yöntemde indikatör Fe^{3+} iyonudur. Klorür içeren örnek çözeltisine ayarlı gümüş nitrat çözeltisinden yeteri kadar eklenir. Gümüş iyonlarının aşırısı, ayarlı tiyosiyanat (SCN^-) çözeltisi ile geri titre edilir ve gümüş tiyosiyanat (AgSCN) çöktürülür. Eşdeğerlik noktasında tiyosiyanatın fazlası ortama eklenen Fe^{3+} iyonu ile kan kırmızısı renkteki demir tiyosiyanat (FeSCN^{2+}) kompleks iyonunu meydana getirir.



➤ **Fajans Yöntemi**

Bu yöntem çözeltideki klorür iyonlarının ayarlı gümüş nitrat çözeltisi ile floressin veya diklorofloressin gibi absorpsiyon (soğurma) indikatörleri yardımı ile titre edilmesi esasına dayanır. Dönüm noktası yeşil - sarı çözelti içindeki beyaz çökeleğin aniden hafif kırmızıya dönmesi ile anlaşılır.

Gıda teknolojisinde arjantometrik titrasyonlar genellikle gıdalarda bulunan tuzun (NaCl) tayininde kullanılır. Bu tayin için en yaygın olarak kullanılan yöntem Mohr yöntemidir. Bu öğrenme faaliyetinde Mohr yöntemi üzerinde durulacaktır.

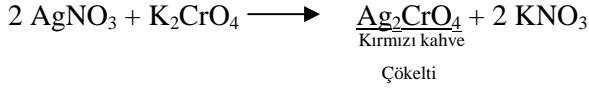
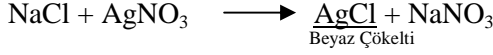
1.2. Mohr Yöntemi ie Titrasyon

1.2.1. Esası

Yöntem , ortamda bulunan Cl^- iyonlarının ortama ilave edilen Ag^+ iyonları ile birleşerek az çözünen bir bileşik olan AgCl halinde çöktürmek ve çökeltme başlangıcının K_2CrO_4 indikatörü ile belirlenmesi esasına dayanır.

Ortamdaki Cl^- iyonlarının tamamının renksiz bir bileşik olan AgCl halinde çökmesinden sonra, AgNO_3 çözeltisinin fazlası ile K_2CrO_4 indikatörü kırmızı- kahve renkli

Ag₂CrO₄ çökeleğini oluşturur. Titrasyonun bitiş noktası, ortamda AgCrO₄ ın oluştuğu yani rengin kırmızı- kahveye dönüştüğü andır. Ortamda NaCl bulunduğu sürece AgNO₃ , Cl⁻ iyonları ile reaksiyona girer. Ortamda NaCl (Cl⁻ iyonları) kalmadığında AgNO₃ , K₂CrO₄ ile reaksiyona girerek kırmızı – kahve renkli Ag₂CrO₄ oluşturur.



1.2.2. Mohr Yöntemi ile Titrasyon Yaparken Dikkat Edilecek Noktalar

- Titre edilecek örneğin (analiz çözeltisinin) pH'si nötr ya da nötre yakın (6-10 arasında) olmalıdır.

Ortam asidik ise indikatör olarak eklenen kromat iyonu (CrO₄²⁻) zayıf bir baz olduğundan bir kısmı çözünür ve bikromat iyonuna dönüşür. Derişimi azaldığı için renkli çökelek oluşumu gecikir ya da hiç olmaz. Buda dönüm noktasının görülmesini güçleştirir. Bu nedenle, ortamı nötral yapmak için çözeltiye 1-2 damla fenolftaleyn damlatılır.Kırmızı renk oluşmazsa 1 M NaOH damla damla eklenerek kırmızı renk oluşumu sağlanır.Daha sonra 0,2 M HNO₃ ten damla damla indikatörün rengi renksiz dönüşünceye kadar asit ilavesine devam edilir.

Ortamı nötrleştirmek için CaCO₃ , doymuş NaHCO₃ çözeltisi, 0,5 N veya 0,1 N NaOH çözeltisi, 0,5 N H₂SO₄, HNO₃ veya CH₃COOH çözeltisi kullanılabilir.

- Ag₂CrO₄ ın çözünürlüğü sıcakta artar. Bu nedenle titrasyon oda sıcaklığında yapılmalıdır.
- CrO₄²⁻ indikatörü tek yönlüdür. Bu indikatör ile yalnız ayarlı AgNO₃ çözeltisi ile Cl⁻ tayini yapılabilir.
- Ortamda dönüm noktasını görmeyi güçleştirecek renkli metaller varsa Na₂CO₃' la (klorürsüz) çöktürülüp süzülmesi, çökelek yıkanmalı, süzünü asetik asitle asitlendirilmeli ve sonra titre edilmelidir.

1.3. 0,1 N Ayarlı AgNO₃ Çözeltisi Hazırlanması

1.3.1. 0,1 N AgNO₃ Çözeltisi Hazırlanması

İşlem basamakları şöyledir :

- Saf AgNO₃ etüvde 110 °C' de sabit tartıma gelene kadar (yaklaşık 2 saat) kurutulur ve desikatörde soğutulur.
- Kurutulup, soğutulmuş AgNO₃ 'dan 16,9890 g. (yaklaşık 17 g.) hassas olarak tartılır.
- Tartılan AgNO₃ litrelik balon jøjeye aktarılır.
- Üzerine biraz saf su konarak çözündürülür.
- Çözündürme işleminden sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

- Balon jopenin kapağı kapatılarak alt üst edilip seviye kontrolü yapılır. Seviye azalmış ise tekrar hacim çizgisine kadar saf su konur.
- Hazırlanan çözelti temiz bir renkli şişeye aktarılarak, etiketlenir.

NOT: Kullanılan AgNO_3 saflığından emin olunduğu durumlarda birincil standart madde olarak kullanılabilir ve ayarlama yapmaya gerek yoktur. AgNO_3 ' ın saflığından emin olunamadığı durumlarda ayarlama işlemi yapılmalıdır.

1.3.2. 0,1 N AgNO_3 Çözeltisini Ayarlama

Gümüş nitrat çözeltisinin ayarlanması birincil standart özellikteki NaCl ile yapılır. Gümüş nitrat çözeltisinin NaCl ile ayarlanması ya ayarlı NaCl çözeltisi ile veya belli miktardaki katı NaCl ile yapılır.

Ayarlı NaCl Çözeltisi İle Ayarlama :

- Önce 0,1 N derişimde ayarlı NaCl çözeltisi hazırlanır. Bunun için;
 - Analitik saflıktaki NaCl etüvde 110°C ' da sabit tartıma gelene kadar (yaklaşık 1-2 saat) kurutulur ve desikatörde soğutulur.
 - Kurutulup, soğutulmuş NaCl ' den 5,8443 g hassas olarak tartılır.
 - Tartılan NaCl litrelik balon jöjeye aktarılır.
 - Üzerine biraz saf su konarak çözündürülür.
 - Çözündürme işleminden sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.
 - Balon jöjenin kapağı kapatılarak alt üst edilip seviye kontrolü yapılır. Seviye azalmış ise tekrar hacim çizgisine kadar saf su konur.
 - Hazırlanan çözelti temiz bir renkli şişeye aktarılarak etiketlenir ve saklanır. Bu çözelti, çözelti hazırlama kurallarına göre dikkatli bir şekilde hazırlandı ise 0,1 N NaCl çözeltisidir.
- Hazırlanan bu 0,1 N NaCl çözeltisinden bir pipet yardımıyla 25ml duyarlı olarak alınır.
- Alınan NaCl çözeltisi temiz ve kuru 250 m'lik erlene aktarılır.
- %5'lik K_2CrO_4 indikatör çözeltisinden 1 ml ilave edilir.

%5'lik K_2CrO_4 indikatör çözeltisinin hazırlanması :

5g K_2CrO_4 tartılır. 100 ml.lik balon jöjeye aktarılır. Biraz saf su ile çözündürüldükten sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

- Titrasyon düzeneği kurulur.
- Büret, içine konulacak 0,1 N AgNO_3 çözeltisinin 3-4 ml.'si ile birkaç kez çalkalanır.
- Bürete yaklaşık derişimde hazırlanan 0,1 N AgNO_3 çözeltisi doldurulur ve sıfır ayarı yapılır.
- Erleneki NaCl çözeltisi büretteki AgNO_3 ile damla damla ve sürekli çalkalanarak titre edilir.

- Kırmızı-portakal renkte çökelek oluştuğunda titrasyona son verilir ve harcanan AgNO₃ miktarı (sarfiyatı) kaydedilir.
- Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak AgNO₃ çözeltisinin faktörü hesaplanır.
- İşlem en az üç kez farklı hacim alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.

$$F_{AgNO_3} \times V_{AgNO_3} = F_{NaCl} \times V_{NaCl}$$

$$F_{AgNO_3} = \frac{F_{NaCl} \times V_{NaCl}}{V_{AgNO_3}}$$

- F_{AgNO_3} = Ayarlanacak AgNO₃' in aranan faktörü
 V_{AgNO_3} = Ayarlanacak AgNO₃ çözeltisinden harcanan hacim (ml)
 F_{NaCl} = Ayarlı NaCl çözeltisinin bilinen faktörü
 V_{NaCl} = Ayarlı NaCl çözeltisinden alınan hacim (ml)

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N AgNO₃' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{Kesin (AgNO_3)} = N_{Yaklaşık (AgNO_3)} \times F_{(AgNO_3)}$$

veya

$$N_{AgNO_3} = \frac{N_{NaCl} \times V_{NaCl}}{V_{AgNO_3}}$$

- N_{AgNO_3} = Ayarlanacak AgNO₃' in aranan kesin normalitesi
 V_{AgNO_3} = Ayarlanacak AgNO₃ çözeltisinden harcanan hacim (ml)
 N_{NaCl} = Ayarlı NaCl çözeltisinin kesin normalitesi
 V_{NaCl} = Ayarlı NaCl çözeltisinden alınan hacim (ml)

Belli Miktardaki Katı NaCl İle Ayarlama İşlem Basamakları :

- Saf NaCl nem çekici bir madde olduğu için etüvde 110 °C' de sabit tartıma gelene kadar (yaklaşık 2 saat) kurutulur ve desikatörde soğutulur.
- Kurutulup, soğutulmuş NaCl'den 0,1 – 0,2 g arası hassas olarak tartılır. Tartım işleminin virgülden sonra dördüncü haneye kadar doğru yapılmasına dikkat edilmelidir.
- Tartılan NaCl 250 ml'lik erlene aktarılır.
- Üzerine 50 ml saf su konarak çözündürülür. (veya seyreltilir.)
- %5'lik K₂CrO₄ indikatör çözeltisinden 1 ml ilave edilir.
- Bürete yaklaşık derişimde hazırlanan 0,1 N AgNO₃ çözeltisi doldurulur ve sıfır ayarı yapılır.

- Erlendeki NaCl çözeltisi büretteki AgNO₃ ile damla damla ve sürekli çalkalanarak titre edilir.
- Çözeltinin rengi kırmızı-kahve olunca titrasyona son verilir ve harcanan AgNO₃ miktarı (sarfiyatı) kaydedilir.
- Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak AgNO₃ çözeltisinin faktörü hesaplanır.
- İşlem en az üç kez ve her seferinde farklı tartım alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.

$$F_{AgNO_3} = \frac{T_{NaCl} \times 1000}{S_{AgNO_3} \times N_{AgNO_3} \times m_{EŞ(NaCl)}}$$

- F** = Ayarlanacak 0,1 N AgNO₃ çözeltisinin aranan faktörü
S = Harcanan AgNO₃ miktarı (ml.)
N = Yaklaşık derişimde hazırlanan AgNO₃' in normalitesi (0,1 N)
T = Tartılan NaCl'in miktarı (gam)
m_{EŞ} = NaCl'in eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N AgNO₃' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{Kesin (AgNO_3)} = N_{Yaklaşık (AgNO_3)} \times F_{(AgNO_3)}$$

Veya

$$N_{AgNO_3} = \frac{T_{NaCl} \times 1000}{V_{AgNO_3} \times m_{EŞ(NaCl)}}$$

- N** = AgNO₃çözeltisinin kesin derişimi (normalitesi)
V = Harcanan AgNO₃ miktarı (ml)
T = Tartılan NaCl'in miktarı (gam)
m_{EŞ} = NaCl'in eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

1.4. Mohr Yöntemi ile Gıdalarda Tuz Tayini

1.4.1. İlkesi

Tuz kimyasal olarak sodyum klorür (NaCl) formunda bulunur. Yöntem , analiz numunesinin normalitesi belli AgNO₃ çözeltisi ile titre edilip, harcanan AgNO₃ çözeltisi miktarından yararlanarak, tuz miktarının saptanması ilkesine dayanır.

1.4.2. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Ölçü kaşığı veya spatül
- Hassas terazi
- 250 ml'lik erlen
- Halka
- Beher
- Huni
- Baget
- Büret
- Kıskaç
- Tartım kabı
-
- Pipet
- Puar
- Mezür
- Piset
- Damlalıklı şişe
- Spor
- 100 ml'lik Balon Joje
- 1 litrelik balon joje
- Süzgeç kağıdı
- Blender, rende veya havan
- Diğer laboratuvar araç-gereçleri

1.4.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler

- 0,1 N ayarlı AgNO_3 çözeltisi
- Saf Su
- Alkolde çözülmüş % 1'lik fenolftaleyn indikatör çözeltisi
- Metil oranj indikatör çözeltisi
- % 5 'lik K_2CrO_4 indikatör çözeltisi
- Ortamı nötrleştirmek için CaCO_3 , doymuş NaHCO_3 çözeltisi, 0,5 N veya 0,1 N NaOH çözeltisi, 0,5 N H_2SO_4 , HNO_3 veya CH_3COOH çözeltilerinden biri.

1.4.4. Deney İşlem Basamakları

Analiz edilecek gıda maddesi katı ise;

- Katı gıda maddesi homojenize (rendeleyerek, ezerek, blenderden geçirerek) edilir.
- Homojenize örnekten 5-25 g arası duyarlı olarak tartılır.
- 100 ml'lik balon jojeye alınır.
- Homojenize örneğe biraz saf su eklenerek iyice çözünmesi sağlanır. Çözündükten sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. (Çözünmeyi kolaylaştırmak için erlen kuvvetli bir şekilde çalkalanır.)
- Katı atıkları ortamdan uzaklaştırmak için sulandırılmış homojenize örnek süzgeç kağıdı ile süzülür.
- Süzüntüden 5-25 ml arası pipetle alınıp, 250 ml'lik erlene aktarılır.

Analiz edilecek gıda maddesi sıvı ise;

- Doğrudan gıda örneğinden 5-25 ml arası pipetle alınıp, 250 ml'lik erlene aktarılır.
- Diğer işlem basamakları her iki örnek için aynıdır.

- Erlendeki örnek 50-100 ml arası saf su ile seyreltilir.(Sıcak saf su kullanılırsa çözünme daha kolay olur.)
- Ortam nötr değilse nötrleştirilir. Ortam asidik ise ortamı nötrleştirmek için, analiz çözeltisi metil oranj indikatörü eşliğinde bir baz çözeltisi (0,1 N NaOH olabilir.) ile titre edilir.

Eğer ortam bazik ise; ortamı nötrleştirmek için, analiz çözeltisi fenolftaleyn indikatörü eşliğinde bir asit çözeltisi (0,1 N H₂SO₄ olabilir) ile titre edilir.

- Erlene 1 ml % 5 lik K₂CrO₄ indikatör çözeltisinden ilave edilir.
- Büret 0,1 N AgNO₃ çözelti ile doldurulur ve büretin “ 0 ” ayarı yapılır.
- Erlendeki renksiz çözelti büretteki 0,1 N AgNO₃ çözeltisi ile damla damla ve sürekli çalkalanarak titre edilir.
- Çözeltinin rengi koyu kırmızı–kahveye döndüğünde titrasyona son verilir. Erlen çalkalandığında renk 30 saniye kalıcı olmalıdır.(Eğer renk kalıcı değilse biraz daha titrasyon yapılır.)
- Harcanan AgNO₃ miktarı (sarfiyatı) kaydedilir.

1.4.5. Sonuç

Harcanan AgNO₃ çözeltisinin miktarından yararlanarak gıda örneğindeki tuz miktarı aşağıdaki formül yardımı ile hesaplanır.

$$\% Tuz(gr.) = \frac{F \times N \times V \times meq}{G} \times 100$$

- N** = AgNO₃ çözeltisinin normalitesi
V = Titrasyonda harcanan AgNO₃ miktarı (ml)
F = AgNO₃ çözeltisinin Faktörü
G = Alınan örnek miktarı (ml veya g)
Meq =NaCl'ün mili ekivalen gamı(ağırlığı)

Bütün tuz analizlerinde meq olarak, NaCl'ün mili ekivalen gamı alınır. Bunun değeri de= **0,0585**'tir.

$$\% Tuz(gr.) = \frac{V \times 0,00585}{G} \times 100$$

- V** = Titrasyonda harcanan AgNO₃ miktarı (ml)
G = Alınan örnek miktarı (ml veya g)

1 ml 0,1 N AgNO₃ = 0,00585 g NaCl'e eşdeğerdir. Bütün tuz analizlerinde kullanılır.

UYGULAMA FAALİYETİ

Salça örneğindeki % tuz miktarını bulmak için titrasyon işlem basamaklarını uygulayınız.


Kullanılan Araç ve Gereçler

Gıda Örneği (Salça)

- Hassas terazi
- Halka
- 250 ml'lik erlen
- 100 ml'lik beher
- 1 litrelik balon jöje
- Huni
- Baget
- Büret
- Kıskaç
- Pipet
- Puar
- Ölçü kaşığı veya spatül
- Mezür
- Piset
- Damlalıklı şişe
- Spor
- Süzgeç kağıdı
- Tartım kabı
- Diğer laboratuvar araç-gereçleri

Kullanılan Kimyasal Maddeler

- 0,1 N ayarlı AgNO_3 çözeltisi
- 0,1 N ayarlı NaOH çözeltisi
- Saf Su
- Metil oranj indikatör çözeltisi
- % 5 lik K_2CrO_4 indikatör çözeltisi

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>➤ 20 g salça örneğini 100 ml'lik behere alınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıklarınızı yapınız.➤ Tartım kabının temiz olmasına dikkat ediniz.➤ Tartım için saat camı kullanabilirsiniz.➤ Tartım yapmadan önce terazinin sıfır ayarını kontrol etmeyi unutmayınız.➤ Terazi kullanım kurallarına uyunuz.➤ Beherin temiz ve kuru olmasına dikkat ediniz.

Resim 3.1 : Örneği tartma



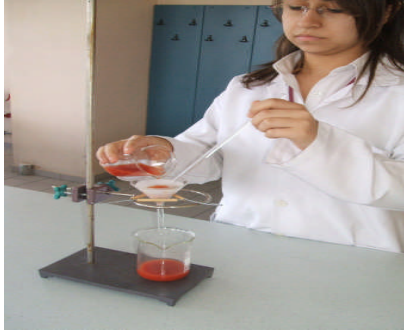
Resim 3.2 : Örneği behere aktarma

- Bir miktar saf su ile çözdürüp hacmi 100 ml' ye tamamlayınız.



Resim 3.3 : Çözdürme

- Çözeltiyi süzgeç kağıdından süzünüz.



Resim 3.4 : Süzme

- Örneğe biraz saf su koyduktan sonra iyi çözünmesini sağlayınız.
- Çözünmenin daha iyi olması için baget ile karıştırabilirsiniz.
- Karıştırma yaparken sıçramaları önleyiniz.
- Örnek iyice çözüldükten sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlayınız.
- Hacim çizgisini geçmemeye dikkat ediniz.

DİKKATLİ VE TİTİZ ÇALIŞINIZ !

- Süzme düzeneği kurunuz.
- Süzme işlemini kurallarına uygun olarak yapınız.
- Süzme işlemi yaparken dikkatli olunuz.

- Süzüntüden 10 ml alıp 250 ml'lik erlene aktarınız.



Resim 3.5 : Örneği Erlene Aktarma

- Erlenin temiz ve kuru olmasına dikkat ediniz.
- Süzüntüyü pipet ve puar yardımı ile alınız.
- Aktarma yaparken dikkatli olunuz.
- Hacim ölçümünü duyarlı yapmaya özen gösteriniz.

- Süzüntü örneğine yaklaşık 15-20 ml saf su ekleyerek seyreltiniz.



Resim 3.6 : Seyreltme

- Süzüntünün kaç ml saf su ile seyreltileceğine öğretmeniniz ile birlikte karar veriniz.
- Hacim ölçümünü duyarlı yapmaya özen gösteriniz.
- Hacim ölçümü için mezür kullanabilirsiniz.
- Ölçtüğünüz saf suyu erlene koyarken dikkatli olunuz.
- Seyreltmenin tam olması için erleni biraz çalkalayınız.
- Çalkalama yaparken sıçramaları önleyiniz.

- 1-2 damla metil oranj indikatörü ilave ediniz.

- Metil oranj indikatör çözeltisi hazırlayınız.
- İndikatör çözeltisini hazırlarken çözelti hazırlama kurallarına uyunuz.
- İndikatörü fazla damlatmamaya dikkat ediniz.



Resim 3.7 : İndikatör ilave etme

- Erlendeki çözeltiyi büretteki 0,1 N NaOH ile turuncu renk oluşuncaya kadar damla damla ve sürekli çalkalayarak titre ediniz.




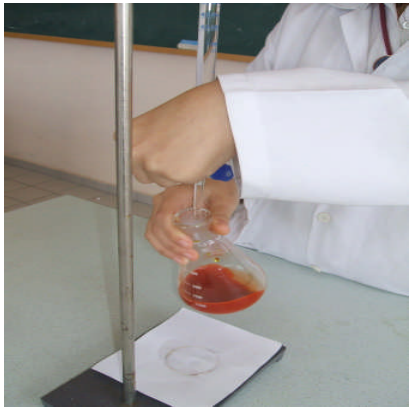
Resim 3.8 : Titrasyon yapma



Resim 3.9 : Renk oluşumunu gözlemele

- 0,1 N NaOH çözeltisi hazırlayınız.
- Büreti 0,1 N NaOH çözeltisi ile doldurup, “ 0 ” ayarını yapmayı unutmayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni sürekli çalkalayarak yapınız.
- NaOH'ın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Titrasyonu beyaz bir zemin üzerinde yapmaya özen gösteriniz.

NaOH ile asidik ortamın nötrleştirilmesi gerektiğini hatırlayınız.

<p>➤ Sonra örneğe 2 ml % 5 lik K_2CrO_4 ilave ediniz.</p>  <p>Resim 3.10 : İndikatör çözeltisi ilave etme</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ % 5 lik K_2CrO_4 indikatör çözeltisi hazırlayınız. ➤ İndikatör çözeltisini hazırlarken çözelti hazırlama kurallarına uyunuz. ➤ İndikatörü fazla koymamaya dikkat ediniz.
<p>➤ Çözeltinin rengi kırmızı – kahve (kiremit kırmızısı) oluncaya kadar 0,1 N $AgNO_3$ çözeltisi ile titre ediniz.</p>  <p>Resim 3.11 : Dönüm noktasını gözlemleme</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ 0,1 N $AgNO_3$ çözeltisi hazırlayınız. ➤ Büreti 0,1 N $AgNO_3$ çözeltisi ile doldurup, “0” ayarını yapmayı unutmayınız. ➤ Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni sürekli çalkalayarak yapınız. ➤ $AgNO_3$'ın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz. ➤ Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz. ➤ Titrasyonu beyaz bir zemin üzerinde yapmaya özen gösteriniz. ➤ Büretteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.
<p>➤ Titrasyon sonunda sarfiyatı okuyunuz ve örneğin tuz miktarını formülden hesaplayınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Kırmızı – kahve (kiremit kırmızısı) renk oluşunca titrasyona son veriniz. ➤ Erlenin çalkalandığınızda kırmızı – kahve (kiremit kırmızısı) renk 30 saniye boyunca kaybolmuyorsa büretten harcanan $AgNO_3$ miktarını okuyunuz.

	<p style="text-align: center;">Hacim ölçümünde okumanın renkli sıvılarda kavisin üst kısmından, renksiz sıvılarda kavisin alt kısmından göz hizasında yapılması gerektiğini unutmayınız.</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Okuduğunuz AgNO₃ miktarını kaydetmeyi unutmayınız. ➤ Okumayı büretin çeperlerindeki çözeltinin süzülmesi için titrasyon bittikten 10- 15 saniye sonra yapmaya özen gösteriniz. ➤ Bulduğunuz değerleri aşağıdaki formülde yerine koyarak % tuz miktarını bulabilirsiniz. $\%Tuz(gr.) = \frac{F \times N \times V \times X_{meq}}{G} \times 100$ $\%Tuz(gr.) = \frac{F_x \times N_x \times V_x \times 0,00585}{G} \times 100$ <ul style="list-style-type: none"> ➤ Verileri formüle eksiksiz yerleştirmeye özen gösteriniz ➤ Hesaplamayı dikkatli ve doğru yapınız. ➤ Hesaplama hatasının yanlış sonuca neden olacağını unutmayınız ➤ Dikkatli olunuz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Deney raporu yazınız 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Rapor hazırlamak çok önemlidir. Öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız. ➤ Hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartışınız. ➤ Analiz sonrası işlemleri yapınız. ➤ Laboratuvar son kontrollerini yapınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

ÖLÇME SORULARI

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

- I - Çökelen maddenin çözünürlüğü çok olmalıdır
II - Çökme tepkimesi yavaş olmalıdır.
III- Çökme tepkimesi hızlı olmalıdır.
IV- Çökme tepkimesi çabuk dengeye gelmelidir.

Çökme tepkimesinin volumetrik analizlerde kullanılabilmesi için yukarıdaki özelliklerden hangilerini taşıması gerekir?

- A) I ve II
- B) II ve III
- C) III ve IV
- D) II ve IV

2. Gıda teknolojisinde en çok kullanılan arjantometrik yöntem aşağıdakilerden hangisidir?

- A) Mohr yöntemi
- B) Volhard yöntemi
- C) Fajans yöntemi
- D) Alkalimetri yöntemi

3. Mohr yöntemi ile titrasyonlarda asidik bir ortamı nötrleştirmek için aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- A) A)HNO₃
- B) B)H₂SO₄
- C) C)NaOH
- D) D)CH₃COOH

4. Arjantometride indikatör olarak aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- A) Potasyum kromat indikatörü
- B) Fenolftaleyn indikatörü
- C) Metil oranj indikatörü
- D) Nişasta indikatörü

5. Gümüş nitrat çözeltisi birincil standart madde olarak aşağıdakilerden hangisi ile ayarlanır?
- A) NaCl
 - B) HCl
 - C) H₂SO₄
 - D) HNO₃

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri bulunuz.

1. Ayarlı AgNO₃ çözeltisi ile yapılan volumetrik analizlere denir.
2. Arjantometrik titrasyonlarda çökelen maddenin çözünürlüğü olmalıdır.
3. Mohr yöntemi ile titrasyonda titre edilecek örneğin pH'ı Olmalıdır.
4. Mohr yöntemi ile titrasyonda ortam bazik ise ortamı nötrleştirmek için çözeltisi ile titre edilmelidir.
5. Tuz kimyasal olarak formunda bulunur.

Alkalimetri
NaOH
Az
Arjantometri
Asit
Bazik
NaCl
Çok
Nötr
Baz

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen peynir örneğindeki % tuz miktarını bulmak için titrasyon işlemini yapınız.

Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

KONTROL LİSTESİ

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1	Analiz öncesi hazırlıkları yaptınız mı?		
2	0,1 N ayarlı AgNO ₃ çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırladınız mı?		
3	% 5' lik K ₂ CrO ₄ indikatör çözeltisi hazırladınız mı ?		
4	Titrasyon düzeneği kurdunuz mu?		
5	Büretin kullanıma hazır olup olmadığını kontrol ettiniz mi?		
6	Örneği homojenize ettiniz mi?		
7	5 g peynir tartarak sıcak su ile iyice ezdiniz mi?		
8	Süzme düzeneği kurdunuz mu?		
9	500 ml'lik balon jøjeye süzgeç kağıdından süzdünüz mü?		
10	Süzme işlemini kurallarına uygun yaptınız mı?		
11	Balon jøjedeki süzüntü soğuyunca hacim çizgisine kadar saf su ile tamamladınız mı?		
12	Bu süzüntüden 25.ml.alarak 250 ml.lik erlene aktardınız mı?		
13	Üzerine 1 ml % 5 lik K ₂ CrO ₄ indikatörü ilave ettiniz mi?		
14	Büreti 0,1 N AgNO ₃ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yaptınız mı?		
15	Erlendeki çözeltinin rengi kiremit kırmızısı olana kadar 0,1 N		
16	AgNO ₃ ile titre ettiniz mi?		
17	30 sn. bekleyip rengin değişip değişmediğini kontrol ettiniz mi?		
18	Harcanan AgNO ₃ miktarını kaydettiniz mi?		
19	Bulduğunuz verileri formüle yerleştirip sonucu doğru olarak hesapladınız mı?		
20	Rapor hazırlayıp, hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartıştınız mı?		
21	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		
22	Laboratuvar son kontrollerinizi yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda **HAYIR** şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa öğrenme faaliyetini tekrar ediniz.Cevaplarınızın tamamı **EVET** ise bir sonraki faaliyete geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-2

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam, sağlandığında analiz metoduna uygun olarak iyot tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

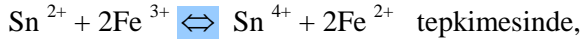
- Redoks titrasyonlarını araştırınız. Araştırmanızı sunum haline getirerek sınıfta arkadaşlarınızla paylaşınız.
- Gıda analizlerinde kullanılan redoks titrasyonlarını araştırınız. Araştırmanızı rapor haline getirerek sınıfta arkadaşlarınızla paylaşınız.

2. İYODOMETRİK YÖNTEMLE İYOT TAYİNİ

2.1. Redoks Titrasyonları

Elektron alış verişi ile oluşan madde değişimi tepkimelerine redoks (yükseltgenme – indirgenme) tepkimeleri denir.

Bir tepkimede, bir atom ya da iyonun, elektron vererek pozitif değerliğinin artması olayına yükseltgenme (oksidasyon), elektron alarak pozitif değerliğinin azalmasına ise indirgenme (redüksiyon) denir. Elektron veren (yükseltgenen) atom veya iyon indirgen (= indirgeyen), elektron alana ise yükseltgen (indirgenen = yükseltgeyen) denir.



Sn^{2+} iyonu yükseltgenen Fe^{3+} iyonu ise yükseltgeyen iyondur. Aynı şekilde Fe^{3+} iyonu indirgenen Sn^{2+} ise indirgeyendir.

Yükseltgenme ve indirgenme olayı hiçbir zaman ayrı ayrı çözümlerde ve ayrı ayrı zamanlarda olmaz. Bir yükseltgenme olayı sırasında bir indirgenme olayı da vardır.

Bir çözelti örneğine eklenen ayarlı bir yükseltgen veya indirgen yardımcı ile oluşan yükseltgenme – indirgenme (redoks) tepkimesine dayanarak yapılan titrasyonlara redoks titrasyonları denir.

Bir yükseltgenin uygun bir indirgen maddenin ayarlı çözeltisi ile titrasyonuna **redüktometri**, bir indirgenin uygun bir yükseltgen maddenin ayarlı çözeltisi ile titrasyonuna ise **oksidimetri** denir.

Bir redoks tepkimesinin volumetrik analizlerde kullanılabilmesi için aşağıdaki koşulları sağlaması gerekir.

- Tepkimenin eşdeğerlik noktasında tamamlanmış olması gerekir.
- Verilen şartlarda yalnız bir tepkimenin olması gerekir.
- Eşdeğerlik noktasını belirleyebilecek uygun bir indikatörün bulunması gerekir.

Redoks titrasyonlarını şu şekilde gruplayabiliriz:

Yükseltgenlere göre redoks titrasyonları :

- Ayarlı KMnO_4 çözeltisinin kullanıldığı permanganat titrasyonları (permanganometri)
- Ayarlı $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2$ çözeltisinin kullanıldığı seryum titrasyonları (serimetri)
- Ayarlı potasyumbromat çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlar (bromometri)

İndirgenle göre redoks titrasyonları :

- Ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisinin kullanıldığı tiyosülfat titrasyonları (iyodometri)
- Ayarlı iyot çözeltisinin kullanıldığı iyot titrasyonları (iyodimetri)
- TiCl_3 çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlar (titanometri)
- SnCl_3 çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlar (sitanometri)

Redoks Titrasyonu İndikatörleri :

Redoks indikatörleri 3 grupta incelenebilir:

- Titrantın kendisi indikatör olarak kullanılabilir. Örneğin : KMnO_4
- Titre eden ya da edilen redoks çiftlerinden bir tanesi ile renkli bileşik oluşturabilen maddeler indikatör olarak kullanılabilir. Örneğin: Çözünür nişasta.
- İndirgenmiş şeklinin rengi ile yükseltgenmiş şeklinin rengi farklı olan organik bileşikler indikatör olarak kullanılabilir. Örneğin : Metilen mavisi, ferroin

2.2. İyodometri

2.2.1. Tanımı ve Esası

Ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (sodyum tiyosülfat) çözeltisi ile yapılan volumetrik titrasyonlara iyodometri denir.

İyodometri, nötral veya zayıf asitli ortamda ($\text{pH}=3-8$) bir yükseltgen tarafından açığa çıkarılan iyodun (I_2) nişasta indikatörü kullanarak $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$ (tiyosülfat) ile titre edilmesi esasına dayanır.

İyodometride tiyosülfat iyonu yükseltgenirken karşısında bulun maddeyi indirger. Bu nedenle iyodometrik titrasyonlar indirgenme reaksiyonlarıdır. Aynı zamanda iyodometrik titrasyonlar dolaylı titrasyonlardır. İyodometrik titrasyonlarda yükseltgen maddelerin asitli

çözeltileri aşırı miktarda KI ile muamele edilerek açığa çıkan serbest iyot, ortamdaki mevcut yükseltgen maddenin miktarına eşdeğerdir.

İyodometrik titrasyonlarda pH 3-8 aralığında çalışmak oldukça önemlidir. Eğer titrasyon daha asitli ortamda yapılırsa daha çok tiyosülfat tüketilir.

2.2.2. İyodometride Kullanılan İndikatörler

İyodometride indikatör olarak genellikle % 1'lik nişasta çözeltisi kullanılır. Ancak nişasta çözünür nişasta olmalıdır. Normal nişasta yaklaşık % 20 amiloz ve yaklaşık % 80 amilopektin içerir. Amilopektin I_3^- ile kırmızı renkli bir bileşik oluşturur. Bunun için içerisinde daha fazla amiloz içeren nişasta kullanılır. Bu nişastaya “çözünür” nişasta denir. Amilozun I_3^- ile verdiği bu mavi renkli bileşik nedeniyle nişasta indikatör görevi görür.

Nişasta eser miktardaki iyotla bile koyu mavi renkte bir kompleks oluşturur. İyodometride dönüm noktası mavi rengin kaybolması ile anlaşılır.

% 1'lik Nişasta İndikatör Çözeltisinin Hazırlanması:

1 g çözünür nişasta az miktarda saf su ile iyice karıştırılır ve 100 ml'ye saf su ile tamamlanır. Kaynayınca kadar ısıtılır ve oda sıcaklığında soğutulur. Soğuduktan sonra kullanılır. Çözelti berrak olmalıdır.

Nişasta İndikatör Çözeltisi İle Çalışırken Dikkat Edilecek Noktalar:

- Nişasta çözeltisi taze hazırlanmalıdır. Nişasta çözeltisi bazı bakterilerin üremesi için iyi bir ortam oluşturduğundan dayanıklı değildir. 1-2 gün içerisinde özelliğini yitirebilir ve daha çok tiyosülfat harcanmasına neden olur. Bu nedenle çözeltinin taze hazırlanmış veya iyi korunmuş olması gerekir. Nişasta çözeltisinin bozunmasını önlemek için çözeltiye koruyucu maddeler eklenir. Nişasta çözeltisi soğutulduktan sonra çözeltiye çok az miktarda civa (II) iyodür, 100 ml'ye 1 g kadar borik asit veya 100 ml'ye 0,001 g dolayında HgI_2 gibi maddelerden biri eklenir.
- Titrasyon sırasında nişasta çözeltisi titrasyonun sonuna doğru eklenmelidir. Aksi takdirde iyodun büyük bir kısmı, dönüm noktasından sonra bile nişastaya tutunmuş olarak kalacağından, hataya neden olur. Ayrıca aşırı iyot nişasta ile kırmızı renkte bir kompleks meydana getirir. Bu da titrasyon sonunda kaybolmadığı için, dönüm noktasının görünmesini güçleştirir.

2.2.3. 0,1 N Ayarlı $Na_2S_2O_3$ Çözeltisinin Hazırlanması

2.2.3.1. 0,1 N $Na_2S_2O_3$ Çözeltisinin Hazırlanması

Tiyosülfat çözeltileri sodyum tiyosülfattan hazırlanır. Bu bileşik genellikle $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ halinde bulunur.

İşlem Basamakları:

- Yaklaşık 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tartılır.
- Litrelik balon jöjeye aktarılır.
- En az 5 dakika kaynatılıp soğutulmuş 250 ml.lik saf suda çözülür.
-
- Kaynatılıp soğutulmuş su ile litreye tamamlanır.
- İçine 1 g boraks tuzu veya 0,1 g Na_2CO_3 eklenir ve iyice karıştırılır.
- Hazırlanan çözelti en az bir gece serin ve karanlık bir yerde bekletildikten sonra ayarlanır.(bekletme süresi 1 haftada olabilir.)

0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Çözeltisi Hazırlarken Dikkat Edilecek Noktalar:

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi suda bulunan mikroorganizmalardan etkilendiği için çözelti hazırlarken kaynatılıp soğutulmuş saf su kullanılır.
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi mikroorganizmalardan kolaylıkla etkilenir. Bu yüzden bozulmasını ve pH'sinin değişmesini önlemek için koruyucu maddeler ilave edilir. Bunlar arasında en çok kullanılanlar litrelik çözeltiye 1-2 g kadar boraks, 1 ml. 0,1 M NaOH, 0,1-0,2 g kadar Na_2CO_3 veya 3-4 damla kloroform ilave etmektir. Bunlardan özellikle kloroform tiyosülfatın gücüne hiçbir etki yapmadan 3-4 yıl ayarının bozulmadan kalmasını sağlar.
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ısıdan, ışıktan ve havanın CO_2 'den etkilendiği için renkli şişelerde ağzı kapalı olarak saklanmalıdır.
- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisinin dibinde görülen beyaz bir tortu, serbest halde kükürt açığa çıktığını, dolayısıyla çözeltinin bozulduğunu gösterir.

2.2.3.2. 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Çözeltisini Ayarlama

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'ın kolaylıkla su kaybetmesi ve organik maddelerden etkilenmesi nedeniyle doğrudan ayarlı çözeltileri hazırlanamaz. Bu nedenle belli bir miktarının suda çözülmesiyle hazırlanan yaklaşık derişimdeki tiyosülfat çözeltilerinin bir başka maddeye karşı ayarlanmaları gerekir. Bu amaçla en çok kullanılan birincil standart maddeler potasyum bikromat, potasyum dikromat, potasyum iyodat, potasyum bromat, metalik bakır ve elementel iyottur. İkincil standart madde olarak ise KMnO_4 veya I_2 çözeltileri kullanılır.

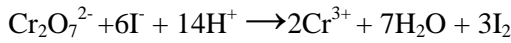
Bunlardan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ve KIO_3 nem çekici olmaları ve 140-150 derecede bile kurutulabilmeleri nedeniyle tercih edilirler.

0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Çözeltisinin Potasyum Dikromat İle ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$) Ayarlanması

İşlem Basamakları:

- Toz haline getirilen $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ etüvde 150-200⁰C'da birkaç saat kurutulur ve desikatörde soğutulur.
- Soğutulan $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ 'tan virgülden sonra dört anlamlı rakam olacak şekilde (0,1235 gibi) 0,1 mg duyarlılıkla 0,1-0,2 g arasında tartılır.
- Tartılan madde 250 veya 500 ml'lik erlene aktarılır.
- Üzerine 50 ml kaynatılmış soğutulmuş saf su eklenir ve çözüldürülür.

- Erlene 2g saf KI ve 5 ml derişik hidroklorik asit (HCl) eklenir, iyice karıştırılır.(HCl yerine H₂SO₄ de kullanılabilir.)
- Erlen saat camı ile kapatılarak 5 dakika karanlık bir yerde bekletilir.
- Daha sonra bürete doldurulan Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisi ile titre edilir.(renk kırmızı- kahvedir.)
- Çözeltinin rengi sarı-yeşil (açık kahverengi) olunca 3 ml %1'lik nişasta indikatörü ilave edilir.(renk mavidir.)
- Erlendeki mavi renkli çözeltinin rengi açık yeşile dönene kadar tekrar titrasyona devam edilir.
- Yeşil renk elde edilince titrasyona son verilir ve harcanan sodyum tiyosülfat hacmi kaydedilir.
- Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin faktörü hesaplanır.
- İşlem en az üç kez ve her seferinde farklı tartım alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.



Bu tepkimeye göre K₂Cr₂O₇'ın tesir değeri= 6 dır.

$$F_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{T_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 1000}{S_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times m_{\text{EŞ}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}}$$

- F** = Ayarlanacak 0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin aranan faktörü
S = Harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarı (ml.)
N = Yaklaşık derişimde hazırlanan Na₂S₂O₃.5H₂O normalitesi (0,1 N)
T = Tartılan K₂Cr₂O₇'ın miktarı (gam)
m_{EŞ} = K₂Cr₂O₇'ın eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{\text{Kesin}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} = N_{\text{Yaklaşık}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} \times F_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})}$$

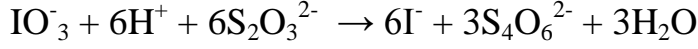
Veya

$$N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{T_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} \times 1000}{V_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times m_{\text{EŞ}(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)}}$$

- N** = Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin kesin derişimi (normalitesi)
V = Harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarı (ml)
T = Tartılan K₂Cr₂O₇'ın miktarı (gam)
m_{EŞ} = K₂Cr₂O₇'ın eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O Çözeltisini Potasyom İyodat İle (KIO₃) Ayarlanması:

Tiyosülfatın KIO₃ ile ayarlanması asitli ortamda IO₃⁻ 'nin KI'dan iyot açığa çıkarması ve bununla S₂O₃²⁻ ile indirgenmesi temeline dayanır.



İşlem Basamakları:

- Bir miktar KIO₃ etüvde 110⁰C'de en az 1 saat kurutulur ve desikatörde soğutulur.
- Soğutulan KIO₃ 'tan dört anlamlı rakam olacak şekilde 0,1 mg duyarlılıkla 0,15 g tartılır.
- Tartılan madde 250 ml'lik erlene aktarılır.
- Üzerine 75 ml kaynatılmış soğutulmuş saf su eklenir ve çözündürülür.
- Erlene 2g saf KI (veya 20 ml % 10'luk KI) eklenir ve karıştırılır. Bunun üzerine 2 ml 6 M HCl eklenir.
- Daha sonra bürete doldurulan Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisi ile açık sarı renk elde edilinceye kadar titre edilir.
- Sarı renk elde edilince 5 ml % 1'lik nişasta indikatörü ilave edilir (renk mavidir.)
- Mavi renk kayboluncaya kadar tekrar titre edilir.
- Mavi renk kaybolunca titrasyona son verilir ve harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O kaydedilir.
- Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin faktörü hesaplanır.
- İşlem en az üç kez ve her seferinde farklı tartım alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.

$$F_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} = \frac{T_{\text{KIO}_3} \times 1000}{S_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}} \times m_{E\text{Ş}(\text{KIO}_3)}$$

- F** = Ayarlanacak 0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin aranan faktörü
S = Harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarı (ml.)
N = Yaklaşık derişimde hazırlanan Na₂S₂O₃.5H₂O normalitesi (0,1 N)
T = Tartılan KIO₃ 'ın miktarı (gam)
m_{EŞ} = KIO₃ 'in eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{\text{Kesin}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} = N_{\text{Yaklaşık}(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})} \times F_{(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O})}$$

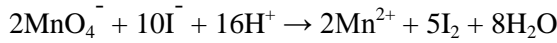
Veya

$$N_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{T_{KIO_3} \times 1000}{V_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} \times m_{E\mathcal{S}(KIO_3)}}$$

- N** = Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin kesin derişimi (normalitesi)
V = Harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarı (ml.)
T = Tartılan KIO₃'ın miktarı (gam)
m_{EŞ} = KIO₃'ın eşdeğer kütlesi (= eşdeğer gam)

0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O Çözeltisinin Ayarlı 0,1 N Potasyum Permanganat (KMnO₄) İle Ayarlanması:

Yöntem, belli hacimdeki ayarlı permanganatın,



tepkimesine göre potasyum iyodürden açığa çıkardığı iyodun, tiyosülfatla nişasta indikatörü eşliğinde titrasyonu temeline dayanır.

0,1 N Na₂S₂O₃.5H₂O çözeltisinin ayarlı 0,1 KMnO₄ ile ayarlanması için öncelikle yaklaşık derişimde 0,1 KMnO₄ çözeltisi hazırlanır ve birincil standart madde olan sodyum okzalata karşı ayarlanır.

0,1 N Potasyum Permanganat (KMnO₄) Çözeltisinin Hazırlanması İşlem Basamakları:

- Yaklaşık 3,2 g katı KMnO₄ tartılır ve litrelik balon jøjeye alınır.
- Üzerine 200 ml saf su eklenir ve çözündürülür.
- Daha sonra hacim çizgisine 50 veya 100 ml kalana kadar saf su ilave edilir.
- Hazırlanan çözelti bir behere aktarılır.
- Düşük bek alevinde kaynama sıcaklığının (70⁰C) altında 1 saat ısıtılır.
- Beherin ağzı kapatılarak karanlık bir yerde bir gece bekletilir.

KMnO₄ kuvvetli bir yükseltgen olduğu için organik maddeleri yükseltir. Bu nedenle hazırlandığı suda organik maddeler, toz vb. şeyler olmamalıdır. Bunlar permanganat iyonunu indirger. Çözelti ısıtılarak organik maddelerin hızlı bir şekilde bozunması ve bekletilerek oluşan MnO₂'in dibe çökmesi sağlanır.

- Çözelti içine cam pamuğu yerleştirilmiş huni ile litrelik balon jøjeye süzülür.

KMnO₄ safsızlık olarak MnO₂ içerdiğinden ve bu da çözelti ayarının zamanla bozulmasına neden olduğu için süzülerek ortamdaki uzaklaştırılması gerekir.

Süzme işlemi için cam pamuğu yerine, cam kroze veya gooch krozesi de kullanılabilir. Ancak kesinlikle süzgeç kağıdı kullanılmaz. Çünkü kağıt çözeltide indirgenmeye neden olur.

- Süzüntü kaynatılıp soğutulmuş saf su ile litreye tamamlanır.

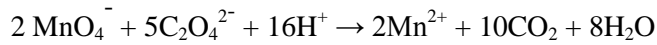
- Hazırlanan KMnO_4 yaklaşık 0,1 N derişimdedir. Birincil standart bir maddeye karşı ayarlanmak üzere koyu renkli şişede ve karanlıkta saklanır.

0,1 N Potasyum Permanganat (KMnO_4) Çözeltisinin Ayarlanması

Yaklaşık derişimde hazırlanan KMnO_4 çözeltisi birincil bir standart maddeye karşı ayarlanır. Bu amaçla en çok kullanılan madde sodyum okzalattır. ($\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$)

İşlem Basamakları:

- Yaklaşık 7-8 g dolayında $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ bir tartım kabına alınır.
- Etüvde 105°C 'da 2 saat kurutulur ve deney yapılana kadar desikatörde bekletilir.
- Desikatördeki maddeden, virgülden sonra dört anlamlı rakam olacak şekilde 0,1-0,2 g arasında hassas olarak tartılır.
- Tartılan madde 250 ml'lik erlene aktarılır.
- Üzerine 50-60 ml saf su eklenir ve çözündürülür.
- Erlene 25 ml 6 N H_2SO_4 (veya 30 ml 3 M H_2SO_4) ilave edilir.
- Çözelti $70-80^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtılır.
- Büretteki KMnO_4 'tan 1-2 damla damlatılır.
- Sıcaklık 60°C 'nin altına düşmeyecek şekilde KMnO_4 ile 30 sn. kalıcı pembe renk oluşana kadar titre edilir. 30 saniyeden sonra renk kayboluyorsa renk kaybı önemli değildir.
- Harcanan KMnO_4 hacmi kaydedilir.
- Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak KMnO_4 çözeltisinin faktörü hesaplanır.
- İşlem en az üç kez ve her seferinde farklı tartım alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.



$$F_{\text{KMnO}_4} = \frac{T_{\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4} \times 1000}{S_{\text{KMnO}_4} \times N_{\text{KMnO}_4} \times m_{\text{EŞ}(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4)}$$

- F** = Ayarlanacak 0,1 N KMnO_4 çözeltisinin aranan faktörü
S = Harcanan KMnO_4 miktarı (ml.)
N = Yaklaşık derişimde hazırlanan KMnO_4 normalitesi (0,1 N)
T = Tartılan $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 'ın miktarı (gam)
m_{EŞ} = $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$ 'ın eşdeğer kütlesi = 66,9878

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N KMnO_4 ' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{\text{Kesin}(\text{KMnO}_4)} = N_{\text{Yaklaşık}(\text{KMnO}_4)} \times F_{(\text{KMnO}_4)}$$

veya

$$N_{KMnO_4} = \frac{T_{Na_2C_2O_4} \times 1000}{V_{KMnO_4} \times m_{E\mathcal{S}(Na_2C_2O_4)}}$$

N = $KMnO_4$ çözeltisinin kesin derişimi (normalitesi)

V = Harcanan $KMnO_4$ miktarı (ml.)

T = Tartılan $Na_2C_2O_4$ 'ın miktarı (gam)

m_{E \mathcal{S}} = $Na_2C_2O_4$ 'ın eşdeğer kütlesi = 66,9878

0,1 N $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ Çözeltisinin Ayarlı 0,1 N Potasyum Permanganat ($KMnO_4$) İle Ayarlanması İşlem Basamakları:

- Ayarlı $KMnO_4$ çözeltisinden 20-30 ml arasında bir pipet yardımıyla duyarlı olarak alınır.
- Alınan $KMnO_4$ çözeltisi temiz ve kuru 250 m'lik erlene aktarılır.
- İçine yaklaşık 2 g KI (veya % 10' luk KI çözeltisinden 20 ml.) ve 5 ml 4 N H_2SO_4 çözeltisi eklenir.
- Daha sonra bürete doldurulan $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ile limon sarısı rengine kadar titre edilir.
- Limon sarısı renk elde edilince 1 ml % 1 lik nişasta çözeltisi ilave edilir. (renk mavidir.)
- Mavi renk kayboluncaya kadar $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ile tekrar titre edilir.
- Mavi renk kaybolunca titrasyona son verilir ve harcanan $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ kaydedilir.
- **Bulunan değerler aşağıdaki formülde yerine konularak $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ çözeltisinin faktörü hesaplanır.**
- **İşlem en az üç kez farklı hacim alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak faktör ve kesin normalite bulunur.**

$$F_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} \times V_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = F_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4}$$

$$F_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{F_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4}}{V_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}}$$

F $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ = Ayarlanacak $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ' in aranan faktörü

V $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ = Ayarlanacak $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ çözeltisinden harcanan hacim (ml.)

F $KMnO_4$ = Ayarlı $KMnO_4$ çözeltisinin bilinen faktörü

V $KMnO_4$ = Ayarlı $KMnO_4$ çözeltisinden alınan hacim (ml.)

Faktör bulunduktan sonra aşağıdaki formüller yardımı ile de 0,1 N $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ ' in kesin normalitesi bulunur.

$$N_{Kesin (Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)} = N_{Yaklaşık (Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)} \times F_{(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O)}$$

veya

$$N_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O} = \frac{N_{KMnO_4} \times V_{KMnO_4}}{V_{Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O}}$$

N Na₂S₂O₃·5H₂O = Ayarlanacak Na₂S₂O₃·5H₂O' in aranan kesin normalitesi

V Na₂S₂O₃·5H₂O = Ayarlanacak Na₂S₂O₃·5H₂O çözeltisinden harcanan hacim (ml)

N KMnO₄ = Ayarlı KMnO₄ çözeltisinin kesin normalitesi

V KMnO₄ = Ayarlı KMnO₄ çözeltinden alınan hacim (ml)

2.3. Gıdalarda İyot Tayini Yapma

Gıdalarda iyot tayini yağların ve yağ asitlerinin doymamışlık derecelerini belirlemek amacıyla yapılır.

İyot sayısı, ağırlık olarak 100 kısım(g) yağın belli koşullar altında bağlayabildiği iyodun ağırlığını vermektedir. İyot sayısı bize yağdaki doymamışlık derecesi, yağın kuruma özelliği, yağın H₂'lendirilmesi ve yağa başka yağ karıştırılıp karıştırılmadığı hakkında bilgi verir.

2.3.1. İlkesi

Yöntem, reaksiyona etkisi olmayan bir çözücü içerisinde çözündürülen yağın belirli bir süre iyot çözeltisi ile reaksiyona bırakılması ve süre sonunda ortamda kalan iyot miktarının nişasta indikatörü eşliğinde sodyum tiosülfat çözeltisi ile geri titre edilerek bulunması ilkesine dayanır.

2.3.2. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Ölçü kaşığı veya spatül
- Hassas terazi
- Beher
- Huni
- Baget
- Büret
- Kıskaç
- Pipet
- Mezür
- Piset
- Numune kabı
- Spor
- 100 ml'lik Balon Joje
- Litrelik Balon Joje
- 250 veya ml'lik Erlen (Ağzı traşlı ve kapaklı)
- Tartım kabı
- Saat
- Diğer laboratuvar araç-gereçleri

2.3.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler

Saf su

0,1 N Ayarlı Na₂S₂O₃·5H₂O Çözeltisi

Buzlu asetik asit: Saf, içinde etanol ve oksitlenebilen madde bulunmamalıdır.

Karbon tetraklorür: Saf, içinde oksitlenebilen madde bulunmamalıdır.

Bu iki reaktifte oksitlenebilen madde bulunup bulunmadığı, 10 ml reaktife 1 ml doymuş sulu potasyum dikromat çözeltisi ve 2 ml derişik sülfürik asit katılarak çalkalamak suretiyle kontrol edilir(yeşil renk meydana gelmemelidir.)

% 10'luk potasyum iyodür çözeltisi: 10g. KI tartılır ve saf su ile 100 ml'ye tamamlanır. Hazırlanan bu çözelti içinde serbest iyot ve iyodat bulunmamalıdır.

% 1' lik taze hazırlanmış nişasta indikatör çözeltisi: 1 g çözünür nişasta az miktarda saf su ile iyice karıştırılır ve 100 ml'ye saf su ile tamamlanır. Kaynayınca kadar ısıtılır ve oda sıcaklığında soğutulur(çözelti berrak olmalıdır).

İyot triklorür (ICl₃) veya iyot monoklorür (ICl)

Wijs çözeltisi(iyot triklorür ile): 9 g iyot triklorür tartılır, litrelik balon jøjeye konur. Üzerine 700 ml asetik asit ve 300 ml karbon tetraklorür konur ve iyice çözdürülür. Çözdürüldükten sonra litreye tamamlanır ve kahverengi şişede saklanır.

Wijs çözeltisi(iyot monoklorür ile): 19 g iyot monoklorür tartılır, litrelik balon jøjeye konur. Üzerine 700 ml asetik asit ve 300 ml karbon tetraklorür konur ve iyice çözdürülür. Çözdürüldükten sonra litreye tamamlanır ve kahverengi şişede saklanır.

2.3.4. Deney İşlem Basamakları

Beklenen İyot Sayısı	Alınacak Numune Miktarı (g.)
5'e Kadar	3,00
5-20	1,00
21-50	0,60
51-100	0,30
101-150	0,20
151-200	0,15

Tablo 4.1 : Alınacak numune miktarı

İşlem Basamakları:

- Tablo 4.1'de belirtilen miktarda numune 0,001 g Duyarlılıkla kapaklı 250 ml'lik erlen içinde tartılır.
Tartılacak numune miktarı iyot sayısı yüksek yağlarda daha az, düşük olanlarda daha fazla olmalıdır.
- Yağın çözünmesi için 15 ml Karbon tetraklorür ve 25 ml Wijs çözeltisi ilave edilir.

- Erlenin kapağı kapatılarak yavaşça çalkalanır.
- Daha sonra erlen karanlık bir yerde bir saat bekletilir.
- Süre sonunda erlene 20 ml % 10' luk potasyum iyodür çözeltisi ve 150 ml saf su konarak iyice karıştırılır.
- Üzerine 1 ml % 1'lik nişasta indikatör çözeltisi ilave edilir (renk mavidir).
- Bürete doldurulan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile çok kuvvetli çalkalanarak titre edilir.
- Mavi renk kayboluncaya kadar titrasyona devam edilir.
- Mavi renk kaybolunca titrasyona son verilir ve harcanan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kaydedilir. (V_1)
- Aynı işlemler numune konmadan saf su ile kör deneme (tanık deney) olarak yapılır ve titrasyonda harcanan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ kaydedilir. (V_2)

2.3.5. Sonuç

Harcanan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisinin miktarından yararlanarak gıda örneğindeki iyot sayısı miktarı aşağıdaki formül yardımı ile hesaplanır.

$$\text{İyot Sayısı} = \frac{V_2 - V_1}{G} \times 1,269$$

V_2 = Tanık deney için harcanan 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi miktar (ml)

V_1 = Asıl deney için harcanan 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi miktar (ml)

G = Alınan numune miktarı (g)

UYGULAMA FAALİYETİ


Zeytinyağı örneğindeki iyot sayısı miktarını titrasyon yaparak bulunuz.

Kullanılan Araç ve Gereçler

- Zeytin Yağı
- Hassas terazi
- Beher
- Huni
- Baget
- Büret
- Kıskaç
- Pipet
- Mezür
- Piset
- Spor
- 100 ml'lik Balon Joje
- Litrelik Balon Joje
- 250 ml'lik Erlen (Ağzı traşlı ve kapaklı)
- Saat
- Diğer laboratuvar araç-gereçleri

Kullanılan Kimyasal Maddeler

- Saf su
- 0,1 N Ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ Çözeltisi
- Buzlu asetik asit
- Karbon tetraklorür
- % 10'luk potasyum iyodür çözeltisi
- % 1'lik taze hazırlanmış nişasta indikatör çözeltisi
- İyot triklorür (ICl_3) veya iyot monoklorür (ICl)
- Wijs çözeltisi

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>➤ 0,3-0,4 g arası zeytinyağını 250 ml'lik erlen içinde tartınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.➤ Örneği ağzı traşlı ve kapaklı erlene tartınız.➤ Tartımı 0,001 g duyarlılıkla yapmaya özen gösteriniz.➤ Tartım yapmadan önce terazinin sıfır ayarını kontrol etmeyi unutmayınız.➤ Tartım sonucunu not etmeyi unutmayınız.➤ Terazi kullanım kurallarına uyunuz.➤ Tartım bitince teraziyi kapatmayı unutmayınız

Resim 4.1 : Tartım

- Üzerine 15 ml karbon tetraklorür ve 25 ml wijs çözeltisi ilave ediniz.



Resim 4.2 : Karbon tetraklorür ilave etme



Resim 4.3 : Wijs çözeltisi ilave etme

- Wijs indikatör çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırlayınız.
- Hacim ölçümünü duyarlı yapınız.
- Yağın çözünmesini sağlayınız.
- Çözünmenin tam olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.
- Erlenin kapağını kapatarak çalkalamayı unutmayınız.

- Erlenin karanlık bir yerde 1 saat bekletiniz.




- Zamanı sık sık kontrol ediniz.

- Süre sonunda erlene 20 ml % 10'luk KI çözeltisi ve 150 ml saf su koyunuz.



Resim 4.4 : KI ilave etme

- % 10'luk KI çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırlayınız.
- Saf suyun kaynatılıp soğutulmuş olmasına dikkat ediniz.
- Hacim ölçümünü duyarlı yapınız.
- KI ve suyu koyduktan sonra çalkalamayı unutmayınız.

 <p>Resim 4.5 : Saf su ilave etme</p>	
<p>➤ Üzerine 1 ml % 1' lik nişasta indikatör çözeltisi ilave ediniz.</p>	<p>➤ % 1' lik nişasta indikatör çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırlayınız.</p> <p>➤ Çözeltiyi hazırlarken kaynatılıp soğutulmuş saf su kullanınız.</p> <p>➤ Bakterilerin üremesini önlemek için nişasta çözeltisini taze olarak hazırlayınız.</p>
<p>➤ Mavi renk kaybolana kadar 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile titre ediniz.</p>  <p>Resim 4.6 : Dönüm noktasını gözlemlene</p>  <p>Resim 4.7 : Renk değişimini gözlemlene</p>	<p>➤ Titrasyon düzeneği hazırlayınız.</p> <p>➤ 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi hazırlayınız.</p> <p>➤ Büreti 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile doldurup, “ 0 ” ayarını yapmayı unutmayınız.</p> <p>➤ Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni çok kuvetli çalkalayarak yapınız.</p> <p>➤ $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'ın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.</p> <p>➤ Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.</p> <p>➤ Büretteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.</p>

<ul style="list-style-type: none"> ➤ Titrasyon sonunda sarfiyatı okuyunuz ve kaydediniz.(V₁) 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Mavi renk kaybolunca titrasyona son veriniz. ➤ Erlenii çalkaladığınızda renk 30 saniye boyunca kaybolmuyorsa büretten harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarını okuyunuz. ➤ Okuduğunuz Na₂S₂O₃.5H₂O miktarını kaydetmeyi unutmayınız. ➤ Okumayı büretin çeperlerindeki çözeltinin süzülmesi için titrasyon bittikten 10- 15 saniye sonra yapmaya özen gösteriniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Aynı işlemi yağ koymadan tanık deneme olarak yapınız ve titrasyonda harcanan Na₂S₂O₃.5H₂O miktarını kaydediniz.(V₂) 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tanık deneme için saf su kullanınız. ➤ Titrasyonu dikkatli yapınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Sonucu hesaplayınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Bulduğunuz değerleri aşağıdaki formülde yerine koyarak iyot sayısı miktarını bulabilirsiniz. <div style="background-color: #e0ffe0; padding: 10px; margin: 10px 0;"> $\text{İyot Sayısı} = \frac{V_2 - V_1}{G} \times 1,269$ </div> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Verileri formüle eksiksiz yerleştirmeye özen gösteriniz. ➤ Hesaplamayı dikkatli ve doğru yapınız. ➤ Hesaplama hatasının yanlış sonucu neden olacağını unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Deney raporu yazınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Rapor hazırlamak çok önemlidir. Öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız. ➤ Hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartışınız. ➤ Analiz sonrası işlemleri yapınız. ➤ Laboratuvar son kontrollerini yapınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

ÖLÇME SORULARI

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. Bir tepkimede, bir atom yada iyonun, elektron vererek pozitif değerliğinin artması olayı aşağıdakilerden hangisidir?

- A) A)İndirgenme
- B) B)Redüksiyon
- C) C)Yükseltgenme
- D) D)Redüktometri

2. Redoks tepkimelerinde elektron veren atom veya iyon ne denir?

- A) A)İndirgenen
- B) B)Yükseltgeyen
- C) C)Yükseltgen
- D) D)İndirgen

3. I - Tepkimenin dönüm noktasında tamamlanmış olması gerekir.

II – Verilen şartlarda yalnız bir tepkimenin olması gerekir

III- Eşdeğerlik noktasını belirleyebilecek uygun bir indikatörün bulunması gerekir

IV- Verilen şartlarda en az iki tepkimenin olması gerekir

Bir redoks tepkimesinin volumetrik analizlerde kullanılabilmesi için yukarıdakilerden hangileri sağlanmalıdır.?

- A) I ve II
- B) I ve III
- C) II ve III
- D) II ve IV

4. İyodometrik titrasyonlarda hangi pH aralığında çalışılmalıdır ?

- A) 1-8
- B) 3-8
- C) 6-8
- D) 8-12

5. İyodometride tiyosülfat iyonu yükseltgenirken karşısında bulunan maddeyi indirger. Bu yüzden iyodometrik titrasyonlar nasıl reaksiyonlardır?

- A) Asidimetrik reaksiyonlar
- B) Titrimetrik reaksiyonlar
- C) Yükseltgenme reaksiyonları
- D) İndirgenme reaksiyonları

6. İyodometride dönüşüm noktası hangi rengin kaybolması ile anlaşılır ?

- A) Kırmızı
- B) Mavi
- C) Pembe
- D) Sarı

7. İyodometride ayarlı titrasyon çözeltisi olarak aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- A) Sodyum tiyosülfat
- B) Potasyum kromat
- C) Sodyum hidroksit
- D) Potasyum iyodat

8. İyot sayısı bize aşağıdakilerden hangisi hakkında bilgi verir?

- A) Yağdaki doymamışlık derecesi
- B) Yağdaki yağ asitleri miktarı
- C) Yağların asit miktarı
- D) Yağların asitlik derecesi

9. Sodyum tiyosülfat çözeltisi mikroorganizmalardan kolaylıkla etkilendiği için koruyucu maddeler ilave edilmektedir. Bunlardan en etkilisi aşağıdakilerden hangisi değildir?

- A) Boraks
- B) H₂SO₄
- C) NaOH
- D) Na₂CO₃

10. İyodometride indikatör olarak genellikle aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- A) % 1' lik fenolftaleyn
- B) % 1' lik potasyum kromat
- C) % 1' lik nişasta çözeltisi
- D) % 1' lik metil oranj

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri bulunuz.

1. Elektron alışverişi ile oluşan madde değişimi tepkimelerine tepkimeleri denir.

2. Redoks tepkimelerinde elektron alan atom veya iyon denir.

3. Bir yükseltgenin uygun bir indirgen maddenin ayarlı çözeltisi ile titrasyonuna denir.

4. Nişasta çözeltisi bazı bakterilerin üremesi için iyi bir ortam oluşturduğundan..... hazırlanmalıdır.

5. Gıdalarda iyot tayini yağların ve yağ asitlerinin.....dereceğini belirlemek amacıyla yapılır.

Titrasyon
Redüktometri
Taze
Doymamışlık
Redoks
İndirgen
Fazla
Yükseltgen
Oksidimetri

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz yada cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen ayçiçek yağındaki iyot sayısı miktarını bulmak için titrasyon işlemini yapınız.

Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

KONTROL LİSTESİ

	Değerlendirme Ölçütleri	Evet	Hayır
1	Analiz öncesi hazırlıkları yaptınız mı?		
2	0,1 N ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ve % 10'luk KI, çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırladınız mı?		
3	% 1 lik Nişasta indikatör çözeltisini taze hazırladınız mı ?		
4	Titrasyon düzeneği kurdunuz mu?		
5	Büretin kullanıma hazır olup olmadığını kontrol ettiniz mi?		
6	0,3 g ayçiçekyağını 250 ml'lik erlen içinde tartınız mı?		
7	Üzerine 15 ml karbon tetraklorür ve 25 ml wijs çözeltisi ilave ettiniz mi?		
8	Erleni karanlık bir yerde 1 saat beklettiniz mi?		
9	Süre sonunda erlene 20 ml % 10'luk KI çözeltisi ve 150 ml saf su koydunuz mu?		
10	Üzerine 1 ml % 1 lik taze hazırlanmış nişasta indikatör çözeltisi ilave ettiniz mi?		
11	Büreti 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yaptınız mı?		
12	Erlendeki mavi renkli çözeltinin rengi kayboluncaya kadar 0,1 N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ile titre ettiniz mi?		
13	30 sn. bekleyip rengin değişip değişmediğini kontrol ettiniz mi?		
14	Harcanan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarını kaydettiniz mi?		
15	Aynı işlemi yağ koymadan saf su ile tanık deneme olarak yapıp, harcanan $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ miktarını kaydettiniz mi?		
16	Bulduğunuz verileri formüle yerleştirip sonucu doğru olarak hesapladınız mı?		
17	Rapor hazırlayıp, hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartıştınız mı?		
18	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		
19	Laboratuvar son kontrollerinizi yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda **HAYIR** şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Cevaplarınızın tamamı **EVET** ise bir sonraki faaliyete geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-3

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam, sağlandığında analiz metoduna uygun olarak kalsiyum tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- EDTA titrasyonları sulardan başka hangi gıdaların analizlerinde kullanılıyor araştırınız. Araştırmanızı sunum haline getirerek sınıfta arkadaşlarınızla paylaşınız.

3. KOMPLEKSOMETRİK YÖNTEMLE KALSİYUM TAYİNİ

3.1. Kompleksleştirme Titrasyonları

Birçok metal iyonu bazı iyon veya moleküllerle düzenleşim kompleksleri meydana getirirler. Metal iyonları ile kompleks meydana getiren maddeye Ligand denir.

Örnek : $\text{Cr}(\text{H}_2\text{O})_6^{+3}$ kompleksinde H_2O molekülleri birer liganttır.

Bir kompleksleştirme tepkimesi, bir metal iyonu (M) ile yapısında ortaklanmamış en az bir elektron çiftine sahip iyonik (D) veya moleküler yapı arasındaki tepkimedir. Tepkime genel olarak aşağıdaki gibi gösterilir.



Tepkimede elektron çifti veren D'ye kompleksleştirici de denir.

Birçok metal iyonu kompleks veren ayıraçlarla titre edilerek tayin edilebilirler. Oluşan kompleksin dayanıklılığı büyük ölçüde pH' sine bağlı olduğundan, titre edilecek çözelti belli bir pH'ye tamponlanır ve içine bir indikatör eklendikten sonra ayarlı kompleksleştirici ayıraç ile titre edilir. Alkali metallerin dışında birçok metaller bu yöntemle analiz edilebilirler.

Kompleksleştirme titrasyonlarında en çok kullanılan kompleksleştirici ayıraç etilendiamintetraasetikasit (EDTA)'dır. Bununla çoğu metal katyonunun tayini yapılabilir.

EDTA'nın gerek kendisi, gerekse tuzları saf olarak (%99,5'tan daha fazla saf olarak bulunur) elde edilebildiklerinden birincil standart olarak kullanılırlar.

EDTA'nın kendisinin çözünürlüğü az olduğundan deneylerde daha çok suda çözünürlüğü fazla olan disodyum tuzu ($\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) kullanılır.

EDTA çözeltisinin en önemli özelliklerinden biri alkali metaller dışında tüm metal iyonları ile metalin değeriği ne olursa olsun 1/1 oranında birleşmesidir. Yani 1 M EDTA her zaman 1 M metal iyonu ile birleşir. Özellikle Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarıyla kantitatif olarak 1/1 oranında birleşerek sağlam ve çözünen kompleksler oluşturur. Oluşturduğu bu kompleks kolayca çözüldüğünden titrasyon hatası oldukça azdır.

Metal katyonları ile EDTA arasında oluşan kompleksleşme tepkimesi ortamın pH' sine bağlıdır. Ca^{2+} ve Mg^{2+} gibi EDTA ile zayıf kompleks oluşturan iyonların titrasyonu bazik ortamda, kararlı kompleksler oluşturan Zn^{2+} , Ni^{2+} , Al^{3+} , Fe^{3+} gibi iyonların titrasyonu zayıf asidik veya asidik ortamlarda yapılabilir. Kompleks oluşumunun pH'ye bağımlılığı nedeniyle titrasyon ortamının belli pH'ye tamponlanması gerekir. Buda tampon çözelti ile sağlanır. EDTA ile yapılan tayinlerde genellikle pH 10 'da çalışılır.

Tampon : Asit veya baz eklendiğinde çözeltinin pH'inde çok az değerişikliğe neden olan maddeler.

Tampon Çözelti : Çözeltilerin seyreltilmelerine veya asit veya baz eklenmelerine karşın pH'lerinde önemli ölçüde değerişikliğe meydan vermeyen maddeler.

EDTA titrasyonlarında indikatör olarak metal iyon indikatörleri kullanılır. Bu indikatörler metal iyonları ile renkli kompleksler yapan organik boyalardır. EDTA titrasyonlarında en çok kullanılan indikatör Eriokromblack-T (erioT=EBT)'dir.

Eriokromblack-T İndikatörünün Hazırlanması : Eriokromblack-T indikatörü katı halde veya çözelti halinde kullanılabilir.

- **Katı Olarak Hazırlanması:**
 - 20 g NaCl tartılır, bir havanda iyice dövülerek, öğütülür.
 - Buna 0,1 g eriokromblack-T ilave edilir, iyice karıştırılır ve havanda dövülerek öğütülür.
 - Ağzı kapalı şişede saklanır. Bir titrasyon için 30-40 mg yeterlidir.
- **Çözelti Olarak Hazırlanması :** 0,5 g eriokromblack-T tartılır. 100ml etil alkolde çözülür. Çözelti yaklaşık 1 ay kullanılabilir. İçine ilave edilecek az miktardaki sodyum borat veya benzeri bir koruyucu (%2'lik NH_4Cl ve %2'lik NH_4OH çözeltisi, trietanol amin vb.) ile daha uzun süre saklanabilir.

3.2. 0,01 M Ayarlı EDTA Çözeltisinin Hazırlanması

Ayarlı EDTA çözeltisi hazırlamak için suda çok çözünen tuzu olan $Na_2H_2Y.2H_2O$ birincil standart madde olarak kullanılabilir.

3.2.1. 0,01 M EDTA Çözeltisi Hazırlama İşlem Basamakları:

- Saf $Na_2H_2Y.2H_2O$ tuzu etüvde $80\ ^\circ C$ 'de 2 saat kurutulur ve desikatörde soğutulur.
- Soğutulan maddeden 3,7224 g hassas tartım alınır.
- Litrelik balon jojeye konur.
- Yaklaşık 500 ml saf su eklenerek çözüncüye kadar karıştırılır.

- Çözünme tamamlandıktan sonra hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.
- Ağzı kapalı şişeye alınır ve etiketlenerek saklanır. Çözeltiyi saklamak için polietilen şişe tercih edilmelidir. Çünkü zamanla camdaki metal iyonları çözünür ve EDTA çözeltisinin derişimi azalır.

EDTA Çözeltisinin Kesin Konsantrasyonunun (Derişiminin) Bulunması:

EDTA çözeltisi hazırlamak için hassas olarak 3,7224 g saf $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tuzu tartılıp litreye saf su ile tamamlanması gerekir. Bu çözelti, çözelti hazırlama kurallarına göre dikkatli bir şekilde hazırlandı ise 0,01 M'dır.

Eğer tam olarak 3,7224 g tartmak mümkün olmazsa bu değere yakın ağırlıkta tartım alınır. Alınan bu tartımın, tuzun moleköl ağırlığı olan 372,242'ye bölünmesi ile çözeltinin kesin molaritesi veya 186,121'e bölünmesiyle normalitesi hesaplanır.

3.2.2. 0,01 M EDTA Çözeltisini Ayarlama

Yukarıda anlatıldığı şekilde hazırlanan EDTA çözeltisinin ayarından kuşku duyulduğunda bunun birincil standart maddeye karşı ayarlanması gerekir. Birincil standart olarak 110°C 'de kurutulmuş saf kalsiyum karbonat(CaCO_3) veya metalik çinko kullanılır.

Kalsiyum karbonat, çoğunlukla kalsiyum klorür çözeltisine dönüştürülerek kullanılır. Bunun için,

- Kurutulup, soğutulmuş saf CaCO_3 'tan 1 g. dolayında duyarlı olarak tartılır.
- 250 ml'lik behere alınır.
- Behere 10 ml saf su ve 5 ml 6 M HCl eklenip, beherin ağzı kapatılır.
- Tamamen çözünme sağlandıktan sonra çözelti litrelik balon jøjeye aktarılır.
- Beher biraz saf su ile yıkanır ve yıkama suyu da balon jøjeye aktarılır.
- Balon jöje hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Çözeltinin molaritesi aşağıdaki formöl ile hesaplanır.

$$M_{\text{CaCO}_3} = \frac{T \times 1000}{M_A \times V}$$

M = Aranılan CaCO_3 çözeltisinin molaritesi
M_A = CaCO_3 'ün formöl(moleköl) ağırlığı (g/mol)
T = Tartılan CaCO_3 'ün miktarı (g)
V = Çözelti hacmi (ml)

EDTA Çözeltisini Ayarlamak İçin;

- Yukarıda hazırlanan ve kesin derişimi bilinen kalsiyum karbonat çözeltisinden 25 ml örnek alınır.
- 250 ml'lik erlene aktarılır.

- Üzerine 0,5 ml 6 N NH₃ ilave edilir
- 1 ml pH 10 tampon çözeltisi konur.

pH 10 tampon çözeltisinin hazırlanması:6,75 g NH₄Cl bir miktar saf suda çözülür, üzerine 57 ml derişik NH₃ (d=0,98 g/cm³ % 25) eklenir. Karıştırılarak çözülür ve 100 ml'ye saf su ile tamamlanır.

- 25 mg. dolayında toz eriokromblack-T indikatörü (veya 5-6 damla eriokromblack-T indikatör çözeltisi) ilave edilir.(renk şarap kırmızısıdır.)
- Ayarlanacak EDTA çözeltisi ile mavi renk elde edilinceye kadar titre edilir.
- Mavi renk oluşunca titrasyona son verilir ve sarfiyat kaydedilir.
- Aşağıdaki formül yardımı ile EDTA'nın kesin derişimi bulunur.
- **İşlem en az üç kez farklı hacim alınarak tekrarlanır. Titrasyon sonuçlarının ortalaması alınarak kesin normalite bulunur.**

$$M_{EDTA} \times V_{EDTA} = M_{CaCO_3} \times V_{CaCO_3}$$

3.3. Gıdalarda Kalsiyum Miktarı Tayini Yapma

EDTA ile özellikle sularda Ca²⁺ ve Mg²⁺ iyonlarının tayini ve sularda sertlik tayini yapılır.

Kalsiyum için en iyi titrasyon aralığı pH 10-12 arasındır.

3.3.1. İlkesi

Yöntem, analiz numunesinin ayarlı EDTA çözeltisi ile Eriokromblack-T indikatörü eşliğinde titre edilerek analiz numunesinde bulunan kalsiyum miktarının saptanması ilkesine dayanır.

3.3.2. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Analiz numunesi
- Pipet
- 250 ml'lik erlen
- Spatül
- litrelik balon joje
- 100 ml'lik balon joje
- beher mezür
- piset
- damlalıklı şişe
- büret
- kısıkaç
- spor
- huni
- diğer laboratuvar araç-gereçleri

3.3.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler

- 0,01 M Ayarlı EDTA Çözeltisi
- pH 10 tampon çözeltisi
- Eriokromblack-T indikatörü(katı halde veya çözeltisi)

3.3.4. Deney İşlem Basamakları

- Kalsiyum içeren numune çözeltisinden 20-100 ml arası alınır.
- 250 ml'lik erlene aktarılır.
- Üzerine 1-10 ml arası pH 10 tampon çözeltisi ilave edilir.
- 4-5 damla (veya bir spatül ucu kadar katı) Eriokromblack-T indikatörü eklenir.(renk şarap kırmızısı)
- Bürete doldurulan ayarlı 0,01 M EDTA çözeltisi ile mavi renk elde edilinceye kadar titre edilir.
- Mavi renk elde edilince titrasyona son verilir ve sarfiyat kaydedilir.

3.3.5. Sonuç

Harcanan EDTA çözeltisinin miktarından (ml) yararlanarak numunedeki Ca²⁺ miktarı aşağıdaki formül ile hesaplanır.

1 ml 0,01 M EDTA 0,4 mg Ca'a eşittir.

$$Ca(mg / ml) = \frac{V \times 0,4 \times 1000}{m}$$

V = Harcanan EDTA çözeltisinin hacmi (ml)

m =Alınan örnek miktarı

UYGULAMA FAALİYETİ



Su örneğindeki kalsiyum miktarını titrasyon yaparak bulunuz.

Kullanılan Araç ve Gereçler

- Analiz numunesi
- 250 ml'lik erlen
- Spatül
- litrelik balon joje
- 100 ml'lik balon joje
- mezür
- piset
- otomatik dijital göstergeli büret
- otomatik cam büret
- diğer laboratuvar araç-gereçleri

Kullanılan Kimyasal Maddeler

- 0,01 M Ayarlı EDTA Çözeltisi
- pH 10 tampon çözeltisi
- Eriokromblack-T indikatörü
- Saf su

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>➤ 100 ml su örneği alınız.</p>  <p>Resim 3.1 : Su örneği alma</p>	<ul style="list-style-type: none">➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.➤ Su örneğini 250 ml'lik erlene alabilirsiniz.➤ Hacim ölçümünü duyarlı yapınız.
<p>➤ 10 ml tampon çözelti ilave ediniz.</p>  <p>Resim 3.2 : Tampon çözelti ilave etme</p>	<ul style="list-style-type: none">➤ pH 10 tampon çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırlayınız.➤ Hacim ölçümünü duyarlı yapınız.

- Bir spatül ucu kadar Eriokromblack-T indikatörü ekleyiniz.



Resim 3.3 : İndikatör ilave etme

- Katı Eriokromblack-T indikatörü hazırlayınız.
- İndikatörü hazırlarken tartımları duyarlı ve dikkatli yapınız.
- Katı Eriokromblack-T indikatörü yerine 4-5 damla Eriokromblack-T indikatör çözeltisi kullanabilirsiniz.
- İndikatörü fazla koyduğunuzda dönüm noktasının zor gözlemleneceğini unutmayınız.
- Çözelti renginin şarap kırmızısı olması gerektiğini hatırlayınız.



Resim 3.4 : Rengi gözleme

- 0,01M EDTA çözeltisi ile mavi renk oluşana kadar titre ediniz.



Resim 3.5 : Titrasyon yapma

- 0,01M EDTA çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırlayınız.
- Titrasyonu yavaş yavaş ve erleni sürekli çalkalayarak yapınız.
- EDTA'nın erlene damla damla akmasına özen gösteriniz.
- Çalkalama yaparken çözeltinin sıçramamasına dikkat ediniz.
- Bürettteki son damlayı erlene almayı unutmayınız.



Resim 3.6 : Mavi renk oluşumunu gözlemlene

<ul style="list-style-type: none"> ➤ Titrasyon sonunda sarfiyatı okuyunuz ve kaydediniz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Mavi renk oluşunca titrasyona son veriniz. ➤ Erleni çalkaladığınızda renk 30 saniye boyunca kaybolmuyorsa büretten harcanan EDTA miktarını okuyunuz. ➤ Okuduğunuz EDTA miktarını kaydetmeyi unutmayınız. ➤ Okumayı büretin çeperlerindeki çözeltinin süzülmesi için titrasyon bittikten 10- 15 saniye sonra yapmaya özen gösteriniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Sonucu hesaplayınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Bulduğunuz değerleri aşağıdaki formülde yerine koyarak kalsiyum miktarını bulabilirsiniz. <div style="background-color: #FFDAB9; padding: 10px; margin: 10px 0;"> $Ca(mg / ml) = \frac{V \times 0,4 \times 1000}{m}$ </div> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Verileri formüle eksiksiz yerleştirmeye özen gösteriniz. ➤ Hesaplamayı dikkatli ve doğru yapınız. ➤ Hesaplama hatasının yanlış sonuca neden olacağını unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Deney raporu yazınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Rapor hazırlamak çok önemlidir. Öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız. ➤ Hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartışınız. ➤ Analiz sonrası işlemleri yapınız. ➤ Laboratuvar son kontrollerini yapınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

ÖLÇME SORULARI

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. Kompleksleştirme titrasyonlarında oluşan kompleksin dayanıklılığı neye bağlıdır?
A) Derişime
B) Sıcaklığa
C) İndikatöre
D) pH' ye
2. Alkali metaller dışındaki birçok metal hangi yöntemle analiz edilebilir?
A) Nötürleştirme
B) Kompleksometri
C) Çöktürme
D) Redoks
3. Kompleksleştirme titrasyonlarında en çok kullanılan kompleksleştirici ayıraç aşağıdakilerden hangisidir?
A) EDTA
B) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
C) NaOH
D) HCl
4. EDTA titrasyonlarında en çok kullanılan indikatör hangisidir?
A) Metil oranj
B) Fenolftaleyn
C) Eriokromblack-T
D) Bromkresol Yeşili
5. EDTA çözeltisinin ayarlanmasında birincil standart madde olarak aşağıdakilerden hangisi kullanılır?
A) CaCO_3
B) Na_2CO_3
C) KMnO_4
D) NaCl

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri bulunuz.

1. EDTA' nın çözünürlüğü az olduğu için deneylerde daha çok tuzu kullanılır.
2. EDTA çözeltisinin en önemli özelliği metal iyonları ile oranında birleşmesidir.
3. Metal katyonları ile EDTA arasında oluşan kompleksleşme tepkimesi ortamın bağlıdır.
4. Asit veya baz eklendiğinde çözeltinin pH' ında çok az değişikliğe neden olan maddelere denir.
5. Eriokromblack-T indikatörü dönüm noktasında çözeltiyi renge dönüştürür.

Tampon
Kırmızı
Disodyum
Sıcaklığına
Belirteç
Mavi
Dikalsiyum
1/1
pH' ına
1/2

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen su örneğindeki magnezyum miktarını bulmak için titrasyon işlemini yapınız.

Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1	Analiz öncesi hazırlıkları yaptınız mı?		
2	0,01 M ayarlı EDTA çözeltisini çözelti hazırlama kurallarına uygun olarak hazırladınız mı?		
3	Tampon 10 çözeltisi hazırladınız mı ?		
4	Katı Eriokromblack-T indikatörü hazırladınız mı.?		
5	50 ml su örneği alıp 250 ml'lik erlene koydunuz mu.?		
6	Titrasyon düzeneği kurdunuz mu?		
7	Büretin kullanıma hazır olup olmadığını kontrol ettiniz mi?		
8	Erlene tampon çözeltiden 5 ml.ilave etiniz mi.?		
9	Üzerine 1 spatül ucu kadar Eriokromblack-T indikatörü ilave ettiniz mi?		
10	Büreti 0,01 M ETDA çözeltisi ile doldurup sıfır ayarını yaptınız mı?		
11	Erlendeki şarap kırmızısı renkli çözeltinin rengi maviye dönünceye kadar 0,01 M ETDA çözeltisi ile titre ettiniz mi?		
12	30 sn. bekleyip rengin değişip değişmediğini kontrol ettiniz mi?		
13	Harcanan ETDA miktarını kaydettiniz mi?		
14	Bulduğunuz verileri aşağıdaki formüle yerleştirip sonucu doğru olarak hesapladınız mı?		
15	Rapor hazırlayıp, hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartıştınız mı?		
16	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		
17	Laboratuvar son kontrollerinizi yaptınız mı?		

NOT : 1 ml. 0,01 M ETDA 0,24 mg. Mg²⁺'a eşittir

$$Mg(mg / ml) = \frac{V \times 0,24 \times 1000}{m}$$

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda **HAYIR** şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa öğrenme faaliyetini tekrar ediniz.Cevaplarınızın tamamı **EVET** ise modül değerlendirmeye geçiniz.

MODÜL DEĞERLENDİRME

ÖLÇME SORULARI

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. Kompleks bileşik oluşumuna dayanan titrasyon yöntemi aşağıdakilerden hangisidir?
 - A) Asit baz titrasyonları
 - B) Redoks titrasyonları
 - C) Kompleksleştirme titrasyonları
 - D) Çöktürme titrasyonları
2. Ayarlı AgNO_3 çözeltisi ile yapılan volumetrik analiz aşağıdakilerden hangisidir?
 - A) Asidimetri
 - B) Arjantometri
 - C) Oksidimetri
 - D) Alkalimetri
3. Mohr yöntemi ile gıdalarda genellikle ne tayini yapılır ?
 - A) Asitlik tayini
 - B) Tuz tayini
 - C) İyot tayini
 - D) Yağ tayini
4. Bir redoks tepkimesinde bir atom yada iyonun, elektron alarak pozitif değerliğinin azalması olayı aşağıdakilerden hangisidir?
 - A) Yükseltgenme
 - B) İndirgenme
 - C) Oksidasyon
 - D) Oksidimetri
5. Ayarlı $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ çözeltisi ile yapılan volumetrik titrasyonlar aşağıdakilerden hangisidir?
 - A) İyodometri
 - B) Permanganometri
 - C) Redoks
 - D) Oksidimetri

6. Ağırlık olarak 100 g. yağın belli koşullar altında bağlayabildiği iyodun ağırlığı aşağıdakilerden hangisidir?

- A) İyodometri değeri
- B) Asit sayısı
- C) İyot sayısı
- D) İyodometri sayısı

7. EDTA çözeltisinin ayarlanmasında birincil standart madde olarak aşağıdakilerden hangisi kullanılır?

- A) CaCO_3
- B) Na_2CO_3
- C) KMnO_4
- D) NaCl

8. Alkali metaller dışındaki birçok metal hangi yöntemle analiz edilebilir?

- A) Nötürleştirme
- B) Kompleksometri
- C) Çöktürme
- D) Redoks

9. I - Tepkimenin dönüm noktasında tamamlanmış olması gerekir.

II – Verilen şartlarda yalnız bir tepkimenin olması gerekir

III- Eşdeğerlik noktasını belirleyebilecek uygun bir indikatörün bulunması gerekir

IV- Verilen şartlarda en az iki tepkimenin olması gerekir

Bir redoks tepkimesinin volumetrik analizlerde kullanılabilmesi için yukarıdakilerden hangileri sağlanmalıdır ?

- A) I ve II
- B) I ve III
- C) II ve III
- D) II ve IV

10. İyodometrik titrasyonlarda hangi pH aralığında çalışılmalıdır?

- A) 1-8
- B) 3-8
- C) 6-8
- D) 8-12

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri bulunuz.

1. Ayarlı AgNO₃ çözeltisi ile yapılan volumetrik analizlere denir.
2. Gıda teknolojisinde en çok kullanılan arjantometrik yöntem yöntemidir.
3. ETDA titrasyonlarında en çok kullanılan indikatör indikatördür.
4. ETDA ile gıdalarda tayini yapılır.
5. Asit veya baz eklendiğinde çözeltinin pH' ında çok az değişikliğe neden olan maddelere denir.

Mohr
Sularda sertlik
Dönüm noktası
Organik/pH
Değişken
Faktör
Arjantometri
Alkalimetri
Fenolftaleyn
Eriokromblack-T
İkincil standart madde
Ayarlı
Volhart
Kararlı
Birincil standart madde
Tampon

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz yada cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

CEVAP ANAHTARLARI

ÖĞRENME FAALİYETİ – 1' İN CEVAP ANAHTARI

1	C
2	A
3	C
4	A
5	A

1	Arjantometri
2	Az
3	Nötr
4	Asit
5	NaCl

ÖĞRENME FAALİYETİ – 2' NİN CEVAP ANAHTARI

1	C	6	B
2	D	7	A
3	C	8	A
4	B	9	B
5	D	10	C

1	Redoks
2	Yükseltgen
3	Redüktometri
4	Taze
5	Doymamışlık

ÖĞRENME FAALİYETİ – 3' ÜN CEVAP ANAHTARI

1	D
2	B
3	A
4	C
5	A

1	Disodyum
2	1/1
3	pH'ı na
4	Tampon
5	Mavi

MODÜL DEĞERLENDİRME - CEVAP ANAHTARI

1	C	6	C
2	B	7	A
3	B	8	B
4	B	9	C
5	A	10	B

1	Arjantometri
2	Mohr
3	Eriokromblack-T
4	Sularda / Sertlik
5	Tampon

KAYNAKÇA

- Ankara M. Rüştü UZEL Kimya Meslek Lisesi, Gıda Teknolojisi Bölümü **“Volumetrik Analizler” Deney Föyleri**, Ankara.
- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya (Nicel)**, M.E.B Yayınları, Ankara, 2001.
- DEMİR Mustafa, Şahinde DEMİRCİ, Ali USANMAZ, **Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı**, M.E.B Yayınları, Ankara, 2001.
- DEMİR Nesrin, Bekir DİKKAYA, **Laboratuvar Teknikleri Modülü**, Kız Teknik Öğretim Genel Müdürlüğü, METGE Projesi, Atatürk Teknik Anadolu Meslek ve Meslek Lisesi Yayınevi, ANKARA, 2002.
- **Gıda Maddeleri Muayene ve Analiz Metotları**, T.C. Tarım Orman ve Köy İşleri Bakanlığı, Koruma ve Kontrol Genel Müdürlüğü.
- MERDİVAN Melek, Nuri NAKİBOĞLU, Şahin SAVAŞCI, Sema B. YAŞAR, Soner ERGÜN, Derya KARA, **Nicel Analiz Laboratuvar Kitabı**, Balıkesir Üniversitesi Yayınları, Balıkesir, 1999.
- MEGEP, Asitlik ve Bazlık Kontrolü Modülü, Ankara, 2007.
- MEGEP, Toplam Asitlik ve PH Kontrolü Modülü, Ankara, 2007.
- MEGEP, Hacim Ölçümü Modülü, Ankara, 2006.
- ÖZKAYA Hazım. **Analitik Gıda Kalite Kontrol**, Ankara Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları:1086, Ankara, 1988.
- UYLAŞER Vildan, Fikri BAŞOĞLU, **Gıda Analizleri –II Uygulama Kılavuzu**, Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, Bursa,2000.