

ELEKTROMETAL KAPLAMA İÇİN MODERN ANALİZ YÖNTEMLERİ

- A) Volumetrik – Kompleksometrik**
- B) Fotometrik**
- C) Polarografik**
- D) Potansiyometrik ve Diğer Yöntemler**

Antimon (Sb) Kaplama Çözeltileri

A1 1 Potasyum permanganat kullanarak antimon miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum hidroksit
 - 2) Derişik hidroklorik asit
 - 3) 0,1 N potasyum permanganat

Yöntem :

2 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun. 150 ml. saf su ile seyreltin ve çözelti alkali olana kadar sodyum hidroksit ekleyin. Daha sonra asit reaksiyonu gösterene kadar, en fazla 5 ml. hidroklorik asiti yavaş yavaş ekleyin. 0,1 N potasyum permanganat ile bitiş noktasına kadar titre edin. Potasyum permanganat hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 3,044 = \dots$ [gr/lt] Sb

A1 2 Potasyum bromat kullanarak antimon miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10' luk sodyum hidroksit
 - 2) Derişik hidroklorik asit
 - 3) Metil kırmızısı
 - 4) 0,1 N potasyum bromat çözeltisi

Yöntem :

2 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun. 150 ml. saf su ile seyreltip kostik soda ile nötralize edin. Daha sonra 25 ml. hidroklorik asit çözeltisi ekleyerek 70 °C' ye kadar ısıtın ve birkaç damla metil kırmızısı damlatıp, çözelti renksiz olana kadar potasyum bromatla titre edin. Potasyum bromat hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 3,044 = \dots$ [gr/lt] Sb

3

A1 3 Serbest asit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Bromfenol mavisi
- 2) 0,1 N sodyum hidroksit çözeltisi
- 3) Potasyum hidrojen tartarat

Yöntem :

5 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun. Birkaç damla bromofenol mavisi ve 2 gr. potasyum hidrojen tartarat ekleyin. Daha sonra çözelti maviye dönene kadar 0,1 N sodyum hidroksit çözeltisi ile titre edin. NaOH hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 4 = \dots$ [gr/lt] HF

Sarı (Pirinç) Kaplama Çözeltileri

A2 1 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N sodyum tiyosülfat
 - 2) 1:1 sülfürik asit
 - 3) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 4) Amonyum persülfat
 - 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle erlene koyun. 5 gr. amonyum persülfat ve 15 ml. sülfürik asit ekleyin (çözelti dumanlanır). Dumanlanma bitene kadar çözeltiyi ısıtın. Soğutup, 100 ml. saf su ile seyreltin. 10 ml. potasyum iyodür çözeltisi ekleyip 5 dakika sonra da 2 ml. nişasta çözeltisi ilave edin. Mavi renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,64 = \dots$ [gr/lt] Cu

A2 2 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,02 M EDTA çözeltisi
 - 2) Tampon çözeltisi (54 gr NH_4Cl + 350 ml. NH_3 1 litreye seyreltilir.)
 - 3) Erio T indikatörü 1:400
 - 4) %30 luk formaldehit çözeltisi

Yöntem :

2 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle erlene koyun. 100 ml. saf su ile seyreltip 20 ml. tampon çözeltisi ve bir tutam Erio T indikatörü ilave edin. Renk maviye dönene kadar 0,02 M EDTA ile titre edin. Formaldehit çözeltisinden 2 damla damlatın. Eğer renk pembeleşmişse tekrar mavi olana kadar titre edin. EDTA hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,653 = \dots$ [gr/lt] Zn

3

A2 3 Bakır ve çinko miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) Amonyak
 - 3) 1 N HCl
 - 4) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 5) Ksilenol oranj
 - 6) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl 1000 ml.ye tamamlanır)
 - 7) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 8) %30 luk H₂O₂

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun. 10 ml. derişik nitrik asit ekleyip (çözelti dumanlanır) kaynayana kadar 3-5 dakika ısıtın. Daha sonra soğutup amonyakla dikkatlice nötralize edin. Çizgiye kadar saf su doldurup iyice çalkalayarak karışmasını sağladıktan sonra kuru bir filtreden geçirin. Filtredeki tortunun 10 ml. sini bir erlene koyun. Saf suyla 100 ml.ye seyreltin, 10 ml. 1 N nitrik asit ekleyin ve renk kaybolana kadar dikkatlice tiyokarbamin çözeltisinden ekleyin. Fazladan 2 ml. daha tiyokarbamin ve birkaç parça ksilenol oranj koyun. Sarı renk elde edilir. Eflatun renk alana kadar uratropin tampon çözeltisinden ilave edin. Fazladan 2 ml. daha tampon çözeltisi koyup 0,05 M EDTA çözeltisiyle limon sarısı rengini alana kadar titre edin. Hacim : a ml.

Şimdi 10 ml. %30 luk hidrojen peroksit ekleyiniz. Renk hemen eflatuna döner. 100 ml. saf su koyup EDTA ile renk eflatundan yeşile dönene kadar titre edin. Hacim : b ml.

Hesaplama : a x 3,269 = . . . [gr/lt] Zn
 b x 3,177 = . . . [gr/lt] Cu

A2 4 Serbest sodyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik kostik soda
 - 2) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle erlene koyun, 100 ml. saf su, 25 ml. kostik soda, 2 ml. potasyum iyodür ekleyin ve gümüş nitrat çözeltisi ile bulutlu görünüm kesin olarak elde edilene kadar titre edin. AgNO_3 hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN

Not :

Bu yöntem kullanılırken, çinkonun sodyum siyanürle yaptığı bileşikte harcanan miktar gözönüne alınarak tolere edilmeli ve çinko bazları miktarı hesaplanmalıdır. $\text{Na}_2(\text{Zn}(\text{CN})_4)$ formülünden yola çıkılarak, 1 mol çinko atomununun 4 mol siyanürle bağ yaptığı görülebilir. Bu yüzden her bir gram çinko için sodyum siyanür miktarı 3 katı azalır.

A2 5 Sodyum karbonat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk baryum klorür çözeltisi
 - 2) 1 N HCl
 - 3) Fenolftalein
 - 4) 1 N NaOH

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle behere koyup 200 ml. saf su ile seyrelterek, çökelti oluşumu bitene kadar baryum klorür çözeltisinden ekleyin. Çökelti sabitlendikten sonra bir filtre kağıdından süzüp kaynama sıcaklığındaki suyla dikkatlice yıkayın. Ardından filtre ve çökeltiyi bir erlene koyup, 100 ml. saf su ve 25 ml. 1 N hidroklorik asit (Hacim : a ml.) ekleyerek kaynama noktasına kadar ısıtın. Baryum karbonat eridiğinde oda sıcaklığına kadar soğutup, ek olarak 1 N hidroklorik asit çözeltisi ve 1 N NaOH ile fenolftaleine karşı titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 5,3 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3

6-7-8

A2 6 Sodyum hidroksit miktarı tayini – 1. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) Baryum klorür çözeltisi
 - 3) Fenolftalein
 - 4) 0,1 N hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle bir erlene koyun. 10 ml. saf su ile seyreltip, siyanür içeriğinde kullanmış olduğunuz miktarın 2 katı kadar gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. Daha sonra 20 ml. baryum klorür çözeltisi ilave edip, rengin eflatundan renksiz hale gelişini kontrol etmek için fenolftaleini indikatör olarak kullanarak 0,1 N HCl ile titre edin. HCl hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,4 = \dots$ [gr/lt] NaOH**A2 7** Sodyum hidroksit miktarı tayini – 2. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum siyanür
 - 2) Tropaeolin 000
 - 3) 0,1 N hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle bir erlene koyun. 100 ml. saf su ile seyreltin, 1 gr. NaCN ve 2 ml. Tropaeolin 000 ekleyip rengi değişene kadar 0,1 N HCl ile titre edin. HCl hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,4 = \dots$ [gr/lt] NaOH**A2 8** Sodyum karbonat ve sodyum hidroksit miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 2) %5 lik baryum klorür çözeltisi
 - 3) Fenolftalein
 - 4) 0,1 N HCl

Yöntem :

Pipetle çektiğiniz 10' ar ml. sarı kaplama çözeltisini A ve B diye adlandıracağınız iki ayrı erlene koyun.

A erlenine serbest sodyum siyanür miktarı belirlenirken kullanılmış olan 0,1 N gümüş nitratla aynı miktarda 0,1 N nikel sülfat çözeltisi koyup, birkaç damla fenolftalein damlatarak, 0,1 N HCl ile renk değişene kadar titre edin. Hacim : a ml.

B erlenine 20 ml. baryum klorür çözeltisi koyun, nikel sülfatta olduğu gibi birkaç damla fenolftalein damlatarak 0,1 N HCl ile renk değişene kadar titre edin. Hacim : b ml.

Hesaplama : $b \times 0,4 = \dots$ [gr/lt] NaOH
 $(a - b) \times 1,06 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃

A2 9 Sodyum sülfür miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %5 lik baryum klorür çözeltisi
2) %1 lik nişasta çözeltisi
3) 0,1 N iyodür çözeltisi

Yöntem :

10 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun. 100 ml. saf su ile seyreltip kaynatın. Çökelti oluşturana kadar baryum klorür çözeltisinden ekleyiniz. Çökeltiyi bir filtre ile süzüp, filtreyi dikkatlice yıkadıktan sonra ölçerek bir erlene koyun. 200 ml. saf su ve 2 ml. nişasta çözeltisi ekleyip sabit mavi renk elde edene kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin. Hacim : a ml.

Hesaplama : $a \times 6,303 = \dots$ [gr/lt] Na₂SO₃

Bronz Kaplama Çözeltileri

A3 1 Bakır ve kalay miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N sodyum klorür çözeltisi
 - 2) Derişik hidroklorik asit
 - 3) %30 luk hidrojen peroksit
 - 4) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 5) Ksilenol oranj
 - 6) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 7) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 8) 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle bir balon jöjeye koyun, 10 ml. sodyum klorür çözeltisi ve 10 ml. hidroklorik asit ekleyin (çözelti dumanlanır). Çözeltiyi kaynatıp oda sıcaklığına soğutun. Çizgiye kadar seyrelterek iyice çalkalayın. Bu karışımdan 10 ml.yi 300 ml.lik erlene koyup renksiz hale gelene kadar tiyokarbamin ilave edin. Test çözeltisinin mavi rengi solduğunda ya da önceki çökelti eridiğinde 2 ml. daha tiyokarbamin ekleyin. Ardından tam olarak 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ekleyin (hacim : a) ve ksilenol turuncusu indikatörü ilave edip, tampon çözeltisi yardımıyla pH 5,5 e ayarlayın. Saf su ile 100 ml.ye seyreltin, renk limon sarısından eflatuna dönene kadar 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi ile titre edin. (hacim : b)

Renk eflatun olduğunda 10 ml. hidrojen peroksit ve 100 ml. saf su ilave ederek, 3 dakika bekledikten sonra, renk yeşil olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (hacim : c) Renk değişimi eflatundan maviyi geçerek yeşile doğrudur.

Hesaplama : $(a - b) \times 5,935 = \dots$ [gr/lt] Sn
 $c \times 3,177 = \dots$ [gr/lt] Cu

A3 1 hakkında açıklama

Kaynatma işlemi esnasında kalay tetrakloridin buharlaşmasına engel olmak için sodyum klorür eklenir. Eğer çözelti tamamen temiz değilse, ikinci kaynatma işleminden önce 2 ml. daha derişik hidroklorik asit ve birkaç damla hidrojen peroksit ekleyin. Hidrojen peroksit eklenmesi bakırın tiyokarbamin ile bileşik yapmasının önüne geçer. Aynı zamanda ksilenol oranj da hidrojen peroksit tarafından oksitlenecektir ki bu yüzden bakır titrasyonu için bir indikatör olarak kullanılabilir.

A3 2 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum florür çözeltisi
 - 2) Oksitlenmiş ksilenol oranj
 - 3) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Derişik hidroklorik asit
 - 6) %30 luk hidrojen peroksit

Yöntem :

10 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 10 ml. hidroklorik asit ekleyip (çözelti dumanlanır) kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup 5 ml. hidrojen peroksit ekledikten sonra 5 dakika süreyle tekrar kaynatın. Soğuttuktan sonra saf su ile hacme kadar seyreltip iyice çalkalayın. Bu karışımdan 10 ml. alarak 300 ml.lik erlene koyup 15 ml. potasyum florür çözeltisi ekleyerek, saf su ile seyreltikten sonra üzerine 5 damla oksitlenmiş ksilenol oranj damlatın. Çözelti soluk sarı ya da sarımsı yeşil bir renk almış olmalıdır. Rengi eflatuna çevirmek için; dikkatlice ve yeteri miktarda tampon çözeltisi ekleyin. Renk değişimi tamamlandığında ek olarak 2 ml. daha tampon çözeltisi ekleyip, EDTA çözeltisi ile eflatundan önce mavi ve sonunda yeşil renk alana kadar titre edin. (hacim : a)

Hesaplama : $a \times 3,177 = \dots$ [gr/lt] Cu

A3 3 Sodyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 10 ml. saf su ile seyreltin, 1 ml. potasyum iyodür çözeltisi ekleyin ve bulanıklığın ilk geçtiği ana kadar gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (Gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN

4-5

A3 4 Serbest sodyum hidroksit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %10 luk baryum klorür çözeltisi
- 2) Tropaeolin 000
- 3) 1 N hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin, 50 ml. baryum klorür çözeltisi ve 2 ml. Tropaeolin 000 ekleyin. Renk sarı ya da sarımsı turuncu olana kadar 1 N hidroklorik asit ile titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4 = \dots$ [gr/lt] NaOH

A3 5 Karbonat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %10 luk baryum klorür çözeltisi
- 2) Metil oranj
- 3) 0,5 N hidroklorik asit
- 4) Fenolftalein
- 5) 0,5 N kostik soda çözeltisi

Yöntem :

5 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 200 ml. saf su ile seyreltin ve kaynatın. 50 ml. baryum klorür çözeltisi ekleyip oluşan tortunun çökmesini bekleyin. Tortuyu filtre edip, turnusol kağıdı yıkama suyunu alkali olarak göstermeyinceye kadar kaynama sıcaklığındaki suyla dikkatlice yıkayınız. Tortuyu ölçerek erlene koyup üzerine 100 ml. su ve 2 damla metil oranj ekleyin ve 0,5 N hidroklorik asitle titre edin. Rengi değiştikten sonra fazladan 5 ml. 0,5 N HCl ekleyip 3 dakika kaynatın. Titrasyon miktarının hacmi, fazladan eklenen asidinki de dahil olmak üzere : a ml.

Çözelti oda sıcaklığına soğutulduğunda birkaç damla fenolftalein ekleyip renk kırmızıya dönene kadar 0,5 N kostik soda ile titre edin. Kostik soda hacmi : b ml.

Hesaplama : $(a - b) \times 2,65 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃

Kadmiyum Kaplama Çözeltileri

A4 1 Kadmiyum miktarının elektrolitik tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Sodyum siyanür
2) Sarı amonyum sülfat

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 200 ml.lik behere koyun, 2 gr. sodyum siyanür ve 150 ml. saf su ekleyin. 30 – 40 °C' ye kadar ısıtıp, bakır kaplı platin ya da amalgam kaplı pirinç katot kullanarak bu sıcaklıkta elektroliz edin. 30 dakika süre ile 2 – 3 A akım kullanıp, ardından kadmiyumun tamamı kaplanana kadar 5 – 6 A' de devam edin. Test çözeltisinden küçük bir örnek alarak biraz ısıtıp, daha sonra kaplanmamış kadmiyum kalıp kalmadığını anlamak için, üzerine sarı amonyum sülfat eklendiğinde sarı bir tortunun oluşup oluşmadığına bakın. Elektroliz tamamlanmışsa elektrodu dikkatlice suyla yıkayıp alkole daldırdıktan sonra 80 °C' de kurutun ve tartın. Elektrodun ağırlığında, kaplamadan dolayı oluşan artışın miktarı : a gr.

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Cd

A4 2 Ferrosiyanür kullanarak, titrasyonla çözeltideki kadmiyum miktarının tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %15 lik sodyum sülfat
2) Derişik hidroklorik asit
3) Amonyak
4) Potasyum ferrosiyanür çözeltisi (43,0693 gr/lt)
5) Uranil asetat indikatörü

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 400 ml.lik behere koyarak, kaynamakta olan sudan 100 ml. ve 30 ml. sodyum sülfat ekleyip soluk sarı renkli kadmiyum sülfat oluşması için bir süre bekleyin. Oluşan tortuyu filtre edip, bir miktar sodyum sülfat içeren sıcak suyun içine boşaltın. Ardından bir erlene dökün, 30 ml. hidroklorik asit ve 30 ml. su ekleyip kaynamaya

bırakın. Kükürt kokusu gidene kadar kaynattıktan sonra, 200 ml. saf su ile seyrelterek alkali olana kadar amonyak ekleyin. 80 °C' ye kadar ısıtın, uranil asetat indikatörü kullanarak potasyum demir siyanür çözeltisi ile e edin. (potasyum ferrosiyanür hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,79 = \dots$ [gr/lt] Cd

A4 3 Kadmiyum miktarının kompleksometrik tayini – 1. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tampon çözeltisi (70 gr. NH_4Cl + 570 ml. NH_3 1000 ml.ye seyreltilir)
 - 2) Erio T indikatörü
 - 3) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 4) %30 luk formaldehit

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, çizgiye kadar saf su doldurun. Balondaki karışımın 10 ml.sini bir erlene alıp 100 ml. saf su ile seyrelterek, 10 ml. tampon çözeltisi ve biraz Erio T ekleyin. Eğer renk hala mavi ise, duru mavi olana kadar damla damla 0,05 M EDTA ekleyin. Daha sonra 2 – 5 ml. kadar %30' luk formaldehit çözeltisi ekleyip, renk şarap kırmızısından maviye dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Renk değişiminden sonra ek olarak 2 ml. daha formaldehit çözeltisi katıp 0,05 M EDTA ile tekrar titre edin. Renk değişimini gözleyene kadar formaldehit ekleme işlemini yineleyin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,621 = \dots$ [gr/lt] Cd

A4 4 Kadmiyum miktarının kompleksometrik tayini – 2. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tampon çözeltisi ((70 gr. NH_4Cl + 570 ml. NH_3 1000 ml.ye seyreltilir)
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) Formaldehit çözeltisi
 - 5) 0,05 M EDTA

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, çizgiye kadar saf su doldurun. Balondaki karışımın 10 ml.sini bir erlene alıp 50 ml. saf su ile seyrelterek, 10 ml. tampon çözeltisi, 10 ml. amonyak, biraz metil timol mavisi ve 5 ml. formaldehit çözeltisi ekleyin. Karışımın rengi maviden önce kırmızıya dönene, sonrasında kül grisi veya renksiz olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Bu renk değişimi sağlandıktan sonra ek olarak 1 – 2 ml. daha formaldehit ekleyin. Eğer karışımın rengi değişirse tekrar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Renk değişimini gözleyerek, gerekli oldukça formaldehit ekleme işlemini yineleyin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,621 = \dots$ [gr/lt] Cd

A4 5 Kadmiyum miktarının kompleksometrik tayini – 3. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) Ksilanol oranj
 - 3) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl 1000 ml. ye seyreltilir)
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 10 ml. nitrik asit ekleyin (çözelti dumanlanır). 10 dakika boyunca kaynatıp oda sıcaklığına soğuttuğunuz çözeltiyi balonun çizgisine kadar saf su koyarak seyreltin. Karışımın 10 ml. yi 300 ml.lik bir erlene nakledin ve saf suyla seyreltikten sonra, biraz ksilenol oranj koyup, rengin sarıdan eflatuna dönmesine yetecek miktarda uratropin tampon çözeltisi ekleyiniz. Renk değiştiğinde fazladan olarak 2 ml. daha ekleyin, bu kez renk limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,621 = \dots$ [gr/lt] Cd

6-7-8

A4 6 Serbest sodyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Metil alkol
 - 2) Ditizon çözeltisi, % 0,1 lik
 - 3) 0,1 M kadmiyum sülfat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 200 ml.lik erlene koyun, üzerine 10 ml. metil alkol ve 5 ml. ditizon çözeltisi ekleyip, rengi sarımsı turuncudan kırmızıya dönene kadar 0,1 M kadmiyum sülfat çözeltisi ile titre edin. (kadmiyum sülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,96 = \dots$ [gr/lt] NaCN**A4 7** Toplam sodyum siyanür miktarı tayini – 1. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Mureksit
 - 2) Tampon çözeltisi (70 gr. NH_4Cl + 570 ml. NH_3 1000 ml. ye seyreltilir)
 - 3) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, balonu çizgiye kadar saf su ile doldurun. Karışımdan 20 ml. alarak 300 ml.lik erlene koyup çizgiye kadar saf su doldurun, bir tutam mureksit ve 10 ml. tampon çözeltisi ekleyin. Karışımın rengi eflatundan sarıya dönene kadar 0,1 M nikel sülfat çözeltisi ile titre edin. (nikel sülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 9,8 = \dots$ [gr/lt] NaCN**A4 8** Toplam sodyum siyanür miktarı tayini – 2. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 3) %25 lik kostik soda çözeltisi

Yöntem :

2 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir erlene koyup saf su ile seyrelttikten sonra, 25 ml. kostik soda ve 2 ml. potastum iyodür çözeltisi ekleyin ve 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. Değişmeyen, bulanık bir görüntü elde edene kadar çalkalayın. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,9 = \dots$ [gr/lt] NaCN

A4 9 Sodyum karbonat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 2) Fenolftalein
 - 3) 0,1 N HCl

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 200 ml.lik erlene koyun, 0,1 M nikel sülfat çözeltisinden serbest sodyum miktarını belirlerken kullanıldığı kadar ilave edin ve fenolftaleini indikatör olarak kullanarak, 0,1 N hidroklorik asitle çözelti renksiz hale gelene kadar titre edin. (hidroklorik asit hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,06 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3

Not : Serbest sodyum siyanürle bağ yapması için çözeltiliye nikel sülfat eklenir. Bu yöntem çözeltilide sodyum hidroksit olmadığı zaman doğru değeri verir. Eğer bu sağlanamamışsa aşağıdaki yöntemlerden birisi uygulanmalıdır.

A4 10 Sodyum hidroksit ve sodyum karbonat miktarları tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 2) %5 lik baryum klorür çözeltisi
 - 3) Fenolftalein
 - 4) 0,5 N HCl

Yöntem :

10 ar ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle A ve B gibi iki ayrı erlene koyun.

Örnek A:

0,1 M nikel sülfat çözeltisinden, siyanür miktarını belirleme yönteminde kullanılan 0,1 M kadmiyum sülfat kadar ekleyin. Birkaç damla fenolftalein damlatın ve renksiz olana kadar 0,5 M hidroklorik asitle titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Örnek B:

A örneğinde kullanılan miktarda nikel sülfat ekleyin, 20 ml. %5 lik baryum klorür çözeltisi ve birkaç damla fenolftalein ilave edip, renksiz olana kadar 0,5 N hidroklorik asitle titre ediniz. (HCl hacmi : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 5,3 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3
 $b \times 2 = \dots$ [gr/lt] NaOH

A4 9 Sodyum hidroksit ve sodyum karbonat miktarları tayini – 1.Yol

Eklenen kimyasallar :

- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
- 2) Fenolftalein
- 3) 1 N HCl
- 4) Metil oranj

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ve toplam siyanür miktarını belirlerken kullanılanın 5 katı nikel sülfat çözeltisi ekleyerek, birkaç damla fenolftalein damlatınız. Renk eflatundan şeffaf hale gelene kadar 1 N hidroklorik asitle titre edin. (Hacim : a ml.)

Çözeltiye birkaç damla metil oranj ekleyin ve renk sarıdan kırmızıya geçene kadar titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama :

$$(a - b) \times 4 = \dots \text{ [gr/lt] NaOH}$$
$$b \times 10,6 = \dots \text{ [gr/lt] Na}_2\text{CO}_3$$

Krom Kaplama Çözeltileri

A5 1 Krom trioksit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Amonyum biflorür
- 2) Derişik HCl
- 3) Potasyum iyodür çözeltisi (%10 + %0,1 KOH)
- 4) 0,1 N sodyum tiyosülfat
- 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

10 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su ile seyreltin. Hazırlanan çözeltiden 10 ml.yi 300 ml.lik erlene alarak 100 ml. saf su ile seyreltin, 2 gr. amonyum biflorür, 10 ml. derişik hidroklorik asit ve 5 ml. potasyum iyodür çözeltisi ekleyin. 0,5 ml. nişasta çözeltisini indikatör olarak kullanıp, mavi renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat ile titre edin. (Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 16,67 = \dots$ [gr/lt] CrO₃

A5 2 Krom III miktarı tayini – 1.Yol

Eklenen kimyasallar :

- 1) Sodyum peroksit
- 2) Derişik HCl
- 3) Potasyum iyodür çözeltisi (%10 + %0,1 KOH)
- 4) 0,1 N sodyum tiyosülfat
- 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

500 ml.lik balon jøjedeki çözeltinin (bkz. A5 1) 10 ml.sini bir pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltip, yaklaşık 0,2 gr. sodyum peroksit ilave edin ve 20-30 dakika süreyle kaynatın.

Soğuduktan sonra 2 gr. amonyum biflorür, 10 ml. derişik hidroklorik asit ve 5 ml. sodyum iyodür çözeltisi ekleyin. Bir önceki yöntemdeki gibi 0,1 N sodyum tiyosülfat ile titre edin. (hacim : b ml.)

2-3

$$\begin{aligned} \text{Hesaplama :} \quad & (b - a) \times 8,7 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cr III} \\ & (b - a) \times 12,668 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cr}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

a = Cr₂O₃ titrasyonunda kullanılan 0,1 N sodyum tiyosülfat hacmi [ml.]

b = Cr III titrasyonunda kullanılan 0,1 N sodyum tiyosülfat hacmi [ml.]

A5 3 Krom III miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk potasyum hidroksit
 - 2) %30 luk hidrojen peroksit
 - 3) %20 lik hidroklorik asit
 - 4) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 5) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi
 - 6) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

10 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jöjeye koyun, çizgiye kadar saf su ile doldurup seyreltin. Bu çözeltinin 10 ml.sini 300 ml.lik erlene alıp 10 ml. potasyum hidroksit çözeltisi ve 5 ml. hidrojen peroksit ekleyin. 20 dakika kaynatın, soğuduktan sonra 100 ml. saf su ile seyrelterek, 10 ml. potasyum iyodür çözeltisi ve birkaç damla nişasta çözeltisi ekleyin ve mavi renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. (Sodyum tiyosülfat çözeltisi hacmi : b ml.)

$$\begin{aligned} \text{Hesaplama :} \quad & (b - a) \times 8,7 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cr III} \\ & (b - a) \times 12,668 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cr}_2\text{O}_3 \end{aligned}$$

a = Cr₂O₃ titrasyonunda kullanılan 0,1 N sodyum tiyosülfat hacmi [ml.]

b = Cr III titrasyonunda kullanılan 0,1 N sodyum tiyosülfat hacmi [ml.]

A5 4 Sülfat miktarının gravimetrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (hacimce, 15 ölçek izopropil alkol + 7 ölçek derişik hidroklorik asit + 25 ölçek derişik asetik asit)
 - 2) Doymuş pikrik asit
 - 3) %10 luk baryum klorür çözeltisi

Yöntem :

10 ml. krom elektrolitini pipetle 250 ml.lik behere koyun, 75 ml. indirgeme çözeltisi ekleyerek 15-20 dakika kaynatın. Ilık saf su ile seyreltip 5 ml. pikrik asit ve 10 ml. baryum klorür çözeltisi ilave edin. 1-2 saat dinlendirip baryum sülfatı filtre edin. Filtreyi darası alınmış krozedde yakarak kül edin, soğuduktan sonra baryum sülfat ağırlığını ölçün. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 41,15 = \dots$ [gr/lt] SO₄"

A5 5 Sülfat miktarının gravimetrik tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Etil alkol
 - 2) %3 lük baryum klorür çözeltisi
 - 3) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 4) Erio T indikatörü
 - 5) 0,1 M çinko klorür çözeltisi
 - 6) Derişik HCl

Yöntem :

20 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 150 ml. saf su ile seyrelterek 20 ml. derişik hidroklorik asit ve 30 ml. etanol ekledikten sonra kromik asit indirgenene kadar kaynatın. İndirgeme tamamlandığında pipete çektiğiniz 10 ml. baryum klorür çözeltisini kaynamakta olan çözeltinin üzerine ilave edin. Çökelti oluşması için sıcak bir yerde yarım saat kadar bekletip mavi bant filtre kağıdından filtre edin. Filtrenin üzerindeki tortuyu sulandırılmış hidroklorik asitle, krom ya da baryum kalıntısı kalmayınca kadar yıkayın. Bir cam çubukla filtre kağıdını delerek, altına koyduğunuz bir

¹ Solt : J. Electrodepositors Tech.Soc. 22, sayfa 759.

² Weiner : Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb.
Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau/Wurt., (1968) sayfa 160.

5-6

miktar saf su doldurulmuş 500 ml.lik erlene daldırın. 200 ml. çizgisine kadar saf su doldurarak tam 20 ml. 0,1 M EDTA çözeltisi ve 20 ml. derişik amonyak ekledikten sonra, kaynama sıcaklığında, baryum sülfat tamamen çözünene kadar karıştırın. Soğutup 20 ml. derişik amonyak ve birkaç damla Erio T indikatörü (senyet tuzu) ekleyerek, rengi maviden kırmızıya dönene kadar 0,1 M çinko klorür çözeltisi ile titre edin. (0,1 M çinko klorür çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $(20 - a) \times 0,4805 = \dots$ [gr/lt] SO₄"

A5 6 Sülfat miktarının iyodometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi
 - 2) Baryum kromat çözeltisi (25 gr. BaCl₂ ile 20 gr. amonyum kromat suda çözülüp, zayıf alkali olana kadar amonyakla ayarlanır, birkaç dakika ısıtılıp mavi bant filtre kağıdından filtre edilir. İyice yıkanıp 100 °C' de kurutulur. Kuru tortunun 25 gr. kadarı 1000 ml.lik balon jojeye alınıp biraz saf su ve 100 ml. kadar derişik hidroklorik asit eklenir. Çözündüğü zaman saf suyla 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 3) Sodyum asetat
 - 4) Sodyum florür
 - 5) Potasyum iyodür
 - 6) %1 lik nişasta çözeltisi
 - 7) 0,01 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

Yöntem :

25 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 400 ml.lik bir behere koyun, üzerine 200 ml. indirgeme çözeltisi ekleyin. İlk hacminin 1/3' ü kalana kadar buharlaştırın. 20 ml. baryum kromat çözeltisi ilave edip, hala sıcakken katı sodyum asetat ekleyin. Çözeltiyi 1000 ml.lik balon jodedeki tortunun üzerine ilave edip biraz soğumasını bekledikten sonra, çizgiye kadar saf su ile doldurarak seyreltin. Bir bölümünü mavi bant filtre kağıdından kuru bir beherin içine süzüp, filtre edilen karışımın 20 ml.sini bir erlene alın. Yaklaşık 0,5 gr. katı sodyum florür ve ardından 0,5 gr. katı potasyum iyodür ekleyin. 100 ml. derişik hidroklorik asit ilave ederek 2 saat kapalı halde bekletin. Daha sonra 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile, mavi renk

¹ Weiner, Ney : Galvanotechnik 50 (1959) sayfa 66.

kaybolana kadar nişastaya karşı titre edin. (Sodyum tiyosülfat çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,6404 = \dots$ [gr/lt] SO₄"

Not : Çözeltide önemli miktarda renge aşırı duyarlı iyonların bulunması, renk değişimine ve işlemin sona erme zamanına etki eder. Bu durumda işlemin sona ereceği zamanı belirlemesi için telle durdurmalı büret kullanılması uygun olur.

A5 7 Demir miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk potasyum hidroksit
 - 2) %30 luk hidrojen peroksit
 - 3) %20 lik hidroklorik asit
 - 4) Derişik amonyak
 - 5) 0,1 N sodyum tiyosülfat
 - 6) %10 luk potasyum iyodür
 - 7) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 400 ml.lik erlene alarak 100 ml. su ile seyreltin, alkali tepkime yapması için yeteri miktarda %30 luk kostik soda çözeltisi ekleyin, ardından 5 ml. hidrojen peroksit ekleyerek kaynamaya bırakın. Demir (III) hidroksit çökeltisi oluştuğunda süzerek ılık suyla yıkayın. Filtredeki demiri 1:1 amonyakla çökeltirek süzüp ayırarak, tekrar, miktar olarak %20 lik hidroklorik asitte çözüp 300 ml.lik erlene alın. Soğuduktan sonra 15 ml. potasyum iyodür çözeltisi ekleyip, 3 dakika geçince serbest iyodürü, 1 ml. nişasta çözeltisini indikatör olarak kullanarak, mavi renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. (0,1 N sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,116 = \dots$ [gr/lt] Fe

8-9

A5 8 Demir miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk NaOH
 - 2) Sodyum peroksit
 - 3) 1:1 HCl
 - 4) Derişik amonyak
 - 5) Kalay-II-klorür çözeltisi (125 gr. SnCl₂.H₂O , 100 ml. derişik HCl de çözülüp saf su ile 1000 ml.ye tamamlanır.)
 - 6) Reinhardt-Zimmermann çözeltisi (67 gr. mangan sülfat 500 ml. suda çözülüp 138 ml. fosforik asit (1,87) ve 130 ml. derişik sülfürik asit eklenerek suyla 1 lt.ye seyreltilir.)
 - 7) Doymuş civa (II) klorür çözeltisi
 - 8) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 250 ml.lik behere koyun ve 50 ml. saf su ile seyrelterek, alkalileştirmeye yetecek miktarda sodyum hidroksit ekleyin. Ardından yaklaşık 2 gr. sodyum peroksit ilave ederek 15 dakika boyunca kaynatın. Soğuduktan sonra çökeltiyi süzerek miktar olarak 1:1 hidroklorik asitte çözüp amonyak ilave ettikten sonra kaynatın. Süzüp, yıkadıktan sonra tekrar 1:1 hidroklorik asitte çözerek bir erlene alın. Yeniden ısıtıp, sarı renk kaybolana kadar kalay II-klorür çözeltisi damlatın. Soğuduktan sonra 10 ml. civa (II)-klorür çözeltisi, 5 ml. Reinhardt-Zimmermann çözeltisi ve 200 ml. saf su ekleyin. Çözelti pembe renk alana kadar 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi ile titre edin. (Potasyum permanganat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,559 = \dots$ [gr/lt] Fe

A5 9 Bakır miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) Asetik asit
 - 3) Etil alkol
 - 4) Hidrojen sülfür

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere alıp 150 ml. su ile seyrelttikten sonra, 25 ml. derişik hidroklorik asit, 25 ml. asetik asit ve 25 ml. etil alkol ekleyin ve 20-25 dakika boyunca kaynatın. Ardından bakır

9-10-11

sülfür çökmesi durana kadar hidrojen sülfür ekleyin. Tortuyu kağıt filtreden süzüp tartın, az miktarda hidroklorik asit ve hidrojen sülfür içeren suyla yıkayın. Bakır sülfürü bakır okside dönüştürmek için, filtre kağıdını ve tortuyu bir krozede dikkatlice tutuşturup 2 saat boyunca yakın. Soğuduktan sonra bakır oksidi tartın. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 79,89 = \dots$ [gr/lt] Cu

A5 10 Bakır miktarı tayini – 1.Yol

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik hidroklorik asit
- 2) Asetik asit
- 3) Etil alkol
- 4) Nitrik asit

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alarak 100 ml. saf su ile seyreltin, 25 ml. derişik hidroklorik asit, 25 ml. asetik asit ve 25 ml. etil alkol ekleyin. 20-25 dakika kadar kaydattığınız karışıma, indirgenme işlemi bittikten sonra 30 ml. derişik nitrik asit ekleyip 2 A akımda elektroliz edin. Daha sonra elektrotları alkolde durulayıp ağırlığı tartın. (Kaplanan bakır ağırlığı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Cu

A5 11 Çözeltideki nikel miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Amonyak
- 2) Dimetil glioksim çözeltisi (20 gr. sodyum hidroksiti 900 ml. suyla seyrelterek, 10 gr. dimetil glioksim ve 50 ml. hidrojen peroksit ilave edip 1000 ml.ye seyreltin.)
- 3) Sodyum peroksit
- 4) Hidroklorik asit

11-12

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere koyup 50 ml. saf su ile seyreltin, 2 gr. sodyum peroksit ekleyip 15 dakika boyunca kaynatın. Mümkün olduğunca az miktarda hidroklorik asit ve gerektiği takdirde amonyak kullanarak çökeltiliyi eritin. İçindeki demiri ayırmak için mavi bant filtre kağıdından süzerek filtreyi yıkayıp, filtre edilmiş çözeltiliye 10 ml. dimetil glioksim ekleyin. 80 °C' ye kadar ısıtıp çökelti oluştuktan sonra darası alınmış porselen bir krozeye filtre edilir. Sıcak sudan geçirip 120 °C' de kurutun, soğuduğunda ağırlığını tartın. (Çökeltinin ağırlığı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 20,32 = \dots$ [gr/lt] Ni**A5 12 Çinko miktarı tayini**

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum klorür
 - 2) %0,1 lik metil oranj çözeltisi
 - 3) %0,1 lik bromtimol mavisi
 - 4) %20 lik diamonyum hidrojen fosfat çözeltisi
 - 5) Sodyum peroksit

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere koyun, 100 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 2 gr. sodyum peroksit ekleyerek yaklaşık 20 dakika kaynatın. Soğuduktan sonra hidroklorik asit ekleyerek asidik hale getirin, 5 gr. amonyum klorür, 5 damla metil oranj ve 5 damla bromotimol mavisi ilave edin. Çözelti turuncu – kırmızı renk alır. Renk sarımsı yeşile dönene kadar amonyak damlatın.

Eğer elektrolit demir içeriyorsa kahverengi bir tortu oluşur ki, siyah bant filtre kağıdından süzmek suretiyle ayrılabilir. Çözelti yeniden sarı renge alana kadar kaynatarak 20 ml. yeni hazırlanmış diamonyum hidrojen fosfat çözeltisi ekleyin, kum banyosunda bir saat bekletin. Çökelti oluştuğu zaman mavi bant filtre kağıdından süzün, porselen kroze de yavaşça tutuşturup yakın ve soğuduğunda ağırlığını tartın. (çökeltinin ağırlığı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 85,82 = \dots$ [gr/lt] Zn

A5 13 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. sodyum disülfür
 - 2) Nitrik asit
 - 3) %5 lik gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 20 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere koyup 100 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, Cr (IV)' ün hepsi indirgenene kadar yaklaşık 4 gr. sodyum disülfür ekleyin, 20 ml. nitrik asit ve 10 ml. gümüş nitrat çözeltisi ilave edin. Çökelti oluştuğunda cam filtreden (gooch krozesi) süzüp 105 °C' de kurutarak çökeltinin ağırlığını tartın. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 22,37 = \dots$ [gr/lt] Cl'

A5 14 Bakır, çinko ve nikel miktarlarının tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) Derişik asetik asit
 - 3) Etil alkol
 - 4) Derişik amonyak
 - 5) Mureksit - NaCl ile 1:100
 - 6) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 7) 1 N nitrik asit
 - 8) %20 lik tiyoglikolik asit
 - 9) Timolftalekson
 - 10) 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisi
 - 11) 1 N hidroklorik asit
 - 12) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 13) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml. ye seyreltilir)
 - 14) 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi
 - 15) Ksilanol oranj

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 20 ml.yi pipetle 1000 ml.lik behere koyup 500 ml. çizgisine kadar saf su ile seyreltin. 25 ml. derişik hidroklorik asit, 20 ml. derişik asetik asit ve 25 ml. etil alkol ekleyerek, çözeltiyi kromik asidin indirgenmesi tamamlanana kadar 30 - 40 dakika kadar kaynatın. Ardından sıcak haldeki çözeltiye Cr (III), Fe ve Al çökmesini sağlamak için amonyak ekleyin. Amonyak eklenmeden önce çözeltinin hacmi en az 250 ml. olmalıdır.

Karışımı filtre edip filtre üzerinde kalan tortuyu birkaç defa sıcak suyla yıkayın. Filtratı ve yıkanmış tortuyu 500 ml. lik balon jofeye koyarak 500 ml.ye tamamlanana kadar saf su ekleyip seyreltin. Bu çözeltinin 100 ml.sini 300 ml.lik erlene alıp 3 ml. derişik amonyak ve biraz mureksit ekleyerek rengi sarıdan eflatuna dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA çözeltisi hacmi : a ml.)

Çözeltinin 100 ml.sini pipetle 300 ml.lik erlene alın, 1 N nitrik asit ekleyerek hafifçe asidik hale getirdikten sonra %20 lik tiyoglikolik asit damlatın. Eğer çözeltide bakır varsa kırmızımsı kahverengi renk belirmeye başlar ve tiyoglikolik asit eklendikçe sarı renkli çökelti oluşur. Bu durumda tortu yeniden çözülene kadar 10 – 25 ml. derişik amonyak ekleyin. Çözeltinin rengi artık açık kahverengi ya da sarımsı kahverengiye döner. Dikkatli bir şekilde ölçülmüş 0,05 M EDTA çözeltisinden bir miktar ekleyin. Eğer nikel mevcutsa çözeltinin rengi kahverengiden soluk maviye dönecektir. 150 – 200 ml. olana kadar saf su ile seyreltip timolftalekson ekledikten sonra, fazla EDTA' yı 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisiyle geri titre edin. Renk kuvvetli mavi olduğunda titrasyon tamamlanır. (EDTA hacmi – CaCl₂ hacmi = b ml.)

Seyreltilmiş çözeltinin 100 ml.sini 300 ml.lik erlene alarak 1 N hidroklorik asitle hafif asidik hale getirip, erimiş olan çökelti yeniden oluşana kadar %10 luk tiyokarbamin çözeltisi ekleyin. Ardından ek olarak 3 ml. daha tiyokarbamin koyun. Uratropin tampon çözeltisini kullanarak pH 5,5' a ayarlayıp 150 ml.çizgisine kadar saf su koyarak seyreltin. 5 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ekleyip fazla EDTA' yı 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi ile titre edin. Bu işlem esnasında kullanılacak olan ksilenol oranj indikatörü limon sarısından eflatuna dönüşür. (EDTA hacmi – kurşun nitrat hacmi = c ml.)

Hesaplama : b x 0,7336 = . . . [gr/lt] Ni
 (c – a) x 0,8172 = . . . [gr/lt] Zn
 (a – c) x 0,7945 = . . . [gr/lt] Cu

Not : Eğer çözeltide nikel mevcut değilse, EDTA ile titre etme işlemi tiyokarbamin eklenmesinden hemen sonra yapılabilir. Eklenen miktar (c ml.), çinkonun hesaplanmasında kullanılabilir.

A5 15 Florür miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik sodyum hidroksit
 - 2) 1:1 hidrokorik asit
 - 3) 0,1 M kalsiyum klorür çözeltisi
 - 4) 0,1 N amonyak
 - 5) 0,02 N hidroklorik asit
 - 6) %5 lik amonyum nitrat çözeltisi
 - 7) Timolftalekson
 - 8) Derişik amonyak
 - 9) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 20 ml.yi pipetle 250 ml.lik balon jøjeye koyup 20 ml. saf su ile seyrelterek 50 ml. %25 lik sodyum hidroksit çözeltisi ekledikten sonra kaynatın. Oda sıcaklığına soğumasını bekleyip kalan hacmi saf su ile doldurun. Mavi bant filtre kağıdından süzüp 50 ml.sini 400 ml.lik behere alarak, metil kırmızısıyla zayıf asit reaksiyonu sağlanana kadar seyreltik hidroklorik asit katın. 25 ml. 0,1 M kalsiyum klorür çözeltisi ilave edip metil kırmızısına karşı, kırmızı renk tamamen kaybolana kadar 0,1 N amonyakla nötralize edin. Hafif pembe renk alana kadar 0,02 N hidroklorik asit damlatıp (pH 4,5) 15 dakika boyunca kaynattıktan sonra, gece boyunca oda sıcaklığında bırakın. Sabahleyin filtre hamurundan süzüp, kalan tortuyu 10 ml. %5 lik amonyum nitrat çözeltisi ile 3 kez yıkayın. Filtre edilen çözeltiyi ve tortuyu tekrar karıştırıp 30 ml. derişik amonyak ve biraz timolftalekson ekleyin. Renk sarıya dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.) Eksik değer, krom elektroliti atlanmak suretiyle aynı eklemeler yapılarak elde edilir. (hacim : b ml.)

Hesaplama :

$$(b - a) \times 0,5 = \dots [\text{gr/lt}] \text{NaHF}$$
$$(b - a) \times 0,6 = \dots [\text{gr/lt}] \text{H}_2\text{SiF}_6$$

¹ Borchert : Massanalytische Schnellmethoden.

VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966), sayfa 85.

A5 16 Florür miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik sodyum hidroksit
 - 2) 1:1 hidroklorik asit
 - 3) %10 luk kalsiyum klorür çözeltisi
 - 4) Derişik amonyak
 - 5) Derişik asetik asit
 - 6) Derişik nitrik asit
 - 7) Amonyum oksalat
 - 8) Amonyum klorür
 - 9) %10 luk sülfürik asit
 - 10) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 250 ml.lik balon jøjeye koyup 20 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, %25 lik kostik soda çözeltisi ekleyip devamlı çalkalayarak kaynatın. Çözelti kesin şekilde alkali reaksiyonu göstermelidir. Oda sıcaklığına soğumasını bekleyip, kalan hacmi saf su ile doldurup seyrelttikten sonra kuru bir filtreden süzün. Süzölmüş karışımın 100 ml.sini 400 ml.lik behere alıp 1:1 hidroklorik asit ilave ederek hafifçe asidik hale getirin. 10 ml. %10 luk karbonatsız kalsiyum klorür çözeltisi ekleyip, amonyak ilavesiyle zayıf alkali hale getirin. Ardından bikromatın altın rengi ortaya çıkana kadar asetik asit katın. Gereksiz miktarda asetik asit eklemekten kaçının. Çözeltiyi ısıtmak çökeltinin pıhtılaşmasını hızlandıracaktır. Daha sonra mavi bant filtre kağıdından süzüp dikkatlice yıkayın.

Tortuyu filtreyle birlikte behere aktarıp 5 ml. derişik nitrik asit ilave ederek çözün. 250 ml. saf su ekleyerek seyreltip, kaynama noktasına kadar ısıttıktan sonra 5 gr. amonyum oksalat ve 5 gr. amonyum klorür ilave edin. tekrar kaynatıp bir kez daha filtre edin. Filtrenin üzerinde kalan tortuyu sıcak suyla yıkayıp, bir erlene koyduğunuz tortu ve filtre kağıdının üzerine 100 ml. %10 luk sülfürik asit ekleyin. 60 – 80 °C' ye kadar ısıtıp, sıcak halde iken 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi ile titre edin. (KMnO₄ hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,4 = \dots$ [gr/lt] HF
 $a \times 0,452 = \dots$ [gr/lt] H₂SiF₆

¹ Borchert : Massanalytische Schnellmethoden.

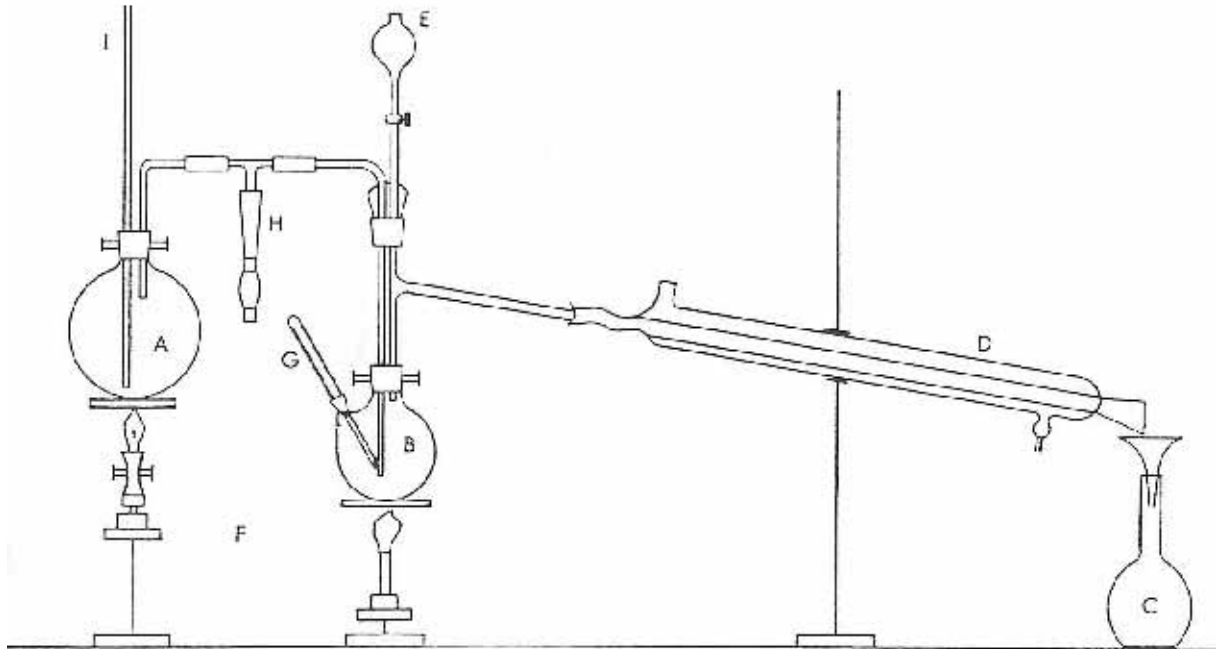
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966), sayfa 84.

A5 17 Çözeltideki florürlerin miktarlarının tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N sodyum florür çözeltisi
 - 2) 0,05 N zirkonyum oksiklorür çözeltisi
 - 3) Monoklor asetik asit tampon çözeltisi (9,448 gr. monoklor asetik asit + 50 ml. 1 N NaOH karışımı, 100 ml.ye seyreltilir.)
 - 4) Sodyum alizarin sülfonat indikatörü (0,5 gr. sodyum alizarin sülfonat 100 ml. saf suda çözülür.)
 - 5) %2 lik sodyum hidroksit
 - 6) HCl çözeltisi (10 ml. derişik HCl 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 7) Derişik sülfürik asit
 - 8) Hidrazin sülfat

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden pipetle 25 ml. alarak 500 ml.lik yuvarlak altlı balona koyup, suyla 50 ml.ye seyreltin. Balonu akmakta olan soğuk suyun altına tutup devamlı çalkalayarak, çözeltinin rengi koyu yeşil olana kadar yeteri miktarda hidrazin sülfat ekleyin. Balonun içine biraz deniz kumu atıp, yağlayıcı olarak silikon yağı kullanarak deney aletlerini aşağıdaki şekilde gösterildiği gibi hazırlayın.



A - Buhar üretici

B - Çift boyunlu
seyreltme şişesi

C - 500 ml. balon joje

D - Liebig soğutucusu

E - Ayırma hunisi

F - Bunsen ocağı

G - Damıtma termometresi

H - Buhar regülatörü

I - Buhar çıkışı

Buhar üreticinin içindeki kaynayan su miktarının sabit kalmasına ve soğutma suyunun düzenli şekilde akmasına özen gösterin. 500 ml.lik balon jöneyi alıcı kap olarak kullanın.

Deney düzeneğini kurduktan ve çift boyunlu seyreltme şişesindeki indirgeme karışımı kaynamaya başladıktan sonra, ayırma hunisinden yavaşça 50 ml. sülfürik asit ilave edin. Damıtma sıcaklığını 133 °C ile 136 °C arasında tutun. Damıtığı saf su ile 500 ml.ye seyreltip iyice çalkalayın. İki adet 500 ml.lik erlene pipetle 200' er ml. koyarak 10 damla indikatör çözeltisi ekledikten sonra, kalıcı pembe renk elde edene kadar sodyum hidroksitle, ardından renk yeniden sarıya dönene kadar hidroklorik asitle titre edin.

2 ml. tampon çözeltisi ilave edip, aşağıda verilen referans çözeltisiyle aynı tonda kalıcı pembe renk kesin olarak belirinceye kadar zirkonyum oksiklorür çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.)

Referans çözeltisinin hazırlanması :

500 ml. erlene 10 ml. sodyum florür çözeltisi koyup yaklaşık 250 ml.ye kadar saf su ile seyreltin. 10 damla indikatör çözeltisi damlatıp renk sarı olana kadar hidroklorik asitle titre edin. Üzerine 2 ml. tampon çözeltisi ilave edip zirkonyum oksit çözeltisiyle titre edin. (hacim : b ml.)

$$\text{Zirkonyum oksiklorür çarpanı : } F = \frac{20}{b}$$

$$\begin{aligned} \text{Hesaplama : } \quad a \times F \times 0,095 &= \dots [\text{gr/lt}] F' \\ a \times F \times 0,1185 &= \dots [\text{gr/lt}] \text{SiF}_6 \end{aligned}$$

Kobalt Kaplama Çözeltileri

A6 1 Kobalt miktarının kompleksometrik tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) Amonyak
2) Mureksit
3) 0,01 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Kobalt kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 1000 ml.lik balon jøjeye alıp çizgiye kadar saf su doldurun. 10 ml.sini bir erlene koyarak 100 ml. saf su ile seyreltin, az miktarda mureksit ve sarı renk elde etmeye yetecek kadar amonyak ekleyin. Ardından 0,01 M EDTA çözeltisi ile renk değişene kadar titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,357 = \dots$ [gr/lt] Co

Not : Eğer titrasyon esnasında çözelti turuncu renge dönerse, sarı olana kadar damla damla amonyak ilave ediniz.

A6 2 Kobalt miktarının kompleksometrik tayini (pirokatekin moru kullanarak)

Eklenen kimyasallar : 1) Tampon çözeltisi (1 N NH₄Cl + 1 N NH₃)
2) Pirokatekin moru
3) 0,01 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Kobalt kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 1000 ml.lik şişeye alıp çizgiye kadar saf su doldurun. 10 ml.sini bir erlene koyarak 100 ml. saf su ile seyreltip, 10 ml. tampon çözeltisi ve 0,3 ml. indikatör ilave ettikten sonra rengi maviden mora dönene kadar 0,01 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,357 = \dots$ [gr/lt] Co

¹ Flaschka : Microchim. Akta 39 (1952).

3-4

A6 3 Kobalt miktarının kompleksometrik tayini
(ksilenol oranj kullanarak)

Eklenen kimyasallar : 1) Sodyum asetat
2) Ksilenol oranj
3) 0,01 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Kobalt kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 1000 ml.lik şişeye alıp çizgiye kadar saf su doldurun. 10 ml.sini bir erlene koyarak 150 ml. saf su ile seyreltin, kaynayana kadar ısıttıktan sonra pH 5-6 olana kadar sodyum asetat ilave edin. Ardından 0,1 ml. ksilenol oranj ekleyerek, rengi mordan sarıya dönene kadar 0,01 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,357 = \dots$ [gr/lt] Co

A6 4 Klorür miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 0,1 N gümüş nitrat
2) %5 lik potasyum kromat

Yöntem :

Kobalt kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle erlene alıp saf su ile seyreltin, 0,5 ml. potasyum kromat ilave edip kırmızımsı renk alana kadar 0,1 N gümüş nitrat ile titre edin. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,709 = \dots$ [gr/lt] Cl'

A6 5 Borik asit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Karma indikatör (alkolde eritilmiş 1 gr. bromokresol moru ve 0,2 gr. bromtimol mavisi)
 - 2) 0,1 N NaOH
 - 3) 0,1 N HCl
 - 4) Mannitol

Yöntem :

10 ml. kobalt kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye alıp çizgiye kadar saf su ile tamamlayarak seyreltin. Karışımın 20 ml.sini 300 ml.lik erlene koyup 5-10 damla karma indikatör damlatın. Eğer renk sarı ise, değişene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. Mavi ise titrasyonda 0,1 N HCl kullanın. Elde edilen çözeltiye 1,5 gr. mannitol katarak renk değişimi gözlenene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,09 = \dots$ [gr/lt] H_3BO_3

Asitli Bakır Kaplama Çözeltileri

A7 1 Bakır miktarının elektrolizle tayini

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 20 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alıp 300 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 3 saat boyunca 3 amperde elektroliz edin. Elektrotları durulayıp kuruttuktan sonra kaplanmış bakırın ağırlığını tartın. (ağırlık : a gr.)

Hesaplama : $a \times 50 = \dots$ [gr/lt] Cu

Not : Eğer titrasyon esnasında çözelti turuncu renge dönerse, sarı olana kadar damla damla amonyak ilave ediniz.

A7 2 Bakır miktarının volumetrik tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi
- 2) 6 N sülfürik asit
- 3) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
- 4) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 400 ml.lik erlene alarak 100 ml. saf su ekleyip seyreltin. 10 ml. 6 N sülfürik asit ve 10 ml. %10 luk potasyum iyodür çözeltisi koyun. Üzerine saat camı kapatarak 5 dakika bekletin. 2-3 ml. nişasta çözeltisi ilave edip iyice çalkaladıktan sonra, soluk sarı renk alana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. (0,1 N sodyum tiyosülfat miktarı : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,28 = \dots$ [gr/lt] Cu
 $a \times 4,99 = \dots$ [gr/lt] $\text{CuSO}_4 \times 5\text{H}_2\text{O}$

3-4

A7 3 Serbest sülfürik asit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 N sodyum hidroksit çözeltisi
2) %1 lik metil oranj çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 350 ml.lik erlene alarak 5 damla metil oranj damlatın ve indikatörün rengi değişene kadar 1 N sodyum hidroksit çözeltisi ile titre edin. (sodyum hidroksit hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,9 = \dots$ [gr/lt] H₂SO₄

A7 4 Klorür miktarınının gravimetrik tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik HNO₃
2) %5 lik gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere koyup 100 ml. saf su ile seyrelterek, 20 ml. derişik HNO₃ ve 20 ml. gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. Çökelti oturunca cam filtreden süzün, ağırlık sabit kalıncaya kadar 100 °C sıcaklıkta kurutun ve kuru AgCl' yi tartın. (ağırlık : a gr.)

Hesaplama : $a \times 2,974 = \dots$ [gr/lt] Cl'
 $a \times 4,078 = \dots$ [gr/lt] NaCl

A7 5 Klorür miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. derişik HNO₃
 - 2) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi
 - 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 4) 0,01 M EDTA çözeltisi
 - 5) Derişik amonyak
 - 6) Potasyum tetrasiyano nikolat
 - 7) Mureksit – NaCl 1:100

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle 250 ml.lik behere alarak 2 ml. nitrik asit damlatın. 10 ml. potasyum permanganat ve 10 ml. gümüş nitrat ekleyerek çökelti iyice pıhtılaşana kadar karıştırın. 10 dakika bekleyip No.40 Whatman kağıdından süzerek, durulama suyunda bakır kalmayınca kadar nitrik asitle hafifçe asidik hale getirilmiş saf su kullanarak yıkayın. Durulama işlemi sona erince filtreyi 300 ml.lik erlene koyup gümüş klorürü yaklaşık 10 ml. amonyakta eriterek 100 ml.ye kadar saf su ile seyreltin. Bir tutam potasyum tetrasiyano nikolat ilave edip 50 °C' ye kadar ısıtın. Bir tutam mureksit ekleyip renk turuncu-sarıdan eflatun olana kadar 0,01 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 0,709 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cl}'$$
$$a \times 1,169 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ NaCl}$$

A7 6 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik sülfürik asit
 - 2) P.a. çinko tozu
 - 3) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alarak 100 ml. saf su ile seyrelterek, 25 ml. derişik sülfürik asit ve 20 gr. çinko tozu ekleyiniz. Soğumasını bekleyip No.42 Whatman kağıdından 500 ml.lik erlene süzünüz. Filtreyi yıkayıp soluk pembe renk elde edene kadar 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi ile titre ediniz. (potasyum permanganat hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 0,558 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Fe}$$

Not : Bu yöntemin doğru sonuç vermesi için demir yoğunluğu 0,8 gr/lt ' den az olmamalıdır.

Siyanürlü Bakır Kaplama Çözeltileri

A8 1 Bakır miktarının elektrolizle tayini

Eklenen kimyasallar : 1) p.a. derişik HNO_3
2) Derişik H_2SO_4

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 400 ml.lik uzun bir behere alıp 10 ml. derişik derişik HNO_3 ve 10 ml. derişik H_2SO_4 ekleyin. Çözelti dumanlanmaya başlayana kadar, kaynatma levhasının üzerinde ısıtın. Soğutup dikkatlice 350 ml. saf su ekleyin, platin elektrotlar kullanarak yaklaşık 2 saat boyunca 2 amperde elektroliz edin. Elektrolizden sonra tartılan ağırlığı önceki ağırlıktan çıkarın. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 200 = \dots$ [gr/lt] Cu

A8 2 Bakır miktarının volumetrik tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Amonyum persülfat
2) Derişik H_2SO_4
3) KCNS-KI çözeltisi (400 gr. KCNS + 100 gr. KI 1000 ml. suda çözülür.)
4) Sodyum tiyosülfat çözeltisi (39 gr/lt sodyum tiyosülfat)
5) Nişasta çözeltisi (20 gr/lt nişasta)

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene alarak, 8 gr. amonyum persülfat ve 20 ml. derişik sülfürik asit ekleyin (çözelti dumanlanır.) Bu çözeltiyi beyaz dumanlar çıkmaya başlayana kadar ısıtın. Soğuduktan sonra 100 ml. saf su ekleyin ve tekrar soğutup, 20 ml. KCNS-KI çözeltisi ve 3 ml. nişasta çözeltisi ilave edin. Kırmızımsı beyaz renk sabit kalıp en az 3 dakika süreyle görünür kalması durumuna ulaşılan kadar sodyum tiyosülfatla titre edin. (sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a = \dots$ [gr/lt] Cu

2

A8 2 hakkında not :

Eğer 39 gr/lt sodyum tiyosülfat yerine 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi kullanılacak olursa, hesaplamada a' nın çarpanı 0,636 olur.

A8 3 Bakır miktarının kompleksometrik tayini – 1.Yol¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. amonyak
 - 2) %30 luk p.a. hidrojen peroksit
 - 3) %5 lik gümüş nitrat çözeltisi
 - 4) Mureksit – NaCl 1:100
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jöjeye alarak çizgiye kadar saf su doldurun. Karışımın 5 ml.sini 300 ml.lik erlene alarak 50 ml. saf su ile seyreltin, sırasıyla 5 ml. amonyak, 2-3 ml. hidrojen peroksit ve 2-3 ml. gümüş nitrat ekleyin. Mureksit ilave edip renk mor olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (0,05 M EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 6,35 = \dots$ [gr/lt] Cu

A8 4 Bakır miktarının kompleksometrik tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amino asetik asit
 - 2) Hidrojen peroksit
 - 3) Tampon çözeltisi (570 ml. NH₄OH + 70 gr. NH₄Cl 1000 ml.ye seyreltilir)
 - 4) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 5) Mureksit – NaCl 1:100

Yöntem :

Kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene alarak 30 ml. saf su ile seyreltin, 2 gr. amino asetik asit ve 3 ml. hidrojen peroksit ekleyin. Yavaş yavaş ısıtarak 8-10 dakika boyunca kaynatın. Yine yavaş yavaş soğutup 15 ml. tampon çözeltisi ve Mureksit–NaCl karışımı ekledikten sonra mor renk alana kadar 0,1 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,27 = \dots$ [gr/lt] Cu

¹ Dubsky : Metalloberfläche 21 (1967) 5, sayfa 134-135.

5-6

A8 5 Siyanür miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Amonyak
- 2) Potasyum iyodür çözeltisi 100 gr/lt
- 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene alarak 150 ml. saf su ile seyreltin, 3 damla amonyak ve 1 ml. potasyum iyodür çözeltisi ekleyin. Çözelti beyaz dumanlı bir görüntü alana kadar 0,1 N gümüş nitratla titre edin. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN
 $a \times 1,30 = \dots$ [gr/lt] KCN

A8 6 Çözeltideki toplam siyanür miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik fosforik asit
- 2) %25 lik kostik soda
- 3) Potasyum iyodür çözeltisi 100 gr/lt
- 4) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle alarak üzerine musluklu huni oturtulmuş damıtma ünitesine koyup, 200 ml. saf su ile seyreltin. Musluklu huniye 20 ml. fosforik asit, alıcıya ise 20 ml. %25 lik kostik soda koyun. Ardından musluklu huniyi açarak 30 dakika kadar damıtın. Aletleri durulayıp, damıtığa 1 ml. potasyum iyodür ekledikten sonra beyaz dumanlı bir görüntü alana kadar 0,1 N gümüş nitratla titre edin. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN
 $a \times 1,30 = \dots$ [gr/lt] KCN

A8 7 Çözeltideki karbonat miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk $BaCl_2$ çözeltisi
 - 2) Metil oranj
 - 3) 1 N hidroklorik asit
 - 4) 1 N kostik soda

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alarak 200 ml. saf su ile seyreltin, 30 ml. baryum klorür ekleyin. Çökelti oluşumu sabitlenince mavi bant filtre kağıdından filtre edip, çökeltiyi dikkatlice sıcak suyla yıkayın. Ardından filtre kağıdı ve çökeltiyi 300 ml.lik erlene koyup, 100 ml. saf su, 25 ml. 1 N hidroklorik asit ve birkaç damla metil oranj ilave ederek indikatör renk değiştirene kadar 1 N kostik soda ile titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama :

$$(25 - a) \times 5,3 = \dots [\text{gr/lt}] Na_2CO_3$$
$$(25 - a) \times 6,91 = \dots [\text{gr/lt}] K_2CO_3$$

A8 8 Çözeltideki karbonat miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Cıva(II) klorür çözeltisi
 - 2) Metil oranj
 - 3) 1 N hidroklorik asit

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene alarak 100 ml. saf su ile seyreltin, sodyum ya da potasyum siyanür içeriği hacmine eşit hacimde ve banyonun bakır içeriğinin iki katı doymuş cıva(II) klorür çözeltisi ekledikten sonra, 5-6 damla metil oranj damlatın. Sarı renk turuncuya dönene kadar 0,1 N hidroklorik asitle yavaş yavaş titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 5,3 = \dots [\text{gr/lt}] Na_2CO_3$$
$$a \times 6,91 = \dots [\text{gr/lt}] K_2CO_3$$

9-10

A8 9 Çözeltinin içerdiği hidroksit miktarını tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 N sülfürik asit
2) Epsilon mavisi (1 gr/lt , suda çözünmüş)

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene alarak 25 ml. saf su ile seyreltip 4-6 damla Epsilon mavisi damlatın. Erleni düzenli şekilde ve yavaş yavaş döndürerek, renk mavimsi mordan turuncu-sarıya dönene kadar 1 N sülfürik asitle titre edin. (H_2SO_4 hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,24 = \dots$ [gr/lt] KOH
 $a \times 1,6 = \dots$ [gr/lt] NaOH

A8 10 Çinko miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik HNO_3
2) Derişik H_2SO_4
3) %20 lik NaOH

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alarak, 15 ml. derişik HNO_3 , ve 15 ml. derişik H_2SO_4 ekleyin (çözelti dumanlanır), beyaz buhar oluşumu gözlenene kadar kaynatın. Soğutup 300 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, tüm bakır miktarı harcanana kadar elektroliz edin. Ardından elektrotları dikkatlice durulayıp, çözeltiye pH 13 yapmaya yetecek miktarda %20 lik NaOH ekleyerek, ağırlığı bilinen bakır kaplı platin elektrotlarla 2 A akımda yaklaşık 1 saat süreyle tekrar elektroliz edin. (Elektroliz öncesi ve sonrası ağırlık farkı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Zn

A8 11 Çözeltilerdeki sülfür iyonu miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk baryum klorür çözeltisi
 - 2) Nişasta çözeltisi
 - 3) 0,1 N iyodür çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere alarak, 200 ml. saf su ile seyreltip, 30 ml. %30 luk baryum klorür çözeltisi ekleyin. $BaCO_3$ ve $BaSO_3$ çökeltisini filtre edip sıcak suyla iyice yıkayın. Çökeltiyi bir erlene alıp 200 ml. saf su ve 2 ml. nişasta çözeltisi ekleyin, mavi rengin ilk görüldüğü ana kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin. (iyodür hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,6303 = \dots$ [gr/lt] Na_2SO_3

A8 12 Siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasal :
- $NiSO_4 \cdot 7H_2O$ çözeltisi
(14,328 gr/lt $NiSO_4 \cdot 7H_2O$)

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin, bulanık bir görüntü elde edene kadar nikel sülfat çözeltisi ile titre edin. (nikel sülfat çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,625 = \dots$ [gr/lt] NaCN
 $a \times 0,794 = \dots$ [gr/lt] KCN

A8 13 Çinko miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tiyokarbamin çözeltisi
 - 2) Derişik nitrik asit
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl , 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

13-14

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun, 10 ml. derişik nitrik asit ekleyip 10 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup saf su ile 100 ml.ye seyrelterek, mavi renk kaybolana kadar dikkatlice %10 luk tiyokarbamin çözeltisi ekleyin. Fazladan 2 ml. daha tiyokarbamin ekleyip 100 ml. saf su ile seyreltin, metil timol mavisi ve rengi sarıdan maviye değiştirmeye yetecek miktarda uratropin tampon çözeltisi ilave edin. Limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,3269 = \dots$ [gr/lt] Zn**A8** 14 Demir miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) %10 luk amonyum florür çözeltisi
 - 3) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl , 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 6) Ksilanol oranj
 - 7) 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 10 ml. nitrik asit ekleyip 10 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup 15 ml. amonyum florür çözeltisi ilave edin, test çözeltisi renksiz ve tamamen berrak olana kadar yavaş yavaş tiyokarbamin ekleyin. Fazladan 2 ml. daha tiyokarbamin ekleyin, 5 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi koyarak, uratropin tampon çözeltisi ilavesiyle pH değeri 5,5 olana kadar ayarlayın. Ksilanol oranj katıp, renk sarıdan eflatuna dönene kadar kurşun nitrat çözeltisiyle titre edin. (kurşun nitrat hacmi : a ml.) Renk değiştikten sonra, kontrol için fazladan birkaç damla daha tampon çözeltisi damlatın. Renkte bir değişme olmamalıdır.

Hesaplama : $(5 - a) \times 0,2793 = \dots$ [gr/lt] Fe

A8 15 Roşel (senyet) tuzu miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk hidroklorik asit
 - 2) 1 M sodyum asetat çözeltisi
 - 3) %10 luk kurşun(IV) asetat çözeltisi
 - 4) Derişik amonyak
 - 5) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 6) Ksilenol oranj
 - 7) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. %10 luk nitrik asit ekleyerek 5 dakika boyunca kaynatın. Oda sıcaklığına soğuttuktan sonra, çizgiye kadar saf su ile doldurup iyice çalkalayın. Eğer çözelti bulanıksa kuru bir filtreden süzün. Süzülen sıvının 10 ml.sini 250 ml.lik balon jøjeye koyun, 20 ml. 1 M sodyum asetat çözeltisi ve 25 ml. kurşun(IV) asetat çözeltisi ilave ederek 15 dakika bekleyin. Kaynamakta olan sudan 80 ml. ve 5 ml. de derişik amonyak ekledikten sonra tekrar kaynatıp oda sıcaklığına soğutarak işaretli yere kadar saf su doldurun ve kuru bir filtreden süzün.

Süzülen sıvının 100 ml.sini 300 ml.lik bir erlene koyun, üzerine mavi renk kaybolana kadar 10 ml. tiyokarbamin ilave edin. Daha sonra ksilenol oranj ve rengi eflatuna çevirmeye yetecek miktarda sodyum asetat katın. Renk eflatun olduğunda, limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Sodyum asetat eklendiğinde çözeltinin rengi eflatuna dönmemelidir. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 10,5 = \dots$ [gr/lt] Roşel tuzu

¹ Borcherd : Massanalytische Schnellmethoden.

VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966), sayfa 144.

16-17

A8 16 Yüzey etkin madde miktarının kompleksometrik tayini¹

Eklenen kimyasal : %1 lik tri-n-bütil fosfat çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 50 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene alarak 100 ml. saf su ile seyreltin. Ardından tri-n-bütil fosfat çözeltisiyle titre edin. Titrasyonun tamamlanıp tamamlanmadığını anlamak için erleni sertçe çalkalayın. Köpüklenme kalmamışsa titrasyon işlemi tamamlanmış demektir. Her çalkalamadan sonra 20 saniye bekleyin. Tri-n-bütil fosfat eklemeleri her defasında 1'er ml. olarak yapılmalıdır. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times F = \dots$ [gr/lt] Yüzey etkin madde

Not :

F çarpanını belirlemek için saf bakır kaplama çözeltisi ve miktarı bilinen ıslatma kimyasalı ile yukarıda verilen yöntemi uygulayın.

$$F = \frac{\text{ıslatma kimyasalı (ml.)}}{\text{Hacim}}$$

A8 17 Tiyosiyanat miktarı tayini²

Eklenen kimyasallar :

- 1) BaCl₂ , %2,5 luk çözelti
- 2) p.a. bromür
- 3) HNO₃ çözeltisi
- 4) H₂O₂

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere alarak, 100 ml. (1:8) HNO₃ ekleyip çökelti yoğunlaşınca kadar ısıtın (gaz çıkışı olur). Beheri sıcak levhanın üzerinden alıp 10 ml. H₂O₂ ekleyin, çökelti çözülüp çözelti berraklaşana kadar çalkalayın. Bromür sıvısından 50 ml. ilave edip 10 dakika ısıtın. Numuneyi su banyosuna koyup 1 saat boyunca ısıtarak, her 10 dakikada bir 20 ml. bromür sıvısı ekleyin. Bromür sıvısından son

¹ Oberkoxholt : Galvanotechnik 59 (1968) 2, sayfa 117.

² Sawluk : Galvanotechnik 64 (1973) 3, 5, sayfa 196.

ilaveyi yaptıktan sonra beheri su banyosundan alarak oda sıcaklığına soğutun. Ardından dikkatlice 10 ml. H_2O_2 ekleyerek su banyosunda tekrar ısıtın. Çözeltiyi kaynamaya başladığında 50 ml. $BaCl_2$ çözeltisi ekleyip 12 saat ara verin. Son olarak No.40 Whatman kağıdından filtre edin, yıkayıp kurutarak $700\text{ }^\circ\text{C}$ ' de tutuşturun. Soğuduktan sonra kalan artığın ağırlığını tartın. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 83,28 = \dots$ [gr/lt] KCNS

Floboratlý Bakır Kaplama Çözeltileri

A9 1 Bakır içeriđi miktarý tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik sodyum hidroksit
 - 2) p.a. asetik asit
 - 3) Potasyum iyodür
 - 4) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi
 - 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Floroboratlý bakır kaplama çözeltisinden 20 ml.yi pipetle 200 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar saf su ile tamamlayın. 20 ml.sini 500 ml.lik bir erlene nakledin, 150 ml. saf suyla seyreltin ve çözelti zayıf alkali olana ve bakır hidroksit çökmesi başlayana kadar sürekli çalkalayarak %25 lik kostik soda ekleyin. Zayıf asit reaksiyonunu sağlayacak miktarda p.a. asetik asit ilave edin. Sonra nişasta çözeltisi ekleyin ve renk sarı olana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisiyle titre edin. (Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 3,18 = \dots [\text{gr/lt}] \text{Cu}$$
$$a \times 11,56 = \dots [\text{gr/lt}] \text{Cu}(\text{BF}_4)_2$$

A9 2 Serbest floroborik asit miktarý tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N NaOH
 - 2) Keresol kırmızısı

Yöntem :

10 ml. floroboratlý bakır kaplama çözeltisinden pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf suyla seyreltin, birkaç damla keresol kırmızısı indikatörü damlatın ve renk mordan maviye dönene kadar 1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 8,783 = \dots [\text{gr/lt}] \text{HBF}_4$$

Pirofosfatlı Bakır Kaplama Çözeltileri

A10 1 Bakır miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum persülfat
 - 2) 6 N amonyum hidroksit (1000 ml.ye seyreltilmiş 400 ml. NH₃)
 - 3) PAN indikatörü
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Pirofosfatlı bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgisiye kadar saf suyla tamamlayın. Karışımın 10 ml.sini bir erlene alıp 0,5–1 gr. amonyum persülfat ekleyerek iyice çalkalayın ve mavi renk alana kadar 6 N amonyum hidroksit ilave edin. Birkaç damla PAN indikatörü damlatın, renk yeşile dönene kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (0,05 M EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 3,177 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cu}$$
$$a \times 8,876 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Cu}_2\text{P}_2\text{O}_7$$

¹ Armet : Modern Electroplating Laboratory Manual, Robert Draper Ltd. (1965), sayfa. 82.

A10 2 Toplam hidroflorik asit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum karbonat
 - 2) Alkolle karıştırılmış %0,1 lik fenolftalein
 - 3) %0,05 lik sodyum alizarin sülfonat
 - 4) %2 lik nitrik asit
 - 5) Tampon çözeltisi (2000 ml.ye seyreltilmiş, 53 ml. derişik NH₃ + 90,4 ml. formik asit karışımı)
 - 6) 0,05 N toryum nitrat çözeltisi

Yöntem :

Pirofosfatlı bakır kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgisiye kadar saf suyla tamamlayın. Bu karışımın 2 ml.sini ve 0,5 gr. potasyum karbonatı bir platin krozeeye koyup susuz hale getirin, 15 dakika boyunca sıvılaştırılmış 5 gr. sodyum karbonatla amalgamlayın. Soğuduktan sonra 100 ml. saf suyla seyreltin, birkaç damla %0,1 lik fenolftalein ve 10 damla %0,05 lik sulu sodyum alizarin sülfonat çözeltisi damlatın. Ardından renk pembeden sarıya dönene kadar %2 lik nitrik asit damlatın. 2,5 ml. tampon çözeltisi ekleyip, renk tekrar pembe olana kadar 0,05 N toryum nitratla titre edin. (0,05 N Th(NO₃)₂ hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5 = \dots$ [gr/lt] HF

Yağ Alma Çözeltileri

A1 1 Sodyum hidroksit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 0,5 N hidroklorik asit
- 2) Metil oranj
- 3) Gerekirse, %10 luk BaCl₂ çözeltisi

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin ve renk değişimi olana kadar 0,5 N HCl ile titre edin. (hacim : a ml.)

Eğer yağ alma çözeltisi K₂CO₃ ya da Na₂CO₃ içeriyorsa, test çözeltisine 10 ml. BaCl₂ çözeltisi ekleyin ve 0,5 N H₂SO₄ ile titre edin.

Hesaplama : $a \times 2 = \dots$ [gr/lt] NaOH

A1 2 Çözeltideki sodyum karbonat miktarını belirleme

Eklenen kimyasallar :

- 1) 0,5 N hidroklorik asit
- 2) Metil oranj
- 3) %10 luk BaCl₂ çözeltisi

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere koyun ve 10 ml. %10 luk BaCl₂ çözeltisi ekleyip mavi bant filtre kağıdından süzün. Tortuyu saf su ile yıkadıktan sonra, filtreyi ve tortuyu 500 ml.lik erlene koyup 100 ml. saf su ve 20 ml. 0,5 N HCl ilave edin. 5 damla metil oranj damlatın ve renk değişene kadar 0,5 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $(20 - a) \times 2,65 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃

3-4

A1 3 Sodyum metasilikat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) 1:1 hidroklorik asit
 - 3) Sülfürik asit
 - 4) Hidroflorik asit

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik bir behere koyun ve 20 ml. derişik HCl ekleyip tamamen buharlaşana kadar kaynatın. 20 ml. 1:1 HCl ilave edip mavi bant filtre kağıdından filtre edin. Saf su ile yıkayıp fitreyi ve tortuyu platin krozenin içinde kuruttuktan sonra 900 °C' de 1 saat boyunca tutuşturun. Soğutup tarttığınız krozenin içindeki külün üzerine 2 ml. derişik sülfürik asit ve 5 ml. hidroflorik asit ekleyin ve buharlaşana kadar kaynatın (çözelti dumanlanır). Tutuşturma işlemini tekrarlayıp, hidroklorik asit eklenmeden önce ve sonra SiO₂ ağırlığındaki farkı ölçün : (a gr.)

Hesaplama : $a \times 203 = \dots$ [gr/lt] Na₂SiO₃

A1 4 Trisodyum fosfat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,5 N sülfürik asit
 - 2) Metil oranj
 - 3) Fenolftalein
 - 4) 0,5 N sodyum hidroksit

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene alın, 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla fenolftalein damlatarak renk değişene kadar 0,5 N H₂SO₄ ile titre edin. Ardından çözeltiyi içindeki tüm karbondioksit buharlaşana kadar kaynatın, soğuduktan sonra birkaç damla fenolftalein damlatın, renk değişene kadar 0,5 N NaOH ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $b \times 8,2 = \dots$ [gr/lt] Na₃PO₄

A1 5 Sodyum veya potasyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 3) %10 luk sodyum hidroksit çözeltisi

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene alın, 50 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. %10 luk NaOH çözeltisi ve 5 ml. %10 luk potasyum iyodür çözeltisi ekleyin. Sütlü görüntü sabit kalana kadar 0,1 N gümüş nitratla titre edin. (AgNO_3 hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 0,98 = \dots \text{ [gr/lt] NaCN}$$
$$a \times 1,3 = \dots \text{ [gr/lt] NaKCN}$$
A1 6 Na_2CO_3 , NaOH, ve Na_3PO_4 miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,5 N H_2SO_4
 - 2) 0,5 N NaOH
 - 3) Metil oranj
 - 4) Fenolftalein

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltip birkaç damla metil oranj damlattıktan sonra renk değişimi olana kadar 0,5 N H_2SO_4 ile titre edin. (0,5 N H_2SO_4 hacmi : a ml.)

Bu çözeltiyi 10 dakika boyunca kaynatın, soğuduktan sonra birkaç damla fenolftalein damlatın ve renk değişene kadar 0,5 N NaOH ile titre edin. (0,5 N NaOH hacmi : b ml.)

Bir başka, 500 ml.lik erlene pipetle 10 ml. yağ alma çözeltisi koyun. 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla fenolftalein damlatın, renk değişene kadar 0,5 N H_2SO_4 ile titre edin. (hacim : c ml.)

Hesaplama :

$$(a - b - c) \times 5,3 = \dots \text{ [gr/lt] Na}_2\text{CO}_3$$
$$(2c - a) \times 2 = \dots \text{ [gr/lt] NaOH}$$
$$b \times 8,2 = \dots \text{ [gr/lt] Na}_3\text{PO}_4$$

7-8

A1 7 NaOH ve Na₃PO₄ miktarları tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) p.a. NiSO₄ çözeltisi (14,328 gr./lt. NiSO₄.7H₂O)
- 2) 1 N H₂SO₄
- 3) Metil oranj
- 4) Fenolftalein
- 5) 1 N NaOH

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun ve 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla metil oranj damlattıktan sonra indikatör renk değiştirene kadar 1 N H₂SO₄ ile titre edin. (1 N H₂SO₄ hacmi : a ml.)

Karbondioksidi buharlaştırmak için 10 dakika boyunca kaynatın, soğuduktan sonra birkaç damla fenolftalein damlatarak indikatör renk değiştirene kadar 1 N NaOH ile titre edin. (1N NaOH hacmi : b ml.)

Hesaplama : $b \times 4 = \dots$ [gr/lt] NaOH
 $(a - 2b) \times 16,4 = \dots$ [gr/lt] Na₃PO₄

A1 8 Na₃PO₄, Na₂SiO₃ ve NaCN miktarları tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) p.a. NiSO₄ çözeltisi (14,328 gr./lt. NiSO₄.7H₂O)
- 2) 1 N H₂SO₄
- 3) Metil oranj
- 4) Fenolftalein
- 5) 1 N NaOH

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun ve 150 ml. saf su ile seyrelterek, dumanlı bir görüntü oluşana kadar nikel sülfat çözeltisiyle titre edin. (NiSO₄ hacmi : a ml.)

Bir diğer erlene yine 10 ml. çözelti koyup 150 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, birkaç damla metil oranj damlatın ve renk kırmızıya dönene kadar 1 N H₂SO₄ ile titre edin. (H₂SO₄ hacmi : b ml.)

Bu çözeltiyi 20-30 dakika boyunca kaynatın, soğuduktan sonra birkaç damla fenolftalein damlatarak renk pembe olana kadar 1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : c ml.)

Hesaplama : $a \times 0,625 = \dots$ [gr/lt] NaCN
 $c \times 16,3 = \dots$ [gr/lt] Na₃PO₄
 $(b - 2c - 0,127c) \times 11,6 = \dots$ [gr/lt] Na₂SiO₃.5 H₂O

A1 9 NaCN ve NaOH miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N H₂SO₄
 - 2) Tropaeolin 0 indikatörü
 - 3) p.a. nikel sülfat çözeltisi (14,328 gr./lt. NiSO₄.7H₂O)

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla Tropaeolin 0 indikatörü damlattıktan sonra renk değişene kadar 1 N H₂SO₄ ile titre edin. (H₂SO₄ hacmi : a ml.)

Bir diğer erlene gene 10 ml. çözelti koyun, dumanlı bir görüntü oluşana kadar nikel sülfat çözeltisiyle titre edin. (NiSO₄ hacmi : b ml.)

Hesaplama : $a \times 4 = \dots$ [gr/lt] NaOH
 $b \times 0,625 = \dots$ [gr/lt] NaCN

A1 10 Na₂CO₃ ve NaCN miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. nikel sülfat çözeltisi (14,328 gr./lt. NiSO₄.7H₂O)
 - 2) Metil oranj
 - 3) 1 N H₂SO₄

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla metil oranj damlattıktan sonra renk değişene kadar 1 N H₂SO₄ ile titre edin. (H₂SO₄ hacmi : a ml.)

Bir diğer erlene gene 10 ml. çözelti koyun, dumanlı bir görüntü oluşana kadar nikel sülfat çözeltisiyle titre edin. (NiSO₄ hacmi : b ml.)

Hesaplama : $(a - 0,127 b) \times 5,31 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃
 $b \times 0,625 = \dots$ [gr/lt] NaCN

11-12

A1 11 Na_3PO_4 ve Na_2CO_3 miktarları tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 1N H_2SO_4
- 2) 1N NaOH
- 3) Metil oranj
- 4) Fenolftalein

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç damla metil oranj damlattıktan sonra, renk değişene kadar 1 N H_2SO_4 ile titre edin. (H_2SO_4 hacmi : a ml.)

Bu çözeltiyi 20 dakika boyunca kaynatın, soğuduktan sonra birkaç damla fenolftalein damlatın ve 1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : b ml.)

Hesaplama : $(a - 2b) \times 5,31 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3
 $b \times 16,38 = \dots$ [gr/lt] Na_3PO_4

A1 12 Klorür iyonu miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik HNO_3
- 2) AgNO_3 , %5 lik çözelti

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 250 ml.lik behere koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin, 15 ml. derişik HNO_3 ve 10 ml. %5 lik gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. Gümüş klorür çökeltisi oluşana kadar kaynatın, çökeltiyi cam fitreden süzerek ağırlığı sabit kalıncaya dek kurutun ve tartın. (AgCl ağırlığı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 9,896 = \dots$ [gr/lt] Cl'

A1 13 Sodyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N HCl
 - 2) 0,5 N NaOH
 - 3) Fenolftalein
 - 4) %30 luk formaldehit
 - 5) 0,1 N NaOH
 - 6) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi

Yöntem :

Yağ alma çözeltisinden 50 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin ve sodyum siyanür titrasyonunda kullanılan miktarda nikel sülfat çözeltisi ekleyin. Ardından 4-6 damla fenolftalein damlatın ve 1 N hidroklorik asitle renk kırmızıdan saydam olana kadar titre edin. Kaynatıp soğuttuktan sonra 0,5 N kostik soda çözeltisiyle fenolftaleine karşı nötralize edin. Renk pembeleşmeye başladığında, daha önce kostik soda çözeltisiyle fenolftaleine karşı nötralize edilmiş 25 ml. formaldehit ekleyip renk tekrar pembe olana kadar 0,1 N kostik soda çözeltisiyle titre edin. (0,1 N kostik soda hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,13 = \dots$ [gr/lt] NaCNO

Altın Kaplama Çözeltileri

A12 1 Altın miktarının elektrolizle tayini

Eklenen kimyasal : Sodyum siyanür

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin ve 2 gr. sodyum siyanür ekleyin. Ardından 2-3 A akımda elektroliz edin. Elektroliz sona erdiğinde katodu saf su ile yıkayıp alkole daldırın ve 110 °C' de kurutup tartın. (ağırlık artışı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Au

A12 2 Altın miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1,4 nitrik asit
2) 1,84 sülfürik asit
3) %38 lik formaldehit

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere koyun, 10 ml. 1,4 nitrik asit ve 10 ml. sülfürik asit ekleyin (çözelti dumanlanır). Yoğun, beyaz sülfür trioksit dumanı görünene kadar dikkatlice ısıtınız. Soğuduktan sonra 100 ml. saf su ile dikkatlice seyreltin, 5 ml. formaldehit çözeltisi ekledikten sonra beyaz duman oluşana kadar tekrar ısıtın. Tekrar soğutup 150 ml. saf su ile seyreltin ve darası alınan sinterlenmiş cam krozedden filtre edin. Sıcak suyla yıkayıp 110 °C' de kurutun. (Ağırlık : a gr.)

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Au

3-4

A12 3 Altın miktarının gravimetrik tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) p.a. H₂SO₄
2) H₂O₂, hacimce %30 luk

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 250 ml.lik behere koyun, 10 ml. H₂SO₄ ekleyin ve beyaz dumanlar (SO₃ buharı) oluşana kadar kum banyosunda ısıtın. Biraz soğutup birkaç damla H₂O₂ damlatın ve beheri tekrar kum banyosuna yerleştirin. Çözelti berraklaşana kadar bu işlemi tekrar. Soğumaya bırakıp, saf su ile seyrelttikten sonra No.40 Whatman kağıdından filtre edin. Çökeltiyi kil krozede yıkayıp yakın, tavladıktan sonra ağırlığını tartın. (ağırlık : a mg.)

Hesaplama : $a / 10) = \dots$ [gr/lt] Au

A12 4 Altın miktarının iyodin kullanarak titrasyonla tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Potasyum iyodür
2) 0,01 N sodyum tiyosülfat
3) 0,01 N iyodin çözeltisi
4) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun ve 15 ml. derişik hidroklorik asit ekleyip, tamamen kurumasına izin vermeden ağda kıvamına gelene kadar kum banyosu üzerinde buharlaşmasını sağlayın (çözelti dumanlanır). Soğuduktan sonra yaklaşık 150 ml. saf su ve 5 gr. potasyum iyodürün biraz suyla hazırlanmış çözeltisini ekleyiniz. 2 ml. nişasta çözeltisi ilave edin ve renk kaybolana kadar 0,01 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.) Mavi renk tekrar elde edilene kadar 0,01 N iyodin çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,0985 = \dots$ [gr/lt] Au

¹ Analyt. Vorschrift : Dr. E. Durrwachter – DODUCO KG., Pforzheim.

A12 5 Altın miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) Altın suyu (Bir hacim derişik nitrik asit + 4 hacim derişik hidroklorik asit)
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Mureksit
 - 6) 1 N nitrik asit
 - 7) %2,5 luk nikel tetrasiyenür çözeltisi

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere koyun ve 20 ml. derişik hidroklorik asit ekleyip, 2,5 ml. kalana kadar çözeltiyi kaynatın. 2-3 ml. altın suyu ekleyerek tekrar kaynattıktan sonra 100 ml. saf su ile seyreltin ve bir süre daha kaynatmaya devam edin. Gümüş klorür çökeltisini filtre edip, filtre üzerindeyken iyice yıkayarak gümüş miktarını belirlemek için kullanın. Filtre edilen sıvıyla yıkama suyunu karıştırın. 3-5 ml. derişik amonyak ekleyip, renk kül grisinden kırmızımsı mora dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisiyle mureksite karşı titre edin. Titrasyon tamamlandığında 1 N nitrik asitle (pH 5) çözeltiyi asidik hale getirin, 20 ml. %20 lik nikel tetrasiyenür çözeltisi ve yarım dakika sonrasında da 3-5 ml. derişik amonyak ilave edin. 15 dakika sonra, şimdi sarı renkte olan çözeltiyi kırmızımsı mor renk alana kadar 0,05 M EDTA çözeltisiyle titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,986 = \dots$ [gr/lt] Au

Not:

Gümüş klorür çökeltisine amonyak eklendiğinde test çözeltisi sık sık bulanıklaşır. Bu bulanıklık çökeltideki altın fosfattan kaynaklandığı için bir anlam taşımaz. Test çözeltisi berraklaştığı zaman bu pH değerinin 5 olduğuna işarettir. Buharlaştırmadan sonra kaplama çözeltisine altın suyu ve hidroklorik asit eklemek gereklidir. Çünkü sıklıkla, buharlaşma sırasında altın miktarını belirlemede kullanılamayan koloidal altın oluşur.

6-7

A12 6 Gümüş miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 amonyak
 - 2) %2,5 luk nikel tetrasiyenür çözeltisi
 - 3) 0,02 M EDTA çözeltisi
 - 4) Mureksit

Yöntem :

Altın miktarı tayini esnasında altın kaplama çözeltisinden filtre edilmiş olan gümüş klorür çökeltisini 1:1 amonyaka çözüp 100 ml. saf su ile seyreltin. 15 ml. nikel tetrasiyenür çözeltisi ekleyin ve 10 dakika sonra, mureksit indikatör rengi sarıdan kırmızımsı mora dönene kadar 0,02 M EDTA çözeltisiyle titre edin.

Hesaplama : $a \times 0,4315 = \dots$ [gr/lt] Ag

A12 7 Bakır ve nikel miktarları tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) Altın suyu
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) %20 lik tiyoglikolik asit çözeltisi
 - 6) Timolftalekson
 - 7) 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisi

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere koyun ve 20 ml. derişik hidroklorik asit ekleyip, 2,5 ml. kalana kadar çözeltiyi kaynatınız. 2-3 ml. altın suyu ekleyerek tekrar kaynattıktan sonra 100 ml. saf su ile seyreltin ve bir süre daha kaynatmaya devam edin. Gümüş klorür çökeltisini filtre edip, filtre edilen sıvıyla yıkama suyunu karıştırın. 3-5 ml. derişik amonyak ekleyin ve mureksitin rengi kül grisinden kırmızımsı mora dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.)

Titrasyon tamamlandıktan sonra 5 ml. tiyoglikolik asit çözeltisi, 20 ml. amonyak ve bir tutam timolftalekson ekleyin, bakır içeriğine eşit miktarda EDTA yı renk soluk mavi olana kadar 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $b \times 0,3177 = \dots$ [gr/lt] Cu
 $(a - b) \times 0,2935 = \dots$ [gr/lt] Ni

A12 8 Bakır ve nikel miktarları tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) Mureksit
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) %20 lik tiyoglikolik asit çözeltisi
 - 6) Timolftalekson
 - 7) 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisi

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin ve serbest sodyum siyanür içeriğini belirlerken kullanılanla aynı miktarda 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. Fazladan 10 ml. 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ve bir tutam mureksit ilave edin, renk kırmızımsı mor olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.)

Titrasyon tamamlandığında 5 ml. %20 lik tiyoglikolik asit çözeltisi ve bir tutam timolftalekson ekleyin, bakır içeriğine eşit miktarda EDTA yı renk mavi olana kadar 0,05 M kalsiyum klorür çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $b \times 0,3177 = \dots$ [gr/lt] Cu
 $(a - b) \times 0,2935 = \dots$ [gr/lt] Ni

A12 9 Serbest sodyum siyanür miktarının gümüş nitratla tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin, 2 ml. kalsiyum iyodür çözeltisi ekleyin ve sabit dumanlı görüntü elde edene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisiyle titre edin. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN

10-11-12

A12 10 Serbest sodyum siyanür miktarının nikel sülfatla tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik amonyak
 - 2) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 3) Mureksit

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun ve 150 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. amonyak ve bir tutam mureksit ekleyin, renk kırmızımsı mordan sarı olana kadar 0,1 M nikel sülfat çözeltisiyle titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,96 = \dots$ [gr/lt] NaCN

A12 11 Sodyum karbonat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 2) Fenolftalein
 - 3) 0,5 N hidroklorik asit

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun ve 150 ml. saf su ile seyreltip, serbest sodyum siyanür miktarını belirlerken kullanılan miktarda 0,1 M nikel sülfat çözeltisi ilave edin. 3 damla fenolftalein çözeltisi damlatın ve renk kırmızımsı mordan saydam olana kadar 0,5 N hidroklorik asitle titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : Na_2CO_3 yoğunluğu = $a \times 5,3$ [gr/lt]

A12 12 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) Derişik nitrik asit
 - 3) p-dimetilamino benzilidin rodanin, asetonda %0,05 lik çözelti

Yöntem :

Altın kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene koyun ve 10 ml. derişik nitrik asit ekleyip (çözelti dumanlanır) kısa bir süre kaynatın. Soğuduktan sonra 100 ml. saf su ile seyreltin ve birkaç damla p-dimetilamino benzilidin rodanin çözeltisi damlatıp, renk kırmızıya dönene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisiyle titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,3546 = \dots$ [gr/lt] Cl

Demir Kaplama Çözeltileri

A13 1 Demir miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk nitrik asit
 - 2) %10 luk kostik soda
 - 3) %5 lik sülfosalisilik asit
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 500 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak iyice çalkalayın. Bu çözeltinin 10 ml.sini bir erlene alıp üzerine 5 ml. nitrik asit ekledikten sonra 3 dakika boyunca kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup 100 ml. saf su ile seyreltin ve kostik soda ekleyerek pH' ını 2-2,2 yapıp nötralle edin. 5 ml. sülfosalisilik asit ilave edin, 40 °C' ye kadar ısıttıktan sonra renk kırmızıdan saydam olana kadar EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 13,96 = \dots \text{ [gr/lt] Fe}$$
$$a \times 49,71 = \dots \text{ [gr/lt] FeCl}_2 \times 4\text{H}_2\text{O}$$

A13 2 Demir miktarının oksidometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfürik asit
 - 2) Derişik fosforik asit
 - 3) Difenilamin
 - 4) 0,1 N potasyum kromat çözeltisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak iyice çalkalayın. Bu çözeltinin 20 ml.sini bir erlene alıp 100 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 25 ml. sülfürik asit ve 5 ml. fosforik asit ekleyin ve üzerine 3 damla difenilamin

2-3

damlatın. Ardından menekşe-mavi renk görünmeye başlayana kadar 0,1 N potasyum kromat çözeltisiyle titre edin. (potasyum kromat çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,792 = \dots$ [gr/lt] Fe
 $a \times 9,942 = \dots$ [gr/lt] FeCl₂ x 4H₂O

A13 3 Mangan miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Hidroksilamin hidrojen klorür çözeltisi %10
- 2) %20 lik trietanolamin çözeltisi
- 3) Amonyak
- 4) Timolftalekson
- 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini bir erlene nakledin, üzerine 10 ml. hidroksilamin hidrojen klorür çözeltisi, 20 ml. trietanolamin çözeltisi ve 35 ml. amonyak ilave edin. 150 ml. saf su ile seyreltin, birkaç parça timolftalekson ekleyin ve koyu mavi çözeltiyi saydam olana kadar titre edin. Eğer renk 2-3 dakika sonra yeşile dönüyorsa 0,05 M EDTA çözeltisiyle tekrar titre edin. (EDTA çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,373 = \dots$ [gr/lt] Mn

A13 4 Mangan miktarının demiri ayırdıktan sonra tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) 1:1 nitrik asit
 - 3) Potasyum klorat
 - 4) Derişik hidroklorik asit
 - 5) Hidroksilamin hidrojen klorür
 - 6) Trietanolamin
 - 7) Amonyak
 - 8) Timolftalekson
 - 9) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 50 ml.yi pipetle bir cam behere koyun, 25 ml. nitrik asit ekledikten sonra buharlaştırın ve ilaveten 10 ml. daha nitrik asit ekledikten sonra yeniden buharlaştırın. Kalan tortuyu 15 ml. 1:1 nitrik asitte çözün. Her eklemeyden önce çözeltiyi ısıtın ve bir önceki eklemenin oluşturduğu tortu tamamen çökelene kadar bekleyerek, toplam 3 gr. potasyum klorürü azar azar ilave edin. Mangan dioksit tortusunu filtre edin ve tortuyu filtrenin üzerindeyken 3 kez soğuk, 2 kez de sıcak suyla suyla yıkayın. Filtre üzerindeki tortuyu 10 ml. hidroklorik asitte çözün ve her yıkama için 5 ml. hidroksilamin hidrojen klorür çözeltisi kullanarak yıkayın. Çözeltileri miktarsal (kantitatif) olarak 100 ml.lik balon jöjeye koyup çalkalayın ve çizgiye kadar saf su doldurun. Elde edilen çözelti toplam mangan miktarını ve biraz da demiri ihtiva eder. 10 ml.sini bir erlene alıp üzerine 20 ml. trietanolamin ve ardından 30 ml. amonyak ekledikten sonra, 150 ml. saf su ile seyrelterek birkaç parça timolftalekson ilave edin ve renksiz olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,5494 = \dots$ [gr/lt] Mn

5-6

A13 5 Amonyum tuzlarının tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk kostik soda
 - 2) 1 N sülfürik asit
 - 3) 1 N sodyum hidroksit
 - 4) Fenolftalein

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 50 ml.yi pipetle damıtma ünitesine koyun ve musluk deliğinden 50 ml. soda akıtın. Alıcı kabın içine ise 20 ml. 1 N sülfürik asit koyunuz. 30 dakika kadar damıtıp, alıcı kaptaki karışımı 1 N sodyum hidroksitle fenolftaleine karşı titre ediniz. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 1,32 = \dots$ [gr/lt] $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$

A13 6 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M demir(III) amonyum sülfat çözeltisi
 - 2) 0,01 M amonyum tiyosiyanür çözeltisi
 - 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 4) Derişik nitrik asit

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 150 ml.lik mezüre koyup çizgiye kadar saf su ile doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini bir erlene nakledin ve 100 ml. saf su ile seyreltip, 10 ml. nitrik asit, 10 ml. demir(III) amonyum sülfat çözeltisi ve 2 ml. amonyum tiyosiyanür çözeltisi ilave edin. Kırmızı renk kaybolana kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (hacim : a ml.) Kullanılan gümüş nitrat çözeltisinden 0,2 ml. eksiltiniz.

Hesaplama : $a \times 8,864 = \dots$ [gr/lt] Cl

A137 Serbest hidroklorik asit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 0,1 N kostik soda
2) %0,1 lik bromfenol mavisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun ve 50 ml. saf su ile seyreltin, 1 ml. bromfenol mavisi ekleyin, renk mavi olana kadar kostik soda ile titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,146 = \dots$ [gr/lt] hidroklorik asit

Kurşun ve Kalay-Kurşun Kaplama Çözeltileri

A4 1 Kurşun miktarının kompleksometrik tayini –1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik trietanolamin
 - 2) 1 N sodyum hidroksit
 - 3) Tampon çözeltisi (1 litreye seyreltilmiş, 70 gr. NH_4Cl + 570 ml. NH_3)
 - 4) Erio T indikatörü
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Kurşun kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak seyreltin. Hazırlanan çözeltinin 10 ml.sini bir erlene koyun ve 100 ml. su ile seyreltip 5 ml. trietanolamin ekleyerek, 1 N kostik soda ile dikkatlice nötralle edin. Ardından 5 ml. tampon çözeltisi ile bir tutam Erio T indikatörü ilave edip 40 °C' ye kadar ısıttıktan sonra, renk şarap kırmızısından maviye dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 10,36 = \dots$ [gr/lt] Pb

A4 2 Kurşun miktarının kompleksometrik tayini –2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Metil timol mavisi
 - 2) Uratropin tampon çözeltisi (1000 ml.ye seyreltilmiş, 400gr. uratropin + 100 ml. HCl)
 - 3) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Kurşun kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak seyreltin. Hazırlanan çözeltinin 10 ml.sini bir erlene koyup 100 ml. su ile seyreltin. Metil timol mavisi ve rengi maviye çevirmeye yetecek miktarda tampon çözeltisi ekleyin. Ardından renk

2-3

limon sarısı olana kadar EDTA çözeltisi ile titre edin. Eğer renk değişimi yavaş ise biraz daha tampon çözeltisi ekleyin. Çözeltinin rengi maviye dönene kadar tampon çözeltisi ekleyip yeniden titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 10,36 = \dots$ [gr/lt] Pb

A4 3 Kurşun miktarının sodyum dikromat kullanarak tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum asetat
 - 2) Derişik asetik asit
 - 3) 0,1 N sodyum dikromat çözeltisi
 - 4) 1 N sülfürik asit
 - 5) Potasyum iyodür
 - 6) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi
 - 7) %5 lik EDTA çözeltisi
 - 8) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Kurşun kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak seyreltin. Hazırlanan çözeltinin 20 ml.sini 250 ml.lik balon jøjeye koyarak 50 ml. saf su, 10 gr. amonyum asetat ve 10 ml. asetik asit ekleyin. Karışımı kaynatıp, içerdiği demiri 50 ml. 0,1 N sodyum dikromat çözeltisi ekleyerek çökeltin. Oda sıcaklığına soğutup çizgiye kadar saf su ile doldurduktan sonra iyice çalkalayın. Kuru bir filtreden geçirip karışımın 100 ml.sini pipetle bir erlene alın, yaklaşık 200 ml. ye kadar saf su ile seyreltin, 5 ml. 1 N sülfürik asit ve 0,5-1 gr. potasyum iyodür ekleyin. 5 dakika geçtikten sonra 10 ml. EDTA çözeltisi ekleyin, çökeltilmiş iyodürü renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile nişastaya karşı titre edin. (Hacim : a ml.)

Boş miktar :

50 ml. 0,1 N potasyum dikromat çözeltisinden pipetle 50 ml. alarak 250 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 gr. amonyum asetat ve 10 ml. asetik asit ekleyin. Çizgiye kadar saf su ile seyreltip iyice çalkaladıktan sonra, çözeltinin 50 ml.sini 300 ml.lik bir erlene alıp yukarıda gösterildiği gibi devam edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(b - a) \times 8,63 = \dots$ [gr/lt] Pb

A4 4 Kurşun miktarının potasyum dikromat kullanarak tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik asetik asit
 - 2) Sodyum asetat 250 gr/lt
 - 3) Potasyum dikromat çözeltisi 30 gr/lt
 - 4) %1 lik nişasta çözeltisi
 - 5) HCl
 - 6) Yıkama çözeltisi (10 ml/lt asetik asit buzu + 20 gr/lt sodyum asetat)
 - 7) Potasyum iyodür
 - 8) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

Yöntem :

Kurşun kaplama ya da kalay-kurşun kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 500 ml.lik erlene koyun ve 50 ml. saf su ile seyreltin. 1 ml. asetik asit buzu ve 20 ml. sodyum asetat çözeltisi ekleyerek yaklaşık 60 – 80 °C' ye kadar ısıtın. Buna 50 ml. potasyum kromat çözeltisi ekleyin, No.40 Whatman kağıdından süzün, sarı renk kalmayana kadar yaklaşık 45 °C sıcaklıktaki yıkama çözeltisinde yıkayın. Filtreyi ve artığı bir erlene koyup mümkün olan en az miktarda hidroklorik asitte eritin, 100 ml. saf su ekledikten sonra soğutun ve yaklaşık 2 gr. potasyum iyodür ekleyin. Üzerini kapayıp 2 dakika bekleyin, ardından 2 ml. nişasta çözeltisi ekleyerin, renk sarıya dönene kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. (Hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,38 = \dots$ [gr/lt] Pb

A4 5 Kalay-kurşun kaplama çözeltisindeki kalay miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N iyodür çözeltisi
 - 2) %1 lik nişasta çözeltisi
 - 3) %30 luk sülfürik asit

Yöntem :

Kurşun kaplama çözeltisinden 2 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 20 ml. sülfürik asit, 50 ml. saf su, 2 ml. nişasta çözeltisi ekleyin ve renk maviye dönene kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin. (0,1 N iyodür çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,97 = \dots$ [gr/lt] Sn

6

A4 6 Serbest asit miktarını belirleme

Eklenen kimyasallar : 1) Keresol kırmızısı
2) 1 N kostik soda çözeltisi

Yöntem :

Kurşun ya da kalay-kurşun kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun ve 150 ml. saf su ile seyreltin. Birkaç damla keresol kırmızısı indikatörü damlatın ve renk kırmızıdan sarıya dönene kadar 1 N NaOH ile titre edin. (1 N NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 8,78 = \dots$ [gr/lt] HBF_4
 $a \times 10,5 = \dots$ [gr/lt] HClO_4

Nikel Kaplama Çözeltileri

A15 1 Nikel miktarının elektrolitik yolla tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Amonyum klorür
- 2) Alkolde %1 lik dimetilglioksim çözeltisi
- 3) Derişik amonyak

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle behere koyun, 5 gr. amonyum klorür ve 20 ml. derişik amonyak ekleyin. 250 ml.ye kadar saf su ile seyreltip 70 °C' ye kadar ısıtın. Renk kaybolana kadar 3 A' akımda elektroliz edin. Renk kaybolduğunda akımı 6 A' e yükseltin ve dimetilglioksim çözeltisi ile tüm nikelin kaplanıp kaplanmadığını test edin. (Kırmızı kaplama nikel varlığını gösterir.) Elektroliz tamamlandığında katodu dikkatlice yıkayıp alkole daldırın, 100 °C' de kurutup tartın. (Ağırlık artışı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 200 = \dots$ [gr/lt] Ni

A15 2 Nikel miktarının kompleksometrik tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Amonyum klorür
- 2) 1:1 amonyak
- 3) Mureksit – NaCl 1:100
- 4) 0,1 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurarak seyreltin. Hazırlanan çözeltinin 10 ml.sini 300 ml.lik erlene koyun, 50 ml. su ile seyreltin. Bir tutam amonyum klorür,

2-3

30 ml. 1:1 amonyak ve bir tutam mureksit ilave edin. Ardından renk açık kahveden mora dönene kadar 0,1 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,87 = \dots$ [gr/lt] Ni

A15 3 Nikel miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 500 gr/lt sitrik asid
 - 2) %25 lik amonyak
 - 3) %10 luk potasyum iyodür çöz. + 1 gr/lt NaOH
 - 4) 50 gr/lt NaCN çöz. + 3,4 gr/lt AgNO₃
 - 5) İçerdiği nikel miktarı bilinen nikel sülfat çöz. (25 gr/lt nikel sülfat)

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 400 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin ve 5 ml. sitrik asit çözeltisi ekleyin. Renk mavileşinceye kadar amonyak damlatın (fazlasından kaçının). 5-10 damla potasyum iyodür çözeltisi ekleyin, çözelti şeffaf oluncaya kadar sodyum siyanür çözeltisi ile titre edin ve bu sırada erleni sabit hızla sallayın. (NaCN çözeltisi hacmi : a ml.)

Siyanür çözeltisinin standardizasyonu :

İçerdiği nikel miktarı bilinen nikel sülfat çözeltisinden 5 ml.yi yukarıdaki gibi titre edin. (siyanür çözeltisi hacmi : b ml.)

Hesaplama : Siyanür çözeltisinin standart gücünü hesaplamak için, nikel sülfat çözeltisindeki nikel miktarını (gr/lt olarak), nikel sülfat çözeltisinin titrasyonunda kullanılan sodyum siyanür miktarına (ml.) bölün.

$F \times a = \dots$ [gr/lt] Ni

A15 4 Klorür içeriği miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. HNO₃ 1,4
 - 2) 0,1 N AgNO₃
 - 3) Doymuş ferrik amonyum çözeltisi
 - 4) 0,1 N amonyum sülfosiyanat

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 2 ml.yi pipetle 400 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltip 5 ml. nitrik asit ve 25 ml. 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. Ardından 2 ml. ferrik amonyum sülfat çözeltisi ekleyin ve soluk pembe renk belirene kadar 0,1 N amonyum sülfosiyanat çözeltisi ile titre edin. (0,1 N amonyum sülfosiyanat hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$(25 - a) \times 1,773 = \dots [\text{gr/lt}] \text{Cl}'$$
$$(25 - a) \times 5,943 = \dots [\text{gr/lt}] \text{NiCl}_2$$

A15 5 Klorür içeriği miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Potasyum kromat çözeltisi %10
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 50 ml. saf su ile seyreltin ve 3 ml. %10 luk potasyum kromat çözeltisi ekleyin. Kırmızımsı kahverengi elde edene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (0,1 N gümüş nitrat çözeltisi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 0,354 = \dots [\text{gr/lt}] \text{Cl}'$$
$$a \times 1,17 = \dots [\text{gr/lt}] \text{NiCl}_2$$

6-7

A15 6 Borik asit miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Bileşik indikatör (100 ml. alkolde çözünmüş, 1 gr. bromkeresol moru ve 0,2 gr. bromtimol mavisi)
 - 2) 0,1 N NaOH
 - 3) 0,1 N HCl
 - 4) Mannitol

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik erlene koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. 20 ml.sini 300 ml.lik erlene nakledin ve 5-10 damla bileşik indikatör damlatın. Eğer çözelti sarıya dönmüşse, renk değişene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. Eğer maviye dönmüşse 0,1 N HCl kullanarak devam edin. 1,5 gr mannitol ekleyip renk değişene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,09 = \dots$ [gr/lt] H_3BO_3

A15 7 Borik asit miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Doymuş potasyum siyanoferrat(II) çözeltisi
 - 2) %0,1 lik bromkeresol moru sulu çözeltisi
 - 3) Mannitol
 - 4) Alkolde %1 lik fenolftalein
 - 5) 0,1 N NaOH

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 2 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene alarak 25 ml. saf su ile seyreltin, 10 ml. potasyum siyanoferrat(II) çözeltisi ve 3 damla bromkeresol moru indikatörü ekleyin. Renk maviye dönmüş olmalıdır. Eğer hala yeşilse, maviye dönene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. Ardından 2 gr, mannitol, 0,5 ml. fenolftalein ekleyip renk mavimsi yeşilden mavimsi mora dönene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,09 = \dots$ [gr/lt] H_3BO_3

A15 8 Sakkarin miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 HCl
 - 2) Gravetol (0,2 gr. metil kırmızısını 50 ml. izopropil alkolde çözüp, 1,75 ml. sülfürik asit ilave edin ve etil asetatla 1 lt.ye tamamlayın. 2 gün sonra çözeltiyi süzün.)
 - 3) Etil alkol
 - 4) 0,1 N NaOH

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 50 ml.yi pipetle bir ayırma hunisine koyun, 2 ml. 1:1 HCl, 10 ml. gravetol ve 25 ml. etil alkol ekleyin. Bir dakika boyunca güçlüce çalkalayın. Ayırması için biraz bekleyin ve alttaki yeşil katmanı akıtın. Sarı çözeltiyi bir erlene alıp, 25 ml. etil alkol ekleyin ve renk pembeden sarıya dönene kadar 0,1 N NaOH ile titre edin. (NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,4 = \dots$ [gr/lt] Sakkarin

A15 9 p-toluen sülfonamit miktarı tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. asetik asit buzu
 - 2) Potasyum iyodür
 - 3) Nişasta çözeltisi
 - 4) 0,1 N sodyum tiyosülfat
 - 5) Klorin silindiri

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle erlene koyun, bir ucu sivri cam tüpten aşağıdaki klorinin üzerine 10 dakika boyunca güçlü bir akışla akıtın. Çözelti ve çökeltiyi No.40 Whatman kağıdından az miktarda suyla beraber süzüp, çökeltiyi durulamadan filtrenin üzerinde bırakın. Bir yandan da cam tüpün içini ve dışını durulayın. Kalan klorin gazı erlenden ve tüpten çıkarılmalıdır.

¹ Oberkoxholt : Galvanotechnik 59 (1968) 2, s.117

² Dubsky : Metalloberfläche 19 (1965) s.318

9-10

Süzülen sıvıyı ve tortuyu hafif bir su jetine tutup yıkayın. Jeti filtre kağıdının her iki tarafına da tutup, emilmiş olan klorinin tamamen çıkmasına dikkat edin. Süzülen sıvı miktarının 150 ml.yi geçmemelidir. Filtreyi ve tortuyu erlene yerleştirip, 10 ml. asetik asit buzu ekleyin ve cam bir çubukla tortu tamamen çözünene kadar karıştırın. Saf su ile seyreltip, yaklaşık 1 gr. potasyum iyodür ilave edin ve nişasta çözeltisine karşı sodyum tiyosülfatla titre edin. (Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,168 = \dots$ [gr/lt] p-toluen sülfonamit

A15 10 Sodyum format miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik kostik soda
 - 2) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi
 - 3) Potasyum iyodür
 - 4) %25 lik sülfürik asit
 - 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle behere alarak, 150 ml. saf su ile seyreltin, %25 lik kostik soda ile pH 13 olana kadar alkali hale getirin ve kaynamaya bırakın. 10 dakika kaynadıktan sonra oda sıcaklığına soğutun, 250 ml.lik balon jojeye alın ve çizgiye kadar saf su doldurun. Çözeltiyi kuru bir filtreden süzüp, süzmüş olduğunuz sıvıdan 25 ml. alarak, 5 ml. %25 lik kostik soda, 50 ml. 0,1 N potasyum permanganat ekleyin ve 30 dakika su banyosunda bırakın. Soğutup 3 gr. potasyum iyodür ekleyin ve sülfürik asitle asidik hale getirin. 1 ml. nişasta çözeltisi ekleyip çözelti berraklaşınca kadar 0,1 N sodyum tiyosülfatla titre edin. (Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $(50 - a) \times 3,401 = \dots$ [gr/lt] HCOONa

A15 11 Formaldehit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum sülfür çözeltisi (12 gr/lt NaHSO₃)
 - 2) 0,1 N iyodür çözeltisi
 - 3) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 50 ml. saf su ile seyreltip 10 ml. sodyum tiyosülfür çözeltisi ilave edin. Reaksiyona girmesi için 15 dakika bekleyin. 10 ml. bisülfür çözeltisini başka bir erlene alıp 50 ml. saf su ile seyreltin, 1 ml. nişasta çözeltisi ekleyin ve mavi renk elde edene kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin. (Hacim : a ml.)

15 dakika sonra ilk çözelti durulduğunda aynı biçimde titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,1501 = \dots$ [gr/lt] HCOH

A15 12 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum klorür
 - 2) Derişik HNO₃
 - 3) Amonyak
 - 4) Kalay(II) klorür çözeltisi (1000 ml.ye seyreltilmiş 125 gr. SnCl₂ +10 ml. HCl)
 - 5) Doymuş civa(II) klorür çözeltisi
 - 6) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi
 - 7) Reinhardt-Zimmermann çözeltisi (500 ml. saf suda 67 gr. manganez sülfat + 138ml. fosforik asit (1,7) + 1 litreye seyreltilmiş 130 ml. sülfürik asit (1,82))

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 25 ml.yi pipetle 400 ml.lik behere koyun, 10 gr. amonyum klorür ve 10 ml. nitrik asit ilave edip kaynamaya bırakın. Soğutup 150 ml. saf su ile seyreltin ve alkali reaksiyonu sağlamaya yeterli miktarda amonyak ekleyin. Tortu oluştuğunda kuru bir filtreden süzüp, durulamayı takiben artığı 1:1 hidroklorik asitte çözün ve sarı renk kaybolana kadar kalay(II) klorür çözeltisi damlatın. Ardından 5 ml. doymuş civa(II) klorür

12-13

çözeltisi ve 5 ml. Reinhardt-Zimmermann çözeltisi ilave edip 100 ml. saf su ile seyreltin ve pembe renk elde edene kadar 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi ile titre edin. (Potasyum permanganat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,2234 = \dots$ [gr/lt] Fe

A15 13 Demir miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) Amonyum klorür
 - 3) Amonyak
 - 4) 1:1 nitrik asit
 - 5) 1:1 hidroklorik asit
 - 6) %5 lik sülfosalisilik asit çözeltisi
 - 7) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle bir behere koyun, saf su ile seyreltin, 5 ml. nitrik asit ekleyin ve kısa bir süre kaynatın. 3 gr. amonyum klorür ekleyip demiri amonyakla çökeltin. Güçlü bir alkali reaksiyon elde edilmiş olmalıdır. Tekrar kaynatıp çökelti yoğunlaşınca çökeltiyi filtre edip amonyaklı suyla yıkayın. Sıcak nitrik asitle çökeltiyi filtreden çözüp 200 ml. saf su ile seyreltin ve demiri tekrar amonyakla çökeltin. Tortuyu filtre edip, filtrenin üzerindeki tortuyu amonyaklı suyla 4-5 kez yıkayın.

Ardından tortuyu seyreltik nitrik asitte çözüp, bu çözeltiyi yaklaşık 100 ml. saf su ile seyreltin ve pH 1,5-2 olana kadar amonyak ekleyip ayarlayın. 40 °C'ye kadar ısıtın, indikatör olarak 2 ml. sülfosalisilik asit çözeltisi ilave edin ve renksiz ya da uçuk sarı olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,0279 = \dots$ [gr/lt] Fe

A15 14 Amonyak miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik NaOH
 - 2) 0,1 N H₂SO₄
 - 3) 0,1 N NaOH
 - 4) % 0,1 lik metil oranj

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 50 ml.yi pipetle huni musluklu bir damıtma ünitesine koyun ve 50 ml. saf su ile seyreltin. Huniye 40 ml. %25 lik kostik soda çözeltisi akıtın, alıcıya pipetle 20 ml. 0,1 N sülfürik asit koyun. Kostik soda eklendiği zaman amonyağı 30 dakika damıtın. Soğutucuyu alıcıya daldırın ve renk değişene kadar içindekileri 0,1 N NaOH ile metil oranja karşı titre edin. (0,1 N NaOH : a ml.)

Hesaplama : $(20 - a) \times 0,034 = \dots$ [gr/lt] NH₃

A15 15 Bakır miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 2) %10 luk hidroksilamin hidrojen klorür çöz.
 - 3) Piridin
 - 4) 1 N KBr çözeltisi
 - 5) Kloroform
 - 6) Nitrik asit
 - 7) Glisino timol mavisi
 - 8) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle bir ayırma hunisine koyun, 20 ml. tampon çözeltisi, 1 ml. hidroksilamin hidrojen klorür çözeltisi, 2 ml. piridin ve 2 ml. potasyum bromür çözeltisi ekleyerek iyice çalkalayın. Ardından 2. ve 3. numunelere 1 ml. piridin eklemek kaydıyla, 3 defa 10 ml.lik numuneler alın. Her numune ayırıcı hunide ayrı ayrı toplanmalı ve 5 ml. su, 1 ml. piridin, 1 ml. potasyum bromür karışımıyla çalkalanmalıdır.

¹ Janik, Korbe : Talanta London (1958) s.55
Bestimmung von Kupfer in Nickellegierungen

15-16

Numuneleri bir erlene akıtıp kloroformu su banyosunda buharlaştırın. Karışımı birkaç damla nitrik asit ekleyip ayrıştırın ve saf su ile seyreltin. Ardından glisino timol mavisi ve rengi sarıdan maviye çevirmeye yetecek miktarda tampon çözeltisi ekleyin. Renk tekrar sarıya dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (Hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,03177 = \dots$ [gr/lt] Cu

A15 16 Kobalt miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyak
 - 2) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 3) Tampon çözeltisi (75 gr. NH₄Cl + 570 ml. NH₃, 1 litreye seyreltilmiş)
 - 4) 0,05 M magnezyum sülfat
 - 5) Erio T indikatörü
 - 6) %30 luk hidrojen peroksit
 - 7) Sodyum siyanür

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 100 ml.lik dereceli balona koyup saf su ile seyreltin. Kaynamaya bırakın ve zayıf alkali olana kadar amonyakla ayarlayın. Soğutup çizgiye kadar saf su ile doldurun. İyice çalkalayın ve çökelmiş olan demiri kuru bir filtreden süzün. Süzdüğünüz sıvının 10 ml.sini bir erlene alıp 10 ml. saf su ve 30 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ilave edin. (Hacim : a ml.)

20 ml. tampon çözeltisi ve bir tutam Erio T indikatörü ekleyin, 0,05 M magnezyum sülfat çözeltisi ile titre edin. (Hacim : b ml.)

Titrasyon tamamlandıktan sonra 3 ml. hidrojen peroksit ilave edin, bundan dolayı şarap kırmızısı rengi önce mavi kobalt karışımına ve ardından morumsu kırmızıya dönüşür. 1 gr. sodyum siyanür ekleyip 3-4 dakika bekleyin ve orijinal rengi tekrar elde edene kadar magnezyum sülfatla titre edin. (Hacim : c ml.)

Hesaplama : $a - (b - c) \times 2,947 = \dots$ [gr/lt] Co

¹ Pribil : Chem. listy 48 (1954) s.825-827

A15 17 2 gr/lt' den az miktardaki çinkonun kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk kostik soda
 - 2) 1:1 nitrik asit
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle bir behere koyun, yaklaşık 200 ml. saf su ile seyreltin ve nikeli kostik sodayla çökeltin. Çökelti oluşumu bittiğinde fazladan 10 ml. kostik soda ekleyin ve nikel hidroksit çökeltisi koyulaşmaya kadar kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup çözeltiyi ve tortuyu 1000 ml.lik balon jöjeye nakledin. Çizgiye kadar saf su doldurup iyice çalkalayın ve bir bölümünü kuru bir filtreden süzün. Süzölmüş olan sıvının 500 ml.sini bir erlene alın ve çözeltiyi yaklaşık 150 ml. kalana kadar kaynatın. Nitrik asitle hafifçe asidik hale getirin, mavi rengi elde etmek için biraz metil timol mavisi ile yeter miktarda tampon çözeltisi ilave ederek, renk limon sarısına dönene kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (Hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,654 = \dots$ [gr/lt] Zn

A15 18 Kurşun miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyak
 - 2) Asetik asit buzu
 - 3) %15 lik sodyum bikromat çözeltisi
 - 4) 1 N nitrik asit
 - 5) 0,01 M EDTA çözeltisi
 - 6) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 7) 0,01 M çinko sülfat çözeltisi
 - 8) Metil timol mavisi

¹ Brochert : Massanalytische Schnellmethoden
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966) s.109

18-19

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 100 ml.yi pipetle bir behere koyun ve yaklaşık 300 ml. saf su ile seyreltin. Önce amonyakla hafifçe alkalileştirin, daha sonra asetik asit buzu ile kuvvetli asidi hale getirin. Kaynamaya bırakıp 20 ml. sodyum bikromat çözeltisi ekleyin. Dikkatle karıştırıp bir gece dinlendirin. Ertesi gün tekrar kaynatıp kuru bir filtreden bir kez geçirin. Tam ve dikkatlice yıkayıp filtreyi ve tortuyu bir erlene nakledin, 50 ml. saf su ve 10 ml. 1 N nitrik asit ilave edin. Kurşun kromat çözündüğü zaman 5 ml. 0,01 M EDTA ekleyin. (Hacim : a ml.)

30 ml. tampon çözeltisi ekleyip fazla EDTA' yı metil timol mavisine karşı 0,01 M çinko sülfat çözeltisiyle renk sarıdan maviye dönene kadar titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 20,72 = \dots$ [gr/lt] Pb

A15 19 Magnezyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:5 amonyak
 - 2) NaCN
 - 3) %10 luk NH_4Cl
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Erio T indikatörü

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle bir erlene alıp, 50 ml. saf su ile seyreltin ve amonyakla dikkatlice nötr hale getirin. Renksiz ya da soluk sarı olana kadar katı siyanür ekleyin. 10 ml. amonyum klorür çözeltisi ilave edip 40 °C' ye ısıtın, bir tutam Erio T indikatörü ekleyin ve renk mavimsi yeşil olana kadar EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,2432 = \dots$ [gr/lt] Mg

A15 20 Çözeltideki sülfür içeren parlaticıların miktarlarının tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk ve %20 lik hidroklorik asit
 - 2) %5 lik baryum klorür çözeltisi
 - 3) Katyon deęiřtirici
 - 4) Sodyum peroksit

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 5 ml.yi 200 ml.ye seyreltip 5 ml. %10 luk hidroklorik asitle asidik hale getirin. Kaynattıktan sonra devamlı karıřtırarak 40-50 ml. baryum klorür ile sülfatı çökeltin. Su banyosuna yerleřtirin ve yaklaşık 1 saat kadar banyoda bırakın. Ardından mavi bant filtre kaęıdından filtre edin. Filtre edilmiř sıvıyı 1 damla/sn. hızla katyon deęiřtiriciden geçirin. Sütunu durulayıp elutrasyon tortusunu 20 ml.ye ayarlayın.

Buharlařma tortusunu 2 gr. NaOH ve 2 gr. sodyum peroksitle karıřtırıp, kapaklı nikel krozede eritin. 100 °C' ye soęutun ve içerięini saf suda çözün. Deriřik hidroklorik asidi metil oranja karřı kullanarak çözeltiyi asidik hale getirin ve baryum klorür çözeltisi ekleyip filtre edin. Kuruttuktan sonra tutuřturun ve baryum sülfat olarak tartın.

Hesaplama : Parlaticıların hacmi mg/lt olarak ařaęıdaki eřitlikle verilmiřtir.

$$m = \frac{F \times \text{BaSO}_4}{V}$$

V : Kaplama çözeltisinin analiz edilen kısmının hacmi.

F : Parlaticının dönüřtürme çarpanı.

F deęerleri:	sodyum naftalin sülfonat	986,0
	sodyum naftalin disülfonat	711,8
	sodyum naftalin trisülfonat	620,2
	paratoluen sülfonamit	733
	sakkarin	789
	sakkarin (Na tuzu)	1033

¹ Dubsky, Dudo : Metalloberfläche 17 (1963) 8, s.237-239

21

A15 21 Nemlendirici miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %50 metil alkol/su çözeltisiyle 1 litreye seyreltilmiş 5 ml. tri-n-bütil fosfat
 - 2) Gliserin

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden 25 ml.yi 300 ml.lik erlene koyun ve 3 damla gliserin damlatın. Çözeltinin yüzeyinde köpük tabakası oluşana kadar güçlüce çalkalayın. Kabarcıklanma bitene kadar n-bütil fosfat çözeltisiyle titre edin. (Kullanılan hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times F = \dots$ [gr/lt] Nemlendirici

F çarpanını belirleme :

Yukarıdaki yöntemin aynısını 1 gr/lt nemlendirici içeren bir çözeltide tekrarlayın. Gerekli n-bütil fosfat hacmi : a ml.

$$F = 2,5 / a$$

Paladyum Kaplama Çözeltileri

A16 1 Paladyum miktarının kompleksometrik tayini¹ –1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %1 lik nikel tetrasiyandır çözeltisi
 - 2) Amonyak
 - 3) Müreksit
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

Paladyum kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle içinde 50 ml. nikel tetrasiyandır çözeltisi bulunan 300 ml.lik erlene alın. Çözelti hafif asidik (pH 4,5 – 5) reaksiyon göstermelidir. Eğer göstermezse, dikkatlice birkaç damla 1 N nitrik asit damlatın. 30 saniye geçtikten sonra amonyakla alkalik hale getirin, biraz müreksit ekleyin ve renk eflatun olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,067 = \dots$ [gr/lt] Pd

A16 2 Paladyum miktarının kompleksometrik tayini² –2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N HNO₃
 - 2) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 3) 1 M amonyum asetat
 - 4) Ksilanol oranj
 - 5) 0,05 M toryum nitrat çözeltisi

¹ Brochert : Massanalytische Schnellmethoden
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966), s.157

² Kompleksometrische Bestimmung mit Titriplex, E. Merck, Darmstadt, s.46

2-3

Yöntem :

Paladyum kaplama ya da aktivasyon çözeltisinden 5 ml.yi pipetle bir erlene alın, 50 ml. saf su ile seyreltin, 10 ml. 1 N HNO₃, 10 ml. EDTA çözeltisi (hacim : a ml.) ve pH 3 olmasını sağlayacak kadar amonyum asetat ilave edin. Ksilenol oranj ekleyin ve renk kırmızıya dönene kadar 0,05 M toryum nitratla titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 1,067 = \dots$ [gr/lt] Pd

A16 3 Paladyum miktarının kompleksometrik tayini -3.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 2) 1 N nitrik asit
 - 3) 1 M sodyum asetat çözeltisi
 - 4) Metil timol mavisi
 - 5) 0,05 M çinko sülfat çözeltisi

Yöntem :

Paladyum kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 50 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi (hacim : a ml.) ekleyin. 5 ml. 1 N nitrik asitle hafifçe asidik hale getirin, pH derecesini sodyum asetat çözeltisi eklemek suretiyle yaklaşık 5,5 olarak ayarlayın. Metil timol mavisi ilave ederek, renk maviye dönene kadar 0,05 M çinko sülfatla titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 1,067 = \dots$ [gr/lt] Pd

A16 4 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum bikarbonat
 - 2) %5 lik potasyum kromat çözeltisi
 - 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Paladyum kaplama ya da aktivasyon çözeltisinden 5 ml.yi pipetle bir erlene alın, 100 ml. saf su ile seyreltin ve sodyum bikarbonatla turnusol kağıdı kullanarak nötralize edin. Kırmızı turnusol kağıdını belirgin şekilde maviye çevirmeye yeter miktarda ekleyin. Ardından indikatör olarak 5 damla potasyum kromat çözeltisi damlatıp, gümüş klorür çökteltisi kırmızımsı kahverengini alana kadar gümüş nitrat çözeltisiyle titre edin. (Gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,169 = \dots$ [gr/lt] NaCl

A16 5 Nitrit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N potasyum permanganat
 - 2) 1 N sülfürik asit
 - 3) 0,1 N demir(II) sülfat çözeltisi

Yöntem :

50 ml. potasyum permanganat çözeltisini (hacim : a ml.) pipetle 500 ml.lik erlene koyup 150 ml. 1 N sülfürik asitle asidik hale getirin. 40 °C' ye kadar ısıtın, pipetin ucunu potasyum permanganata daldırmaktan kaçınarak pipetle yavaş yavaş 5 ml. paladyum kaplama çözeltisi ekleyin. Daha sonra pipetin ucuna su spreyi uygulayın. İyice karıştırıp fazla potasyum permanganat çözeltisini demir(II) sülfatla titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,8512 = \dots$ [gr/lt] KNO₂

Not :

HNO₂ (azot-II asidi) tuzları potasyum permanganat tarafından oksitlenir, bu reaksiyon sadece asit çözeltisinde yer alır. Eğer nitrit çözeltisi asitleştirilir ve potasyum permanganatla doğrudan titre edilirse azot(II) oksit dumanı oluşması tehlikesi vardır.

6

A16 6 Amonyak miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk kostik soda
 - 2) 1 N sülfürik asit
 - 3) 1 N kostik soda
 - 4) Fenolftalein

Yöntem :

Bu yöntem Kjeldahl aparatlarının kullanımını gerektirir. 50 ml. paladyum kaplama çözeltisini pipetle damıtma tüpüne koyup 250 ml. saf su ile seyreltin. Sıkı sıkıya bağlanmasına dikkat ederek soğutucu monte edin. 40 ml. kostik sodayı huniden yardımıyla tüpün içine akıtın. Alıcıya 20 ml. 1 N sülfürik asit koyun (hacim : a ml.). Ardından 30 dakika boyunca damıtıp, alıcıdaki içeriği 1 N kostik soda ile fenolftaleine karşı titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,34$. . . [gr/lt] NH₃

Gümüş Kaplama Çözeltileri

A17 1 Gümüş miktarının elektrolizle tayini

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere alıp saf su ile seyreltin ve 2 A akımda de karıştırma uygulamadan elektroliz edin. Gümüşün çoğu kaplandığında (yaklaşık 20 dakika sonra) akım yoğunluğunu 4 A' e yükseltin. Platin elektrotları saf su ve alkol ile durulayıp 105 °C' de kurutun. Kaplanan gümüşü tartın : a ml.

Hesaplama : $a \times 100 = \dots$ [gr/lt] Ag

A17 2 Gümüş klorür formunda gümüş miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik nitrik asit
2) %5 lik sodyum klorür çözeltisi

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir behere alıp 25 ml. derişik nitrik asit ekleyerek kaynatın ve ilk oluşan gümüş siyanür çökeltisi tekrar çözülene kadar kaynatmaya devam edin. Ardından 50 ml. saf su ile seyreltip gümüş klorür çökmesi durana kadar sodyum klorür eklemeye devam edin. Çözeltiyi devamlı surette karıştırarak ve kaynamasına izine vermeden, çökelti yoğunlaşıp iyice çökmeye başlayana kadar ısıtın. Kısa bir süre bekleyip, darası alınmış cam krozeze süzün ve suyla dikkatlice yıkayıp 120 °C' de kurutun. Desikatörde soğutup tartın. (ağırlık : a gr.)

Hesaplama : $a \times 75,26 = \dots$ [gr/lt] Ag

3-4

A17 3 Gümüş miktarının tiyosiyanat titrasyonu ile tayini –1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Demir(III) amonyum sülfat çözeltisi
 - 2) 0,1 N potasyum tiyosiyanat çözeltisi
 - 3) Derişik sülfürik asit
 - 4) Derişik nitrik asit

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi çözelti dumanlı iken pipetle bir erlene alıp, 10 ml. derişik sülfürik asit ve 10 ml. derişik nitrik asit ekleyin. Gümüş siyanür çökteltisi tekrar çözülene kadar çözeltiyi ısıtın ve yoğun beyaz sülfürik asit dumanları oluşmaya başlayana kadar ısıtmaya devam edin. Soğutup saf su ile seyrelttikten sonra 3 ml. derişik nitrik asit, 2 ml. demir(III) amonyum sülfat çözeltisi ilave edin ve devamlı surette çalkalayarak, soluk pembe görünüş ortaya çıkana kadar 0,1 N potasyum tiyosiyanat çözeltisiyle titre edin. (Potasyum tiyosiyanat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,079 = \dots$ [gr/lt] Ag

A17 4 Gümüş miktarının tiyosiyanat titrasyonu ile tayini –2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %30 luk formaldehit çözeltisi
 - 2) 1:1 nitrik asit
 - 3) Demir(III) amonyum sülfat çözeltisi
 - 4) 0,1 N potasyum tiyosiyanat çözeltisi

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene alıp, 5 ml. formaldehit çözeltisi ekleyin ve 5 dakika boyunca kaynatın. Ardından 40 ml. nitrik asit ekleyip tekrar kaynatın. Soğuttuktan sonra saf su ile 150 ml.ye seyreltip, 2 ml. demir(III) amonyum sülfat çözeltisi ekleyin ve soluk pembe renk alana kadar 0,1 N potasyum tiyosiyanatla titre edin. (Potasyum tiyosiyanat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,079 = \dots$ [gr/lt] Ag

Not : Bu yöntemde dumanlanma gerekli değildir.

A17 5 Gümüş miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Doymuş brom suyu
 - 2) Amonyak
 - 3) %10 luk potasyum nikel siyanür
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Müreksit – 1:1 NaCl

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene alıp, soluk sarı renk alana kadar brom suyu ekleyin. 10 dakika kaynatıp yaklaşık 5 ml. daha brom suyu ilave edin ve tekrar 5 dakika kaynatın. Soğutup 15 ml. amonyak, 5 ml. potasyum nikel siyanür ekleyin, saf su ile 150 ml.ye seyreltin ve indikatör olarak müreksit kullanarak, renk sarıdan kırmızıya dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,535 = \dots$ [gr/lt] Ag

A17 6 Gümüş nitrat kullanarak serbest siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle 300 ml.lik erlene alıp saf su ile 150 ml.ye seyreltin, 2 ml. %10 luk potasyum iyodür çözeltisi ekleyin ve sabit dumanlı görüntü elde edilene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (Gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,98 = \dots$ [gr/lt] NaCN

¹ Lalitha, Natarjan : Metal Finishing 66 (1968) 5, s.82-83

7-8

A17 7 Nikel sülfat kullanarak serbest siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik amonyak
 - 2) Müreksit – 1:100 NaCl
 - 3) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene alın, 150 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. derişik amonyakla bir tutam Müreksit ilave edin ve renk eflatundan sarıya dönene kadar 0,1 M nikel sülfat çözeltisi ile titre edin. (Nikel sülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 1,96 = \dots$ [gr/lt] NaCN

A17 8 Sodyum karbonat miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi
 - 2) Fenolftalein
 - 3) 0,5 hidroklorik asit

Yöntem :

Gümüş kaplama çözeltisinden 10 ml.yi pipetle bir erlene alın, 150 ml. saf su ile seyreltin ve serbest siyanür miktarı tayinide kullanılmış olan miktarda nikel sülfat çözeltisi ilave edin. 3 damla fenolftalein ekleyip, eflatundan renksiz olana kadar 0,5 N hidroklorik asit çözeltisi ile titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,3 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃

A17 9 Karbonat içeriği miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %25 lik amonyak
 - 2) %10 luk baryum klorür çözeltisi
 - 3) 1 N hidroklorik asit
 - 4) %0,1 lik metil oranj
 - 5) 1 N kostik soda

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini bir behere pipetle boşaltıp 100 ml. saf su ile seyreltin, 2 ml. amonyak ve 25 ml. baryum klorür çözeltisi ekleyin. Çökelti oturduğunda bir filtre kağıdından süzüp saf su ile iyice yıkayın. Filtreyi ve çökeltiyi bir erlene koyup üzerine 25 ml. 1 N hidroklorik asit ilave edin ve serbest kalmış olan karbonik asitten kurtulmak için kaynatın. Soğutup 100 ml. saf su ekleyin ve renk pembeden sarıya dönene kadar metil oranja karşı 1 N kostik soda ile titre edin. (Kostik soda hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$(25 - a) \times 10,6 = \dots [\text{gr/lt}] \text{Na}_2\text{CO}_3$$
$$(25 - a) \times 13,82 = \dots [\text{gr/lt}] \text{K}_2\text{CO}_3$$
A17 10 Bakır ve nikel miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) Müreksit
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Timolftalekson
 - 6) 0,05 M kalsiyum nitrat çözeltisi
 - 7) Tiyoglikolik asit %20

Yöntem :

10 ml. gümüş kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp, 100 ml. saf su ile seyreltin ve serbest sodyum siyanür miktarı tayininde kullanılmış olan miktarda gümüş nitrat çözeltisi ilave edin.

10 ml. daha gümüş nitrat çözeltisi ile 5 ml. derişik amonyak ve bir tutam müreksit ekleyip, renk eflatuna dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (Hacim : a ml.)

10-11

5 ml. tiyoglikolik asit çözeltisi, 20 ml. derişik amonyak ve bir tutam timolftalekson ilave ettikten sonra, bakır içerikle eşit miktarda olan serbest haldeki EDTA' yı renk mavi olana kadar 0,05 M kalsiyum nitrat çözeltisi ile titre edin. (Kalsiyum nitrat hacmi : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,2935 = \dots$ [gr/lt] Ni
 $b \times 0,3177 = \dots$ [gr/lt] Cu

A17 11 Nikel miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyaklı gümüş klorür çözeltisi.
(71,67 gr. AgCl 600 ml. %25 lik amonyakta çözülüp, saf su ile 1000 ml.ye seyreltilir)
 - 2) 1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 3) Müreksit
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) %5 lik amonyak çözeltisi

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltın, 100 ml. saf su ile seyreltin ve 25 ml. %5 lik amonyak çözeltisi ile 4,5 ml. amonyaklı gümüş klorür çözeltisi ilave edin. Ardından tortu tekrar çözülene kadar 1 N gümüş nitrat çözeltisi damlatın. Bulanık bir görüntü varsa birkaç damla %5 lik amonyum hidroksit çözeltisi damlatmak suretiyle berraklaştırılır. Bir tutam müreksit katıp, renk sarıdan mora dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisiyle titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,5869 = \dots$ [gr/lt] Ni

¹ Malat, Holecek : Chemist ANALYST 89 (1964)

Alkali Kalay Kaplama Çözeltileri

A18 1 Kalay miktarının iyodometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) p.a. Demir tozu
 - 3) Mermer kırıkları
 - 4) 0,1 N iyodür çözeltisi
 - 5) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 500 ml.lik erlene pipetle boşaltıp 200 ml. saf su, 50 ml. derişik hidroklorik asit ve 2-3 gr. demir tozu ilave edip demirin hepsi çözülene kadar kaynatın. Akan suyun altında hızla soğutup içine bezelye tanesi büyüklüğünde mermer koyun ve renk kırmızıya dönene kadar, 5 ml. nişasta çözeltisini indikatör olarak kullanarak 0,1 N iyodür çözeltisiyle titre edin. (iyodür hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 1,187 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Sn}$$
$$a \times 2,668 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Na}_2\text{SnO}_3$$

A18 2 Kalay miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) %30 luk hidrojen peroksit çözeltisi
 - 3) 1 N NaCl çözeltisi
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Glasiyal asetik asit
 - 6) Timol mavisi
 - 7) 3 M sodyum asetat çözeltisi
 - 8) Pirokatekin moru
 - 9) 0,05 M çinko asetat çözeltisi

2-3

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 100 ml.lik mezüre pipetle boşaltın, 5 ml. derişik hidroklorik asit, 10 ml. %30 luk hidrojen peroksit ve 10 ml. 1 N sodyum klorür çözeltisi ilave edin ve karışımı 10 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup çizgiye kadar saf suyla doldurarak iyice çalkalayın. 10 ml.sini bir erlene alıp üzerine 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi (hacim : a ml.), 2 ml. glasiyal asetik asit ve birkaç damla timol mavisi ekleyin ve renk kırmızıdan sarıya dönene kadar 1:1 amonyak damlatın. 10 ml. 3 M sodyum asetat çözeltisi ekleyin (pH 5), saf su ile 100 ml.ye seyreltip 70-80 °C' ye ısıtarak 5 damla pirokatekin moru damlatın ve fazla 0,05 M EDTA çözeltisini renk mavi olana kadar 0,05 m çinko asetat çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 5,935 = \dots$ [gr/lt] Sn
 $(a - b) \times 13,34 = \dots$ [gr/lt] Na₂SnO₃

A18 3 Serbest sodyum hidroksit miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %10 luk baryum klorür çözeltisi
2) 0,1 N hidroklorik asit
3) Timolftalein

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp, 100 ml. saf su ile seyreltin. 50 ml. baryum klorür çözeltisi ekleyip timolftaleini indikatör olarak kullanıp renk maviden renksiz olana kadar 0,1 N hidroklorik asitle titre edin. Titrasyonun sonuna doğru birkaç damla daha indikatör ilave edin. (hidroklorik asit hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,4 = \dots$ [gr/lt] NaOH

Not :

Kaplama çözeltisinde karbonat ve sodyum stanat mevcut ise baryum klorürle çökeltirler. Eğer sodyum stanat çökelmemişse, eklenecek sodyum hidroksit titrasyon esnasındaki hidrolizi artıracaktır.

A18 4 Sodyum karbonat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk baryum klorür çözeltisi
 - 2) Metil oranj
 - 3) 0,5 N hidroklorik asit
 - 4) Timolftalein
 - 5) 0,5 N kostik soda

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini bir behere pipetle boşaltın, 250 ml. saf su ile seyreltin ve kaynatın. 50 ml. baryum klorür çözeltisi ekleyip tortunun dibine çökmesini bekleyin. Tortuyu bir kez filtre edin ve filtrenin üzerindeyken yıkama suyu turnusol kağıdıyla alkali reaksiyon göstermeyinceye kadar yıkayın. Tortunun hepsini bir erlene alın, 100 ml. saf su ve 2 damla metil oranj ekleyip 0,5 N hidroklorik asitle titre edin. Renk değiştiğinde 5 ml. daha hidroklorik asit ekleyip 3 dakika kaynatın. Titrasyon değerini fazladan eklenen 5 ml. hidroklorik asidi de dahil ederek a ml. olarak belirtin.

Oda sıcaklığına soğutup birkaç damla timolftalein damlatın ve renk maviye dönene kadar 0,5 N kostik soda ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 2,65 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3

A18 5 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik HNO_3
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 3) p-dimetilamino benzilidin rodanin asetonda %0,05

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini bir erlene boşaltın, 100 ml. saf su ile seyrelterek 0,5 ml. p-dimetilamino benzilidin rodanin çözeltisi ekleyin ve kırmızı renk (tortu) elde edilene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,709 = \dots$ [gr/lt] Cl'

6-7-8

A18 6 Kalay(IV) miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) FeCl_3 çözeltisi
(136 gr/lt $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, ya da 0,5 N)
 - 2) Derişik HCl
 - 3) Çinko tozu

Yöntem :

10 ml. banyo çözeltisini bir erlene boşaltın, 50 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 50 ml. derişik HCl ekleyin ve ısıtın. Çözeltiye 3-4 gr. çinko tozu ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın, eğer gerekli ise biraz daha HCl ilave ederek çinko ve kalayın her ikisi de çözünene kadar ısıtmaya devam edin. Son olarak sarı renk sabit kalıncaya kadar sıcak çözeltiyi demir klorür ile titre edin. (FeCl_3 hacmi : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 2,97 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Sn}$$
$$a \times 6,67 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ Na}_2\text{SnO}_3$$

A18 7 Serbest hidroksit miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N HCl
 - 2) Epsilon mavisi indikatörü

Yöntem :

10 ml. banyo çözeltisini 300 ml.lik erlene boşaltın, 30 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 3-5 damla Epsilon mavisi indikatörü damlatın ve renk maviden turuncu-sarıya dönene kadar 1 N HCl ile titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 5,61 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ KOH}$$
$$a \times 4 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ NaOH}$$

A18 8 Toplam alkali miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N HCl
 - 2) Metil oranj

Yöntem :

10 ml. banyo çözeltisini 300 ml.lik erlene boşaltın, 30 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 3-5 damla metil oranj damlatın ve renk sarıdan kırmızıya dönene kadar 1 N HCl ile titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama :

$$a \times 5,61 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ KOH}$$
$$a \times 4 = \dots [\text{gr/lt}] \text{ NaOH}$$

¹ Oberfläche-Surface 13 (1972) 1, s.23

Asitli Kalay Kaplama Çözeltileri

A19 1 Toplam kalay miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) %30 luk hidrojen peroksit
 - 3) 1 N sodyum klorür
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Asetik asit buzu
 - 6) Timol mavisi
 - 7) 1:1 amonyak
 - 8) 3 N sodyum asetat çözeltisi
 - 9) Pirokatekin moru
 - 10) 0,5 M çinko asetat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltın, 5 ml. derişik hidroklorik asit, 10 ml. %30 luk hidrojen peroksit ve 10 ml. 1 N sodyum klorür çözeltisi ekleyin ve 10 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup çizgiye kadar saf su doldurun ve iyice çalkalayın. Bu çözeltinin 10 ml.sini 200 ml.lik erlene alın, 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi (hacim : a ml.), 2 ml. asetik asit buzu ve birkaç damla timol mavisi ekleyin. Ardından renk kırmızıdan sarıya dönene kadar 1:1 amonyak damlatın. pH 5 olana kadar 10 ml. 3 N sodyum asetat çözeltisi ekleyip saf su ile 100 ml.ye seyreltin. 70-80 °C' ye kadar ısıtıp 5 damla pirokatekin moru damlatın ve fazla 0,05 M EDTA çözeltisini renk maviye dönene kadar 0,05 M çinko asetat çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 5,935 = \dots$ [gr/lt] Sn

Not : Kaynama sırasında kalay(IV) klorürün buharlaşmasını engellemek için sodyum klorür eklenir. Eğer nötralizasyondan evvel deney çözeltisine asetik asit eklenmemiş ise yer yer yüksek alkalilik durumu ortaya çıkar ve bu bölgelerde kalay(IV) hidroksit çökmesi neticesi deneyde hesaplanan kalay miktarı azalır. Eklenen çinko çözeltisinin bağ yapmayan ilk damlası EDTA ile bileşik yapmış olan kalay(IV) atomunu yerinden çıkarır ve kalay(IV) iyonları pirokatekin moru ile birlikte güçlü mavi renkli bileşik meydana getirirler. Deney çözeltisindeki toplam kalay içeriği 50 mg.1 geçmemelidir.

¹ Jankovsky : Kompleksometrische Bestimmung von Zinn (IV) :
Collect. Czechoslov. Chem. Commun 22 (1957) s.1052-1055

2-3

A19 2 Kalay miktarının elektrolitik tayini¹

Eklenen kimyasallar :

- 1) Potasyum hidroksit
- 2) Hidrojen peroksit
- 3) Okzalik asit

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini içinde birkaç gram katı potasyum hidroksit bulunan 200 ml.lik behere pipetle boşaltın. Birkaç ml. hidrojen peroksit ekleyip 5-10 dakika kaynatın. 5 gr. katı okzalik asit ilave edin ve fazla hidrojen peroksiti çöktürmek için 10 dakika daha kaynatıp saf su ile yaklaşık 180 ml.ye seyreltin. 60-70 °C sıcaklıkta 1,5 A' de bakır kaplı platin elektrot kullanarak elektroliz edin. 3 saatin sonunda kalay miktar olarak kaplanmış olur. Daha fazla su ekleyerek bu test edilebilir : Birkaç dakika sonra daldırılan yeni katot parçasında kalay kaplaması görülmemelidir. Ardından elektrotu su ve alkolle yıkayıp 80 °C' de kurutun ve ağırlıktaki artışı tartın. (a gr.)

Hesaplama : $a \times 200 = \dots$ [gr/lt] Sn

A19 3 Kalay miktarının meta-stanik asit halinde tayini

Eklenen kimyasal : Derişik nitrik asit

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Çözeltinin 20 ml.sini bir behere alın, 15 ml. derişik nitrik asit ekleyin ve yoğun beyaz bir nitrik asit dumanı çıkana kadar kum banyosunda buharlaştırın. Ardından yaklaşık 120 ml. saf su ile seyreltin, sıcak bir yerde 10 dakika bekletip meta-stanik asidi mavi bant filtre kağıdından süzün ve ayrıldığı zaman sıcak su ile yıkayın. Filtreyi tortuyla beraber kurutup, ağırlığı bilinen bir krozede tavlayın. Desikatörde soğutun ve tekrar tartın. (ağırlık artışı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 393,9 = \dots$ [gr/lt] Sn

Not : Filtre edilmiş olan sıvıyı bakır, nikel ve çinko tayininde kullanın. (Krom kaplama çözeltileri bölümüne bakın)

¹ Weiner : Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb.
Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau/Wurt. (1968) s.134

A19 4 Kalay(II) miktarının iyodometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) 0,1 N iyodür çözeltisi
 - 3) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp 200 ml. saf su ile seyreltin, 30 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin ve 5 ml. nişasta çözeltisini indikatör olarak kullanıp renk maviye dönene kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin.

Hesaplama : $a \times 1,187 = \dots$ [gr/lt] Sn(II)

Not : Sadece kalay(II)nin elektrolitik olarak kaplandığından iyice emin olunmadan ve test çözeltisinin kalay(IV) içerip içermediği ortaya çıkarılmadan çözeltinin indirgenmesi yanlış olacaktır. Tanımlanan tahlil kalay elektrodun içerebileceği diğer metallerden hemen hemen hiç etkilenmez. Oksidasyon için gerekli klorür iyonlarının var olmasını sağlama almak için hidroklorik asit eklenir. Eğer bunlar eksik olursa, kolayca hidrolize olabilen kalay(IV) oluşur ve çökeltme meydana gelmez.

A19 5 Kalay(II) miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %1 lik amonyum florür çözeltisi
 - 2) %1 lik tartarik asit
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) Piridin + asetik asit buzu çözeltisi
(40 ml. asetik asit buzu+ 160 ml. piridin, 1 litreye tamamlanmış)
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp çizgiye kadar saf su ile doldurun ve iyice çalkalayın. Bu çözeltinin 10 ml.sini 200 ml.lik erlene alın ve 10 ml. amonyum florür çözeltisi ile 20 ml. tartarik asit ilave edin. Ardından biraz metil timol mavisi ekleyin.

¹ Dubsky : Direkte komplexometrische Bestimmung von Zinn (II) :
Collect. czechoslov. chem. Comun 24 (1959) s.4015-4049

5-6

Çözelti sarı renk alır. Renk maviye dönene kadar dikkatlice piridin –asetik asit buzu çözeltisinden ekleyin ve mavi olduğunda ise önce mor ardından soluk sarı renk alıncaya kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (Hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,5935 = \dots$ [gr/lt] Sn(II)

Not : Bu yöntemde test çözeltisinin 50 ml.den daha fazla kalay(IV) içermemesine dikkat edilmelidir.

A19 6 Kalay miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M trietanolamin çözeltisi
 - 2) Metil kırmızısı
 - 3) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 4) Tampon çözeltisi (74 gr. NH₄Cl + 570 gr. NH₃)
 - 5) Erio T indikatörü
 - 6) 1:1 amonyak
 - 7) 0,05 M çinko asetat

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp işaretli yere kadar saf su ile doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini bir erlene alıp 10 ml. EDTA çözeltisi, 5 ml. trietanolamin çözeltisi ekleyin ve metil kırmızısını indikatör olarak kullanıp 1:1 amonyakla nötralle edin. Ardından 10 ml. tampon çözeltisi, bir tutam Erio T indikatörü ilave edip, fazla EDTA' yı renk maviden kırmızıya dönene kadar 0,05 M çinko asetat ile titre edin. (Hacim : a ml.)

Hesaplama : $(c - a) \times 5,935 = \dots$ [gr/lt] Sn

A19 7 Kalay(II) miktarının demir klorür çözeltisi titrasyonu ile tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Demir klorür çözeltisi
(91,4 gr. FeCl₃ x 6.H₂O + 50 ml. derişik HCl,
1000 ml.ye tamamlanmış)
 - 2) Potasyum tiyosiyanat çözeltisi 50 gr/lt
 - 3) Derişik hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp 15 ml. hidroklorik asit ile 100 ml. saf su ekleyin ve kaynatın. 10 ml. potasyum tiyosiyanat çözeltisi ilave edin ve sabit pembe renk elde edilene kadar demir klorür çözeltisi ile titre edin. (demir klorür hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times F = \dots$ [gr/lt] Sn

Demir klorür çarpanını belirleme :

0,2-0,3 gr.lık parçalar halinde yağsız kalay talaşından (E) tartın ve 300 ml.lik erlenin içinde 10 ml. hidroklorik asitte fazla köpürtmeden eritin. Erlenin ağzını oksijen girmemesi için saat camı ile kapatın. Kalayın hepsi çözeltiliye karışınca 5 ml. hidroklorik asit ve 100 ml. su ekleyip kaynatın, 10 ml. potasyum tiyosiyanat ilave edin ve sabit kırmızı renk elde edene kadar demir klorür çözeltisi ile titre edin. (Hacim : b ml.)

$$F = (E / b) \times 100$$

A19 8 Serbest asit miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N kostik soda
 - 2) Timolftalein – alkolde %0,1 lik çözelti

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp 100 ml. saf su ile seyreltin, 3 ml. timolftalein çözeltisi ekleyin ve mavi renk elde edene kadar kostik soda ile titre edin. (Kostik soda hacmi : a ml.)

Hesaplama : H_2SO_4 yoğunluğu = $(b \times 4,90) - (a \times 0,826)$ [gr/lt]

b : Kplama çözeltisindeki kalay içeriği

¹ Druckschrift : Firma Dr.-Ing. Max Schlotter, Geislingen/Steige.

9-10

A19 9 Serbest asit miktarı tayini – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %3 lük amonyum okzalat çözeltisi
 - 2) Metil kırmızısı
 - 3) 1 N kostik soda

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp 50 ml. amonyum okzalat çözeltisi ekleyin. 10-15 dakika bekleyip 100 ml. saf su ile seyreltin, metil kırmızısından 5 damla damlatın ve renk sarıya dönene kadar 1 N kostik soda ile titre edin. Titrasyonun sonuna doğru birkaç damla daha indikatör damlatın. (Kostik soda hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,9 = \dots$ [gr/lt] H₂SO₄

A19 10 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 2) 0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi
 - 3) Ferrik amonyum sülfat çözeltisi 300 gr/lt + 100 ml. HNO₃
 - 4) Derişik HNO₃

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp 50 ml. saf su ile seyrelterek, 20 ml. derişik nitrik asit ve 25 ml. 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ekleyin. (hacim : a ml.) 2 ml. ferrik amonyum sülfat çözeltisi ilave edip soluk pembe renk görülene kadar 0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi ile titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - b) \times 0,6092 = \dots$ [gr/lt] Cl'

Alkali Çinko Kaplama Çözeltileri

A20 1 Çinko miktarının elektrolitik tayini

Eklenen kimyasal : %25 lik kostik soda

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini bir behere pipetle boşaltıp 300 ml. saf su ile seyreltin ve 5 ml. kostik soda ilave edin. 2 A akımda elektrolize başlayın. Yarım saat sonra akım şiddetini 4 A' e çıkarın. Elektroliz tamamlandığında (nokta testi), akımı kesmeden yıkayın, saf su ile iyice durulayın, alkole daldırın ve 70 °C' de kurutun. (Ağırlık artışı : a gr.)

Hesaplama : $a \times 200 = \dots$ [gr/lt] Zn

A20 2 Çinko miktarının kompleksometrik tayini – 1.Yol

Eklenen kimyasallar :

- 1) Tampon çözeltisi (70 gr. NH₄Cl + 570 ml. derişik NH₃ 1000 ml.ye seyreltilir)
- 2) Magnezyum kompleksinat*
- 3) Erio T indikatörü
- 4) Formaldehit
- 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik ölçü balonuna pipetle boşaltıp işaretli yere kadar saf su doldurun ve iyice çalkalayın. 10 ml.sini bir erlene alın ve yaklaşık 150 ml. saf su ile seyreltin. 5 ml. tampon çözeltisi, birkaç magnezyum kompleksinat tanesi ve Erio T indikatörü ilave edin. Eğer çözelti mavi renk almayıp kırmızılaşırsa, saf mavi renk elde edilene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Ardından birkaç ml. formaldehit çözeltisi ekleyin ve hemen 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Renk şarap kırmızısından maviye dönene kadar titrasyona devam edin. (Hacim : a ml.)

* Etilendiamin tetra asetik asidin magnezyum tuzu

2-3

Tekrar birkaç ml. formaldehit ilave edin ve eğer bu ilaveyle renk yeniden kırmızıya dönerse EDTA ile titre etmeye devam edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,269 = \dots$ [gr/lt] Zn

Not : Magnezyum bileşiklerinin eklenmesi ve test çözeltisinin renginin formaldehit ilavesinden daha önce 0,05 M EDTA ile saf maviye ayarlanması sayesinde, çözeltide kalsiyum ya da magnezyum bulunması halinde analizin bölünmesi engellenir.

A20 3 Çinko miktarının kompleksometrik tayini – 2.Yol

Eklenen kimyasallar : 1) Amonyak
2) Metil timol mavisi
3) 0,05 M EDTA çözeltisi
4) Formaldehit çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jojeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Çözeltinin 10 ml.sini bir erlene alıp 50 ml. saf su ile seyrelttikten sonra 10 ml. derişik amonyak ve birkaç parça metil timol mavisi ilave edin. Eğer şimdi renk saf mavi olmuşsa, gri ya da renksiz hale gelene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. 5 ml. formaldehit ilave edip renk maviden gri ya da renksiz hale gelene kadar titre edin. Tekrar birkaç ml. formaldehit ilave edin ve eğer renk mavilik gösterirse 0,05 M EDTA ile titre etmeye devam edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,269 = \dots$ [gr/lt] Zn

A20 4 Çinko miktarının kompleksometrik tayini – 3.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) Ksilanol oranj
 - 3) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilir.)

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, gaz çıkışı altında 10 ml. derişik nitrik asit ekleyin. 10 dakika kaynattıktan sonra oda sıcaklığına soğutun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Eğer çözelti çökelen sülfürden dolayı bulanmışsa, kuru bir filtreden süzüp pipetle 10 ml.sini 300 ml.lik erlene alın. Yaklaşık 100 ml.ye kadar saf su ile seyreltip, biraz ksilenol oranj ve çözeltinin rengini sarıdan eflatuna çevirmeye yetecek kadar tampon çözeltisi ilave edin. Fazladan 2 ml. daha ekleyin ve renk limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,269 = \dots$ [gr/lt] Zn

Not : Bu yöntemin kullanılması çözeltide bisülfid varlığı durumunda uygundur.

A20 5 Çözeltide demir mevcut olması halinde çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %3 lük hidrojen peroksit
 - 2) 1 N nitrik asit
 - 3) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 5) Ksilanol oranj

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Karışımın 10 ml.sini 300 ml.lik erlene alın, 10 ml. hidrojen peroksit ekleyip 3 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğuttuktan sonra 50 ml. saf su ile seyreltip, çökelti olmuşsa bunu çözmek için 5 ml. 1 N nitrik asit ilave edin. Biraz ksilenol oranj ve çözeltinin rengini eflatuna çevirmeye yetecek kadar tampon çözeltisi ilave edin. Ardından renk limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,269 = \dots$ [gr/lt] Zn

6-7

A20 6 Potasyum ferrosiyandır kullanarak çinko miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Potasyum ferrosiyandır çözeltisi (43,0693 gr/lt)
 - 2) Derişik hidroklorik asit
 - 3) Hidrojen peroksit
 - 4) Amonyum sülfat
 - 5) %2 lik uranil asetat

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp, 50 ml. derişik hidroklorik asit, 10 ml. hidrojen peroksit ekleyin ve kaynatın (gaz çıkışı olur). Yaklaşık 10 dakika sonra erleni soğutup 250 ml. saf su ile seyreltin, 15 gr. amonyum sülfat ilave ederek potasyum ferrosiyandır ile titre edin. Uranil asetat testin bitme noktasını belirlemek için indikatör olarak kullanılır. (Potasyum ferrosiyandır hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a = \dots$ [gr/lt] Zn

A20 7 Toplam sodyum siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik amonyak
 - 2) Müreksit
 - 3) 0,1 M nikel sülfat çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp, 150 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, 10 ml. amonyak, biraz müreksit ekleyin ve renk sarıya dönene kadar 0,1 M nikel sülfat çözeltisiyle titre edin. (Nikel sülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 3,92 = \dots$ [gr/lt] NaCN

¹ Langford : Analysis of Electroplating and Related Solutions, 4. basım
Robert Draper Ltd. (1971) s.222.

A20 8 Toplam sodyum siyanür miktarı tayini – Liebig Yöntemi

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik kostik soda
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi
 - 4) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su ile doldurun. Karışımın 20 ml.sini 300 ml.lik bir erlene alarak 150 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, 5 ml. %20 lik kostik soda, 3 damla derişik amonyak ve %10 luk potasyum iyodür çözeltisinden de 6 damla ilave edin. Ardından opal ışımali, pırlıtlı bir görünüş elde edene kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile titre edin. (Gümüş nitrat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,9 = \dots$ [gr/lt] NaCN

A20 9 Sodyum hidroksit miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk sodyum siyanür çözeltisi
 - 2) Sodyum indigo sülfat çözeltisi
 - 3) 1 N hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp, 50 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, 30 ml. %10 luk sodyum siyanür çözeltisi ve 4-5 damla sodyum indigo sülfat çözeltisi ekleyin. Ardından çözeltinin rengi yeşilden sarıya dönene kadar 1 N hidroklorik asitle titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,0 = \dots$ [gr/lt] NaOH

10-11

A20 10 Sodyum hidroksit miktarı tayini – 2.Yol

Eklenen kimyasallar :

- 1) Sodyum siyanür
- 2) Tropaeolin 000 indikatörü
- 3) 1 N hidroklorik asit

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltıp, 100 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, 1 gr. sodyum siyanür, 2 ml. Tropaeolin 000 indikatörü ekleyin ve renk değişene kadar 1 N hidroklorik asitle titre edin. (HCl hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 4,0 = \dots$ [gr/lt] NaOH

A20 11 Sodyum karbonat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %5 lik baryum nitrat çözeltisi
- 2) 1 N hidroklorik asit
- 3) 1 N kostik soda
- 4) Metil oranj

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 400 ml.lik behere pipetle boşaltıp 50 ml. saf su ile seyrelttikten sonra biraz kaynatın ve tortu oluşana kadar baryum nitrat ekleyin. Tortu çökeldiğinde kağıt filtreden süzüp saf su ile iyice yıkayın. Filtreyi ve tortuyu bir erlene koyarak 100 ml. saf su ve 20 ml. 1 N hidroklorik asit ilave edin (Hacim : a ml.). Biraz kaynattıktan sonra, metil oranji indikatör olarak kullanarak fazla hidroklorik asidi 1 N kostik soda ile (Hacim : b ml.) titre edin.

Hesaplama : $(a - b) \times 5,3 = \dots$ [gr/lt] Na₂CO₃

A20 12 Sodyum karbonat miktarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,05 M baryum klorür çözeltisi
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) Timolftalekson
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp, 20 ml. saf su ve 50 ml. 0,05 M baryum klorür çözeltisi ekleyin (Hacim : a ml.). Biraz kaynatıp oda sıcaklığına soğuttuktan sonra işaretli yere kadar saf su doldurun. İyice çalkalayıp kuru bir filtreden süzün. Süzülen sıvının 10 ml.sini 200 ml.lik erlene alıp 50 ml. saf su ile seyreltin, 10 ml. derişik amonyak ve timolftalein indikatörü ilave edin. 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (Hacim : b ml.)

Hesaplama : $(a - 10b) \times 5,3 = \dots$ [gr/lt] Na_2CO_3

Not : Eđer çözeltide sülfür iyonları varsa, sodyum sülfür baryum tuzu ile çözünmez bir bileşik yapacağından (ki bu bileşik ancak mineral asidinde çözünür), bulunan sodyum karbonat miktarı çok yüksekmiş gibi görünecektir. Bu durumda aşağıdaki düzelme yapılmalıdır. Sodyum sülfür değeri 0,8414 ile çarpılır ve sodyum karbonat miktarı olarak bulunan değerdan çıkarılır. Aradaki fark gerçek sodyum karbonat değeridir.

A20 13 Demir ve alüminyum miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) %10 luk hidroklorik asit
 - 4) %5 lik sülfosalisilik asit
 - 5) Tampon çözeltisi
(53 ml. derişik NH_3 + 90,4 ml. formik asit,
2000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 6) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 7) 0,05 M FeCl_3 çözeltisi

13-14

Yöntem :

25 ml. çinko kaplama çözeltisini 400 ml.lik bir behere pipetle boşaltıp, 25 ml. derişik nitrik asit ekledikten sonra 15-20 dakika kaynatın. Oda sıcaklığına soğutup saf su ile yaklaşık 150 ml.ye seyreltin, tekrar kaynatıp demir ve alüminyum amonyakla çökeltin. Çökeltiyi filtre edip, filtrenin üzerindeki iki kez saf su ile yıkadıktan sonra, 25 ml. %10 luk hidroklorik asitte eritin ve demirle alüminyum tekrar amonyakla çökeltin. Çökeltiyi filtre edip, filtrenin üzerindeki iki kez saf su ile yıkadıktan sonra, 25 ml. %10 luk hidroklorik asitte eritin. Çözeltiyi 100 ml.lik balon jöjeye alıp işaretli yere kadar su doldurun ve iyice çalkalayın. A ve B diye adlandıracağınız iki erlene pipetle bu karışımdan 10'ar ml. koyun.

A çözeltisine 100 ml. saf su ekleyerek, amonyakla pH' ını 1,5' a ayarlayın ve 40-50 °C' ye kadar ısıtın. İndikatör olarak 2 ml. %5 lik sülfosalisilik asit ilave edip, renksiz olana kadar 0,05 M EDTA ile titre edin. (Hacim : a ml.)

B çözeltisini 100 ml. saf su ile seyreltip üzerine 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ekleyin. Ardından 20 ml. tampon çözeltisi ilave edip 3 dakika süreyle kaynatın. Oda sıcaklığına soğuttuktan sonra fazla EDTA' yı, sülfosalisilik asidi indikatör olarak kullanıp, 0,05 M demir triklorür ile titre edin. Eklenen EDTA miktarından (ml.) kullanılan FeCl₃ miktarı çıkarılırsa : hacim b ml.

Hesaplama : a x 1,117 = . . . [gr/lt] Fe
 b x 0,5394 = . . . [gr/lt] Al

A20 14 Demir ve bakır miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) %20 lik kostik soda
 - 3) %10 luk hidroklorik asit
 - 4) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl 1000 ml suda seyreltilir.)
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 6) 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi
 - 7) Ksilanol oranj
 - 8) 1 N potasyum florür çözeltisi
 - 9) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi

Yöntem :

25 ml. çinko kaplama çözeltisini 400 ml.lik bir behere pipetle boşaltıp, 25 ml. derişik nitrik asit ekledikten sonra (bu esnada gaz çıkışı olur), 15-20 dakika kaynatın. Soğutup 150 ml. saf su ile seyreltin ve beyaz çinko hidroksit çökeltisi eriyinceye kadar dikkatlice %20 lik kostik soda ekleyin. Çözeltiyi filtre edip, filtrenin üzerindeki çökeltiyi saf su ile iki kez yıkayın. Çökeltiyi 25 ml. %10 luk hidroklorik asitte eritip, yaklaşık 150 ml.ye seyreltin, bakır ve demiri kostik soda ile tekrar çökeltin. Çökeltiyi filtre edip, filtrenin üzerinde 3 kez saf su ile yıkayın ve 25 ml. %10 luk hidroklorik asitte eritin. Karışımı 100 ml.lik balon jøjeye alın ve işaretli yere kadar saf su doldurup iyice çalkalayın. A ve B olarak adlandıracağınız iki erlene pipetle 40' ar ml. boşaltın.

A örneğine 5-10 ml. EDTA çözeltisi ve pH' ı 5 – 5,5 yapmaya yetecek kadar uratropin tampon çözeltisi ekleyin. Fazla EDTA' yı 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi ile titre edin (hacim : a ml.). Ksilenol oranji indikatör olarak kullanarak rengi sarıdan eflatuna çevirin.

B örneğine 10 ml. 1 M potasyum florür çözeltisi ekleyin. Renk bakır içeriğe bağlı olarak mavimsi griden saf maviye dönecektir. Karışım renksiz olana kadar dikkatlice %10 luk tiyokarbamin çözeltisi, ardından 2 ml. daha tiyokarbamin ve tam olarak 5 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ilave edin. Tampon çözeltisi ekleyerek pH 5,5' a ayarlayıp, fazla EDTA' yı 0,05 M kurşun nitrat çözeltisi ile titre edin. (hacim : b ml.)

Hesaplama : $b \times 0,2792 = \dots$ [gr/lt] Fe
 $(a - b) \times 0,3185 = \dots$ [gr/lt] Cu

Not : Bakırın kostik soda ile çökertilmesi sadece amonyum tuzlarının bulunmaması durumunda nicel bir anlam ifade eder. Eğer demir derişimi çok yüksekse, çökeltiyi amonyakla çözdükten hemen sonra demir-bakır çökeltisini çözülden ayırmak gerekir. Ancak bundan sonra süzülmüş olan çözeltideki bakır derişimi belirlenir.

15

A20 15 Sodyum sülfat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N iyodür çözeltisi
 - 2) %5 lik baryum nitrat çözeltisi
 - 3) %1 lik nişasta çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 400 ml.lik behere pipetle boşaltıp, 100 ml. saf su ile seyreltin ve kaynamaya bırakın. Çökelti oluşana kadar baryum nitrat çözeltisi ekleyin. Ayrıştığında filtre edip, filtre kağıdının üzerindeki çökeltiyi yıkayın. Ardından 300 ml.lik erlenin içinde durulayıp 2 ml. nişasta çözeltisi ekleyin, 200 ml. saf su ile seyreltin ve sabit mavi renk elde edene kadar 0,1 N iyodür çözeltisi ile titre edin. (iyodür hacmi . a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,6303 = \dots$ [gr/lt] Na_2SO_3

Asitli Çinko Kaplama Çözeltileri

A21 1 Çinko miktarının elektrolitik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyak
 - 2) Sodyum siyanür
 - 3) %25 lik kostik soda

Yöntem :

25 ml. çinko kaplama çözeltisini 250 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Çözeltinin 25 ml.sini 400 ml.lik bir behere alıp, biraz sodyum siyanürde çözülebilen çökelti zerrelere oluşana kadar amonyakla nötralize edin. 3 ml. %25 lik kostik soda ilave edip, yaklaşık 150 ml.ye seyreltin. Bakırlı platin tül kullanarak, 2 A akım yoğunluğundan başlayıp 4 A' e kadar yükselterek oda sıcaklığında elektroliz edin. Elektroliz tamamlandığında akımı kesmeden yıkayın ve 70 °C' de kurutun. (Ağırlıktaki artış : a gr.)

Hesaplama : $a \times 400 = \dots$ [gr/lt] Zn

A21 2 Çinko miktarının kompleksometrik tayini¹ – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tampon çözeltisi (54 gr. NH₄Cl + 350 ml. derişik amonyak, 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 2) Erio T indikatörü
 - 3) 0,02 M EDTA çözeltisi
 - 4) Askorbik asit
 - 5) Amonyak
 - 6) Potasyum siyanür

¹ Druckschrift : Firma Dr.-Ing. Max Schlotter, Geislingen/Steige.

2-3

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Çözeltinin 10 ml.sini 300 ml.lik bir behere alıp, 150 ml. saf su ile seyreltin, 20 ml. tampon çözeltisi ve bir tutam Erio T indikatörü ekleyerek renk uçuk mavi olana kadar 0,02 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 2,61 = \dots$ [gr/lt] Zn

Not : Eğer eflatundan uçuk maviye geçişteki renk değişikliği zor oluyorsa, çinko kaplama çözeltisinin 2 gr/lt.den daha fazla demir içerdiği farzedilebilir. Bu durumda çözelti koyu mavi olana kadar dikkatlice bir tutam askorbik asit ekleyin. Ardından alkali reaksiyonu sağlanana kadar amonyakla titre edip, 1-2 gr. potasyum siyanür ekleyerek kaynama noktasına çok yaklaşına kadar kaynatın. Şimdi çözelti renksiz ve berraktır. Oda sıcaklığına soğutup yukarıda anlatılan işleme devam edin.

A21 3 Çinko miktarının kompleksometrik tayini¹ – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik trietanolamin çözeltisi
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 250 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Çözeltinin 10 ml.sini 200 ml.lik bir erlene alıp 50 ml. saf su ile seyrelttikten sonra, 20 ml. trietanolamin çözeltisi ve 30 ml. derişik amonyak ilave edin. Metil timol mavisi indikatörü ilave edip, kırmızıdan geçerek kül grisi rengi alıncaya kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 8,173 = \dots$ Zn[gr/lt]

¹ Brochert : Massanalytische Schnellmethoden
VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie Leipzig (1966) s.128

A21 4 Çinko miktarının kompleksometrik tayini – 3.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik amonyak
 - 2) 1 N nitrik asit
 - 3) Metil timol mavisi
 - 4) Uratropin tampon çözeltisi (400 gr. uratropin + 100 ml. HCl, 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 5) 0,05 M EDTA çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 200 ml.lik balon jøjeye pipetle boşaltıp, 30 ml. saf su ile seyrelttikten sonra biraz kaynatın ve derişik amonyak kullanarak demirle aluminyumu dikkatlice çökeltin. Çökelmiş olan beyaz çinko hidroksiti eritmeye yetecek amonyak ekleyin. Oda sıcaklığına soğutup işaretli yere kadar saf su doldurun ve iyice çalkalayın. Kuru bir filtreden süzüp, filtre edilmiş olan sıvının 10 ml.sini 300 ml.lik bir erlene alın. 1 N nitrik asitle hafifçe asidik hale getirin ve yaklaşık 100 ml. saf su ile seyreltin. Ardından biraz metil timol mavisi ekleyip rengi sarıdan maviye veya eflatuna çevirmeye yetecek kadar tampon çözeltisi ilave edin. Fazladan 3 ml. tampon çözeltisi daha ekleyip, renk sarıya dönene kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 8,173 = \dots$ [gr/lt] Zn

A21 5 Klorür derişimi tayini – 3.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi
 - 3) Doymuş ferrik amonyum sülfat çözeltisi
 - 4) 0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik şişeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su ile doldurun. Bu karışımın 2 ml. sini 300 ml.lik erlene alın, saf su ile seyrelttikten sonra, 5 ml. nitrik asit ve tam olarak 25 ml. 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi ile nötrleştirin. Ardından 2 ml. ferrik amonyum sülfat çözeltisi ekleyerek, uçuk pembe renk gözlenene kadar 0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi ile titre edin. (amonyum tiyosiyanat çözeltisi hacmi : a ml.)

Hesaplama : $(25 - a) \times 17,73 = \dots$ [gr/lt] Cl'

6-7

A21 6 Sülfat konsantrasyonu tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Doymuş baryum kromat çözeltisi
 - 2) Sodyum asetat
 - 3) Potasyum iyodür
 - 4) %5 lik EDTA çözeltisi
 - 5) 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

Yöntem :

25 ml. çinko kaplama çözeltisini 1000 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, yaklaşık 500 ml.ye kadar saf su ile seyrelttikten sonra, 20 ml. baryum kromat çözeltisi ve pH 5 – 5,5 elde edene kadar yaklaşık 20 gr. sodyum asetat ilave edin. Ardından işaretli yere kadar saf su doldurun. Çökelti oturduğunda kuru bir filtreden süzün. Filtratın 20 ml.sini bir erlene alın, saf su ile seyreltin, 1 gr. potasyum iyodür ve 10 ml. EDTA çözeltisi ekleyip 0,1 N sodyum tiyosülfatla titre edin. (Sodyum tiyosülfat hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 8,005 = \dots$ [gr/lt] SO₄”

A21 7 Amonyak miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %40 lık kostik soda
 - 2) 0,1 N sülfürik asit
 - 3) 0,1 N kostik soda
 - 4) Metil oranj

Yöntem :

10 ml. (50 ml.) çinko kaplama çözeltisini damıtma ünitesine pipetle koyun ve musluğundan 40 ml. kostik soda ilave edin. Alıcıya pipetle 25 ml. 0,1 N sülfürik asit koyun. Yaklaşık 30 dakika damıtın, sonra alıcıdaki sıvıyı 0,1 n NaOH ile titre edin. (0,1 N NaOH hacmi : a ml.)

Hesaplama : $(25 - a) \times 0,17 = \dots$ [gr/lt] NH₃

A21 8 Fluoborik asit miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Setil trimetil amonyum klorür
(3,2 gr. 100 ml. suda çözülür)
 - 2) 0,1 N kostik soda
 - 3) 0,1 N potasyum siyano ferrat(II) çözeltisi
 - 4) 1:1 sülfürik asit
 - 5) 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye pipetle boşaltıp, işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu karışımın 10 ml.sini, içinde 25 ml. setil trimetil amonyum klorür çözeltisi ve 50 ml. saf su bulunan 400 ml.lik bir behere koyun. İndikatör kağıdı kullanarak, 0,1 N kostik soda ile hemen pH ını 7' ye ayarlayın. Şimdi dikkatlice 50-60 °C' ye ısıtın, oda sıcaklığına soğutun ve 500 ml.lik balon jöjeye filtre edin. Filtrede kalan çökeltiyi 2-3 kez saf su ile yıkayın ve bir kenara alın. Artan setil trimetil amonyum klorürü çökeltmek için filtrata 25 ml. 0,1 N potasyum siyanoferrat(II) çözeltisi ekleyin, işarete kadar saf su doldurun, iyice çalkalayın ve kuru bir filtreden süzün. Filtratın 200 ml.sini bir erlene pipetle boşaltın, 15 ml. 1:1 sülfürik asit ekleyin ve 0,1 N potasyum permanganat ile titre edin. (Hacim : b ml.)

Titre edilen test çözeltisi ilk başta yeşilimsi sarı iken, sonlara doğru kırmızımsı renk alır. Her tanımlama için açık değer (Hacim : a ml.) araştırılarak tespit edilmelidir. Bu amaçla yine aynı kimyasallar kullanılır.

Hesaplama : $(a - b) \times 35,13 = \dots$ [gr/lt] HBF₄

¹ Schaak, Wagner : Zeitschr. Analyt. Chem. 146 (1955) p. 326-338.

A21 9 Demir ve alüminyum miktarlarının kompleksometrik tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik amonyak
 - 2) %10 luk hidroklorik asit
 - 3) 0,05 M EDTA çözeltisi
 - 4) Sodyum asetat
 - 5) 0,05 N kurşun nitrat çözeltisi
 - 6) Ksilanol oranj
 - 7) %10 luk amonyum florür çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini bir behere pipetle boşaltıp, saf su ile yaklaşık 200 ml.ye seyrelttikten sonra kaynatın ve demir ile alüminyum amonyakla hidroksit olarak çökeltin. İyice koyulaşınca çökeltiyi filtre edin. Filtrenin üzerindeyken birkaç kez amonyaklı suyla yıkayın, 10 ml. %10 luk hidroklorik asitte eritin ve 100 ml.lik dereceli silindire dökün. İşaretleli yere kadar saf su ile doldurup iyice çalkalayın. Bu çözeltiden A ve B diye adlandıracağınız iki ayrı erlene 25 ml. koyun ve saf su ile yaklaşık 100 ml.ye seyreltin.

A örneği : Seyreltik amonyak ekleyerek pH' ı 3,5 – 3' e ayarlayın, 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ekleyin (hacim a ml.) ve 3 dakika kaynatın. Test çözeltisi pH' ının 2,5' un altına düşmesine izin vermeyin. Oda sıcaklığına soğutup pH' ı 5 – 5,5' a yükseltmeye yetecek miktarda sodyum asetat ilave edin. Ardından ksilenol oranjı indikatör olarak kullanıp, renk eflatun olana kadar 0,05 M kurşun nitrat çözeltisiyle titre edin. (hacim : b ml.)

B örneği : 10 ml. %10 luk amonyum florür çözeltisi ekledikten sonra 5 dakika bekletin, ardından 10 ml. 0,05 M EDTA çözeltisi ilave edin ve 0,05 M kurşun nitrat çözeltisiyle yukarıda tanımlandığı şekilde titre edin. (hacim : c ml.)

Hesaplama : $(a - c) \times 1,117 = \dots$ [gr/lt] Fe
 $(a - b) - (a - c) \times 0,5396 = \dots$ [gr/lt] Al

Not : Demir ve alüminyum çökeltmek için amonyak ekleme işlemine beyaz çinko hidroksit eriyene kadar devam edilmelidir.

A21 10 Demir miktarının kompleksometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Hidrojen peroksit
 - 2) Varyamin mavisi indikatörü
 - 3) 0,01 M EDTA çözeltisi
 - 4) Glikokol

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini bir erlene pipetle boşaltıp 50 ml. saf su ile seyreltikten sonra, birkaç damla hidrojen peroksit damlatın ve 5 dakika kaynatın. 40 °C' ye kadar soğutun ve amonyak ile pH derecesini 2-3' e ayarlayın. Ardından 0,2 gr. Glikokol, birkaç damla Varyamin mavisi ekleyip, 40 °C'den daha düşük sıcaklıkta olmamak üzere çözeltiyi 0,01 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Orjinal mavimsi mor renk titrasyonun bitmesinden kısa süre önce griye döner, titrasyon bittiğinde tam sarı renge ulaşılmış olur. (EDTA hacmi : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,1117 = \dots$ [gr/lt] Fe

A21 11 Borik asit miktarı tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Doymuş sodyum karbonat çözeltisi
 - 2) Gliserin
 - 3) Metil oranj
 - 4) Fenolftalein
 - 5) 0,1 N kostik soda
 - 6) %25 lik sülfürik asit

Yöntem :

50 ml. çinko kaplama çözeltisini 300 ml.lik behere pipetle boşaltıp 100 ml. saf su ile seyreltikten sonra, çökeltme kesilene kadar doymuş sodyum karbonat ekledikten sonra fazladan biraz daha ilave edin. Kaynatma noktasına kadar ısıtıp, çinkonun katılaşp çökmesini hızlandırmak için cam bir çubukla karıştırın. Soğuttuktan sonra çözeltiyi ve çökeltisini 250 ml.lik dereceli silindire dökün, saf su ile dikkatlice durulayın ve işaretli yere kadar saf su ile doldurun. İyice karıştırıp içindeki katıların dibe oturmasını bekleyin. Süpernatant temizleme çözeltisinin bir kısmını kuru bir filtreden kuru bir behere süzün ve bunun 50 ml.sini analizi tamamlamakta kullanın.

¹ Flaschka : Microchim. Acta (1954).

² Weiner : Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb.
Eugen G. Leuze Verlag. Saulgau/Wurt. (1968) s.140.

11

50 ml. çözeltiyi 300 ml.lik erlene döküp üzerine birkaç damla metil oranj damlattıktan sonra %25 lik sülfürik asitle asitleştirin ve karbonik asidi uzaklaştırmak için 3 dakika kaynatın. Soğutup renk kırmızıdan sarıya dönene kadar 0,1 N kostik soda ilave edin. Birkaç damla fenolftalein damlatın ve renk pembe olana kadar kostik sodayla titre edin. 20 ml. gliserin ekleyin ve renk tamamen kaybolduktan sonra, pembe renk tekrar gözlenene kadar borik asidi 0,1 N kostik sodayla titre edin. (hacim : a ml.)

Hesaplama : $a \times 0,6184 = \dots$ [gr/lt] H_3BO_3

Bölüm A Tabloları

Volümetrik ve Kompleksometrik Yöntemler

Tablo I	Kolorimetrik indikatörler – geçerli pH derecesi ve renk değişimi
Tablo II	EDTA karşılıkları
Tablo III	Asitlik göstergesi
Tablo IV	Alkalilik göstergesi
Tablo V	Oksitlik göstergesi
Tablo VI	İyodür eşitlikleri
Tablo VII	Gümüş derişimi göstergesi
Tablo VIII	Ağırlık hesaplama çarpanları
Tablo IX	Standart karışım hazırlamak için kolorimetrik ve metal indikatörleri
Tablo X	Test çözeltilerinin hazırlanması ve standardizasyonu
Tablo XI	Tampon çözeltileri ve hazırlanışları
Tablo XII	Diğer çözeltiler ve hazırlanışları

Tablo I. Kolorimetrik indikatörler – geçerli pH derecesi ve renk değişimini gösterir.

İndikatör	pH Derecesi	Renkteki Değişim
Parlak keresol mavisi(asidik)	0,0 – 1,0	kırmızımsı turuncu - mavi
Keresol kırmızısı (asidik)	0,2 – 1,8	kırmızı - sarı
Chinaldin kırmızısı	1,0 – 2,0	renksiz - kırmızı
Timol mavisi (asidik)	1,2 – 2,8	kırmızı - sarı
Metakeresol moru	1,2 – 2,8	kırmızı - sarı
Tropaeolin 00	1,3 – 3,0	kırmızı - sarı
Benzil oranj	1,9 – 3,3	kırmızı - sarı
β – Dinitrofenol	2,2 – 4,4	renksiz - sarı
α – Dinitrofenol	2,8 – 4,4	renksiz - sarı
La Motte sarısı	2,6 – 4,2	kırmızı - sarı
Bromfenol mavisi	2,8 – 4,6	sarı - mavi
Metil sarısı	2,9 – 4,0	kırmızı - sarı
Kongo kırmızısı	3,0 – 5,0	menekşe - kırmızı
Metil oranj	3,1 – 4,4	kırmızı - sarı
Bromfenol yeşili	3,8 – 5,4	sarı - mavi
γ – Dinitrofenol	4,0 – 5,6	renksiz - sarı
Metil kırmızısı	4,2 – 6,3	kırmızı - sarı
Klorfenol kırmızısı	4,8 – 6,4	sarı - kırmızı
Azolitmin (turnusol)	5,0 – 8,0	kırmızı - mavi
Bromkeresol moru	5,2 – 6,8	sarı - mor
p – Nitrofenol	5,6 – 7,6	renksiz - sarı
Nitrazin sarısı	6,0 – 7,0	sarı - mavi
Bromtimol mavisi	6,0 – 7,6	sarı - mavi
Nötral kırmızı	6,8 – 8,0	kırmızı - turuncu
Fenol kırmızısı	6,8 – 8,4	sarı - kırmızı

Tablo I. (devamı)

İndikatör	pH Derecesi	Renkteki Değişim	
m – Nitrofenol	6,8 – 8,4	renksiz	- sarı
Rosolik asit	6,9 – 8,0	sarı	- kırmızı
Keresol kırmızısı (alkali)	7,2 – 8,8	sarı	- kırmızı
α – Naftalftalein	7,3 – 8,7	sarı	- mavi
Timol mavisi (alkali)	8,0 – 9,6	sarı	- mavi
Turmerik	8,0 – 10,0	sarı	- turuncu
α – Keresolftalein	8,2 – 9,8	renksiz	- eflatun
Fenolftalein	8,8 – 10,0	renksiz	- kırmızı
Ftalein kırmızısı	8,6 – 10,2	sarı	- kırmızı
Timol moru (menekşe)	9,0 – 13,0	sarımsı yeşil	- turuncu
Timolftalein	9,3 – 10,5	renksiz	- mavi
La Motte moru	9,6 – 11,2	mor	- kırmızı
Taly kırmızısı	10,0 – 11,6	kırmızı	- sarı
Alizarin sarısı R	10,1 – 12,0	sarı	- turuncu/ kırmızı
Parlak keresol mavisi (alkali)	10,8 – 12,0	mavi	- sarı
Nitromin	10,8 – 12,0	mavi	- turuncu/ kahverengi
Parazol oranj	11,0 – 12,6	sarı	- turuncu
Tropaeolin 000	11,9 – 13,0	sarı	- kırmızı
Tropaeolin 0	11,1 – 12,7	sarı	- turuncu
La Motte sülfür oranj	11,2 – 12,6	sarı	- kırmızı
Titan sarısı	12,0 – 13,0	sarı	- kırmızı
Epsilon mavisi	12,0 – 13,0	sarı	- kırmızı
La Motte moru (menekşe)	12,0 – 13,6	menekşe moru	- mavi
Akril mavisi	12,0 – 13,6	kırmızı	- mavi

Tablo II. EDTA karşılıkları

1 ml. 0,01 M EDTA çözeltisi aşağıdaki miktarda elemente/bileşiğe karşılık gelir:

0,2697 mg. Alüminyum

1,3763 mg. Baryum

1,124 mg. Kadmiyum

0,4008 mg. Kalsiyum

0,5894 mg. Kobalt

0,6357 mg. Bakır

1,040 mg. Siyanür

0,5585 mg. Demir

2,0721 mg. Kurşun

0,2432 mg. Magnezyum

0,5493 mg. Mangan

2,0061 mg. Cıva

0,5869 mg. Nikel

1,067 mg. Paladyum

0,9800 mg. Fosforik asit

2,1576 mg. Gümüş

0,8763 mg. Stronsiyum

2,321 mg. Toryum

1,870 mg. Kalay

0,6538 mg. Çinko

Tablo III. Asitlik göstergesi

1 ml. çözeltinin karşılığı :

Maddenin Adı	0,5 N	0,2 N	0,1 N
H ₃ BO ₃	0,030 920	0,012 368	0,006 184
HBr	0,040 462	0,016 368	0,006 184
Sitrik asit kristalleri	0,035 020	0,014 008	0,007 004
HNO ₃	0,031 508	0,012 603	0,006 302
H ₃ PO ₄ (orto)	0,049 020	0,019 608	0,009 804
H ₃ PO ₄	0,024 510	0,009 804	0,004 902
HClO ₄	0,050 233	0,020 093	0,010 047
HCl	0,018 233	0,007 293	0,003 647
KHSO ₄	0,068 090	0,027 236	0,013 618
H ₂ SO ₄	0,024 520	0,009 808	0,004 904
H ₂ C ₂ O ₄	0,022 509	0,009 004	0,004 502
H ₂ C ₂ O ₄ . 2H ₂ O	0,031 517	0,012 607	0,006 303
CO ₂	0,022 000	0,008 800	0,004 400
CO ₄	0,011 000	0,004 400	0,002 200
SO ₂	0,016 015	0,006 407	0,003 203
SO ₃	0,020 015	0,008 006	0,004 003

Tablo IV. Alkalilik göstergesi

1 ml. asidin karşılığı :

Maddenin Adı	0,5 N	0,2 N	0,1 N
BaCO ₃	0,049 343	0,019 737	0,009 869
BaO	0,038 340	0,015 336	0,007 668
Ba(OH) ₂	0,042 844	0,017 138	0,008 569
Ba(OH) ₂ . 8H ₂ O	0,078 876	0,031 550	0,015 775
CaCO ₃	0,025 023	0,010 009	0,005 005
CaO	0,014 020	0,005 608	0,002 804
Ca(OH) ₂	0,018 524	0,007 401	0,003 705
K ₂ CO ₃	0,034 550	0,013 820	0,006 910
KHCO ₃	0,050 057	0,020 023	0,010 011
K ₂ O	0,023 548	0,009 419	0,004 710
KOH	0,028 052	0,011 221	0,005 610
MgCO ₃	0,021 083	0,008 433	0,004 217
MgO	0,010 080	0,004 032	0,002 016
Mg(OH) ₂	0,014 584	0,005 834	0,002 917
Na ₂ CO ₃	0,026 501	0,010 600	0,005 300
Na ₂ CO ₃ . 10H ₂ O	0,071 541	0,028 616	0,014 308
NaHCO ₃	0,042 008	0,016 803	0,008 402
Na ₂ O	0,015 499	0,006 199	0,003 100
NaOH	0,020 002	0,006 001	0,004 001
N	0,007 004	0,002 802	0,001 401
NH ₃	0,008 516	0,003 406	0,001 703
NH ₄	0,009 020	0,003 608	0,001 804
NH ₄ Cl	0,026 748	0,010 699	0,005 350
(NH ₄) ₂ SO ₄	0,033 036	0,013 214	0,006 607
SrCO ₃	0,036 910	0,014 764	0,007 382
SrO	0,025 908	0,010 363	0,005 182
Sr(OH) ₂	0,030 411	0,012 164	0,006 082

Tablo V. Oksitlik göstergesi

1 ml. 0,1 N KMnO_4 'ın karşılığı :

Maddenin Adı	gr.	log	Maddenin Adı	gr.	log
As	0,003 745	5735	KClO_3	0,002 043	3102
As_2O_3	0,004 946	6942	$\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$	0,032 924	5175
BaO	0,007 668	9278	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6$	0,036 834	5662
Ca	0,002 004	3018	$\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$	0,042 239	6257
CaO	0,002 804	4478	KMnO_4	0,003 161	4998
CaCO_3	0,005 005	6994	KNO_2	0,004 252	6290
Cu (Bertrand)	0,006 354	8033	KNO_3	0,003 370	5276
Cu_2O (Bertrand)	0,007 154	8546	$\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0,013 516	1309
Fe	0,005 585	7470	Mn (Volhard-Wolf)	0,001 647	2166
FeO	0,007 185	8564	MnO	0,002 128	3280
Fe_2O_3	0,007 985	9023	MnO_2	0,004 347	6382
FeSO_4	0,015 192	1816	$\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$	0,006 701	8261
$\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$	0,027 803	4441	NaClO_3	0,001 772	2490
$\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	0,039 216	5935	NaNO_2	0,003 450	5378
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	0,004 502	6534	NaNO_3	0,002 834	4524
$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	0,006 303	7995	$(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$	0,011 411	0573
HNO_2	0,002 351	3713	PbO_2	0,011 961	0778
HNO_3	0,002 101	3224	Sb	0,006 088	7845
H_2O_2	0,001 701	2306	Sb_2O_3	0,007 288	8626
$\text{H}_2\text{S}_2\text{O}_8$	0,009 707	9871	Sn	0,005 935	7734

Tablo VI. İyodometrik dönüşüm çarpanları

1 ml. 0,1 N iyot çözeltisinin gram karşılığı :

Maddenin Adı	gr.	log	Maddenin Adı	gr.	log
As	0,003 746	5735	NaHSO ₃	0,005 204	7163
AsO ₃	0,006 146	7886	Na ₂ S	0,003 903	5914
As ₂ O ₃	0,004 946	6942	Na ₂ S . 9H ₂ O	0,012 01	0795
Formaldehit	0,001 501	1764	Na ₂ SO ₃	0,006 303	7996
H ₂ S	0,001 704	2314	Na ₂ SO ₃ . 7H ₂ O	0,012 609	1007
H ₂ SO ₃	0,004 104	612	Na ₂ S ₂ O ₃	0,015 813	1990
KHSO ₃	0,006 004	7784	Na ₂ S ₂ O ₃ . 5H ₂ O	0,024 821	3948
K ₂ S	0,005 513	7414	S	0,001 603	2050
KSbO .			Sb	0,006 088	7844
C ₄ H ₄ O ₆ . ½ H ₂ O	0,016 697	2226	Sb ₂ O ₃	0,007 288	8626
K ₂ SO ₃	0,007 913	8983	SO ₂	0,003 203	5056
K ₂ SO ₃ . 2H ₂ O	0,009 715	9874	SO ₃	0,004 003	6024

1 ml. 0,1 N iyot çözeltisinin gram karşılığı :

Maddenin Adı	gr.	log	Maddenin Adı	gr.	log
BaCrO ₄	0,008 446	9266	H ₂ O ₂	0,001 701	2306
Br	0,007 992	9026	J	0,012 692	1035
Cl	0,003 546	5497	KBrO ₃	0,002 784	4446
Cr	0,001 734	2390	KClO ₃	0,002 043	3102
Cr ₂ O ₃	0,002 533	4038	K ₂ CrO ₄	0,006 473	8111
Cu	0,006 354	8031	K ₂ Cr ₂ O ₇	0,004 903	6905
CuSO ₄	0,015 960	2031	K ₃ Fe(CN) ₆	0,032 924	5175
CuSO ₄ . 5H ₂ O	0,024 969	3974	K ₂ SO ₃	0,003 567	5523
Fe	0,005 585	7470	KMnO ₄	0,003 161	4998
Fe ₂ O ₃	0,007 985	9023	MnO ₂	0,004 346	6391
FeCl ₃	0,016 222	2101	Na ₂ CrO ₄	0,004 633	6659
FeSO ₄	0,015 192	1816	Na ₂ Cr ₂ O ₇ .2H ₂ O	0,004 967	6961
FeSO ₄ . 7H ₂ O	0,027 803	4441	PbCrO ₄	0,010 774	0322
HJO ₃	0,002 932	4672	PbO ₂	0,011 961	0778
HJO ₄	0,002 399	3800			

Tablo VII. Gümüş test göstergesi

1 ml. 0,1 N AgNO₃ ya da 1 ml. 0,1 N NaCl' nin gram karşılığı :

Maddenin Adı	gr.		log	Yöntem
Ag	0,010	788	0330	
AgNO ₃	0,016	989	2302	
Ag ₂ O	0,011	588	0640	
Br	0,007	992	9027	
Cl	0,003	546	5497	
CN	0,002	602	4152	Volhard
CN	0,005	204	7163	Liebig
HBr	0,008	092	9081	
HCl	0,003	647	5619	
HCN	0,002	703	4317	Volhard
HCN	0,005	405	7327	Liebig
HCNS	0,005	909	7716	
Hg	0,010	013		
HgO	0,010	831	0346	
HJ	0,012	793	1070	
H ₂ S	0,012	793	1070	
J	0,012	692	1035	
KBr	0,011	902	0756	
KCl	0,007	455	8725	
KCN	0,006	511	8137	Volhard
KCN	0,013	023	1147	Liebig
KCNS	0,009	718	9876	
K ₂ S	0,016	602	2202	
KJ	0,016	602	2202	
NaBr	0,010	292	0123	
NaCl	0,005	845	7668	
NaCN	0,004	901	6903	Volhard
NaCN	0,009	803	9914	Liebig
NaCNS	0,008	108	9089	
NaJ	0,014	992	1758	
Na ₂ S	0,014	992	1759	
NH ₄ Br	0,009	796	9911	
NH ₄ Cl	0,005	350	7283	
NH ₄ CNS	0,007	612	8815	
NH ₄ J	0,014	496	1613	

Tablo VIII. Ağırlık hesaplama

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
Ag	AgBr	0,5745	75 929
	AgCl	0,7526	87 656
	Ag ₂ S	0,8706	93 982
Al	Al ₂ O ₃	0,5291	72 354
	AlPO ₄	0,2212	34 478
Al ₂ O ₃	AlPO ₄	0,4178	62 096
Al ₂ (SO ₄) ₃	Al ₂ O ₃	3,3564	52 584
As	As ₂ O ₃	0,7574	87 930
	As ₂ S ₃	0,6090	78 463
	As ₂ S ₅	0,4831	68 404
	(NH ₄ MgAsO ₄) ₂ .H ₂ O	0,3937	59 516
	Mg ₂ As ₂ O ₇	0,4826	68 357
	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,6728	82 789
As ₂ O ₃	As	1,3204	12 070
	As ₂ S ₃	0,8041	90 533
	As ₂ S ₅	0,6379	80 474
	(NH ₄ MgAsO ₄) ₂ .H ₂ O	0,5198	71 586
	Mg ₂ As ₂ O ₇	0,6372	80 427
As ₂ O ₅	As ₂ S ₃	0,9342	97 045
	Mg ₂ As ₂ O ₇	0,7403	86 939
AsO ₃	As ₂ S ₃	0,9993	99 968
	Mg ₂ As ₂ O ₇	0,7918	89 862
AsO ₄	As ₂ S ₃	1,1294	05 282
	Mg ₂ As ₂ O ₇	0,8949	95 176
	BaSO ₄	0,3967	59 850

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
B	B ₂ O ₃	0,3107	49 234
BO ₃	B ₂ O ₃	1,6892	22 770
B ₄ O ₇	B ₂ O ₃	1,1150	04 723
Ba	BaCO ₃	0,6960	84 260
	BaCrO ₄	0,5421	73 410
	BaSO ₄	0,8455	92 711
	BaSiF ₆	0,4916	69 160
BaCO ₃	BaCrO ₄	0,7789	89 150
	BaSO ₄	0,8455	92 711
BaCl ₂	BaSO ₄	0,8923	95 049
BaCl ₂ .2H ₂ O	BaSO ₄	1,0468	01 988
Ba(NO ₃) ₂	BaCrO ₄	1,0316	01 350
BaO	BaCO ₃	0,7771	89 045
	BaCrO ₄	0,6053	78 195
	BaSO ₄	0,6570	81 757
	BaSiF ₆	0,5489	73 945
Bi	Bi ₂ O ₃	0,8970	95 279
	BiOCl	0,8024	90 441
	BiPO ₄	0,6875	83 727
	Bi ₂ S ₃	0,8130	91 009
Br	AgBr	0,4255	62 889
	AgCl	0,5575	74 624
C	CO ₂	0,2729	43 600
CN	Ag	0,2411	38 220
	AgCN	0,1943	28 847
CO ₂	CaCO ₃	0,4397	64 316
	CaO	0,7848	89 464

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
CO ₃	CO ₂	0,3635	13 468
C ₂ O ₄	CO ₂	1,0000	00 000
	CaO	1,5695	19 576
Ca	CaCO ₃	0,4005	60 260
	CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	0,2743	43 822
	CaF ₂	0,5133	71 037
	CaO	0,7147	85 412
	CaSO ₄	0,2944	46 894
CaCN ₂	N	2,8592	45 625
CaCO ₃	CO ₂	2,2742	35 684
	CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	0,6850	83 569
	CaO	1,7850	25 164
	CaSO ₄	0,7351	86 635
CaCl ₂	CaO	1,9791	29 647
	Cl	1,5652	19 456
CaF ₂	CaO	1,3923	14 373
	Cl	0,5735	75 855
CaO	Ca	1,3992	14 588
	CO ₂	1,2743	10 527
	CaCO ₃	0,5604	74 849
	CaC ₂ O ₄ .H ₂ O	0,3838	58 410
	CaF ₂	0,7182	85 624
	CaSO ₄	0,1419	61 479
	CaSO ₄ .2H ₂ O	0,3257	51 282
Ca(OH) ₂	CaO	1,3212	12 099
Ca ₃ (PO ₄) ₂	CaO	1,8438	26 573
	Mg ₂ P ₂ O ₇	1,3935	14 411
	P ₂ O ₅	2,1840	33 925

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
CaSO ₄	BaSO ₄	0,5832	76 585
	CaO	2,4276	38 512
	SO ₃	1,7004	23 055
Cd	CdO	0,8754	94 220
	Cd ₂ P ₂ O ₇	0,5637	75 101
	CdS	0,7781	89 103
	CdSO ₄	0,5392	73 176
CdO	Cd ₂ P ₂ O ₇	0,6439	80 881
	CdS	0,8888	94 882
	CdSO ₄	0,6160	78 958
Cl	Ag	0,3287	51 676
	AgCl	0,2474	39 334
	NaCl	0,6066	78 289
ClO ₃	AgCl	0,5822	76 507
ClO ₄	AgCl	0,6939	84 128
Co	Co ₂ P ₂ O ₇	0,4038	60 618
	CoSO ₄	0,3803	58 008
CoO	Co	1,271	10 415
	Co ₂ P ₂ O ₇	0,5136	71 063
	CoSO ₄	0,4835	68 638
Cr	BaCrO ₄	0,2053	31 239
	Cr ₂ O ₃	0,6843	83 526
	PbCrO ₄	0,1609	20 658
Cr ₂ O ₃	BaCrO ₄	0,3000	47 711
	Cr	1,4614	16 479
	PbCrO ₄	0,2352	37 136

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
CrO ₃	BaCrO ₄	0,3947	59	628
	Cr ₂ O ₃	1,3157	11	917
	PbCrO ₄	0,3094	49	053
Cr ₂ O ₇	BaCrO ₄	0,4263	62	970
	Cr ₂ O ₃	1,4210	15	259
CrO ₄	BaCrO ₄	0,4579	66	077
	Cr ₂ O ₃	1,5262	18	363
	PbCrO ₄	0,3589	55	497
Cu	CuCNS	0,5226	71	817
	CuO	0,7989	90	250
	Cu ₂ S	0,7986	90	234
	CuS	0,6648	82	269
CuCl ₂	CuO	1,6903	22	796
Cu ₂ O	CuO	0,8995	95	398
CuO	Cu	1,2518	09	754
	CuCNS	0,6541	81	564
	Cu ₂ S	0,9996	99	983
CuSO ₄	CuO	2,0066	30	246
CuSO ₄ .5H ₂ O	Cu	3,9295	59	433
	CuCNS	2,053	31	238
	CuO	3,1390	46	679
	Cu ₂ S	3,137	49	653
F	CaF ₂	0,4867	68	726
Fe	FeO	0,7773	89	059
	Fe ₂ O ₃	0,6994	84	473
FeCl ₃	Fe	2,9046	46	308
	Fe ₂ O ₃	2,0317	30	785

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
FeO	Fe	1,2865	10 941
	Fe ₂ O ₃	0,8998	95 415
Fe ₂ O ₃	Fe	1,4298	15 527
	FeO	1,1110	04 585
	FePO ₄	0,5292	72 362
FeS ₂	Fe ₂ O ₃	1,5025	17 681
FeSO ₄ .7H ₂ O	Fe	4,9787	69 711
Fe ₂ (SO ₄) ₃	Fe	3,5804	55 393
	Fe ₂ O ₃	2,5042	39 866
H	H ₂ O	0,1119	04 883
H ₃ BO ₃	B ₂ O ₃	1,776	24 944
HBr	AgBr	0,4309	63 438
HCN	Ag	0,2505	39 881
	AgCN	0,2018	30 492
H ₂ C ₂ O ₄	CO ₂	1,0230	00 986
	CaO	1,6052	20 553
HCl	AgCl	0,2544	40 552
	Cl	1,0282	01 218
HClO ₄	AgCl	0,7009	84 565
HF	CaF ₂	0,5126	70 974
	CaSO ₄	0,2940	46 829
H ₃ Fe(CN) ₆	AgCN	0,2675	42 732
H ₄ Fe(CN) ₆	AgCN	0,2688	42 940
HJ	AgJ	0,5448	73 627

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
HNO ₃	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ .HNO ₃	0,1680	22	531
	NH ₄ Cl	1,1780	07	113
	NO	2,1000	32	221
	N ₂ O ₅	1,1670	06	699
H ₂ PO ₃	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,7369	86	741
H ₃ PO ₄	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,8805	94	475
	P ₂ O ₅	1,3801	14	002
H ₂ S	BaSO ₄	0,1460	16	436
H ₂ SO ₃	BaSO ₄	0,3516	54	610
H ₂ SO ₄	BaSO ₄	0,4202	62	344
Hg	Hg ₂ Cl ₂	0,8498	92	932
	HgS	0,8622	93	561
HgCl ₂	HgS	1,1670	06	706
J	Ag	1,1762	07	059
	AgCl	0,8855	94	717
	AgJ	0,5405	73	280
JO ₃	AgJ	0,7450	87	214
K	KCl	0,5244	71	966
	KClO ₄	0,2822	45	052
	K ₂ O	0,8301	91	913
	K ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,1603	20	486
	K ₂ SO ₄	0,4487	65	199
KCl	KClO ₄	0,5381	73	086
	K ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,3067	48	671
KHCO ₃	CO ₂	2,275	35	698

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
K ₂ O	KCl	0,6317	80 051
	KClO ₄	0,3399	53 137
	K ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,1931	28 570
	K ₂ SO ₄	0,5406	73 284
K ₂ SO ₄	BaSO ₄	0,7465	87 303
Li	LiCl	0,1637	21 402
	Li ₃ PO ₄	0,1797	25 462
	Li ₂ SO ₄	0,1263	10 123
Li ₂ O	LiCl	0,3524	54 701
	Li ₃ PO ₄	0,3869	58 761
	Li ₂ SO ₄	0,2718	43 425
Mg	MgO	0,6032	78 044
	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,2185	33 945
	MgSO ₄	0,2020	30 535
MgCO ₃	MgO	2,0915	32 046
	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,7573	87 928
MgCl ₂	Cl	1,343	12 804
	MgO	2,352	37 325
	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,8553	93 212
MgO	Mg ₂ P ₂ O ₇	0,3623	55 907
	MgSO ₄	0,3349	52 497
MgSO ₄	MgO	2,9806	47 503
	Mg ₂ P ₂ O ₇	1,0810	03 390
Mn	Mn ₃ O ₄	0,7203	85 749
	Mn ₂ P ₂ O ₇	0,3870	58 771
	MnS	0,6315	80 034
	MnSO ₄	0,3638	56 086

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
MnO	Mn	1,291	11	102
	Mn ₃ O ₄	0,9301	96	851
	MnS	0,8154	91	136
MnO ₂	Mn	1,5830	19	936
Mo	MoO ₃	0,6667	82	391
MoO ₄	MoO ₃	1,111	04	576
N	NH ₄ Cl	0,2619	41	806
	(NH ₄) ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,0631	80	002
NH ₃	NH ₄ Cl	0,3184	50	297
	(NH ₄) ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,07642	88	320
NH ₄	NH ₃	1,0591	02	497
	NH ₄ Cl	0,3372	52	791
	(NH ₄) ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,08125	90	984
NH ₄ Cl	(NH ₄) ₂ PtCl ₆ (ampirik)	0,24095	38	193
NO ₂	N ₂ O ₃	1,2105	08	297
N ₂ O ₃	NO ₂	0,8261	91	705
NO ₃	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ .HNO ₃	0,1653	21	822
	NH ₄ Cl	1,1591	06	413
N ₂ O ₅	C ₂₀ H ₁₆ N ₄ .HNO ₃	0,1440	15	823
	KNO ₃	0,5342	72	769
	NH ₄ Cl	1,010	00	414
	NO	1,800	25	522
	NO ₃	0,8710	94	001
Na	Cl	0,6486	81	197
	NaCl	0,3934	59	486
	Na ₂ SO ₄	0,3238	51	026
NaBr	AgBr	0,5480	73	878

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
Na ₂ CO ₃	CO ₂	2,4091	38	185
	NaHCO ₃	0,6309	79	994
	Na ₂ SO ₄	0,7454	87	283
NaCl	AgCl	0,4078	61	045
	Cl	1,6486	21	711
NaHCO ₃	CO ₂	1,9093	28	086
NaJ	AgJ	0,6385	80	516
NaNO ₃	N ₂ O ₅	1,5740	19	698
Na ₂ O	N ₂ O ₅	0,5739	75	886
	NaCl	0,5303	72	451
	Na ₂ SO ₄	0,4364	63	991
Na ₃ PO ₄	P ₂ O ₅	2,3094	36	349
Na ₃ PO ₄ .12H ₂ O	P ₂ O ₅	5,3534	72	863
Na ₂ SO ₃ .7H ₂ O	BaSO ₄	1,0803	03	354
Na ₂ SO ₄	BaSO ₄	0,6086	78	430
Ni	Ni(C ₂ H ₅ N ₄ O) ₂	0,2250	35	220
	NiC ₃ H ₁₄ N ₄ O ₄	0,2032	30	792
	NiO	0,7858	89	530
	Ni ₂ P ₂ O ₇	0,4028	60	507
	NiSO ₄	0,3793	57	898
NiO	Ni	1,2727	10	470
NiSO ₄ .7H ₂ O	NiO	3,7604	57	523
O	Cl	0,2256	35	339
	H ₂ O	0,8881	94	847
O ₂	KMnO ₄	0,2531	40	332

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
P	$Mg_2P_2O_7$	0,2787	44	514
	$P_2O_5 \cdot 24MoO_3$	0,01724	23	654
P_2O_5	CaO	0,8443	92	648
	MgO	1,174	06	977
	$Mg_2P_2O_7$	0,6379	80	473
	$(NH_4)_3PO_4 \cdot 12MoO_3$	0,03753	57	438
	$P_2O_5 \cdot 24MoO_3$	0,05282	72	279
Pb	$PbCl_2$	0,7450	87	218
	$PbCrO_4$	0,6411	80	692
	PbO	0,9283	96	770
	PbS	0,8660	93	753
	$PbSO_4$	0,6833	83	459
PbO	$PbCl_2$	0,8026	90	448
	$PbCrO_4$	0,6906	83	922
	PbS	0,9329	96	983
	$PbSO_4$	0,7360	86	689
PbS	$PbSO_4$	0,7890	89	706
$PbSO_4$	PbO	1,3587	13	311
	$BaSO_4$	1,2993	11	370
Pt	$(NH_4)_2PtCl_6$ (ampirik)	0,4402	64	366
S	$BaSO_4$	0,1373	13	782
	CuO	0,4029	60	521
SO_2	$BaSO_4$	0,2744	43	845
SO_3	$BaSO_4$	0,3430	53	528

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log
SO ₄	BaSO ₄	0,4115	61 440
Sb	Sb ₂ S ₃	0,7169	85 543
	Sb ₂ S ₅	0,6030	78 034
Sb ₂ O ₃	Sb	1,1971	07 814
	Sb ₂ S ₃	0,8582	93 957
	Sb ₂ S ₅	0,7219	85 848
Sb ₂ O ₅	Sb	1,3285	12 337
Sb ₂ S ₃	Sb	1,3950	14 457
Sb ₂ S ₅	Sb	1,6583	21 966
Si	SiO ₂	0,4672	66 950
SiO ₃	SiO ₂	1,2664	10 257
SiO ₄	SiO ₂	1,5328	18 548
Sn	SnO ₂	0,7877	89 634
SnO ₂	Sn	1,2700	10 366
Sr	SrCO ₃	0,5936	77 348
	SrO	0,8456	92 716
	SrSO ₄	0,4770	67 856
Ti	TiO ₂	0,5995	77 779
U	Na ₂ U ₂ O ₇	0,7509	87 559
	U ₃ O ₈	0,8482	92 842
V	V ₂ O ₅	0,5602	74 834
W	WO ₃	0,7931	89 933

Tablo VIII. (devam)

Araştırılan Madde	Asıl Madde	Çarpan	log	
Zn	ZnO	0,8034	90	492
	Zn ₂ P ₂ O ₇	0,4290	63	245
	ZnS	0,6710	82	670
	ZnSO ₄	0,4050	60	745
ZnCO ₃	ZnO	1,5410	18	780
ZnO	Zn	1,2448	09	508
	Zn ₂ P ₂ O ₇	0,5340	72	753
	ZnS	0,8352	82	178
	ZnSO ₄	0,5041	70	251
ZnS	ZnO	1,1971	07	822
	ZnP ₂ O ₇	0,6394	80	577
	BaSO ₄	0,4174	62	055
ZnSO ₄	ZnO	1,9840	29	754
ZnSO ₂ .7H ₂ O	ZnO	3,5334	54	819
	ZnS	2,9510	46	997

Tablo IX. Standart karışım hazırlamak için kolorimetrik ve metal indikatörleri

Kromazürol 5	100 ml. suda 0,1 – 0,4 gr. çözülür
Difenilamin	Derişik sülfürik asitte 1 gr. çözülür
Ditizon	100 gr/ml. karbon tetraklorürde 10 mg. çözülür
Erio krom siyah T	300 gr. sodyum klorüre 1 gr. karıştırılır, veya 1 gr. Erio krom siyah T + 0,25 gr. metil sarısı + 300 gr. NaCl, ya da 2 gr. Erio krom siyah T + 1 gr. Tropaeolin 000 + 500 gr. NaCl
Glisin timol mavisi	100 gr. potasyum nitrata 1 gr. karıştırılır
Metil oranj	Suda 0,1 gr. çözülür
Metil kırmızısı	100 ml. %90 lık etil alkolde 0,2 gr. çözülür
Metil timol mavisi	100 gr. potasyum nitrata 1 gr. karıştırılır
Müreksit	500 gr. sodyum klorürle 1 gr. karıştırılır
PAN	100 ml. metil alkolde 0,1 gr. çözülür
Fenolftalein	100 ml. %70 lik alkolde 0,1 gr. çözülür
Pirokatekin menekşe	Saf suda 0,1 gr. çözülür
Sodyum alizarin sülfonik asit	Saf suda 0,1 gr. çözülür
Sodyum veya potasyum kromat	100 ml. suda 2,5 gr. çözülür
Sülfosalisilik asit	100 ml. suda 2 gr. çözülür
Timol mavisi	%20 lik alkolde 0,1 gr. çözülür
Timol ftalekson	100 gr. potasyum nitrata 1 gr. karıştırılır
Tiron	100 ml. suda 2 gr. çözülür
Varyamin mavisi B	300 gr. sodyum klorürle 1 gr. karıştırılır
Ksilenol oranj	100 gr. potasyum nitratla 1 gr. karıştırılır
Ksilenol oranj (oksitlenmiş) bakır indikatörü	0,1 gr. ksilenol oranjı 100 ml. suda çözün, 3 – 5 ml. %30 luk hidrojen peroksit ekleyin ve 10 dakika kaynatın. Soğuttuktan sonra, buharlaşmış hacim kadar su ekleyin.

Tablo X. Analitik çözeltilerin hazırlanması ve standardizasyonu

0,1 N asitler

0,1 N hidroklorik, nitrik asit ya da sülfürik asit, saf suya karşılık 1 N asidin seyreltilmesiyle elde edilir. 1 litre 0,1 N çözelti için, 100 ml. 1 N çözeltiyi saf su ile 1000 ml.ye seyreltin. Standardizasyon, metil oranji indikatör olarak kullanarak kostik soda ile sağlanır.

0,1 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi (NH₄CNS)

7,611 gr. amonyum tiyosiyanatı 100 ml. saf suda çözün. Aşağıda anlatılan şekilde standardize edin : 10 ml. çözeltiyi pipetle 300 ml.lik erlene alın, 150 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. derişik nitrik asit ve 10 ml. 0,1 M demir(III) nitrat çözeltisi ekleyip, kırmızı renk kaybolana kadar 0,1 N gümüş nitrat çözeltisiyle titre edin.

1 N kostik soda

1 N kostik soda 1 ml.de 40.005 mg. NaOH içerir. Bileşik kuvvetli higroskopik (nem çeken) olduğu için 40,5 gr. NaOH tartıp 1 litre saf suda çözerek hazırlayın. Standardizasyon için; metil oranj ya da fenolftaleini indikatör olarak kullanıp, 1 N hidroklorik asitle veya sülfürik asitle titre edin.

0,1 N kostik soda

1 N çözeltiden 100 ml.yi saf su ile 1 litreye seyreltin.

0,1 N setil trimetil amonyum klorür çözeltisi (C₁₉H₄₂NCI)

1 ml. setil çözeltisi 0,032 gr. setil triamonyum klorür içerir. Standardizasyon: içinde 100 ml. su, 100 ml. 2 N sülfürik asit ve 25 ml. 0,1 N potasyum hekzasiyanoferrat (II) çözeltisi olan 500 ml.lik dereceli balona pipetle 25 ml. setil çözeltisi koyun. Su ile doldurun, iyice çalkalayıp beyaz tortuyu kuru bir filtreden süzün. İlk filtre artığını (filtrat) atın ve 200 er ml.lik iki ayrı örneği 0,1 N potasyum permanganatla titre edin.

0,1 M EDTA çözeltisi

etilen diamin tetra asetik asidin disodyum tuzundan 37,21 gr.ını 1 litre saf suda çözün. 0,1 M magnezyum klorür çözeltisindeki gibi standardize edin.

0,05 M EDTA çözeltisi

0,1 M EDTA çözeltisinden tam olarak 500 ml. yi 500 ml. saf su ile seyreltin ve 0,1 M magnezyum klorür çözeltisindeki gibi standardize edin.

0,1 N demir(II) amonyum sülfat çözeltisi

Analitik olarak saf maddeden 39,5 gr.ı 1000 ml. saf suda çözün, 20 ml. derişik sülfürik asit ekleyin ve demir(II) sülfat çözeltisindeki gibi işleme devam edin.

0,1 N demir(II) sülfat çözeltisi

Analitik olarak saf maddeden 28 gr. tartarak 1000 ml.lik balon jøjeye koyun. 200 ml. saf su ve 20 ml. derişik sülfürik asit ekleyin. Tuzun hepsi çözündüğünde, işaretli yere kadar saf su doldurup iyice çalkalayın. Çözelti dengesini hızla kaybettiğinden, her tayin esnasında yerel kontrol yapılmalıdır.

0,1 N hidroklorik asit

Hazırlanışı : 87 ml. derişik hidroklorik asit saf su ile 1 litreye seyreltilir.

0,1 M kurşun nitrat çözeltisi

33,124 gr. kurşun nitrat 1000 ml. saf suda eritilir. EDTA çözeltisindeki gibi standardize edilir.

0,15 M kurşun nitrat çözeltisi

16,562 gr. kurşun nitrat 1000 ml. saf suda eritilir. 0,1 N çözeltideki gibi standardize edilir.

0,1 N iyodür çözeltisi

Normal 0,1 N iyodür çözeltisi 12,692 gr/lt iyodür içerir. İyodürün kararsızlığından dolayı, tam doğruluğun gerekli olduğu hallerde, standart çözelti hazırlanırken direkt ağırlık ölçümü yapılamaz. Genel yöntem : İki kez arıtılmış maddenin 13 gr.ını tartın, alt tıpası olan 200 ml.lik balona koyun, 20 gr. saf potasyum iyodür ve 40 ml. su ekleyin. İyodürün hepsi çözündüğünde 100 ml.lik balon jøjeye boşaltın ve işaretli yere kadar saf su ile doldurun. Standardizasyon : Çözeltinin 20 ml.sini 300 ml.lik erlene pipetle boşaltın ve 100 ml. saf su ile seyreltin. Ardından iyodür nedeniyle oluşmuş olan rengin kaybolduğu ana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin. Nişasta çözeltisi ekleyin ve mavi renk kaybolana kadar 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin.

0,1 N kurşun(IV) asetat çözeltisi

45 gr. kurşun(IV) asetatı 1000 ml. asetik asitte çözün. Karışımı 60-70 °C' de 10 dakika kaynatın, böylece kurşun asetat daha hızlı çözülür. Soğutup cam filtreden süzün veya çökeltinin üzerindeki temiz sıvıyı dikkatlice başka bir kaba alın.

0,1 M magnezyum klorür çözeltisi

Bu çözeltinin 1 ml.si 9,523 gr. magnezyum klorür ($MgCl_2$) içerir. Çözeltiyi hazırlamak için, 21 gr. $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ tartın ve Erio krom siyah T' yi indikatör olarak kullanıp 0,1 M EDTA çözeltisiyle ayarlayın. Standardizasyon için, çözeltinin 5-10 ml.sini pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 100 ml. saf su ile seyreltin ve pH 10 tampon çözeltisinden 15 ml. ekleyin. Yaklaşık 50 °C' ye kadar ısıtın, birkaç granül parçası Erio T indikatör tozu katın ve renk şarap kırmızısından saf maviye dönene kadar 0,1 M EDTA çözeltisi ile titre edin.

0,05 M magnezyum klorür çözeltisi

0,1 M çözeltinin 100 ml.sini tam olarak 100 ml. saf su ile seyreltin. Yukarıda anlatıldığı gibi standardize edin.

0,1 M magnezyum sülfat çözeltisi

0,1 M magnezyum sülfat çözeltisinin 1 ml.si 12,038 mg. $MgSO_4$ içerir. Çözeltiyi hazırlamak için, 25 gr. $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ' yu 1 litre saf suda çözün. Standardize etmek için magnezyum klorür çözeltisindeki yöntemi izleyin.

0,1 N sodyum dikromat çözeltisi

Hazırlanışı : 29,9 gr. analitik kalitede tuzu tartın ve 1 litre saf suda çözün. Standardizasyon yöntemi potasyum dikromatta uygulananın aynısıdır.

0,1 M nikel sülfat çözeltisi

Hazırlanışı : 28,086 gr. nikel sülfatı ($NiSO_4 \cdot 7H_2O$) 1 litre saf suda çözün. Standardize etmek için, çözeltinin 5 ml.sini pipetle 300 ml.lik erlene koyun, 3 ml. derişik amonyak, 100 ml. saf su ve bir tutam müreksit ilave edin. Ardından 0,05 M EDTA çözeltisiyle renk eflatun olana kadar titre edin. Sona doğru nikel-EDTA bileşğinin daha yavaş meydana gelmesini sağlamak için titrasyon işlemini çok yavaş yapın.

1 N nitrik asit

66 ml. derişik nitrik asidi saf su ile 1 litreye seyrelterek hazırlayın.

0,1 N potasyum dikromat çözeltisi

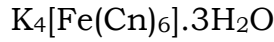
Bu çözelti 1 ml.de 4,9035 mg. potasyum dikromat içerir. Çözeltiyi hazırlamak için; 4,9035 gr. kurutulup pudra haline getirilmiş tuzu 1000 ml.lik balon jöjeye koyun ve saf suda çözün. İşaretli yere kadar su doldurduktan sonra iyice çalkalayın. Oksitlenmenin teorik eşitliğine göre; 1 mol potasyum dikromat 3 gram-atom veya 6 gram-atom hidrojene karşılık gelir.



Standardizasyon : 10 ml. potasyum dikromat çözeltisini pipetle 300 ml.lik bir erlene koyun, 5 ml. derişik sülfürik asit, 100 ml. saf su ve 0,5-1 gr. potasyum iyodür ekleyip, 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisiyle hemen titre edin. Serbest iyodürün sebep olduđu renklenmenin kaybolması anına yakın bir zamanda nişasta çözeltisi ekleyip, mavi renk kayboluncaya kadar sodyum tiyosülfat çözeltisiyle titre etmeye devam edin.

0,1 N potasyum hekzasiyanoferrat(II) çözeltisi

Çözeltinin 1 ml.si 42,239 mg. potasyum hekzasiyanoferrat(II) içerir.



Çözeltiyi hazırlamak için, tuzdan 42,35 gr. tartıp 1000 ml.lik balon jöjeye koyun, saf suda çözün, işaretli yere kadar saf su doldurup iyice çalkalayın. Standardizasyon : Çözeltiden 10 ml.ş.yi pipetle 500 ml.lik bir erlene koyun, 20 ml. 1:1 sülfürik asit ve 250 ml. saf su ekleyip, renk yeşilimsi sarıdan uçuk kırmızıya dönene kadar 0,1 N potasyum permanganat çözeltisiyle titre edin.

1 N potasyum hidroksit

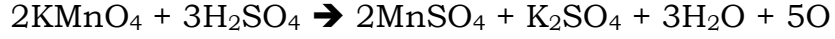
1 N potasyum hidroksit, litrede 56,1041 gr. potasyum hidroksit içerir. Bileşik kuvvetli higroskopik (nem çeken) olduđu için 57 gr. tartıp 1 litre suda çözerek hazırlayın. Ardından metil oranđı indikatör olarak kullanıp, 1 N hidroklorik asit veya 1 N sülfürik asitle ayarlayın.

0,1 N potasyum hidroksit

1 ml. 0,1 N potasyum hidroksit 5,6104 mg. KOH içerir. Çözeltiyi hazırlamak için, 100 ml. 1 N potasyum hidroksiti saf su ile 1 litreye seyreltin.

0,1 N potasyum permanganat çözeltisi

Potasyum permanganat bir asit çözeltisinde kuvvetli bir oksitleyicidir. Baz reaksiyonu aşağıdaki eşitlikle ifade edilir :



2 mol potasyum permanganat, 5 gram-atom asit ve 10 gram-atom hidrojene karşılık gelir. Karşıt kütle bu yüzden molekül kütlelerinin 5' te biridir. Bu nedenle 0,1 N potasyum permanganat çözeltisi 3,1605 gr/lt potasyum permanganat içerir. Çözeltiyi hazırlamak için 3,3 gr. analitik saflıkta potasyum permanganatı yaklaşık 1 litre saf suda çözün ve içinde bulunabilecek organik maddelerin oksitlenmesi için 30 dakika kaynatın. Soğutup asbest filtreden 1000 ml.lik balon jöjeye süzün ve işaretli yere kadar saf su doldurun.

Standardizasyon için , yüksek saflıkta sodyum oksalattan 3-5 kez 100-150' şer mg. örnek alın ve analitik olarak 0,1 mg. tartın. Daha doğru sonuçlar almak için, terazinin kefesinde ne kadar sodyum oksalat kaldığını görmek amacıyla kefedeki maddeyi erlene boşalttıktan sonra denge kefesini tartmak tavsiye edilir. İki değer arasındaki fark gerçek ağırlığı verecektir. Örneği 100-150 ml. saf suda çözün, 10 ml. 1:1 sulandırılmış sülfürik asit ilave edin, 80-90 °C' ye kadar ısıtıp standardizasyonu yapılan çözeltiyi soluk kırmızı renk elde edilene kadar titre edin.

Titrasyon başlangıcında permanganat renginin kaybolması birkaç saniye alır. Standardizasyon uygulanırken titrasyonu hızla bitirmeden önce, ilk damlaları ekleyip birkaç saniye beklemek bu yüzden gereklidir.

0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Bu çözelti 16,9888 gr/lt gümüş nitrat içerir. Hazırlamak için, 17 gr. tuz tartıp 1 litre saf suda çözün. Standardizasyon : Daha önce 200 °C' de 2 saat boyunca kurutulmuş analitik saflıkta sodyum klorürden 4 adet 0,1169' ar gr.lık örnek tartın. Sodyum klorürü 100 ml. saf suda çözün, birkaç damla potasyum kromat çözeltisi ekleyin ve standardize edilmekte olan gümüş nitrat çözeltisiyle titre edin. Bir diğer yöntem ise; sodyum klorür çözeltisine 10 ml. 1 M demir(III) nitrat çözeltisi, 2 ml. 0,01 N amonyum tiyosiyanat çözeltisi ve 5 ml. derişik nitrik asit ekleyip, kırmızı renk kayboluncaya kadar, standardize edilmekte olan gümüş nitrat çözeltisiyle titre etmektir. Gerekli olan hacimden 0,2 ml. çıkarılır ve bu miktarda amonyum tiyosiyanat eklenir.

0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

1 litre çözelti hazırlamak için, 25 gr. tuzu 1 litre saf suda çözün. Standardizasyon 0,1 N iyodür çözeltisi veya potasyum iyodat kullanılarak uygulanır. 0,1070 gr. potasyum iyodattan serbest kalan iyodür, tam olarak 30 ml. 0,1 N sodyum tiyosülfat çözeltisine karşılık gelir. Bu nedenle, potasyum iyodat kullanarak standardizasyon yapmak için 3 adet 0,1070' er gr.lık örnek tartıp, her birini 3 adet 300 ml.lik erlen de 25' er ml. saf su ile çözün. Her erlene 2 gr. yüksek saflıkta, iyodat içermeyen potasyum iyodür ve 5 ml. %25 lik sülfürik asit koyun. İyodat ve iyodürün etkileşmesinden iyodin ortaya çıkar ve artan iyodürün içinde çözünür. Standardize edilmekte olan sodyum tiyosülfat çözeltisi ile titre edin, sona yaklaşıldığında nişasta ekleyin. Bu nokta çözeltinin saman sarısı renginden anlaşılır. Nişasta çözeltisi eklenmesinden kaynaklanan mavi rengin son izleri de kaybolduğunda titrasyon tamamlanmış olur. Ardından tiyosülfat çözeltisini tam olarak 0,1070 gr. iyodat 30 ml. olana kadar saf su ile sulandırın.

1 N sülfürik asit

Hazırlamak için yaklaşık 27 ml. sülfürik asidi saf su ile 1 litreye seyreltin.

0,05 N toryum nitrat çözeltisi

7 gr. kristalize toryum nitratı [$\text{Th}(\text{NO}_3)_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$] 1 litre suda çözün. 120 °C' de kurutulmuş saf sodyum florür kullanarak standardize edin.

0,05 M toryum nitrat çözeltisi

29,4125 gr. toryum nitratı 1000 ml. saf suda çözün. pH 2-3' de, pirokatekin morunu (menekşe) indikatör olarak kullanıp 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin. Renk değişimi kırmızıdan limon sarısına doğru olacaktır.

0,05 M çinko klorür çözeltisi

6,9 gr. çinko klorürü 1000 ml. saf suda çözün. Standardizasyon : Çözeltinin 10 ml.sini pipetle 200 ml.lik bir erlene koyun, saf su ile 100 ml.ye seyreltin, rengi eflatun veya maviye çevirmek için 5 ml. 1 N nitrik asit ve ksilenol oranj veya metil mavisi ve kafi derecede uratropin tampon çözeltisi ekleyin. Limon sarısı olana kadar 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin.

0,05 M çinko sülfat çözeltisi

14,38 gr. çinko sülfatı ($\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 1000 ml. saf suda çözün ve 0,05 M çinko klorür çözeltisini standardize ederken uygulandığı şekilde, 0,05 M EDTA çözeltisi ile titre edin.

Tablo XI. Tampon karışımları ve hazırlanışları

pH 1	1 N hidroklorik asit
pH 2 – 4	1 ölçü 2 M monoklor asetik asitle 1 ölçü 1 M sodyum asetat çözeltisini karıştırın. 2 M monoklor asetik asit 189 gr/lt monoklor asetik asit, 1 M sodyum asetat ise 82gr/lt sodyum asetat ihtiva eder.
pH 3	53 ml. derişik amonyak (yoğunluğu 0,90 kg/dm ³) ve 90,4 ml. %98 lik formik asidi saf su ile 2000 ml.ye seyreltin.
pH 4 – 6,5	Asetat – asetik asit. Gerekli şekilde karıştırılabilecek halde 1 N asetik asit ve 1 M sodyum asetat çözeltisi alın. 1 N asetik asit saf su ile 1 litreye seyreltilmiş 60 gr. asetik asit ihtiva eder. 1 m sodyum asetat çözeltisi 82 gr/lt sodyum asetat içerir.
pH 4,5	150 gr. kristalize sodyum asetat + 150 ml. asetik asidi saf su ile 500 ml.ye seyreltin.
pH 5,4	400 gr. uratropin + 100 ml. derişik hidroklorik asit + 1000 ml. saf su
pH 5,5	40 ml. asetik asit + 160 ml. piridin
pH 7	Hekzametilen tetramin (uratropin). %20 lik hazır sulu çözeltiyi alın. Çok yüksek asitlikteki çözeltiler uratropin çözeltileri eklenerek istenen pH derecesine ayarlanabilir.
pH 6,5 – 8	Trietanolamin ve hidroklorürü. 1 M trietanolamin çözeltisi ve 1 M hidroklorik asidi alın. Trietanol kullanırken, çoğu metalle kararlı bağlar oluşturması nedeniyle dikkatli olunmalıdır. 1 M trietanolamin çözeltisi saf su ile 1000 ml.ye seyreltilmiş 150 gr. trietanolamin içerir.
pH 8 – 11	Amonyak – amonyak tuzları : 1 M amonyak ve 1 M amonyum klorür gerekli olan şekilde karıştırılmalıdır. Aşağıdaki karışımlar da önerilebilir :
pH 10	54 gr. amonyum klorür + 350 ml. derişik amonyak saf su ile 1000 ml.ye seyreltilir. 70 gr. amonyum klorür + 570 ml. derişik amonyak saf su ile 1000 ml.ye seyreltilir. 80 gr. amonyum nitrat + 350 ml. derişik amonyak saf su ile 1000 ml.ye seyreltilir. Bu tampon çözeltileri için en saf kimyasallar kullanılmalıdır. Ticari saflıkta amonyak çoğu kez az miktarda toprak alkali içerir.
pH 11 – 13	1 N kostik soda tampon amacıyla kullanılabilir.

0,4 M alüminyum klorür çözeltilisi

96 gr. alüminyum klorürü ($\text{AlCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$) 1000 ml. saf suda çözün.

%50 lik amonyum asetat çözeltilisi

50 gr. amonyum asetatı 50 ml. saf suda çözün.

%10 luk amonyum florür çözeltilisi

25 gr. amonyum florürü 225 ml. saf suda çözün.

Baryum kromat çözeltilisi

20 gr. baryum kromatı 1000 ml. %5 lik perklorik asitte çözün. Baryum kromat hazırlamak için ; 25 gr. baryum klorürü 300 – 500 ml. saf suda çözün, 20 gr. sulu amonyum kromat çözeltilisi ilave edin, amonyakla zayıf alkali hale getirin ve birkaç dakika ısıtın. Soğutup, No.42 Whatman kağıdından filtre edin ve tortuyu saf su ile iyice yıkayın. 100 °C’ de kurutun ve bunun 20 gr.ını çözeltilide kullanın.

Bruhns çözeltilisi

62,5 gr. potasyum tiyosiyanat veya 48 gr. amonyum tiyosiyanat ve iyodat içermeyen 20 gr. iyodürü 1000 ml. saf suda çözün.

1 M kloroasetik asit

95 gr. monokloro asetatı 1 litre suda çözün.

Krom indirgeme çözeltilisi (Langford)

200 ml. derişik hidroklorik asit, 600 ml. %33 lük asetik asit ve 120 ml. etil ya da metil alkolün karışımıdır.

1 M demir(III) amonyum sülfat çözeltilisi

482 gr. demir(III) amonyum sülfatı [$\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$] 1000 ml.lik bir ölçü balonuna koyun, 1000 ml.ye kadar saf su doldurulup çözün.

Hidrojen peroksit çözeltilisi

%30 luk hidrojen peroksidi saf su ile 1:10 oranında seyreltin.

Hidroksilamin hidroklorür çözeltisi

10 gr. hidroksilamin hidroklorürü 100 ml. saf suda çözün.

0,15 M o-fenantrolin çözeltisi

30 gr. 1,10-fenantrolini (o-fenantrolin, 4,5-fenantrolin) [$C_{12}H_8N_2.H_2O$] 1000 ml. saf suda çözün.

Civa(I) nitrat çözeltisi

50 gr. civa(I) nitratı [$HgNO_3.H_2O$] 1000 ml. saf suda çözün.

1 M potasyum sodyum tartarat çözeltisi

282 gr. potasyum sodyum tartaratı (Roşel tuzu) [$KNaC_4H_4O_6.4H_2O$] 1000 ml. saf suda çözün.

1 M potasyum bromür çözeltisi

119 gr. potasyum bromürü 1000 ml. saf suda çözün.

Potasyum klorür çözeltisi

200 gr. potasyum klorürü 1000 ml. saf suda çözün.

Potasyum florür çözeltisi

100 gr. potasyum florürü 1000 ml. saf suda çözün.

Potasyum nikel tetraşyanür çözeltisi

25 gr. nikel sülfatı 100 ml. saf suda çözün ve sabit bir şekilde karıştırarak azar azar 25 gr. potasyum siyanür ekleyin. Bu bal sarısı sıvıda kabarmaya ve beyaz potasyum sülfat çökmesine neden olur. Bir süre sonra yine karıştırarak sıvıya azar azar 100 ml. %95 lik mavi ispirto ilave edin. Hala çökmeye devam eden potasyum sülfatı çekin ve her yıkamada 2 ml. alkol kullanarak 2 kez yıkayın. Filtratı yaklaşık 70 °C' ye ısıtın. Eğer kristallenme görürseniz iyice sallayın.

Kristal macunu meydana çıkar çıkmaz (tam olarak kurumadan) soğumaya bırakın ve ilave olarak 50 ml. mavi ispirto ekleyin. Çökeltiyi tekrar filtre edin ve her seferinde 5 ml. alkol kullanarak yıkayın. Sarı artığı ince bir tabaka halinde filtre kağıdının üzerine yayın ve tozdan koruyarak iki gün bırakın. Arta kalan preparat kullanıma hazırdır.

2,5 gr.ını 100 ml. saf suda çözün. Eğer potasyum siyanür elde edilemiyorsa, yaklaşık 0,2 gr. sodyum siyanür alın ve 50 ml. saf suda çözüp, nikel sülfat çözeltisiyle her zamanki şekilde titre edin. Renk sarıya döndüğünde 0,1 M veya 0,01 M EDTA çözeltisini kullanarak tekrar eflatun olana kadar dikkatlice titre edin. Ardından bu çözeltiye gümüş ya da altın tuzu eklenebilir.

Gümüş diyamin sülfat çözeltisi

1 gr. gümüş sülfatı 400 ml. saf suda çözün ve 100 ml. derişik amonyak ekleyin.

2 M sodyum asetat çözeltisi

164 gr. sodyum asetatı 1000 ml. saf suda çözün.

Tiyoglikolik asit çözeltisi

25 gr. %75 lik tiyoglikolik asidi 75 gr. saf su ile seyreltin.

Tiyoüre çözeltisi

100 gr. tiyoüreyi 1000 ml. saf suda çözün.

Trietanolamin çözeltisi

200 gr. trietanolamini 800 gr. saf su ile seyreltin.

Fotometrik Analizin Prensipleri

a) **Kolorimetri ve Fotometri**

Tekniğin tarihi gelişiminden dolayı, derişim tayin etmek amacıyla yapılan görünür ışık karşılaştırması işlemini belirtmek için 'kolorimetri' deyimini kabul edilmiştir. Geniş manada

Antimon Kaplama Çözeltileri

B 1 Kurşun miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ditizon çözeltisi (0,02 gr. ditizon 200 ml. kloroform)
 - 2) 1:1 amonyak
 - 3) %10 luk potasyum siyanür
 - 4) Hidroksil amonyum klorür çözeltisi %10
 - 5) %10 luk potasyum tartarat çözeltisi
 - 6) Kloroform

Yöntem :

5 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine alın, pH 7-8' e amonyakla nötralize edin ve sırasıyla

1 ml. hidroksil amonyum klorür çözeltisi

2 ml. potasyum sodyum tartarat çözeltisi

ilave edin. 20 ml. ditizon çözeltisiyle iyice çalkalayın, organik fazı bir kağıt filtreden süzün ve 520 nm. de kloroforma karşı ölçüm yapın.

Pirinç (Sarı) Kaplama Çözeltileri

B2 1 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tampon çözeltisi pH 2 (44,6 gr. glikokol, 34,8 gr. sodyum klorür ve 1,95 gr. hidroksil amonyum klorür + 385 ml. hidroklorik asit; 1 litreye seyreltilir)
 - 2) Metanol içinde % 0,5 lik batofenantrolin*
 - 3) Derişik sülfürik asit
 - 4) Kloroform

Yöntem :

5 ml. sarı kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik sülfürik asit ekleyin ve beyaz gaz oluşana kadar ısıtın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye aktarın ve işaretli yere kadar saf su doldurun. 20 ml.sini ayırma hunisine alın, 20 ml. tampon çözeltisi ve 1 ml. batofenantrolin çözeltisi ilave edin. 30 dakika dinlendirin ve tam olarak 25 ml. kloroformla birlikte 5 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın. Kloroformu kuru bir filtre kağıdından süzüp, 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda kimyasallarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 540 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{540} \times 69,6 = \dots$ [mg/lt] Fe

* 4,7-difenil-1,10-fenantrolin

Kadmiyum Kaplama Çözeltileri

B 1 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) %80 lik tiyoglikolik asit
 - 3) Derişik amonyak

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 200 ml.lik balon jøjeye koyun, 20 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin, bu esnada gaz çıkışı olur, kısa bir süre kaynatın. Soğuttuktan sonra amonyakla pH 6,5-7' ye nötralize edin ve işaretli yere kadar saf su doldurun. 10 ml.sini bir behere nakledin, 2 ml. tiyoglikolik asit ekleyin ve su banyosunda 30 dakika süre ile 90 °C' ye ısıtın. Soğuduktan sonra 4 ml. amonyak ekleyin ve saf suya karşı 530 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{530} \times 15,14 = \dots$ [mg/l] Fe

B 2 Titanyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum oksalat-pirosülfid çözeltisi (5 gr. amonyum oksalat, 2 gr. Na₂S₂O₅ ile suda çözülüp 100 ml.ye seyreltilir)
 - 2) %1 lik 1-8 dioksinaftalin (3.6 sodyum disülfonat %1 lik asetik asitte çözülür)
 - 3) Sodyum asetat çözeltisi
 - 4) Asetik asit buzu
 - 5) Derişik HCl

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin, bu esnada gaz çıkışı olur, kısa bir süre kaynatın. Soğuttuktan sonra işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini pipetle alın ve sırasıyla :

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart (1967)

2-3

5 ml. amonyum oksalat bisülfür çözeltisi
5 ml. ayıraç çözeltisi
5 ml. sodyum asetat çözeltisi
2 ml. asetik asit buzu

ilave edin. Referans çözeltisi olarak aynı miktarlarda kimyasal eklenmiş 10 ml. saf suyu alın. 5 dakika bekledikten sonra 450 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{450} \times 98,1 = \dots$ [mg/lt] Ti

B 3 Çinko miktarı tayini¹

Eklenen kimyasallar :

- 1) Ayıraç çözeltisi (0,1 gr. 1-(2 piridil azo)-2 naftol
100 ml. metanolde çözülür)
- 2) Tampon çözeltisi (60 gr. NH₄Cl + 370 ml. NH₃
1 litreye tamamlanır)
- 3) Potasyum siyanür çözeltisi (1 gr. KCN 100 ml.
suda çözülür)
- 4) %35 lik formaldehit çözeltisi
- 5) Kloroform
- 6) Derişik HCl

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 15 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin ve 10 dakika kaynatın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın ve sırasıyla :

5 ml. tampon çözeltisi
5 ml. potasyum siyanür çözeltisi
1 ml. ayıraç çözeltisi
3 damla formaldehit

ilave edin. Sonra 10 ml. kloroform ekleyin, 1 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın ve organik fazı filtre kağıdından süzün. 540 nm. de kloroforma karşı ölçüm yapın.

¹ Fries : Spurenanalyse, E. Merck, Darmstadt, s.84

4-5

B 4 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) %20 lik amonyum sitrat çözeltisi
 - 3) %0,1 lik sodyum dietil ditiokarbaminat
 - 4) Kloroform

Yöntem :

10 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 10 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin, bu esnada gaz çıkışı olur, 10 dakika boyunca kaynatın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini pipete alın ve sırasıyla :

- 5 ml. amonyum sitrat
- 5 ml. sodyum dietil ditiokarbaminat
- 20 ml. kloroform

ekleyin. 2 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın, kloroform fazını kuru bir filtre kağıdından süzün ve 436 nm. de kloroforma karşı ölçüm yapın.

B 5 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (1 gr. dimetil glioksim 100 ml.ye seyreltilir)
 - 2) %25 lik hidroklorik asit
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) Doymuş brom suyu
 - 5) Derişik sülfürik asit
 - 6) %10 luk sitrik asit

Yöntem :

5 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik sülfürik asit ekleyin ve beyaz gaz çıkışı olana kadar ısıtın. Bu adımı iki kez tekrar edin. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın, kesin sarı renk elde edene kadar birkaç damla brom suyu damlatın. 10 dakika sonra çözeltideki fazla bromu biraz amonyakla indirgeyin, 1 ml. sitrik asit, 1 ml. amonyak ve 1 ml. ayıraç çözeltisi ilave edip su ile 50 ml.ye tamamlayın. 15 dakika geçtikten sonra, suya karşı 450 nm. de ölçüm yapın.

Krom Kaplama Çözeltileri

B4 1 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sodyum disülfid
 - 2) Tampon çözeltisi (44,6 gr. glikokol, 34,8 gr. NaCl ve 1,95 gr. hidroksilamin hidroksil amonyum klorür saf suda çözülür, 385 ml. HCl ilave edilir, saf su ile 1 litreye tamamlanır)
 - 3) Metanolde %0,5 lik batofenantrolin* çözeltisi
 - 4) p.a. metanol
 - 5) p.a. kloroform

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle ayırma hunisine koyun, 150 ml. saf su ile seyreltin ve yaklaşık 2 gr. sodyum disülfitle indirgeyin. Bu çözeltiye 50 ml. tampon çözeltisi ve 1 ml. batofenantrolin ilave edin. 30 dakika bekletip, tam olarak 25 ml. kloroformla birlikte iyice çalkalayın. Kloroform fazını kuru bir filtreden hava geçirmeyen tıpalı bir kaba süzüp, 20 ml. saf su ve yukarıdaki şekilde aynı miktarlarda kimyasallar eklenmiş ve aynı işlemlerden geçmiş referans çözeltisine karşı 540 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{540} \times 13,92 = \dots$ [mg/lt] Fe

* 4,7-difenil-1,10-fenantrolin

B4 2 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 2) Su ile 1:1 seyreltilmiş piridin
 - 3) %10 luk amonyum tiyosiyanat çözeltisi
 - 4) p.a. kloroform
 - 5) Sodyum disülfür

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 5 ml. yi pipetle ayırma hunisine boşaltın, 150 ml. saf su ile seyreltin ve yaklaşık 2 gr. sodyum disülfürle indirgeyin. Sonra

2-3

bir seferinde bir tanesini olmak üzere ;

- 5 ml. sülfosalisilik asit
- 5 ml. piridin çözeltisi
- 5 ml. amonyum tiyosiyanat çözeltisi

ilave edin. 25 ml. kloroform ile 5-10 dakika kadar iyice çalkalayın, ayrışmasına izin verdiğiniz kloroform fazını kuru bir filtreden hava geçirmeyen tıpalı bir kaba süzün.

Referans çözeltisini hazırlamak için, aynı kimyasalları 50 ml. saf suya ekleyin ve aynı yolla işlem yapın. Sıkıca kapatılmış kaptaki 405 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{405} \times 16,3 = \dots$ [mg/lt] Cu

B4 3 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Nitrik asit
 - 2) %10 luk sitrik asit
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) Alkolde %1 lik dimetil glioksim
 - 5) Kloroform
 - 6) Sodyum disülfür

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 5 ml. yi pipetle ayırma hunisine boşaltın, 50 ml. saf su ile seyreltin ve krom(IV) ün hepsini indirgemeye yetecek kadar sodyum disülfür ilave edin. Ardından, biri diğerinden sonra olmak üzere :

- 5 ml. sitrik asit
- 20 ml. amonyak
- 5 ml. dimetil glioksim

ekleyin. İyice çalkalayın ve 25 ml. kloroformla 5 dakika boyunca özünü çıkarın. Kloroform fazı ayrıştığında kuru bir filtre kağıdından süzüp, 50 ml. saf su ve aynı kimyasal eklemeleriyle hazırlanmış referans çözeltisine karşı 370 nm. de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{370} \times 83 = \dots$ [mg/lt] Ni

B4 4 Selenyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (donma sıcaklığındaki 100 ml. suda çözülmüş 0,5 gr. 3,3¹ diamino benzidin klorür)
 - 2) Saf su ile 100 ml.ye seyreltilmiş 9,5 ml. %98-100 lük formik asit
 - 3) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 4) 7 N amonyak
 - 5) Toluen

Yöntem :

Krom kaplama çözeltisinden 5 ml. yi pipetle bir behere boşaltın ve krom (VI) indirgenmesi tamamlanana kadar, krom(VI) yı krom (IV) e indirgeyin. Sonra amonyak kullanarak pH 7' ye ayarlayın. Sırasıyla 2 ml. 2,5 M formik asit, 2 ml. 0,1 M EDTA çözeltisi ve 2 ml. ayıraç çözeltisi ilave edin. 7 N amonyak kullanarak pH 2,5' a ayarlayın ve 45 dakika süreyle karanlıkta bırakın. Ardından 7 N amonyakla tekrar pH 7' ye ayarlayın, su ile yaklaşık 50 ml.ye seyreltin ve 5 ml. toluenle 1 dakika boyunca çalkalayın.

Organik fazı ayırın ve 420 nm. de toluene karşı ölçüm yapın.

¹ Fries : Spurenanalyse, E. Merck, Darmstadt, s.128

Asitli Bakır Kaplama Çözeltileri

B5 1 Klorür iyonları miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) p.a. derişik nitrik asit
 - 2) Cl içermeyen etilen glikol
 - 3) 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

5 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 25 ml.lik balon jojeye koyun, 10 ml. etilen glikol ve 1 ml. 0,1 N gümüş nitrat ilave edip çizgiye kadar saf su doldurun.

Referans çözeltisini, gümüş nitrat katmadan yukarıdaki şekilde hazırlayın. Oda sıcaklığında 30 (± 1 dakika) bekletin ve referans çözeltisine karşı 440 nm. de ölçüm yapın.

Not :

Analiz çözeltisi yaklaşık 90-100 mg/lt. den fazla NaCl içermemelidir. Eğer klorür içeriği daha fazla ise indirgeyin.

B5 2 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 40 gr. amonyum asetat ve 50 ml. asetik asit buzu, 100 ml.ye seyreltilmiş
 - 2) %10 luk amonyum persülfat çözeltisi
 - 3) %20 lik sülfosalisilik asit çözeltisi

Yöntem :

Bakır kaplama çözeltisinden 5 ml.yi pipetle 100 ml.lik balon jojeye boşaltın ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltiden 20 ml. alın ve sırasıyla

- 5 ml. amonyum asetat
- 1 ml. amonyum persülfat
- 2 ml. sülfosalisilik asit

ilave edin. Sülfosalisilik asit yerine 2 ml. saf su kullanarak referans çözeltisini yukarıdaki gibi hazırlayın. 460 nm. de ölçüm yapın.

3-4

B5 3 Anyon-aktif yüzey etkin maddelerin miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 6,5 ml. sülfürik asitle birlikte 500 ml. saf suda çözülen 0,35 gr. metilen mavi DAB⁶ 1000 ml. ye seyreltilir.
 - 2) Kloroform DAB⁶

Yöntem :

5 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 1000 ml.lik balon jøjeye koyup işarete kadar saf su doldurun. Bu karışımın 5 ml.sini ayırma hunisine nakledin, 100 ml. saf su ve 10 ml. metilen mavisini çözeltisi ekleyin. Kuvvetlice çalkalayın 20 ml.lik dozlarla kloroform ekleyip iyice çalkalayın ve kloroform fazını kuru bir filtreden 100 ml. balon jøjeye süzün. Bu işlemi kloroform fazının rengi mavi olmayana kadar tekrarlayın. Daha sonra balonu çizgiye kadar kloroformla doldurup 653 nm. de ölçüm yapın. Referans çözeltisini, bakır kaplama çözeltisi yerine saf su kullanarak aynı şekilde hazırlayın.

B5 4 Tiyokarbamin miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik tartarik asit
 - 2) %5 lik bizmut nitrat çözeltisi
 - 3) Nitrik asit
 - 4) %20 lik NaOH

Yöntem :

5 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 5 ml. kostik soda, 2 ml. nitrik asit ekleyin ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 25 ml.sini alın, 2 ml. tartarik asit ve 3 gr/ml. bizmut nitrat çözeltisi ekleyin. 5 dakika sonra 470 nm.de referans çözeltisine karşı ölçüm yapın. Referans çözeltisini aynen yukarıdaki gibi bakır kaplama çözeltisinden hazırlayın yalnız bizmut nitrat kullanmayın.

Alkali Bakır Kaplama Çözeltileri

B6 1 Selenyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 sülfürik asit
 - 2) Ayıraç çözeltisi (0,5 gr. 3.3 diamino benzidin klorür donma sıcaklığındaki 100 ml. suda çözülür)
 - 3) %9,5 lik formik asit çözeltisi
 - 4) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 5) 7 M amonyak (55 ml. NH₃ 100 ml.ye tamamlanır)
 - 6) Toluen

Yöntem :

5 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve 1:1 sülfürik asitle nötrale edin (bu esnada gaz çıkışı olur). 10 ml. etilen glikol ve 1 ml. 0,1 N gümüş nitrat ilave edip işaretli yere kadar saf su doldurun. Kısa bir süre kaynatın ve soğuduktan sonra işarete kadar saf su doldurun. 30 ml.sini ayırma hunisine nakledin ve sırasıyla

- 2 ml. formik asit
- 2 ml. EDTA
- 2 ml. ayıraç çözeltisi

ilave edin. 7 M amonyak ile çözeltiyi pH 2,5' a ayarlayın ve 45 dakika karanlıkta bırakın. Sonra amonyakla pH 7' ye ayarlayın, su ile 50 ml.ye seyreltin ve 10 ml. tolue ile 2 dakika boyunca çalkalayın. Organik fazını ayırın ve 420 nm. de toluene karşı ölçüm yapın.

2

B6 2 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 sülfürik asit
 - 2) %10 luk amonyum persülfat
 - 3) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 4) Derişik amonyak

Yöntem :

5 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 10 ml. sülfürik asit ekleyin ve beyaz gazlar meydana çıkana kadar buharlaştırın. Bu işlemi bir kez daha tekrarlayın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini alın ve sırasıyla

- 5 ml. saf su
- 2 ml. sülfosalisilik asit
- 1 ml. amonyum persülfat
- 7 ml. amonyak

ilave edin. 10 ml. saf su ve aynı miktarlarda kimyasallar kullanılarak hazırlanmış referans çözeltisine karşı 430 nm.de ölçüm yapın.

Yağ Alma Çözeltileri

B7 1 Sodyum metasilikat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum molibdat çözeltisi (50 ml. sülfürik asit 1,84 900 ml. saf su ile seyreltilir; 50 gr. analitik saflıkta amonyum molibdat bunun içinde çözülüp 1000 ml.ye seyreltilir)
 - 2) %10 luk oksalik asit çözeltisi
 - 3) Kalay(II) klorür çözeltisi (3 gr. $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, 50 ml. HCl karıştırılmış kaynama sıcaklığındaki saf suda çözülür, soğuduktan sonra 250 ml.ye seyreltilir)

Yöntem :

5 ml. yağ alma çözeltisini pipetle 1000 ml.lik balon jöjeye koyun ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini bir behere nakledin ve sırasıyla

- 1 ml. amonyum molibdat çözeltisi
- 1 ml. oksalik asit çözeltisi
- 1 ml. kalay(II) klorür çözeltisi

ekleyin. 20 ml. su ve aynı miktarlarda kimyasallarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı, bir fotometre ile 810 nm.de ölçüm yapın.

Not : 50 mg.a kadar P_2O_5 bulunmasının sodyum metasilikat miktarı tayinininde etkisi olmaz.

B7 2 Trisodyum fosfat miktarı tayini

Silisyum oksit asidi gibi, fosforik asit te amonyum molibdat ile fosforik molibdik asit bileşiği yapar. Bu bileşik, indirgeme ayıraçları kullanılarak molibden mavisine indirgenebilir. İki molibdik asit bileşiği meydana gelirken oluşan sitrik asidi silisyum oksit asidi giderebilir.

2-3

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sitrik asit – metol – piro-sülfat çözeltisi (2 gr. asit, 2 gr. metol ve 10 gr. sodyum piro-sülfür suda çözülüp 100 ml.ye seyreltilir.)
 - 2) Amonyum molibdat çözeltisi (50 ml. H₂SO₄ 1,84 900 ml. saf su ile seyreltilir, 50 gr. analitik saflıkta amonyum molibdat bu sıvıda çözülüp 1000 ml.ye seyreltilir.)

Yöntem :

5 ml. yağ alma çözeltisini pipetle 1000 ml.lik balon jöjeye koyun ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini bir behere nakledin ve bir defada biri olmak üzere

1 ml. sitrik asit – metol – piro-sülfür çözeltisi
1 ml. amonyum molibdat çözeltisi

ekleyin. 10 dakika bekleyin, 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda kimyasallarla hazırladığınız referans çözeltisine karşı bir fotometre ile 720 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{720} \times 392 = \dots$ [mg/lt] P₂O₅

Not :

Eğer sodyum metasilikat içeriği fosforun 20-40 katı kadarsa %10 mutlak hata hesaba katılmalıdır.

B7 3 Siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N H₃PO₄
 - 2) Doymuş brom suyu
 - 3) Arsenit çözeltisi (2 gr. As₂O₃ 1 N NaOH' ta çözülür.)
 - 4) Amil alkol
 - 5) Benzidin – piridin ayıracı (25 ml. piridin + 0,1 gr. benzidin + 0,5 ml. %20 lik HCl 100 ml.ye seyreltilir.)

Yöntem :

1 ml. yağ alma çözeltisini pipetle 1000 ml.lik balon jöjeye koyun ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini bir ayırma hunisine nakledin ve sırasıyla

50 ml. saf su
2 ml. fosforik asit
1 ml. doymuş brom suyu
1 ml. arsenit çözeltisi
25 ml. amil alkol
2 ml. benzidin – piridin ayırıcı

ekleyin. 5 dakika çalkalayın, alkol fazını ayırın ve kuru bir filtreden süzün. 480 nm.de ölçüm yapın. Referans çözeltisini hazırlamak için aynı miktarlarda kimyasal 50 ml. saf suya ilave edin, aynı yöntemle işlem yapın ve meydana gelen amil alkol çözeltisini kullanın.

B7 4 Kromat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1.84 sülfürik asit
2) Asetonda %1 difenil karbazit çözeltisi

Yöntem :

5 ml. yağ alma çözeltisini pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

15 ml. saf su
0,2 ml. derişik sülfürik asit
0,4 ml. difenil karbazit çözeltisi

ekleyin. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ve yukarıdakiyle aynı miktarlarda kimyasal madde (ayırıcı) kullanarak hazırlayın. 545 nm.de ölçüm yapın.

B7 5 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %20 lik amonyum klorür çözeltisi
2) %25 lik amonyak

Yöntem :

20 ml. yağ alma çözeltisini pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

2 ml. amonyum klorür çözeltisi
10 ml. amonyak

ilave edin. Referans çözeltisi 20 ml. saf su ve yukarıdakiyle aynı miktarlarda kimyasal içerir. 630 nm.de ölçüm yapın.

6-7

B7 6 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk sitrik asit
 - 2) Doymuş brom suyu
 - 3) %10 luk amonyak
 - 4) Alkolde %1 dimetil glioksim

Yöntem :

20 ml. yağ alma çözeltisini pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

- 2 ml. sitrik asit
- 2 ml. brom suyu
- 3 ml. amonyak
- 1 ml. dimetil glioksim

ekleyin. 440 nm.de, 20 ml. saf su ile aynı şekilde hazırlanmış referans çözeltisine karşı ölçüm yapın.

B7 7 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Roşel tuzu çözeltisi
 - 2) Potasyum bikarbonat çözeltisi
 - 3) Kloroformda ditizon (0,015 gr. ditizon 1000 ml. kloroformda çözülür.)
 - 4) %12,5 lik amonyakta %10 potasyum siyanür
 - 5) %30 luk formaldehit
 - 6) 20 gr. NaCl + 10 ml. %24 lük hidrazin hidrat
70 ml. 1 N HCl' de çözülür

Yöntem :

5 ml. yağ alma çözeltisini pipetle bir ayırma hunisine koyun ve sırasıyla

- 45 ml. saf su
- 2,5 ml. Roşel tuzu
- 4,5 ml. bikarbonat çözeltisi
- 20 ml. ditizon çözeltisi

ilave edin. 5 dakika çalkalayıp kloroformun ayrışmasına izin verin ve kuru bir filtreden süzün. Referans çözeltisini hazırlamak için 50 ml. saf su alın ve aynı miktarlarda kimyasalı aynı yöntemle ilave edin. Kloroform fazını referans çözeltisi olarak kullanın. 530 nm.de ölçüm yapın.

Paragraf B 5-7' ye not :

Bakır mevcut olması halinde aşağıdaki şekilde başlayın :

5 ml. yağ alma çözeltisi + 45 ml. saf suyu Çözelti 6 ile asitleştirin. Ayrırma hunisinde çalkalayın, kırmızı renk kaybolup, yeşilimsi menekşe ton alana kadar 20 ml. ditizon çözeltisi ekleyin. Son ditizon eklemesinin ardından ilk paragraftaki gibi devam edin.

Altın Kaplama Çözeltileri

B8 1 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik hidroklorik asit
 - 2) %10 luk sitrik asit
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) Alkolde %1 dimetil glioksim
 - 5) Kloroform

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin (gaz çıkışı olur) ve beyaz gazlar oluşana kadar ısıtın. (potasyum nikel siyanürün bozunması) Bu işlemi bir kez daha tekrar edin. Soğutup 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini ayırma hunisine nakledip, saf su ile seyreltin ve sırasıyla

- 2 ml. sitrik asit
- 5 ml. amonyak
- 1 ml. dimetil glioksim çözeltisi

ilave edin. 25 ml. kloroform ile 5 dakika çalkalayın, kloroform fazını kuru bir filtreden hava geçirmeyen tıpalı bir kaba süzün. 100 ml. saf suya yukarıdaki yöntemle aynı kimyasallar eklenerek hazırlanmış referans çözeltisine karşı 370 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{370} \times 414 = \dots$ [mg/lt] Ni

2-3

B8 2 İndiyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ditizon (0,02 gr.ı 100 ml. kloroformda çözülmüş halde)
 - 2) Ditizon (kloroformda %0,001)
 - 3) KCN, %1 lik, pH' ı amonyakla 9' a ayarlanmış
 - 4) 1:1 HCl
 - 5) 1:1 amonyak

Yöntem :

10 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 15 ml. 1:1 HCl ekleyip (gaz çıkışı olur) kısaca kaynatın. soğutun, ayırma hunisine nakledin, pH 2 ayarlayın, 10 ml. % 0,02 ditizon çözeltisi ekleyin ve kuvvetlice çalkalayın. Ayırdıktan sonra kloroform fazını ayırın ve çözeltinin pH' ını amonyakla 8,5-9' a ayarlayın. Bu çözeltiliye 10 ml. potasyum siyanür ekleyip kuvvetlice çalkalayın. Sonra tam olarak 10 ml. miktarında %0,001 ditizonla 2 dakika boyunca çalkalayın ve bu işlemi tekrar edin. Çözeltileri karıştırın ve kuru bir filtreden süzün. 510 nm.de kloroforma karşı ölçüm yapın.

B8 3 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 sülfürik asit
 - 2) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 3) 1:1 piridin
 - 4) %10 luk amonyum tiyosiyanat
 - 5) Kloroform

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. sülfürik asit ekleyin (gaz çıkar) ve beyaz gazlar oluşana kadar ısıtın. Soğutup 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini ayırma hunisine nakledin ve sırayla

5 ml. sülfosalisilik asit
5 ml. piridin
5 ml. amonyum tiyosiyanat

ilave edin.

¹ Lange : Kolorimetrische Analyse, Verlag Chemie, Weinheim (1956)

25 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın, kloroform fazının ayrışmasına izin verin ve küçük, kuru bir filtreden süzün. Referans çözeltisi hazırlamak için aynı miktarlarda kimyasalları 50 ml. saf suya ekleyin ve kloroformu referans olarak kullanın. 405 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{405} \times 815 = \dots$ [mg/lt] Cu

B8 4 Demir miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Ayıraç çözeltisi (0,33 gr. batofenantrolin, 1:1 etanolde çözülür)
- 2) %10 luk sodyum asetat çözeltisi
- 3) %10 luk hidroksil amonyum klorür çözeltisi
- 4) Kloroform
- 5) Sülfürik asit

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. sülfürik asit ekleyin (gaz çıkar) ve beyaz gazlar oluşana kadar ısıtın. Bu işlemi iki kere tekrar edin. Soğuduktan sonra çözeltiyi 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. 20 ml.sini ayırma hunisine alın ve sırayla

2 ml. hidroksil amonyum klorür çözeltisi
2 ml. sodyum asetat çözeltisi
4 ml. ayıraç çözeltisi

ekleyin. 1 dakika sonra 25 ml. kloroform ilave edip kuvvetlice çalkalayın. Kloroform fazının ayrışmasına izin verin ve kağıt filtreden süzün. Kloroforma karşı 540 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{540} \times 69,6 = \dots$ [mg/lt] Fe

5-6

B8 5 Fosfat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sitrik asit – metol – piro-sülfür çözeltisi (2 gr. sitrik asit, 2 gr. metol ve 10 gr. sodyum piro-sülfür 100 ml.ye tamamlanır.)
 - 2) Amonyum molibdat çözeltisi (900 ml. su ile 50 ml. derişik sülfürik asit + 50 gr. amonyum molibdat)
 - 3) Sülfürik asit

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun ve 5 ml. sülfürik asitle buharlaştırın. Soğuduktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Kuru bir filtreden süzün, 20 ml.sini pipete alın ve sırasıyla

1 ml. sitrik asit – metol – piro-sülfür çözeltisi
1 ml. amonyum molibdat çözeltisi

ekleyin. 10 dakika bekleyin ve aynı miktarlarda kimyasal ve 20 ml. saf su içeren referans çözeltisine karşı 720 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{720} \times 392 = \dots$ [mg/lt] P_2O_5

B8 6 Kobaltın miktarının fotometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) NH_4SCN
 - 2) NH_4F veya pirofosfat (demiri renklendirmek için)
 - 3) Amil alkol

Yöntem :

5-25 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle ayırma tüneline koyun (0,2-2,0 mg. Co) ve 25 ml.ye kadar saf su doldurup, 25 ml. %40 lık amonyum sülfosiyanat ilave edin. Demir yüzünden çökmeyi engellemek için, katı halde pirofosfat veya florür ekleyin. Ardından 25 ml. amil alkol ilave edin ve 5 dakika çalkalayın, ayırıştırın (filtre etmeden, muhtemel renk değişimlerinden sakınarak) ve 620 nm.de amil alkole karşı ölçüm yapın.

Hesaplama : kalibrasyon eğrisi için

¹ Analyt, Vorschrift : Dr. E. Durrawachter-DODUCO KG. Pforzheim.

B8 7 Altın miktarı tayini – 1. yöntem

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Altın suyu
 - 2) o-Toluidin çözeltisi (100 ml. 1 N HCl' de 0,1 gr. o-toluidin)
 - 3) 1:1 HCl

Yöntem :

1 ml. altın banyosunu 3 ml. altın suyu ile işleyin (gaz çıkar) ve kuruyana kadar buharlaştırın. Artığı 3 ml. 1:1 HCl ve biraz suyla işleyin ve tamamen çözülene kadar ısıtın. Çözeltiyi 100 ml. balon jöjeye nakledin, o-toluidin çözeltisinin 25 ml.sini ekleyin ve işarete kadar saf suyla tamamlayın. 20 dakika sonra 437 nm.de suya karşı ölçüm yapın.

Cl, NO₂ ve Pd ile girişim yapar.

B8 8 Altın miktarı tayini – 2. yöntem

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. saf suda 40 mg. rodamin B)
 - 2) 5 N HCl
 - 3) %30 luk NH₄Cl çözeltisi
 - 4) Diizopropil-eter
 - 5) Altın suyu

Yöntem :

1 ml. altın banyosunu pipetle ayırma hunisine koyun, 5 ml. altın suyu ekleyin (gaz çıkar) ve iyice çalkalayın. Ardından 5 ml. 5 N HCl, 10 ml. NH₄Cl çözeltisi ve 5 ml. rodamin-B çözeltisi ekleyin ve tekrar kuvvetlice çalkalayın. Son olarak çözeltiyi 10 ml. diizopropil-eterle işleyin ve 30 saniye daha kuvvetlice çalkalayın.organik fazı ayırın ve diizopropil-etere karşı 565 nm.de ölçüm yapın.

Sb, Tl, Pt, Sn ile girişim yapar.

9-10

B8 9 Altın miktarı tayini – 3. yöntem

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. suda 40 mg. metil moru)
 - 2) 1 N HCl
 - 3) Trikloretilen
 - 4) Sodyum sülfat, susuz
 - 5) Altın suyu

Yöntem :

2 ml. altın banyosunu tıpalı ayırma hunisine pipetle koyun, 5 ml. altın suyu (gaz çıkar), 5 ml. 1 N HCl ve 5 ml. ayıraç çözeltisi ilave edin. Çözeltiyi 20 ml. trikloretilenle işleyip 2 dakika kuvvetlice çalkalayın. Organik fazı 1 gr. susuz sodyum sülfat içeren bir test tübüne akıtın ve 20 dakika içinde 600 nm.de trikloretilene karşı ölçüm yapın.

B8 10 Talyum miktarı tayini – 1. yöntem

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Parlak yeşil (0,1 gr. 100 ml. suda çözünmüş moru)
 - 2) %6 lık hidrobromik asit
 - 3) Brom suyu
 - 4) Sodyum sülfat, susuz
 - 5) HCl
 - 6) İzoamil asetat

Yöntem :

2 ml. altın banyosunu pipetle bir behere koyun, HCl ile nötralize edin (gaz çıkar), 50 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. hidrobromik asit ve 10 ml. brom suyu ilave edin. Fazla bromu çıkarmak için kaynatın, çözeltiyi soğutup ayırma hunisine nakledin. Ayıraç çözeltisinden 1 ml. ekleyip, 1 dakika boyunca 10 ml. izoamil asetat ile çalkalayın. Organik fazı 1 gr. susuz sodyum sülfat içeren bir test tübüne akıtın ve 632 nm.de izoamil asetata karşı ölçüm yapın.

B8 11 Talyum miktarı tayini – 2. yöntem

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (0,01 gr. kristal mor –hekza metil pararosanilin– 100 ml. suda çözülür)
 - 2) %6 lık hidrobromik asit
 - 3) Brom suyu
 - 4) İzoamil asetat

Yöntem :

2 ml. altın banyosunu pipetle bir behere koyun, HCl ile nötralle edin (gaz çıkar), 50 ml. saf su ile seyreltin, 5 ml. hidrobromik asit ve 6 ml. brom suyu ilave edip, fazla bromu çıkarmak için kaynatın. Çözeltiyi soğutup ayırma hunisine nakledin, 0,5 ml. ayıraç çözeltisi ekleyin ve 1 dakika boyunca 10 ml. izoamil asetat ile çalkalayın. Organik fazı 1 gr. susuz sodyum sülfat içeren bir test tübüne akıtın ve 595 nm.de izoamil asetata karşı ölçüm yapın.

Demir Kaplama Çözeltileri

B9 1 Manganez miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik nitrik asit
- 2) %10 luk sodyum hidroksit
- 3) Gümüş nitrat çözeltisi
- 4) %40 lık amonyum persülfat çözeltisi

Yöntem :

Demir kaplama çözeltisinden pipetle 5 ml. alıp 100 ml.lik balon jojeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 5 ml.sini alıp sırasıyla

1 ml. nitrik asit
4 ml. gümüş nitrat
1 ml. amonyum persülfat çözeltisi

ilave edin. Kaynama noktasına kadar ısıtıp, kaynar kaynamaz oda sıcaklığına soğutun. 25 ml.lik balon jojeye dökün ve işarete kadar saf su doldurun. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ile, aynı kimyasallar ve aynı yöntemle hazırlayın. 525 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{525} \times 625 = \dots$ [mg/lt] Mn

2

B9 2 Amonyak miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 2) Aseton
 - 3) Sodyum fenolat çözeltisi (12,5 gr. fenol 26 ml. 5 N NaOH' ta çözülür ve 100 ml.ye seyreltilir)
 - 4) Sodyum hipoklorit (10 gr/lt Cl)

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyup işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini 50 ml.lik balon jöjeye nakledin ve sırasıyla ve her ekleden sonra iyice çalkalayarak

1 ml. EDTA çözeltisi
0,3 ml. aseton
10 ml. fenolat çözeltisi
5 ml. NaOCl çözeltisi

ilave edin. 50 ml.ye tamamlayıp 30 dakika bekletin ve 630 nm.de suya karşı ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{630} \times 145 = \dots$ [mg/lt] NH_3

Kurşun ve Kalay-Kurşun Kaplama Çözeltileri

B10 1 Kurşun miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. kloroformda çözülmüş 0,2 gr. dietil amonyum- dietil ditiokarbaninat)
 - 2) %25 lik di-amonyum hidrojen sitrat
 - 3) Hidroklorik asit

Yöntem :

Kurşun veya kalay-kurşun kaplama çözeltisinden pipetle 5 ml. alıp 250 ml.lik balon jöjeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 30 ml.sini alıp, buna 10 ml. amonyum sitrat çözeltisi ve 5 ml. hidroklorik asit ekleyin. Ayırma hunisinde 10 ml. ayıraç çözeltisiyle birlikte 2 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın. Organik faz ayrıştığında kuru bir filtreden süzün ve 440 nm.de ayıraç çözeltisine karşı ölçüm yapın.

Nikel Kaplama Çözeltileri

B11 1 Kromat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %20 lik sülfürik asit
2) Asetonda %1 lik difenil karbazit

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden pipetle 5 ml. alıp 100 ml.lik balon jojeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alıp sırasıyla

0,2 ml. sülfürik asit
0,4 ml. difenil karbazit çözeltisi

ilave edin. Absorbansı 545 nm.de ölçün. Referans çözeltisini sadece difenil karbazit yerine 0,4 ml. saf su kullanarak yukarıdaki gibi hazırlayın.

B11 2 Üç değerlikli krom miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %20 lik kostik soda
2) Doymuş brom suyu
3) %20 lik sülfürik asit
4) Asetonda %1 lik difenil karbazit

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyup 20 ml. saf su ile seyreltin ve %20 lik kostik soda ile nötrleştirin. Nötr olur olmaz kostik eklemeyi kesin. 5 ml. doymuş brom suyu ve 1 ml. kostik soda ilave edin ve bromun fazlası dağılana kadar kısa süre kaynatın. Soğutun ve pH 4 olana kadar %20 lik sülfürik asit ekleyin, kısa süre kaynatın ve çizgiye kadar saf su doldurun. Kromat miktarı tayininde olduğu gibi devam edin.

Hesaplama : $E_{630} \times 145 = \dots$ [mg/lt] NH₃

3-4

B11 3 Koumarin miktarı tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) Kostik soda
2) Diazotize sülfanilik asit (%1 lik sülfanilik asit, 10-12 °C' de eşit hacimde %4,5 luk sodyum nitritle karıştırılır.) Bu çözeltiye eşit hacimde %10 luk sodyum karbonat ilave edilir.

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyup, kostik sodayla pH 12' ye nötrleştirin. Soğuduktan sonra 30 ml. diazotize sülfanilik asit ekleyin ve çok kuvvetlice çalkalayın. İşarete kadar saf su doldurun ve mavi bant filtre kağıdından süzün. 604 nm.de ölçüm yapın.

Referans çözeltisini 30 ml. diazotize sülfanilik asidi pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyup işaretli yere kadar saf su doldurarak hazırlayın.

Hesaplama : Kalibrasyon eğrisini kullanarak tayin edin.

B11 4 Amonyak miktarı tayini – 1. Yol²

Eklenen kimyasallar : 1) 0,1 M EDTA
2) Aseton
3) Sodyum fenolat çözeltisi (12,5 gr. fenol 26 ml. 5 N kostik sodada çözülüp, saf suyla 100 ml.ye tamamlanır). Her zaman yeni hazırlayıp kullanın.
4) NaOCl çözeltisi (10 gr/lt. Cl). %10-14 lük kireç klorürü kullanın.

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 150 ml.lik balon jöjeye koyup, işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini 50 ml.lik balon jöjeye nakledin ve her eklemede iyice çalkalayarak, sırayla aşağıdaki ayıraçları ekleyin:

¹ Wild : Korose a Ochrana materialu (1964), 4, s.86

² Wild : Galvanotechnik 54 (1963) 10, s.562

1 ml. EDTA çözeltisi
0,3 ml. aseton
10 ml. fenolat çözeltisi
5 ml. NaOCl çözeltisi

Saf su ile 50 ml.ye tamamlayın ve 30 dakika bekletin. 630 nm.de ölçün.

Referans çözeltisini sodyum fenolat çözeltisini atlayarak yukarıdaki şekilde hazırlayın.

Not :

Bu yöntem çözeltide piridin bileşiği (parlatıcı) mevcut ise kullanılır.

B11 5 Amonyak miktarı tayini – 2. Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Roşel tuzu çözeltisi (200 ml. suda 100 gr. + 10 ml. Nessler ayıracı. Kullanmadan önce çökelmesini bekleyin.
 - 2) Nessler ayıracı (10 gr. HgI₂ , 5 gr. Ki , 20 gr. NaOH suda çözülür, bir gece bekletilir ve frit camdan filtre edilir.

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini bir behere nakledin ve sırayla

1 ml. Roşel (senyet) tuzu çözeltisi
0,5 ml. Nessler ayıracı

ekleyin. 1 dakika bekleyin ve filtre edin. 395 nm.de damıtılmış ve ekleme yapılmamış nikel kaplama çözeltisine karşı ölçüm yapın.

Not :

Eğer elde edilen değer E_x ise (m_x değeri azalır), $E_x / 14,33$ ($m_x / 14,33$) bölümü ölçülmüş olan analiz değerinden çıkarılmalıdır.

6-7

B11 6 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 2) Suyla 1:1 seyreltilmiş piridin
 - 3) %10 luk amonyum tiyosiyanat
 - 4) p.a. kloroform

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle bir damlatma hunisine koyun ve sırayla

- 50 ml. su
- 5 ml. sülfosalisilik asit
- 5 ml. piridin
- 5 ml. amonyum tiyosiyanat

ilave edin. 25 ml. kloroformla 5-10 dakika çalkalayın, kloroform fazının ayrışmasını bekleyin ve sıkıca kapatılabilen tıpalı bir kaba kuru bir filtreden süzün. Referans çözeltisini hazırlamak için amonyum tiyosiyanatı atlayarak, yukarıdaki kimyasalları aynı yöntemle 100 ml. nikel kaplama çözeltisine ilave edin. Sıkıca kapalı kaplarda, 405 nm.de ölçüm yapın.

B11 7 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %5 lik EDTA çözeltisi
 - 2) %20 lik amonyak
 - 3) %20 lik amonyum klorür
 - 4) %1 lik sodyum dietil ditiokarbaminat
 - 5) p.a. kloroform

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 200 ml.lik bir damlatma hunisine koyun, 50 ml. suyla seyreltin ve sırasıyla

- 5 ml. EDTA çözeltisi
- 4 ml. amonyak
- 1 ml. amonyum klorür çözeltisi

ilave edin. 10 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın ve çözücüyü çekin. 1 ml. sodyum ditiokarbaminat ve 25 ml. daha kloroform ekleyip 10 dakika çalkalayın. Kloroformun ayrışmasını bekleyin ve sıkıca kapatılabilen tıpalı bir kaba küçük, kuru bir filtreden süzün.

Referans çözeltisini de yukarıdaki yöntemle, yalnız sodyum dietil ditiokarbaminatı atlayarak hazırlayın. Sıkıca kapalı kaplarda, 440 nm.de ölçüm yapın.

B11 8 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk Roşel tuzu çözeltisi
 - 2) %20 lik potasyum bikarbonat çözeltisi
 - 3) Kloroformda ditizon (15 mg. ditizon 1000 ml. kloroformda çözülür.)
 - 4) 20 gr. sodyum klorür + 10 ml. %24 lük hidrazin hidrat , 70 ml. 1 N HCl' de çözülür.

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle ayırma hunisine koyun, 50 ml. suyla seyreltin ve 4 no.lu ayıraçtan 5 ml. kullanarak asitleştirin. Kırmızı renk kaybolup yeşilimsi mor ton kalana kadar, her defasında 20 ml. olmak üzere ditizon ekleyin ve 5 dakika çalkalayın. Son ditizon eklemesi bitince sulu faza

- 5 ml. Roşel tuzu çözeltisi
- 9 ml. potasyum karbonat çözeltisi
- 20 ml. ditizon çözeltisi

ilave edin. 5 dakika çalkalayıp kloroformun ayrışmasını bekleyin ve sıkıca kapatılabilen tıpalı bir kaba küçük, kuru bir filtreden süzün.

Referans çözeltisi için, 50 ml. saf suya aynı miktarlarda ayıraç çözeltileri ekleyip aynı işlemleri tekrar edin. Kloroform fazını referans çözeltisi olarak kullanın. 530 nm.de ölçün.

9-10

B11 9 Toplam demirin miktarı tayini (İki veya üç değerli)

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tampon çözeltisi pH 2 (44,6 gr. glikokol, 34,8 gr. sodyum klorür ve 1,95 gr. hidroksil amonyum klorür suda çözülür, 385 ml. hidroklorik asit eklenir, saf su ile 1000 ml.ye seyreltilir.)
 - 2) Metanolde %0,5 lik batofenantrolin çözeltisi
 - 3) P.a. kloroform

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle ayırma hunisine koyun, 50 ml. suyla seyreltin, 50 ml. tampon çözeltisi ve 1 ml. batofenantrolin ilave edin. 30 dakika bekletin, ardından tam olarak 25 ml. kloroformla 5 dakika karıştırın. Kloroform özütünü sıkıca kapatılabilen tıpalı bir kaba kuru bir filtreden süzün, 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla yukarıdaki gibi hazırlanmış referans çözeltisine karşı 540 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{540} \times 6,96 = \dots$ [mg/lt] Fe

B11 10 Anyon-aktif yüzey etkin maddelerin miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Metilen mavisi çözeltisi (0,35 gr. metilen mavisi DAB⁶ 500 ml. suda çözülür, 6,5 ml. sülfürik asiteklenip 1000 ml.ye seyreltilir.
 - 2) Kloroform DAB⁶

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 1000 ml.lik balon jøjeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. 5 ml.sini ayırma hunisine nakledin, 100 ml. saf su ile seyreltin, 20 ml. metilen mavisi çözeltisi ekleyin ve kuvvetlice çalkalayın. Ardından 20 ml. kloroform ilave edip kuvvetlice çalkalayın ve kloroform fazı ayrıştığında kuru bir filtre kağıdından 100 ml.lik balon jöjenin içine süzün. Bu işlemi kloroform fazı mavi rengini kaybedene kadar tekrarlayın.

Daha sonra kabı işaretli yerine kadar kloroformla doldurun ve ağzı sıkıca kapalı bir kaptaki, 100 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 653 nm.de ölçün.

B11 11 Nitrat içeriği miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N kostik soda
 - 2) Bakır sülfat çözeltisi (20 mg. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 100 ml.de çözülmüş)
 - 3) Hidrazin sülfat çözeltisi
 - 4) N_2O_3 ayırıcı [(100 ml. suda 1 gr. p-sülfanilik asit ve 50 gr. sodyum asetat), (95 ml. suda 0,1 N a-naftilamin + 5 ml. aseton çözeltisi) ile birlikte]
 - 5) Saf derişik asetik asit (asetik asit buzu)

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini 30 ml. su ile seyreltin ve kuvvetli asit katyon deęiştiricisinden geçirin. Ayrılmış çözeltiyi 500 ml.lik balon jøjeye nakledin, yaklaşık pH 7' ye kadar nötrale edin ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini 50 ml.lik bir balon jøjeye alın, 50 °C' deki su banyosuna yerleştirin ve birkaç dakika geçtikten sonra sırayla

- 1 ml. kostik soda
- 1 ml. bakır sülfat çözeltisi
- 1 ml. hidrazin sülfat çözeltisi

ilave edin. Balonun kapaęını kapayın ve 15 dakika daha su banyosunda bırakın. Balonu soęuk suya yerleştirin ve

- 1 ml. N_2O_3 ayırıcı
- 10 ml. asetik asit buzu

ekleyin. 15 dakika daha bekletin, 50 ml. saf su ekleyip, 25 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla yukarıdaki şekilde hazırladığınız referans çözeltisine karşı 530 nm.de ölçün. 0,02-0,8 mg/lt yoğunluęundaki N_2O_3 ' ün doğrudan tayin edilmesi mümkündür fakat, daha yüksek ise önce seyreltilmelidir.

Hesaplama : $E_{530} \times 441 = \dots$ [mg/lt] N_2O_3

12-13

B11 12 Kobalt miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk amonyak
 - 2) 100 mg. B-nitrozo-alfa-naftol ve 3 ml. 1 N NaOH' ın 100 ml.ye tamamlanmasıyla hazırlanan çözelti
 - 3) %25 lik p.a. hidroklorik asit
 - 4) p.a. etil eter

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine nakledin ve sırasıyla

- 1 ml. amonyak
- 1 ml. ayıraç çözeltisi
- 2 ml. hidroklorik asit

ilave edin. Fazla eklenmiş ayırıcı 25 ml. eterle 2 dakika çalkalayarak ayırın ve eter fazı ayrıldığında, sulu fazı 365 nm.de ölçün.

Referans çözeltisini hazırlamak için 2 no.lu ayırıcı atlayarak aynı yöntemi uygulayın.

Hesaplama : $E_{365} \times 17,5 = \dots$ [mg/lt] Co

B11 13 Piridin ve türevlerinin miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk potasyum siyanür çözeltisi
 - 2) Kloramin, %5 lik sulu çözelti
 - 3) %5 lik barbiturik asit
 - 4) Tampon çözeltisi (24,5 gr. disodyum hidrojen fosfat ve 75,4 gr. potasyum hidrojen fosfat 1000 ml.ye seyreltilir.)

Yöntem :

50 ml.lik balon jojeye, verilen sırayla, 5 ml. tampon çözeltisi, 3 ml. potasyum siyanür ve 8 ml. kloramin T çözeltisi koyun (gaz çıkar) ve iyice karıştırın. 1 ml. nikel kaplama çözeltisi ilave edin, tekrar çalkalayın ve 10 dakika bekletin. Ardından çalkalamaya devam ederek, 8 ml. barbiturik asit koyun, işaretli yere kadar saf su ilave edin ve tekrar kuvvetlice çalkalayın.

40-60 dakika sonra 578 nm.de fotometrik tanımlama işlemini uygulayın.

Referans çözeltisini hazırlarken, barbiturik asidi atlayıp aynı işlemleri uygulayın.

Not :

Piridin derişimi düşük olduğunda ölçüm amil alkol özütü içinde yapılmalıdır.

Paladyum Kaplama Çözeltileri

B12 1 Paladyum miktarı tayini – 1.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 100 ml. suda çözülmüş 0,2 gr. nitrozo-R-tuzu (2 hidroksin-1 nitrozo-naftalin disülfonik asit-(3-6)-disodyum tuzu)
 - 2) Asetik asit (170 ml. suyla seyreltilmiş 25 ml. asetik asit)

Yöntem :

Paladyum kaplama veya aktivasyon çözeltisinden pipetle 5 ml. alıp 100 ml.lik balon jojeye koyun ve işaretli yere kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 30 ml.sini 50 ml.lik balon jojeye nakledip 10 ml. asetik asit ve 2 ml. ayıraç çözeltisi ilave edin. Çözeltinin pH 2,0-2,6 arasında olmalıdır. Suyla doldurun, aynı miktar ve aynı ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 510 nm.de ölçün.

B12 2 Paladyum miktarı tayini¹ – 2.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1.19 hidroklorik asit
 - 2) Potasyum tiyosiyanat

Yöntem :

20 ml. paladyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 1 gr. potasyum tiyosiyanat ekleyin ve tamamen çözülene kadar karıştırın. 10 ml. hidroklorik asit ilave edin ve 10 dakika sonra 570 nm.de suya karşı ölçün.

Hesaplama : $E_{570} \times 2,525 = \dots$ [mg/lt] Pd

¹ Erdos, Hasko : Galvanotechnik 56 (1965) 12, s.726

3-4

B12 3 Paladyum miktarı tayini – 3.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. etanolde çözülmüş 0,1 gr. 2-nitrozo naftol-(1)
 - 2) %25 lik hidroklorik asit
 - 3) %3 lük EDTA çözeltisi
 - 4) %25 lik amonyak
 - 5) Toluen

Yöntem :

5 ml. paladyum kaplama veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine nakledin ve pH değerini hidroklorik asit kullanarak yaklaşık 2,5 e ayarlayın. Daha sonra 1 ml. EDTA çözeltisiyle 0,2 ml. ayıraç çözeltisi ilave edin ve 10 dakika bekletin. 1 ml. amonyak çözeltisi ve 20 ml. toluen ekleyip 2 dakika çalkalayın. Organik fazı süzün, filtreden geçirin ve 550 nm.de toluene karşı ölçün.

B12 4 Paladyum miktarı tayini – 4.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. suda çözülmüş 0,5 gr. bizmutiol-1-dipotasyum tuzu¹)
 - 2) Tampon çözeltisi, pH 6,5 (100 ml. çözeltide 25 gr. amonyum asetat, 10 gr. sodyum asetat ve 1 ml. asetik asit)
 - 3) Titriplex III (Merck) (100 ml. suda çözülmüş 5 gr. Titriplex)
 - 4) Mutlak etanol

Yöntem :

2 ml. paladyum banyosu veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 5 ml. tampon çözeltisi, 4 ml. Titriplex III çözeltisi, 5 ml. etanol ve 5 ml. ayıraç çözeltisiyle işleyin. İyice karıştırın ve 400 nm.de suya karşı ölçün.

NO₃, NO₂, Au ve Rh ile girişim yapar.

¹ 1,3,4-tiyadiazolditiyol-(2,5) dipotasyum tuzu

B12 5 Paladyum miktarı tayini – 5.Yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Nitrozo-R tuzu (100 ml. suda 0,3 gr.)
 - 2) %10 luk asetik asit

Yöntem :

2 ml. paladyum banyosu veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. asetik asit ve 5 ml. ayıraç çözeltisi ilave edin. Çözelti pH 2,0-2,6 olmalıdır. Çözeltiyi işaretli yere kadar tamamlayıp, aynı miktarda ayıraç içeren saf su çözeltisine karşı 310 nm.de ölçüm yapın.

Ag, cu, Fe, Hg, Ni, Sb, Sn, Zn ile girişim yapar.

B12 6 Nitrit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (1 gr. p-sülfürik asit ve suda çözünmüş 50 gr. sodyum asetata 0,1 gr. alfa naftilamin eklenir, 5 ml. aseton ve 95 ml. suda çözülür, 200 ml.ye tamamlanır.)
 - 2) p.a. asetik asit

Yöntem :

5 ml. paladyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, çizgiye kadar su ilave edin. Bu çözeltinin 20 ml.sini bir kaba nakledin ve sırayla

1 ml. ayıraç çözeltisi
5 ml. asetik asit

ekleyin. 15 dakika bekletin ve 530 nm.de ölçün. Referans çözeltisini aynı ayıraçlarla ve aynı yöntemle hazırlayın.

Hesaplama : $E_{530} \times 23,4 = \dots$ [mg/lt] N_2O_3

7-8

B12 7 Amonyak miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M EDTA çözeltisi
 - 2) Sodyum fenolat çözeltisi (26 ml. 5 N kostik sodada çözülüp, suyla 100 ml.ye seyreltilmiş 12,5 gr. fenol)
 - 3) NaOCl çözeltisi (10 gr/lt. Cl)
 - 4) Aseton

Yöntem :

5 ml. paladyum kaplama çözeltisi veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar su ilave edin. Bu çözeltinin 20 ml.sini 50 ml.lik balon jojeye nakledin ve her ekleden sonra iyice çalkalamak suretiyle, sırasıyla

1 ml. EDTA çözeltisi
0,3 ml. aseton
10 ml. fenolat çözeltisi
5 ml. NaOCl çözeltisi

ekleyin. Çizgiye kadar saf su doldurun, 30 dakika çökmesini bekledikten sonra, 20 ml. su ve yukarıdaki miktarlarda ayıraçlarla aynı şekilde hazırladığınız referans çözeltisine karşı 630 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{630} \times 145 = \dots$ [mg/lt] NH₃

B12 8 Krom(VI) miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfürik asit
 - 2) Asetonda %1 lik difenil karbazit çözeltisi

Yöntem :

5 ml. paladyum kaplama çözeltisi veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar su ilave edin. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın ve sırasıyla

0,2 ml. sülfürik asit
0,4 ml. difenil karbazit

ekleyin. 545 nm.de ölçün. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ile yukarıdaki ayıraçlarla aynı şekilde hazırlayın.

Hesaplama : $Cr(VI)$ yoğunluğu = $E_{545} \times 29,4$ [mg/lt]

B12 9 Toplam krom miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik kostik soda
 - 2) Doymuş brom suyu
 - 3) %20 lik sülfürik asit
 - 4) Asetonda %1 lik difenil karbazit

Yöntem :

5 ml. paladyum kaplama çözeltisi veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, kostik sodayla nötrale edin, 5 ml. brom suyu ve 1 ml. kostik soda ekleyip fazla brom gidene kadar kaynatın.

Gerekirse filtre edin, süzüntüyü 2 ml. sülfürik asitle asitleştirin ve saf suyla 100 ml.ye tamamlayın. Bu çözeltinin 20 ml.sini alıp B12 6 daki gibi devam edin.

Gümüş Kaplama Çözeltileri

B 1 Bakır miktarı tayini (Tetra amin yöntemi)¹

Eklenen kimyasallar : 1) %25 lik amonyak
2) Derişik HNO₃

Yöntem :

10 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle behere koyup 10 ml. nitrik asit ekleyin ve gaz çıkışı olurken, beyaz dumanlar oluşana kadar kaynatın. soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jøjeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alıp 12 ml. amonyak ekleyin. 630 nm.de ölçün.

Referans çözeltisi için 20 ml. saf suya aynı ayıraç ilavelerini yapın.

Hesaplama : $E_{630} \times 305,1 = \dots$ [mg/lt] Pd

B 2 Bakır miktarı tayini (Piridin tiyosiyanat yöntemi)

Eklenen kimyasallar : 1) %10 luk sülfürik asit
2) %20 lik sülfosalisilik asit
3) Suyla 1:1 seyreltilmiş piridin
4) %10 luk amonyum tiyosiyanat çözeltisi
5) Analitik saflıkta kloroform
6) 1 N sülfürik asit

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, stuttgart (1967)

2-3

Yöntem :

10 ml. gümüş kaplama çözeltisine pH 6 elde edene kadar %10 luk sülfürik asit ilave edin. Beyaz gaz oluşana kadar kaynatın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Karışımın 20 ml.sini ayırma hunisine alın ve

1 ml. 1 N sülfürik asit
5 ml. sülfosalisilik asit
5 ml. piridin
5 ml. amonyum tiyosiyanat çözeltisi

ekleyin. 25 ml. kloroformla 5-10 dakika çalkalayın, kloroform fazını bir filtre kağıdından sıkıca kapatılabilen bir kaba süzün. 405 nm.de ölçün. Referans çözeltisini hazırlamak için 50 ml. saf suya aynı yöntemle yukarıdaki ayıraç ilavelerini yapın.

Hesaplama : $E_{405} \times 411 = \dots$ [mg/lt] Cu

B 3 Bakır miktarı tayini (Okzalil dihidrazit yöntemi)

Eklenen kimyasallar : 1) %10 luk potasyum tartarat
2) Okzalil dihidrazit çözeltisi (100 ml. etanolle karıştırılmış 30 ml. okzalik asit dietil ester)

Bir kaba, kabı sallamaya devam ederek, yavaşça %24 lük hidrazin hidroksit koyun. Meydana gelen beyaz kristal çökeltisi sudan geçirilerek yeniden kristalleştirilebilir.

Ayıraç çözeltisi hazırlamak için, 4 ml. doymuş sulu okzalil dihidrazit çözeltisi, 6 ml. analitik saflıkta amonyak çözeltisi ve 10 ml. sulu asitaldehit çözeltisi kullanılır.

Yöntem :

Hemen hemen nötr hale getirilmiş 20 ml. gümüş kaplama çözeltisine (5 ml. gümüş kaplama çözeltisi HNO ile nötralize edilir ve 100 ml.ye seyreltilir), 5 ml. potasyum sodyum tartarat çözeltisi ile 20 ml. soğutulmuş oksalil hidrazin ayıracı ekleyin ve suyla 50 ml.ye tamamlayın. 30 dakika bekleyin ve 540 nm.de suya karşı ölçün.

B 4 Dimetilgliksim kullanarak nikel miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik sülfürik asit
 - 2) Derişik nitrik asit
 - 3) %10 luk sitrik asit
 - 4) %10 luk amonyak
 - 5) Alkolde %1 lik dimetil gliksim
 - 6) Kloroform

Yöntem :

10 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun ve gaz çıkışı olurken 5 ml. nitrik asit ile 5 ml. sülfürik asit ilave edin. Beyaz gaz oluşana kadar ısıtın. Bu işlemi iki kez tekrarlayın. Soğuduktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Karışımın 25 ml.sini bir ayırma hunisine alın ve sırasıyla

- 2 ml. sitrik asit
- 3 ml. amonyak
- 1 ml. dimetil gliksim

ekleyin. 25 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın, kloroform ekstresini kuru bir filtre kağıdından süzüp, kapağı sıkıca kapatılabilen bir kapta biriktirin. Hemen 370 nm.de ölçün. Referans çözeltisi 50 ml. suya yukarıdaki kimyasal ilaveleri aynı şekilde yapılarak hazırlanır.

Hesaplama : $E_{370} \times 165,6 = \dots$ [mg/lt] Cu

B 5 Nikelin miktarı tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Etanolde %1 lik rubeanik asit
 - 2) Tampon çözeltisi (15 gr. H₃BO₃ + 20 gr. KCl 400 ml. suda çözülür, %4 lük potasyum hidroksit ile pH 9' a ayarlanır ve 500 ml.ye seyreltilir)
 - 3) %1 lik Arap zankı çözeltisi
 - 4) Derişik sülfürik asit

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart (1967)

² Fries : Spurenanalyse, E. Merck, Darmstadt, s.104

5-6

Yöntem :

10 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle bir behere alın, 5 ml. derişik sülfürik asit ekleyin ve beyaz gaz oluşana kadar ısıtın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jøjeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini 20 ml.lik balon jøjeye alın, 5 ml. tampon çözeltisi, 1 ml. arap zamkı çözeltisi ve 1 ml. rubeanik asit ilave edin. Çizgiye kadar saf su doldurun.640 nm.de ölçüm yapın.

B 6 Antimon miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik HCl
 - 2) Sülfürik asit (40 ml. derişik H₂SO₄ 100 ml.ye tamamlanır)
 - 3) %10 luk tiyokarbamin çözeltisi
 - 4) %10 luk potasyum iyodür çözeltisi

Yöntem :

25 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle bir behere alın, 25 ml. hidroklorik asit ekleyip kaynatın. (Bu esnada gaz çıkışı olur.) Çözeltide fazladan hidroklorik asit bulunmaktadır. Çözeltiyi ve tortuyu 250 ml.lik balon jøjeye nakledin, çizgisine kadar saf su doldurun ve iyice çalkalayın. Tortu çökeldiği zaman bir filtre kağıdından süzün ve süzüntünün 10 ml.sini pipete alarak sırasıyla

10 ml. %40 lık sülfürik asit
2,5 ml. tiyokarbamin çözeltisi
5 ml. potasyum iyodür çözeltisi

ilave edin. Meydana gelen sarı renkli çözeltiyi, 10 ml. saf su ile yukarıdaki yöntemi izleyerek hazırlanmış referans çözeltisine karşı 365 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{365} \times 241 = \dots$ [mg/lt] Sb

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart (1967)

B 7 Nitrat iyonu miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Katyon deęiřtirici
 - 2) 1 N kostik soda
 - 3) Sülfürik asit
 - 4) Hidrazin sülfat çözeltisi (1000 ml.de 1,2 gr. N₂H₄.H₂SO₄)
 - 5) Bakır sülfat çözeltisi (1000 ml.de çözünmüş 20 mg. CuSO₄.5H₂O)
 - 6) N₂O₃ ayıracı: (100 gr. suda 1 gr. p-sülfanilik asit ve 50 gr. sodyum asetat + 95 ml. suda 0,1 gr. naftalinamin + 5 ml. asetik asit buzu)
 - 7) Asetik asit buzu

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini sülfürik asitle yenilenmiş katyon deęiřtiriciden geçirin, elutriatı (yıkılarak ayrılmış çözeltiyi) 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini tıpalı bir balon jojeye alın ve sırayla

- 5 ml. kostik soda
- 1 ml. bakır sülfat çözeltisi
- 1 ml. hidrazin sülfat çözeltisi

ilave edin. Tıpayı kapatın ve 60 °C su banyosunda 15 dakika bırakın. Ardından soęuk suya tutun ve

- 1 ml. N₂O₃ ayıracı
- 10 ml. asetik asit buzu

ekleyin. 15 dakika bekletin, saf su ile 50 ml.ye tamamlayıp, 25 ml. saf suyla yine yukarıdaki yöntemle hazırlamış olduęunuz referans çözeltisine karşı 530 nm.de ölçüm yapın.

Hesaplama : $E_{530} \times 85,5 = \dots$ [mg/lt] N₂O₃

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart (1967)

Asitli Kalay Kaplama Çözeltileri

B14 1 Demir miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %80 lik tiyoglikolik asit
2) Derişik amonyak

Yöntem :

10 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jöjeye alın, biraz suyla seyreltin, amonyakla pH 5' e nötraleze edin ve çizgiye kadar saf su doldurun. 100 ml.sini bir behere nakledin, 2 ml. tiyoglikolik asit ekleyip, 90 °C su banyosunda 30 dakika boyunca ısıtın. Oda sıcaklığına soğutun, 4 ml. amonyak ekleyin ve gerekiyorsa filtre edin. 530 nm.de suya karşı ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 757 = \dots$ [mg/lt] Fe

B14 2 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %10 luk EDTA çözeltisi
2) Derişik amonyak
3) %20 lik amonyum klorür çözeltisi
4) %1 lik sodyum dietil karbamat çözeltisi
5) Kloroform

Yöntem :

2 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle ayırma hunisine alın, 100 ml. saf suyla seyreltin ve sırasıyla

5 ml. EDTA çözeltisi
5 ml. amonyak
1 ml. amonyum klorür

ilave edin. 10 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın ve çözücüyü çekin. 1 ml. sodyum dietil ditiokarbaminat ayıracı ve 25 ml. kloroform ilave edin ve 10 dakika çalkalayın. Kloroform fazı ayrıştığında kuru bir filtreden süzün. Referans çözeltisini 100 ml. su ile aynı yöntemle hazırlayın. 440 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{440} \times 63,5 = \dots$ [mg/lt] Cu

Alkali Kalay Kaplama Çözeltileri

B15 1 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik nitrik asit
2) Derişik amonyak

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle behere alın, 5 ml. derişik nitrik asit ekleyip kısa süre kaynatın. Soğutup 20 ml. saf suyla seyrelttikten sonra filtre kağıdından 100 ml.lik balon jojeye süzün. Filtre kağıdını saf suyla iyice yıkayın ve balonu çizgisine kadar saf suyla doldurun. Bu çözeltiden 20 ml. alın ve 12 ml. derişik amonyak ilave edin. Aynı kimyasallar eklenmiş saf suya karşı 630 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{630} \times 30,51 = \dots$ [mg/lt] Cu

B15 2 Kurşun miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Ditizon çözeltisi (1 lt. karbon tetraklorürde çözülmüş 0,02 gr. ditizon)
2) Amonyak çözeltisi (Suyla 500 ml.ye seyreltilmiş 250 ml. NH₃)
3) Derişik nitrik asit
4) %10 luk potasyum siyanür çözeltisi
5) %10 luk hidroksil amonyum klorür çözeltisi
6) %10 luk potasyum sodyum tartarat

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle behere alın, 5 ml. nitrik asit ekleyip kısa süre kaynatın. Soğutup 20 ml. saf suyla seyrelttikten sonra filtre kağıdından süzün. Filtratı ve yıkananları 100 ml.lik balon jojeye nakledin, pH' ı amonyakla 7-8 yapın ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltiden 20 ml.yi ayırma hunisine alın ve sırasıyla

2-3

2 ml. potasyum siyanür çözeltisi
1 ml. hidroksil amonyum klorür çözeltisi
2 ml. potasyum sodyum tartarat çözeltisi
25 ml. ditizon

ilave edin. 1 dakika kadar kuvvetlice çalkalayın ve organik fazı kuru bir filtreden süzün. 515 nm.de karbon tetraklorüre karşı ölçün.

Hesaplama : $E_{515} \times 91,2 = \dots$ [mg/lt] Pb

B15 3 Nitrat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. suda 1 gr. N-naftil-1 etilen diamonyum diklorür)
- 2) %25 lik amonyak
- 3) %1 lik mangan(II) sülfat çözeltisi
- 4) %1 lik sülfanilamid çözeltisi
- 5) p.a. çinko tozu
- 6) %25 lik hidroklorik asit

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye alın ve nitrik asitle pH 8' e nötralize edin. Çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın ve 2 ml. amonyak çözeltisi, 0,5 ml. mangan sülfat çözeltisi ve 1 ml. sülfanilamid çözeltisi ilave edin.

Ardından 0,3 gr. çinko tuzu ekleyin, balonu sık sık sallayarak, buzlu suda 30 dakika soğutun. Filtre ettiğiniz çözeltiyi daha sonra 1 ml. amonyak çözeltisi + 9 ml. su karışımıyla yıkayın. Filtratı ve yıkananları 50 ml.lik balon jöjeye nakledin, 5 ml. hidroklorik asit ve 1 ml. ayıraç çözeltisi ilave edip, saf su ile 50 ml.ye tamamlayın.

15 dakika sonra 543 nm.de suya karşı ölçün.

B15 4 Mevcut bakır içindeki çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk roşel tuzu çözeltisi
 - 2) %10 luk potasyum bikarbonat çözeltisi
 - 3) Kloroformda ditizon (15 mg. ditizon 1000 ml. kloroformda çözülür)
 - 4) 20 gr. NaCl + 10 ml. %24 lük hidrazin hidrat 70 ml. 1 N HCl' de çözülür, 100 ml.ye seyreltilir)
 - 5) 1:1 HCl

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye alın ve 1:1 HCl ile pH 7-8' e nötralize edin. Çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine alın, 4 no.lu ayıraçtan 5 ml. ekleyip, çalkaladıktan sonra kırmızı renk kalmayıp, yeşilimsi mor olana kadar 20 ml. ditizondan ilave edin. Ditizon eklendikten sonra organik faza

5 ml. roşel tuzu çözeltisi
10 ml. potasyum bikarbonat çözeltisi
20 ml. ditizon çözeltisi

ilave edin. 5 dakika boyunca kuvvetlice çalkalayın. Kloroformun ayrışmasını bekleyin ve kuru bir filtre kağıdından süzün. 50 ml. saf su ile yukarıdaki ayıraçlarla aynı yöntemle hazırlanmış referans çözeltisine karşı 530 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 18,2 = \dots$ [mg/lt] Zn

Su Analizi (Atıksu ve su sirkülasyon sistemleri için)

(a) Atıksu analizi ¹

B16 1 Krom(VI) miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %20 lik sülfürik asit
2) Asetonda %1 lik difenil karbazit

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle behere koyun ve sırasıyla

0,2 ml. sülfürik asit

0,4 ml. difenil karbazit

ekleyin. 20 ml. saf su ile yukarıdaki yöntemle referans çözeltisi hazırlayın.
545 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{545} \times 1,47 = \dots$ [mg/lt] Cr(VI)

B16 2 Nitrat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 N kostik soda
2) Bakır sülfat çözeltisi (1 lt. suda çözülmüş 0,02 gr. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)
3) Hidrazin sülfat çözeltisi (1 lt. suda çözülmüş 1,2 gr. $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$)
4) N_2SO_3 ayırıcı (100 ml. suda 1 gr. sülfanilik asit ve 50 gr. sodyum asetat + 95 ml. suda 0,1 gr. a-naftanilamin + 5 ml. asetik asit buzunu)
5) Asetik asit buzunu

¹ Zimmermann : Photometrische Metall- und Wasseranalysen
Wissenschaftliche Verlagsgesellschaft, Stuttgart (1967)

2-3

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle 50 ml.lik balon jøjeye koyun, 50 °C' deki su banyosuna yerleřtirin ve birkaç dakika geçtikten sonra sırasıyla

- 1 ml. kostik soda
- 1 ml. bakır sülfat çözeltisi
- 1 ml. hidrazin sülfat çözeltisi

ilave edin. Balonun kapađını kapatın ve su banyosunda 15 dakika bırakın. Balonu sođuk suya yerleřtirin ve

- 1 ml. N₂O₃ ayıracı
- 10 ml. asetik asit buzu

ekleyin. 15 dakika daha bekleyin, saf su ile doldurun ve aynı miktarlarda ayıraçlarla, aynı yöntemle hazırlanmış referans çözeltisine karşı 530 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 4,275 = \dots$ [mg/lt] N₂O₅

B16 3 Nitrit miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (1 gr. sülfanilik asit ve 50 gr. sodyum asetatı suda çözün, 5 ml. asetik asitte çözülmüş 0,1 gr. alfanaftilamin ekleyip 200 ml.ye seyreltin)
 - 2) Asetik asit buzu

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

- 1 ml. ayıraç çözeltisi
- 5 ml. asetik asit

ilave edin. Referans çözeltisini 20 ml. su ve aynı miktarlarda kimyasallarla hazırlayın. 15 dakika bekleyin ve 530 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 1,17 = \dots$ [mg/lt] N₂O₃

B16 4 Fosfat miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sitrik asit-metol-pirosülfid çözeltisi
(2 gr. sitrik asit, 2 gr. metol ve 10 gr. sodyum pirosülfidi 100 ml.ye seyreltin)
 - 2) Amonyum molibdat çözeltisi (50 ml. derişik sülfürik asiti 900 ml. suyla seyreltin, 50 gr. amonyum molibdat ilave edip 1000 ml.ye tamamlayın)

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

Ayıraç 1' den 1 ml.

Ayıraç 2' den 1 ml.

ilave edin. 10 dakika sonra, 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 720 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{720} \times 19,6 = \dots$ [mg/lt] P_2O_5

B16 5 Siyanür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N fosforik asit
 - 2) Doymuş brom suyu
 - 3) Arsenit çözeltisi (100 ml. 1 N NaOH' ta çözülmüş 2 gr. As_2O_3)
 - 4) Amil alkol
 - 5) Benzidin-piridin ayıracı (25 ml. piridin + 0,1 gr. benzidin + 100 ml. suyla çözelti halinde 5 ml. HCl)

Yöntem :

50 ml. atıksuyu pipetle ayırma hunisine koyun ve sırasıyla

2 ml. fosforik asit

1 ml. brom suyu

1 ml. arsenit çözeltisi

25 ml. amil alkol

2 ml. benzidin-piridin ayıracı

ekleyin. 5 dakika çalkalayın, alkolik fazı ayırın ve kuru bir filtreden süzün. Referans çözeltisi için 50 ml. saf suyu, aynı yöntemi izleyerek aynı miktarlarda ayıraçları ve amil alkol çözeltisini kullanın. 480 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{480} \times 0,29 = \dots$ [mg/lt] CN

6-7

B16 6 Klorür miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 N fosforik asit
2) 1-toluidin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

1 ml. fosforik asit
0,5 ml. ayıraç çözeltisi

ilave edin. 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 440 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{440} \times 1,59 = \dots$ [mg/lt] Cl₂

B16 7 Nikel miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) %10 luk sitrik asit
2) %10 luk amonyak
3) Doymuş brom suyu
4) Alkolde %1 dimetil glioksim

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

2 ml. sitrik asit
2 ml. brom suyu
3 ml. amonyak
1 ml. dimetil glioksim

ekleyin. 20 ml. saf su ve aynı miktarlarda ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 440 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{440} \times 6,05 = \dots$ [mg/lt] Ni

B16 8 Bakır miktarı tayini (tetraamin yöntemi)

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik amonyum klorür çözeltisi
 - 2) %25 lik amonyak

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

2 ml. amonyum klorür çözeltisi
10 ml. amonyak

ekleyin. Referans çözeltisi için 20 ml. saf suya aynı eklemeleri yapın. 630 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{630} \times 1,502 = \dots$ [mg/l] Cu

B16 9 Bakır miktarı tayini (piridin tiyosiyanat yöntemi)

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N sülfürik asit
 - 2) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 3) 1:1 piridin
 - 4) %10 luk amonyum tiyosiyanat çözeltisi
 - 5) Kloroform

Yöntem :

20 ml. analiz örneğini 1 ml. 1 N sülfürik asitle nötrleştirin ve kaynayana kadar ısıtın. Eğer soğuduktan sonra herhangi bir renk belirtisi varsa, renk kaybolana kadar kloroformla çalkalayın. Bir damlama hunisine

1 ml. sülfürik asit (kullanılmışsa atlayın)
5 ml. sülfosalisilik asit
5 ml. piridin
5 ml. amonyum tiyosiyanat çözeltisi

koyun. 25 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın, kloroform fazının ayrışmasına izin verip küçük, kuru bir filtreden sıkıca kapanabilen bir kaba süzün. Referans çözeltisini hazırlamak için 20 ml. saf suya aynı kimyasal eklemelerini yapın. Kloroformu referans olarak kullanın. 405 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{405} \times 40,1 = \dots$ [mg/l] Cu

10-11

B16 10 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 2) %10 luk amonyum persülfat çözeltisi
 - 3) %25 lik amonyak + 5 gr. KCN, 100 ml.ye seyreltilmiş

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

- 2 ml. sülfosalisilik asit
- 1 ml. amonyum persülfat çözeltisi
- 2 ml. amonyak

ilave edin. 20 ml. saf suya aynı ilavelerle referans çözeltisini hazırlayın. 430 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{430} \times 1,285 = \dots$ [mg/lt] Fe

B16 11 Çinko miktarı tayini (bakır ve kurşunun olmaması durumunda)

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %10 luk roşel tuzu çözeltisi
 - 2) %20 lik potasyum bikarbonat çözeltisi
 - 3) Kloroformda ditizon (1000 ml. kloroformda 15 mg. ditizon)

Yöntem :

50 ml. atıksuyu pipetle ayırma hunisine koyun ve sırasıyla

- 2,5 ml. roşel tuzu çözeltisi
- 4,5 ml. bikarbonat çözeltisi
- 20 ml. ditizon çözeltisi

ilave edin. Kloroform fazının oturmasını bekleyin ve kuru bir filtreden sıkı kapaklı bir kaba süzün. Referans çözeltisini hazırlamak için 50 ml. suya aynı eklemeleri yapın. Çözeltiden ayrılmış olan kloroformu referans olarak kullanın. 530 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 0,34 = \dots$ [mg/lt] Zn

B16 12 Kurşun miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 5 mg/ml Pb içeren 1 N asetik asit
 - 2) %0,1 tiloz çözeltisi (metilselüloz çöz.)
 - 3) 100 gr. sodyum asetat içeren 0,01 N sodyum sülfid çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

- 1 ml. asetik asit
- 1 ml. tiloz çözeltisi
- 1 ml. sodyum sülfid

ekleyin. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ve aynı kimyasallarla hazırlayın. 380 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{380} \times 4,67 = \dots$ [mg/lt] Pb

B16 13 Alüminyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,2 N perklorik asit
 - 2) 1 N kostik soda
 - 3) Sodyum alizarin trisülfonat (25 mg., 12 ml. asetik asit eklenip 100 ml.ye seyreltilmiş)
 - 4) Aseton
 - 5) 1 N asetik asit

Yöntem :

20 ml. atıksuyu pipetle bir behere koyun ve sırasıyla

- 1 ml. perklorik asit
- 1 ml. kostik soda
- 2 ml. ayıraç çözeltisi
- 3 ml. aseton
- 1 ml. asetik asit

ekleyin. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ve aynı kimyasallarla hazırlayın. 495 nm.de ölçün.

14-15

*b) Su sirkülasyon sistemleri***B16 14** Bor miktarı tayini (H_3BO_3)

Eklenen kimyasallar :

- 1) 1,84 sülfürik asit
- 2) Ayıraç çözeltisi (100 ml. 1,84 H_2SO_4 ' te 50 gr. 1,1 diantrimid)

Yöntem :

5 ml. arıtılmış suyu pipetle 50 ml.lik balon jojeye koyun, 10 ml. ayıraç çözeltisi ekleyip, sıcaklık artışını gözönüne almadan sülfürik asitle 50 ml.ye tamamlayın. Aynı zamanda 5 ml. saf su ve aynı eklemelerle referans çözeltisini de hazırlayın. Çözeltileri 90 °C' ye ısıtılmış kurutma kabine koyun ve 3 saat bırakın. Musluğun altında soğutun, çizgiye kadar özenle sülfürik asit doldurun ve analiz çözeltisini, sıfırı referans alarak 630 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{630} \times 6,5 = \dots$ [mg/lt] H_3BO_3

B16 15 Anyon aktif (metilen mavi aktif) deterjan miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 12,5 gr. $Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$ ' yu 950 ml. saf suda çözün, yaklaşık 3 ml. 0,5 n NaOH ile pH 10' a getirin ve 1 litreye tamamlayın.
- 2) Nötr metilen mavisi çözeltisi (1 litreye seyreltilmiş 0,35 gr. metilen mavisi)
- 3) Asidik metilen mavisi çözeltisi (0,35 gr. metilen mavisi, 500 ml. suda çözündürülüp 6,5 ml. sülfürik asit eklenmiş ve 1 litreye tamamlanmış)
- 4) Kloroform

Yöntem :

50 ml. arıtılmış suyu pipetle ayırma hunisine koyun ve 50 ml. saf suyla seyreltin. 10 ml. fosfat çözeltisi, 5 ml. nötr metilen mavi çözeltisi, 15 ml. kloroform ilave edin, her eklemenden sonra çalkalayın. Kloroform tabakası ayrışana kadar 1 dakika kuvvetlice çalkalayıp, bunu 110 ml. saf su ve 5 ml. asidik metilen mavisi çözeltisi içeren ikinci bir ayırma hunisine nakledin.

Tekrar 1 dakika kadar çalkalayın. Kloroform fazını, ağzına kloroforma batırılmış pamuk tıkanmış küçük bir huniden, 50 ml.lik kuru bir balon jöjeye akıtın. Çalkalama işlemini her iki ayırma hunisinde de ikişer kez tekrarlayın, her seferinde 10 ml. kloroform kullanın, özütleri balon jöjeye ayrı ayrı akıtın.

100 ml. saf su kullanarak aynı yöntemle elde edilmiş kloroform özütüne karşı 653 nm.de ölçün.

B16 16 Silisyum oksit asidi miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Amonyum molibdat çözeltisi (50 ml. sülfürik asidi 900 ml. saf suyla seyreltin, 50 gr. amonyum molibdatı bunda çözün ve 1000 ml.ye tamamlayın.)
 - 2) %10 luk okzalik asit
 - 3) Hidrokuinon çözeltisi (2 gr. hidrokuinon 0,1 ml. derişik H₂SO₄ katılmış suda çözülür, 100 ml.ye tamamlanır.)
 - 4) Karbonat-sülfid çözeltisi (16 gr. sodyum karbonat ve 4 gr. sodyum sülfid 100 ml.ye seyreltilir.)

Yöntem :

20 ml. arıtılmış suyu pipetle behere koyun ve

- 1 ml. 1 no.lu ayıraçtan ekleyin. 10 dak. sonra
- 1 ml. 2 no.lu ayıraçtan
- 1 ml. 3 no.lu ayıraçtan
- 1 ml. 4 no.lu ayıraçtan

ilave edin. 20 ml. saf su ve aynı ayıraçlarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 750 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{750} \times 10,4 = \dots$ [mg/lt] SiO₂

Alkali Çinko Kaplama Çözeltileri

B17 1 Bakır miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 HCl
 - 2) Derişik amonyak
 - 3) %20 lik amonyum klorür

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle behere koyun, 10 ml. 1:1 hidroklorik asit ekleyin (bu esnada gaz çıkışı olur) ve kaynayana kadar ısıtın. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın ve

2 ml. amonyum klorür çözeltisi
10 ml. amonyak

ekleyin. Eğer gerekli ise (demir hidroksiti süzmek için) filtre edin ve 630 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{630} \times 30,51 = \dots$ [gr/lt] Cu

B17 2 Demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sülfosalisilik asit
 - 2) %20 lik amonyum persülfat çözeltisi
 - 3) Derişik sülfürik asit
 - 4) 100 ml.ye seyreltilmiş "40 gr. amonyum asetat + 50 ml. asetik asit"

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle behere koyun, 5 ml. sülfürik asit ekleyin (bu esnada gaz çıkışı olur) ve kaynamaya bırakın. Beyaz dumanlar oluşana kadar kaynatın. Ferro ve ferrik siyanürün yıkımı için bu işlemi iki kez tekrar edin. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve işarete kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini alın ve sırasıyla

- 5 ml. amonyum asetat çözeltisi
- 1 ml. amonyum persülfat çözeltisi
- 2 ml. sülfosalisilik asit çözeltisi

ilave edin. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ve yukarıdaki kimyasallarla hazırlayın. 460 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{460} \times 437 = \dots$ [gr/lt] Fe

B17 3 Molibden miktarı tayini – 1. yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 sülfürik asit
 - 2) %10 luk okzalik asit
 - 3) p.a. asetik asit
 - 4) Fenil hidrazin (20 ml. fenil hidrazin 80 ml. saf alkolle seyreltilir)
 - 5) %20 lik sodyum asetat çözeltisi
 - 6) %20 lik pirosülfür çözeltisi

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle behere koyun, 10 ml. 1:1 sülfürik asit ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın. Soğuduktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 10 ml.sini alın ve biri diğerinden sonra olmak üzere

- 1 damla pirosülfür çözeltisi
- 0,1 ml. okzalik asit
- 5 ml. asetik asit
- 1 ml. fenil hidrazin çözeltisi
- 2 ml. sodyum asetat çözeltisi

ekleyin. Kaynama sıcaklığındaki su banyosunda 5 dakika ısıtın ve hemen soğutup 25 ml. saf suyla tamamlayın. 10 ml. saf su ve aynı kimyasallarla hazırlanmış referans çözeltisine karşı 515 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{515} \times 252 = \dots$ [gr/lt] Mo

B17 4 Molibden miktarı tayini – 2. yol

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (0,2 gr. toluen ditiol (3.4) + 1 gr tiyoglikolik asit; 3 ml. %32 lik kostik soda ve 100 ml. su karışımında çözülmüş)
 - 2) 30 ml. suyla seyreltilmiş 10 ml. derişik sülfürik asit
 - 3) Ortofosforik asit %84
 - 4) Kloroform
 - 5) 1:1 sülfürik asit

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle behere koyun, 10 ml. 1:1 sülfürik asit ekleyin, kaynayana kadar ısıtın ve beyaz dumanlar oluşana kadar kaynatmaya devam edin. Soğuttuktan sonra 100 ml.lik balon jøjeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun.

Bu çözeltinin 20 ml.sini pipetle ayırma tüneline koyun, 8 ml. sülfürik asit (ayıraç 2), 5 damla ortofosforik asit ilave edip yaklaşık 40 ml. saf suyla seyreltin. 40 ml. saf su ve 3 ml. ayıraç çözeltisi ekleyin. 10 dakika sonra, tam olarak 20 ml. kloroformla 10 dakika boyunca çalkalayın ve kloroform fazı ayrıştığında kuru bir filtre kağıdından süzün. 670 nm.de ölçün.

B17 5 Sülfid miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Sülfid ayıracı [24 gr. potasyum sodyum tartarat + 5 gr. NaOH + 1 gr. Pb(CH₃COO)₂ ; 100 ml.ye seyreltilmiş]
 - 2) %0,1 polivinil alkol
 - 3) %30 luk NaCN

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve 10 ml. %30 luk sodyum siyanür çözeltisi, 10 ml. polivinil alkol çözeltisi ve 5 ml sülfid ayıracı ekleyin. Çizgiye kadar saf su doldurun ve iyice çalkalayın. Eğer çözeltide sülfid iyonları varsa renk kırmızımsı kahverengiye döner. Saf su ile aynı şekilde hazırlanmış referans çözeltisine karşı 520 nm.de ölçün.

¹ Fath, Hasko : Galvanotechnik 56 (1965) 9, sayfa 533.

Asitli Çinko Kaplama Çözeltileri

B18 1 Batofenantrolin kullanarak demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Ayıraç çözeltisi (100 ml. 550 lik etanolde çözülmüş 0,33 gr. batofenantrolin)
 - 2) %10 luk sodyum asetat çözeltisi
 - 3) Hidroksil amonyum klorür çözeltisi, suda %10
 - 4) Kloroform

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine alın, 2 ml. hidroksil amonyum klorür çözeltisi, 2 ml. sodyum asetat çözeltisi ve 4 ml. ayıraç çözeltisi ekleyin.

30 dakika beklettikten sonra tam olarak 25 ml. kloroformla 5 dakika boyunca çalkalayın. Kloroformu kuru filtre kağıdından tıpalı bir kaba süzün ve 540 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{540} \times 67,6 = \dots$ [mg/lt] Fe

B18 2 Tiyoglikolik asit kullanarak demir miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %80 lik tiyoglikolik asit
 - 2) %25 lik amonyak

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 50 ml.sine

45 ml. saf su
2 ml. tiyoglikolik asit

ekleyin ve yaklaşık 90 °C' lik sıcak su banyosunda 30 dakika ısıtın. Oda sıcaklığına soğutun ve 9 ml. amonyak ilave edin. 530 nm.de saf suya karşı ölçün.

Hesaplama : $E_{530} \times 1514 = \dots$ [mg/lt] Fe

3-4

B18 3 Sülfosalisilik asit kullanarak demir miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %10 luk amonyum persülfat çözeltisi
- 2) %20 lik sülfosalisilik asit çözeltisi
- 3) %25 lik amonyak, 100 ml.de 5 gr. KCN ile birlikte

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sine

10 ml. saf su
2 ml. sülfosalisilik asit
1 ml. amonyum persülfat çözeltisi
2 ml. amonyak

ekleyin. Referans çözeltisini 20 ml. saf su ile aynı yöntemle hazırlayın. 430 nm.de ölçün.

Hesaplama : $E_{430} \times 514 = \dots$ [mg/lt] Fe

B18 4 Karbamat kullanarak bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %5 lik EDTA çözeltisi
- 2) %25 lik amonyak
- 3) %20 lik amonyum klorür
- 4) %1 lik sodyum dietil ditiokarbamat çözeltisi
- 5) p.a. kloroform

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini ayırma hunisine alıp, 5 ml. EDTA çözeltisi, 2 ml. amonyak ve 0,5 ml. amonyum klorür ekleyin. 10 ml. kloroformla 5 dakika çalkalayın ve çözücüyü akıtın. Ardından 1 ml. sodyum ditiokarbamat ayıracı ve 25 ml. de kloroform ilave edip tekrar 10 dakika daha çalkalayın. Kloroformun ayrışmasını bekleyin ve küçük, kuru bir filtre kağıdından süzüp, tıpalı bir kaptaki biriktirin. Referans çözeltisini hazırlamak için 100 ml. saf suya aynı kimyasallarları ekleyin, kloroform referansını elde etmek için kloroformla çalkalayın. 440 nm.de referans çözeltisine karşı ölçün.

Hesaplama : $E_{440} \times 125 = \dots$ [mg/lt] Cu

Bölüm B Tabloları

Fotometrik Yöntemler

Tablo XIII. Sönme değerleri

% T	E	$\Delta E = \%0,1$ için ΔE	
5	1,30	$9 \cdot 10^{-3}$	
10	1,00	$4 \cdot 10^{-3}$	
20	0,70	$2 \cdot 10^{-3}$	
30	0,52	$1 \cdot 10^{-3}$	
40	0,40	$1 \cdot 10^{-3}$	
50	0,30	$9 \cdot 10^{-4}$	
60	0,22	$7 \cdot 10^{-4}$	
70	0,15	$6 \cdot 10^{-4}$	
80	0,10	$5 \cdot 10^{-4}$	
90	0,05	$5 \cdot 10^{-4}$	

Bu yüzden, geçirgenlik $\pm \%0,1$ hatayla ölçüldüğünde, sönme değeri 1,0' dan 0,22' ye kadar 3 ondalık hane ile anlamlı olarak ifade edilebilir, 4 ondalık hanenin kullanımı ise sadece 0,22' nin altındaki değerlerde doğrudur.

Tablo XIV. Geçirgenlik ile sönme arasındaki ilişki.

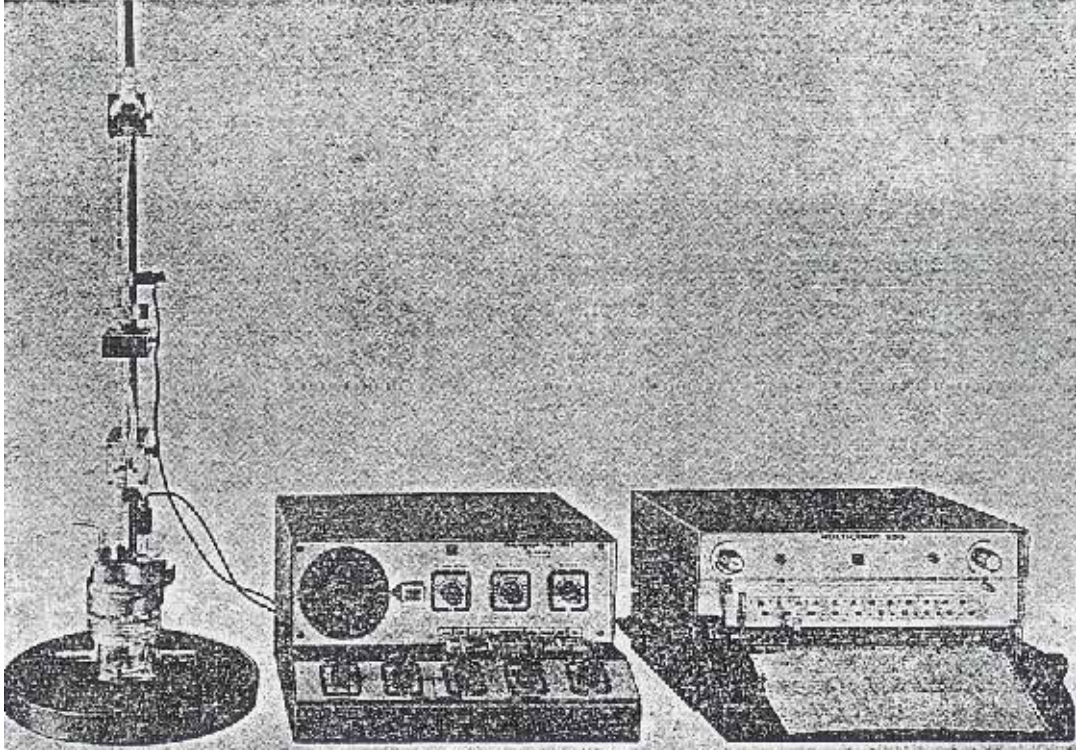
E

%T	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
10	1.0 000	*957	*914	*872	*830	*788	*747	*706	*666	*626
11	0.9 586	547	508	469	431	393	355	318	281	245
12	.9 208	172	136	101	966	031	*996	*962	*928	*894
13	.8 861	827	794	761	729	697	665	633	601	570
14	.8 539	508	477	447	416	386	356	327	297	268
15	0.8 239	210	182	153	125	097	069	041	013	*986
16	.7 959	932	905	878	952	825	799	773	747	721
17	.7 696	670	645	620	595	570	545	520	496	471
18	.7 447	423	399	375	352	328	305	282	258	235
19	.7 212	190	167	144	122	100	077	055	033	011
20	.6 990	968	946	925	904	882	861	840	819	799
21	.6 778	757	737	716	696	676	655	635	615	596
22	.6 576	556	536	517	498	478	459	440	421	402
23	.6 383	364	345	326	308	289	271	253	234	216
24	.6 198	180	162	144	126	108	091	073	055	038
25	0.6 021	003	*986	*969	*952	*935	*918	*901	*884	*867
26	.5 850	834	817	800	784	768	751	735	719	702
27	.5 686	670	654	638	622	607	591	575	560	544
28	.5 528	513	498	482	467	452	436	421	406	391
29	.5 376	361	346	331	317	302	287	272	258	243
30	0.5 229	214	200	186	171	157	143	129	114	100
31	.5 086	072	058	045	031	017	003	*989	*976	*962
32	.4 949	935	921	908	895	881	868	855	841	828
33	.4 815	802	789	776	763	750	737	724	711	698
34	.4 685	672	660	647	634	622	609	597	584	572
35	.4 559	547	535	522	510	498	486	473	461	449
36	.4 437	425	413	401	389	377	365	353	342	330
37	.4 318	306	295	283	271	260	248	237	225	214
38	.4 202	191	179	168	157	145	134	123	112	101
39	.4 089	078	067	056	045	034	023	012	001	*990
40	0.3 979	969	958	947	936	925	915	904	893	883

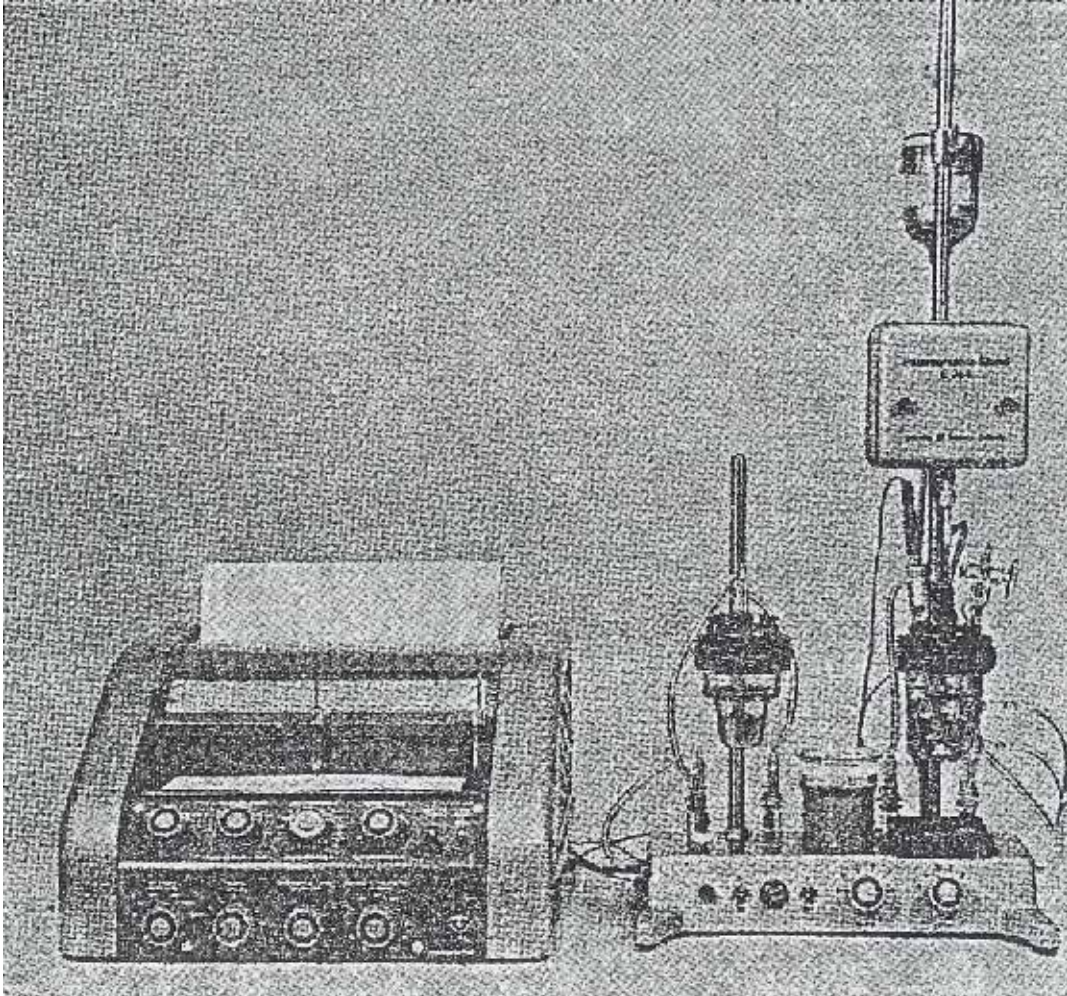
Tablo XIV. (Devam)

E

%T	.0	.1	.2	.3	.4	.5	.6	.7	.8	.9
40	0.39 794	685	577	469	362	254	147	040	*934	*828
41	.38 722	616	510	405	300	195	091	*986	*882	*779
42	.37 675	572	469	366	263	161	059	*957	*856	*754
43	.36 653	552	452	351	251	161	051	*952	*853	*754
44	.35 655	556	458	360	262	164	067	*969	*872	*775
45	0.34 679	582	486	390	294	199	103	008	*913	*819
46	.33 724	630	536	442	348	255	161	068	*975	*883
47	.32 790	698	606	514	422	331	239	148	057	*966
48	.31 876	785	695	605	515	426	336	247	158	069
49	.30 980	892	803	715	627	539	452	364	277	190
50	0.30 103	016	*930	*843	*757	*671	*585	*499	*414	*328
51	.29 243	158	073	*988	*904	*819	*735	*651	*567	*483
52	.28 400	316	233	150	067	*984	*901	*819	*737	*654
53	.27 572	490	409	327	246	165	084	003	*922	*841
54	.26 761	680	600	520	440	360	281	201	122	043
55	0.25 964	885	806	727	649	571	493	415	337	259
56	.25 181	104	026	*949	*872	*795	*718	*642	*565	*489
57	.24 412	336	260	184	109	033	*958	*882	*807	*732
58	.23 657	582	508	433	359	284	210	136	062	*988
59	.22 915	841	768	695	621	548	475	403	330	257
60	0.22 185	113	040	*968	*896	*824	*753	*681	*610	*538
61	.21 467	396	325	254	183	112	042	*971	*901	*831
62	.20 761	691	621	551	482	412	343	273	204	135
63	.20 066	*997	*928	*860	*791	*723	*654	*586	*518	*450
64	.19 382	314	246	179	111	044	*977	*910	*843	*776
65	0.18 709	642	575	509	442	376	310	243	177	111
66	.18 046	*980	*914	*849	*783	*718	*653	*587	*522	*457
67	.17 393	328	263	198	134	070	005	*941	*877	*813
68	.16 749	685	622	558	494	431	368	304	241	178
69	.16 115	052	*989	*927	*864	*802	*739	*677	*614	*552
70	0.15 490	428	366	304	243	181	120	058	*997	*935



Polarografik analiz ekipmanları : Potansiyel üretic kaynağı, karşılaştırma kayıt cihazı ve polarografik ayak.



Polarograf daktilosu Polarrecord E 261 R

Antimon Kaplama Çözeltileri

C1 1 Kurşun miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 1 M NaOH
- 2) %0,5 jelatin çözeltisi
- 3) 1 M KCN

Yöntem :

5 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 10 ml. 1 M NaOH, 10 ml. 1 M KCN, 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Kurşunun yarı-dalga potansiyeli -0,765 V, antimonunki -1,15 V' tur.

C1 2 Kalay miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 1 M HCl + 4 M NH₄Cl çözeltisi
- 2) p.a. demir tozu
- 3) %0,005 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle bir erlene koyun, 30 ml. 1 M HCl + 4 M NH₄Cl çözeltisi ve 2 gr.demir tozu ekleyin ve reaksiyon için 10 dakika bekleyin; antimon metalik formda çökelecektir.

10 dakika geçtikten sonra 1 ml. %0,005 jelatin çözeltisi ilave edip çizgiye kadar saf su doldurun, filtre edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Sn(II)' nin yarı-dalga potansiyeli -0,52 V' tur.

3

C1 3 Bakır ve çinko miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 3) Doymuş sodyum sülfür çözeltisi

Yöntem :

4 ml. antimon kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi, 10 ml. sodyum sülfür çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri : $\text{Cu} = -0,25 \text{ V}$
 $\text{Zn} = -1,33 \text{ V}$

Pirinç (Sarı) Kaplama Çözeltileri

C2 1 Kurşun ve kadmiyum miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 0,5 M KCN
2) 0,5 M etilen diamin
3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. pirinç kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 5 ml. 0,5 M potasyum siyanür çözeltisi, 5 ml. 0,5 m etilen diamin çözeltisi ve 0,2 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin. Çizgiye kadar saf su doldurun ve polarogramı 0 ile -1,5 V aralığına ayarlayın.

Yarı-dalga potansiyelleri : Pb = -0,76 V
Cd = -1,10 V

Not :

Bakır-siyanür bileşiği polarografik olarak etkisiz iken bakır nötr kalır. Çinko sadece potansiyel -1,72 V' a ulaştığında farkedilebilir, bu yüzden tayin işlemine etki etmez.

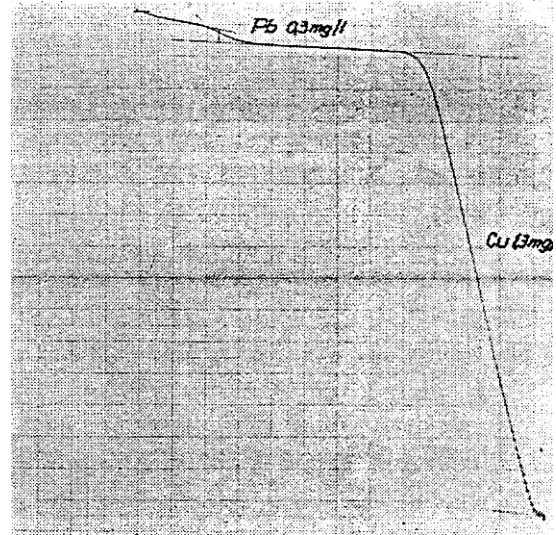
Kadmiyum Kaplama Çözeltileri

C3 1 Bakır ve kurşun miktarları tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) 0,5 N HCl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 20 ml. 0,5 N hidroklorik asit ekleyin, kaynayanaya kadar ısıtın ve daha sonra soğutun. 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.



C3 2 Çinko miktarı tayini²

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik HCl
2) Derişik HNO₃
3) p.a. alüminyum
4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik hidroklorik asit ekleyin (gaz çıkışı olur) ve kaynayanaya kadar ısıtın. Soğuduktan sonra çözeltiye 5 gr. alüminyum talaşı koyun ve 10-20 dakika kadar reaksiyonu bekleyin. Alüminyumun üzerine kadmiyum kaplanacaktır. Çözeltiyi filtre ettikten sonra 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Wild : Galvanotechnik 60 (1969), 10, s. 757-760.

² Spalenka : Prirucka anorg. pol. analyzy. Verlag SNTL, Prag (1961), s. 179.

3-4-5

C3 3 Kalay miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M HCl + 4 M NH₄Cl
 - 2) %0,005 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kadmiyum elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 30 ml. 1 M HCl + 4 M NH₄Cl ekleyin (gaz çıkışı olur) ve kaynayana kadar ısıtın. Soğuduktan sonra 5 ml. %0,005 jelatin çözeltisi ilave edin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

C3 4 Titanyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 N HCl
 - 2) 0,2 M sitrik asit
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 4) Metil oranj

Yöntem :

5 ml. kadmiyum elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. saf suyla seyreltin, birkaç damla metil oranj damlatın ve renk değişene kadar 1 N hidroklorik asitle nötralle edin. Sonra 20 ml. 0,2 M sitrik asit ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Ti(V) ten Ti(III)' e kadar yarı dalga potansiyeli -0,37 V' tur.

C3 5 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik HCl
 - 2) 0,5 M piridin
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kadmiyum kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 5 ml. derişik HCl ekleyin (gaz çıkışı olur) ve kaynayana kadar ısıtın. Oda sıcaklığına soğutun ve 20 ml. 0,5 M piridin çözeltisi ile 0,5 ml. jelatin çözeltisi ilave edip, çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra - 0,5 V ile -1,5 V arasında polarografik değerine bakın. Nikel için yarı dalga potansiyeli -0,78 V' tur.

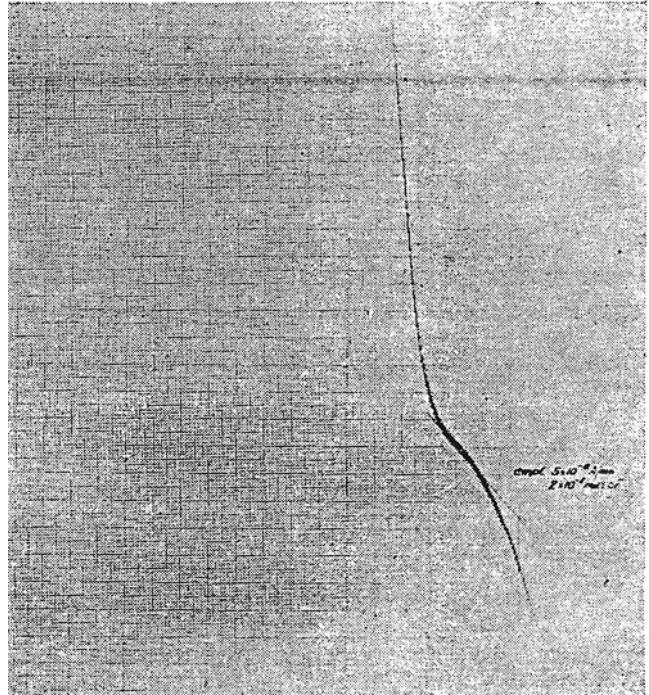
Krom Kaplama Çözeltileri

C4 1 Stronsiyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (hacimce 15 ölçü izopropil alkol + hacimce 7 ölçü derişik HCl + hacimce 25 ölçü asetik asit)
 - 2) %10 luk tetra etil amonyum bromür çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jöjeye koyun ve 30 ml. indirgeme çözeltisiyle indirgeyin. Soğutun ve çizgiye kadar saf su koyarak seyreltin. Bu çözeltinin 5 ml.sini 100 ml.lik balon jöjeye nakledin, 20 ml. %10 luk tetra etil amonyum bromür çözeltisi ve 1 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -3 V arasında polarografik değerine bakın. Stronsiyumun yarı-dalga potansiyeli -1,94 V' tur.



¹ Wild : Galvanotechnik 62 (1971), 1, s.2-4.

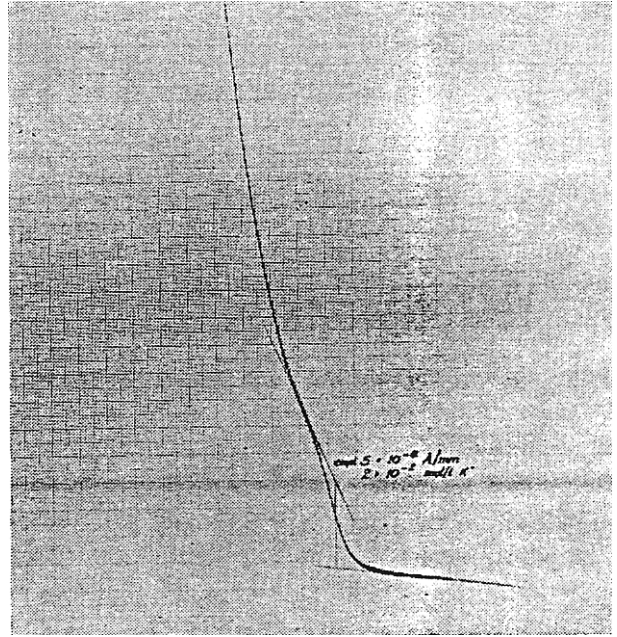
2-3

C4 2 Potasyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (C4/1 deki gibi)
 - 2) %10 luk tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jojeye koyun ve 30 ml. indirgeme çözeltisiyle indirgeyin. Soğutun ve çizgiye kadar saf su koyarak seyreltin. Bu çözeltinin 5 ml.sini 100 ml.lik balon jojeye nakledin, 20 ml. %10 luk tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi ve 1 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -3 V arasında polarografik değerine bakın.

**C4 3** Sülfat miktarı tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (C4/1 deki gibi)
 - 2) Etanol
 - 3) Kurşun asetat (3,952 gr /lt kurşun asetat)
 - 4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

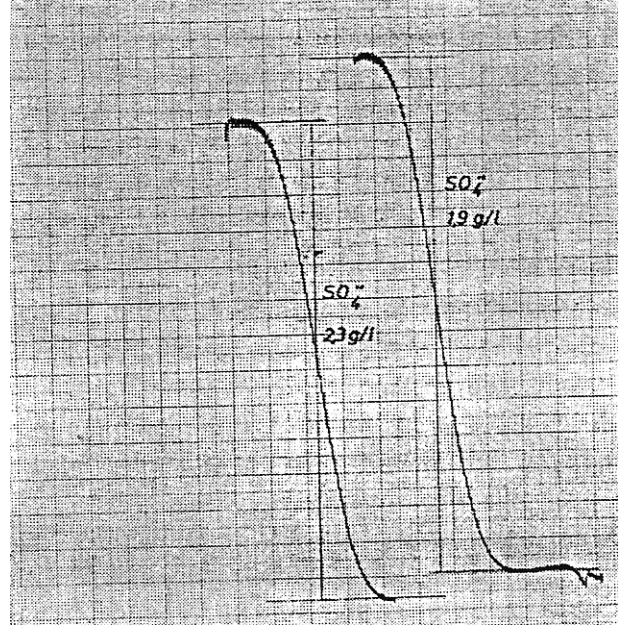
5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jojeye koyun, 30 ml. indirgeme çözeltisiyle indirgeyin ve çizgiye kadar saf su koyarak seyreltin. Bu çözeltinin 10 ml.sini 100 ml.lik balon jojeye nakledin, 25 ml. etil alkol, 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ve 5 ml. kurşun asetat çözeltisi ilave edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Wild : Galvanotechnik 62 (1971), 1, s.2-4.

² Wild : Galvanotechnik 60 (1969), 10, s.757-760.

Not :

Sülfatın polarografik tayini kurşun ve SO_4 iyonları arasında meydana gelen çözünmez kurşun sülfat bileşiği oluşturma reaksiyonuna bağlıdır. Kurşun içeriğindeki azalma sülfat derişimini tayin etmeyi mümkün kılar.



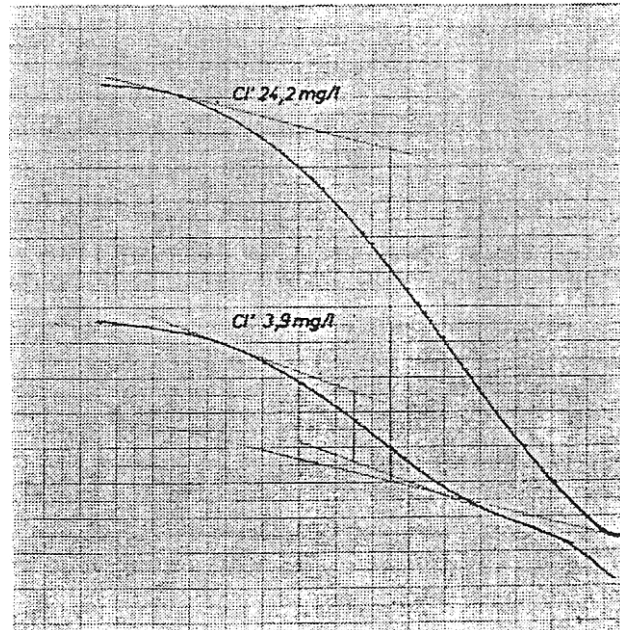
C4 4 Klorür miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %20 lik sodyum disülfür çözeltisi
 - 2) 0,1 N sülfürik asit
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

1 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun ve 5 ml. sodyum disülfür çözeltisi ile $Cr(IV)$ tamamen indirgenene kadar 5 ml. 0,1 N sülfürik asit ekleyin.

Reaksiyon tamamlandığında 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve +0,5 V' -0,5 V arasında anodik - katodik polarografik değerine bakın.



5-6

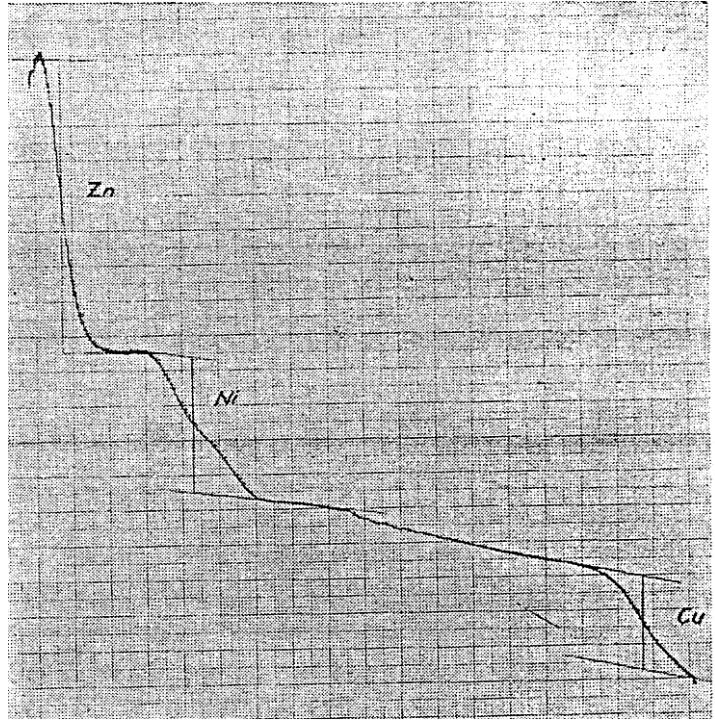
C4 5 Bakır, nikel ve çinko miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (C4/1 deki gibi)
 - 2) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 4) Sodyum sülfür

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 500 ml.lik balon jöjeye koyun, 30 ml. indirgeme çözeltisi ekleyin, kaynayanaya kadar ısıtın ve soğuduktan sonra saf suyla çizgiye kadar tamamlayın.

Bu çözeltinin 10 ml.sini 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi, 25 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi ve bir tutam sodyum sülfür ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

**C4 6** Selenyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) İndirgeme çözeltisi (15 ml. izopropil alkol + 5 ml. HCl + 25 ml. CH_3COOH)
 - 2) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. krom kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 10 ml. indirgeme çözeltisi ile Cr(IV) tamamen indirgenene kadar indirgeyin. Soğuduktan sonra 50 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ilave edip, -1 V' dan -2 V' A kadar kutupsal grafiğini çıkarın.

SeO^{2-} in yarı-dalga potansiyeli -1,4 V' tur.

¹ Drotschmann, Metallwirtschaft 23 (1944), s. 343-346.

Kobalt Kaplama Çözeltileri

C5 1 Çinko miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %20 lik NaOH
- 2) Amonyum klorür
- 3) Derişik amonyak
- 4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kobalt elektrolitini pipetle bir behere koyun ve 10 ml. %20 lik kostik soda ekleyin. Tortu çökeldiğinde çözeltiyi 100 ml.lik balon jöjeye filtre edin ve sırasıyla

10 ml. amonyak
0,5 gr. amonyum klorür
0,5 ml. jelatin çözeltisi

ilave edin. Çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,5 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

C5 2 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) %30 luk hidrjen peroksit
- 2) Amonyum klorür
- 3) Derişik amonyak
- 4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kobalt kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. hidrogen peroksit ekleyin ve yaklaşık 10 dakika kaynatın. soğuduktan sonra çözeltiyi 100 ml.lik balon jöjeye nakledin ve sırasıyla

2-3

30 ml. amonyak
1 ml. amonyum klorür
0,5 ml. jelatin çözeltisi

ilave edin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. 0 ile -0,5 V arasında polarografik değerine bakın.

C5 3 Nikel miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 0,5 M piridin çözeltisi
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kobalt elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. 0,5 M piridin çözeltisi ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf su doldurun.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,5 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri : Ni = -0,78 V
Co = -1,07 V

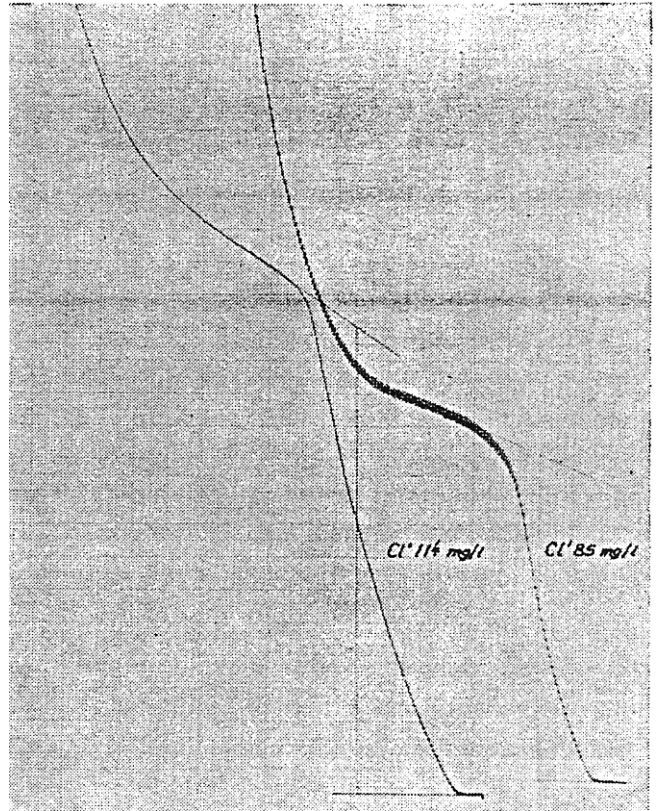
Asitli Bakır Kaplama Çözeltileri

C6 1 Klorür miktarı tayini

Eklenen kimyasal : %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

50 ml. bakır elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar. Sonra +0,25 ile -0,5 V arasında anodik-katodik polarografik değerine bakın.



Alkali Bakır Kaplama Çözeltileri

C7 1 Çinko miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik HNO₃
- 2) 1 M NaOH
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

10 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 400 ml.lik behere koyun, 15 ml. derişik HNO₃ ekleyin (çözelti dumanlanır) ve beyaz dumanlar oluşana kadar kaynatın. Soğuduktan sonra 300 ml. saf suyla seyreltin ve bakır tamamen bitene kadar elektroliz edin. Daha sonra 100 ml.lik balon jøjeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 20 ml.sini 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 30 ml. 1 M NaOH, 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Çinkonun yarı-dalga potansiyeli -1,49 V' tur.

C7 2 Kurşun miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) 10 M NaOH
- 2) Doymuş sodyum sülfür çözeltisi
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. bakır elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. 10 M NaOH, 2 ml. doymuş sodyum sülfür çözeltisi ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

3-4

C7 3 Demir miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik sülfürik asit
- 2) Derişik nitrik asit
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

10 ml. bakır elektrolitini pipetle 400 ml.lik behere koyun, 15 ml. derişik HNO_3 ve 15 ml. derişik H_2SO_4 ilave edin ve beyaz dumanlar oluşana kadar kaynatın. Soğuduktan sonra çözeltiyi 500 ml.lik balon jojeye nakledin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Bu çözeltinin 50 ml.sini 100 ml.lik balon jojeye alın, 1 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra +0,5 ile -0,5 V arasında polarografik değerine bakın.

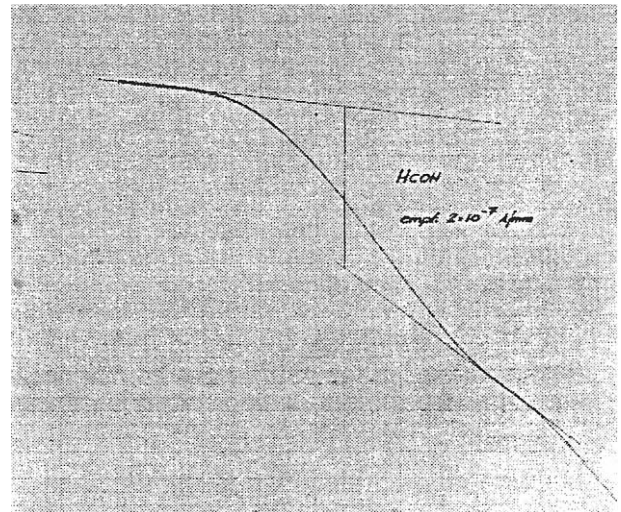
C7 4 İndirgenen bakır elektrolitindeki formaldehit miktarı tayini¹

Eklenen kimyasal : %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. elektroliti pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 1 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,5 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın. Formaldehitin yarı-dalga potansiyeli -1,53 V' tur.



¹ Wild : Galvanotechnik 62 (1971), 1, s. 2-4.

Bakır - Kalay Kaplama Çözeltileri

C8 1 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik nitrik asit
 - 2) 1 M NH_4Cl + 1 M NH_3 çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

10 ml. elektroliti pipetle bir behere koyun, 20 ml. derişik HNO_3 ekleyin (çözelti dumanlanır) ve beyaz dumanlar oluşana kadar buharlaştırın. Soğuduktan sonra bakır tamamen bitene kadar çözeltiyi elektroliz edin (yaklaşık 2 saat). Daha sonra 500 ml.lik balon jojeye nakledin ve çizgiye kadar saf su doldurun. Bu çözeltinin 50 ml.sini 100 ml.lik balon jojeye koyun, 40 ml. 1 M NH_4Cl + 1 M NH_3 çözeltisi ve %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,5 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

C8 2 Kurşun miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) %40 lık potasyum sodyum tartarat çözeltisi
 - 2) 10 M NaOH
 - 3) Doymuş Na_2SO_3
 - 4) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 5) %10 luk KCN çözeltisi

Yöntem :

5 ml. bakır-kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve

5 ml. potasyum sodyum tartarat çözeltisi
10 ml. NaOH çözeltisi
5 ml. KCN çözeltisi
2 ml. Na_2SO_3 çözeltisi
0,5 ml. jelatin çözeltisi

ilave edin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -0,6 V arasında polarografik değerine bakın.

Yağ Alma Çözeltileri

C9 1 Bakır, nikel, çinko ve kromat miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 mol NH_4OH + 1 mol NH_4Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. yağ alma çözeltisini 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH_4OH + 1 M NH_4Cl , 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın. NH_4OH + NH_4Cl ortamındaki yarı-dalga potansiyelleri :

$$\text{Cu (II)} = -0,25 \text{ V}$$

$$\text{CrO}_4 = -0,46 \text{ V}$$

$$\text{Cu (I)} = -0,54 \text{ V}$$

$$\text{Ni} = -1,09 \text{ V}$$

$$\text{Zn} = -1,36 \text{ V}$$

Altın Kaplama Çözeltileri

C10 1 Bakır, nikel ve çinko miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik HCl
 - 2) 1 M NH₄Cl + 1 M NH₃
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik hidroklorik asit ilave edin (çözelti dumanlanır), kaynayana kadar ısıtın. Soğuduktan sonra 100 ml.lik balon jojeye nakledin, 15 ml. 1 M NH₄Cl + 1 M NH₃ çözeltisi ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri :

$$\text{Cu (I)} = -0,54 \text{ V}$$

$$\text{Ni} = -1,09 \text{ V}$$

$$\text{Zn} = -1,33 \text{ V}$$

C10 2 İndiyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Glikoz – HCl çözeltisi (30 gr. glikoz + 600 ml. derişik HCl, 1 litreye seyreltilmiş)
 - 2) %0,1 metil kırmızısı

Yöntem :

5 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. glikoz – hidroklorik asit çözeltisi (gaz çıkışı olur) ve 0,2 ml. %0,1 metil kırmızısı ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. İndiyumun yarı-dalga potansiyeli = - 0,68 V

¹ Spalenka : Prirucka anorg. pol. analyzy. Verlag SNTL, Prag (1961), s. 122.

3-4

C103 Nikel miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik NH₃
 - 2) 4 M NH₄Cl
 - 3) 1 N KCN (1 N NH₃ te)
 - 4) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 5) Nikel kalibrasyon çözeltisi, 1 gr /lt Ni derişiminde NiSO₄ bazı ile

Yöntem :

0,5 – 5 gr /lt. Ni içeren altın kaplama çözeltisini analiz etmek için, pipetle 5 ml. kaplama çözeltisini, 10 ml. 1 N KCN, 25 ml. derişik NH₃, 25 ml. 4 M NH₄Cl ve 2 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ile birlikte 100 ml.lik balon jøjeye koyun. Çizgiye kadar saf su doldurun.

Referans almak amacıyla ikinci bir balon jøjeye aynı çözeltiden hazırlayın ve 5 ml. (5 mg.) nikel kalibrasyon çözeltisi ilave edin.

Yukarıdaki şartlarda Ni⁺² için yarı-dalga potansiyeli yaklaşık olarak -1,20 V' tur.

C104 Kobalt miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Derişik NH₃
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 3) 1 mg /ml. Co⁺² içeren, kobalt kalibrasyon çözeltisi

Yöntem :

0,1 – 1 gr /lt. Co içeren altın kaplama çözeltisini analiz etmek için, 10 ml. kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 50 ml. derişik NH₃ ve 2 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın.

İkinci bir balon jøjeye aynı çözeltiden hazırlayın ve 1 ml. (1 mg.) kobalt kalibrasyon çözeltisi ilave edin ve referans almak için kullanın.

Yukarıdaki şartlarda Co⁺² için yarı-dalga potansiyeli yaklaşık olarak -1,15 V' tur.

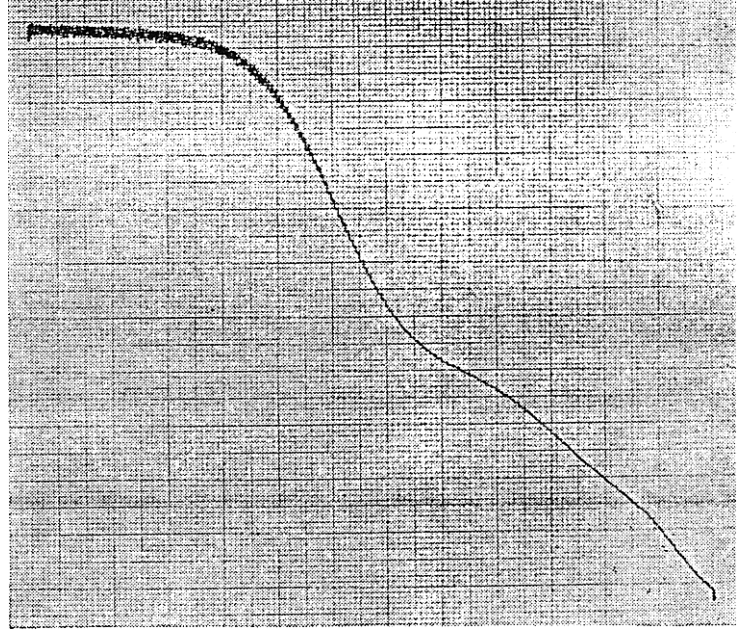
¹ Analyt. Vorschrift : Dr. E. Durrwachter-DODUCO KG., Pforzheim.

C105 Talyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. altın banyosunu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 25 ml. amonyak - amonyum klorür çözeltisi, 1 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azotla arındırdıktan sonra - 0,25 V ile -1 V aralığında kutupsal grafiğini çıkarın. Talyumun yarı-dalga potansiyeli = - 0,46 V

**C106** Kadmiyum miktarı tayini

C10 1' deki yöntemi uygulayın.

Kadmiyumun yarı-dalga potansiyeli - 0,81 V' tur.

Demir Kaplama Çözeltileri

C111 Mangan miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Metol
 - 2) Doymuş sodyum bisülfid
 - 3) %2 lik sodyum hidrosit
 - 4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. demir kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve biri diğlerinden sonra olmak üzere

- 10 ml. saf su
- 0,1 gr. metol
- 5 ml. sodyum sülfid çözeltisi
- 20 ml. %2 lik sodyum hidroksit çözeltisi
- 1 ml. %0,5 jelatin çözeltisi

ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla tamamlayın, azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -2 V arasında polarografik değeriine bakın.

Manganın yarı-dalga potansiyeli = -1,7 V

¹ Spalenka : Prirucka anorg. pol. analyzy. Verlag SNTL, Prag (1961), s. 304.

Kurşun ve Kalay-Kurşun Kaplama Çözeltileri

C121 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kurşun veya kalay-kurşun kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 30 ml. 1 M NH_3 + NH_4Cl ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

C122 Kadmiyum, nikel ve çinko miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik sülfürik asit
2) 1 M NH_3 + NH_4Cl
3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kurşun veya kalay-kurşun kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 2 ml. derişik sülfürik asit ilave edin ve buharlaştırın (bu esnada kokulu gaz çıkışı olur). Soğuttuktan sonra çözeltiyi ve kurşun sülfat çökeltisini 100 ml.lik balon jøjeye nakledin, 30 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi ve 0,2 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0,5 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Not :

Kurşun, kurşun sülfatın çözünürlüğü sayesinde yavaş yavaş elde edilir fakat, düşük konsantrasyonda olduğu için tayine etki etmez.

Nikel Kaplama Çözeltileri

C131 Bakır ve kurşun miktarları tayini

Eklenen kimyasal : %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Hassasiyeti bakır konsantrasyonuna bağlı olarak ayarlayın.

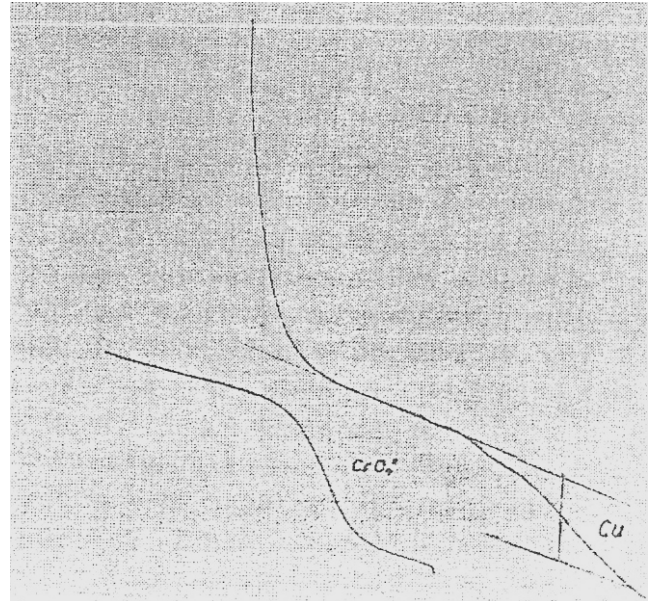
C132 Kadmiyum, nikel ve çinko miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

10 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi, 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.



3-4

C133 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M EDTA çözeltisi
 - 2) 0,1 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$
 - 3) Derişik amonyak
 - 4) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

10 ml. nikel elektrolitini pipetle 500 ml.lik balon jojeye koyun ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Bu çözeltinin 5 ml.sini 100 ml.lik balon jojeye nakledin, biri diğerinden sonra olmak üzere

20 ml. saf su

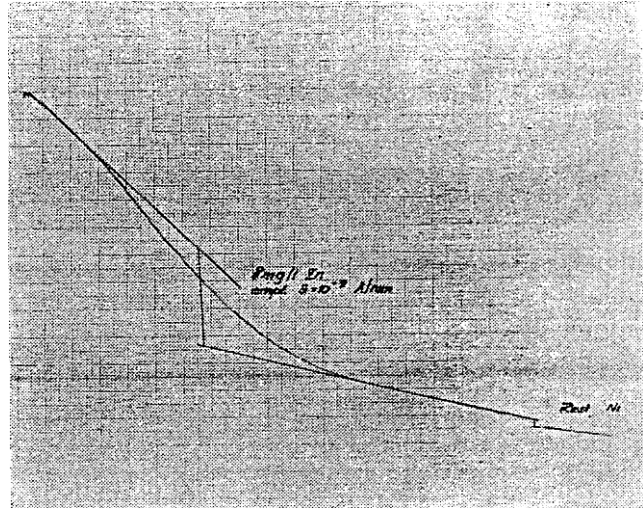
10 ml. 1 M EDTA çözeltisi

4 ml. 0,1 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi

3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi

30 ml. derişik amonyak

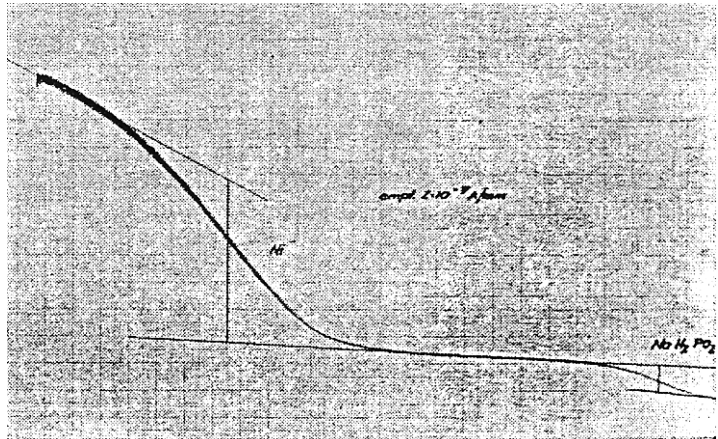
ilave edin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin, azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,6 ile -1,6 V arasında polarografik değerine bakın.

**C134** İndirgenen bir nikel kaplama çözeltisindeki sodyum hipofosfit ve nikel miktarları tayini

- Eklenen kimyasal : %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltip, hipofosfit miktarını tayin etmek için 0 dan -1 V' a kadar polarografik değerini elde edin. Hipofosfit gibi, nikel miktarını tayin etmek için de aralığı 0 dan -2 V' a alın. Hipofosfit de bir indirgeme ajanı olduğu için, azot gazı tatbiki gerekli değildir. Hipofosfitin yarı-dalga potansiyeli -0,24 V' tur.



C135 Kadmiyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi ile 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Kadmiyumun yarı-dalga potansiyeli -0,81 V' tur.

C136 Sodyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi, %1
 - 2) Etanol

Yöntem :

5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 25 ml. tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi ve 25 ml. etanol ilave edin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1,5 ile -3 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Krusenstjern, Kunz : Metalloberfläche (1966) 6 , s. 274-275.

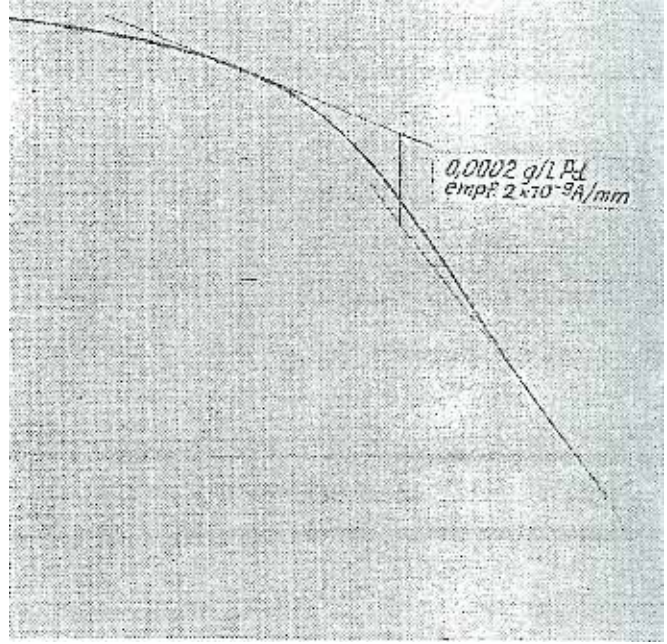
7-8

C137 İndirgenen elektrolitteki paladyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1:1 hidroklorik asit
 - 2) 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

İndirgenen elektrolitten pipetle 10 ml. alarak bir behere koyun, 5 ml. hidroklorik asit ilave edin ve kaynayana kadar ısıtın. Soğuduktan sonra 100 ml.lik balon jøjeye nakledin, 30 ml. 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

**C138** Çözeltideki piridin türevleri miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi, %10
 - 2) pH 10 tampon çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden pipetle 2 ml. alarak 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 20 ml. tetra metil amonyum hidroksit çözeltisi, 30 ml. tampon çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip, çizgiye kadar saf suyla seyreltin. İyice çalkalayın ve filtre edin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra süzdüğünüz sıvının 50 ml.si için -1 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

- Yarı-dalga potansiyelleri :
- | | | |
|---------------------|---|---------|
| nikotinic asit | = | -1,6 V |
| piridin hidroklorür | = | -1,45 V |

¹ Wild : Galvanotechnik 61 (1970) 10 , s.811.

C139 Kobalt miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 3 M KCN çözeltisi
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

Nikel kaplama çözeltisinden pipetle 5 ml. alarak 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 40 ml. 3 M KCN çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,75 ile -1,5 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri : Co = -1,2 V
Ni = -1,38 V

Paladyum Kaplama Çözeltileri

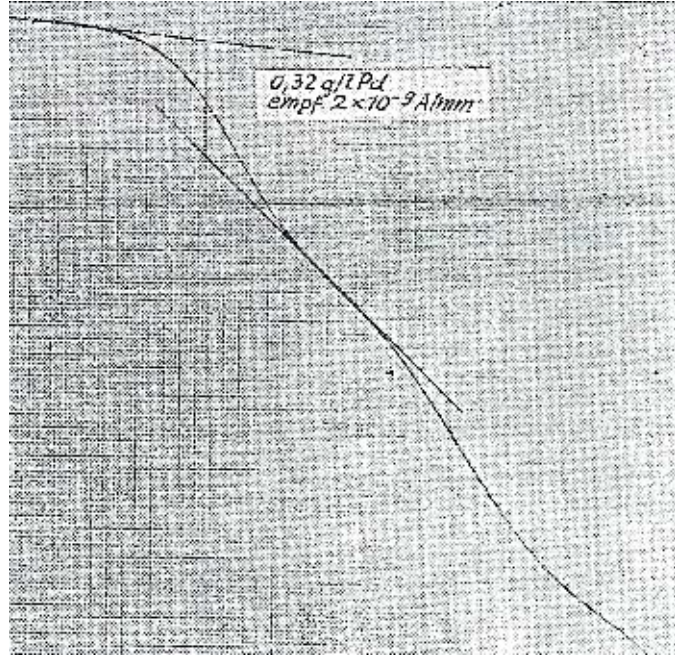
C141 Paladyum miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. paladyum elektroliti veya aktivasyon çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 20 ml. 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi ile 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar tamamlayın.

Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Paladyumun yarı dalga potansiyeli = -0,36 V



C142 Nitrit miktarı tayini²

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N LaCl₃
 - 2) %2 lik BaCl çözeltisi
 - 3) Asetik asit

Yöntem :

5 ml. paladyum elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. 0,1 N LaCl₃ ve 5 ml. asetik asit ekleyin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1,5 V arasında polarografik değerine bakın. Nitrik(II) oksidin yarı-dalga potansiyeli = -0,76 V

¹ Wild : Galvanotechnik 61 (1970) 10, s.811.

¹ Heyrovsky : Polarographisches Proktikum.

3-4

C143 Krom(III) miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. paladyum elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 20 ml. 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl çözeltisi ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Cr(III)' ün yarı-dalga potansiyeli = -1,42 V

C144 Krom(VI) miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 0,1 M NH₃ + 0,1 M NH₄Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. paladyum elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 30 ml. 0,1 M NH₃ + 0,1 M NH₄Cl çözeltisi ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyin ve saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

Cr(VI)' nın yarı-dalga potansiyeli = -0,46 V

Gümüş Kaplama Çözeltileri

C151 Antimon miktarı tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) 1:1 hidroklorik asit
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. 1:1 hidroklorik asit (kokulu gaz çıkışı olur) ve 0,3 ml. jelatin çözeltisi ekleyin. Hidrosiyamik asit kaybolduğunda çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Gümüş klorür çökeltisi oluşunca filtre edin ve 10 dakika boyunca azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Antimonun yarı dalga potansiyeli = -0,26 V

C152 Bakır ve nikel miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1:1 HNO₃
2) 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl
3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. gümüş elektrolitini pipetle bir behere koyun, 10 ml. suyla seyreltin, 10 ml. nitrik asit ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın. Soğuduğunda çözeltiyi 100 ml.lik balon jøjeye nakledin, 30 ml. 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl çözeltisi, 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Rusconi : Galvanotechnik + Oberflächenschutz (1962) 3, s.56.

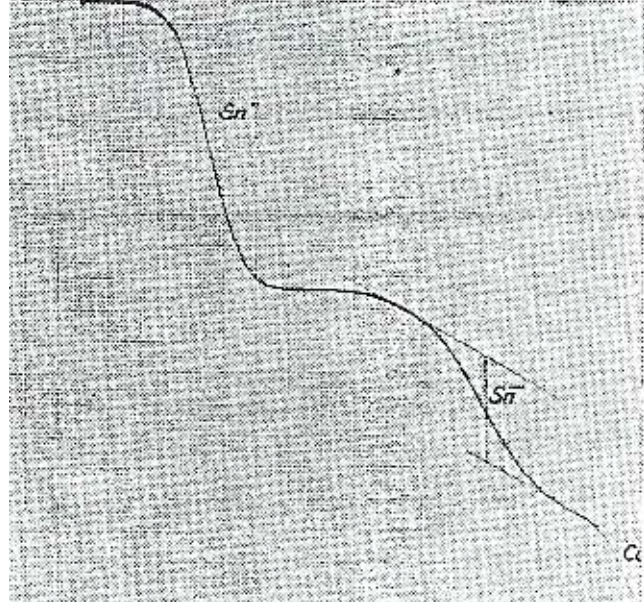
Asitli Kalay Kaplama Çözeltileri

C161 Kalay miktarı tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M HCl + 4 M NH₄Cl
 - 2) %0,005 jelatin çözeltisi

Yöntem :

1 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 5 ml. 1 M HCl + 4 M NH₄Cl çözeltisi, 0,3 ml. %0,005 jelatin çözeltisi ekleyin ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Sn(IV)' in yarı-dalga potansiyeli -0,25 V' tur. Aynı zamanda bakır miktarı da tayin edilebilir.



C162 Bakır, nikel ve çinko miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

2 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl çözeltisi ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

- Yarı-dalga potansiyelleri :
- | | |
|----|-----------|
| Cu | = -0,25 V |
| Ni | = -1,09 V |
| Zn | = -1,33 V |

¹ Wild : Galvanotechnik 60 (1969) 10, s.757.

C 16 Asitli Kalay' ın devamı için

Kalay – Bakır C 8 Bakır – Kalay bölümüne bakınız.

Alkali Kalay Kaplama Çözeltileri

C171 Kurşun miktarı tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik HNO₃
- 2) 0,1 M NaNO₃
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 10 ml. derişik HNO₃ ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın. Çözelti soğuduğunda 10 ml. 0,1 M NaNO₃ ve 0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin ve çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Kurşunun yarı-dalga potansiyeli -0,38 V' tur.

C172 Kadmiyum, çinko ve bakır miktarları tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Derişik HNO₃
- 2) 1 M NH₄Cl + 1 M NH₃
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. kalay kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, asidik reaksiyon olana kadar derişik nitrik asit ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın. Çözelti soğuduğunda sırasıyla

20 ml. 1 M NH₄Cl + 1 M NH₃ çözeltisi
0,5 ml. %0,5 jelatin çözeltisi

ilave edin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri :

Cu = -0,25 V
Cd = -0,81 V
Zn = -1,36 V

Su (Atık Madde Analizi)

C181 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri : $\text{Cu(II)} = -0,25 \text{ V}$
 $\text{Cu (I)} = -0,54 \text{ V}$

C182 Kromat miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1 M KOH
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 30 ml. 1 M KOH ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. CrO_4' ün yarı-dalga potansiyeli -1,03 V' tur.

3-4-5

C183 Krom(III) miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi ve 0,2 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -1,5 V arasında polarografik değerine bakın. Cr(III)' ün yarı-dalga potansiyeli -1,10 V' tur. Eğer çözeltide çinko mevcut ise tayini engelleyecektir.

C184 Nikel miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M KCl + 1 M KCN çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M KCl + 1 M KCN çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın. Nikelin yarı-dalga potansiyeli -1,42 V' tur.

C185 Kalay miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M HCl + 4 M NH_4Cl çözeltisi
 - 2) %0,005 jelatin çözeltisi

Yöntem :

30 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 30 ml. 1 M HCl + 4 M NH_4Cl çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Sn(IV) yarı-dalga potansiyeli -0,25 V, Sn(II) yarı-dalga potansiyeli -0,52 V' tur.

C186 Kadmiyum miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi
 - 3) %0,2 KCN çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 20 ml. 1 M NH_3 + 1 M NH_4Cl çözeltisi, 2 ml. KCN çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,5 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Kadmiyumun yarı-dalga potansiyeli -0,81 V' tur.

C187 Çinko miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M NH_3 + 3 M NH_4Cl çözeltisi
 - 2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

20 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 15 ml. 1 M NH_3 + 3 M NH_4Cl çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın. Çinkonun yarı-dalga potansiyeli -1,36 V' tur.

C188 Paladyum ve rodyum miktarları tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

50 ml. atık suyu pipetle 100 ml.lik balon jöjeye koyun, 30 ml. 1 M piridin + 1 M KCl çözeltisi ve 0,5 ml. jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın. Paladyumun yarı-dalga potansiyeli -0,36 V, rodyumunki ise -0,45 V' tur.

Asitli Çinko Kaplama Çözeltileri

C191 Bakır, demir, kurşun ve kadmiyum miktarları tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Hidrojen peroksit
- 2) 0,03 M trietanolamin + 0,5 M amonyak
- 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun, 10 ml. saf suyla seyreltin ve 2 ml. hidrojen peroksit ekleyin. Kaynayana kadar ısıtın ve çözelti soğuduktan sonra 20 ml. 0,03 M trietanolamin + 0,5 M amonyak çözeltisi ile 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ilave edin. Çizgiye kadar tamamlayın, Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

Yarı-dalga potansiyelleri :

Cu	= -0,23 V
Fe	= -0,60 V
Pb	= -0,76 V
Cd	= -0,88 V
Zn	= -1,45 V

Alkali Çinko Kaplama Çözeltileri

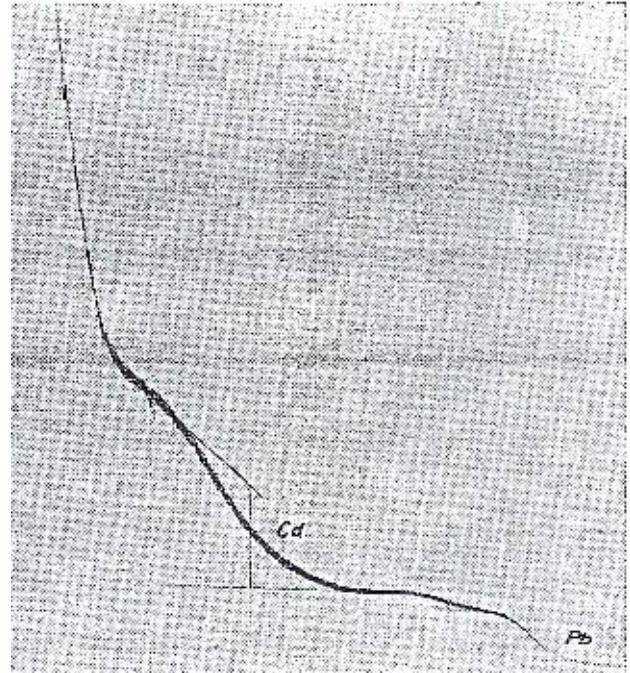
C201 Kurşun ve kadmiyum miktarları tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) Sodyum sülfür
2) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun ve biraz katı sodyum sülfür ile 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin.

Çizgiye kadar tamamlayın, azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,25 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.



C202 Bakır miktarı tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik HCl
2) 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl
3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko elektrolitini pipetle bir behere koyun, 5 ml. derişik HCl ile asidik hale getirin ve kaynayana kadar ısıtın (kokulu gaz çıkışı olur). Çözelti soğuduğunda 100 ml.lik balon jøjeye nakledin, 20 ml. 1 M NH₃ + 1 M NH₄Cl ile 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyip çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Wild : Galvanotechnik 60 (1969) 10, s.758.

3-4

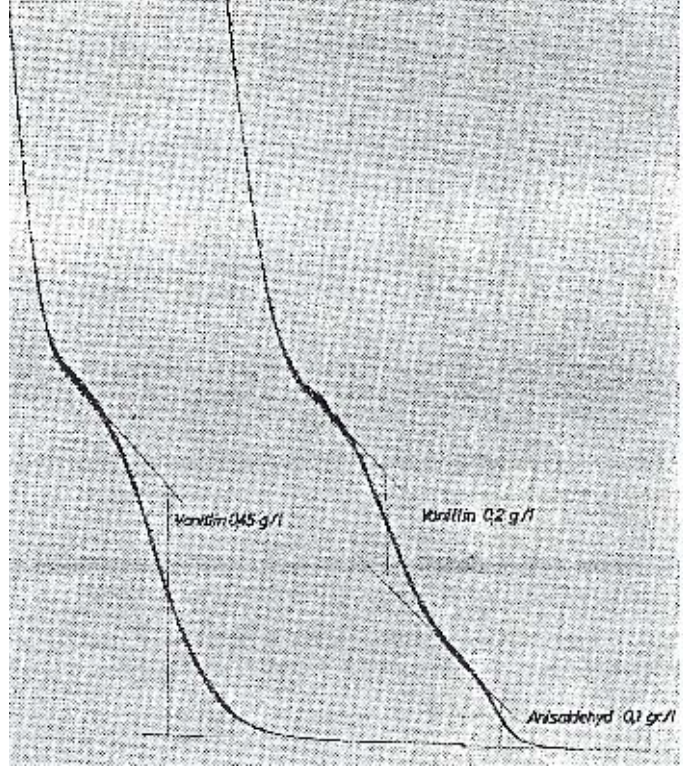
C203 Vanilin miktarı tayini¹

Eklenen kimyasal : 0,2 M tetra metil amonyum hidroksit

Yöntem :

25 ml. çinko elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jojeye koyun ve 10 ml. 0,2 M tetra metil amonyum hidroksit ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla seyreltin, azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -1 ile -3 V arasında polarografik değerine bakın.

Alkali çinko kaplama çözeltileri jelatin (Tiloz) içerdiği için, hem de vanilin kolloid koruyucu özellikleri yüzünden çözeltilere jelatin ilave edilmez. Vanilin için yarı-dalga potansiyeli -1,73 V' tur.

**C204** Bakır ve kalay miktarları tayini

Eklenen kimyasallar : 1) 1:1 HCl
2) 1 M HCl + 4 M NH₄Cl çözeltisi
3) %0,005 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko elektrolitini pipetle bir behere koyun ve 1:1 HCl ile nötralize edin (kokulu gaz çıkışı olur). Kaynayana kadar ısıtın ve çözelti soğuduğu zaman 100 ml.lik balon jojeye nakledin, 5 ml. 1 M HCl + 4 M NH₄Cl ile 0,3 ml. %0,005 jelatin çözeltisi ilave edip çizgiye kadar saf suyla seyreltin. Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

¹ Wild : Galvanotechnik 60 (1969) 10, s.758.

C205 Molibden miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) Doymuş brom suyu
 - 2) 10 M sülfürik asit
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 10 ml. brom suyu ekleyin ve sarı renk kaybolana kadar kaynatın. 20 ml. 10 M H₂SO₄ ekleyin (kokulu gaz çıkışı olur) ve kaynayanaya kadar ısıtın. Çözelti soğuduğunda 0,5 ml. %0,5 ekleyin, çizgiye kadar saf suyla seyreltin, Azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra 0 ile -1 V arasında polarografik değerine bakın.

Mo(VI)' dan Mo(V)' e kadar yarı-dalga potansiyeli -0,15 V ve Mo(V)' ten Mo(III)' e kadar ise -0,23 V' tur. Mo(VI)' dan indirgeme adım adım yapılır ve her adım açıkça tanımlanır.

C206 Sülfat iyonu miktarı tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 M Pb(NO₃)₂
 - 2) Sodyum sülfat
 - 3) %0,5 jelatin çözeltisi

Yöntem :

5 ml. çinko elektrolitini pipetle 100 ml.lik balon jøjeye koyun, 5 ml. 0,1 M kurşun nitrat çözeltisi, biraz sodyum sülfat ve 0,3 ml. %0,5 jelatin çözeltisi ekleyin. Çizgiye kadar saf suyla tamamlayın, azot gazı tatbik edin, köpükler çıkar sonra -0,25 ile -2 V arasında polarografik değerine bakın.

İkinci bir balon jøjede aynı çözelti hazırlanır, çinko elektroliti eklenmez. Sülfat iyonu derişimi çözeltideki kurşun miktarındaki artıştan hesaplanır.

Bölüm C Tabloları

Polarografik Yöntemler

Tablo XV : Polarografik analizler için inorganik maddelerin yarı-dalga potansiyelleri

Tablo XV.

Polarografik analizler için inorganik maddelerin yarı-dalga potansiyelleri

Kimya ve Fizik El Kitabı (*Handbook of Chemistry and Physics*) geniş bir yarı-dalga potansiyel tablosu içerir. Aşağıda verilen tablo, adı geçen tablodan kısaltılarak alınmıştır. Tabloda gösterilen yarı-dalga potansiyelleri, çeşitli temel kaplama elektrolitlerinde bulunan en önemli maddelere aittir. Yarı-dalga potansiyelleri 20 °C sıcaklıkta ve bir Ag/AgCl referans elektrot kullanılarak ölçülmüştür.

Kısaltmalar :

- w = iyi işlem adımı
- i = işlem adımı yok
- NR = kötü işlem adımı
- ↓ = çökelme

Tablo XV.

Polarografik analizler için inorganik maddelerin yarı-dalga potansiyelleri

Sembol	Elementin Adı	2 M CH ₃ COOH 2 M CH ₃ COONH ₄	1 M NH ₃ 1 M NH ₄ Cl	1 M KCl	1 M KCN	1 M NaF	1 M HCl	1 M NaOH	0,1 M KNO ₃	1 M KCNS	0,3 M Trietanolamin 0,1 M KOH
Al ⁺³	Aluminyum	-1,02i	-NR	-1,7i	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR
Sb ⁺³	Antimon	-0,50 -0,38	-0,12	NR	-1,02	-0,71	-0,13w	-0,38 -1,16	-0,11	NR	-0,88
As ⁺³	Arsenik	-1,40 -1,00	-1,70	NR	NR	-1,55	-0,45 -0,69	-0,24	-0,75	-0,64 -1,02 -1,76	-0,3i
As ⁺⁵	Arsenik	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR
Pb ⁺²	Kurşun	-0,47	↓	-0,40w	NR	-0,42	-0,47	-0,70w	-0,36	-0,41w	-0,92
Ce ⁺³	Seryum	NR	NR	NR	NR	NR	NR	↓	NR	NR	NR
Ce ⁺⁴	Seryum	NR	NR	-1,64 -1,5i	NR	NR	NR	↓	-1,20 -0,65i	↓	NR
Cr ⁺³	Krom	-1,38	↓	-1,15	-1,44	-1,1 -1,6	NR	-1,6i	-1,05	NR	NR
Cr ⁺⁶	Krom	NR	-0,27 -1,48 -1,0i	-0,98 -0,45i	-1,40	-0,30 -1,00	NR	-0,91	-1,05	-0,45i -0,97	-1,32
Fe ⁺²	Demir	-0,10 -1,07	↓	-1,4i	NR	-1,4i	NR	↓	-1,37	-1,7i	-0,92
Fe ⁺³	Demir	-0,10 -0,22 -1,07	↓	NR	NR	NR	NR	↓	NR	NR	-0,97
Ge ⁺⁴	Germanyum	-1,41	NR	NR	-1,48w	NR	NR	NR	-1,18	NR	NR
Cd ⁺²	Kadmiyum	-0,65	-0,66	-0,61w	-1,50	-0,57	-0,63w	↓	-0,55w	-0,62w	-0,82
Co ⁺²	Kobalt	NR	-1,17	-1,50	-1,46	-1,43	NR	↓	-1,30 -1,68	-1,07	NR
Co(NH ₃) ₆	Kobalt	-0,44 -1,30	-0,35 -0,17	-0,32 -1,26	NR	-0,44 -1,23	-0,35i	-0,44 -1,47	-0,30 -1,25	NR	-0,55
Cu ⁺²	Bakır	-0,05	-0,10 -0,42	-0,21	NR	~0	-0,23	-0,30 -0,42	~0	-0,56	

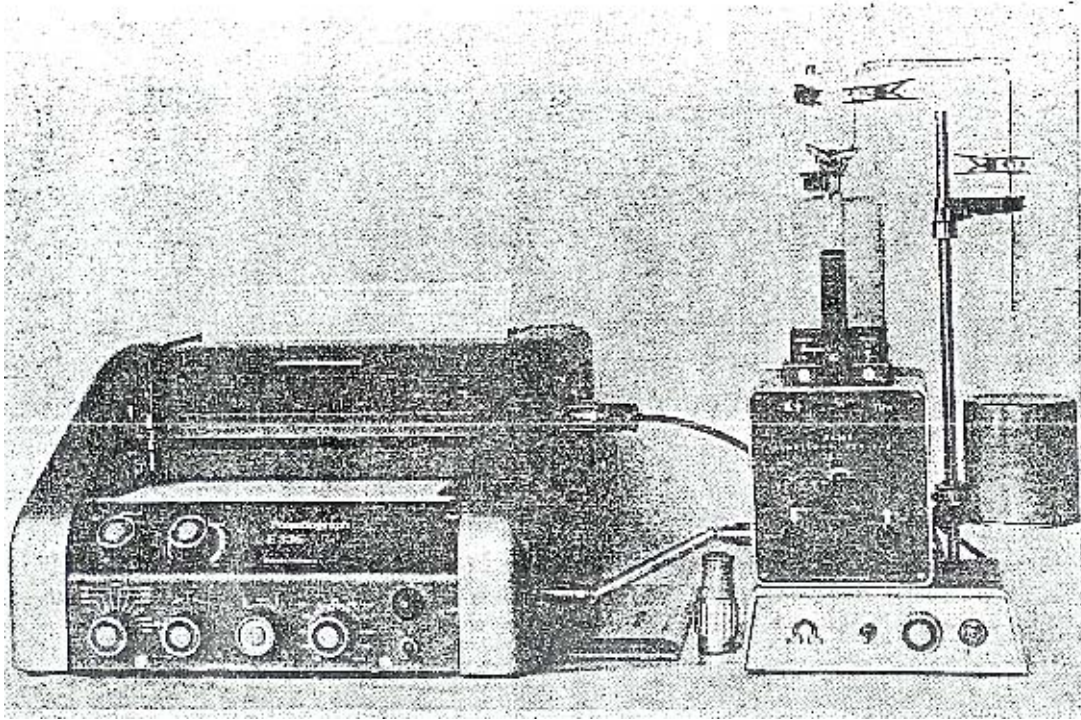
Tablo XV. (devam)

Sembol	Elementin Adı	2 M CH ₃ COOH 2 M CH ₃ COONH ₄	1 M NH ₃ 1 M NH ₄ Cl	1 M KCl	1 M KCN	1 M NaF	1 M HCl	1 M NaOH	0,1 M KNO ₃	1 M KCNS	0,3 M Trietanolamin 0,1 M KOH
Mn ⁺²	Mangan	NR	-1,50	-1,50w	-1,28	-1,53	NR	↓	-1,50	-1,53	-0,44 -1,68
Mo ⁺⁶	Molibden	-0,68 -1,22 -1,55	NR	-1,72 -0,34i -0,58i	NR	-1,3i	-0,10	NR	-0,60	NR	NR
Ni ⁺²	Nikel	-1,10	-1,05	-1,08	-1,35w	-1,07	NR	↓	-1,05	-0,67	-1,35
Pd ⁺²	Paladyum	-0,5i	NR	-1,85,	-1,75i	-1,3i	-0,91	NR	NR	NR	NR
SCN ⁻¹	Siyanür	-1,1i	NR	NR	NR	NR	NR	NR	+0,18		NR
S ₂ O ₃ ⁻²	Tiyosülfat	-0,16	-0,12	-0,13	NR	-0,17	NR	NR	-0,16	NR	NR
S ⁺⁴	Sülfür	-0,65	NR	NR	NR	NR	NR	NR	NR	-1,1i	NR
Se ⁺⁴	Selenyum	-0,71w -1,18	-1,60	NR	NR	-0,74 -1,40	0 -0,49	NR	-1,25	NR	NR
Tl ⁺¹	Talyum	-0,43	-0,45	-0,47	NR	-0,47	-0,47	-0,45	-0,43	-0,51	-0,44
U ⁺⁶	Uranyum	-0,42	NR	-0,17 -1,25	NR	NR	-0,17	↓	-0,15	-0,30 -1,34	-0,75i
V ⁺⁵	Vanadyum	NR	-1,25	-1,38	-1,5i -1,7i	-0,10 -0,40	NR	-0,42 -1,40	NR	-1,4i	-0,45
Bi ⁺³	Bizmut	-0,20	NR	-0,06w	NR	NR	-0,09w	-0,58	~0w -0,15w	NR	-0,58
W ⁺⁶	Tungsten	-0,2i -0,8i	NR	-1,16	NR	-1,40	NR	-0,87	NR	-1,22	NR
Zn ⁺²	Çinko	-1,04	-1,30	-1,02	NR	-1,07	NR	-1,51	-0,97	-1,02	-1,57
Sn ⁺²	Kalay	-0,15 -0,60		-0,47	NR	-1,0i	-0,63 -0,48i	↓	NR	↓	NR
Sn ⁺⁴	Kalay	NR		-0,47	NR	NR	-0,47	↓	NR	-0,46	NR
Zr ⁺⁴	Zirkonyum	NR	NR	-1,58	NR	NR	NR	NR	-1,04	-1,54	NR

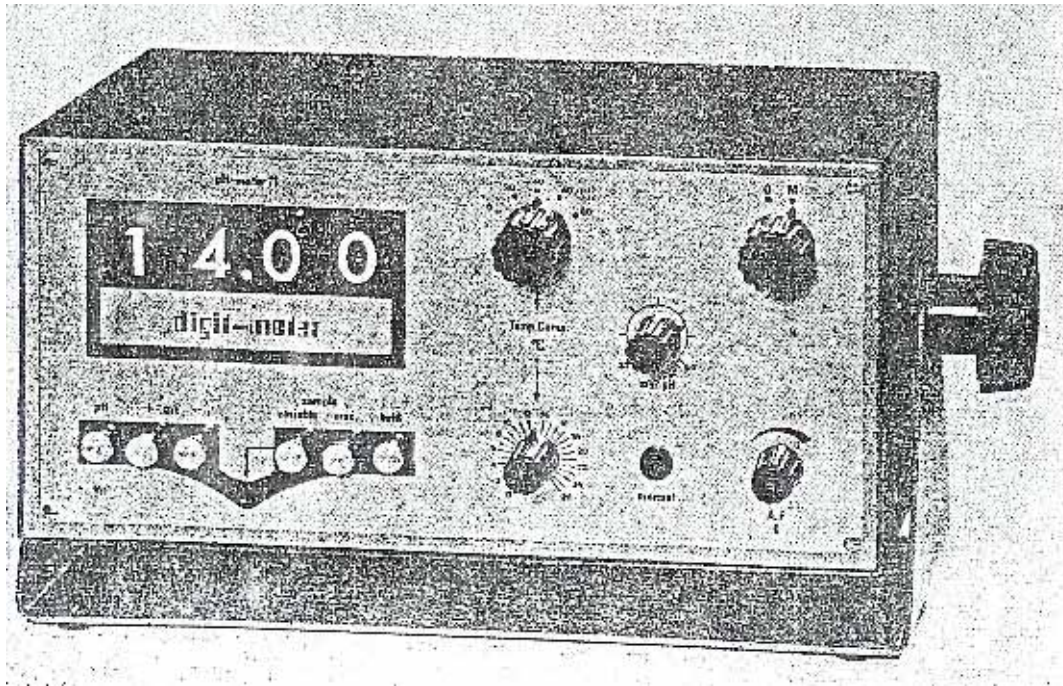
D Bölümü Hakkında Not :

Bu bölüm tercih edilen analitik tekniklerden oluşmaktadır. Bununla birlikte, bu bölümdeki teknikler, kitap yayınlandığı esnada henüz bütün kaplama elektrolitleri için saptanmamıştı. Alternatif metodlar A, B ve C bölümlerinde geniş şekilde açıklanmıştır.

Eksik olan alt bölüm numaraları not edilerek (D1 – antimon kaplama çözeltileri gibi) mevcut olan bölümler sırayla verilmiş, eksik bölümler ileride tamamlanması amacıyla boş bırakılmıştır.



potentiograph E336 modeli Potansiyometre.



Analiz deđerlerini dijital olarak hesaplayan Potansiyometre

Asitli Bakır Kaplama Çözeltileri

D6 1 Klorür miktarının potansiyometrik tayini

Eklenen kimyasal : 0,01 N AgNO₃ çözeltisi

Yöntem :

100 ml. bakır kaplama çözeltisini pipetle 150 ml.lik bir behere koyun ve 0,01 N gümüş nitrat çözeltisiyle potansiyelde kıvılcıktanma olana kadar titre edin. Titrasyonun sonuna doğru gümüş nitrat eşit ve küçük porsiyonlar halinde eklenmelidir. Ölçüm için bir Hg₂SO₄ referans elektrodu ve bir Ag/AgCl indikatör elektrodu kullanın. (AgNO₃ = a ml.)

Hesaplama : $a \times 5,84 = \dots$ [mg/lt] NaCl

Not :

Bitiş noktasının tayin edilmesi

Hacimdeki eşit artışlar için potansiyel değerindeki değişimleri ve D değerinin maksimum değerden önceki ve sonraki adımlardaki farkını elde edin, şöyle ki;

$$V = V_1 + [\text{delta } V \cdot (D_1 / (D_1 + D_2))]$$

V = Titrasyon bitimindeki hacim

V₁ = Maksimumdan önceki hacim

delta V = Hacimdeki artma miktarı

D₁ = Maksimumdan önceki adımdaki potansiyel değeri

D₂ = Maksimumdan sonraki adımdaki potansiyel değeri

Alkali Bakır Kaplama Çözeltileri

D7 1 Siyanür miktarının potansiyometrik tayini¹

Eklenen kimyasal : 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Oda sıcaklığındaki bakır kaplama çözeltisinden pipetle 5 ml. alarak bir behere koyun ve elektrotlar iyice suya gömülene kadar saf suyla seyreltin. Silindiri 0,1 N AgNO₃ ile doldurun.

Potansiyometre ayarları :

Titrasyon hızı	4
Gerilim aralığı	500 mV
Karşıt gerilim	500 mV

Siyanürün potansiyel farkı ortadan kalkar kalkmaz titrasyonu kesebilmek için, titrasyon esnasında büretin ucu sıvının içinde olmalıdır,

Değerlendirme :

Sonuçlar grafik kağıdı üzerinde işaretlenip grafiği çizilmelidir. Çizim yaparken kaydırmalı cetvel kullanın ve hacim değerlerini x ekseninde işaretleyin.

Hesaplama :
... [ml] 0,1 N AgNO₃ x 0,520 x 2 = ... [gr/lt] CN⁻
... [ml] 0,1 N AgNO₃ x 1,302 x 2 = ... [gr/lt] KCN
... [ml] 0,1 N AgNO₃ x 0,980 x 2 = ... [gr/lt] NaCN

¹ Vorschrift : Firma Deutsche Metrohm, Bernhausen bei Stuttgart-

Yağ Alma Çözeltileri

D9 1 Klorür miktarının potansiyometrik tayini

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik HNO₃
2) 0,1 N AgNO₃ çözeltisi

Yöntem :

10 ml. yağ alma çözeltisini pipetle 400 ml.lik bir behere koyun, 10 ml. derişik HNO₃ ekleyin ve kaynayana kadar ısıtın. Soğutup 250 ml. saf su ilave edin, Hg₂SO₄ referans elektrodu ve Ag/AgCl indikatör elektrodu kullanarak potansiyelde deęişme olana kadar 0,1 N AgNO₃ ile titre edin. AgNO₃ hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,354 = \dots$ [gr/lt] Cl

D9 2 Yağ alma verimi tayini

Eklenen kimyasal : 10 gr/lt sodyum klorür + 5 gr/lt aktif karbon

Yöntem :

5 x 5 cm. boyutundaki pirinç levhaların yağını almak için test çözeltisine daldırın, sodyum klorür – aktif karbon çözeltisinde iyice ıslatın. Etkili bir şekilde yağ almaya tabi tutulmamış bölgelere aktif karbon yapışacak ve açıkça belli olacaktır.

Altın Kaplama Çözeltileri

D101 Gümüş miktarının potansiyometrik tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik sülfürik asit
2) 0,01 N sodyum klorür çözeltisi

Yöntem :

20 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 10 ml. derişik sülfürik asit ekleyin ve beyaz dumanlar oluşana kadar buharlaştırın. Çözelti soğuduğunda 50 ml.lik balon jojeye dökün ve çizgiye kadar saf suyla tamamlayın. Altın çökeldiğinde temiz sıvıdan pipetle 20 ml. çekip bir behere koyun, 40 ml. saf suyla seyreltin, bir gümüş elektrot ve cıva sülfat referans elektrodu kullanarak, potansiyelde değışme olana kadar 0,01 N NaCl ile titre edin. NaCl hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,168 = \dots$ [gr/lt] Ag

D102 Nikel miktarının potansiyometrik tayini²

Eklenen kimyasallar : 1) 0,2 M KCN çözeltisi
2) %2 hidrazin sülfat çözeltisi
3) Derişik HCl
4) Derişik HNO₃
5) Derişik NH₃

Yöntem :

10 ml. altın kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 10 ml. derişik HCl ekleyin (gaz çıkışı olur) ve ısıtın. Siyanür çökeldiğinde çözeltiyi başlangıçtaki hacminin dörtte biri kalana kadar buharlaştırın, tüm katı maddeler çözülene kadar derişik HNO₃ damlatın ve tekrar hacminin dörtte biri kalana kadar buharlaştırın. Soğutun ve 100 ml.lik balon jojeye döküp, çizgiye kadar saf suyla seyreltin.

¹ Hoeltgen : Galvanotechnik 55 (1964), sayfa 6

² Application Bulletin no. 14d, Firma Metrohm, Herisau/Schweiz

2-3

Bu çözeltinin 10 ml.sini bir behere nakledin, 10 ml. saf suyla seyreltin, 10 ml. derişik amonyak ve 5 ml. hidrazin sülfat çözeltisi ekleyip kaynayana kadar ısıtın.

İndirgeme esnasında pH değeri 10,5 in altında olmalıdır. Oda sıcaklığına soğuttuktan sonra Ag₂S kaplı katı gümüş elektrot ve bir kalomel referans elektrot kullanarak 0,2 M KCN çözeltisiyle titre edin. KCN hacmi : a ml.

Hesaplama : $(a \times 2,934) / 2 = \dots$ [gr/lt] Ni

D103 Altın ve bakırın aynı anda tayini

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 10 gr. Mohr tuzu (FeSO₄(NH₄)₂SO₄.6H₂O) 250 ml.ye seyreltilir (0,1 M Fe) sonra HCl' ye dikkat ederek 0,1 M yapılır.
 - 2) Asetat tampon çözeltisi (50 gr. Sodyum asetat + 3 ml. derişik asetik asit 250 ml.ye seyreltilir.)
 - 3) Potasyum florür çözeltisi, %20 KF
 - 4) Potasyum iyodür çözeltisi, 0,2 M KI

Titrasyonun yapılışı: 0,05 M Cu(II) çözeltisi arı CuSO₄.5H₂O' dan veya eşit miktarda saf bakırı çözerek hazırlanır. Çözelti aynı zamanda H₂SO₄ dikkatlice kullanılarak 0,05 M yapılmalıdır.

Baz çözeltisi :

10 ml. kaplama çözeltisini 100 ml. beherde 10 ml. derişik hidroklorik asitle ısıtın. Siyanür reaksiyonu (köpükçük çıkarma) sona erdiğinde yarı hacmine kadar buharlaştırın. Sonra çökelmiş altını en fazla 0,5 ml.ye kadar derişik HNO₃ damlatarak okside edin. Yapılan eklemelerin gerçekten çözeltiye karışıp karışmadığını (kabul edildiğini) görmek için dikkat edilmelidir.

¹ Application Bulletin, Firma Metrohm, Herisau/Schweiz

Nikel Kaplama Çözeltileri

D13 Anyon değişimi aracılığıyla çözeltideki yabancı metallerin tayini¹

- Eklene kimyasallar :
- 1) Derişik HCl
 - 2) 6 M HCl
 - 3) 3,5 M HCl
 - 4) 0,01 M EDTA çözeltisi
 - 5) 0,005 M HCl
 - 6) Mureksit – NaCl karışımı 1:100
 - 7) Derişik NH₃
 - 8) Tampon çözeltisi (70 gr. NH₃Cl + 570 ml. derişik NH₃, 1000 ml.ye seyreltilmiş)
 - 9) Erio T (NaCl ile 1:400)
 - 10) 10 M HCl
 - 11) 0,5 M HCl

D13 1 Bakır, çinko ve kadmiyum miktarları tayini

Yöntem :

50 ml. nikel kaplama çözeltisine 45 ml. 1,19 hidroklorik asit ekleyin ve daha önceden 6 M hidroklorik asitle durulanmış olan iyon değıştiriciden geçirin. Çıkışında nikelden eser kalmayınca kadar 6 M HCl ile yıkayın. Ardından bakır 3,5 M hidroklorik asitle yıkayarak çıkarın ve elutriatı (tortuyu) 0,01 EDTA çözeltisiyle titre edin. Şimdi 0,005 M HCl kullanarak, çinko ve kadmiyumu birlikte yıkayarak çıkarın, elutriatı tekrar EDTA çözeltisiyle titre edin. Bu tarif edilen yöntemi kullanırken çinkoyu kadmiyumdan ayırmak mümkün değildir, elde edilen değer daime bu iki metalin toplamını verecektir.

Nikelde fazlalık olarak sadece bakır metalinin var olması durumunda ise, 0,005 M hidroklorik asitle yıkamak suretiyle bakır direkt olarak çıkarılabilir ve bu halde tayin işlemini öncekine nazaran çok daha hızlı sonuçlanacaktır.

¹ Knodler : Metalloberfläche 16 (1962), sayfa 229-231.

D134 Stalagmometre kullanarak yüzey gerilimi tayini

Yöntem :

Stalagmometrenin emme tüpüne kaplama çözeltisinden bilinen miktarda sıvı çekin ve damlaları sayın. Bu değeri yüzey gerilimi bilinen aynı sayıya karşılık gelen standart bir çözeltinininki ile karşılaştırın (su 72 dyn/cm). sayımlar aynı cihazla yapılmalıdır.

$$\text{Hesaplama : } T_x = \frac{T_s \times D_x \times (\text{standart çözeltisinin damla sayısı})}{D_s \times (\text{test çözeltisinin damla sayısı})}$$

T_x = Test çözeltisinin yüzey gerilimi

T_s = Standart çözeltinin yüzey gerilimi

D_x = Test çözeltisinin yoğunluğu

D_s = Standart çözeltinin yoğunluğu

D135 Borik asidin potansiyometrik tayini¹

- Eklenen kimyasallar :
- 1) 0,1 N potasyum hidroksit
 - 2) EDTA çözeltisi (etilen diamin tetra asetik asit sodyum tuzu 0,1 M, Titripleks veya komplekzon III olarak da bilinir)
 - 3) Mannitol çözeltisi (15 gr. D(-)-mannitol, p.a. (Merck), 100 ml. suda)

Yöntem :

Oda sıcaklığındaki 10 ml. nikel kaplama çözeltisini bir dereceli balonun içinde saf suyla seyreltin ve iyice karıştırın. Bu çözeltinin 10 ml.sini 100 ml.lik behere nakledin ve 20 ml. Mannitol ile 1 ml. EDTA çözeltisi ilave edin.

Silindiri 0,1 N KOH ile doldurun ve potansiyometreyi hazır hale getirin.

¹ Vorschrift : Firma Deutsche Metrohm, Bernhausen bei Stuttgart.

5-6

Ayarlar	: Titrasyon hızı	5
	Gerilim aralığı	500 mV
	Karşıtlı gerilim	500 mV

Cam elektrodun, porselen diyaframın ıslanması için yetecek kadar sıvıya batmış olmasına dikkat edin. Büretin ucu da titrasyon esnasında sıvının içine batmış halde olmalıdır. Tam bir karıştırma elde edebilmek için ajitasyon yapılmalıdır. Ajitasyon başladığında titrasyon da başlatılabilir. Sülfürik ve borik asit değişimleri açıkça görünür görünmez titrasyona son verilmelidir.

Değerlendirme :

Sonuçlar bir grafik haline getirilmelidir. Sülfürik asit ve borik asit için bükülme noktaları kaydırmalı bir cetvelle elde edilmeli ve bükülme noktasındaki hacim x ekseninde işaretlenmelidir.

Eğer sülfürik asit için potansiyeldeki düşmenin tesbiti düşük alkali tüketiminden dolayı çok zor olur ise, analiz işlemi ilk analizde kullanılan miktarın 10 katı kaplama numunesi ve EDTA kullanılarak ve Mannitol eklemeyen H₂SO₄ ile titre ederek tekrar edilebilir.

Borik asit miktarını tesbit etmek için hesaplama yapılırken kullanılacak potasyum hidroksit miktarı, sülfürik asit damlatmasından sonra ölçülen hacim değerinin borik asit damlatmasından sonra elde edilen hacim değerinden çıkarılmasıyla elde edilir. Çıkan sonuç 10' a bölünür.

Hesaplama :

$$\left(\dots \text{ ml. } 0,1 \text{ N KOH} - \dots \text{ ml. } 0,1 \text{ N KOH} \right) \times 6,18 = \dots \text{ [gr/lt] H}_3\text{BO}_3$$

(ikinci damlatmada) (ilk damlatmada)

D136 Klorürün potansiyometrik tayini

Eklenen kimyasal : 0,1 N gümüş nitrat çözeltisi

Yöntem :

Oda sıcaklığındaki 5 ml. nikel kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun ve saf suyla seyreltin. Elektrotların iyice sıvıya batmasını ve tam karıştırmayı sağlayın. Silindiri 0,1 N AgNO₃ ile doldurun.

¹ Vorschrift : Firma Deutsche Metrohm, Bernhausen bei Stuttgart.

Potansiyometre Ayarları	: Titrasyon hızı	4
	Gerilim aralığı	500 mV
	Karşıtl gerilim	0 mV

Titrasyon esnasında büretin ucu sıvıya batmış olmalıdır. Ajitasyon başladığında titrasyon da başlatılabilir. Klorürün potansiyel değişimi açıkça görünür görünmez titrasyona son verilmelidir.

Değerlendirme :

Sonuçlar bir grafik haline getirilmelidir. Bükülme noktası kaydırmalı bir cetvelle elde edilmeli ve bükülme noktasındaki hacim x ekseninde işaretlenmelidir.

Hesaplama : . . . ml. 0,1 N AgNO₃ x 0,355 x 2 = . . . [gr/lt] Cl⁻
 . . . ml. 0,1 N AgNO₃ x 1,296 = . . . [gr/lt] NiCl₂

Gümüş Kaplama Çözeltileri

D15 1 Gümüşün potansiyometrik tayini¹

Eklenen kimyasallar : 1) p.a. HNO₃
2) p.a. H₂SO₄
3) 0,1 N KBr

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle çekip 250 ml.lik bir behere koyun, 5 ml. derişik HNO₃ ve 5 ml. H₂SO₄ ekleyin ve beyaz SO₃ dumanları oluşana kadar kum banyosunda ısıtın. Soğutup saf suyla dikkatlice 100 ml.ye seyreltin. Bir gümüş referans elektrodu kullanarak potansiyelde en büyük deęişim gözlenene kadar (yaklaşık 200 mV) 0,1 N KBr ile titre edin. 0,1 N KBr hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 2,137 = \dots$ [gr/lt] Ag

D15 2 Antimonun potansiyometrik tayini²

Eklenen kimyasallar : 1) Derişik sülfürik asit
2) Derişik nitrik asit
3) Sodyum sülfür
4) Derişik hidroklorik asit
5) %5 lik potasyum bromür çözeltisi
6) 0,05 N potasyum bromat çözeltisi

Yöntem :

5 ml. gümüş kaplama çözeltisini pipetle çekip 100 ml.lik bir behere koyun, 5 ml. derişik sülfürik asit ve 2 ml. derişik nitrik asit ekleyin ve yoğun beyaz duman oluşup çözelti tekrar durulaşana kadar kum banyosunda buharlaştırın.

¹ Analyt. Vorschrift : Dr. E. Durrwachter-DODUCO KG., Pforzheim.

² Weiner : Analytische Untersuchungen im galvanischen Betrieb.
Eugen G. Leuze Verlag, Saulgau/Wurt. (1968) sayfa 66

2

Soğumaya bırakın, yaklaşık 10 ml. saf suyla seyreltin, bir tutam sodyum sülfür katın ve tekrar beyaz duman oluşana kadar buharlaştırın. Soğuduğunda 15 ml. derişik hidroklorik asit ve 5 ml. potasyum bromür çözeltisi ilave edin, kaynama noktasına kadar ısıtın ve beheri yarısına kadar saf suyla tamamlayın. Ardından bir cam elektrot ve bir altın elektrot sokun ve kuvvetli bir karıştırma ile 40 °C' de, potansiyelde deęişme olana kadar 0,05 N potasyum bromatla potansiyometrik titrasyon uygulayın. Potasyum bromat hacmi : a ml.

Hesaplama : $a \times 0,304 = \dots$ [gr/lt] Sb

Not :

Potasyum bromat çözeltisinin standardizasyonunu saptamanın en iyi yolu, antimon konsantrasyonu bilinen bir gümüş çözeltisinde doğrudan yapmaktır. Bu amaçla yeni hazırlanmış, antimon içermeyen gümüş kaplama çözeltisine tam olarak doğru ölçülmüş miktarda 0,5 - 1 gr/lt antimon eklenmeli ve titrasyon yukarıdaki gibi uygulanmalıdır.

Çinko Kaplama Çözeltileri

D19 1 Potasyum hekzasiyanoferrat(II) kullanarak çinko miktarının potansiyometrik tayini

Eklenen kimyasallar :

- 1) Potasyum hekzasiyanoferrat(II) çöz. 43,07 gr/lt
- 2) Potasyum hekzasiyanoferrat(III) çöz. 1 gr/lt
- 3) 0,1 N hidroklorik asit
- 4) Potasyum sülfat

Yöntem :

10 ml. çinko kaplama çözeltisini pipetle bir behere koyun, 50 ml. saf suyla seyreltin, bir tutam potasyum sülfat, 2 damla 0,1 N hidroklorik asit ve 10 ml. potasyum hekzasiyanoferrat ilave edin.

Çözeltiyi yaklaşık 60-70 °C' ye kadar ısıtın ve birleştirilmiş bir platin elektrot kullanarak, potansiyelde kıvıldağa olana kadar potasyum hekzasiyanoferrat(II) çözeltisiyle titre edin. Potasyum hekzasiyanoferrat(II) hacmi : a ml.

Hesaplama : $a = \dots$ [gr/lt] Zn

Anahtar Kelimeler

Kitapta geçen konuların tam listesi aşağıda alfabetik olarak verilmiştir.

A

Alkali	(Bakır banyosunda)	D7.2
Alkali	(Kalay banyosunda)	A18.8
Altın	(Altın banyosunda)	A12.1 – A12.2 – S12.3 – A12.4 – A12.5 – B8.7 – B8.8 – B8.9 – D10.3
Aluminyum	(Atıksuda)	B16.13
Aluminyum	(Çinko banyosunda)	A20.13 – A21.9
Amonyak	(Çinko banyosunda)	A21.7
Amonyak	(Demir banyosunda)	A13.5 – B9.2
Amonyak	(Nikel banyosunda)	A15.14 – B11.4 – B11.5
Amonyak	(Paladyum banyosunda)	A16.6 – B12.7
Antimon	(Antimon banyosunda)	A1.1 – A1.2
Antimon	(Gümüş banyosunda)	B13.6 – C15.1 – D15.2
Asit	(Antimon banyosunda)	A1.3
Asit	(Kalay banyosunda)	A19.8 – A19.9
Asit	(Kurşun banyosunda)	A14.6

B

Bakır	(Altın banyosunda)	A12.7 – A12.8 – B8.3 – C10.1 – D10.3
Bakır	(Antimon banyosunda)	C1.3
Bakır	(Atıksuda)	B16.8 – B16.9 – C18.1
Bakır	(Bakır banyosunda)	A7.1–A7.2–A8.1–A8.2–A8.3–A8.4–A9.1– A10.1
Bakır	(Bronz banyosunda)	A3.1 – A3.2
Bakır	(Çinko banyosunda)	A20.14–B17.1–B18.4–C19.1–C20.2–C20.4
Bakır	(Gümüş banyosunda)	A17.10 – B13.1 – B13.2 – B13.3 – C15.2
Bakır	(Kadmiyum banyosunda)	B3.4 – C3.1
Bakır	(Kalay banyosunda)	B14.2 – B15.1 – C16.2 – C17.2
Bakır	(Kalay-kurşun banyosunda)	C12.1
Bakır	(Kobalt banyosunda)	C5.2
Bakır	(Krom banyosunda)	A5.9 – A5.10 – A5.14 – B4.2 – C4.5
Bakır	(Kurşun banyosunda)	C12.1
Bakır	(Nikel banyosunda)	A15.15 – B11.6 – B11.7 – C13.1 – D13.1
Bakır	(Paladyum banyosunda)	A17.10
Bakır	(Pirinç banyosunda)	A2.1 – A2.3
Bakır	(Yağ alma banyosunda)	B7.5 – C9.1
Bor	(Atıksuda)	B16.14
Borik asit	(Çinko banyosunda)	A21.11
Borik asit	(Kobalt banyosunda)	A6.5
Borik asit	(Nikel banyosunda)	A15.6 – A15.7 – D13.5

Ç

Çinko	(Altın banyosunda)	C10.1
Çinko	(Antimon banyosunda)	C1.3
Çinko	(Atıksuda)	B16.11 – C18.7
Çinko	(Bakır banyosunda)	A8.10 – A8.13 – C7.1 – C8.1
Çinko	(Bakır-kalay banyosunda)	C8.1
Çinko	(Çinko banyosunda)	A20.1 – A20.2 – A20.3 – A20.4 – A20.5 – A20.6 – A21.1 – A21.2 – A21.3 – A21.4 – D19.1
Çinko	(Kadmiyum banyosunda)	B3.3 – C3.2
Çinko	(Kalay banyosunda)	B15.4
Çinko	(Kalay-kurşun banyosunda)	C12.2
Çinko	(Kobalt banyosunda)	C5.1
Çinko	(Krom banyosunda)	A15.12 – A5.14 – C4.5
Çinko	(Kurşun banyosunda)	C12.2

Anahtar Kelimeler

Çinko	(Nikel banyosunda)	A15.7 – B11.8 – C13.3 – D13.1 – D13.2
Çinko	(Pirinç banyosunda)	A2.2 – A2.3
Çinko	(Yağ alma banyosunda)	B7.7 – C9.1

D

Demir	(Altın banyosunda)	B8.4
Demir	(Atıksuda)	B16.10
Demir	(Bakır banyosunda)	A7.6 – A8.14 – B5.2 – B6.2 – C7.3
Demir	(Çinko banyosunda)	A20.13 – A20.14 – A21.9 – A21.10 – B17.2 – B18.1 – B18.2 – B18.3 – C19.1
Demir	(Demir banyosunda)	A13.1 – A13.2
Demir	(Kadmiyum banyosunda)	B3.1
Demir	(Kalay banyosunda)	B14.1
Demir	(Krom banyosunda)	A5.7 – A5.8 – B4.1
Demir	(Nikel banyosunda)	A15.12 – A15.13 – B11.9
Demir	(Pirinç banyosunda)	B2.1
Deterjan	(Atıksuda)	B16.15
Deterjan	(Bakır banyosunda)	B5.3
Deterjan	(Nikel banyosunda)	B11.10

F

Florür	(Bakır banyosunda)	A9.2 – A10.2
Florür	(Çinko banyosunda)	A21.8
Florür	(Krom banyosunda)	A5.15 – A5.16 – A5.17
Formaldehit	(Bakır banyosunda)	C7.4
Formaldehit	(Nikel banyosunda)	A15.11
Fosfat	(Altın banyosunda)	B8.5
Fosfat	(Atıksuda)	B16.4
Fosfat	(Yağ alma banyosunda)	A11.4 – A11.8 – A11.11 – B7.2

G

Gümüş	(Altın banyosunda)	A12.6 – D10.1
Gümüş	(Gümüş banyosunda)	D15.1
Gümüş	(Paladyum banyosunda)	A17.1 – A17.2 – A17.3 – A17.4 – A17.5

H

Hidroklorik asit	(Demir banyosunda)	A13.7
Hidroksit	(Bakır banyosunda)	A8.9 – D6.1
Hidroksit	(Bronz banyosunda)	A3.4
Hidroksit	(Çinko banyosunda)	A20.9 – A20.10
Hidroksit	(Kadmiyum banyosunda)	A4.10 – A4.11
Hidroksit	(Kalay banyosunda)	A18.3 – A18.7
Hidroksit	(Pirinç banyosunda)	A2.6 – A2.7 – A2.8
Hidroksit	(Yağ alma banyosunda)	A11.1 – A11.7 – A11.9

İ

İndiyum	(Altın banyosunda)	B8.2 – C10.2
---------	--------------------	--------------

K

Kadmiyum	(Atıksuda)	C18.6
Kadmiyum	(Çinko banyosunda)	C19.1 – C20.1
Kadmiyum	(Kadmiyum banyosunda)	A4.1 – A4.2 – A4.3 – A4.4 – A4.5
Kadmiyum	(Kalay banyosunda)	C17.2

Anahtar Kelimeler

Kadmiyum	(Kalay-kurşun banyosunda)	C12.2
Kadmiyum	(Kurşun banyosunda)	C12.2
Kadmiyum	(Nikel banyosunda)	C13.5 – D13.1 – D13.2
Kadmiyum	(Pirinç banyosunda)	C2.1
Kalay	(Antimon banyosunda)	C1.2
Kalay	(Atıksuda)	C18.5
Kalay	(Bronz banyosunda)	A3.1
Kalay	(Çinko banyosunda)	C20.4
Kalay	(Kadmiyum banyosunda)	C3.3
Kalay	(Kalay banyosunda)	A18.1 – A18.2 – A18.6 – A19.1 – A19.2 – A19.3 –A19.4 – A19.5 – A19.6 – A19.7 – C16.1 – C20.4
Kalay	(Kurşun banyosunda)	A14.5
Karbonat	(Altın banyosunda)	A12.11
Karbonat	(Bakır banyosunda)	A8.7 – A8.8 – D7.2
Karbonat	(Bronz banyosunda)	A3.5
Karbonat	(Çinko banyosunda)	A20.11 – A20.12
Karbonat	(Gümüş banyosunda)	A17.8 – A17.9
Karbonat	(Kadmiyum banyosunda)	A4.9 – A4.10 – A4.11
Karbonat	(Kalay banyosunda)	A18.4
Karbonat	(Pirinç banyosunda)	A2.5 – A2.8
Karbonat	(Yağ alma banyosunda)	A11.2 – A11.6 – A11.10 – A11.11
Klor	(Atıksuda)	B16.6
Klorür	(Altın banyosunda)	A12.12
Klorür	(Bakır banyosunda)	A7.4 – A7.5 – B5.1 – C6.1 – D6.1
Klorür	(Çinko banyosunda)	A21.5
Klorür	(Demir banyosunda)	A13.6
Klorür	(Kalay banyosunda)	A18.5 – A19.10
Klorür	(Kobalt banyosunda)	A6.4
Klorür	(Krom banyosunda)	A5.13 – C4.4 – D4.3
Klorür	(Nikel banyosunda)	A15.4 – A15.5 – D13.6
Klorür	(Paladyum banyosunda)	A16.4
Klorür	(Yağ alma banyosunda)	A11.12 – D9.1
Kobalt	(Altın banyosunda)	B8.6 – C10.4
Kobalt	(Kobalt banyosunda)	A6.1 – A6.2 – A6.3
Kobalt	(Nikel banyosunda)	A15.16 – B11.12 – C13.9
Kobalt	(Nikel-kobalt banyosunda)	D13.3
Koumarin	(Nikel banyosunda)	B11.3
Krom	(Atıksuda)	B16.1 – C18.2 – C18.3
Krom	(Krom banyosunda)	A5.1 – A5.2 – A5.3 – D4.1
Krom	(Nikel banyosunda)	B11.1 – B11.2 – C13.2
Krom	(Paladyum banyosunda)	B12.8 – B12.9 – C14.3 – C14.4
Krom	(Yağ alma banyosunda)	B7.4 – C9.1
Kurşun	(Atıksuda)	B16.12
Kurşun	(Bakır banyosunda)	C7.2
Kurşun	(Bakır-kalay banyosunda)	C8.2
Kurşun	(Çinko banyosunda)	C19.1 – C20.1
Kurşun	(Kalay banyosunda)	B15.2 – C17.1
Kurşun	(Kurşun banyosunda)	A14.1 – A14.2 – A14.3 – A14.4 – B10.1
Kurşun	(Nikel banyosunda)	A15.18 – C13.1
Kurşun	(Pirinç banyosunda)	C2.1

M

Magnezyum	(Nikel banyosunda)	A15.19
Mangan	(Demir banyosunda)	A13.3 – A13.4 – B9.1 – C11.1
Molibden	(Çinko banyosunda)	B17.3 – B17.4 – C20.5

N

Nemlendirici	(Nikel banyosunda)	A15.21
Nikel	(Altın banyosunda)	A12.7 – A12.8 – B8.1 – C10.1 – C10.3 – D10.2
Nikel	(Atıksuda)	B16.7 – C18.4
Nikel	(Demir banyosunda)	C12.2
Nikel	(Gümüş banyosunda)	A17.10 – A17.11 – B13.4 – B13.5 – C15.2
Nikel	(Kadmiyum banyosunda)	B13.5 – C3.5
Nikel	(Kalay banyosunda)	C16.2
Nikel	(Kalay-kurşun banyosunda)	C12.2
Nikel	(Kobalt banyosunda)	C5.3
Nikel	(Krom banyosunda)	A5.11 – A5.14 – B4.3 – C4.5
Nikel	(Nikel banyosunda)	A15.1 – A15.2 – A15.3 – C13.4
Nikel	(Paladyum banyosunda)	A17.10 – A17.11
Nikel	(Yağ alma banyosunda)	B7.6 – C9.1
Nitrat	(Gümüş banyosunda)	B13.7
Nitrat	(Kalay banyosunda)	B15.3
Nitrat	(Nikel banyosunda)	B11.11
Nitrit	(Atıksuda)	B16.3
Nitrit	(Paladyum banyosunda)	A16.5 – B12.6 – C14.2

P

Paladyum	(Atıksuda)	C18.8
Paladyum	(Nikel banyosunda)	C13.7
Paladyum	(Paladyum banyosunda)	A16.1 – A16.2 – A16.3 – B12.1 – B12.2 – B12.3 – B12.4 – B12.5 – C14.1
Parlaticılar	(Nikel banyosunda)	A15.20
Piridin	(Nikel banyosunda)	B11.13 – C13.8
Potasyum	(Krom banyosunda)	C4.2

R

Rodyum	(Atıksuda)	C18.8
Roşel tuzu	(Bakır banyosunda)	A8.15

S

Sakkarin	(Nikel banyosunda)	A15.8
Selenyum	(Bakır banyosunda)	B6.1
Selenyum	(Krom banyosunda)	B4.4 – C4.6
Senyet tuzu	(Bakır banyosunda)	A8.15
Silikatlar	(Yağ alma banyosunda)	A11.3 – A11.8 – B7.1
Silisik asit	(Atıksuda)	B16.16
Siyanat	(Yağ alma banyosunda)	A11.13
Siyanür	(Altın banyosunda)	A12.9 – A12.10
Siyanür	(Atıksuda)	B16.5
Siyanür	(Bakır banyosunda)	A8.5 – A8.6 – A8.12 – D7.1
Siyanür	(Bronz banyosunda)	A3.3
Siyanür	(Çinko banyosunda)	A20.7 – A20.8
Siyanür	(Gümüş banyosunda)	A17.6 – A17.7
Siyanür	(Kadmiyum banyosunda)	A4.6 – A4.7 – A4.8
Siyanür	(Pirinç banyosunda)	A2.4
Siyanür	(Yağ alma banyosunda)	A11.5 – A11.8 – A11.9 – A11.10 – B7.3
Sodyum	(Nikel banyosunda)	A15.10 – C13.4 – C13.6
Stronsiyum	(Krom banyosunda)	C4.1
Sülfat	(Çinko banyosunda)	A21.6
Sülfat	(Krom banyosunda)	A5.4 – A5.5 – A5.6 – C4.3 – D4.2
Sülfat	(Çinko banyosunda)	B17.5 – C20.6

Anahtar Kelimeler

Sülfür	(Bakır banyosunda)	A8.11
Sülfür	(Çinko banyosunda)	A20.15
Sülfür	(Pirinç banyosunda)	A2.9
Sülfürik asit	(Bakır banyosunda)	A7.3

T

Talyum	(Altın banyosunda)	B8.10 – B8.11 – C10.5 – C10.6
Titanyum	(Kadmiyum banyosunda)	B3.2 – C3.4
Tiyokarbamin	(Bakır banyosunda)	B5.4
Tiyosiyanat	(Bakır banyosunda)	A8.17
p-toluen sülfonamit	(Nikel banyosunda)	A15.9

V

Vanilin	(Çinko banyosunda)	C20.3
---------	--------------------	-------

Y

Yağ alma kiri	(Yağ alma banyosunda)	D9.2
Yüzey gerilimi	(Nikel banyosunda)	D13.4