

**T.C.  
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

**KİMYA TEKNOLOJİSİ**

**BOYA SOLVENTLERİ**

**Ankara, 2014**

- Bu modül, mesleki ve teknik eğitim okul/kurumlarında uygulanan Çerçeve Öğretim Programlarında yer alan yeterlikleri kazandırmaya yönelik olarak öğrencilere rehberlik etmek amacıyla hazırlanmış bireysel öğrenme materyalidir.
- Millî Eğitim Bakanlığınca ücretsiz olarak verilmiştir.
- **PARA İLE SATILMAZ.**

# İÇİNDEKİLER

|  |     |
|--|-----|
| AÇIKLAMALAR .....  | iii |
| GİRİŞ .....  | 1   |
| ÖĞRENME FAALİYETİ-1 .....                                    | 3   |
| 1. BOYA.....   | 3   |
| 1.1. Boya Çeşitleri.....                                     | 5   |
| 1.1.1. Taşıyıcısına Göre Boya Çeşitleri .....                | 6   |
| 1.1.2. Kullanım Alanına Göre Boya Çeşitleri.....             | 6   |
| 1.2. Boyanın Yapısı.....                                     | 7   |
| 1.3. Boya Ham Maddeleri .....                                | 8   |
| 1.3.1. Solventler.....                                       | 9   |
| 1.3.2. Sınıflandırılması .....                               | 11  |
| 1.3.3. Özellikleri .....                                     | 14  |
| 1.3.4. Depolama Kuralları .....                              | 16  |
| 1.4. Buharlaştırma Sayısı Tayini .....                       | 17  |
| 1.4.1. Hesaplamalar .....                                    | 18  |
| 1.5. Destilasyon Aralığı .....                               | 18  |
| UYGULAMA FAALİYETİ .....                                     | 19  |
| ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....                                 | 23  |
| ÖĞRENME FAALİYETİ-2.....                                     | 25  |
| 2. KÜL TAYİNİ.....   | 25  |
| 2.1. Prensip.....  | 25  |
| 2.2. Kullanılan Araç Gereçler .....                          | 25  |
| 2.3. Evaporasyon.....  | 28  |
| 2.4. Hesaplamalar.....                                       | 28  |
| UYGULAMA FAALİYETİ .....                                     | 29  |
| ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....                                 | 33  |
| ÖĞRENME FAALİYETİ-3.....                                     | 34  |
| 3. KIRILMA İNDİSİ VE İNHİBİTÖR TAYİNİ .....                  | 34  |
| 3.1. Kırılma İndisi.....                                     | 34  |
| 3.2. Refraktometre .....                                     | 36  |
| 3.2.1. Çalışma Prensibi .....                                | 37  |
| 3.2.2. Çeşitleri.....  | 37  |
| 3.2.3. Kullanımı .....                                       | 39  |
| 3.3. Spektrofotometre.....                                   | 42  |
| 3.3.1. Çalışma Prensibi .....                                | 45  |
| 3.3.2. Çeşitleri.....  | 46  |
| 3.3.3. Kullanımı .....                                       | 48  |
| 3.4. Kalibrasyon Eğrisi.....                                 | 49  |
| 3.5. İnhibitör Tayini .....                                  | 51  |
| UYGULAMA FAALİYETİ .....                                     | 53  |
| ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....                                 | 60  |
| ÖĞRENME FAALİYETİ-4.....                                     | 62  |
| 4. KARL-FİSCHER YÖNTEMİYLE SU YÜZDESİ VE MONEMER TAYİNİ..... | 62  |
| 4.1. Karl-Fischer Yöntemi .....                              | 62  |
| 4.1.1. Prensip .....   | 63  |
| 4.1.2. Karl-Fischer Cihazı.....                              | 65  |

|                                       |    |
|---------------------------------------|----|
| 4.2. Monomer Tayini .....             | 67 |
| UYGULAMA FAALİYETİ .....              | 71 |
| ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....          | 75 |
| ÖĞRENME FAALİYETİ-5.....              | 76 |
| 5. SULARDA ORGANİK MADDE TAYİNİ ..... | 76 |
| 5.1. Prensip.....                     | 76 |
| 5.2. KMnO4 Çözeltisi Hazırlama .....  | 77 |
| 5.3. Hesaplamalar.....                | 78 |
| UYGULAMA FAALİYETİ .....              | 79 |
| ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....          | 83 |
| MODÜL DEĞERLENDİRME .....             | 84 |
| CEVAP ANAHTARLARI.....                | 87 |
| KAYNAKÇA .....                        | 89 |

# AÇIKLAMALAR

|  |   |
|--|---|
| <b>ALAN</b>                                    | <b>Kimya Teknolojisi</b>  |
| <b>DAL</b>                                     | <b>Boya Üretimi ve Uygulamaları</b>   |
| <b>MODÜLÜN ADI</b>                             | <b>Boya Solventleri</b>   |
| <b>MODÜLÜN TANIMI</b>                          | Boya ve çeşitleri, boyanın yapısı, solventler ve çeşitleri, solventlerin özellikleri için uygulanan testler ile ilgili bilgi ve becerilerin kazandırıldığı bir öğrenme materyalidir.  |
| <b>SÜRE</b>                                    | <b>40/32</b>  |
| <b>ÖN KOŞUL</b>                                | <b>Ham Madde Depolama</b> modülünü başarmış olmak   |
| <b>YETERLİK</b>                                | Solvent analizleri yapmak   |
| <b>MODÜLÜN AMACI</b>                           | <b>Genel Amaç</b><br><br>Gerekli ortam sağlandığında, ASTM ve DIN standartlarına uygun solvent analizleri yapabileceksiniz.<br><br><b>Amaçlar</b><br><b>1.</b> Buharlaştırma sayısı tayini ve destilasyon aralığı testi yapabileceksiniz.<br><b>2.</b> Kül tayini yapabileceksiniz.<br><b>3.</b> Kırılma indisini bulabilecek ve inhibitör tayini yapabileceksiniz.<br><b>4.</b> Karl-Fischer yöntemiyle su yüzdesini bulabilecek ve monomer tayini yapabileceksiniz.<br><b>5.</b> Sularda organik madde tayini yapabileceksiniz.   |
| <b>EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI</b> | <b>Ortam:</b> Sınıf, atölye veya laboratuvar, kütüphane, ev, bilgi teknolojileri ortamı ( <i>İnternet vb.</i> ), kendi kendinize veya grupta çalışabileceğiniz tüm ortamlar<br><b>Donanım:</b> Kronometre, deney tüpü, otomatik pipet, lastik tıpa, destilasyon balonu, soğutucu, termometre, kaynama taşı, bunsen beki, porselen kroze, kül fırını, desikatör, hassas terazi, refraktometre, su banyosu, UV spektrofotometre, 1 cm'lik ölçüm kuvvetleri, ayırma hunileri, balon joje, siyah bant süzgeç kâğıdı, 25 ml test tüpü, 2 ve 10 ml pipet, Karl-Fischer cihazı, şırınga, havaneli, huni, beher, süzgeç kâğıdı, alüminyum folyo, mantar, erlen, büret, hot-plate, sülfürik asit, standart potasyum permanganat, oksalat çözeltilisi |

**ÖLÇME VE  
DEĞERLENDİRME**

Modül içinde yer alan her öğrenme faaliyetinden sonra verilen ölçme araçları ile kendinizi değerlendireceksiniz. Öğretmen, modül sonunda ölçme aracı (çoktan seçmeli test, doğru-yanlış testi, boşluk doldurma, eşleştirme vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

# GİRİŞ

## **Sevgili Öğrenci,**

Solvent, boyanın üretim ve kullanım esnasında pigmentin bağlayıcı içinde dağılmasını, uygun akışkanlığa gelmesini sağlayan uçucu kimyasal sıvılardır. Boya üretiminde solventin önemi çok büyüktür. Hatta olmazsa olmaz boya ham maddelerinden biridir.

Her türlü ham maddede olduğu gibi boya ham maddelerinden solventlerin de belli başlı kriterlere ve kaliteye sahip olması gerekmektedir. Bunu anlayabilmek için de bazı test yöntemlerine ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu modül ile boya ve boya çeşitlerini, boyayı oluşturan bileşenleri, solventleri ve çeşitlerini, solventler ile ilgili özellikleri ve solventlerde yapılan bazı analizler ile ilgili bilgileri öğreneceksiniz.





# ÖĞRENME FAALİYETİ-1

## AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında tekniğine uygun olarak buharlaşma sayısını tayini ve destilasyon aralığı testi yapabileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Boya nedir ve çeşitleri nelerdir? Araştırınız.
- Çevrenize bakarak boyanın kullanım alanlarını araştırınız.

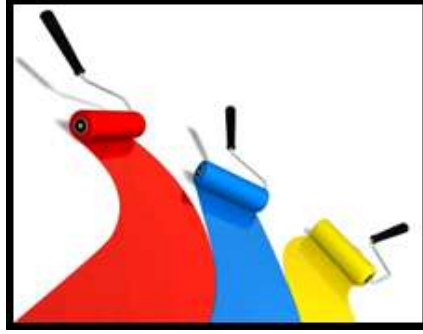
## 1. BOYA

İnsanoğlu tarafından üretildiği bilinen en eski boya örneklerine ilişkin ilk bulgular Buzul Çağı mağara resimlerine dayanmaktadır.

Zamanımızdan 60.000 yıl öncesine kadar eski mağara resimleri bilinmekle birlikte Fransa'daki Chauvet-pont-d'arc mağarasında bulunan ve 32.000 yıl kadar önce yapıldıkları anlaşılan mağara resimleriyle, yaklaşık 15.000 yıl önce yapıldıkları anlaşılan, İspanya'daki Altamira ve yine Fransa'daki Lascaux yakınlarındaki mağaraların iç yüzeylerinde bulunan resimler en çok bilinen örneklerdir.

Bu resimler üzerinde yapılan kimyasal analizler, mağara insanların, resim yapmada (kömür başta olmak üzere) bitki öz suyu, kan, böğürtlen ve farklı renklerde çamurlar kullandıklarını göstermektedir. Renklendirmenin çoğunlukla çamurlara renklerini veren sarı, kırmızı ve kahverengi doğal demir oksitlerle yapıldığı anlaşılmaktadır.

Boya, yüzeylerin doğal özelliğini korumak ve dekoratif görüntü vermek amacı ile yüzeylere uygulanan ve kuruma sonucu istenilen performansta film oluşturan kimyasal kaplama maddelerine denir. Boya; çeşitli malzeme yüzeylerine, korunma, süslenme ve aydınlatma amaçları ile sürülerek sert ve ince bir tabaka oluşturan, ana maddeleri organik, metalik veya plastik esaslı pigment, bağlayıcı ve incelticilerden meydana gelmiş, renkli bir sıvı bileşimdir.



**Resim 1.1: Boya**

Boya, kimyasal bir madde olduğundan insan sağlığına zararlı özellikleri de vardır. Kullanımdan sonra bu zararlar bazı boyalarda tamamen yok olur. Bazıları ise sürekli zarar verir. Zararlı özellikleri bulunmasına rağmen çoğu kullanım araçlarında boya ve boya malzemeleri kullanılır.

Boyalar çok değişik tür ve özelliklere sahiptir. Özelliklerine ve amaca göre çok farklı uygulama alanları bulunmaktadır. Renk verici olmanın yanı sıra örtücü, buna bağlı olarak da koruyucu özelliklere sahiptir.

- Koruyuculuk boyanın dıştan gelen nem, su, atmosfer kirliliği, agresif kimyasallar ve diğer tahribat unsurlarına dayanımı olarak tanımlanmaktadır. Ancak bu özellikteki boyalar, uygulanmış oldukları yüzey ve malzemeyi de bu tür etkilerden koruyabilmektedir.
- Boya, sürüldüğü yüzeye oksijen, nem ve kimyasal maddelerin ulaşmasını engeller. Bu maddelerin vereceği ve sürtünme sonucu yüzeyin uğrayacağı yıpranmaları en aza indirir. Boyaların ekonomiye de çok büyük katkısı vardır. Yıprandıklarında yenisi ile değiştirilmesi zorunlu araç ve gereçlerin boya onarımları ile kullanım ömürleri uzar.
- Dekoratif olma özelliği çağlar boyunca bir boyadan beklenen temel niteliklerdir. Ancak doğal olarak dekoratif olma kavramı isteğe göre değişmektedir. İstenilen renklerin ve tonların oluşumu uygun karışımların elde edilebilmesi ile mümkündür. İsteğe göre parlak, yarı mat ve mat dokulu yüzeye sahip olma dekoratif olma özelliği ile doğrudan ilgilidir.

| <b>Uygulamadan önce sahip olması gereken özellikler</b>   | <b>Uygulamadan sonra sahip olması gereken özellikler</b>   | <b>Püskürtme makinesi ile uygulama özellikleri</b>   |
|---|--|--|
| <ul style="list-style-type: none"><li>• Görünüş</li><li>• Kesilme ve pıhtılaşma</li><li>• Çökme</li><li>• Depolanabilme</li><li>• Parlama noktası</li></ul> | <ul style="list-style-type: none"><li>• Kuruma süresi</li><li>• Kaplama gücü</li><li>• Fırçayla uygulama özelliği</li><li>• Püskürtme makinesi ile uygulama özelliği</li></ul> | <ul style="list-style-type: none"><li>• Renk</li><li>• Parlaklık</li><li>• Örtme gücü</li><li>• Yapışma</li><li>• Esneklik</li><li>• Suya dayanıklılık</li></ul> |

**Tablo 1.1: Boyaların genel özellikleri**

## 1.1. Boya Çeşitleri

Boyalar, pas önleme özelliklerine, bağlayıcı çeşidine, kuruma durumuna, inceltirme durumlarına, uygulama şekillerine, insan üzerinde bıraktıkları etkilere ve kullanım alanlarına göre çeşitlere ayrılmaktadır.

- **Pas önleme özelliklerine göre boyalar**
  - **Paslanmayı önleyici boyalar:** Paslanmayı önleyen boyalar pas önleyici pigmentler içerir. Buna örnek sac ve kataforez astarları gösterilebilir.
- Paslanmaya neden olan oksijen, su, nem, tuz, asit, benzin, solventler ve güneş ışınlarının diğer kimyasal maddelerin yüzeye ulaşmasını boya altı astarları ile son kat boyalar engeller.
- **Paslanmaya neden olan maddelerin yüzeye ulaşmasını engelleyen boyalar**
- **Kuruma durumuna göre boyalar**

Boyalar üç şekilde kurur ve kuruma durumuna göre çeşitlendirilir.

- Hava kurumalı
  - **Oksidasyon ile kurumalı:** Oksidasyon ile kurumada solventler buharlaşır. Oksijen girişi olur. Reaksiyon başlar ve polimer molekülleri kimyasal yapışma ile birbirine bağlanır.
  - **Solvent buharlaşması ile kurumalı:** Boya ve solvent karışımı yüzeylere uygulandıktan sonra hava etkisi ile solventler boya içerisinden buharlaşır, boya filmi yüzeyde kaplama olarak kalır.
- Fırın kurumalı: **Fırın alkid melamin ve fırın akriliği olarak tanımlanan bu boyalar uygulandıktan sonra 120-160 °C sıcaklıkta 20 dakika bekletilerek kürlenme denilen tam kuruma sağlanmaktadır.**
- Reaksiyon kurumalı: Solvent buharlaşır. Polimer moleküller birbirine doğru yaklaşır. Moleküller kimyasal bağlar ile birbirine bağlanır. Yüzeyde 3 boyutlu bir film tabakası oluşur.

- **İnceltirme durumlarına göre boyalar**
  - Boyaların inceltilmesi sırasında kullanılan inceltici türlerine göre yapılan sınıflandırmadır. İnceltici olarak tiner kullanılır. Su bazlı boyalarda deiyonize su kullanılır.
    - Selülozik boyalar
    - Akrilik boyalar
    - Sentetik boyalar
    - Su bazlı boyalar
- **İnsan üzerinde bıraktıkları etkilere göre boyalar**
  - İnsanlar aynı rengin yoğun olduğu bir ortama girdikleri zaman sıkılır, üşür veya ısınır. Kış aylarında havanın soğuk olduğu bir ortamda dışarıdan sıcak bir odaya giren kişi sıcaklık hissine kapılır. Sıcak olmayan bir odaya girecek olursa üşümeye devam eder.
- **İnsan üzerinde bıraktıkları etkilere göre boyalar ikiye ayrılır.**
  - Sıcak renkleri boyalar
  - Soğuk renkleri boyalar

### 1.1.1. Taşıyıcısına Göre Boya Çeşitleri

- Bağlayıcılarına (taşıyıcılarına) göre boyalar aşağıdaki gibi sınıflandırılır:
  - Yağlı boyalar
    - Kurutma yağları
    - Reçineler
  - Plastik boyalar
  - Sentetik boyalar
  - Selülozik boyalar
  - Emülsiyon boyalar
  - Renk açıcı boyalar
  - Klor kauçuk boyalar

### 1.1.2. Kullanım Alanına Göre Boya Çeşitleri

Boyalar endüstrideki kullanım alanlarına uygun özelliklerde üretilir. Ortak özellikleri olmasına rağmen belirli farklılıkları vardır. Bu nedenle farklı adlandırılır ve çeşitlendirilir.

- Metal ambalaj boyaları
- Mobilya ve ahşap boyaları
- Genel sanayi boyaları

- Deniz ve konteyner boyaarı
- Bobin boyaarı
- İnŒaat boyaarı
- Otomotiv OEM boyaarı
- Oto tamir boyaarı
- Plastik boyaarı
- Uak boyaarı
- Deri boyaarı
- Tekstil özel amalı boyaar
- Matbaa mrekkepleri

## 1.2. Boyanın Yapısı

Boyaar kullanma alanlarına, kullanılma amalarına, uygulama Œekillerine ve depolanmalarına gre farklı malzemelerden retilir. Boyaarin hepsinde temel madde pigmenttir. Pigmentin yanında baėlayıcılar, incelticiler ve katkı maddeleri kullanılır. Tm boyaarin kendilerine uygun incelticileri vardır. retimleri sırasında inceltici kullanılanlarının yanında kullanılmadan retilen boya eŒitleri de vardır.

Tm organik kaplamalar yzey zerinde srekli, saėlam ve yapıŒan bir film oluŒturur. Dolayısıyla tmnn formlnde bir “film yapıcı” yer alır. Film yapıcılar, “baėlayıcılar” olarak da adlandırılmaktadır. Baėlayıcılar organik kaplamanın tmnn omurgasını oluŒturur. Eėer organik kaplama bir boya ise bnyesinde baėlayıcının yanı sıra “pigmentlerin” bazen de “dolguların” yer alması gerekir.

Bir sıvı organik kaplamadan sz edildiėinde akıŒkanlıėın ayarlanması iin bileŒiminde solventlerin de bulunması gerekmektedir. Aynı zamanda tm organik kaplamalar iin eŒitli retim, uygulama ve kullanım zelliklerini ayarlamak amaıyla deėiŒik katkıların kullanımına ihtiya duyulmaktadır.

Organik kaplamalar bu ham maddelerin uzun sreyle homojenliėini koruyan kararlı bir fiziksel karıŒımdır. Film oluŒumu srecinde kimi kaplama malzemelerinin baėlayıcıları polimerleŒme olarak adlandırılan kimyasal tepkimelere girebilmektedir. Ancak her durumda, pigmentler, katkılar ve dolgular, kuruyan film iinde bir kimyasal deėiŒime uėramaksızın kalır.

### 1.3. Boya Ham Maddeleri

Boyalarda reçine, pigment, dolgu maddeleri, solvent ve özel katkı maddelerinden oluşan homojen viskoziteli sıvı karışımlardır.

- **Boyayı oluşturan ham maddeler**
  - **Reçineler:** Boyanın ana maddelerinden olup pigment ve dolgu maddelerinin içinde homojen olarak dağıtıldığı boya tabakasını oluşturan maddeleri ve boyanın karakterini ve niteliğini belirler. Boyaların hemen hemen tüm karakteristikleri; kuruma şekli ve süresi, diğer katmanlarla uyum sağlama, dayanımı, uygulama biçimi, parlaklığı, uygulandığı yüzeydeki davranışları gibi hususlar bunların başlıcalarıdır.
- Boyaya adını veren bağlayıcılar, polimer yapısında çeşitli kimyasal maddelerdir.
- Bağlayıcılar çok çeşitli olup en çok kullanılanlar aşağıda listelenmiştir.
  - Alkid reçineler
  - Epoksi reçineler
  - Klor-kauçuk reçineler
  - Vinil-akrilik reçineler
  - Poliüretan reçineler
  - Hidrokarbon reçineler
  - Silikon reçineler
  - Emülsiyon reçineler
  - Selülozik reçineler
  - Amino reçineler
  - Fenolik reçineler
  - Poliester reçineler
- **Pigmentler:** Pigmentler, boya adı verilen örtücü organik kaplamaların renklendirilmesi ve pas önleme işlevini kazanması için kullanılan ham madde grubudur. Pigmentler prensip olarak boyalarda kullanılan solventlerde çözünmez. Buna karşılık, boya solvent ve bağlayıcılarının oluşturduğu sıvı ortam içinde kararlı bir şekilde yayılmış mikron boyutlu katı asıtlılar hâlinde bulunur. Pigmentlerin solvent-bağlayıcı ortamında kararlı katı asıtlılar hâlinde homojen biçimde yayılması (disperse edilmesi) boya üretiminin en kritik adımını oluşturur.
- Pigmentler üç ana grup altında incelenebilir:
  - **Renk pigmentleri:** Boyalara opak renk ve metal efekti görüntüleri veren maddeler pigmentlerdir. Renk pigmentleri, boyanın rengini vermek üzere

formüllerin içeriğinde yer alır. Temel tanecik büyüklükleri 0,01 mikron ile 1,00 mikron arasında değişebilir. İnorganik ve organik renk pigmentleri boya sektöründe kullanılır.

- **Görsel etki pigmentleri:** Bu grup pigmentler, kullanıldıkları boyaların oluşturduğu yüzeylere metal yüzeyi etkisi, inci / sedef etkisi gibi farklı görsel özellikler kazandırır.
- **Fonksiyonel pigmentler:** Fonksiyonel pigmentler, boyaya kazandırdıkları renk ya da görsel etkiler dışında bazı işlevsel özelliklere sahip olduğu için boya bileşimlerinde yer verilen pigmentlerdir.

Dolgu pigmentleri macun ve astar boyalarda yüzey dolgusu olarak kullanılmaktadır. Korozyon dirençli pigment metal yüzeylerin paslanmasını önlemek amacı ile primer astarlarda kullanılır.

- **Dolgu maddeleri:** Dolgular içinde bulunduğu ortamda çözünmeyen taneciklerden oluşan, temel kullanıma nedeni boya maliyetini düşürmek olan, bununla birlikte boyanın bazı teknik özelliklerinin de iyileşmesine yol açabilen katı malzemelerdir.
- **Katkı maddeleri:** Katkı maddeleri, boyanın cinsine ve kullanılış amacına göre boya performansını geliştirmek için ilave edilir. Bu maddeler boyaya yayılma sağlayıcı, kurutucu, isteğe göre parlaklık, matlık gibi üstün özellikler kazandıran kimyasallardır.

Bu grupta yer alan maddeler çok değişik özelliklerde olan ve boyaya az miktarda ilave edilen kimyasallardır. Katkı maddeleri; boyanın bazı özelliklerini iyileştirmek, istenmeyen olumsuz değişimleri önlemek veya hızını yavaşlatmak için kullanılır.

### 1.3.1. Solventler

Solventler boya ve boya malzemelerinin üretim aşamasından itibaren inceltmesini sağlayan maddedir. Aynı zamanda; boyada kullanılan katı veya oldukça viskoz olan bağlayıcıları çözüp homojen bir faz oluşturan uçucu sıvılardır.

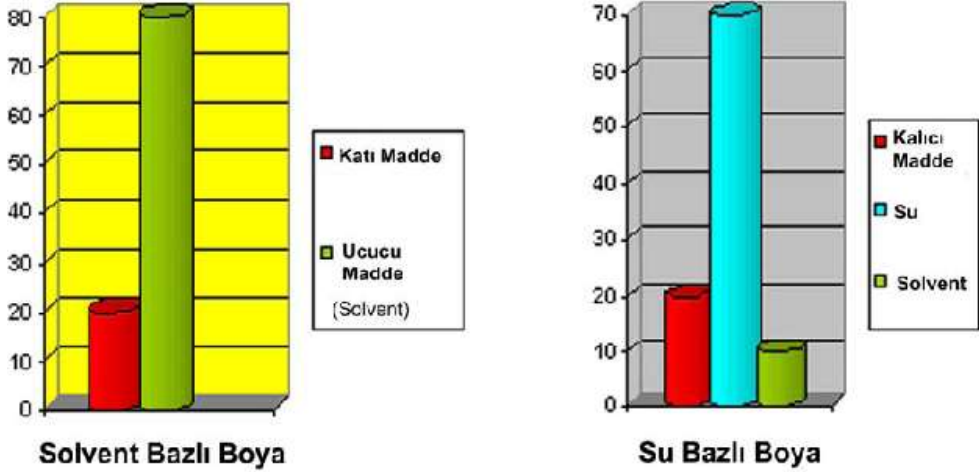
Boyaya akışkanlık ve homojen bir karışım özelliği kazandırır. Bu akışkanlık, pigmentlerin ve bağlayıcıların düzgün bir şekilde püskürtülmesini ve yüzeye yayılmasını sağlar. Boyanın inceltmesinde kullanılan solventler, boyanın kurumması sırasında tamamen boya içerisinden uzaklaşır.

Solventler boyayı çeşidine, özelliklerine göre uygun kalınlık kazandırabilecek şekilde uygulama kıvamına getirir. Bu kıvamı yakalayacak oranda boyaya konulur. Karışım oranları üretici firmalar tarafından belirlenmiştir.

Solventler genelde boyaya iki aşamada ilave edilir. Birinci aşamada amaç, boya üretimi sırasında akışkanlığı az olan veya katı hâlde bulunan karışımı akışkan hâle getirmek, ikinci aşamada ise ambalajındaki boyayı uygulama sırasında fırça veya rulo ile uygulanabilir hâle getirmektir. Bu amaçla sentetik boyalara tiner, plastik boyalara su ilave edilmektedir.

Oda sıcaklığında katı hâlde bulunan bağlayıcıları çözerek bir bağlayıcı çözeltisi oluşturur. Bu bağlayıcı çözeltisi içinde pigment ve dolgular ezilerek koloidal bir sistem hâline geçirilir ve böylece boya imal edilir.

Solventten istenen, mümkün derecede yüksek konsantrasyonda bağlayıcıyı çözerken diğer yandan da oluşan bu bağlayıcı çözeltisinin düşük viskoziteli olmasını sağlamaktır.



**Grafik 1.1: Su bazlı baz kat boya ile solvent bazlı son kat kıyaslanması**

Grafikte görüldüğü gibi solvent bazlı boyaların içerisindeki uçucu madde oranı %80 iken su bazlı boyaların içerisindeki uçucu madde oranı %10'dur. Buna karşılık boya kalitesi, boyama masrafları aynıdır. Hatta uygulama zamanı yönünden de avantajlıdır.

Su bazlı boyalarda solvent içeren incelticiler kullanılmasa da pigmentlerin solvent bazlı olması nedeniyle %10 solvent içerir.

Alkol, aseton, ksilen gibi çözücüler solventi oluşturur. Su bazlı sistemlerde ise su solventin işlevini görür. Ancak burada su, solvent gibi bağlayıcıyı çözmez, bağlayıcı su içinde emülsiyon hâlinde dağılmış olarak bulunur.

İmal edilen boya, bir yüzeye sürüldükten sonra solvent uçar ve bunu takiben o yüzeyde, pigment ve dolguyu tamamen sarmış olan bağlayıcının meydana getirdiği homojen bir film meydana gelir.

Bir solvent içinde çözülmüş maddeye "artık çözelti" denir. Çözeltiler basit mekanik usullerle (filtrasyon, dekantasyon, santrifüjleme vb.) gibi bileşenlerine ayrılmaz. Bu ayrıştırma işlemi sadece termal yöntemlerle yapılabilir. Bunlar; destilasyon, süblimasyon ve kristalizasyon vb. yöntemlerdir.



➤ **Solventlerin kullanıldığı yerler**

- Saflaştırma işlemlerinde

Kristalizasyon, ekstraksiyon, gibi işlemlerde solventler kullanılır. Kullanılacağı yere göre düşük kaynama noktalı, nontoksik, sadece istenilen maddeyi çözen, düşük alevlenme riski taşıyan solventler seçilir.

- Yardımcı madde olarak

Solventler, kauçuk, tutkal, deri, ayakkabı ve yer cilaları endüstrisinde yağ alma ve temizleme maddesi olarak kullanılır. Yabancı ot ve böcek öldürücü maddeleri sprey etmek için de solventler kullanılır.

➤ **Solvent (çözücü) gücüyle ilgili olmayan yerlerde**

Antifriz (donmaktan koruyucu), alev söndürücü sıvılar, hidrolik sıvı ve nem alıcı ajanlar olarak da kullanılır.

➤ **Boya, vernik ve boya sökücülerinde**

Solventlerin en büyük kullanım alanıdır. Solventler üretim için temel maddelerden biridir. Bağlayıcı ve ilave maddeleri çözme gücüne sahiptir. Burada solventin uçuculuk oranı ve verdiği viskozite önemlidir. Boya sökücülerinde, solventler boya filmi ni şişirir ve çözer. Boya böylece yapıştığı yerden ayrılarak kolayca sıyrılır.

### **1.3.2. Sınıflandırılması**

➤ **Su**

Çevre ve insan sağlığı konularındaki bilinç ve duyarlılık artışı, organik çözücülerin kullanımının olabildiğince sınırlandırılmasını gündeme getirmiştir.

Buna paralel olarak organik kaplamalarda akışkanlığı ayarlamak için suyun kullanılması çalışmaları yaygınlaştırılmıştır.

Bağlayıcı olarak kullanılan organik polimerlere su seven tuz grupları eklenerek bu polimerlerin suyla inceltilebilir olmaları mümkün hâle getirilmektedir. Ya da bu polimerlerin, emülgatörlerin yardımıyla, su içinde kararlı sıvı asıtlarının (emülsiyonlar) oluşturulması sonucunda sulu boyalar yapılabilir.

İki durumda da su, kimyasal anlamda bu polimerleri çözmemekte ancak polimerlere eklenen su seven yapıların etkisiyle viskozite düşürücü olarak davranmaktadır. Suyun inceltici olarak kullanımında, boyanın uygulanma alanına bağlı olarak su saflığı önem kazanmaktadır. Suyun içinde mevcut olan suda çözünür tuzlar, boya filmi kuruyup sertleştikten sonra da film içinde kalır.

Kullanım ömrü sırasında, boya filmi su ve neme maruz kaldığı takdirde, film içindeki bu su seven tuzlar, suyu filmin bünyesine çekerek boya filmi içinde su gölcüklerinin oluşmasına, bu nedenle boya dökülmesine ve metal yüzeylerde paslanmaya yol açar. Bu nedenle, kullanılacak suyun iletkenliği ölçülerek, tuz miktarının denetlenmesi yoluna gidilir. Sulu boyalarda genel olarak 45  $\mu\text{S} / \text{cm}$ 'nin altında, çok yüksek korozyon direnci beklenen kataforetik kaplamalarda ise en fazla 2  $\mu\text{S} / \text{cm}$  iletkenlik aranmaktadır.

➤ **True-gerçek solventler**

- **Esterler:** Kaplama sanayisinde yaygın kullanılan esterler çeşitli alkollerin asitle tepkimesi sonucunda üretilir. Esterlerin yaygın kullanım alanları şunlardır:
- **Metil asetat:** Sellitler, nitroselüloz, seluloit, reçineler ve yağlar için iyi bir çözücüdür.
- **Etil asetat:** Nitro, klorkauçuk, polistrol, yağlar ve reçinelerin çoğunu çözer.
  - Propil asetat
  - N-bütül asetat
  - İzobütül asetat
  - Metil propiyonat
  - Dibazik ester
- **Ketonlar:** Alkollerden, asitlerden ya da klorlu organik bileşiklerden yola çıkılarak elde edilebilir. Organik kaplama sektöründe en fazla kullanılan ketonlar sırasıyla şunlardır:
- **Aseton:** Renksiz, nötr ve suyla karışan bir çözücüdür. Çok çabuk buharlaşır. Nitroselüloz, klorkauçuk, seluloit, sellitler, bütün reçineler, katı ve sıvı yağları çözer.
- **Metil etil keton:** Asetonla benzer çözücülük özelliklerine sahip, bir miktar daha az uçucu ketondur.
  - Asetil aseton
  - Metil izobütül keton
  - Hekzonon
  - Diaseton alkol

➤ **Latent solvent (gizli çözücüler)**

- **Alkoller:** Doğal nesnelere (üzüm, arpa vb.) damıtma yoluyla sentetik yollardan elde edilir. Çözücü olarak çok değişik alkol kullanılabilir. Büyüyen molekül sırasıyla başlıca türleri şunlardır:
- **Metanol:** Alkoller içinde çözücü gücü en fazla olan alkoldür. Fakat zehirleyici etkisi nedeni ile çok çabuk buharlaştığı için fazla kullanılmaz. Nitro selülozu çözen tek alkoldür.
- **Etanol:** Boya sanayisinde etanolun kullanımda yaygın değildir. Etanol şallak, polivinil asetat, poli vinil bütiral ve fenol reçineleri çözebilir.
- İzopropil alkol, N-bütanol, izobütonol, amil alkol, siklo hekzonol

- Diaseton alkol, 2-etil hekzonol
- **Glikol:** Kokusuz ve renksiz olup suyla her oranda karışır. Nötr bir sıvı olup madenlerin çoğuna ve kauçuğa etki etmez. Yağlar ve nitroselülozla kullanılmaz. Güçlü polar reçineleri az çözer. Katran boya iyi çözer.
- **Glikol eterler:** Boya çözücüsü olarak kullanılanları, etilen glikol ve propilen glikolün, tek fonksiyonlu alkollerle girdikleri eterleşme tepkimesi sonucunda elde edilen glikol eterlerdir.
- **Metil glikol:** Renksiz, susuz nötrlüğünü daima koruyan, suyla her oranda karışan hafif tatlı kokulu bir sıvıdır. Sellit L ve B, nitroselüloz, selüloit ve ispirotoda eriyen reçineleri çok iyi çözer.
- **Etil glikol:** Renksiz, susuz nötrlüğünü daima koruyan, suyla her oranda karışan hafif tatlı kokulu bir sıvıdır. Kauçuğa etkimez. Nitroselüloz ve selüloit reçinelerin çoğunu ve özellikle ispirotoda eriyen reçineleri çok iyi çözer.
- **Metoksi propanol:** Etilen glikol ile benzer çözme özelliklerine sahip bir glikol eterdir.
- **Bütil glikol:** Renksiz nötr bir sıvıdır. Nitroselüloz, selulat, klorkauçuk, bir çok yağ selüloz eter için çok iyi bir çözücüdür.
- **Etil diglikol:** Selüloz türevleri, epoksi reçineleri, polyester reçineleri esaslı kaplama sistemlerinde ve sulu sistemlerde kurumayı geciktirmek amacıyla, %1-2 gibi düşük oranlarda kullanılan eter alkol yapılı “kuyruk” çözücüdür.
- **Bütil diglikol:** Nitroselüloz, epoksi esaslı çözgenli boyalarda kurumayı geciktirmek ve sulu organik kaplamalarda “ağır” yardımcı çözgen (co-solvent) olarak %1-2 gibi düşük oranlarda kullanılan bir kuyruk çözücüdür.
- **Glikol eter esterleri:** Organik kaplamalarda kullanılan glikol eter esterleri, glikol eterlerle asetik asidin tepkimesinden elde edilen esterlerdir. Büyüyen molekül ağırlığı sırasıyla şöyle sıralanabilir:
- **Metil glikol asetat:** Suyla her oranda karışan renksiz bir çözücüdür. Asetil selüloz, nitroselüloz, seluloit ve klorkauçukla kullanılır.
- **Etil glikol asetat:** Renksiz bir çözücüdür. Nitroseluloz, seluloit ve klorkauçuk, doğal ve yapay reçineleri çok iyi çözer.
- **Metoksi propil asetat:** Selüloz türevi reçineleri, polivinil alkolü, polyester ve kısa yağlı alkid reçinelerini çözmekte kullanılan, ayrıca sulu organik kaplamalarda yardımcı çözgen (co-solvent) olarak kullanılan bir glikol eter esteridir.
- **Bütil glikol asetat:** Bazı selüloz türevleriyle polyester reçineleri üzerinde çözücü etkisi olan yavaş bir çözücüdür.
- **Etil diglikol asetat:** Selüloz türevleri, polyester reçineleri ve kısa yağlı alkid reçineleri esaslı kaplama sistemlerinde kurumayı geciktirmek amacıyla %1-2 gibi düşük oranlarda kullanılan “kuyruk” çözücüdür.
- **Bütil diglikol asetat:** Selüloz türevi reçinelerle, polyester ve kısa yağlı alkid reçineleri esaslı çözgenli boyalarda kurumayı geciktirmek amacıyla, %1-2 gibi düşük oranlarda kullanılan kuyruk çözücüdür.

➤ **Diluent-seyreltici solventler**

- **Aromatik hidrokarbonlar:** Özellikle aromatik içeriği yüksek petrol ve kömür gibi fosil yakıtlarının damıtılmasından elde edilir. En çok kullanılan aromatik çözücüleri, giderek büyüyen molekül ağırlığına göre şöyle sıralanabilir:
- **Toluen:** Aromatikçe zengin petrolden ve kömür katranından elde edilen boya çözücüdür.
- **Ksilen:** Aromatikçe zengin petrolerden ve kömür katranından elde edilen çözücüdür. Boya sanayisinde, ksilen adıyla kullanılan çözen, aslında C<sub>3</sub>H<sub>10</sub> formüllü üç izomerin karışımıdır.
- **Solvent nafta:** Aromatikçe zengin petrolerin damıtılmasında 150-195 °C aralığında kaynatarak elde edilen bir karışım çözücüdür.
- **Orta ağır solvent nafta:** Aromatik ağırlıklı petrol damıtma ürünlerinin bir karışımıdır ve net bir kimyasal yapısı yoktur.
- **Ağır solvent nafta:** Aromatikçe zengin petrolerin damıtılmasında, 226-285 °C aralığında kaynatarak ayrıştırılan bir karışım çözücüdür.
- **Alifatik hidrokarbonlar:** Alifatik hidrokarbonlarca zengin olan petrolerin damıtılmasıyla elde edilir. En önemlileri artan molekül büyüklüklerine göre şöyle sıralanabilir:
- **Heptan:** Boya sektöründe nadiren kullanılan alifatik hidrokarbon çözücüdür.
- **Benzin:** Renksizdir. Yağlı ve vernikli boyalar ile verniklerde çözücü olarak kullanılır.
- **White sprite:** Renksiz su gibi berrak bir sıvıdır. Hafif, orta ve ağır olmak üzere üç çeşittir. İyi damıtılmış saf petrol be benzinin karıştırılmasından elde edilir.

### 1.3.3. Özellikleri

- **Renk:** Solventlerin pek çoğu su renkli olduklarından, her renk boyada rahatlıkla kullanılır. Eğer renkte veya görünüşte bir anormallik varsa mutlaka içine başka bir madde karışmış demektir.
- **Solvent gücü:** Bir solventin solvent gücü, bir çözüneni dispers edebilme (çözebilme) gücüdür. Geniş bir konsantrasyon aralığında, çözünen bir maddeyi mümkün olduğu kadar tam dispers edebilen bir solventin solvent gücü maksimumdur. Solvent gücü çeşitli metotlarla tahmin edilebilir.
- **Kaynama noktası:** Bir solventin kaynama noktası, buhar basıncının atmosferik basınca eşit olduğu sıcaklıktır. Normal şartlarda, atmosferik basınç 760 mmHg'dir. Kaynama noktası, iki solventten birinin kaynama noktasından yüksek veya düşük olursa bu karışıma "azeotropik karışım" denir.

- **Buharlařma hızı:** Solventin buharlařma hızı, boyanın uygulanmasından sonra akıřkanlıęa, yayılmaya, kurumaya ve dięer yüzey özelliklerine etki ettięinden çok önemlidir. Buharlařma hızı arttıķça, kuruma daha hızlı olur. Dolayısıyla akma ve dalgalanma azalır.

Buna karřılık, gözenekli yüzey veya fırça izi gibi istenmeyen durumlar ortaya çıkabilir. Buharlařma hızının ayarı çoęu zaman, çeřitli solvent karıřımları kullanılarak yapılır.

Büyük molekülü alanlarda daha çabuk buharlařan, kaynama noktası aynı olan iki solventin normal oda sıcaklıęındaki buharlařma hızları deęiřik olabilir.

- **Alev alma noktası:** Alev alma noktası; çıplak alev, statik elektrik kıvılcımı, ayakkabı ve elektrikli cihazlardan çıkan kıvılcımlarla alev alabilecek buharın meydana geldięi sıcaklıktır. Buharlařma hızı arttıķça alev alma noktası düşer.
- **Kendi kendine alev alma noktası:** Çıplak alev ya da kıvılcım olmadan ısıtıldıęında kendi kendine alev aldıęı sıcaklıęa denir. Kendilięinden yanma olayında hidrokarbonlar belirli bir sıcaklıęa eriřtięinde bir tutuřturucu aleve gereksinim kalmadan yanmaya bařlar.
- **Yoęunluk.** Bütün saf solventlerin, sabit bir sıcaklıkta belli bir yoęunluęu vardır.
- **Kırılma indisi:** Bütün solventlerin sabit bir sıcaklıkta belli bir kırılma indisleri vardır.
- **Korozyon ve asitlik:** Solventlerin asidik maddelerden ve kükürt bileřiklerinden ayrı olması gerekir. Zira bunlar boyada kullanılan bazı pigment ve baęlayıcılarla reaksiyona girebilir.

Petrol kökenli çözücü maddelerde az miktarda kükürtlü organik maddeler (merkaptanlar) bulunabilir. Bunlar metal üzerinde korozyon etkisi yapabilir ve ayrıca reçineleri karartabilir.

- **Koku:** Bütün solventlerin kendine has karakteristik kokuları vardır. Solventler buharlařtıęında bu kokular ortama yayılır. Genel olarak saęlıęa zararlı olduklarından kullanım ortamları çok iyi havalandırılmalıdır.
- **Zehirlilik:** Çözücülerin çoęu az veya çok kokulu zehirlilik özellięi olan maddelerdir. Günde 8 saatten haftada beř günlük çalıřma süresi boyunca solunum yolu ile alınabilecek miktar eřik deęeri olarak bilinir. Çalıřma kořullarında havada bulunabilecek miktar bu deęerin altında olmalıdır. Bu deęerler çözücüye göre deęiřir fakat genelde 5 ile 1000 ppm arasındadır.

Bazı çözücüler mutajen olma ve kanser yapma etkisine sahiptir. Bu etkiler uzunca süre solunum ile ortaya çıkabilir.

### 1.3.4. Depolama Kuralları

Su dışındaki tüm kimyasal maddeler, belli dozların üzerinde insan ve çevreye zarar verici özelliklere sahiptir. Çözgenler için bu etkiler baş ağrıtırma, sarhoş etme, uyuşturma, tahriş etme, nefes darlığına yol açma ve zehirlenme olabilir.

Dolayısıyla tüm çözgenlerin kullanımında, buharların solunmasından göz ve cilt temasından, yutulmasından olabildiğince kaçınılması gereklidir. Ayrıca bazı kimyasalların kanser yapıcı veya bir sonraki nesle zarar verici mutasyon yapıcı oldukları bilinmektedir. Benzen ve klorlu hidrokarbon çözgenler bunlar arasındadır.

Ülkemizde benzenin çözgen olarak kullanımı yasaktır. Klorlu hidrokarbon çözgenlerin kullanımında bir yasak yoktur. Ama kullanımı sırasında, gerekli koruyucu donanım kullanımına mutlaka uyulması gerekir. Bazı çözgenlerin de CRM çözgenler oldukları kesinleşmemiş olmakla birlikte bu konuda kuvvetli şüpheler bulunmaktadır.

Bunlar kullanılırken de uygun koruyucu donanımın kullanılmasına mutlaka özen gösterilmelidir. Bu çözgenler arasında metil glikol, etil glikol, metil glikol asetat ve etil glikol asetat sayılabilir.

Kullanacak olan solventler depolarda ağızları açılmadan +5 °C ile +35 °C arasında depolanmalıdır. Depolanma ömürleri gerekli kurallara uyulduktan sonra 6 ay ile 1 yıl arasında değişmektedir.

Solvent buharı havadan ağırdır ve yerden yayılır. Buhar havayla karışarak patlatıcı bir karışım oluşturur. Herhangi bir yanma ve ya patlamaya karşı mutlaka tam tesisatlı bir yangın söndürme sistemine sahip olunması gerekir.

Solvent kaplarının iyice kapalı tutulduğundan emin olunması gerekir. Solvent kapları basınç kabı değildir; basınçla boşaltılmaması gerekir. Her türlü sızıntıyı önlemek için açık kapların iyice kapatılıp dik depolanması gerekir.



**Resim 1.2: Depolama tankı**

Depoda sigara içmek kesinlikle yasaktır. Yetkisiz kişilerin depolara girmesine izin verilmemesi gerekir.

Oksitleyici maddeler gibi aşırı asitli veya alkalik malzemelerden uzak depolanmaları gereklidir.

Daima orijinal kaba uygun kapta muhafaza edilmesi gerekir. Etiketdeki açıklamalara dikkat edilmelidir. İyi havalandırılmış bir yerde depolanması, sıcaktan ve direkt güneş ışığından korunması gerekir. Alev kaynaklarından kesinlikle uzak tutulmalıdır.

Kışın don olaylarını dikkate alarak mutlaka donmaya karşı tedbir alınması gerekir.

Solvent depolarında görevli kişilerin zarar görmemeleri için mutlaka emniyet tedbirlerine uymaları gerekir. Teneffüs maskesi, eldiven, özel tertibatlı gözlükler, özel iş elbisesi vb. ekipmanların mutlaka kullanılması gerekir.



**Resim 1.3: Solvent depolama ve transfer işlemleri**

Depolarda çalışılırken bir şeylerin yenilip içilmesi yasaktır. Ayrıca solventin göze veya cilde temas etmemesi için gerekli tedbir alınmalıdır. Buharının ve püskürtme sisinin kesinlikle teneffüs edilmemesi gerekir.

Solvent kabında eksilme olduğunda eksikliği, suyla değil de malzemenin kendisiyle tamamlanmalıdır.

Solvent ve solvent içeren maddelerin hiçbir zaman kanalizasyona atılmaması gerekir.

## 1.4. Buharlaşma Sayısı Tayini

Belli miktardaki solventin, 20 °C’de sıcaklık ve % 65 bağıl nem koşullarında tamamen buharlaşması için geçen sürenin, aynı miktarda referans çözücü, aynı koşullar altında tamamen buharlaşması için geçen süreye oranı “buharlaşma sayısı” olarak tanımlanır. Referans çözücü olarak Avrupa ve Türkiye’de yaygın olarak dietil eter kullanılır. Amerika’da ve Uzak Doğu’da ise daha yaygın kullanılan referans çözücü n-bütül asetatıdır. Yani n-bütül asetatın buharlaşma sayısı ve buharlaşma hızı “1” kabul edilerek diğer çözücülerininki buna göre oranlamayla bulunur.

Örneğin, asetonun buharlaşma süresi, eterinkinin 2,1 katıdır. Buharlaşma sayısı =2,1’dir. Diğer bir deyişle aseton, etere göre 2,1 kat yavaştır. Öte yandan, buharlaşma sayısı, “buharlaşma hızı”nın tersidir. Buna göre, asetonun etere göre buharlaşma hızı  $1/2,1=0,48$ ’dir.

Çözücünün buharlaşma hızı boyanın fiziksel ve mekanik özelliklerini önemli oranda etkiler. Çözücü çok çabuk buharlaşırsa yüzeye sürülen boya iyi bir şekilde düzlenebilmek ve yapışabilmek için yeterli zaman bulamaz. Yüzeye iyi yayılamayan polimer zincirinin yapışması da zayıf olur.

Çözücü ya da çözücü karışımı seçerken yaş boyanın yüzey gerilimi ve yer çekimi kuvvetlerinin etkisinde yayılabilmesine olanak tanıyacak kadar yavaş olmalarına, buna karşın, dik yüzeylerde akmalara izin vermeyecek kadar da hızlı olmalarına özen gösterilmelidir. Buharlaşma hızı yavaş olursa dik yüzeye sürülen boyalarda sarkma olur. Bunun sonucu olarak üst bölümler çok ince alt yüzeyler oldukça kalın olur.

Ayrıca, özellikle çözücü karışımlarını hazırlarken son buharlaşacak çözücünün mutlaka iyi çözücü olmasına dikkat edilmelidir. Aksi takdirde kuru filmin son aşamasında, iyi çözünmeyen polimerin mikro topaklar oluşturarak pürüzlü bir film yüzeyine yol açması söz konusu olacaktır.

#### **1.4.1. Hesaplamalar**

Buharlaşma sayısı  $t_1/t_2$  oranı ile bulunmaktadır.

$t_1$ : Solventin buharlaşma süresi,

$t_2$ : Dietil eterin buharlaşma süresidir.

#### **1.5. Destilasyon Aralığı**

Saf solventlerin belirli branşlardaki kaynama noktaları sabittir. Buna karşılık benzer maddelerin karışım hâlindeki kaynama noktası, belirli sıcaklık aralığında olur. Bu da “destilasyon aralığı” olarak bilinir.

Boya sanayiinde kullanılan “teknik” kalite olarak kabul edilen çözümler belli oranlarda safsızlık içerdiklerinden kaynamaları dar bir sıcaklık aralığında (genellikle  $\pm 2$  °C’lik bir aralık içinde) gerçekleşir.

Petrol damıtma ürünlerinden white spirit, nafta gibi çözümler birçok kimyasal maddenin karışımından oluşur ve bunların elde edildiği tanımlı “damıtma aralığı”, aynı zamanda kaynama aralıklarıdır.



Özellikle fırında kuruyarak sertleşen organik kaplamaların içerdikleri çözümlerin kaynama noktalarının, yaş filmin gireceği fırının sıcaklığından düşük olması “pinhol kusuru” adı verilen kuru film kusuruna yol açabilir.









## UYGULAMA FAALİYETİ

Tekniğine göre size verilen numune üzerinde buharlaşma sayısı tayini ve destilasyon aralığı testi yapınız.

**Kullanılan araç ve gereçler:** Kronometre, deney tüpü, otomatik pipet, lastik tıpa, destilasyon balonu, soğutucu, termometre, kaynama taşı, bunsen beki

| İşlem Basamakları  | Öneriler   |
|--|--|
| <b>Buharlaşma sayısı tayini yapmak için</b>  |  |
| <p>➤ Belli miktar numuneyi deney tüpüne otomatik pipet kullanarak alınız.</p>  | <ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız.</li><li>➤ Laboratuvar veya çalışma önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uygun hareket ediniz ve dikkatli çalışınız.</li></ul> |
| <p>➤ Test edilecek numunenin buharlaşma zamanını kronometre ile ölçünüz.</p>  | <ul style="list-style-type: none"><li>➤ Doğru ölçüm yapınız.</li><li>➤ Numune konulduğu anda kronometreyi başlatınız.</li><li>➤ Solvent biter bitmez kronometreyi durdurunuz.</li></ul>  |

|  |  |
|--|--|
| <p>➤ Dietil eterin buharlaşma zamanını ölçünüz.</p>                           | <p>➤ Doğru ölçüm yapınız.<br/> ➤ Numune konulduğu anda kronometreyi başlatınız.<br/> ➤ Solvent biter bitmez kronometreyi durdurunuz.</p>   |
| <p>➤ Sonucu hesaplayınız.</p>  | <p>➤ Sonuçları karşılaştırınız.<br/> ➤ Bu sonuçlardan <math>t_1/ t_2</math> ile buharlaşma sayısını bularak tepkimeyi tamamlayınız.</p>  |
| <p><b>Destilasyon aralığı testi yapmak için</b></p>  |  |
| <p>➤ Destilasyon balonuna 50 ml white spirite koyunuz.</p>                  | <p>➤ Sıvı hacmini önce bir mezür ile ölçüp damıtma balonunun içerisine aktarınız.</p>  |
| <p>➤ Balona birkaç adet kaynama taşı atarak termometreyi monte ediniz.</p>  | <p>➤ Termometrenin cıva haznesini balonun boğaz kısmına gelecek ve bir yere değmeyecek şekilde yerleştiriniz.<br/> ➤ Damıtma balonunun içerisine kaynama taşlarını yavaşça koymalısınız.<br/> ➤ Termometrenin alt uç haznesi asla cam balonun dibine değmemelidir. Hazne cam balonun yan buhar çıkış borusunun karşısına gelecek şekilde termometreyi yerleştiriniz.</p> |

|   |   |
|---|---|
| <p>➤ Soğutucudan su sirkülasyonu başlatıp beki yakınız ve balonu ısıtmaya başlayınız.</p>      | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Damıtma balonunu destek çubuğuna tutturunuz.</li> <li>➤ Damıtma balonu çıkış borusuna soğutucu takınız.</li> <li>➤ Soğutucuya toplama başlığı takınız.</li> <li>➤ Toplama başlığını toplama kabına bağlayınız.</li> <li>➤ Soğutucuya su giriş ve çıkış hortumlarını bağlayınız.</li> <li>➤ Soğutucunun su giriş hortumunu çeşmeye bağlayınız.</li> <li>➤ Bekin vanasını açmadan önce hava bileziğini kapatınız.</li> <li>➤ Bek alevinin isli yanmaması gerekir. Alevin ayarını hava bileziğinden yapınız.</li> </ul> |
| <p>➤ İlk damlanın toplama kabına düştüğü anda termometreyi okuyunuz ve ısıyı kaydediniz.</p>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Isıtılan karışımın sıcaklığını sürekli olarak kontrol ediniz.</li> </ul>   |
| <p>➤ Her 5 ml toplandığında sıcaklığı kaydediniz.</p>   | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Son damlaya gelene kadar şartları değiştirmeyiniz.</li> </ul>  |
| <p>➤ Destilat gelmesinin kesildiği ve termometrenin maksimum olduğu sıcaklık not ediniz.</p>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Destilat tükendiği anı iyi gözlemleyiniz.</li> </ul>   |

## KONTROL LİSTESİ

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

| Değerlendirme Ölçütleri  | Evet | Hayır |
|--|------|-------|
| <b>Buharlaştırma sayısı tayini yapmak için</b>   |      |       |
| 1. Belli miktar numuneyi deney tüpüne otomatik pipet kullanarak aldınız mı?                  |      |       |
| 2. Test edilecek numunenin buharlaştırma zamanını kronometre ile ölçtünüz mü?                |      |       |
| 3. Diethyl eterin buharlaştırma zamanını da ölçtünüz mü?                                     |      |       |
| 4. Sonucu hesapladınız mı?   |      |       |
| <b>Destilasyon aralığı testi yapmak için</b>   |      |       |
| 5. Destilasyon balonuna 50 ml white spirite koydunuz mu?                                     |      |       |
| 6. Balona birkaç adet kaynama taşı atarak termometreyi monte ettiniz mi?                     |      |       |
| 7. Soğutucudan su sirkülasyonu başlatıp beki yakıp balonu ısıtmaya başladınız mı?            |      |       |
| 8. İlk damlanın toplama kabına düştüğü anda termometreyi okuyup ısıyı kaydettiniz mi?        |      |       |
| 9. Her 5 ml toplandığında sıcaklığı kaydettiniz mi?  |      |       |
| 10. Destilat gelmesinin kesildiği ve termometrenin maksimum olduğu sıcaklığı not ettiniz mi? |      |       |

## DEĞERLENDİRME

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

## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Yüzeylerin doğal özelliğini korumak ve dekoratif görüntü vermek amacı ile yüzeylere uygulanan ve kuruma sonucu istenilen performansta film oluşturan kimyasal kaplama madde aşağıdakilerden hangisidir?  
A) Reçine  
B) Solvent  
C) Boya  
D) Pigment
2. Boya ve solvent karışımı yüzeylere uygulandıktan sonra hava etkisi ile solventler boya içerisinden buharlaşır. Boya filmi yüzeyde kaplama olarak kalır. Bu olay aşağıdaki boya çeşitlerinin hangisini tanımlamaktadır?  
A) Oksidasyon ile kurumalı  
B) Solvent buharlaşması ile kurumalı  
C) Fırın kurumalı  
D) Reaksiyon kurumalı
3. Aşağıdakilerden hangisi boyanın ana maddelerinden olup pigment ve dolgu maddelerinin içinde homojen olarak dağıtıldığı boya tabakasını oluşturan maddeleri ve boyanın karakterini ve niteliğini belirler?  
A) Astar  
B) Katkı maddesi  
C) Solvent  
D) Reçine
4. Aşağıdakilerden hangisi boyanın cinsine ve kullanılış amacına göre boya performansını geliştirmek için boyaya ilave edilmektedir?  
A) Katkı maddeleri  
B) Dolgu maddeleri  
C) Pigmentler  
D) Solventler
5. Aşağıdakilerden hangisinde gerçek solventlerden biri **değildir**?  
A) Etil asetat  
B) İzopropil alkol  
C) Hekzanon  
D) Diaseton alkol
6. Aşağıdakilerden hangisi aromatik hidrokarbon solventlerden biri **değildir**?  
A) Benzin  
B) Ksilen  
C) Toluen  
D) Solvent nafta

7. Aşağıdakilerden hangisi solventlerin özelliklerinden biri **değildir**?
- A) Alev alma noktası
  - B) Buharlaşma hızı
  - C) Kaynama noktası
  - D) Erime noktası
8. Aşağıdaki seçeneklerin hangisinde solventlerin depolarda ağızları açılmadan depolanması gereken sıcaklık aralığı doğru olarak verilmiştir?
- A) +5 °C ile +35 °C
  - B) +15 °C ile +35 °C
  - C) +25 °C ile +35 °C
  - D) +30 °C ile +35 °C
9. Aşağıdaki seçeneklerin hangisinde solvent depolarında görevli kişilerin mutlaka kullanılması gereken ekipmanlardan biri **değildir**?
- A) Teneffüs maskesi
  - B) Eldiven
  - C) Bone
  - D) Özel tertibatlı gözlükler
10. Aşağıdakilerden hangisi buharlaşma sayısı tayininde referans çözücü olarak Avrupa ve Türkiye’de yaygın olarak kullanılan kimyasal maddedir?
- A) Toluen
  - B) Metil alkol
  - C) N-bütil asetat
  - D) Dietil eter

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-2

## AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak boyada kül tayini yapabileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Çevrenizdeki kimyasal analiz yapan laboratuvarlara giderek kül tayininin nasıl yapıldığını araştırınız.
- Öğrendiklerinizi arkadaşlarınızla paylaşınız.

## 2. KÜL TAYİNİ

Kül, organik maddelerin yakılması sonucu artakalan inorganik madde oksitlerinin oluşturduğu bir kalıntıdır.

Özellikle yapısında organik madde bulunan ürünlerin, inorganik madde içeriğini belirlemek için kül miktarı tayinleri yapılır.

### 2.1. Prensip

Ürünün özelliğine göre ayrıntıda bazı farklılıklar olmakla birlikte tayin, prensip olarak ürünün sabit tartıma getirilmiş bir krozede 800 °C dolayında kızdırılmasından sonra tekrar tartılması şeklinde yapılır.

### 2.2. Kullanılan Araç Gereçler

- Krozeler

Krozeler, analitik kimya laboratuvarında kül tayininde kullanılan temel gereçlerden biridir. Analiz örneğinin çözünürleştirilmesi sırasında, gravimetrik tayinlerde ve süzme işleminde kullanılabilir. Genel olarak üç çeşittir:

- **Porselen krozeler:** Yumuşatılmış cam tozları gibi, yumuşatılmış porselen tozları da gözenekli bir iskelet verir. İskeletlerin gözenekleri kullanılan tozların büyüklük derecesine göre değişir. Bu şekilde yapılan krozeler, kolaylıkla sabit tartıma getirildiklerinden daha üstündür. Kil krozelerin başlıca üstünlüğü 1200 °C'ye kadar ısıtılabilmesi ve ucuz olmasıdır. Kullanışlı olmayan özelliği ise kolaylıkla nem kapmalarıdır.



**Resim 2.1: Porselen kroze**

- **Gooch krozeleri:** Gooch krozeleri, şekil itibarıyla cam krozelere benzer ancak porselenden yapılmıştır. Yalnız alt kısımları delikli veya cam krozelerde olduğu gibi gözeneklidir. Delikli olanların üzerine genel olarak amyant lifleri yerleştirilir. Sabit tartıma getirilme sırasında üstün tarafları vardır. Çünkü amyant lifleri yırtılmaz, aynı zamanda asit ve bazlarla etkileşmez.



**Resim 2.2: Gooch krozeleri**

- **Metal krozeler:** Metal krozeler için en çok kullanılanlar nikel, demir ve platin krozelerdir. Platin krozeler, delikli platin kroze içine yerleştirilen  $(\text{NH}_4)_2 \text{PtCl}_6$ 'nın yüksek sıcaklıkta ısıtılıp parçalanmasıyla hazırlanır. Bu maddenin parçalanmasıyla krozenin dibinde gözenekli bir platin tabakası meydana gelir. Yapılması yorucu ve pahalı olmasına rağmen özellikle HF'li ve sıcak NaOH'li maddeleri süzmek için çok gereklidir.



**Resim 2.3: Metal krozeler**



- **Süzgeçli krozeler (cam krozeler):** Cam krozeler, tamamen camdan yapılır. Yalnız dip kısımları gözenekli (poröz) camdandır. Gözenekli cam, cam tozunun uygun sıcaklıkta yumuşatılması ile elde edilir. Bunlar da süzgeç kâğıtları gibi genellikle ince, orta ve kaba olmak üzere gözenek bakımından üç boyda bulunur.
- Camlar genel olarak 500 °C'ye kadar ısıtıldıklarından, krozeler de ancak bu sıcaklıklara kadar ısıtılabilir. En zayıf noktaları kırılma olmalarıdır. Isıtılmaları ve soğutulmaları dikkatli ve yavaş yapılmalıdır.



**Resim 2.4: Cam krozeler**

#### ➤ **Kül fırınlar**

Kurutma sıvı veya katı maddelerin nem, kristal suyu veya molekülleri arasında absorbe ettiği suyu değişik yöntemlerle uzaklaştırma işlemidir. İyi düzenlenmiş laboratuvarlarda elektrikle ısınan bir fırın bulunur.

Bu fırınlarda sıcaklık en az 1200 oC'ye ulaşabilir ve otomatik olarak istenilen sıcaklığa ayarlanabilir. Elektrikli fırınların şekil ve büyüklükleri farklıdır. Bir tek kül kabını içerisine alabilen kapaklı küçük fırınlar olduğu gibi küçük bir ekmek fırınına benzeyen ve içerisine birkaç sıra şeklinde 15-20 tane kül kabını alabilen fırınlar da vardır. Genellikle elektrikli fırınlarda, ısıtıcı elektrik çubukları kül kaplarının konulduğu tablanın alt kısmına yerleştirilmiştir.

Fırınlarda sıcaklık, hızlı ve kısa sürede değil yavaş yavaş yükseltilmelidir. Bütün çabalara karşın fırınların orta, ön ve arka kısımlarında ısının eşit olması sağlanamaz. Bu nedenle fırına konulan örneklerin yerleri belirli aralıklarla değiştirilmelidir.

Fırınlarda eritme, kuru yakma, kül miktarını belirleme ve gravimetrik yöntemlerle çalışma amacıyla kullanılır. Fırınlarda kapaklarının açılma şekli de farklı olabilir ve fırınlar açılma şekline göre farklı özellikler gösterebilir.



Resim 2.5: Kül fırınlar

### 2.3. Evaporasyon

Sıvı hâldeki bir maddenin atom veya moleküllerinin yeterli enerjiye sahip oldukları zaman sıvı yüzeyinden ayrılarak buharlaşmasına denir.

Evaporasyon bir buharlaşma çeşididir. Evaporasyon sadece sıvı yüzeyinde gerçekleşmektedir ve sıvı fazda iki bileşen bulunmaktadır. Evaporasyon her sıcaklıkta meydana gelmektedir.

### 2.4. Hesaplamalar



**Kül oranının hesaplaması aşağıdaki formüle göre yapılır:**

$$\% \text{ Kül} = \frac{\text{Kül ağırlığı}}{\text{Örnek ağırlığı}} \times 100$$

## UYGULAMA FAALİYETİ

Size verilen numunede kül tayini yapınız.

**Araç ve gereçler:** Porselen kroze, kül fırını, bunsen beki, desikatör, hassas terazi

| İşlem Basamakları   | Öneriler  |
|---|---|
| <p>➤ Bir porselen krozeyi 800 °C'de sabit tartıma getirerek darasını alınız.</p>   | <ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uygun çalışınız.</li><li>➤ Kullandığınız araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li><li>➤ Krozenin darasını uygun bir şekilde alınız.</li></ul> |
| <p>➤ Darası alınan krozeyle 5 g numune tartınız.</p>  | <p>➤ Madde tartımı sırasında tartım kurallarına uyunuz.</p>   |



- Çıplak alevde çeker ocakta çok dikkatlice yakınız.



- Alevi yakarken ve kullanırken dikkatli olunuz.
- Çeker ocak kullanma kurallarına uyunuz.

- Yakma kalıntısını konsantre  $H_2SO_4$  ile evapora ediniz.



- Asit alırken pipet ve par kullanınız.
- Mutlaka eldiven kullanınız.
- Asit buharını solunmamaya dikkat ediniz.

- Elde edilen sülfat kalıntısını 800 °C'deki kül fırınında 1 saat süre ile bekletiniz.



- Örneği küllendirme sırasında madde kaybını önleyiniz.



- Kalıntıyı desikatörde soğutarak tartınız.



- Desikatör kapağını açarken çok dikkatli olunuz.
- Desikatörün içinde nem çekici madde olup olmadığını kontrol ediniz.
- Tartım kurallarına dikkat ediniz.
- Tartım sırasında terazinin hava sirkülasyonu almasını engelleyiniz.
- Hesaplamaları formüllere göre yapınız.

## KONTROL LİSTESİ

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

| Değerlendirme Ölçütleri   | Evet | Hayır |
|---|------|-------|
| 1. Bir porselen krozeyi 800 °C’de sabit tartıma getirerek darasını aldınız mı?            |      |       |
| 2. Darası alınan krozeyle 5 g numune tarttınız mı?  |      |       |
| 3. Çıplak alevde çeker ocakta çok dikkatlice yaktınız mı?                                 |      |       |
| 4. Yakma kalıntısını konsantre H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ile evapora ettiniz mi?     |      |       |
| 5. Elde edilen sülfat kalıntısı 800 °C’deki kül fırınında 1 saat süre ile beklettiniz mi? |      |       |
| 6. Kalıntıyı desikatörde soğutarak tarttınız mı?  |      |       |

## DEĞERLENDİRME

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

## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Krozeler aşağıdakilerden işlemlerin hangisinde **kullanılmaz?**
  - A) Yakma işleminde
  - B) Gravimetrik tayinlerde
  - C) Volumetrik tayinlerde
  - D) Süzme işleminde
2. Şekil itibarıyla cam krozelere benzeyen ve porselenden yapılan yalnız alt kısımları delikli veya gözenekli olan krozeler aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?
  - A) Gooch krozeleri
  - B) Porselen krozeler
  - C) Metal krozeler
  - D) Süzgeçli krozeler
3. Aşağıdakilerden hangisi metal kroze yapımında kullanılan metallere biri **değildir?**
  - A) Nikel
  - B) Demir
  - C) Platin
  - D) Magnezyum
4. Kül fırınlar aşağıdakilerden işlemlerin hangisinde **kullanılmaz?**
  - A) Eritme
  - B) Kurutma
  - C) Kül miktarını belirleme
  - D) Kuru yakma

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-3

## AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak kırılma indisini bulabilecek ve inhibitör tayini yapabileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Kırılma indisi nedir ve nasıl ölçülmektedir? Araştırarak arkadaşlarınızla paylaşınız.
- İnhibitör nedir? İnhibitör tayininin nasıl yapıldığını araştırarak arkadaşlarınızla paylaşınız.
- Refraktometre ve spektrofotometrenin çalışma prensiplerini araştırınız.

## 3. KIRILMA İNDİSİ VE İNHİBİTÖR TAYİNİ

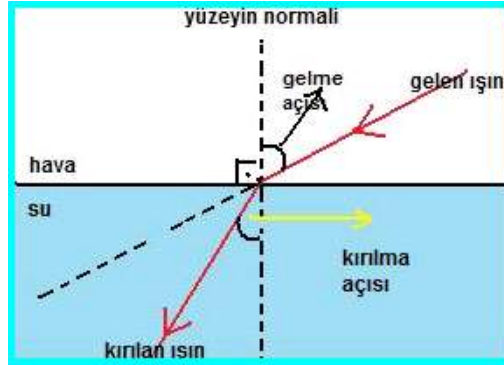
Boya solvetlerinin kırılma indisini bulmak için refraktometri yöntemi kullanılır. “Refraktometri”, her ortamın kırılma indisinin farklı olması prensibini kullanarak konsantrasyon ve madde miktarı gibi tayinleri yapmaya yarayan bir yöntemdir. Kırılma indisi her maddeye özgü bir fiziksel özelliktir, bu sebeple kalitatif ve kantitatif analizlerde kullanabileceğimiz bir metottur.

Solvetlerdeki inhibitör miktarını tayin etmek içinde spektroskopi yöntemi kullanılmaktadır. Bu yöntemde spektrofotometreler kullanılır. Spektroskopi atom, molekül veya iyonlardaki elektronların bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında absorblanan veya yayılan elektromanyetik ışımının, ölçülmesi ve yorumlanmasına denir.

### 3.1. Kırılma İndisi

Saydam bir ortamdan gelen ışının başka bir saydam ortama geçerken yönünü değiştirmesine ışığın kırılması denir. Bir saydam ortamdan başka bir saydam ortama geçen ışık ışınlarının bir kısmı bu iki ortamı ayıran sınır üzerinden yansırken bir kısmı da doğrultusunu değiştirerek diğer ortama geçer.





**Resim 3.1: Işığın kırılması**

Işığın boşluktaki hızının madde içerisinde hızına oranına da **kırılma indisi** denir. Kırılma indisi “n” harfi ile gösterilir. Elektromanyetik ışımının boşluktaki hızı “c”, elektromanyetik ışımının ortamdaki hızı da “v” kabul edildiğinde aşağıdaki bağıntı yazılabilmektedir.

$$n = c/v$$

Işının geliş açısı, ışının hızı ve kırılma indisi ile doğru orantılıdır. Işının geliş ve yansıma açıları bilindiği takdirde iki ortamın da kırılma indisleri oranları **Snell Yasası** gereğince hesaplanabilir. Işının geliş açısı, yansıma açısı ve ortamlardan birinin kırılma indisi biliniyorsa diğer ortamın kırılma indisini hesaplamak yine bu bağıntı ile mümkündür.

$$\frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{n_2}{n_1}$$

$n_1$  = ışığın geldiği ortamın kırılma indisi (katsayısı)

$n_2$  = ışığın gittiği ortamın kırılma indisi (katsayısı)

$\theta_1$  = ışığın geliş doğrultusunun normalle yaptığı açı

$\theta_2$  = ışığın kırıldıktan sonraki gidiş doğrultusunun normalle yaptığı açı

Kırılma indisi maddenin kaynama noktası, erime noktası, yoğunluğu gibi fiziksel özelliklerinden birisidir. Kırılma indisi saydam maddelerde görülen bir özelliktir. Her maddeye özgü bir kırılma indisi vardır.

➤ Bir maddenin kırılma indisinin değişmesi;

- Işının dalga boyuna,
- Sıcaklığa,
- Derişime bağlıdır.

Sıkıştırılabilen maddelerin kırılma indisleri basınca bağlı olarak da değişebilir. Dalga boyunun kırılma indisinden dolayı, ışının dalga boyu belirtilmelidir.

Bir çözeltinin içerisinde çözülmüş olan madde miktarının yüzdesi bilinmiyorsa maddenin kırılma indisi değerini bularak tespit etmek mümkündür.

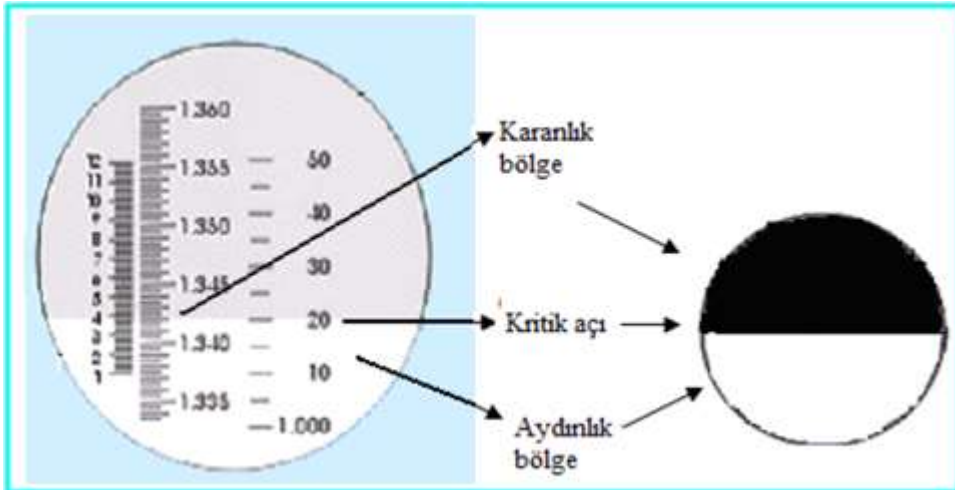
### 3.2. Refraktometre

Refraktometreler, katı ve sıvı saydam ortamların kırılma indislerini ölçen cihazlardır. Sıvı malzemelerin içindeki katı madde miktarını ve kırılma indislerini ölçmeye yarar. Refraktometre ile ölçümlerde saflığından emin olunan maddenin kırılma indisi ölçülür ve bulunan değer literatür verileriyle karşılaştırılır. Yani bilinmeyen bir maddenin diğer fiziksel özellikleriyle, kırılma indisi bir araya gelince maddeyi teşhis etmek daha kolay olur.

Refraktometrik metotlar (kırılma indisi ölçümü), yağ, meyve suyu gibi gıda ürünlerinin analizinde, şeker sanayisinde, eczacılık alanında, kimya sanayiinde oldukça önemlidir. Refraktometrik metotlar, kolaylık ve doğruluk açısından çoğunlukla kullanılan fiziksel metotlardan biridir.

Refraktometre cihazının yapısında prizmalar vardır. Gönderilen ışın, örnekten geçerek prizmaya değişik açılarla gelir. Eğer;

- Gelen açı kritik açıdan küçükse aydınlık bölge oluşur.
- Gelen açı kritik açıdan büyükse karanlık bölge oluşur.
- Karanlık ve aydınlık bölgenin sınırı kritik açya karşılık gelir.



Resim 3.2: Refraktometrede karanlık ve aydınlık bölgelerin oluşumu

### 3.2.1. Çalışma Prensibi

Optik yoğunluğu birbirinden farklı ortamlarda, ışığın bir ortamdan diğerine geçerken kırılması ve bununla ilgili kırılma yasasının esasına dayanır.

### 3.2.2. Çeşitleri

- Katı veya sıvılarda, refraktif index, katı madde miktarı, kırılma indisi, şeker miktarı ve brix aralıklarını ölçmek amacıyla abbe refraktometresi, immersiyonlu refraktometre, pulfrich refraktometresi gibi çeşitli refraktometreler vardır.

Bunlardan en çok kullanılanı abbe refraktometresidir. Ölçüm doğal ışık kullanılarak ve birkaç damla sıvı ile yapılabilir. İmmersiyonlu refraktometrede 10-15 ml sıvı gerekir. Pulfrich refraktometresi ise monokromatik ışın ile çalışır.

- **Abbe refraktometresi**
- Kırılma indisi tayininde kullanılan aletlerden birisi de abbe refraktometresidir. Abbe refraktometresinde iki prizmanın arasına kırılma indisi tayin edilecek madde sıvı film olarak yerleştirilir. Prizmalara gönderilen ışık ile kritik açıdan daha küçük açı ile gelen ışınların oluşturduğu aydınlık bölge ve kritik açıdan daha büyük açıyla gelen ışınların oluşturduğu karanlık bölge görülebilir.
- Kuru madde skalası 20 °C'deki saf sakkoroz çözeltilerine göre hazırlanmıştır. Kırılma indisi skalası yanında kuru madde skalası da bulunur. Böylelikle her okumadan sonra % suda çözünür kuru madde miktarının bulunduğu tablolara başvurma ihtiyacı kalmaz. Ayrıca, prizma gömleklerinde su sirküle edebilme olanağı olan, dolayısıyla okumanın sabit ve belli bir sıcaklık derecesinde yapılabildiği bir refraktometre çeşididir.
- Abbe refraktometresi, ayırım sınırı yarım gölge olan ve aynı okülerden ölçüm değerinin de görüldüğü masaüstü yapısında bir cihazdır. Prizma haznesi cihaz gövdesinden yüksek bir seviyededir ve çelik plakalarla kaplıdır. Sebebi; cihazın uzun kullanım ömürlü olmasıdır. Ayrıca ölçü ayırım sınırını belirleyen prizmanın, ayar düğmesi de cihazda mevcuttur. Genellikle cihaz kırılma indisi 1,3 ile 1,7 aralığında olan maddelerin kırılma indislerini ölçmektedir.
- Abbe refraktometresi bir laboratuvarında bulunması gereken önemli cihazlardan birisidir. Öteki cihazlarla çalışıldığında uzun zaman alacak bazı analizler bu cihazla çok kısa zamanda ve daha yüksek doğrulukla yapılabilir. Bakımının iyi yapılması hâlinde cihaz, laboratuvarında kullanılan diğer cihazlara göre genelde daha ucuz ve daha uzun ömürlüdür.

- Abbe refraktometrenin kullanıldığı alanlar
  - Gıda sanayii
  - Kimya sanayii
  - Farmasötik sanayi
  - Petrol sanayi
  - Yağ sanayii
  - Boya sanayii
  - Araştırma laboratuvarları
- Abbe refraktometresi, genellikle prizma haznesi, su giriş ve çıkış kısımları, termometre haznesi, oküler, vidalar (makro ve mikro vidalar) gibi kısımlardan oluşur.



**Resim 3.3: Abbe Refraktometresi**

#### ➤ **El refraktometreleri**

El tipi refraktometreler kolay ölçüm olanağı sağlayan refraktometrelerdir. Pratik uygulamalarda, küçük hacimli, hafif olması nedeniyle meyve suyu, süt, salça, reçel gibi çeşitli gıda endüstrilerinde rahatlıkla kullanılan, sıvı solüsyonların kırılma indislerini, % kuru madde miktarları ile brix aralıklarını ölçen cihazdır.

- El refraktometresinin bölümleri şunlardır:
  - Oküler
  - Ayar vidası
  - Tutma kolu
  - Kalibrasyon vidası
  - Prizma haznesi (ışık toplama kapağı ve prizma yüzeyi)



Resim 3.4: El refraktometresi

### 3.2.3. Kullanımı

Abbe refraktometresi ile ölçüm yapabilmek için aşağıdaki işlem basamakları takip edilmektedir:

Önce cihaz gün ışığına yönlendirilir ya da ışık kaynağına bağlanır. Cihazın aynasını sağa sola çevirerek okülerden bakan göze ışığın en fazla gelmesi sağlanmalıdır.

Prizmaların temiz olup olmadığı kontrol edilir. Temiz değilse alkolle ıslatılmış, yumuşak bir bezle temizlenir ve kurulanır. Bunun için cihazın orta kısmındaki kilitleme düğmesi açılır ve prizmalar birbirinden ayrılıp temizlenip tekrar eski hâline getirilir.

- Termometresi yerine takılır.

Sabit bir sıcaklık elde etmek için prizmaların etrafında sıcaklığı sabit olan su dolaştırılır (20 °C). Bazı refraktometrelerde termostat vardır. Bu durumda termostat 20 °C'ye ayarlanır. Saf su ile "0" ayarı yapılır. Bunun için;

- Önce birkaç dakika prizmaların etrafında su dolaştırılarak prizmaların sıcaklığı 20 °C'ye getirilmesi sağlanır.
- Sonra alttaki prizmaya birkaç damla saf su damlatılır.
- Altteki prizmaya su damlatılınca üsteki prizma özel düğmesi ile suyu sıçratmayacak şekilde yavaşça kapatılır. Kırılma indisinin 20 °C'de 1,3330 olup olmadığı kontrol edilir. Değilse cihazın gösterge çizelgesi yaklaşık 1,33 kırılma indisine ayarlanır.

Ayarlamada öncelikle okülerden bakıldığında gösterge çizelgesinin üzerinde ayrı olarak görülen görüş alanındaki karanlık ve aydınlık alanların birbirinden net olarak ayrılmasını sağlamak, sonra da karanlık ve aydınlık alanları eşitlemek gerekir. Bu işlem bunları birbirinden ayıran çizgiyi, çapraz çizgilerin kesiştiği nokta ile karşılaştırarak yapılır. Netleştirme işlemi cihazın sağ yanında bulunan prizmaya kumanda eden küçük vida ile karşılaştırma ise örneğin konulduğu prizma ile birlikte gösterge çizelgesini de hareket ettiren büyük vida ile yapılır. Gerekirse oküler sağa sola döndürülerek göze göre ayarlanır.

Saf su ile ayarlama yapılırken netleştirme işleminden sonra büyük vida ile sıcaklık 20 °C'de iken gösterge çizelgesinin üst bölümünde kırılma indisi rakamlarında 1,333 değerine ait taksimat çizgisi, gösterge çizelgesi görüş alanının ortasında skalayı dik kesen sabit çizgi ile üst üste getirilir. 20 °C'nin dışındaki sıcaklıklarda yapılan ayarlamalarda sıcaklığa karşı gelen kırılma indisi ile sabit çizgi çakıştığında % kuru madde sıfırdan farklı değer gösterebilir. Eğer örneğin kırılma indisi okunacaksa önemli olan belli sıcaklıkta saf suyun kırılma indisini ayarlamaktır. % kuru madde miktarı okunacaksa saf su ile % 0 kuru maddeye ayarlama yapılmalıdır.

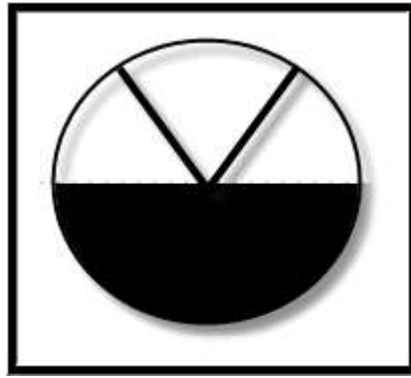
Bu durumda karanlık ve aydınlık sahayı ayıran net çizgi çapraz çizgilerin kesiştiği noktadan geçiyorsa cihaz ayarlanmış demektir. Aksi hâlde skalanın ayarı değiştirilmeden aletin sağ yanında ve en üstte bulunan üzeri kertikli kapak açılarak, altındaki vida tornavida ile döndürülerek çakıştırma yapılır. Böylece refraktometre ayarlanmış olur. Bu vida karanlık ve aydınlık sahaların oranlarını değiştirdiği hâlde skalayı hareket ettirmez.

➤ **Numune ile ölçüm yapılması**

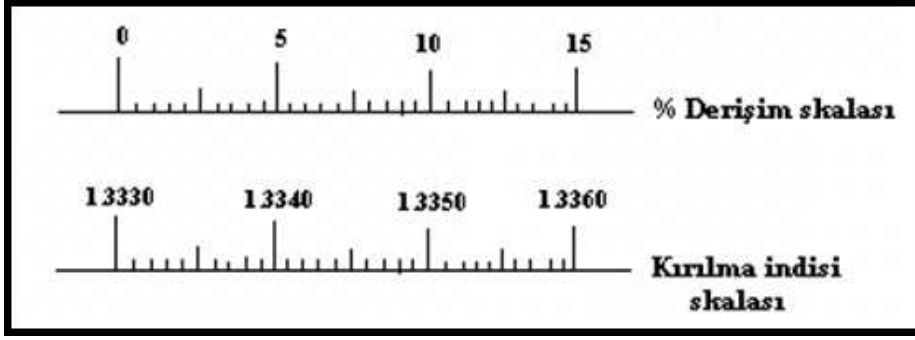
- Homojen hâle getirilmiş örnek çözeltilerden birkaç damla pipet ile refraktometrenin prizmasına damlatılır ve hemen üstteki prizma yavaşça kapatılır.

Okülerden bakılarak netleştirme işlemi yapılır. Okülerden bakıldığında yuvarlak olarak görülen görüş alanında karanlık alanın yukarıda kaldığı görülür.

- Çakışma yapmak için en alttaki büyük vida döndürülünce gösterge çizelgesi sola doğru hareket eder. Karanlık ve aydınlık sahalar tam eşitlendiğinde sabit çizginin çıktığı % kuru madde ve kırılma indisi değeri okunur.



**Şekil 3.1: Okuma yaparken karanlık-aydınlık sahanın netleştirilmesi ve çakıştırılması**



Şekil 3.2: Refraktometredeki skalalar

- Okunan % kuru madde değerine ve kırılma indisi değerine gerekli ise sıcaklık ve diğer faktörlerden gelen düzeltmeler uygulanarak gerçek değer bulunur.

Okuma işlemi bitince prizma saf su ile temizlenir. Yumuşak bir bez parçası ya da tülbentle kurulama işlemi yapılır. Prizmalar arasında çizilmelerini önlemek amacıyla, yumuşak bir kâğıt parçası konur. Suda çözünmeyen bileşiklerle çalışılmış ise prizmaları alkol ya da benzen ile temizlemek gerekir.

Farklı dalga boylu ışıpta ölçülen kırılma indisleri, birbirinden çok farklı olmayan maddelerin kırılma indisleri ölçülürken karanlık ve aydınlık sahaların birbirinden tam ve kesin olarak ayrılmasını sağlamak zordur. Bu durumlarda aydınlık saha ile karanlık saha arasında ve karanlık sahaya doğru koyulaşan mavi bir bant görülür. Bu durumda aydınlık sahanın bittiği hat, çizgilerin kesiştiği noktalara çakıştırılarak okuma yapılır.

#### ➤ El refraktometresinin kullanımı

Refraktometreyi, eğik prizmanın bulunduğu taraf ışığa bakacak şekilde gövdesinden tutarak alınır.

Kapak kapalı konumda iken cihaz okülerini gözünüze konumlandırıp oküler üzerindeki ayar halkasını çevirerek refraktometre içindeki ölçü tablosunu net görene kadar sağa sola çevrilir.

#### ➤ Sıfır ayarının yapılması

Önce prizma kapağını açarak eğik prizma yüzeyine 1-2 damla distile su damlatıp kapak yavaşça kapatılır (Prizma yüzeyi ile kapak arasında ince bir su tabakası kalacaktır.).

Ölçü tablosunun 0 (sıfır) çizgisi civarında görülen koyu-açık renkli ayırım görüntüsünü (eğer çakışmış değilse) ölçü tablosu sıfır çizgisi ile tam çakıştırmak üzere kalibrasyon düğmesi çevrilir ve koyu-açık ayırımın ölçü tablosunun sıfır çizgisi ile tam çakışması sağlanır.

### ➤ **Kullanırken dikkat edilecek noktalar ve bakım**

Kalibrasyon sıvısı ile ölçüm sıvısının sıcaklıklarının aynı olması gerekir. Büyük sıcaklık farkı olması durumunda sıfır noktası ayarı 30 dakika kadar bekledikten sonra yapılmalıdır.

Kullanım sonrası cihaz asla su ile yıkanmamalıdır. Su ile ancak silerek temizlenebilir.

Optik kısımlar sert malzemelerle silinmemelidir. Yumuşak bir bez parçası ile ya da tülbent ile temizlenebilir. Aksi takdirde bu şartlara uyulmadan kullanılan cihazların garantisi sona ermiş olur.

### **3.3. Spektrofotometre**

Spektrofotometreler, çözelti içerisindeki madde miktarını çözeltinin tuttuğu veya geçirdiği ışık miktarını ölçerek tespit etmeye yarayan cihazlardır. Günümüzde laboratuvarlarda hem kalitatif analizlerde hem de kantitatif analizlerde yaygın olarak kullanılmaktadır. Çalışma alanları genellikle 200- 1000 nm dalga boyu arasındadır.



**Resim 3.5: Spektrofotometre**

Çözeltinin tuttuğu veya geçirdiği ışık miktarının ölçülmesi amacıyla kullanılan cihazlara genel olarak fotometre denir. Spektrofotometreler de bir çeşit fotometredir. Numuneye gönderilecek ışının dalga boyunun ayarlanmasında fotometrelerde filtreler kullanılırken spektrofotometrelerde ise prizmalar kullanılır.

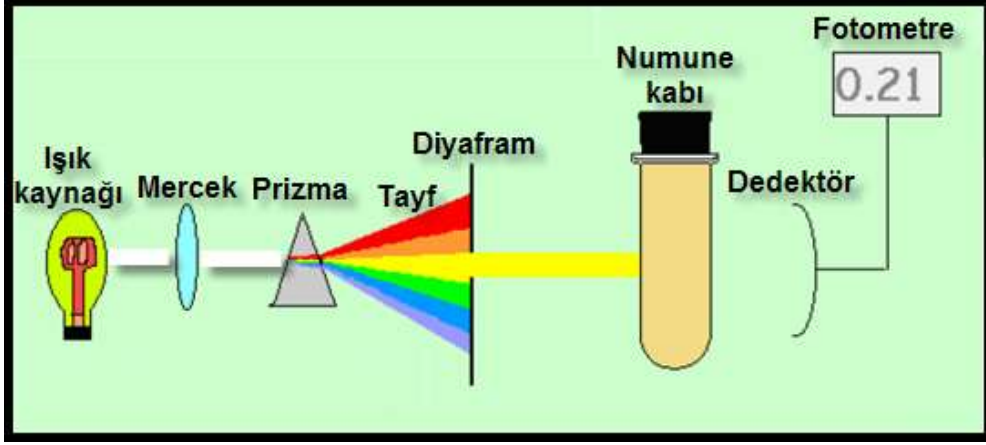
Spektrofotometreler madde renginin yoğunluğunun ölçülmesiyle madde miktarının veya konsantrasyonunun bulunmasını sağlayan cihazlardır. Spektrofotometrelerde konsantrasyonu bilinen bir standart çözeltinin absorpladığı ışık miktarı (absorbans, optik dansite) ile konsantrasyonu bilinmeyen çözeltinin absorpladığı ışık miktarı karşılaştırılır.

Spektrofotometrelerde kullanılacak ışık, çözeltinin kuvvetli absorpladığı dalga boyunda seçilir (Örneğin kırmızı renkli sıvı için yeşil dalga boyunda; yeşil renkli sıvı için kırmızı dalga boyunda; mavi renkli sıvı için sarı dalga boyunda; sarı renkli sıvı için mavi dalga boyunda) seçilir.



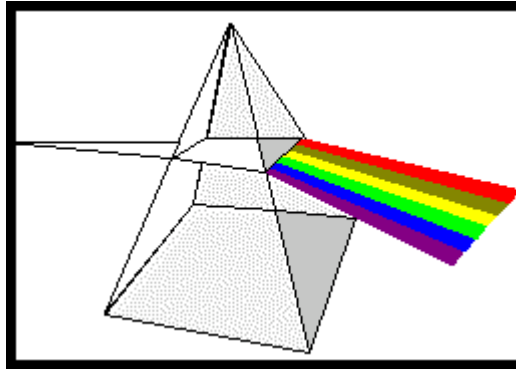
Spektrofotometrelerde çözültideki madde için uygun seçilen dalga boyundaki ışığın örneğe ve standarda (bilinen konsantrasyondaki çözelti) ait absorpsanları veya optik dansiteleri karşılaştırılıp matematiksel işlemler yapılarak örnekteki maddenin konsantrasyonu bulunur.

➤ **Spektrofotometrenin kısımları**



Şekil 3.3: Basit bir spektrofotometrenin bölümleri

- **Işık kaynağı:** Sisteme ışık sağlayan lambalardır. Işık kaynağının sabit ve sürekli ışık vermesi, enerjisinin büyük olması istenir. Işık kaynağından istenilen kalitede ışık alınabilmesi için cihaz kullanılmadan önce bir süre çalıştırılıp ısınması beklenmelidir.
- **Monokromatör (prizma):** Spektrofotometrelerde monokromatör olarak prizmalar kullanılır. Ölçüm için ışık kaynağından gelen polikromatik ışıktan monokromatik (belli bir dalga boyuna ait) ışık elde edilmesini ve istenen dalga boyundaki ışığın numuneye gönderilmesini sağlayan sistemdir.



Şekil 3.4: Işının prizmada ayrılması

Prizmalarda dalga boyunun seçilmesi farklı dalga boylarındaki ışığın prizmaya girişte ve çıkışta farklı miktarlarda kırılması prensibine dayanır. Böylece polikromatik olan ışın demeti monokromatik ışınlara ayrılmış olur. Daha sonra istenilen dalga boyundaki ışığın diyaframa iletilmesi sağlanır.

İstenilen dalga boyu cihaz üzerindeki bir düğme ile ayarlanmaktadır.

- **Diyafram:** Mercekler ve ışın toplayıcı optik parçalarla belirli miktarlardaki ışının geçmesinin sağlandığı kısımdır. Küvete düzgün bir ışın demeti gönderilmesini sağlar. Bazı spektrofotometrelerde diyafram bulunmayıp bunun yerine monokromatörün önünde giriş yarıkli levhası ve monokromatörün arkasında çıkış yarıkli levhası bulunur.
- **Örnek kabı (küvet) :** Küvet içine ölçüm yapılacak çözeltinin konduğu kaptır. Tüp veya dört köşe olabilir. Daha çok dört köşe küvetler tercih edilir. Küvetlerin ışık geçiren kısmı cilalı diğer yerleri ise buzlu durur.

Küvetler soft veya borosilikat cam, kuvars veya plastikten yapılır. Cam küvetler görünür bölgedeki ölçümler için kullanılır. Kısa UV dalgalar için cam küvetler uygun değildir. Asidik çözeltilerde soft camlar, bazik çözeltilerde ise borosilikat camlar uygundur.

Kuvars küvetler ise hem UV hem de görünür bölge için kullanışlıdır. Özel üretilmiş kaliteli plastik küvetler ise 200-700 nm arasında rahatlıkla kullanılabilir.



**Resim 3.6: Küvet**

Plastik küvetler ucuz olmalarına karşılık kullanım sırasında kolayca çizilebilmeleri sebebiyle uzun ömürlü değildir. Kuvars küvetler ideal olmakla birlikte çok pahalıdır. Cam küvetler ise ucuz ve dayanıklı oldukları için en çok kullanılan küvetlerdir.

- Spektrofotometrede doğru bir ölçüm yapabilmek için;
- Dalga boyuna uygun, birbiriyle uyumlu, iyi kalite küvetler kullanılmalı,
  - Küvetlerin temiz ve çizilmemiş olmasına dikkat edilmeli,

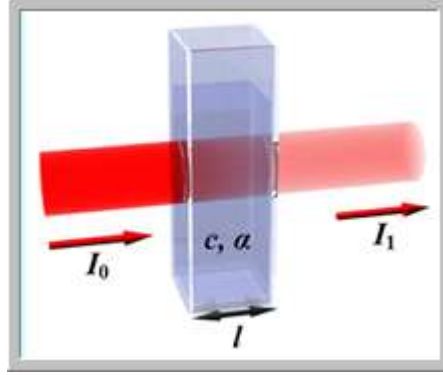
- Aşınma ve eskimeden gelebilecek farklılıkları belirlemek için küvetler düzenli olarak birbirlerine karşı kalibre edilmeli,
  - Küvetler cihaza yerleştirilirken ışık giriş ve çıkış yönlerine küvetlerin cilalı kısımları gelmeli,
  - Kullanım esnasında cilalı olan kısımlardan tutulmamalı,
  - Küvetler kurutma veya başka amaçlarla ısıtılmamalıdır.
- Küvetlerin temizliği
  - Küvetler kullanıldıktan hemen sonra çeşme suyu ve ardından saf sudan geçirilmelidir.
  - Aşırı kirlenen küvetler deterjanlı su, çeşme suyu ve saf su ile sırasıyla yıkanmalıdır.
  - Kesinlikle fırça kullanılmamalıdır.
  - Deterjanla da temizlenemeyen küvetler %20'lik nitrik asit içerisinde bir gece bekletildikten sonra saf sudan geçirilmelidir. Küvet temizliğinde %10'luk NaOH de kullanılabilir. Ancak küvetler bu çözeltide fazla bırakılmamalıdır.
  - Gelişmiş cihazlarda küvete numunenin alınması, numunenin tahliyesi ve küvetlerin temizliği otomatik olarak yapılmaktadır.
  - **Tayfın ayrıntılarını kaydeden detektörler (algılayıcılar):** Küvetten gelen ışınların miktarını belirlemeye yarayan kısımdır. Işın enerjisini elektrik enerjisine dönüştürerek gösterge veya yazıcıya aktarır.
  - **Fotometre (dalga boyunu ve ışınım şiddetini gösteren gösterge):** Sonuç okuma veya yazıcı bölümüdür. Dedektörde oluşan elektrik akımını ölçen ve burada elde edilen değerleri rakamsal olarak ifade eden kısımdır. Gösterge skalalı veya dijital olabilir. Gelişmiş spektrofotometrelerde ise sonuçlar bir yazıcıdan çıktı olarak alınabilmektedir.

### 3.3.1. Çalışma Prensipleri

Spektrofotometrelerin temel çalışma prensibi, hazırlanan çözeltiden belirli dalga boyunda ışık geçirilmesi ve bu ışının ne kadarının çözelti tarafından tutulduğunun bulunması esasına dayanır. Çözeltinin içerisindeki madde miktarı ne kadar fazla ise çözelti tarafından tutulan ışın miktarı da o oranda fazla olur.

Çözelti içerisindeki bütün maddeler, ışının bir dalga boyunu tutarken diğerlerini yansıtır veya geçirir. Maddenin belli bir dalga boyundaki bir ışını tutması, onun diğer fiziksel ve kimyasal özellikleri (yoğunluk, erime, kaynama noktası, donma noktası vb.) gibi sabit bir özelliğidir.

Herhangi bir çözeltiye gönderilen bir ışığın çözelti tarafından tutulmasına absorpsiyon (soğurma-emilim), ışığın çözeltiden geçmesine ise transmisyon denir. Işık absorpsiyonu absorbans (A) veya optik dansite (OD), çözeltinin ışığı geçirme oranı transmittans (T) olarak ifade edilir.



Şekil 3.5: Işının çözeltide absorplanması

Bir çözeltiliye giren, absorbe edilen ve geçen ışık şiddeti arasında kantitatif bir ilişki vardır. Bu ilişki “Lambert Beer Kanunu” ile ifade edilir. Spektrofotometride ölçüm yapabilmek için ölçümü yapılacak maddenin Lambert Beer Kanunu’na uyması gerekir. Lambert Beer Kanunu’na göre bir çözeltinin tuttuğu ışık, çözeltinin konsantrasyonu ile doğru orantılıdır. Yani çözeltinin konsantrasyonu arttıkça absorbe ettiği ışık miktarı da artar.

**Çözeltinin ışığı geçirme oranı (transmittans, T);**

$$T = I_t / I_o$$

T: Transmittans  
I<sub>t</sub>: Çözeltiden geçen ışın  
I<sub>o</sub>: Çözeltiye gelen ışın

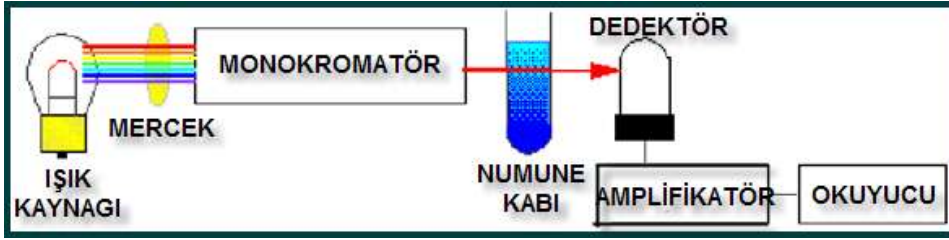
eşitliğinden hesaplanabilir.

### 3.3.2. Çeşitleri

Günümüzde 200-2500 nm dalga boyları arasında ölçüm yapabilen spektrofotometreler geliştirilmiştir. Yani bu cihazlar hem ultraviyole (UV) hem görünür bölge (GA) hem de infrared (IR) bölgelerinde ölçüm yapabilmektedir.

**UV spektrofotometreleri yapılarına göre ikiye ayrılır:**

- **Tek ışın demetli spektrofotometreler:** Bu cihazlarda tek bir ışın demeti kullanılır. Sıfır ayarı ve ölçüm işlemleri ayrı ayrı yapılır. Tek ışın yollu spektrofotometreler basit ve ucuz olmalarının yanında hassas ölçüm yapabilmeleri nedeniyle de tercih edilir. Kantitatif analizler için oldukça uygun cihazlardır. Işın kaynağı olarak ultraviyole alan için hidrojen lambası ve görünür alan için volfram lambası kullanılır.



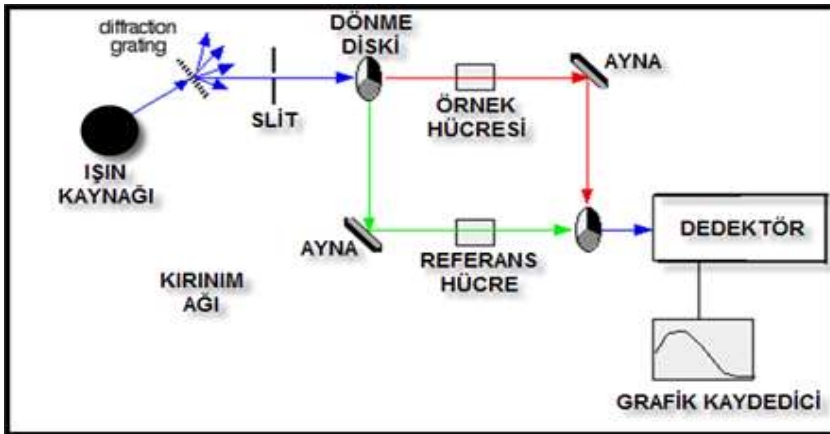
Şekil 3.6: Tek ışın demetli spektrofotometreler

Tek ışın demetli bir UV spektrofotometrede ışık kaynağından çıkan ışın bir çukur aynada yansıtıldıktan sonra ikinci bir yansıtıcı aynaya gelir. Buradan da toplayıcı ayna denen diğer bir çukur aynaya yansıtılır ve daha sonra Littrow prizmasına gelir. Bu prizma  $30^\circ$  ve  $60^\circ$ lik açılar olan bir dik prizmadır ve  $60^\circ$  açının karşısındaki yüzeyi gümüşle kaplanmıştır. Bu prizma üzerine düşen ışın demetini dağıtır ve farklı bir yönde geri gönderir.

Bu geri dönen ışın demeti dalga boylarına ayrılmış bir ışın demetidir. Littrow prizması bir vida ile döndürüldüğünde tek dalga boyundaki demetler çıkış aralığından bir filtreye, oradan da küvete (çözelti ve çözücü içeren) gelir.

Buradan da geçtikten sonra fotosele ulaşır. Bu fotoselde ışın şiddeti ile orantılı bir elektrik akımı meydana gelir.

- **Çift ışın demetli spektrofotometreler:** Çift ışın yollu cihazlar, tek ışın yollu cihazlara göre hem optik hem de elektronik yönden daha karışıktır. Işın kaynağı hidrojen ve volfram lambalarıdır. Cihazda 2 tane Littrow lambası bulunmaktadır.



Şekil 3.7: Çift ışın demetli spektrofotometrenin yapısı

Bu cihazlarda ışık kaynağından çıkan ışın, prizmadan sonra çıkış aralığında ışın demeti bölücüsü tarafından ikiye ayrılır. Ayrılan demetlerden birincisi körden, ikincisi ise numuneden geçerek ayrı ayrı fotosellere ulaşır. Fotoseller arasındaki akım farkı absorpsiyon veya transmittans değeri olarak okunur.

Çift ışın demetli cihazların en önemli avantajı zaman kazandırmamaları ve voltaj değişikliklerinden etkilenmemeleridir. Tek ışın demetlilere göre hassasiyetleri daha düşüktür.

### 3.3.3. Kullanımı

Spektrofotometrede ölçüm yapılırken numuneye belirli bir dalga boyundaki ışın gönderilerek numunenin absorbe ettiği ışın miktarı ölçülür. Yapılan analize göre ölçümde hangi dalga boyundaki ışının kullanılacağı analiz metodunda belirtilmektedir. Kullanılacak ışın dalga boyu bilinmiyorsa miktarı tespit edilecek maddenin 1 molar çözeltisi hazırlanıp çeşitli dalga boylarındaki absorpsiyon değerleri ölçülür. En yüksek değer ölçüldüğü dalga boyu belirlenerek kullanılır. Spektrofotometre bu dalga boyuna ayarlanarak çözeltilerin ölçümüne geçilir.

Spektrofotometrik ölçüm için üç tip çözelti hazırlanır. Bunlar kör, numune ve standart çözeltileridir.

- **Kör:** Spektrofotometrede okuma yapmadan önce absorpsiyon sıfıra veya % transmittansı 100'e ayarlamak için kullanılan çözeltilerdir. Bu amaçla yapılan işleme kör ayarı veya 0 ve 100 ayarı denir. Üç tip kör çözeltisi vardır:
  - Optik kör: Standart çözelti serisi hazırlanırken stok standart çözelti hariç diğer kimyasalların konulmasıyla hazırlanan 0,0 konsantrasyonlu çözeltilerdir. Çözeltilerden ve küvetten gelebilecek absorpsiyonları ortadan kaldırmak için kullanılır. Bunun analiz öncesi yapılması zorunlu olmakla beraber analiz sırasında da yapılması gerekebilir.
  - Reaktif körü: Bulanık veya renkli reaktifler kullanıldığında içinde sadece o reaktifin olduğu kör çözelti olup o reaktiften gelebilecek absorpsiyon tespit etmek için kullanılır.
  - Numune körü: Renkli veya bulanık numunelerin kullanıldığı ölçümlerde numunenin renginden gelebilecek absorpsiyon tespit etmek için kullanılan, içinde sadece numunenin bulunduğu kör çözeltilerdir. Spektrofotometre optik köre karşı sıfıra ayarlanmışsa reaktif körünün absorpsiyon değeri, numune ve standartların absorpsiyonundan çıkarılır. Numune körünün absorpsiyon değeri ise sadece numunenin absorpsiyonundan çıkarılarak hesaplama yapılır.
- **Standart çözelti:** Miktarı bulunmak istenen maddenin bilinen konsantrasyonlardaki çözeltisidir. Bir veya birden fazla olabilir. Birden fazla olduğunda grafik çizilir.
- **Numune çözeltisi:** İçindeki madde miktarını tespit etmek istediğimiz çözeltilerdir.

Spektrofotometrik ölçümler end-point okuma ve kinetik okuma şeklinde yapılır. End-point okuma; spektrofotometrik okumanın reaksiyon tamamlandıktan sonra tek seferde yapıldığı okumalardır. Çoğunlukla end-point okuma yapılmaktadır. Kinetik okuma ise birim

zamandaki absorbans deęişiminin ölçüldüęü okumalardır. Genellikle enzim analizlerinde kinetik okuma kullanılır.

➤ **Spektrofotometrik ölçüm yapılırken;**

- Ölçümden yeterli süre önce cihaz çalıştırılarak ısınması sağlanır.
- Cihaz, ölçümün yapılacağı dalga boyuna ayarlanır.
- Küvete kör çözelti konularak cihaza yerleştirilir.
- Kör çözelti ile cihazın 0 ve 100 ayarı yapılır.
- Küvete standart çözeltilerden konularak cihaza yerleştirilip okumaları yapılır.
- Küvete numune çözeltisi konularak cihaza yerleştirilip okuması yapılır.

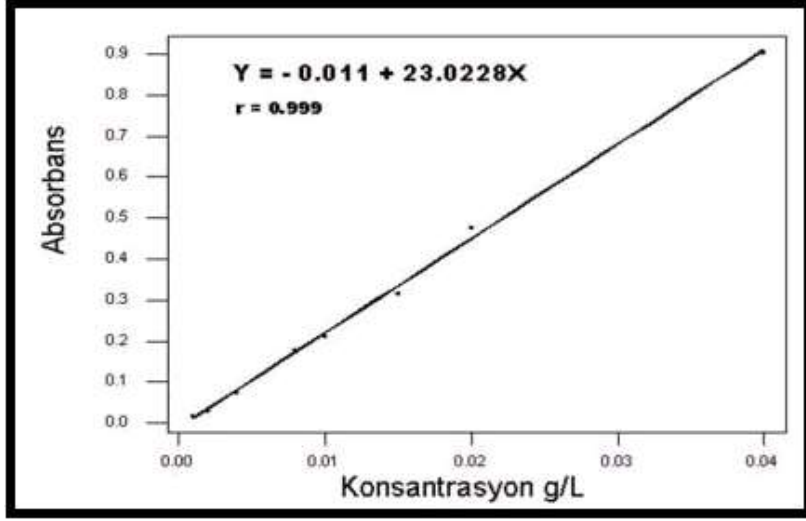
Okumalar tamamlandıktan sonra ya numunenin absorbans değeri sabit faktör ile çarpılarak numunenin konsantrasyonu hesaplanır veya kalibrasyon grafięi çizilip bu grafik yardımıyla numunenin absorbans değerinden konsantrasyonu tespit edilir.

Gelişmiş spektrofotometreler, bilgisayar sistemleri ile donatıldıkları için absorbans değeri ile kantitatif hesaplamalar yapabilmektedir. Yani standartların ölçümünden sonra cihaz, kalibrasyon eğrisini kendisi hazırlayıp numunenin absorbansına göre hesaplama yaparak direkt olarak konsantrasyonu verebilmektedir.

### **3.4. Kalibrasyon Eğrisi**

Bir analizde ölçülen büyüklük ile tayin edilecek maddenin konsantrasyonu arasındaki ilişkinin deneysel veya gözlemsel olarak tayinine kalibrasyon denir.

Kalibrasyon eğrisi metodunda, önce numunedeki miktarı tespit edilmek istenilen maddenin farklı konsantrasyonlarda standart çözeltileri hazırlanır. Hazırlanan bu çözeltilerin ölçümleri yapılır. Bir koordinat düzlemi oluşturulup elde edilen ölçüm değerleri konsantrasyonlarına göre koordinat düzlemine yerleştirilir. Konsantrasyonlar ve bunlara ait okuma değerlerinin kesişme noktaları birleştirilerek kalibrasyon eğrisi elde edilir. Son olarak numunenin ölçümü yapıp ölçüm değeri koordinat düzleminde işaretlenerek grafikte kesiştięi noktaya göre numunedeki aranan madde miktarı tespit edilir.



Şekil 3.8: Kalibrasyon eğrisi

➤ **Kalibrasyon eğrisi oluşturma aşamaları**

Bir maddenin standart çözeltisi hazırlanırken o maddeden literatürde belirtilen miktar kadar tartılıp çözündürülerek belirtilen hacme tamamlanır. Hazırlanan bu çözeltiye stok standart çözelti denir. Daha sonra bu çözeltiden belli hacimlerde alınıp seyreltilerek istenilen standart çözelti serileri hazırlanır.

Standart çözelti serileri hazırlamak için standart çözelti serilerinin ölçümünü yapmak, ölçüm değerlerini standartların konsantrasyonuna karşı grafiğe dönüştürmek gerekir.

Elde edilen bu kalibrasyon eğrisi kullanılarak numunedeki aranan madde miktarı tespit edilmelidir.

**Örnek:** 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ve 5,0 mg/litrelik standart potasyum çözeltisi serisi hazırlayalım.

➤ **Kullanılan araç gereç kimyasallar**

- Hassas terazi
- Tartım kabı
- Spatül
- Huni
- Mezür
- 1000 ml'lik balon joje (2 adet)
- 100 ml'lik balon joje (6 adet)
- Pipetler
- Piset
- Potasyum klorür (KCl)



➤ **Stok standart potasyum çözeltisinin hazırlanması**

- 0,191 g potasyum klorür (KCl) tartılıp litrelik bir balon jodede saf su ile çözündürülerek hacim çizgisine tamamlanır.
- Hazırlanan bu çözeltinin 1 litresinde 100 mg potasyum bulunmaktadır (100mg/litre).
- Bu çözeltiden 100 ml alınıp litrelik bir balon jodede saf su ile hacim çizgisine tamamlanırsa 10 mg/litrelik standart potasyum çözeltisi hazırlanmış olunur (10 mg/litre).
- Bu çözeltiden 0,5, 1,0, 2,0, 3,0, 4,0 ve 5,0 mg/litrelik 100 ml potasyum çözeltisi serisi hazırlamak için  $C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$  formülünden alınması gereken stok standart çözelti hacimleri hesaplanır.
- 0,5 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 0,5 \cdot 100 \Rightarrow v_1=5$  ml
- 1,0 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 1,0 \cdot 100 \Rightarrow v_1=10$  ml
- 2,0 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 2,0 \cdot 100 \Rightarrow v_1=20$  ml
- 3,0 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 3,0 \cdot 100 \Rightarrow v_1=30$  ml
- 4,0 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 4,0 \cdot 100 \Rightarrow v_1=40$  ml
- 5,0 mg/litre için  $10 \cdot v_1 = 5,0 \cdot 100 \Rightarrow v_1=50$  ml

6 adet 100 ml'lik balon joje alınıp üzerlerine hazırlanacak çözelti konsantrasyonları yazılır. Balon jodelere hazırlanacak konsantrasyonuna göre hesaplanan miktarlarda stok standart potasyum çözeltisi aktarılır.

Her bir balon jodaye varsa analiz metodunda belirtilen kimyasallar eklenip saf su ile hacim çizgilerine tamamlanırsa istenilen konsantrasyonlarda standart potasyum çözelti serisi hazırlanmış olunur.

### 3.5. İnhibitör Tayini

İnhibitör boya reçinesi üretiminde kullanılacak monomer ve solventlerin depolanması sırasında polimerleşme reaksiyonuna girmemesi için ilave edilen ve reaksiyonu yavaşlatmayı sağlayan kimyasal maddelerdir.

Solventlerde inhibitör tayini spektrofotometre kullanılarak yapılmaktadır. Standart çözelti olarak inhibitör tayinin hangi madde aranıyorsa o maddenin çözeltileri hazırlanmalıdır.

➤ **Kullanılan araç gereçler**



- Ayırma hunisi
- Siyah bant süzgeç kâğıdı
- Spektrofotometre
- Küvet
- Pipetler

- Balon jojeler
  - Hassas tartı
  - Spatül
- **Kullanılan kimyasallar**
- 1 M NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi
  - Standart çözeltiler
- **Yapılışı**
- Ayırma hunilerine, hazırlanan standart çözeltileri (50 ml) ayrı ayrı alınır.
  - Kaç ppm'lik olduklarını üzerine etiketlenir.
  - 1 M NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi hazırlanır.
  - Her birine 55 ml standart 1 N NaOH (sodyum hidroksit) konulur.
  - Aynı anda başlayarak hunileri 3 dakika süre ile çalkalanır.
  - Her bir huniden alttaki sulu NaOH (sodyum hidroksit) fazı ile birlikte siyah bant süzgeç kâğıdından süzülür.
  - Süzüntüyü ayrı ayrı alarak etiketlenir.
  - 15 dakika sonra 485 nm'de tüm standart çözeltileri ve süzüntü spektrofotometrede okunur.
  - Kalibrasyon eğrisi çizilir.
  - Kalibrasyon eğrisinden konsantrasyonu tayin edilir.

## UYGULAMA FAALİYETİ

Size verilen numunede kırılma indisi tayini ve inhibitör tayini yapınız.

**Kullanılan araç gereçler:** Termometre, refraktometre, su banyosu, UV spektrofotometre, 1 cm'lik ölçüm küvetleri, ayırma hunileri, hassas terazi, balon joje, siyah bant süzgeç kâğıdı

| İşlem Basamakları   | Öneriler  |
|---|---|
| <b>Kırılma indisi tayini yapmak için;</b>   |   |
| <p>➤ Kırılma indisi bakılacak numuneyi su banyosuna bağlanmış olan refraktometreye damlatınız.</p>  | <ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız.</li><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Öncelikle sıcak su bağlantısını yapınız.</li><li>➤ Termometreyi yerleştirerek cihazı çalıştırınız.</li><li>➤ İşleme başlamadan önce refraktometrenin kalibrasyonunun olup olmadığını kontrol etmeyi unutmayınız.</li><li>➤ Numune homojen hâle getirmeyi unutmayınız.</li><li>➤ Sıvının prizma yüzeyini homojen bir şekilde kaplaması, hava kabarcığının oluşmamasına dikkat ediniz.</li></ul> |
| <p>➤ Kapağı kapatarak ayna ile ışık ayarını yapınız.</p>   | <ul style="list-style-type: none"><li>➤ Işık ayarlarını dikkatli yapınız.</li></ul>   |

|   |   |
|---|---|
| <p>➤ Refraktometrenin sağ gözlem kısmından gözlemek suretiyle, görüntüyü sağdaki düğme yardımı ile netleştiriniz.</p>                                        | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Okülerden bakıldığında yuvarlak olarak görülen görüş alanında gölgeli alanın yukarıda kaldığı gözlemleyiniz.</li> <li>➤ Okülerden bakılarak netleştirme işlemini (oküler üzerinde bulunan vidanın sağa sola döndürülmesi ile) yapınız.</li> </ul>  |
| <p>➤ Soldaki düğme yardımı ile ortalayınız.</p>   | <p>➤ Ortalama işlemini tam yapınız.</p>   |
| <p>➤ Sol gözlem kısmından gözleyerek karşılıklı iki skalanın aynı hizaya gelen değerini, numunenin o sıcaklıktaki kırılma indisi olarak belirleyiniz.</p>  | <ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Sıcaklığın en az 5 dakika değişmemesini sağladıktan sonra kırılma indisini okuyunuz.</li> <li>➤ Kalibrasyon sıvısı ile kırılma indisi belirlenecek olan numunenin sıcaklıklarının aynı olmasına dikkat ediniz.</li> <li>➤ Okumanın yapıldığı sıcaklık standart sıcaklıktan (20 °C) değişik ise aşağıdaki düzeltme yapınız.</li> <li>➤ Sıcaklık 20 °C'den yukarıda ise her bir derece için 0,00023 ilave ediniz.</li> <li>➤ Sıcaklık 20 °C'den aşağıda ise her bir derece için 0,00023 eksik alınız.</li> </ul> |

### İnhibitör tayini yapmak için;

- Ayırma hunilerine, hazırlanan standart çözeltileri (50 ml) ayrı ayrı alınız.



- Çalışma ortamınızı hazırlayınız.
- Laboratuvar veya çalışma önlüğünüzü giyiniz.

- Kaç ppm'lik olduklarını üzerine etiketleyiniz.



- Hazırladığımız etiketleri yapıştırınız veya cam yazar kalemle yazınız.

- 1 N NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi hazırlayınız.



- Çözelti hazırlama ilgili kurallara uyunuz.

- Her birine 55 ml standart 1 M NaOH (sodyum hidroksit) koyunuz.



- Mezürle ölçüm yaparken hacmin doğru olmasına dikkat ediniz.
- Mezürdeki çözeltiyi balon jöjeye eksiksiz aktarınız.

- Aynı anda başlayarak hunileri 3 dk. süre ile çalkalayınız.



- Çalkalama sırasında dikkatli olunuz.

- Her bir huniden alttaki sulu NaOH (sodyum hidroksit) fazı ile birlikte siyah bant süzgeç kâğıdından süzünüz.



- Süzgeç kâğıdı ile süzme kurallarına uyunuz.

- Süzüntüyü ayrı ayrı alarak etiketleyiniz.



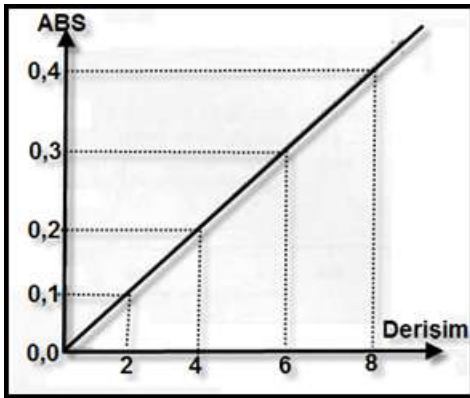
- Hazırladığımız etiketleri yapıştırınız veya cam yazar kalemle yazınız.

- 15 dk. sonra 485 nm'de tüm standart çözeltileri ve süzüntüyü spektrofotometrede okuyunuz.



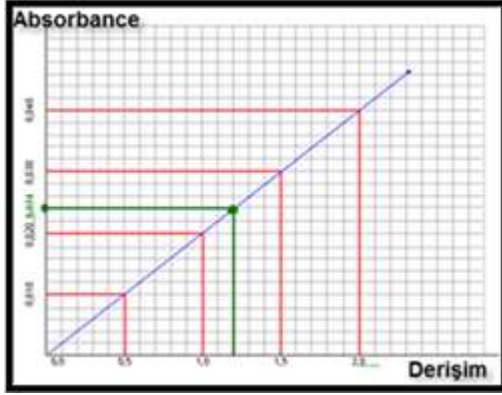
- Analiz metodunda belirtilen dalga boyuna ayarlamayı unutmayınız.
- Dalga boyuna uygun küvetlerle çalışınız.
- Kullandığınız küvetlerin çizik ve kirli olmamasına dikkat ediniz.
- Küvetlerin saydam kısımlarından tutmayınız.
- Küvetin yönünü doğru yerleştiriniz.
- Spektrofotometrenin okuma kabına standart çözelti serilerini doldurunuz.
- Her bir çözelti için cihazda ayrı ayrı okuma yapınız.
- Her okumada temiz küvet kullanınız.

- Kalibrasyon eğrisi çiziniz.



- Her bir standardın okuma değerini karıştırmadan doğru olarak kaydediniz.
- Milimetrik kâğıtta koordinat düzlemi oluşturunuz.
- Grafikte çözelti konsantrasyon değerlerini x eksenine üzerine işaretleyiniz.
- Grafikte cihaz okuma (absorbans) değerlerini y eksenine üzerine işaretleyiniz.
- Konsantrasyon değerlerinden y eksenine, absorbans değerlerinden x eksenine paralel doğrular çizerek konsantrasyon değerlerinin absorbans değerleriyle çakıştığı noktaları işaretleyiniz.
- İşaretlenen noktaları birleştirerek kalibrasyon eğrisini çiziniz.

- Kalibrasyon eğrisinden konsantrasyonu tayin ediniz.



- $Y = bx + a$  formülünden hesaplayınız.  
Y: Absorbans  
X: Konsantrasyon  
a: Kesim noktası  
b: Doğrunun eğimi,

## KONTROL LİSTESİ

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

| Değerlendirme Ölütleri   | Evet | Hayır |
|--|------|-------|
| <b>Kırılma indisi tayini yapmak için;</b>  |      |       |
| 1. Kırılma indisi bakılacak numuneyi su banyosuna bağlanmış olan refraktometreye damlattınız mı?   |      |       |
| 2. Kapağı kapatarak ayna ile ışık ayarını yaptınız mı?   |      |       |
| 3. Refraktometrenin sağ gözlem kısmından gözlemek suretiyle görüntüyü sağdaki düğme yardımı ile netleştirdiniz mi?                                     |      |       |
| 4. Soldaki düğme yardımı ile ortaladınız mı?   |      |       |
| 5. Sol gözlem kısmından gözleyerek karşılıklı iki skalanın aynı hizaya gelen değerini, numunenin o sıcaklıktaki kırılma indisi olarak belirlediniz mi? |      |       |
| <b>İnhibitör tayini yapmak için;</b>   |      |       |
| 6. Ayırma hunilerine, hazırlanan standart çözeltileri (50 ml) ayrı ayrı aldınız mı?  |      |       |
| 7. Kaç ppm'lik olduklarını üzerine etiketlediniz mi?   |      |       |
| 8. 1 M NaOH çözeltisi hazırladınız mı?   |      |       |



|   |  |  |
|---|--|--|
| 9. Her birine 55 ml standart 1 M NaOH koydunuz mu?  |  |  |
| 10. Aynı anda başlayarak hunileri 3 dk. süre ile çalkaladınız mı?                                 |  |  |
| 11. Her bir huniden alttaki sulu NaOH fazı ile birlikte siyah bant süzgeç kâğıdından süzdünüz mü? |  |  |
| 12. Süzüntüyü ayrı ayrı alarak etiketlediniz mi?  |  |  |
| 13. 15 dk. sonra 485 nm’de tüm standart çözeltileri ve süzüntüyü spektrofotometrede okudunuz mu?  |  |  |
| 14. Kalibrasyon eğrisi çizdiniz mi?   |  |  |
| 15. Kalibrasyon eğrisinden konsantrasyonu tayin ettiniz mi?                                       |  |  |

### DEĞERLENDİRME

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

## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Aşağıdakilerden hangisi saf maddelerin kırılma indisini, çözeltilerin ise hem kırılma indislerini hem de çözünen katı maddenin ağırlıkça yüzde derişimini bulmaya yarayan cihazdır?  
A) Spektrofotometre  
B) Refraktometre  
C) Termometre  
D) Kondaktometre
2. Bir maddenin ışığı kırma özelliğine dayanan enstrümental analiz yöntemi aşağıdakilerden hangisidir?  
A) Refraktometri  
B) Potansiyometri  
C) Spektroskopi  
D) Kromotografi
3. Aşağıdakilerden hangisi el refraktometresinin başlıca kısımlarından biri **değildir**?  
A) Oküler  
B) Ayar vidası  
C) Tabla  
D) Prizma haznesi
4. Aşağıdakilerden hangisi abbe refraktometresinin bölümlerinden biri **değildir**?  
A) Prizma haznesi  
B) Termometre haznesi  
C) Işık toplama kapağı  
D) Oküler
5. Bir maddenin kırılma indisi aşağıdakilerden hangisine bağlı **değildir**?  
A) Işının dalga boyuna  
B) Sıcaklığa  
C) Derişime  
D) Çözünürlüğe
6. Refraktometre saf su ile sıfır ayarı yapılırken kırılma indisinin 20 °C'de aşağıdaki değerlerden hangisi olmalıdır?  
A) 1,03  
B) 1,13  
C) 1,33  
D) 1,43

7. Bir örnekteki atom, molekül veya iyonlardaki elektronların bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında absorplanan veya yayılan elektromanyetik ışımının, ölçülmesi ve yorumlanması aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?  
A) Kromotografi  
B) Potansiyometri  
C) Refraktometri  
D) Spektroskopi
8. Aşağıdakilerden hangisi spektrofotometrenin başlıca kısımlarından biri **değildir**?  
A) Işık kaynağı  
B) Elektrot  
C) Işın dedektörü  
D) Monokromatör
9. Aşağıdakilerden hangisi tek ışın demetli spektrofotometrelerde **bulunmaz**?  
A) Numune hücresi  
B) Referans hücre  
C) Işık kaynağı  
D) Dedektör
10. Aşağıdakilerden hangisi spektrofotometrede okuma yapmadan önce absorbansı sıfıra veya % transmittansı 100'e ayarlamak için kullanılan çözeltilidir?  
A) Kör  
B) Standart çözelti  
C) Numune çözeltisi  
D) Analiz çözeltisi

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-4

## AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak Karl-Fischer yöntemiyle su yüzdesini bulabilecek ve monomer tayini yapabileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Çevrenizdeki boya üretimi yapan tesislere veya işletmelere giderek Karl-Fischer yöntemi ile su miktarı tayini ve monomer tayininin nasıl yapıldığını araştırınız.
- Öğrendiklerinizi arkadaşlarınızla paylaşınız.

## 4. KARL-FİSCHER YÖNTEMİYLE SU YÜZDESİ VE MONEMER TAYİNİ

Boya solventlerinde yapılan diğer kalite kontrol testleri ise Karl-Fischer yöntemi ile su miktarı tayini ve monomer tayinidir.

### 4.1. Karl-Fischer Yöntemi

Karl-Fischer metodu genellikle endüstride boya, patlayıcı, gübre, pesti sit, kireç, PVC, muhtelif gazlar, plastik, petrol, sınav yağ, kömür tozu, dizel, polistiren, benzin, amonyak, silikon yağı, biyodizel gibi ürünlerde su içeriğini tespit etmek için kullanılmaktadır. Karl Fischer (KF) titrasyonları su içeriği tayininde çok önemli metotlardan biridir.

Mükemmel tekrarlanabilirliği, doğruluğu ve kullanım kolaylığı sayesinde Karl-Fischer metodu en önemli su test metotları arasında yer almakta ve birçok uluslararası standartta referans gösterilmektedir. Ölçüm volumetrik ve kulometrik Karl-Fischer yöntemlerinden biri ile gerçekleştirilmektedir. Petrol ürünlerinde ve boya solvenlerinde düşük su içeriği nedeni ile kulometrik Karl-Fischer sıklıkla tercih edilmektedir.

Solventlerde Karl Fischer kulometre ile su tayininde alınacak numune miktarları ile ilgili miktarlar tablo da verilmektedir.

| Numune içeriği  | Numune ağırlığı | Tayin edilen su miktarı |
|-----------------|-----------------|-------------------------|
| 100000 ppm= %10 | 50 mg           | 5000 µg                 |
| 10000 ppm= %1   | 10 mg-100 mg    | 100 µg – 1000 µg        |
| 1000 ppm= %0,1  | 100 mg-1 g      | 100 µg - 1000 µg        |
| 100 ppm= %0,01  | 1g              | 100 µg                  |
| 10 ppm=%0,001   | 5g              | 50 µg                   |

Tablo 4.1: Numune miktarları ve içerikleri

### 4.1.1. Prensip

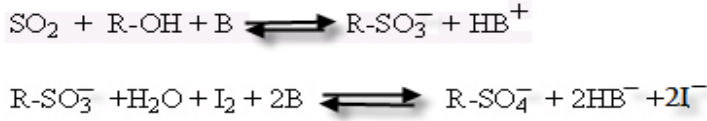
Bu metot Karl Fischer reaktifi ve numunede bulunan eser miktardaki su arasındaki iyodometrik reaksiyona dayanır.

İlk zamanlar kullanılan Karl Fischer reaktifi kükürt dioksit, iyot, piridin ve metanol karışımından oluşmaktaydı.



Kullanılan Karl Fischer solüsyonlarının toksin olan piridin içermesi nedeni ile daha sonraları piridinsiz Karl Fischer reaktifleri üretilmiştir.

Karl Fischer reaksiyonları 2 basamaktan oluşmaktadır.



Karl Fischer reaksiyonu pH 5-7 arasında gerçekleşmektedir. Eğer pH bu değerden düşük ise dönüm noktasının görülmesi zorlaşır. Eğer pH bu değerden yüksek ise yan reaksiyonlar oluşarak reaksiyonun stokiyometresi bozulur.

Karl Fischer reaktifi ile direkt titre edilebilen veya özel bir proses sonrasında titre edilebilen bileşikler tabloda verilmiştir.

Karl Fischer yöntemi volumetrik ve kulometrik olarak iki şekilde gerçekleştirilebilir. 100 ppm'den düşük konsantrasyonlardaki su miktarı tayininde kulometrik yöntem tavsiye edilmektedir. Her iki yöntem de elektrokimyasal bir reaksiyon sonucunda oluşmaktadır.

| Organik Bileşikler      | İnorganik Bileşikler               |
|-------------------------|------------------------------------|
| Doymuş hidrokarbonlar   | İnorganik tuzlar ve hidratları     |
| Doymamış hidrokarbonlar | İnorganik asitler                  |
| Alkoller                | Şelat bileşikleri                  |
| Fenoller                | Maden filizleri                    |
| Eterler                 | Kurutucu ajanlar (silika, alümina) |
| İnert ketonlar          | Hidrazin sülfat                    |
| İnert aldehytler        | Baryum dioksit                     |
| Asetaller               | Kalsiyum karbonat                  |
| Organik asitler         | Politungsten tuzları               |
| Amino asitler           |                                    |
| Sülfonik asitler        |                                    |
| Asit anhidritler        |                                    |

|                                  |  |
|----------------------------------|--|
| Esterler, laktonlar              |  |
| İnorganik asit esterleri         |  |
| Peroksitler                      |  |
| Aminler                          |  |
| Proteinler                       |  |
| Amitler                          |  |
| Azo bileşikleri                  |  |
| Nitriller                        |  |
| Nitro bileşikler                 |  |
| Nitrazo bileşikleri              |  |
| Tiyosiyanat, tiyoeter, tiyoester |  |
| Halojenlenmiş hidrokarbonlar     |  |
| Organik tuzlar ve hidratları     |  |

**Tablo 4.2: Karl Fischer reaktifi ile direkt titre edilebilen bileşikler**

- **Volümetrik titrasyon:** Volümetrik Karl Fischer titrasyonunda harcanan her Karl Fischer reaktifinin (mg H<sub>2</sub>O/mL) mL'si örnekteki suyun mg değerine eşittir. Bu reaktiften kaç mL harcanırsa örnekteki su miktarı o kadar mg'dır.
- Öncelikle deneyde kullanılan solvent kuruluğa kadar titre edilir ve daha sonra örnek direkt olarak veya ekstraksiyon sonrasında Karl Fischer hücresine koyulur. Bu yöntemde iki türlü reaktif kullanılabilir.
  - **Tek bileşenli reaktifler:** Uygun bir çözücünün içerisinde (genel olarak metanol) kükürt dioksit, iyot ve baz bulunmaktadır. Eğer reaksiyon karışımında %25'ten daha fazla metanol bulunuyorsa Karl Fischer reaksiyonu 1:1 oranında gerçekleşir.
  - İki bileşenli reaktifler
    - **Çözücü:** Kükürt dioksit, baz ve metanol içermektedir. Reaksiyonun hızlı oluşmasını sağladığı için titrasyon süresinin kısalması avantajdır. Özellikle yüksek miktarlarda su içeren maddelerin titrasyonunda tekrarlanabilirlik sağlamaktadır.
    - **Titrant:** İyodun metanol içerisinde çözülmesiyle elde edilir.
- **Kulometrik titrasyon**

Bir elektrokimyasal hücrede bulunan elektroaktif madde ya da maddelerin tamamının elektroliz edilerek harcandığı yöntemlere kulometrik yöntemler denir.

Faraday tarafından bir elektrolitik reaksiyondan geçen akım miktarı ile reaksiyona giren madde miktarı arasındaki bağlantı bulunmuştur.

$$Q = n \times F \times N$$

Q = Kulomb cinsinden elektrik miktarı

n= Elektron sayısı

F= Faraday sabiti

N= İncelenen molekülün mol sayısı

Elektrolitik olarak anotta üretilen iyot örnekteki su ile reaksiyona girer.



Faraday kanununa göre elektrik miktarı ile orantılı olarak iyot üretilir. 1 mol iyot 1 mol su ile tepkimeye girer ve böylece 1 mg su 10,71 kulomba eşit olur (1 Faraday = 96484,56 kulomb)



Bu prensibe dayanarak su miktarı, elektroliz için gereken elektrik miktarından bulunabilir.

Karl Fischer metodu ile H<sub>2</sub>O analizinde elektrotta üretilen titrant I<sub>2</sub>, kullanılan elektrot Pt / I<sup>-</sup>, kullanılan elektrolit SO<sub>2</sub> ve metanoldür.

#### 4.1.2. Karl-Fischer Cihazı

Kulometrik yöntemde kullanılan Karl-Fischer cihazı kullanımında cihazın fişi prize takılır önce printer düğmesine daha sonra kırmızı anahtar düğmesine  $\Phi$  basılarak ON konumuna getirilir.



Resim 4.1: Kulometrik Karl-Fischer cihazı

- <Mode> tuşuna basılarak kullanılacak yol, KFC belirlenir ve <Quit> tuşu ile çıkılır.
- <Def> tuşu altındaki formüle menüsünden istenilen formül seçilir. % su cinsinden hesaplama için tuş 1'e, ppm cinsinden hesaplama için tuş 2'ye basılır.
- Formüldeki parametreler tabloya göre ppm, %, mg/g, g/ml cinsinden verilmiştir.
- Önce mıkknatis karıştırıcı, cam titrasyon kabı içine konur daha sonra sırasıyla generator elektrot, indikator elektrot ve kurutucu tüp cam titrasyon kabına monte edilir.
- Cihaz ilk alındığında ya da çözelti yenilendiğinde, yaklaşık 100 ml standart HYDRANAL Colomat AG çözeltisi kullanılır. Bu çözelti bir huni yardımıyla cam titrasyon kabına boşaltılır ve ağzı kapatılır.
- <User> butonuna basılarak sağ sol ok işaretleri ile kullanıcı adı seçilir. Eğer kullanıcı adı kaydedilmemişse ekranda çıkan 'name' kısmına kullanıcı adı <Reports ABC> butonu kullanılarak kaydedilir. Kaydedildikten sonra <Quit> tuşu ile geri dönülür. Kullanıcı adı değiştirilecekse önce "clear" tuşu kullanılır. Eğer kullanıcı komple silinecekse ekranda çıkan "delete" tuşu kullanılır.
- Daha sonra <user metot > butonuna basılarak metot belirlenir. User metot butonu basıldığında ekranda recall metot, store metot ve delete metot adı altında üç ana metot çıkmaktadır.
  - Recall metot, metot çağrılmak istendiğinde, töre metot oluşturulan metot saklanmak istendiğinde, Delete metot da oluşturulan metot silinmek istendiğinde enter tuşuna basılarak yapılır.
- Seçilmiş olan "recall metot"tan sonra ekranda metot name "water" çıkar. Bu enter tuşuyla onaylandıktan sonra cihaz hazır konuma gelir.
- Karıştırıcı düğmesi ON konumuna getirilir, karıştırıcı ayar düğmesi 2 ya da 3 olarak ayarlanır ve cihaz üzerindeki< START> tuşuna basılarak teste başlanır.
- Ekranda önce <KFC wait > çıkar ve 'COND' ışığının yanıp söndüğü görülür bu henüz drift'in yani cam titrasyon kabının içindeki çözeltinin dengeye gelmediğini gösterir. Daha sonra ekranda KFC ready ve drift < = > denge işareti görüldüğünde testi yapılacak numune şırınga ile tartılır.
- Hassas terazide (dijit sayısı 4 olan) tartılan numune < START > tuşuna bastıktan sonra cam titrasyon kabı içine kırmızı kapaklı hazneden enjektör edilir.
- Boş şırınga hassas terazide tekrar tartılır ve numune miktarı belirlenir. Belirlenen numune miktarı ekrana tuşlar kullanılarak girilir.



## 4.2. Monomer Tayini



Monomer, daha yüksek bağı molekül kütleli yeni bir ürün vermek için kendisiyle ya da başka bir bileşikle tepkimeye giren bileşiklerdir. Monomerler birbirlerine kovalent bağlarla bağlanarak kendilerinden daha büyük moleküller oluşturur. Monomer kelimesi yunanca mono "bir" ve meros "parça" kelimelerin birleşmesi ile monomeros kelimesinden türetilmiştir.

Boya sanayiinde çok yaygın olarak kullanılan vinil reçineleri vinil polimerlerin polimerleşmesi ile elde edilmektedir. Akrilik monomerler ester veya asit grubu içeren monomerlerdir. Boya yapımında kullanılan monomerlerin sayısı vinil monomerlerin sayısından daha fazladır. Bunun nedeni akrilik reçinelerin boya üretimine vinil reçinelerden daha elverişli olmasıdır ve ester gruplarının iyi yapışma özelliğini taşımasıdır.

Akrilik ve vinil monomerleri katılma yolu ile polimerleşir ve reçinenin fiziksel ve mekanik özellikleri monomerin kimyasal özelliklerine, zincir boyunun uzunluğuna, yan grupların büyüklüklerine ve özelliklerine bağlıdır.

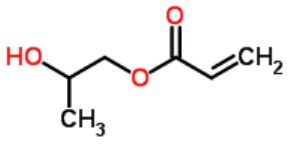
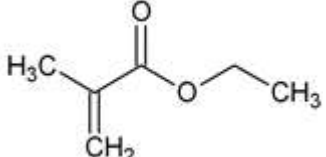
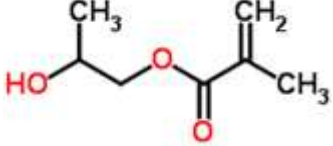
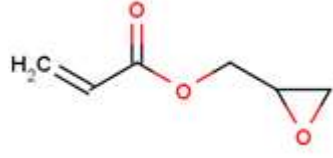
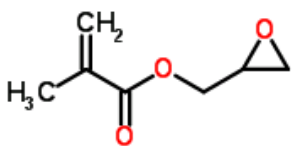
Bu reçinelerden üretilen boyalar son derece saydam ve berrak olup her türlü hava koşullarına dayanıklıdır. Bu reçineleri kullanarak olağanüstü esnek, yüksek sıcaklıkta kolay sararmayan, su ve kimyasallara (alkalilere) dirençli, çok parlak ve iyi mekanik özelliklere sahip boyalar imal edilebilir.

Çeşitli vinil ve akrilik monomerler ve özellikleri tabloda detaylıca gösterilmektedir. Bu monomerlerin çoğu oda sıcaklığında sıvı hâdedir. Zehirli etkileri ve parlama özellikleri nedeni ile dikkatli bir şekilde taşınmalı ve işlenmelidir.

| Monomer         | Molekül kütlesi | Formülü   | Kaynama derecesi | Tutuşma sıcaklığı | Öz kütle |
|-----------------|-----------------|---|------------------|-------------------|----------|
| <b>VİNİLLER</b> |                 |   |                  |                   |          |
| Stiren          | 104             | $2\text{HC}=\text{CH}$<br> | 146              | 33                | 0,91     |
| P-metil stiren  | 118             | $2\text{HC}=\text{CH}$<br> | 173,66           |                   | 0,926    |
| Vinil klorür    | 62,5            | $\text{CH}_2=\text{CHCl}$   | -13,37           |                   | 0,992    |

|                  |    |  |           |    |       |
|------------------|----|--|-----------|----|-------|
| Viniliden klorür | 97 | $\text{CH}_2=\text{CCl}_2$   | 31,7      |    | 1,213 |
| Vinil asetat     | 86 | $\begin{array}{c} \text{CH}_2=\text{CH} \\   \\ \text{O} \\   \\ \text{C}=\text{O} \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$  | 72,5      |    | 0,932 |
| Akrilonitril     | 53 | $\begin{array}{c} 2\text{HC}=\text{CH} \\   \\ \text{C}\equiv\text{N} \end{array}$   | 77        | -1 | 0,80  |
| Metakrilonitril  | 67 | $\begin{array}{c} 2\text{HC}=\text{C}-\text{CH}_3 \\   \\ \text{C}\equiv\text{N} \end{array}$  | 90        |    | 0,85  |
| Akrilamid        | 71 | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{H} \quad \text{C}=\text{NH}_2 \\ \diagdown \quad / \\ \text{C}=\text{C} \\ / \quad \diagdown \\ \text{H} \quad \text{H} \end{array}$ | Erime 84  |    | 1,112 |
| Metaakrilamid    | 85 | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{H}_2\text{N}-\text{C}-\text{CH}_3 \\ \quad \quad \quad \diagdown \\ \quad \quad \quad \text{C}=\text{CH}_2 \end{array}$              | Erime 110 |    |       |

| Monomer                 | Molekül kütlesi | Formülü  | Kaynama derecesi | Tutuşma sıcaklığı | Öz kütle |
|-------------------------|-----------------|--|------------------|-------------------|----------|
| <b>AKRİLATLAR</b>       |                 |  |                  |                   |          |
| Arilik asit             | 72              | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{HO-C-CH=CH}_2 \end{array}$   | 142<br>Erime 12  | 57                | 1,06     |
| Metarilik asit          | 86              | $\begin{array}{c} \text{O CH}_3 \\      \\ \text{HO-C-C=CH}_2 \end{array}$   | 168<br>Erime 15  | 77                |          |
| Metil akrilat           | 86              | $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OCH}_3$  | 80               | -3                | 0,95     |
| Etil akrilat            | 100             | $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OC}_2\text{H}_5$   | 99               | 10                | 0,917    |
| Bütül akrilat           | 128             | $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{OC}_4\text{H}_9$   | 146              | 38                | 0,984    |
| Metil metakrilat        | 100             | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{H}_2\text{C}=\text{C}-\text{C}-\text{OCH}_3 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$   | 101              | 11                | 0,939    |
| Etil metakrilat         | 114             | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{H}_2\text{C}=\text{C}-\text{C}-\text{OCH}_3 \\   \\ \text{C}_2\text{H}_5 \end{array}$  | 118              | 20                | 0,910    |
| Bütül metakrilat        | 142             | $\begin{array}{c} \text{O} \\    \\ \text{H}_2\text{C}=\text{C}-\text{C}-\text{OCH}_3 \\   \\ \text{C}_4\text{H}_9 \end{array}$  | 163              | 54                | 0,889    |
| İzobütül metakrilat     | 142             | $\begin{array}{c} \text{CH}_3 \\   \\ \text{H}_3\text{C}-\text{CH}-\text{CH}_2-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}=\text{CH}_2 \\   \\ \text{CH}_3 \end{array}$ | 155              | 49                | 0,886    |
| 2 hidroksi etil akrilat | 116             | $\text{HO}-\text{CH}_2-\text{CH}_2-\text{O}-\overset{\text{O}}{\parallel}{\text{C}}-\text{CH}=\text{CH}_2$   | 191              | 99                | 1,107    |

|                               |                        |   |                         |                          |                 |
|-------------------------------|------------------------|---|-------------------------|--------------------------|-----------------|
| 2 hidroksi propil akrilat     | 130                    |    | 170                     | 124                      | 1,054           |
| <b>Monomer</b>                | <b>Molekül kütlesi</b> | <b>Formülü</b>  | <b>Kaynama derecesi</b> | <b>Tutuşma sıcaklığı</b> | <b>Öz kütle</b> |
| 2 hidroksi etil metaakrilat   | 130                    |    | 198                     | 116                      | 1,07            |
| 2 hidroksi propil metaakrilat | 144                    |    | 197                     | 107                      | 1,03            |
| Glisid akrilat                | 128                    |   |                         | 60                       | 1,1             |
| Glisid metaakrilat            | 142                    |  | 189                     | 75                       |                 |

**Tablo 4.3: Monomerler ve özellikleri**

Tabloda verilenlerin dışında başka akrilat monomerlerde elde etmek mümkündür. Bir akril asit başka viniller, alkoller ve epoksiler ile tepkimeye girerek yeni ürünler oluşturur.


Vinil ve akrilat monomerleri genellikle zehirli monomerlerdir. Akrilamid ve akrilonitrilinde kanser yapıcı etkileri bulunmaktadır. Fakat polimerlerinde bu olumsuz özellikler bulunmamaktadır. Bu nedenle monomerleri çok dikkatli kullanmak gerekir. Gerekli havalandırma ve kapalı aktarma boşaltma sistemleri kurulmalıdır.

Monomer seçimi doğrudan monomerin polimere kazandırdığı özelliğe ve monomerin fiyatına bağlıdır. Akrilik reçinelerde tek bir monomerden yapılan polimerler çok kullanılmaktadır. Reçineye istenilen özellikleri kazandırabilmek için birden fazla monomer kullanılarak kopolimerler yapılır. Çok sert yapı veren monomerler ile çok yumuşak bir yapı veren ikinci bir monomer kopolimerleşirse istenen esneklikte ve istenen camsı geçiş sıcaklığında polimerler yapılabilmektedir.

## UYGULAMA FAALİYETİ

Size verilen numunede Karl-Fischer yöntemiyle su yüzdesini bulunuz ve monomer tayini yapınız.

**Kullanılan araç ve gereçler:** 25 ml test tüpü, 2 ve 10 ml pipet, Karl-Fischer cihazı, şırınga, havaneli, huni, beher, süzgeç kâğıdı, alüminyum folyo, mantar

| İşlem Basamakları  | Öneriler   |
|--|--|
| <b>Karl-Fischer yöntemi ile su yüzdesi tayini yapmak için</b>  |  |
| <p>➤ Numune odası boş iken hava emiş düğmesine basarak, numune odasına 20–40 ml metanol alınız.</p>  | <p>➤ Laboratuvar veya atölye güvenlik kurallarına uygun çalışınız.</p> <p>➤ Çalışırken mutlaka eldiven kullanınız çok dikkatli olunuz.</p> |
| <p>➤ RUN tuşuna basılarak cihazı sıfırlayınız.</p>   | <p>➤ Cihazı sıfırlamayı unutmayınız.</p>   |
| <p>➤ Katı sodyum tartarat dan 0,05-0,15 g arası numune alınız.</p>   | <p>➤ Tartım kurallarına uyunuz.</p>  |
| <p>➤ Cihaz üzerinde mode düğmesine basarak CONC konumuna getiriniz.</p>  | <p>➤ Derişim tuşuna basmayı unutmayınız.</p>   |
| <p>➤ Titrasyon işlemi yapınız.</p>   | <p>➤ Titrasyon kurallarına uyunuz.</p>   |
| <p>➤ Sonucu ekranda görmek cihazın hafızasına kaydediniz.</p>  | <p>➤ Kaydetmeyi unutmayınız.</p> <p>➤ Sonucu değerlendiriniz.</p>  |

| <b>Monomer tayini yapmak için;</b>  |  |
|---|--|
| ➤ 1 M NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi hazırlayınız.   | ➤ Çözelti hazırlama kurallarına uyunuz.    |
| ➤ 50 mL polystren monomerini eşit hacimde 2 kez 1M NaOH (sodyum hidroksit) çözeltisi ve su ile yıkayınız. | ➤ Yıkama işlemini dikkatli yapınız.        |
| ➤ Polystreni süzünüz.   | ➤ Süzme kurallarına uyunuz.                |
| ➤ Bu sitren monomerinden 20 ml test tüpüne koyarak 100 °C'de 24 saat bekletiniz.                          | ➤ Süre ve sıcaklık parametrelerine uyunuz. |
| ➤ Tüpü kırınız.   | ➤ Kırma işlemini dikkatli yapınız.         |
| ➤ Kırılan tüpten polystreni uygun kaba alınız.  | ➤ Uygun kap kullanınız.                    |
| ➤ Ezerek toz hâline getiriniz.  | ➤ Uygun bir kaptaki ezme işlemi yapınız.   |
| ➤ Temiz kuru bir deney tüpüne tozu alıp metanol ilave ediniz.   | ➤ Doğru ölçüm yapınız.                     |
| ➤ Alüminyum folyo kaplı bir mantarla tüpün ağzını kapatarak birkaç dakika iyice çalkalayınız.             | ➤ Çalkalama esnasında dikkatli olunuz.     |
| ➤ Tüpü gün ışığına tutarak bulanıklığı size verilen tablodaki verilerle mukayese ediniz.                  | ➤ Değerlendirme yapmayı unutmayınız.       |

## KONTROL LİSTESİ

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

| Değerlendirme Ölçütleri  | Evet | Hayır |
|--|------|-------|
| <b>Karl-Fischer yöntemi ile su yüzdesi tayini yapmak için;</b>                                     |      |       |
| 1. Numune odası boş iken hava emiş düğmesine basarak numune odasına 20–40 ml metanol aldınız mı?   |      |       |
| 2. RUN tuşuna basılarak cihazı sıfırladınız mı?  |      |       |
| 3. Katı sodyum tartarat dan 0,05-0,15 g arası numune aldınız mı?                                   |      |       |
| 4. Cihaz üzerinde mode düğmesine basarak CONC konumuna getirdiniz mi?                              |      |       |
| 5. Titrasyon yaptınız mı?  |      |       |
| 6. Sonucu ekranda görmek cihazın hafızasına kaydettiniz mi?  |      |       |
| <b>Monomer tayini yapmak için;</b>   |      |       |
| 7. 1 N NaOH çözeltisi hazırladınız mı?   |      |       |
| 8. 50 ml polystren monomerini eşit hacimde 2 kez 1N NaOH çözeltisi ve su ile yıkadınız mı?         |      |       |
| 9. Polystreni süzdünüz mü?   |      |       |
| 10. Bu stiren monomerinden 20 ml test tüpüne koyarak 100 °C’de 24 saat beklettiniz mi?             |      |       |
| 11. Tüpü kırdınız mı?  |      |       |
| 12. Kırılan tüpten polystreni uygun kaba aldınız mı?   |      |       |
| 13. Ezerek toz hâline getirdiniz mi?   |      |       |
| 14. Temiz kuru bir deney tüpüne tozu alıp metanol ilave ettiniz mi?                                |      |       |
| 15. Alüminyum folyo kaplı bir mantarla tüpün ağzını kapatarak birkaç dakika iyice çalkaladınız mı? |      |       |
| 16. Tüpü gün ışığına tutarak bulanıklığı size verilen tablodaki verilerle mukayese ettiniz mi?     |      |       |

## **DEĞERLENDİRME**

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



## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Karl Fischer metodu ve numunede bulunan eser miktardaki su arasındaki hangi reaksiyona dayanmaktadır?  
A) Bikromat  
B) Tiyosülfat  
C) Permanganat  
D) İyodometrik
2. Aşağıdakilerden hangisi vinil monomerlerinden biri **değildir**?  
A) Arilik asit  
B) Akrilonitril  
C) Akrilamid  
D) Vinil asetat
3. Aşağıdakilerden hangisi akrilat monomerlerinden biri **değildir**?  
A) Metil akrilat  
B) Stiren  
C) Etil akrilat  
D) Meta akrilik asit
4. Karl Fischer metodu ile H<sub>2</sub>O analizinde kullanılan elektrot aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?  
A) Cu / Cu<sup>+2</sup>  
B) Pt / H<sub>2</sub>  
C) Pt / I<sup>-</sup>  
D) Ag / Ag<sup>+1</sup>
5. Karl Fischer reaksiyonu hangi pH aralıklarında gerçekleşmektedir?  
A) 2 – 4  
B) 3 – 5  
C) 5 – 7  
D) 7 - 9
6. Karl Fischer reaksiyonunda kullanılan ve toksik olan kimyasal madde aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?  
A) SO<sub>2</sub>  
B) I<sub>2</sub>  
C) H<sub>2</sub>O  
D) Piridin

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-5

## AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun sularda organik madde tayini yapabileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Sularda organik madde tayininin nasıl yapıldığını araştırınız.
- Öğrendiklerinizi arkadaşlarınızla paylaşınız.

## 5. SULARDA ORGANİK MADDE TAYİNİ

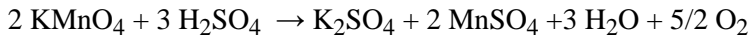
Organik maddeler, yapısında C, H, O bulunan ve S, P, N gibi elementleri barındıran düşük erime ve kaynama noktasına sahip yüksek molekül ağırlıklı, suda az çözünen, yanıcı maddelerdir.

Organik bileşiklerin fizikokimyasal ve yapısal özelliklerinin (çözünürlük, hidrofobiklik, polarlık, uçuculuk, yoğunluk, enerji) ve muhtevasının ne kadar olduğunun bilinmesi, onları anlamaya, geçirdikleri değişimi tahmin etmeye, etkisini belirlemeye ve onları arıtacak veya kontrol altında tutacak işlemleri seçmeye yardımcı olması açısından önemlidir.

Sularda organik madde tayini için sık kullanılan metotlardan biri de permanganat ile organik madde tayinidir. Permanganat indeksi olarak da adlandırılan bu metotta permanganatın en önemli yükseltgen ayıraçlardan biri olması ve titrasyonlarında başka bir indikatöre gerek duyulmaması, tepkimelerin genellikle oldukça hızlı olması, ucuz ve kolay sağlanabilmesi bakımından tercih edilir.

### 5.1. Prensip

Numuneye asitli ortamda potasyum permanganat ( $\text{KMnO}_4$ ) ilave edilir. Sudaki maddeler potasyum permanganatın bir kısmını harcar. Potasyum permanganat indirgenirken açığa çıkardığı oksijen, organik maddenin yükseltgenmesini sağlar. Kalan permanganat, numuneye eş değer miktarda ilave edilen oksalik asit ile reaksiyon verir. Oksalik asidin fazlası tekrar potasyum permanganat ile geri titre edilir. Geri titrasyon için harcanan potasyum permanganat toplam organik maddeye eş değerdir.



Ancak numune içindeki karbonlu maddelerin tümü potasyum permanganat tarafından oksitlenemez. Proteinler gibi azotlu organik maddelerdeki organik karbon, basit karbonlu bileşikler oksitlenemez. Bu nedenle netice karbonun tümünü vermez.

Nitrit, demir tuzları, hidrojen sülfür ve diğer oksitlenebilen bileşikler fazla permanganat harcanmasına ve yanlış sonuç bulunmasına sebep olmaktadır.

➤ **Kullanılan araç gereçler**

- Hassas terazi
- Etüv
- Desikatör
- Erlen
- Mezür
- Balon joje
- Büret
- Pipet
- Spor düzeneği

➤ **Kullanılan kimyasal ve çözeltiler**

- **1/3 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisi:** 750 mL saf su üzerine 250 mL sülfürik asit ilave edilir.
- **0,01 N Oksalik asit çözeltisi:** Bir gece desikatörde bekletilmiş oksalik asitten 0,630 g tartılır. Belli bir miktar saf suyla çözülür ve litreye tamamlanır. Potasyum permanganatın ayarlanmasında kullanılır.
- **0,01 N Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> çözeltisi:** 0,555 g Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> tartılır. Saf su ile litreye tamamlanır.

## 5.2. KMnO<sub>4</sub> Çözeltisi Hazırlama

➤ **0,01 N KMnO<sub>4</sub> çözeltisi hazırlama**

- 0,316 gram KMnO<sub>4</sub> (potasyum permanganat) tartılarak bir miktar suda çözülür.
- 20 dakika kaynatılır ve soğutulur. Kaynatmanın sebebi suda çözülmüş oksijeni gidermektir.
- Cam pamuğundan süzildükten sonra balon jodede kaynatılıp soğutulmuş saf su ile litreye tamamlanır.
- Hazırlanan çözelti 0,01 N Na<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> sodyum oksalata karşı standardize edilir.

➤ **KMnO<sub>4</sub> çözeltisinin standardizasyonu**

- 10 ml H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (oksalik asit) çözeltisi saf su ile 100 ml'ye tamamlanır.
- %20'lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ten (sülfürik asit) 5 ml ilave edilir.

- Kaynama noktası civarına kadar ısıtıldıktan sonra  $\text{KMnO}_4$  (potasyum permanganat) ile kalıcı pembe renk elde edilinceye kadar titre edilir.
- Çözeltinin faktörü aşağıdaki formülden hesaplanır.

➤  **$\text{KMnO}_4$  faktörünün hesaplanması**

$$F = \frac{m_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4} (\text{g}) \cdot V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{0,63 \cdot V_{\text{KMnO}_4}}$$

verilen formülle hesaplama yapılır.

### 5.3. Hesaplamalar

➤ **Organik madde tayinin yapılışı**

- 250 ml'lik erlene 100 ml numune alınır.
- Üzerine 1/3'lik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisi eklenir.
- 10 ml standart  $\text{KMnO}_4$  ilave edilir.
- Su banyosunda kaynayan suda 30 dakika beklenir.
- 10 ml standart  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$  çözeltisi ilave edilir ve rengin kaybolması beklenir.
- Sıcakken pembe renk gözlenene kadar  $\text{KMnO}_4$  titre edilir.
- Titrasyonda harcanan  $\text{KMnO}_4$  miktarı kaydedilir.

➤ **Hesaplama**

$$\text{O}_2 \text{ ppm ( mg/L )} = F \times V \times 0,8$$



F;  $\text{KMnO}_4$  faktörü



V; Titrasyonda harcanan  $\text{KMnO}_4$  miktarı


## UYGULAMA FAALİYETİ

Size verilen su numunesinde organik madde tayini yapınız.

**Kullanılan araç ve gereçler:** Hassas terazi, erlen, büret, hot plate, sülfürik asit, standart potasyum permanganat, oksalat çözeltisi

| İşlem Basamakları  | Öneriler   |
|--|--|
| <p>➤ <math>\text{KMnO}_4</math> çözeltisi hazırlayınız.</p>  | <p>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyerek çalışma ortamınızı hazırlayınız.</p> <p>➤ <math>\text{KMnO}_4</math> çözeltisi standardize etmeyi unutmayınız.</p> |
| <p>➤ Erlenele 100 ml su numune alınız.</p>                  | <p>➤ Su numunesi alma kurallarına uyunuz.</p>  |
| <p>➤ 10 ml (1+3) <math>\text{H}_2\text{SO}_4</math> ilave ediniz.</p>  | <p>➤ Puar ve pipet yardımı ile asit ilave ediniz.</p> <p>➤ Asit ilavesini çeker ocakta yapınız.</p>  |

|  |  |
|--|--|
| <p>➤ Üzerine 10 ml standart <math>\text{KMnO}_4</math> ilave ediniz.</p>  | <p>➤ Puar ve pipet yardımı ile <math>\text{KMnO}_4</math> ilave ediniz.</p>  |
| <p>➤ 30 dakika süre ile <math>85^\circ\text{C}</math>'de bekletiniz.</p>   | <p>➤ Çözelti beyazlaşırsa tekrar 10 mL <math>\text{KMnO}_4</math> ilave ederek 10 dakika daha <math>85^\circ\text{C}</math>'de bekletiniz.</p> |
| <p>➤ Hemen 10 ml sodyum oksalat çözeltisi koyunuz.</p>                  | <p>➤ Sodyum oksalat ilavesiyle çözeltiniz renksiz oluncaya kadar bekleyiniz.</p>   |

|  |   |
|--|---|
| <p>➤ Sıcak hâlde iken <math>\text{KMnO}_4</math> ile hafif pembe renge kadar titre ediniz.</p>  | <p>➤ Erleniniz sıcak olacağından dikkat ediniz.</p> <p>➤ Titrasyonu çözeltiyi soğutmadan hızlı bir şekilde yapınız.</p> |
| <p>➤ Hesaplama yapınız.</p>  | <p>➤ Titrasyonda harcanan potasyum permanganat miktarını kaydediniz.</p>  |

## KONTROL LİSTESİ

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

| Değerlendirme Ölçütleri   | Evet | Hayır |
|---|------|-------|
| 1. $\text{KMnO}_4$ çözeltisi hazırladınız mı?                                     |      |       |
| 2. Erlene 100 ml su numune aldınız mı?  |      |       |
| 3. 10 ml (1+3) $\text{H}_2\text{SO}_4$ ilave ettiniz mi?                          |      |       |
| 4. Üzerine 10 ml standart $\text{KMnO}_4$ ilave ettiniz mi?                       |      |       |
| 5. 30 dakika süre ile $85^\circ\text{C}$ 'de beklettiniz mi?                      |      |       |
| 6. Hemen 10 ml amonyum oksalat çözeltisi koydunuz mu?                             |      |       |
| 7. Sıcak hâlde iken $\text{KMnO}_4$ ile hafif pembe renge kadar titre ettiniz mi? |      |       |

## DEĞERLENDİRME

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



## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Aşağıdakilerden hangisi organik maddelerin yapısında bulunan elementlerden biri değildir?  
A) Karbon  
B) Oksijen  
C) Hidrojen  
D) Magnezyum
2. Aşağıdakilerden hangisi permanganat ile sulara organik madde tayininde kullanılan sodyum oksalatın formülüdür?  
A)  $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$   
B)  $\text{Na}_2\text{CO}_3$   
C)  $\text{Na}_2\text{O}$   
D)  $\text{NaHCO}_3$
3. Aşağıdakilerden hangisi permanganat ile sulara organik madde tayininde kullanılan potasyum permanganatın formülüdür?  
A)  $\text{K}_2\text{CO}_3$   
B)  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$   
C)  $\text{KMnO}_4$   
D)  $\text{K}_2\text{CrO}_4$
4. Aşağıdaki asitlerden hangisi ile organik madde tayininde kullanılan potasyum permanganat standardize edilmektedir?  
A) Nitrik asit çözeltisi  
B) Oksalik asit çözeltisi  
C) Sülfürik asit çözeltisi  
D) Hidroklorik asit çözeltisi

### DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise “Modül Değerlendirme”ye geçiniz.

# MODÜL DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. Yüzeylerin doğal özelliğini korumak ve dekoratif görüntü vermek amacı ile yüzeylere uygulanan ve kuruma sonucu istenilen performansta film oluşturan kimyasal kaplama madde aşağıdakilerden hangisidir?  
A) Reçine  
B) Solvent  
C) Boya  
D) Pigment
2. Boya ve solvent karışımı yüzeylere uygulandıktan sonra hava etkisi ile solventler boya içerisinde buharlaşır boya filmi yüzeyde kaplama olarak kalır. Bu olay aşağıdaki boya çeşitlerinin hangisini tanımlamaktadır?  
A) Oksidasyon ile kurumalı  
B) Solvent buharlaşması ile kurumalı  
C) Fırın kurumalı  
D) Reaksiyon kurumalı
3. Aşağıdakilerden hangisi boyanın ana maddelerinden olup pigment ve dolgu maddelerinin içinde homojen olarak dağıtıldığı boya tabakasını oluşturan maddeleri ve boyanın karakterini ve niteliğini belirler?  
A) Astar  
B) Katkı maddesi  
C) Solvent  
D) Reçine
4. Kül fırınlar aşağıdakilerden işlemlerin hangisinde **kullanılmaz?**  
A) Eritme  
B) Kurutma  
C) Kül miktarını belirleme  
D) Kuru yakma
5. Krozeler aşağıdakilerden işlemlerin hangisinde **kullanılmaz?**  
A) Yakma işleminde  
B) Gravimetrik tayinlerde  
C) Volumetrik tayinlerde  
D) Süzme işleminde
6. Aşağıdakilerden hangisi saf maddelerin kırılma indisini, çözeltilerin ise hem kırılma indislerini hem de çözünen katı maddenin ağırlıkça yüzde derişimini bulmaya yarayan cihazdır?  
A) Spektrofotometre  
B) Refraktometre  
C) Termometre  
D) Kondaktometre

7. Bir maddenin ışığı kırma özelliğine dayanan enstrümental analiz yöntemi aşağıdakilerden hangisidir?  
A) Refraktometri  
B) Potansiyometri  
C) Spektroskopi  
D) Kromotografi
8. Bir maddenin kırılma indisi aşağıdakilerden hangisine bağlı **değildir?**  
A) Işının dalga boyuna  
B) Sıcaklığa  
C) Derişime  
D) Çözünürlüğe
9. Aşağıdakilerden hangisi tek ışın demetli spektrofotometrelerde **bulunmaz?**  
A) Numune hücresi  
B) Referans hücre  
C) Işık kaynağı  
D) Dedektör
10. Aşağıdakilerden hangisi spektrofotometrede okuma yapmadan önce absorbansı sıfıra veya % transmittansı 100'e ayarlamak için kullanılan çözeltilerdir?  
A) Kör  
B) Standart çözelti  
C) Numune çözeltisi  
D) Analiz çözeltisi
11. Karl Fischer metodu ve numunede bulunan eser miktardaki su arasındaki hangi reaksiyona dayanmaktadır?  
A) Bikromat  
B) Tiyosülfat  
C) Permanganat  
D) İyodometrik
12. Aşağıdakilerden hangisi vinil monomerlerinden biri **değildir?**  
A) Arilik asit  
B) Akrilonitril  
C) Akrilamid  
D) Vinil asetat

13. Karl Fischer reaksiyonunda kullanılan ve toksik olan kimyasal madde aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?
- A) SO<sub>2</sub>
  - B) I<sub>2</sub>
  - C) H<sub>2</sub>O
  - D) Piridin
14. Aşağıdakilerden hangisi organik maddelerin yapısında bulunan elementlerden biri **değildir**?
- A) Karbon
  - B) Oksijen
  - C) Hidrojen
  - D) Magnezyum
15. Aşağıdaki asitlerden hangisi ile organik madde tayininde kullanılan potasyum permanganat standardize edilmektedir?
- A) Nitrik asit çözeltisi
  - B) Oksalik asit çözeltisi
  - C) Sülfürik asit çözeltisi
  - D) Hidroklorik asit çözeltisi

### DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki modüle geçmek için öğretmeninize başvurunuz.

# CEVAP ANAHTARLARI

## ÖĞRENME FAALİYETİ-1'İN CEVAP ANAHTARI

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

## ÖĞRENME FAALİYETİ-2'NİN CEVAP ANAHTARI

|   |   |
|---|---|
| 1 | C |
| 2 | A |
| 3 | D |
| 4 | B |

## ÖĞRENME FAALİYETİ-3'ÜN CEVAP ANAHTARI

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

## ÖĞRENME FAALİYETİ-4'ÜN CEVAP ANAHTARI

|   |   |
|---|---|
| 1 | D |
| 2 | A |
| 3 | B |
| 4 | C |
| 5 | C |
| 6 | D |

## ÖĞRENME FAALİYETİ-5'İN CEVAP ANAHTARI

|   |   |
|---|---|
| 1 | D |
| 2 | A |
| 3 | C |
| 4 | B |

## MODÜL DEĞERLENDİRMENİN CEVAP ANAHTARI

|    |   |
|----|---|
| 1  | C |
| 2  | B |
| 3  | D |
| 4  | B |
| 5  | C |
| 6  | B |
| 7  | A |
| 8  | D |
| 9  | B |
| 10 | A |
| 11 | D |
| 12 | A |
| 13 | D |
| 14 | D |
| 15 | B |

## KAYNAKÇA

- BİLGİÇ Atilla, **Oto Boyama Tekniđi**, CBS Boya Kimya ve Ticaret, Kocaeli, 1971.
- ELTAN Ender, **İçme ve Sulama Suyu Analiz Yöntemleri**, Köy Hizmetleri Genel Müdürlüğü Yayınları, Ankara, 1998.
- GÜNDÜZ Turgut, **İnstrümental Analiz**, Gazi Kitabevi, 6. Baskı, Ankara, 2002.
- GÜNGÖR Gündüz, **Boya Bilgisi**, Kimya Mühendisleri Odası, Ankara, 2007.
- KARAKAYA Hasan, **Oto Boyama Sistemleri**, Kocaeli, 2007.
- TUNÇGENÇ Mustafa, **Boya Teknolojisine Giriş**, Akzo Nobel Kemipol, İzmir, 2004.
- TUNÇGENÇ Mustafa, **Genel Boya Bilgileri**, Akzo Nobel Kemipol, İzmir, 2004.