

## **DENEY RAPORU**

**DENEY ADI** Amperometrik Titrasyon (10 No'lu deney)

**DENEY TARİHİ** 26 Mart 2003 Çarşamba

**AMAÇ** Amperometrik titrasyonun incelenmesi ve  $Fe^{2+}$  tayini yapılması

### **TEORİK BİLGİ Amperometri**

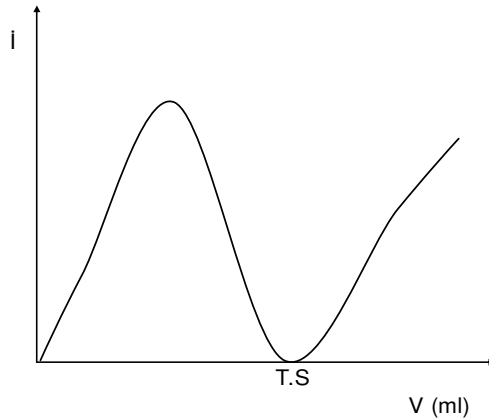
Sabit potansiyelde polarize elektrotlardaki akım değişimlerinin titrant hacmine karşı izlendiği titrasyonlara amperometrik titrasyonlar denir.

Voltammetrik yöntemlerde sınır akımının şiddeti elektroetkin türlerin derişimi ile ilişkili olduğundan, titrasyon tepkimesinde tepkineler yada oluşan ürünlerden biri elektroetkin bir tür ise titrasyon boyunca sınır akım değerleri ölçülerek titrasyon eğrisi çizilebilir. Bu eğriden gidilerek, eşdeğer noktası saptanır ve nicel hesaplamalar yapılır.

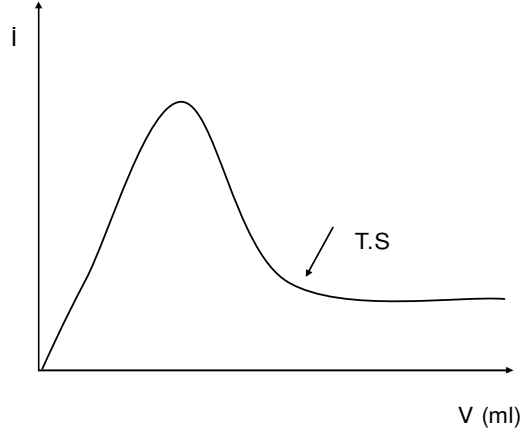
Amperometrik titrasyon teki polarlanmış diğeri polarlanmayan (karşılaştırma elektrodu) elektrotlarla yada her ikisi de polarlanmış ikiz elektrotla oluşturulan elektrolitik pillerde yürütülür.

Tersinir sistemlerin yükseltgeninin indirgenmesi ile indirgenenin yükseltgenmesi aynı potansiyelerde gerçekleşir.  $Fe^{3+}, Fe^{2+}$  ve  $Ce^{4+}, Ce^{3+}$  redoks çiftlerinin her ikisi de tersinir olduğundan,  $H_2SO_4$  içeren bir ortamda,  $Fe^{2+}$  iyonunun  $Ce^{4+}$  çözeltisi işe titrasyonu bu duruma uygun bir örnektir. Böyle bir titrasyon polarlanmış ikiz elektrotlarla yapıldığında, elektrotlar arasında küçük, 20-50 mV gibi, bir potansiyel uygulanır ve titrasyonun her adımında devreden geçen akım değişimi izlenir.

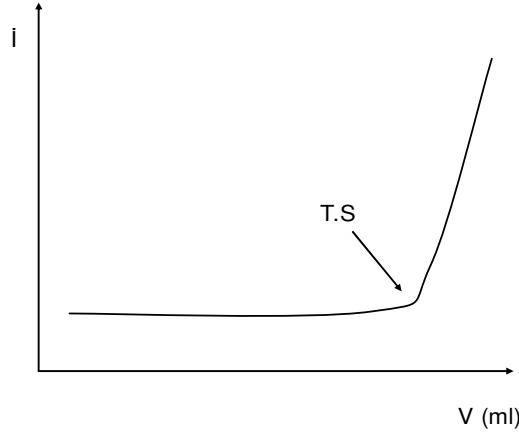
### **Polarlanmış ikiz elektrotlarla amperometrik titrasyon eğrileri;**



Titre edilen ve edenin  
tersinir davranışta olduğu  
eğriler



Sadece titre edilenin tersinir davranışta olduğu eğriler



Sadece titre edenin tersinir davranışta olduğu eğriler

### Amperometrinin Diğer Titrasyon Yöntemleri İle Karşılaştırılması

- Bu titrasyonlar, kondüktometrik ve potansiyometrik titrasyonlardan daha duyarlıdır. Duyarlılıkları  $10^{-6}$  M'dan daha iyidir.
- Doğruluk ve tekrarlanabilirlikleri potansiyometrik ve kondüktometrik titrasyonlar düzeyindedir. İyi bir doğruluk için diğer titrasyonlarda seyrelme oranının dikkate alınması gerekir. Bunun için saptanan sınır akım değerleri seyrelme oranıyla çarpılarak düzeltilmeli yada titrant titre edilene göre yaklaşık 100 kat değişik hazırlanmalıdır.
- Amperometrik titrasyonların seçimliliği, seçilen titrasyon tepkimesine bağlıdır. Seçilen tepkime seçimliyse, titrasyonda seçimli olacaktır.
- Bu titrasyon ucuzdur. Pahalı aygıt olmadan da yürütülebilir. Bu titrasyonlar için mikroampermetre, bir reosta ve sabit gerilim kaynağı olarak da bir batarya yeterlidir.
- Bu titrasyon ucuzdur. Pahalı aygıt olmadan da yürütülebilir. Bu titrasyonlar için mikroampermetre, bir reosta ve sabit gerilim kaynağı olarak da bir batarya yeterlidir.

### DENEYİN YAPILIŞI

$Fe^{2+}$  tayini için;  
1 N  $H_2SO_4$  çözeltisinden 25 ml örnek üzerine eklenir. 0,1 M  $Ce^{4+}$  ile titrasyon yapılır. Titrasyon sonunda  $Fe^{2+}$  için elde edilen dönüm noktası grafikten 150 mm ye karşılık gelmektedir.

Grafik kağıdında 38 mm 10 ml'ye karşılık geldiğine göre;

38 mm 10 ml' ye karşılık ise

$$\frac{150 \text{ mm}}{X = 39,4 \text{ ml}} = \frac{X \text{ ml}}{\text{Sarfiyat } 39,4 \text{ ml olarak bulunur.}}$$



1000 ml'de 0,1 mol  $\text{Ce}^{3+}$

$$\frac{39,4 \text{ ml'de}}{X = 0,004 \text{ mol } \text{Ce}^{3+} \text{ sarfedilmiştir.}} = \frac{X}{}$$

0,004 mol  $\text{Ce}^{3+}$  0,004 mol  $\text{Fe}^{2+}$  için sarfedileceğinden;  
örneğimizde 0,004 mol.56 g/ mol = 0,22 g  $\text{Fe}^{2+}$  bulunduğu hesaplanır.

## SORULAR

1-Amperometrik titrasyon nedir? Neye dayanır?

2-Amperometrik titrasyonla indirgenme potansiyelinden yararlanarak  $\text{A}^{2+}$  maddesinin ( $\text{A}^{2+} + 2\text{e}^- \rightarrow \text{A} \text{ E} = -0,5\text{V}$ )

a)  $\text{CrO}_4^{2-}$  ile titre edilmesinde

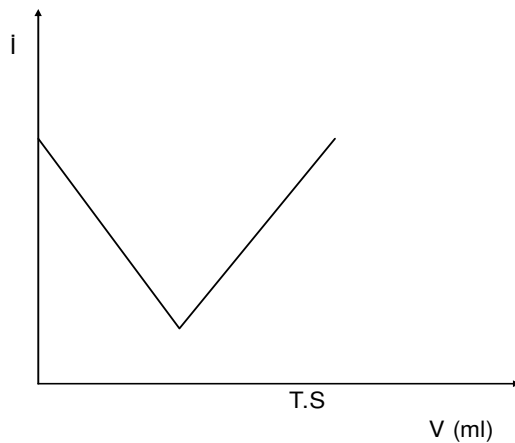
b)  $\text{SO}_4^{2-}$  ile titre edilmesinde

c)  $\text{Ba}^{2+}$  ihtiva eden çözeltinin  $\text{CrO}_4^{2-}$  ile titre edilmesinde elde edilecek eğrileri çizin. ( $\text{CrO}_4$  elektroaktif ,  $\text{SO}_4^{2-}$  in elektroaktif almadığını ve  $\text{PbCrO}_4$ ,  $\text{PbSO}_4$  ve  $\text{BaCrO}_4$  in çökelme reaksiyonu verdiği göz bulundurun)

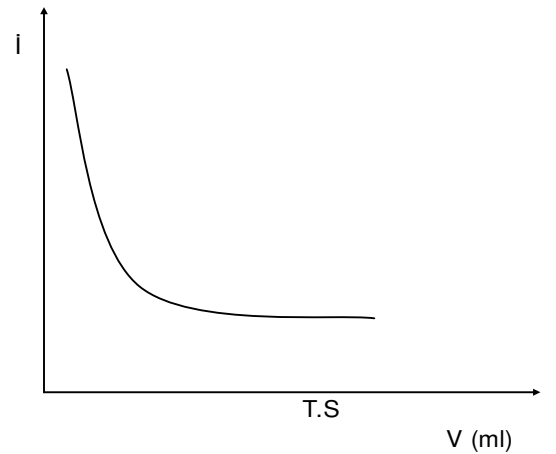
3)  $\text{IO}_3^-$  amperimetrik tit. ile 100w çözeltinin 5 ml alınarak ve 1 g KI eklenerek 0,1 M  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  ile titre edilir. 15 ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  sarfiyatı yapıldığına göre  $\text{IO}_3^-$  in molaritesi nedir? ppm?

## SORULARIN CEVABI

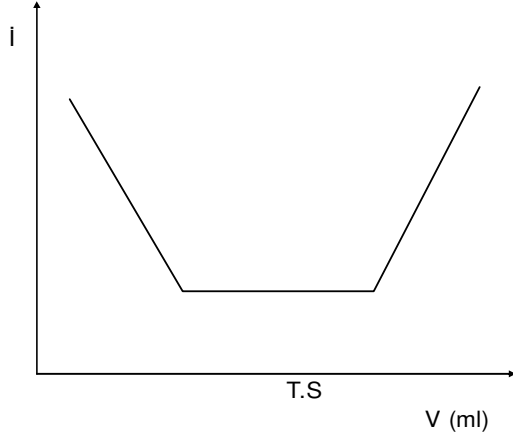
2.Soru:



$\text{CrO}_4^{2-}$  ile titrasyonda hem titre eden hem de titre edilen tersinir olduğu için grafik üstteki gibi olur.

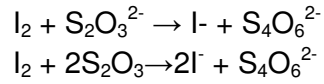
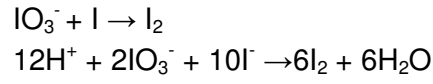


$\text{SO}_4^{2-}$  ile titrasyonda titre edilen tersinir, titre eden tersinmez olduğu için üstteki gibi grafik elde edilir.



BaCrO<sub>4</sub> in çökelme reaksiyonu verdiği için akım bir süre sabit kalır. Daha sonra artar. Titre edilen tersinmez, titre eden tersinir. Grafik yandaki gibi olur.

3.Soru:  
Reaksiyonlar aşağıdaki gibi denkleştirilir.



$$N = 15 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

$$M = n / V \Rightarrow 0,1 = n / 15 \cdot 10^{-3} \Rightarrow n = 15 \cdot 10^{-4} \text{ mol}$$

|   |   |   |  |
|---|---|---|--|
| 1 mol I <sub>2</sub>                          | 2 mol Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 1 mol IO <sub>3</sub> <sup>-</sup>                      | 3 mol I <sub>2</sub>                           |
| <u>x mol</u>                                  | <u>15 · 10<sup>-4</sup> mol</u>                     | <u>x mol</u>  | <u>7,5 · 10<sup>-4</sup> mol I<sub>2</sub></u> |
| x = 7,5 · 10 <sup>-4</sup> mol I <sub>2</sub> |   | x = 2,5 · 10 <sup>-4</sup> IO <sub>3</sub> <sup>-</sup> |  |

$$M = n / V = 2,5 \cdot 10^{-4} / 5 \cdot 10^{-3} \text{ lt} = 0,05 \text{ M} = 0,05 \cdot 10^6 \text{ ppm}$$

*M. Hilal*

*Abdullah*