

Boyahane Laboratuvarı

Titrasyon Analizleri

Analiz Yöntemleri ve Örnek Hesaplamalar

Kapsam	Kostik soda (NaOH), hidrojen peroksit (H ₂ O ₂), tuzda alkalinite/bikarbonat eşdeğeri, proses suyunda sertlik ve tuzda toplam sertlik eşdeğeri
Doküman türü	Fabrika içi laboratuvar eğitim notu
Hazırlanan kişi	Bahri Budak
Tarih	28 Mayıs 2026

Önemli kullanım notu

Bu doküman eğitim ve iç kalite kontrol amacıyla hazırlanmıştır. Tedarikçi kabulü, müşteri spesifikasyonu veya akredite analiz raporu için işletmenin onaylı metodu, standardize edilmiş çözeltileri ve kabul limitleri esas alınmalıdır.

İçindekiler

1. Genel Güvenlik ve Kalite Güvence Kuralları
2. Kostik Soda (NaOH) Analizi - Ticari Sıvı Ürün
3. Hidrojen Peroksit (H₂O₂) Analizi - Ticari Ürün
4. Sodyum Klorürde Alkalinite / Bikarbonat Eşdeğeri Kontrolü
5. Proses Suyunda Toplam Sertlik Analizi
6. Sodyum Klorürde Toplam Sertlik Eşdeğeri - Hızlı Kontrol
7. Sonuçların Raporlanması ve Kontrol Formu
8. Kısa Sözlük
9. Kaynaklar

1. Genel Güvenlik ve Kalite Güvence Kuralları

1.1 Güvenlik

- Kostik soda ve hidroklorik asit aşındırıcıdır; kimyasal gözlük/yüz siperi, uygun eldiven ve önlük kullanılmalıdır.
- Konsantre hidrojen peroksit güçlü oksitleyicidir; organik madde, yanıcı malzeme ve metal kontaminasyonundan uzak tutulmalıdır.
- Asit seyreltmelerinde her zaman asit suya yavaşça ilave edilir; su aside ilave edilmez.
- Baryum klorür toksiktir; tozunun solunması ve atıklarının gelişigüzel uzaklaştırılması önlenmelidir.
- Her kimyasal için güncel Güvenlik Bilgi Formu (SDS) laboratuvarında erişilebilir olmalıdır.

1.2 Analitik kalite güvencesi

- HCl, KMnO₄ ve EDTA çözeltileri kullanılmadan önce standardize edilmeli; faktör/normalite kayıt altına alınmalıdır.
- Her seri analizde en az bir çift analiz yapılmalıdır.
- Blank tüketimi anlamlıysa hesaplamada mutlaka düşülmelidir.
- Sonuç birimi açık yazılmalıdır: % m/m, g/L, mg/L veya mg/kg.
- Ham madde analizi ile proses banyosu kontrolü birbirine karıştırılmamalıdır.

2. Kostik Soda (NaOH) Analizi - Ticari Sıvı Ürün

Amaç: Ticari sıvı kostik soda numunesindeki sodyum hidroksit miktarını ağırlıkça yüzde (% m/m) olarak belirlemektir. Ticari ürün analizinde numune hacimle değil, hassas terazide gram olarak alınır.

2.1 Prensip ve reaksiyon

Karbonat etkisini bastırmak amacıyla hazırlanan numuneye baryum klorür ilave edilir. Numune, fenolftalein son noktasına kadar standardize edilmiş HCl ile titre edilir. Sonuç numune ağırlığı üzerinden % NaOH (m/m) olarak raporlanır.



2.2 Kullanılan cihaz ve kimyasallar

Malzeme / kimyasal	Özellik / kullanım amacı
Analitik terazi	En az 0,001 g hassasiyet; numune tartımı

HCl çözeltisi	Standardize edilmiş yaklaşık 1 N titrant
Baryum klorür çözeltisi	%10; karbonat etkisini bastırma
Fenolftalein	%1; son nokta indikatörü
CO ₂ içermeyen deiyonize su	Hava kaynaklı karbonatlaşma hatasını azaltma
Erlen, büret, manyetik karıştırıcı	Titrasyon ekipmanı

2.3 Uygulama adımları

1. Temiz ve kuru erlene yaklaşık 6-7 g sıvı kostik numunesi hızla tartılır; numune ağırlığı W (g) kaydedilir.
2. Numuneye hemen 100 mL %10 baryum klorür çözeltisi ilave edilir.
3. 3-4 damla fenolftalein eklenir ve karıştırma başlatılır.
4. Standardize edilmiş yaklaşık 1 N HCl ile pembe renk tamamen kayboluncaya kadar titre edilir.
5. Harcanan HCl hacmi V (mL) ve HCl normalitesi N kaydedilir.

2.4 Hesaplama formülü

Sembol	Açıklama
V	Harcanan HCl hacmi (mL)
N	HCl normalitesi (N)
W	Tartılan numune ağırlığı (g)
0,04000	NaOH mili eşdeğer ağırlığı (g/meq)

$$\% \text{ NaOH (m/m)} = [V \times N \times 0,04000 \times 100] / W$$

2.5 Örnek Hesaplama

Örnek veriler: W = 6,467 g kostik numunesi; V = 80,85 mL HCl; N = 1,0020 N HCl.

$$\% \text{ NaOH} = [80,85 \times 1,0020 \times 0,04000 \times 100] / 6,467$$

$$\text{Sonuç} = \%50,11 \text{ NaOH (m/m)}$$

Raporlama örneği: “Sıvı kostik soda numunesi: %50,11 NaOH (m/m), HCl titrasyonu - fenolftalein son noktası.”

2.6 Proses banyosu için ek not: NaOH g/L hesabı

Boyahane banyosunda düşük konsantrasyonlu NaOH kontrolü yapılacaksa, belirli hacimde numune alınarak sonuç g/L şeklinde verilebilir. Bu sonuç ticari kostik saflığı değildir.

$$\text{NaOH (g/L)} = [V \times N \times 40,00] / v$$

Örnek: 10,0 mL proses banyosu numunesi için 25,0 mL 0,1000 N HCl harcanmışsa:

$$\text{NaOH (g/L)} = [25,0 \times 0,1000 \times 40,00] / 10,0$$

$$\text{Sonuç} = 10,0 \text{ g/L NaOH}$$

Kaynak dayanağı: OxyChem, Caustic Soda Handbook, "Determination of Sodium Hydroxide in Caustic Soda" bölümü; numunenin tartılması, baryum klorür kullanımı, % m/m formülü ve referans örnek değerleri esas alınmıştır.

3. Hidrojen Peroksit (H₂O₂) Analizi - Ticari Ürün

Amaç: Konsantre ticari hidrojen peroksit çözeltisinin miktarını, standardize edilmiş potasyum permanganat ile asidik ortamda titre ederek ağırlıkça yüzde (% m/m) olarak belirlemektir.

3.1 Prensip ve reaksiyon

Seyreltilmiş hidrojen peroksit numunesi, sülfürik asitli ortamda bilinen normalitedeki KMnO₄ ile titre edilir. Kalıcı açık pembe renk son noktayı gösterir.



3.2 Kullanılan cihaz ve kimyasallar

Malzeme / kimyasal	Özellik / kullanım amacı
Analitik terazi	En az 0,0001 g hassasiyet önerilir; numune tartımı
KMnO ₄ çözeltisi	Yaklaşık 0,1 N; sodyum oksalatla standardize edilmiş
H ₂ SO ₄ çözeltisi	1:3; asidik ortam oluşturma
500 mL balonjoje	Seyreltme
20,0 mL pipet	Aliquot alma
Büret ve erlen	Titrasyon

3.3 Uygulama adımları

- %20-35 H₂O₂ için yaklaşık 5 g numune tartılır ve ağırlık W (g) kaydedilir.
- Numune, içinde yaklaşık 250 mL su ve 2 mL H₂SO₄ (1:3) bulunan 500 mL balonjojeye aktarılır; çizgiye tamamlanır ve karıştırılır.
- Hazırlanan çözeltilerden 20,0 mL alınarak 15 mL H₂SO₄ (1:3) ve 60 mL su içeren erlene aktarılır.
- Standardize edilmiş KMnO₄ ile yaklaşık 30 saniye kalıcı açık pembe renk oluşuncaya kadar titre edilir.
- Harcanan KMnO₄ hacmi V (mL) ve normalitesi N kaydedilir.

3.4 Hesaplama formülü

Sembol	Açıklama
V	Harcanan KMnO ₄ hacmi (mL)
N	KMnO ₄ normalitesi (N)
W	Tartılan H ₂ O ₂ numunesi (g)
1,701	H ₂ O ₂ için katsayı
25	500 mL / 20 mL seyreltme faktörü

$$\% \text{H}_2\text{O}_2 \text{ (m/m)} = [V \times N \times 1,701 \times 25] / W$$

3.5 Örnek Hesaplama

Örnek veriler: W = 5,000 g numune; V = 41,15 mL KMnO₄; N = 0,1000 N KMnO₄; seyreltme faktörü = 25.

$$\% \text{H}_2\text{O}_2 = [41,15 \times 0,1000 \times 1,701 \times 25] / 5,000$$

$$\text{Sonuç} = \%35,00 \text{ H}_2\text{O}_2 \text{ (m/m)}$$

Raporlama örneği: “Hidrojen peroksit numunesi: %35,00 H₂O₂ (m/m), KMnO₄ titrasyonu.”

Kaynak dayanağı: Solvay Chemicals, “Hydrogen Peroxide Concentration Determination 20-70%”, Technical Data Sheet; numune tartımı, seyreltme, son nokta ve hesaplama formülü esas alınmıştır.

4. Sodyum Klorürde Alkalinite / Bikarbonat Eşdeğeri Kontrolü

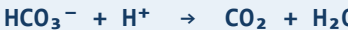
Amaç: Boyahane kullanılan sodyum klorürün asit tüketimine neden olabilecek alkalilik katkısını, bikarbonat eşdeğeri olarak izlemektir. Bu kontrol, tuz içindeki alkalilik kaynaklarının yalnızca bikarbonat olduğu varsayımı altında HCO₃⁻ eşdeğeri olarak raporlanabilir.

Yöntem sınırlaması

Asit titrasyonu; ortamda hidroksit, karbonat veya başka alkali bileşenler varsa bunları da kapsar. Bu nedenle kesin bileşen tayini yerine “alkalinite / HCO₃⁻ eşdeğeri” ifadesi kullanılmıştır. Şüpheli sonuçlarda ayrı doğrulama metodu uygulanmalıdır.

4.1 Prensip ve reaksiyon

Tuz numunesi deiyonize su ile çözündürülür ve standardize HCl ile pH 4,5 civarındaki toplam alkalinite son noktasına kadar titre edilir. Son noktanın pH metreyle takibi, renkli veya belirsiz numunelerde daha güvenlidir.



4.2 Kullanılan cihaz ve kimyasallar

Malzeme / kimyasal	Özellik / kullanım amacı
Sodyum klorür numunesi	Temsili olarak tartılmış 10,000 g
CO ₂ etkisi düşük deiyonize su	Çözündürme ve blank için
HCl çözeltisi	Standardize edilmiş 0,1000 N
pH metre veya uygun toplam alkalinite indikatörü	Son nokta: yaklaşık pH 4,5
Blank deney	Reaktif ve su kaynaklı asit tüketimini düzeltme

4.3 Uygulama adımları

- Homojenleştirilmiş tuz numunesinden 10,000 g tartılır ve erlene alınır.
- Yaklaşık 100 mL deiyonize su ilave edilerek tuz tamamen çözündürülür.
- Aynı hacimde yalnız deiyonize su kullanılarak blank hazırlanır.

- Numune ve blank, standardize 0,1000 N HCl ile pH 4,5 son noktasına kadar ayrı ayrı titre edilir.
- Numune için V, blank için Vb hacimleri kaydedilir.

4.4 Hesaplama formülü

Sembol	Açıklama
V	Numune için harcanan HCl (mL)
Vb	Blank için harcanan HCl (mL)
N	HCl normalitesi (N)
m	Tartılan tuz miktarı (g)
61.000	HCO ₃ ⁻ mg/eq dönüşüm katsayısı

$$\text{HCO}_3^- \text{ eşdeğeri (mg/kg tuz)} = [(V - Vb) \times N \times 61.000] / m$$

4.5 Örnek Hesaplama

Örnek veriler: m = 10,000 g NaCl; V = 2,50 mL HCl; Vb = 0,05 mL HCl; N = 0,1000 N HCl.

$$\text{HCO}_3^- \text{ eşdeğeri} = [(2,50 - 0,05) \times 0,1000 \times 61.000] / 10,000$$

$$\text{Sonuç} = 1.494,5 \text{ mg/kg tuz, HCO}_3^- \text{ eşdeğeri}$$

Bilgi amaçlı çözelti karşılığı: 10,000 g tuzun 100 mL suda çözüldüğü bu örnekte hazırlanan ekstraktın değeri 149,45 mg/L HCO₃⁻ eşdeğeri. Ham madde raporunda esas değer mg/kg tuz olarak yazılmalıdır.

Kaynak dayanağı: Hach toplam alkalinite prensibi ve pH son noktaları; raporlama yaklaşımı tuz numunesinde katı ham madde bazında sonuç verme gereğine göre düzenlenmiştir. Bu kontrol, sodyum klorürde seçici bikarbonat standardı yerine iç proses tarama kontrolü olarak kullanılmalıdır.

5. Proses Suyunda Toplam Sertlik Analizi

Amaç: Boyahane kullanılan proses suyundaki kalsiyum ve magnezyum iyonlarının toplam etkisini mg/L CaCO₃ cinsinden belirlemektir.

5.1 Prensip ve reaksiyon

pH 10 ortamında Ca²⁺ ve Mg²⁺ iyonları EDTA ile kompleks oluşturur. Eriochrome Black T göstergesiyle kırmızı/şarap kırmızısı renkten saf mavi renge geçiş son noktayı gösterir.



5.2 Kullanılan cihaz ve kimyasallar

Malzeme / kimyasal

Özellik / kullanım amacı

Su numunesi	100,0 mL proses suyu
EDTA çözeltisi	Standardize edilmiş 0,0100 M
NH ₄ Cl/NH ₄ OH tamponu	pH 10 ortam sağlama
Eriochrome Black T	Son nokta indikatörü
Büret, erlen, pipet	Titrasyon ekipmanı

5.3 Uygulama adımları

- 100,0 mL su numunesi erlene alınır.
- pH 10 tampon çözeltisi ilave edilir.
- 2-3 damla Eriochrome Black T indikatörü eklenir.
- Standardize 0,0100 M EDTA ile renk saf maviye dönünceye kadar titre edilir.
- Harcanan EDTA hacmi V (mL) kaydedilir.

5.4 Hesaplama formülü

Sembol	Açıklama
V	Harcanan EDTA hacmi (mL)
C	EDTA molaritesi (mol/L)
100,09	CaCO ₃ mol kütlesi (g/mol)
v	Su numunesi hacmi (mL)

$$\text{Toplam sertlik (mg/L CaCO}_3\text{)} = [V \times C \times 100,09 \times 1000] / v$$

5.5 Örnek Hesaplama

Örnek veriler: v = 100,0 mL proses suyu; V = 4,00 mL EDTA; C = 0,0100 mol/L EDTA.

$$\text{Toplam sertlik} = [4,00 \times 0,0100 \times 100,09 \times 1000] / 100,0$$

$$\text{Sonuç} = 40,0 \text{ mg/L CaCO}_3$$

Raporlama örneği: “Proses suyu toplam sertlik: 40,0 mg/L CaCO₃, EDTA titrasyon yöntemi.”

Kaynak dayanağı: Hach toplam sertlik yöntem dokümanları; toplam sertlik mg/L CaCO₃ olarak ifade edilir ve EDTA ile pH 10 ortamında son nokta izlenir.

6. Sodyum Klorürde Toplam Sertlik Eşdeğeri - Hızlı Kontrol

Amaç: Boyahane kullanılacak sodyum klorürde bulunan Ca²⁺ ve Mg²⁺ kaynaklı sertlik etkisini hızlı bir iç kontrol olarak mg/kg tuz, CaCO₃ eşdeğeri cinsinden izlemektir.

Raporlama uyarısı

Sodyum klorürün resmi ham madde kabulünde kalsiyum ve magnezyumun ayrı ayrı raporlanması daha uygundur. Salt Industry Center of Japan yöntemi, EDTA ile pH 12-13'te kalsiyumu; pH 10'da Ca+Mg toplamını ölçüp magnezyumu farktan hesaplar. Aşağıdaki yöntem hızlı toplam sertlik eşdeğeri kontrolüdür.

6.1 Prensip

Tuz numunesi suda çözündürülür. pH 10 tamponunda Ca²⁺ ve Mg²⁺ iyonlarının toplamı, EDTA ile EBT son noktasına kadar titre edilir. Sonuç katı tuz ağırlığına göre CaCO₃ eşdeğeri olarak hesaplanır.

6.2 Kullanılan cihaz ve kimyasallar

Malzeme / kimyasal	Özellik / kullanım amacı
Sodyum klorür numunesi	10,000 g; homojenleştirilmiş
Deiyonize su	Çözündürme ve blank
EDTA çözeltisi	Standardize 0,0100 M
pH 10 tamponu	Kompleksometrik titrasyon ortamı
Eriochrome Black T	Toplam Ca+Mg son noktası

6.3 Uygulama adımları

- 10,000 g NaCl numunesi tartılır ve yaklaşık 100 mL deiyonize su içerisinde tamamen çözündürülür.
- Aynı miktarda deiyonize su ve reaktiflerle blank hazırlanır.
- Numuneye pH 10 tamponu ve EBT indikatörü ilave edilir.
- Standardize 0,0100 M EDTA ile kırmızıdan saf maviye renk dönüşümüne kadar titre edilir.
- Numune tüketimi V ve blank tüketimi V_b kaydedilir.

6.4 Hesaplama formülü

Sembol	Açıklama
V	Numune için harcanan EDTA (mL)
V _b	Blank için harcanan EDTA (mL)
C	EDTA molaritesi (mol/L)
m	Tartılan NaCl miktarı (g)
100,09	CaCO ₃ mol kütlesi (g/mol)

$$\text{Toplam sertlik (mg/kg CaCO}_3 \text{ eşd.)} = [(V - V_b) \times C \times 100,09 \times 1000] / m$$

6.5 Örnek Hesaplama

Örnek veriler: $m = 10,000$ g NaCl; $V = 3,00$ mL EDTA; $V_b = 0,02$ mL EDTA; $C = 0,0100$ mol/L EDTA.

$$\text{Toplam sertlik} = [(3,00 - 0,02) \times 0,0100 \times 100,09 \times 1000] / 10,000$$

Sonuç = 298,3 mg/kg tuz, CaCO₃ eşdeğeri

Bilgi amaçlı çözelti karşılığı: Numune 100 mL çözelti halinde titre edildiyse, aynı tüketim yaklaşık 29,8 mg/L CaCO₃ değerine karşılık gelir. Ham madde sonucu olarak mg/kg tuz değeri kullanılmalıdır.

6.6 Yöntem sınırlaması ve doğrulama

- Yüksek klorür içeren çözeltilerde son nokta keskinliği zayıflayabilir; sonuçlar blank ve çift analizle doğrulanmalıdır.
- Kabul/red kararı verilecekse, Ca ve Mg ayrı ayrı ölçülmeli veya uygun şekilde doğrulanmış cihazlı analiz kullanılmalıdır.
- Salt Industry Center of Japan yönteminde Ca ve Mg için EDTA çözeltisinin en az aylık standardizasyonu önerilmektedir.

Kaynak dayanağı: The Salt Industry Center of Japan, Methods for Salt Analysis, Fifth Edition, Calcium and Magnesium - Chelatometric Titration bölümü; ayrıca yüksek klorür ortamında son nokta uyarısı için Hach toplam sertlik dokümanı dikkate alınmıştır.

7. Sonuçların Raporlanması ve Kontrol Formu

7.1 Sonuç birimleri özet tablosu

Analiz	Raporlanacak birim	Not
Ticari sıvı NaOH	% NaOH (m/m)	Numune gram olarak tartılır.
Proses banyosunda NaOH	g/L NaOH	Hacimsel numune kullanılır; ürün saflığı değildir.
Ticari H ₂ O ₂	% H ₂ O ₂ (m/m)	Tartım ve seyreltme faktörü gerekir.
Tuzda alkalinite	mg/kg tuz, HCO ₃ ⁻ eşd.	Seçici bikarbonat tayini olarak yorumlanmamalıdır.
Proses suyu sertliği	mg/L CaCO ₃	Sıvı proses numunesi bazında.
Tuzda sertlik - hızlı kontrol	mg/kg tuz, CaCO ₃ eşd.	Kabul analizi için Ca/Mg ayrımı önerilir.

7.2 Laboratuvar kayıt şablonu

Kontrol alanı	Kayıt
Numune adı / lot no	
Numune alma tarihi / saati	
Analiz yapan	
Titrant adı ve gerçek faktör / normalite	

Numune miktarı (g veya mL)	
Blank tüketimi	
Numune titrasyon tüketimi	
Hesaplanan sonuç ve birim	
Çift analiz sonucu / fark	
Uygunluk değerlendirmesi	

İşletme uygulaması için öneri

Bu eğitim notuna ek olarak, her kimyasal/hammadde için hedef değer, uyarı limiti, red limiti ve tekrar analiz kriterlerini içeren ayrı bir "Kabul Kriterleri Tablosu" hazırlanmalıdır.

8. Kısa Sözlük

Bu bölümde analizlerde kullanılan temel teknik ifadeler kısa ve uygulamaya dönük şekilde açıklanmıştır.

Terim	Kısa açıklama
Titrasyon	Konsantrasyonu bilinmeyen numuneye, derişimi bilinen çözelti ekleyerek miktar belirleme işlemi.
Titrant	Bürette bulunan ve numuneye ilave edilen, derişimi bilinen standart çözelti.
Son nokta	İndikatör renk değişimi veya pH değeriyle titrasyonun tamamlandığının kabul edildiği nokta.
İndikatör	Son noktada renk değiştiren gösterge kimyasal; örneğin fenolftalein veya EBT.
Standardizasyon	HCl, KMnO ₄ veya EDTA gibi titrantların gerçek derişiminin standart maddeyle belirlenmesi.
Normalite (N)	Çözeltinin litre başına eşdeğer madde miktarını ifade eden derişim birimi.
Molarite (M)	Çözeltinin litre başına mol madde miktarını ifade eden derişim birimi.
Blank / kör deney	Numune olmadan aynı reaktiflerle yapılan, reaktiflerden kaynaklanan tüketimi gösteren kontrol.
Aliquot	Hazırlanmış çözülden ölçüm amacıyla hassas biçimde alınan belirli hacimdeki kısım.
Seyreltme faktörü	Ana numunenin seyreltilmesi ve aliquot alınması nedeniyle hesaplamada kullanılan çarpan.
Eşdeğer sonuç	Ölçülen etkinin belirtilen referans bileşik cinsinden verilmesi; örneğin CaCO ₃ eşdeğeri.
% m/m	100 gram numunedeki analiz edilen maddenin gram miktarı; ağırlıkça yüzde.
g/L	Bir litre çözeltide bulunan maddenin gram miktarı.
mg/L / ppm	Sulu numunelerde yaklaşık olarak litre başına miligram; düşük konsantrasyon birimi.
mg/kg	Bir kilogram katı ham maddede bulunan maddenin miligram miktarı.

EDTA	Kalsiyum ve magnezyum iyonlarını bağlayarak sertlik analizinde kullanılan kompleks yapıcı titrant.
EBT	Eriochrome Black T; toplam sertlik titrasyonunda son noktayı renk değişimiyle gösteren indikatör.
SDS	Güvenlik Bilgi Formu; kimyasalın tehlikeleri, korunma ve müdahale bilgilerini içerir.

9. Kaynaklar

Aşağıdaki kaynaklar, analiz yöntemlerinin teknik dayanağıdır. Uygulama öncesinde işletme spesifikasyonları ve güncel SDS dokümanları ayrıca kontrol edilmelidir.

- OxyChem.** [Caustic Soda Handbook - Methods of Analysis: Determination of Sodium Hydroxide in Caustic Soda.](#)
- Solvay Chemicals, Inc..** [Hydrogen Peroxide Concentration Determination 20-70%, Technical Data Sheet, 08/19.](#)
- Hach.** [Professional Boiler Water Test Kit / Total Alkalinity and Total Hardness titration guidance.](#)
- The Salt Industry Center of Japan.** [Methods for Salt Analysis, Fifth Edition \(English Version\), 2022 - Calcium and Magnesium \(Chelatometric titration\).](#)

Doküman Sonu

Bu dokümanda yer alan örnek hesaplamalar eğitim amaçlıdır. Üretim kararlarında ölçülen gerçek veriler, standardize edilmiş çözeltilerin faktörleri, işletme kabul limitleri ve onaylı prosedürler esas alınmalıdır.