

MUĞLA SITKI KOÇMAN
ÜNİVERSİTESİ MARMARİS
SHMYO LABORATUVAR
ALETLERİ DERSİ UYGULAMA
FÖYÜ

HAZIRLAYANLAR

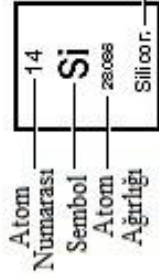
Yrd.Doç.Dr. Ali İmran VAİZOĞULLAR

Yrd.Doç.Dr. Sibel AVUNDUK

İÇİNDEKİLER

1. Genel Konular.....	6
1.1 Laboratuvarda Uyulması Gereken Genel Kurallar.....	6
1.2 Güvenlik Önlemleri ve Laboratuvar Kazaları.....	7
1.3 Laboratuvar Malzemeleri.....	8
1.4 Laboratuvar Malzemelerinin Kullanımı.....	11
1.5. Kazalarda Uyulması Gereken Kurallar	13
1.6. Kimyasallardan Kaynaklanan Yanıklar Ve Alınacak Önlemler.....	14
1.7. Malzeme Güvenlik Bilgi Formları.....	15
1.8. Laboratuvar Raporu Hazırlama Kılavuzu.....	16
2. Deneyler	

Peryodik Tablo



Group 1 IA	2 IIA	3 IIIB	4 IVB	5 VB	6 VIB	7 VIIB	8 VIII	9 VIII	10 VIII	11 IB	12 IIB	13 IIIA	14 IVA	15 VA	16 VIA	17 VIIA	18 VIIIA
1 H 1.008 Hydrogen	2 He 4.0026 Helium	3 Li 6.941 Lithium	4 Be 9.012 Beryllium	5 B 10.81 Boron	6 C 12.011 Carbon	7 N 14.007 Nitrogen	8 O 15.999 Oxygen	9 F 18.998 Fluorine	10 Ne 20.179 Neon	11 Na 22.990 Sodium	12 Mg 24.305 Magnesium	13 Al 26.982 Aluminum	14 Si 28.086 Silicon	15 P 30.974 Phosphorus	16 S 32.065 Sulfur	17 Cl 35.453 Chlorine	18 Ar 39.948 Argon
19 K 39.098 Potassium	20 Ca 40.08 Calcium	21 Sc 44.956 Scandium	22 Ti 47.88 Titanium	23 V 50.942 Vanadium	24 Cr 51.996 Chromium	25 Mn 54.938 Manganese	26 Fe 55.847 Iron	27 Co 58.933 Cobalt	28 Ni 58.69 Nickel	29 Cu 63.546 Copper	30 Zn 65.39 Zinc	31 Ga 69.72 Gallium	32 Ge 72.61 Germanium	33 As 74.922 Arsenic	34 Se 78.96 Selenium	35 Br 79.904 Bromine	36 Kr 83.80 Krypton
37 Rb 85.468 Rubidium	38 Sr 87.62 Strontium	39 Y 88.906 Yttrium	40 Zr 91.224 Zirconium	41 Nb 92.906 Niobium	42 Mo 95.94 Molybdenum	43 Tc [98] Technetium	44 Ru 101.07 Ruthenium	45 Rh 102.906 Rhodium	46 Pd 106.42 Palladium	47 Ag 107.868 Silver	48 Cd 112.41 Cadmium	49 In 114.82 Indium	50 Sn 118.71 Tin	51 Sb 121.763 Antimony	52 Te 127.60 Tellurium	53 I 126.904 Iodine	54 Xe 131.29 Xenon
55 Cs 132.905 Cesium	56 Ba 137.33 Barium	57 La 138.905 Lanthanum	58 Ce 140.12 Cerium	59 Pr 140.908 Praseodymium	60 Nd 144.24 Neodymium	61 Pm [145] Promethium	62 Sm 150.36 Samarium	63 Eu 151.97 Europium	64 Gd 157.25 Gadolinium	65 Tb 158.925 Terbium	66 Dy 162.50 Dysprosium	67 Ho 164.930 Holmium	68 Er 167.26 Erbium	69 Tm 168.934 Thulium	70 Yb 173.04 Ytterbium	71 Lu 174.967 Lutetium	
87 Fr [223] Francium	88 Ra 226.025 Radium	89 Ac 227.028 Actinium	90 Th 232.038 Thorium	91 Pa 231.036 Protactinium	92 U 238.029 Uranium	93 Np 237.046 Neptunium	94 Pu 244 Plutonium	95 Am [243] Americium	96 Cm [247] Curium	97 Bk [247] Berkelium	98 Cf [251] Californium	99 Es [252] Einsteinium	100 Fm [257] Fermium	101 Md [258] Mendelevium	102 No [259] Nobelium	103 Lr [262] Lawrencium	

Mass numbers in parentheses are those of the most stable or most common isotope.

Lanthanide Series

Actinide Series

1. GENEL KONULAR

1.1. LABORATUVARDA UYULMASI GEREKEN GENEL KURALLAR

- Laboratuvarların ciddi çalışma yapılan bir ortam olduğu hiçbir zaman akıldan çıkarılmamalı ve laboratuvarlarda düzeni bozacak veya tehlikeye yol açabilecek şekilde hareket edilmemelidir.
- Sözlü veya yazılı bütün kurallara dikkatle uyulmalı, anlaşılmayan kısımlar laboratuvar sorumlularına sorulmalıdır.
- Laboratuvarlarda asla tek başına, izinsiz ve sorumlu kişi yokken çalışılmamalıdır.
- Laboratuvarda sorumlu kişi izin vermedikçe hiçbir deney düzeneğine, kimyasala ve diğer malzemelere dokunulmamalıdır.
- Laboratuvarda yemek, içmek ve laboratuvar malzemelerinin bu amaçla kullanılması yasaktır.
- Deneysel çalışmalar sadece sorumlunun size anlattığı ve gösterdiği şekilde yapılır. Asla anlatılan ve gösterilen deney yönteminden farklı bir yöntem izlenmez.
- Laboratuvara gelmeden önce ön çalışma yapılmalıdır. Verilen deney kılavuzu dikkatlice okunmalıdır.
- Laboratuvarda asla şaka yapılmamalı, öğrenciler kendi aralarında sohbet etmemelidir. Bu hem tehlikeli hem de yasaktır.
- Laboratuvara önlük giymeden girmek yasaktır. Palto, ceket, çanta vb. kişisel eşyaların laboratuvara getirilmesi yasaktır.
- Laboratuvara izinsiz girip çıkmak yasaktır.
- Laboratuvarda çalışıldığı sürece çalışmanın özelliğine göre gözlük, yüz maskesi, eldiven vb. gözü ve cildi koruyucu ekipmanlar kullanılmalıdır.
- Kimyasal madde dökülmesine ve cam kırıklarına tedbir olarak daima kapalı ayakkabı giyilmelidir.
- Sorumlu izin vermedikçe laboratuvarda kontak lens kullanılmamalıdır.
- Uzun saçlar, sallantılı takılar ve bol elbiseler laboratuvar ortamında tehlikeye yol açacaklarından dolayı; uzun saçlar arkada toplanmalı, sallantılı takılar çıkarılmalı, bol elbise giyilmemelidir.
- Laboratuvar önlüğü daima kapalı olmalıdır. Önü açık önlükle çalışmak tehlikeli ve yasaktır.
- Laboratuvarda yüze dokunmadan önce eller su ve sabun ile yıkanmalıdır.
- Deneysel çalışma bittikten sonra kullanılan malzemelerin, deney düzeneğinin ve deney tezgahının temizliği gereken özenle yapılmalıdır. Sorumlunun izni ile laboratuvardan çıkılmalıdır.

1.2. GÜVENLİK ÖNLEMLERİ ve LABORATUVAR KAZALARI

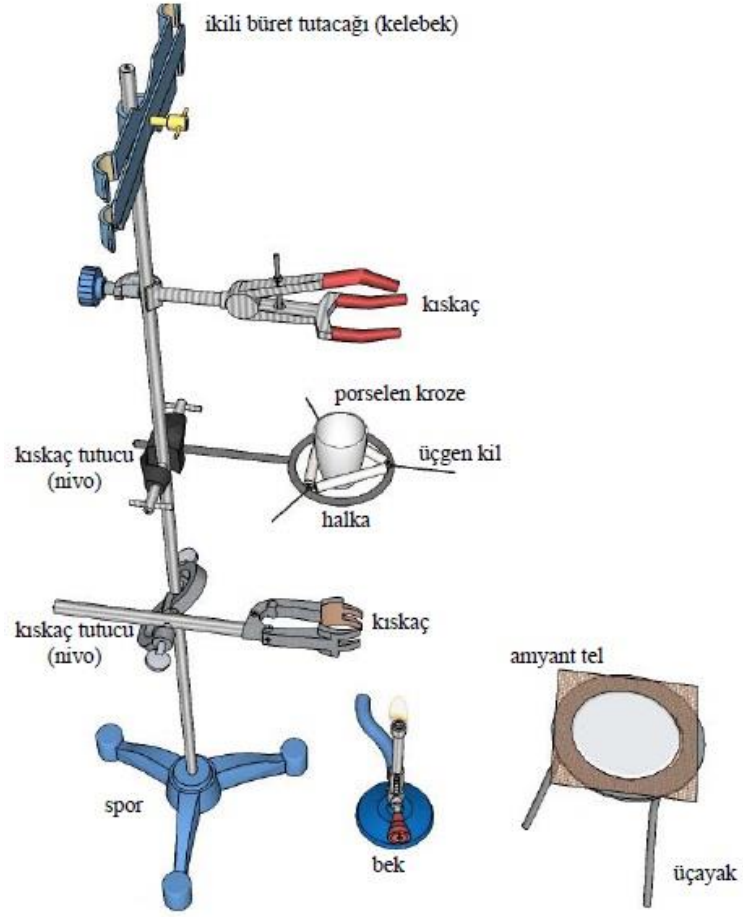
Kimya laboratuvarlarında dikkatsiz çalışmalar kolayca kazalara sebep olabilir. Bunların başında ise gözle ilgili kazalar gelmektedir. Vakum, yüksek basınç altındaki gazlar organik çözücüler veya asit gibi maddelerle çalışmalarda mutlaka bir koruma gözlüğü takılmalıdır.

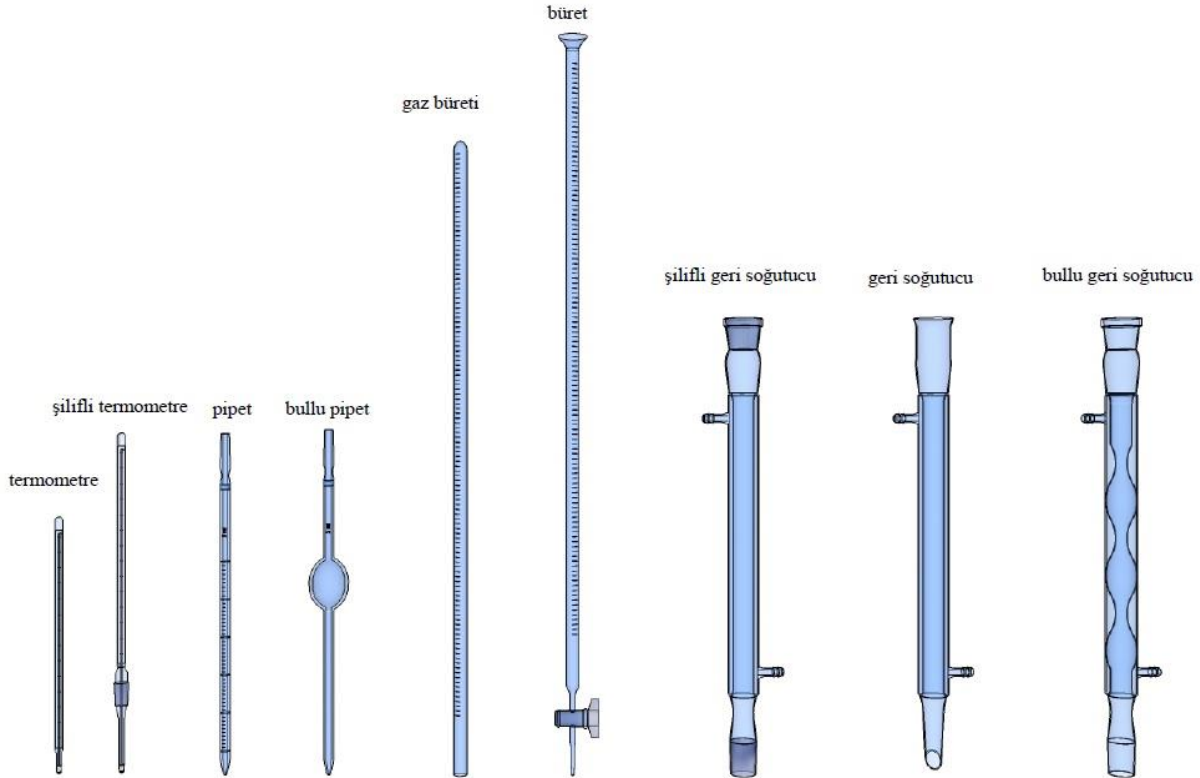
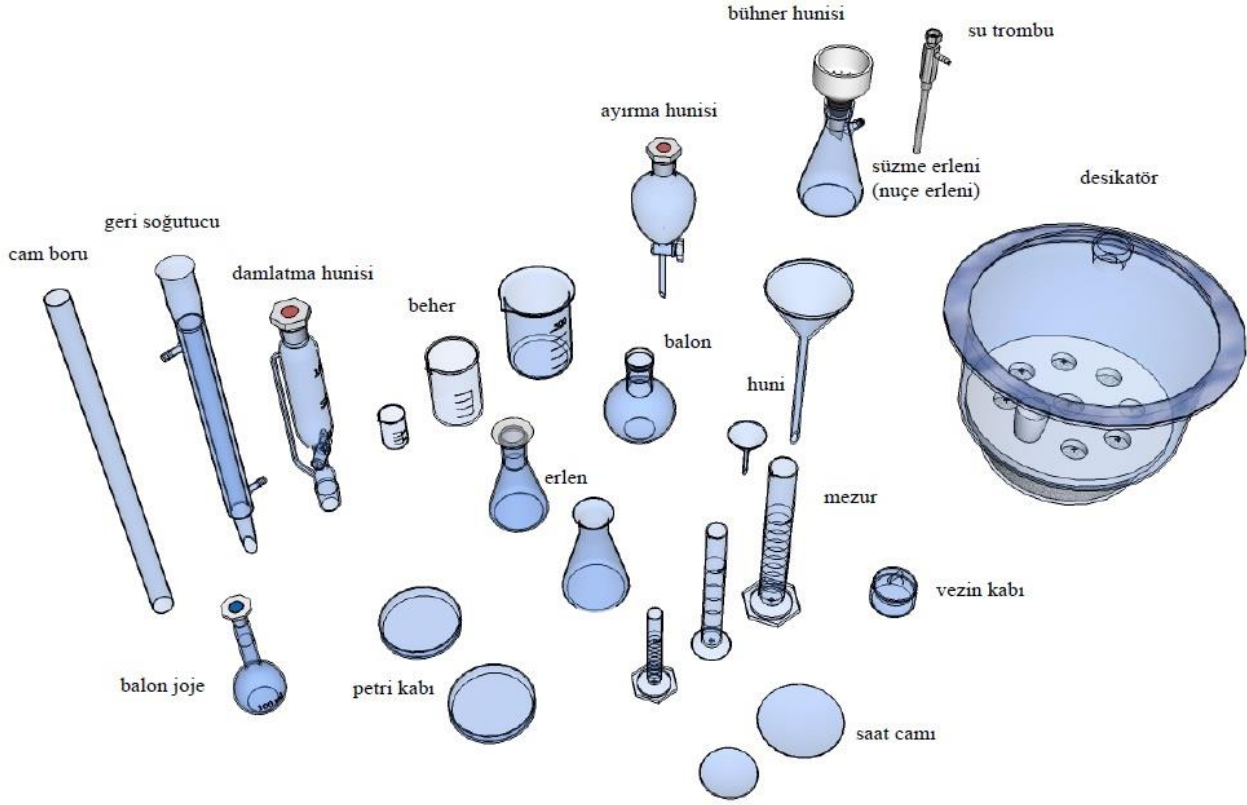
Kimya laboratuvarında en sık görülen kazalardan biri de yangındır. Su dışındaki bütün maddelerin buharlaştırılması kapalı çeker ocakta yapılmalıdır. Örneğin dietileter, aseton, benzen, etil alkol gibi maddelerle çalışırken yakında hiçbir alev bulunmamasına dikkat edilmelidir. Bu gibi çözücülerin ve çözeltilerin ısıtılmasında önceden bekte ısıtılmış su banyosu veya elektrikli ısıtıcılar kullanılmalıdır. Bir yangın çıktığında yapılacak ilk iş, paniğe kapılmadan gaz musluklarını kapatmak ve çevredeki bütün yanıcı maddeleri uzaklaştırmaktır. Eğer bir kimsenin üstündeki elbiseler yanıyorsa battaniye, ceket, önlük vs. gibi kalın eşyalar ile üzeri kapatılmalıdır.

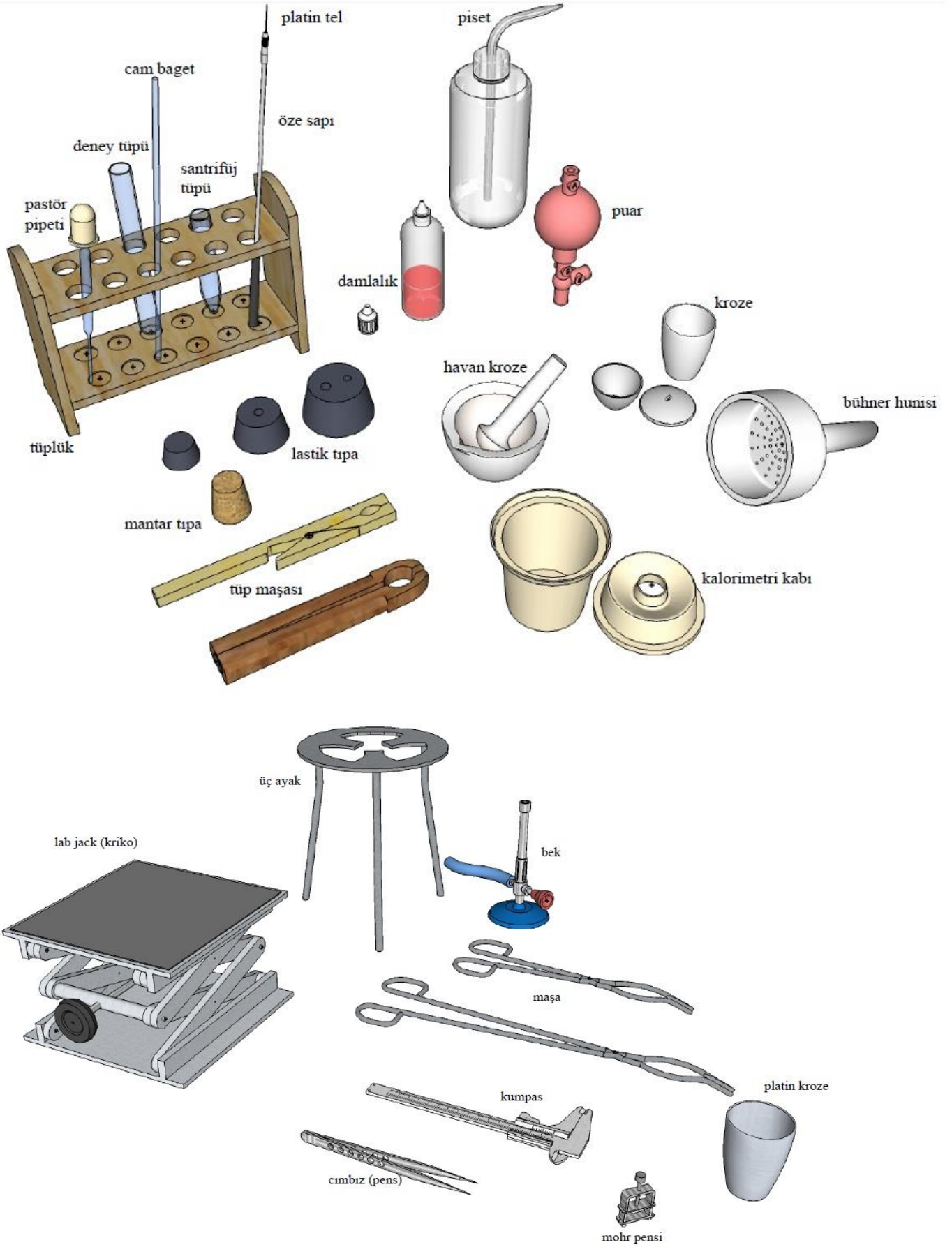
Laboratuvarda olabilecek yanıklar önce alkol ile yıkanmalı sonrada üzerlerine vazelin sürülmeli ve üstü açık bırakılmalıdır. Asit yanıkları önce bol su ile sonra da sodyum bikarbonat çözeltisi ile yıkanmalıdır. Alkali yanıkları için önce bol su sonrada seyreltik asetik asit (%1) yıkaması yapılmalıdır. Herhangi bir kimyasal maddenin göze sıçraması halinde göz hemen göz banyosunda bol su ile yıkanmalıdır.

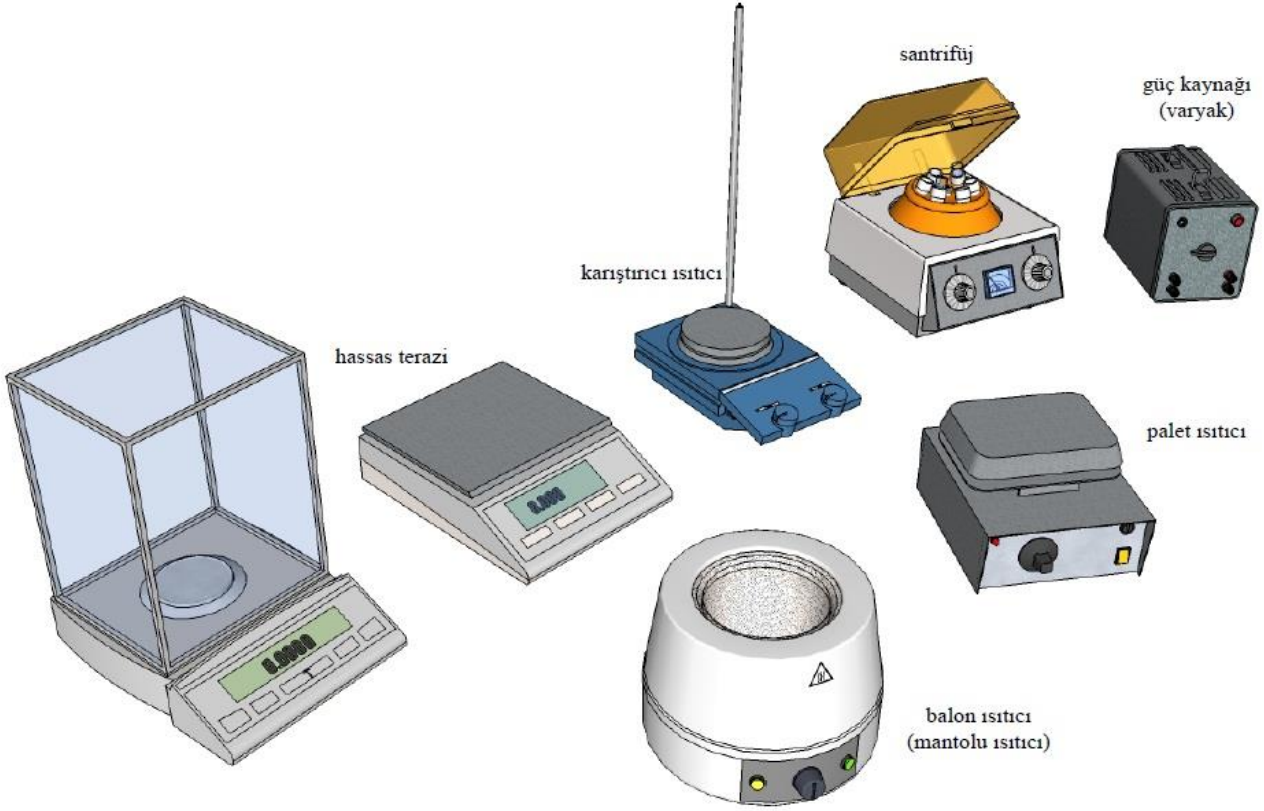
Cam eşyaları kullanırken keskin olmamasına dikkat edilmelidir. Keskin uçlu malzemeler bir bek alevinde kütleştirilebilir. Herhangi bir kesik olma durumunda, kanın bir iki saniye akmasına müsaade edilmeli ve daha sonra yara oksijenli su ile yıkanmalıdır. Derin kesiklerde tıbbi yardıma başvurulmalıdır. Herhangi bir şekilde laboratuvardaki yaralanmalarda ilk yardımdan sonra hemen en yakın sağlık kuruluşuna başvurulmalıdır.

1.3. LABORATUVAR MALZEMELERİ









1.4. LABORATUVAR MALZEMELERİNİN KULLANIMI

1.4.1. Terazi Kullanımı

Laboratuvarlarda teraziler kimyasalların ağırlıklarının belirlenmesi amacıyla kullanılmaktadır. Deneylerin doğru ve verimli bir şekilde yapabilmek için terazilerin her zaman temiz tutulmasına özen gösterilmelidir. Teraziden gelen yabancı maddeler deneyin akışını değiştirebilir hatta sonucunu etkileyebilir.

Terazilerin hassasiyetleri 10^{-5} grama kadar düşebilmektedir. Böylece yapılacak deneyin hassasiyeti de artmaktadır.

Terazilerde tartım yapmadan önce terazinin mutlaka temiz olduğundan emin olun. Daha sonra terazinin açma tuşuna basıp bekleyin. Ekran göstergesinde sıfırı görünce tartım kabını teraziye yavaşça yerleştirin. Varsa terazinin bütün kapaklarını kapatın. Kapakların açık olması hassas tartımların sonucunu etkiler. Her ölçüm sırasında kapakların kapalı olduğundan emin olun. Kapakları kapattıktan sonra tartım kabının ağırlığı sabit olana kadar bekleyin. Ekran göstergesinde ağırlık sabit kaldığında "TARE/T" tuşuna basın. Bu tuş kabın ağırlığını sıfırlayarak sadece kaba eklenecek maddenin ağırlığını ölçmeyi sağlayacaktır. Ekran göstergesinde sıfırı görene kadar bekleyin. Sıfırlamanın tartım yapacağınız aralıktaki hassasiyete

ulaşması gerekmektedir. Dolayısıyla ilk seferde ekranda sıfırdan başka bir sayı (negatif de olabilir) çıkarsa “TARE/T” tuşuna tekrar basın ve göstergenin sıfır olmasını sağlayın. Kabın darası alındıktan sonra maddenizi tartabilirsiniz.

Tartım işleminiz bittikten sonra teraziyi ve terazinin etrafını temiz bırakmaya özen gösterin. Bu durum bir sonraki tartımın sağlıklı bir şekilde gerçekleştirilmesi için oldukça önemlidir.

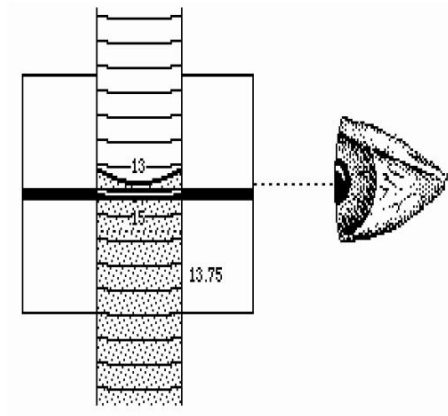
1.4.2.Sıvıların Ölçülmesi

Katıların miktarını ölçmek için en uygun yol "kütle ölçümü" dür. Ancak sıvıların ve gazların miktarlarını ölçmek için "hacim ölçümü" daha uygundur. SI Sistemine göre hacim birimi "metreküp" tür (m³). Metreküpün çok büyük bir hacmi ifade etmesi, bu birimin laboratuvar ölçümlerinde yaygın kullanılmasını engeller. Kimya laboratuvarlarında, desimetreküp karşılığı olan "Litre (L)" çok sık kullanılan hacim birimlerindedir.

Sıvıların hacim ölçümlerinde kullanılan başlıca malzemeleri, büretler, pipetler, mikropipetler, balon jöjeler, şiringalar, erlenler ve mezürler olarak belirtebiliriz (Bkz. Laboratuvar Malzemeleri).

Hacim ölçümlerinin duyarlı olması için aşağıda belirtilen noktalara dikkat etmelidir:

- Kullanılan tüm malzeme temiz ve kuru olmalıdır.
- Cam malzemenin yüksek sıcaklıklarda ısıtılmalarından kaçınılmalıdır.
- Dar cam sütunlara bir sıvı doldurulduğunda, sıvının cam çeperlerini ıslatması sonucu "menisküs" adı verilen genellikle içbükey bir yüzey oluşur. Büret ve pipet gibi duyarlı hacim ölçmeye yarayan cam malzemelerde, menisküs dikkate alınmalıdır. Okuma yapılırken, gözün menisküsle aynı seviyede olmasına dikkat etmelidir (Şekil 1.1).



Şekil 1.1 Dereceli silindirlerde menisküs eğrisi kontrolü

- Büret musluklarının sıvı akıtmamasına dikkat etmelidir. Akmanın önlenmesi için, musluk gövdesinin vazelin ile yağlanması gereklidir.
- Küçük hacimler için tercihen küçük kapasiteli ölçüm malzemeleri kullanılmalıdır.

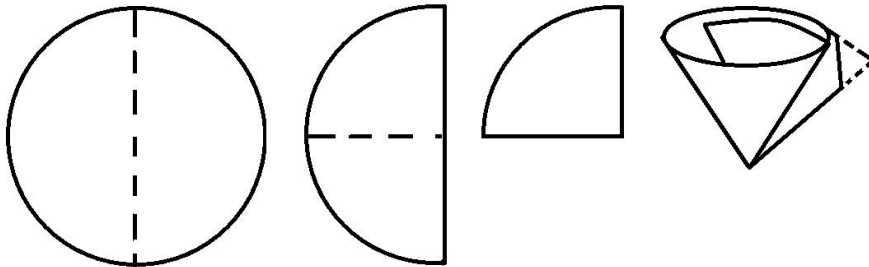
1.4.3. Süzgeç Kağıdının Kullanılması

İki çözültünün birbirine katılması sonucu ortamda çözünmeyen bir maddenin katı olarak ayrılması olayına “çökme” denir. Heterojen sistem, değişik yoğunluktaki sıvı-katı karışımından oluşmuş ise, katı olarak ayrılan maddeye “çökelek” yapılan işleme ise “çöktürme”, oluşan çökeleğin tümünün dibe çökmesine sedimentasyon denir. Katı kısım iyice çöktükten sonra, üstteki sıvı kısmın aktarma sureti ile ayrılmasına “dekantasyon” adı verilir. En basit ayırma yöntemi olan bu işlemde çökeleğin ağır, iri taneli ve kristal yapıda olması gerekir. Katı partiküllerinin yeteri kadar büyük çaplı olmaması veya yoğunluk farkının çok fazla olmaması dekantasyon işlemini zorlaştıracığından bu durumda “süzme” işlemine başvurulur.

Süzme işleminde kullanılan özel kağıtlara süzgeç kağıdı denir. Piyasadaki süzgeç kağıtları, yaklaşık 50x50 cm² boyutlarında tabakalar halinde veya belirli yarıçaplarda yuvarlak kesilmiş olarak bulunur. Tabaka halinde satılan süzgeç kağıtları, genel amaçlı olup çok büyük tanecikli çökeleklerin ayrılmasında kullanılabilir. Ancak birçok durum için bu süzme işlemleri yeterli değildir. Yuvarlak kesilmiş süzgeç kağıtları ise, değişik büyüklüklerde gözeneklere sahiptir. Bu tür süzgeç kağıtlarını, gözenek boyutları, üretici firmalar tarafından farklı renkler veya numaralar ile üzerlerinde belirtilmiştir.

- Çok küçük taneli çökelekler için mavi veya kırmızı bantlı
- Küçük veya orta boy çökelekler için beyaz bantlı
- İri taneli veya jelimsi yapıda çökelekler için siyah bantlı

süzgeç kağıtları kullanılır.



Şekil 1.2. Süzgeç kağıdının katlanması

1.5. Kazalarda Uyulması Gereken Kurallar

- Asit dökülen alan baz ile; baz dökülen alan asit ile nötralize edildikten sonra hemen su ile silinmelidir.
- Cilde veya göze kimyasal madde sıçraması halinde bol su ile yıkanmalı, ilk yardım kuralları çerçevesinde hareket edilmelidir.
- Giysilerin ateş alması durumunda asla koşulmamalı; yerde yuvarlanarak alev söndürülmeye çalışılmalı ve yardım istenmelidir.
- Laboratuvarda olabilecek kimyasal yanıklar önce bol su ile yıkanmalı, ağrı azalincaya kadar temiz soğuk su veya dolaylı olarak buz tatbik edilmeli, olayın durumuna göre ilk yardım kuralları çerçevesinde hareket edilmelidir.
- Bir yangın çıktığında yapılacak ilk iş yangını haber vermektir. Yangının yayılmasını önlemek için kapı kapatılıp yardım istenmelidir. Yardım gelince yangın tüpleri ile müdahale edilir. Eğer bir kişi alev almışsa hava ile temasını kesmek için yangın battaniyesi ile müdahale edilmelidir.

1.6. Kimyasallardan Kaynaklanan Yanıklar Ve Alınacak Önlemler

İlk yardımı yapacak kişi önce kendisi için koruyucu tedbirleri (gözlük, eldiven, maske, koruyucu giysi vb.) almalıdır.

1.6.1. Cilt Yanıkları

- Elbise düğmeleri çözülmeli, kimyasal bulaşmış giysiler, ayakkabılar derhal çıkarılmalı; cilt bol suyla en az 15 dakika yıkanmalıdır.
- Yaraya merhem / sprey vb. bir uygulama yapılmamalıdır.
- Yanığın üzerine fazla bastırılmadan steril bandaj (bulunmuyorsa temiz bir bez) örtülmelidir.
- Yanığın boyutları büyükse acil yardım çağrılmalıdır.

1.6.2. Gözlerde Tahriş

- Tahriş olmamış göz derhal korunmalı; diğer göz kapağı zorla açılarak su veya göz temizleyici sıvı ile en az 15 dakika yıkama işlemi uygulanmalıdır.
- Yıkama işleminin burnun üst hizasından kulaklar yönüne yapılmasına özen gösterilerek diğer gözün etkilenmemesi ve kimyasalın tekrar göze gelmemesi sağlanmalıdır.
- Yıkamanın etkinliği açısından varsa kontak lensler hemen çıkarılmalıdır.
- Her iki göz steril veya temiz bir yara bezi ile kapatılmalıdır.

- Sağlık kuruluşları ile temasa geçilmelidir.

1.6.3. Kimyasal Yutma

- Kişinin şuuru yerindeyse ve yutabiliyorsa su veya süt içirilmelidir (kusma eğilimindeyse sıvı verilmesine devam edilmez).
- Şuuru yerinde değilse yaralının başı ve vücudu mutlaka sol tarafa döndürülmelidir.
- Kazaya maruz kalan kişi derhal en yakın sağlık kuruluşuna ulaştırılmalıdır.
-

1.6.4. Kimyasalın Solunum Yolu İle Alınması

- Bulunulan alan boşaltılıp, yaralının temiz hava alması sağlanmalıdır.
- Sağlık kuruluşu ile temasa geçilmelidir.

Nefes alma durduğu (nefes sesi duyulmaması, göğüste hareket görülmemesi ve değişen cilt rengi) anda tıbbi yardım alana kadar geçen süre içinde ağızdan ağza veya ağızdan buruna suni teneffüs yapılmalıdır.

1.7. Malzeme Güvenlik Bilgi Formları

Bu formlar her kimyasal için akla gelebilecek güvenlikle ilgili tüm bilgileri içermektedir. EK-1'de aseton kimyasalı için bir bilgi güvenlik formu örnek olarak verilmektedir. Bu formlarda;

- Kimyasal madde/karışımın adı ve içeriği
- Üretici firma bilgileri
- Zararlı madde içerikleri
- Fiziksel ve kimyasal özellikleri
- Yangın ve patlama bilgileri
- Sağlığa zararlılık bilgileri
- İlk Yardım Bilgileri
- Depolama bilgileri
- Reaktivite ve stabilite bilgileri
- Dökülme ve sızma olması ile ilgili bilgiler
- Ekolojik ve toksikolojik özellikler
- Özel tedbirleri
- Özel korunma bilgileri
- Taşıma bilgileri
- Uzaklaştırma bilgileri

- Yönetmelikler ile ilgili bilgiler
- Diğer bilgiler

İstenildiğinde internet arama motorlarına herhangi bir kimyasalın adı girilerek ve beraberinde bilgi güvenlik formu ya da İngilizce yazımına ulaşmak için MSDS kısaltması eklenerek yapılacak arama ile çıkan dökümanlardan o kimyasalın bilgi güvenlik formuna ulaşılabilir. Aşağıdaki adresde bir çok kimyasalın MSDS formu toplu olarak bulunmaktadır.

Adresler:

<http://sciart.karaelmas.edu.tr/bolumler/Kimya/MSDS/>

<http://www.merck.de>

<http://hazards.com/msds/>

<http://www.chess.cornell.edu/Safety7MSDS/>

<http://www.ilpi.com/msds/>

Çaresiz kaldığınız durumda bu formları kullanabileceğinizi unutmamalısınız.

Bazı kimyasalların kapları üzerinde bulunan tehlike uyarı işaretleride nasıl bir madde ile karşı karşıya olduğumu söyleyebilmektedir. Belli başlı kimyasal tehlike işaretleri EK-2’de verilmektedir.

DENEY 1. ÇÖZELTİLERİN HAZIRLANMASI

1.1. TEORİK BİLGİ

İki veya daha fazla bileşenin homojen karışımına **çözelti** adı verilir. Homojen bir karışımın bileşimi ve özellikleri her noktasında aynıdır. Çözeltiler, gaz, sıvı veya katı olabilir. Bileşenlerinden genellikle miktarı çok olana “**çözücü**”, az olana “**çözünen**” adı verilir. Çözücü içinde bir veya daha çok çözünen bulunabilir ve çözeltinin oluşturduğu madde halini (katı, sıvı, gaz) belirler.

ÇÖZELTİ ÇEŞİTLERİ

- 1. Doygun Çözelti:** Verilen bir sıcaklıkta, çözebileceği maksimum maddeyi çözmüş olan çözeltilerdir. Çözünen maddenin çözünme hızı, çözünmüş maddenin çökme hızına eşitse çözünmüş maddenin konsantrasyonu sabittir ve konsantrasyonu söz konusu olan maddenin çözünürlüğüne eşittir. Doygun çözeltilere çözünen madde ilave edilirse eklenen maddeler çözünmez, yani çöker.

2. **Doymamış Çözelti:** Verilen koşullarda çözebileceğinden daha az çözünen taşıyan çözeltilerdir. Doymuş çözeltilere göre daha düşük bir çözünen madde konsantrasyonuna sahiptir.
3. **Aşırı Doymuş Çözelti:** Böyle bir çözeltilerdeki çözünmüş madde konsantrasyonu, doymuş çözeltilinkinden daha yüksektir. Çözebileceği maksimum maddeden fazla çözülmüş çözeltilerdir. Belli sıcaklıkta doymuş bir çözelti ısıtılarak içinde daha fazla maddenin çözünmesi sağlanır ve daha sonra kristallenme olmadan (içinde aşırı kristali olmamasından dolayı) soğutulursa, aşırı doymuş çözelti elde edilir. Bu çözeltiler çok kararsızdır.

ÇÖZELTİ DERİŞİMLERİ

Derişim, verilen bir çözücüde ya da çözeltilerde bulunan çözünen miktarının bir ölçüsüdür. Bir çözeltilenin derişimi farklı şekillerde tanımlanabilir. Derişim için tanımlanan tüm değişkenler kendi aralarında bağımlıdır. Yani herhangi bir çözeltilenin bir tanımdaki derişimi verilmiş ise diğer tanımdaki derişime hesaplama ile geçilebilir.

Kütle Yüzdesi: Çözünen maddenin kütesinin çözeltilenin toplam kütesine oranının 100 ile çarpımına kütle yüzdesi denir.

$$\begin{aligned} \text{Kütle Yüzdesi} &= \frac{\text{Çözünenin kütesi}}{\text{Çözünenin kütesi} + \text{Çözücünün kütesi}} \times 100 \\ &= \frac{\text{Çözünenin kütesi}}{\text{Çözeltilenin kütesi}} \times 100 \end{aligned}$$

Mol Kesri ve Mol Yüzdesi: Çözeltilerdeki bileşenlerden birinin mol sayısının çözeltilenin toplam mol sayısına oranına **mol kesri** denir. Mol kesrinin 100 ile çarpımı mol yüzdesini verir.

Molarite: 1000 cm³ çözeltilerde çözünen maddenin mol sayısına molarite denir ve “M” ile simgelenir.

$$\text{Molarite} = \text{Mol Sayısı} / \text{Çözeltilenin Hacmi} \quad M=n/v$$

Molalite : 1000 gram çözücüde çözünen maddenin mol sayısına denir ve “m” ile gösterilir. Molal çözeltilerin son hacimlerinin önemi yoktur. Çeşitli maddelerin birer molal çözeltilerinin hacimleri farklı olduğu halde, x_i mol kesirleri aynıdır. Kütesi g₂ olan bir maddeyi kütesi g₁ olan bir çözücüde çözdüğümüz zaman molalite için;

$$m = (n_2 / g_1)1000 = (g_2 / M_2) (1000 / g_1)$$

bağıntısı yazılabilir. Burada M_1 ve M_2 sırasıyla çözücü ve çözünenin mol kütlelerini, n_2 ise çözünenin molünü göstermektedir. Kütle sıcaklıkla değişmediğine göre, çözücü ve çözünen maddelerin kütlelerine bağlı olarak tanımlanan molalite de sıcaklıkla değişmez.

Normalite: Bir litre çözeltide çözülmüş olan maddenin eşdeğer gram sayısıdır. Etki değeri: Asitlerde suya verilen H^+ sayısı, bazlarda OH^- sayısı, tuzlarda ise (+) ya da (-) yük sayısıdır.

Normalite = molarite x etki değeri

Formalite : Bir çözeltinin formalitesi, 1 litre çözeltide bulunan formül gram sayısıdır. “F” ile gösterilir.

Tablo1: Bazı asitlerin katalog bilgileri (özkütle, normalite ve molarite)

Asidin Adı	Yüzdesi	Yoğunluğu g/ml	Yaklaşık Normalitesi (N)	Yaklaşık Molaritesi (M)
Derişik hidroklorik asit (HCl) (Merck 1.00317)	38	1,1885	12,40	12,40
Derişik nitrik asit (HNO ₃) (Merck 1.00456)	72	1,4218	16,20	16,20
Derişik sülfürik asit (H ₂ SO ₄) (Merck 1.00731)	95	1,8337	35,50	17,76
Perklorik Asit (HClO ₄) (Merck 1.00519)	70	1,6640	11,60	11,60
Asetik Asit (CH ₃ COOH) (Merck 1.00063)	99	1,0524	17,45	17,45
Fosforik Asit (H ₃ PO ₄) (Merck 1.00563)	85	1,6890	44,00	14,67

Katı maddeden çözelti hazırlama

Sıvı çözeltiler “balon jöje” denilen hacmi ayarlı cam kaplarda hazırlanır. Balon jöjeler 5mL’den 2L’ye kadar çeşitli hacimlerde olabilir. Çözeltisi hazırlanacak olan katı maddeden ne kadar alınacağı istenen derişim birimine göre önceden yapılacak bir hesaplamayla saptanır. Daha sonra az bir miktar damıtık suyla çözünerek balon jöjeye aktarılır. Katı madde kalmaması için, beher damıtık suyla birkaç defa daha çeperlerinden yıkanarak çalkalanır ve yıkama suları da balon jöjeye eklenir. Ya da içerisinde az saf su bulunan balon jöjeye katı madde doğrudan ilave edilerek çözülür. Daha sonra balon jöje işaretli çizgiye kadar önce hızlı, çizgiye yaklaştıkça yavaş bir şekilde damıtık su ile doldurulur. Son işlem olarak balon jöjenin kapağı kapatılarak birkaç defa ters yüz edilir. Böylece, dipteki daha derişik çözeltinin balon jöjenin her tarafına dağılması ve homojen bir çözelti elde edilmesi sağlanmış olur.

0,1 M 250 ml NaCl Cözeltisi Hazırlama :

Mezür ile ölçülen 50 ml çeşme suyu 100 ml'lik behere konulur. Terazî ile tartılan 3 gram yemek tuzu (NaCl) de behere eklenir. Baget ile karıştırılarak tuzun suda iyice çözünmesi sağlanır. 250 ml'lik balon jogenin ağzın huni tutularak, hazırlanan çözelti balon jojeye aktarılır. Beherde katı maddenin yani tuzun kalmaması için beher suyla birkaç defa çalkalanır ve 250 ml'ye tamamlanana kadar balon jojeye aktarılır. Son işlem olarak balon jogenin kapağı kapatılır ve birkaç defa ters düz edilir. Böylece dipteki daha derişik çözeltinin balon jogenin her tarafına dağılması ve homojen bir çözelti elde edilmesi sağlanır.

Derişik Asit, Baz ya da Tuz Çözeltilerinden İstenen Derişimde Çözelti Hazırlanması

Kimyada bir çok asit ve baz piyasada derişik çözeltileri halinde satılmaktadır. Molarite ile çözelti hacminin çarpımı, çözünenin mol sayısını verir. Tüm seyrelme işlemlerinde çözünen miktarı değişmediğinden genel olarak;

$$M_1V_1 = M_2V_2 \text{ eşitliğı geçerlidir.}$$

Eşitlikte (1) indisi derişik çözeltiyi, (2) indisi hazırlanmak istenen çözeltiyi göstermektedir. Derişik bir çözeltide belirli derişimde daha seyreltik bir çözelti hazırlamak için önce kaç mol gerektiğı hesaplanır. Bunun ne kadar hacimde bulunacağı da önceden bilinir ve yukarıdaki eşitlik kullanılarak derişimi belli ana çözeltilerden alınacak miktar hesaplanır. Bu miktar uygun bir ölçü kabıyla bir balon jojeye alınır ve üzeri çözücü ile belirli hacme tamamlanır. Birçok asit ve baz çözelti şişeleri üzerinde genellikle derişim birimleri yerine çözeltinin yüzdesi ve yoğunluğu verilir. Bu iki nicelikle diğer tüm derişimler hesaplanabilir.

0,1 M 250ml HNO₃ çözeltisi hazırlama :HNO₃ çözeltisi (%67 , d=1,42g/ml) ticari olarak satılmaktadır. Bunlara stok çözeltisi adı verilir. 0,1M, 250ml HNO₃ çözeltisi hazırlayabilmek için stok çözeltisinin derişimi hesaplanır ve bu çözeltilerden hacimce ne kadar kullanılması gerektiğı bulunur.

$$1\text{ml} = 1,42\text{gr} \quad 1\text{lt} = 1420\text{ gr}$$

$$m_{\text{HNO}_3} = \frac{67}{100} \cdot 1420 = 951,4\text{ gr}$$

$$100$$

$$n_{\text{HNO}_3} = \frac{m}{M_A} = \frac{951,4\text{ gr}}{63\text{ gr/mol}}$$

$$M_A = 63\text{ gr/mol}$$

$$M = \frac{n}{V} = \frac{951,4\text{gr}/63\text{gr/mol}}{15,1} = 15,1 \text{ M}$$

V

$$M_1 V_1 = M_2 V_2$$

$$15,1 \cdot V_1 = 0,1 \cdot 0,25$$

$$V_1 = 1,6554 \text{ ml}$$

50 ml çeşme suyu mezürle ölçülür, 100 ml'lik behere konulur. 1,6 ml HNO₃ pipet yardımıyla alınır ve 100 ml'lik behere yavaş yavaş akıtılarak ilave edilir. Oluşan çözelti huni yardımıyla 250 ml'lik balon jøjeye aktarılır ve hacmi ayar noktası dikkate alınarak tamamlanır. Balon jöjenin kapağı kapatılarak çalkalanır.

1.2. DENEYİN YAPILIŞI

- Ağırlıkça %10'luk NaOH çözeltisi hazırlamak için, 10g NaOH alıp 90g suda çözün. Çözücü yoğunluğu 1'den farklı olan bir sıvı ise 90g'ın hacmi hesaplanıp 10g çözünenin üzerine ilave edin.
- 1M NaCl çözeltisi hazırlamak için, gerekli olan NaCl miktarını hesaplayın ve bu miktarı tartarak küçük bir behere alın. Daha sonra az bir miktar damıtık su ile çözerek 1L'lik balon jøjeye aktarın ve balonjøjeyi ölçü çizgisine kadar damıtık su ile doldurun.
- Yoğunluğu 1.18g/ml olan %37'lik derişik HCl çözeltisini kullanarak 0.5M, 100mL'lik HCl çözeltisini hazırlamak için, derişik HCl çözeltisinden ne kadar alınması gerektiğini hesaplayın. Daha sonra bir pipet ve puar yardımıyla gerekli olan miktarı alarak daha önceden su ile ıslatılmış olan 100mL'lik balon jöjenin içerisine aktarın. Balon jøjeyi ölçü çizgisine kadar damıtık su ile doldurun.

1.3. SORULAR

- Yoğunluğu 1.84g/mL olan %98'lik sülfirik asit çözeltisinden faydalanarak 0.5N 100mL asit çözeltisi nasıl hazırlanır?
- 0.4g NaOH suda çözülerek 500mL'lik bir çözelti hazırlanıyor. Bu çözeltinin molaritesini hesaplayınız.
- 0.1mol fosfat asidi ile 0.1mol NaOH nötürleşir mi? Neler olur açıklayınız.
- 1M 250 mL NaCl çözeltisi nasıl hazırlarsınız?

DENEY 2. SICAKLIĞIN REAKSİYON HIZINA ETKİSİ

2.1. TEORİK BİLGİ

1. Reaksiyon Hızı

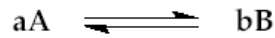
Birim zamanda bir reaktant veya bir ürünün derişimindeki deęişim reaksiyon hızı olarak tanımlanır.

$$\text{Reaksiyon hızı (r)} = \frac{\text{Derişimdeki deęişim}}{\text{Deęişim sırasında geçen süre}}$$

$$r = \frac{\Delta c}{\Delta t}$$

(1)

Reaksiyon hızının birimi çoęu zaman mol/ L zaman olarak verilir ve zaman birimi için reaksiyon hızına baęlı olarak saniye, dakika, saat, gün vs gibi bir birim seçilir. Reaksiyonların çoęunun hızı, başlangıç anından dengeye ulaşıncaya kadar sabit olmayıp sürekli olarak düzgün bir şekilde deęişir. Bunun nedeni de, başlangıçta reaktantlar arasında büyük olan etkin çarpışma sayısının, reaksiyon ilerledikçe ürün oluşumu nedeniyle reaktant derişimindeki azalma sonucu, gittikçe azalmasıdır. Buna karşılık başlangıçta geriye doğru olan reaksiyonun, reaksiyon hızı sıfır iken, reaksiyon ilerledikçe artar. Bir reaksiyonun hızı, reaktant derişimine baęlı olarak da, ürün derişimine baęlı olarak da yazılabilir.



Yukarıdaki gibi bir reaksiyonunun hızı (r);

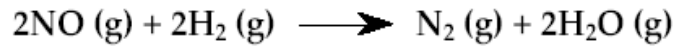
$$r = -\frac{1}{a} \frac{d[A]}{dt} = +\frac{1}{b} \frac{d[B]}{dt} \quad (2)$$

(2) denklemini ile ifade edilir. Reaktant derişimine göre yazılmış ifadenin önündeki "eksi" işaret, derişimde zamanla olan azalma nedeniyle konulur.

Bir kimyasal reaksiyona ilişkin reaksiyon hızınının, birim zamanda derişimdeki deęişme olduęunu yukarıda ifade etmiřtik. Aynı zamanda reaksiyon hızı, üs içeren veya içermeyen derişim terim veya terimleri ile hız sabiti (k) adı verilen bir katsayı çarpımı olarak da ifade edilebilir. Bu ifade genel olarak řu řekildedir:

$$r = k [A]^a [B]^b [C]^c \dots \quad (3)$$

Denklem (3)'teki a,b,c.... üstel terimleri denkleřtirilmiř reaksiyon denklemindeki stokiyometrik katsayılara karřılık gelmeyen artı veya eksi 1, 2, 3 gibi tam sayılar ile 1/2, 3/2 gibi yarı-tam sayılardır. Bu sayılar bir reaksiyonun genel derecesini (mertebesini) ve her bir bileřene göre derecesini (mertebesini) verirler. Bir reaksiyon hız denkleminde hangi derişim terimlerinin ve bunların hangi üstlerle yer alacaęı ancak deneysel sonuçlar ile belirlenebilir. Çok basamaklı bir reaksiyonun denkleřtirilmiř reaksiyon denklemine bakarak reaksiyon hızı ifadesi yazılamaz. Ancak bir kimyasal reaksiyonun, basit (elementer) reaksiyon olduęu biliniyorsa, reaksiyon denklemine bakılarak hız ifadesi yazılabilir. Örneęin NO ile H₂ arasındaki reaksiyonunun denkleřtirilmiř reaksiyon denklemini;



řeklindedir. İki adımda yürüdüęü bilinen bu reaksiyona ilişkin hız denklemini, reaksiyona bakarak yazmak mümkün deęildir. Bu reaksiyonun deneysel olarak belirlenen iki adımı yani mekanizması ařaęıdaki gibidir.



Bu iki basit reaksiyondan birincisi yavaş ikincisi hızlı yürüyen bir reaksiyondur ve bu durumda reaksiyonun hızını belirleyen basit reaksiyon birinci basamaktır. O halde reaksiyon hızı birinci reaksiyondaki derişimler ile orantılı olacaktır.

$$\begin{aligned} r &\propto [\text{NO}]^2 [\text{H}_2] \\ r &= k [\text{NO}]^2 [\text{H}_2] \quad (4) \end{aligned}$$

Reaksiyon hızı eřitlik (4)'teki gibidir. Reaksiyonun genel derecesi (mertebesi) 3'dür. Reaksiyon NO₂'ye göre 2. dereceden ve H₂'ye göre 1. derecedendir.

2. Sıcaklığın reaksiyon hızına etkisi

Daha önce belirttiğimiz gibi bir reaksiyonun daha yüksek sıcaklıkta yürütülmesi ortamdaki yüksek enerjili moleküllerin sayısını veya kesrini arttıracığından sonuçta reaksiyon hızı artar. Reaksiyon hız sabiti ile sıcaklık arasındaki ilişkiyi veren denklem "Arrhenius denklemi" olarak bilinir. Arrhenius denklemi aşağıdaki ifadelerle verilebilir;

$$k = A e^{-E_e/RT} \quad (5)$$

Denklem (5)'te eşitliğin her iki tarafında ln değerleri alınır;

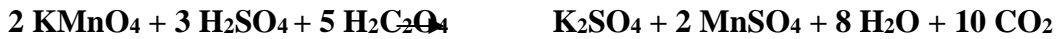
$$\ln k = -\frac{E_e}{RT} + \ln A \quad (6)$$

ifadesi elde edilir. Burada k; reaksiyon hız sabiti, E_e ; etkinleşme (aktivasyon) enerjisi, A; Arrhenius sabitidir. İki farklı sıcaklıktaki hız sabitleri için bu denklem aşağıdaki gibi düzenlenebilir.

$$\ln \frac{k_2}{k_1} = -\frac{E_e}{R} \left(\frac{1}{T_2} - \frac{1}{T_1} \right) \quad (7)$$

3. Deneyde incelenecek reaksiyon

Bu deneyde potasyum permanganat (KMnO_4) ile okzalik asit ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) arasındaki reaksiyon incelenecektir. Bu reaksiyon sonunda potasyum permanganatın rengi kaybolur. Reaksiyonu asit katalizler. Deney farklı sıcaklıklarda yapılırsa rengin kaybolma hızının artan sıcaklıkla arttığı gözlenir. Reaksiyon denklemi aşağıdaki gibidir.



veya



Deney esnasında aşağıdaki hususlara dikkat edilmesi gerekmektedir:

- 1) Deney hangi sıcaklık için yapılıyorsa tüplerin bulunduğu su banyosu da o sıcaklıkta olmalıdır.
- 2) Okzalik asit çözeltisi permanganat çözeltisi üzerine eklenirken dikkatli ve çabuk olmak gerekmektedir, aksi halde tüplerin sıcaklıkları değişeceğinden ölçülecek süre hatalı olabilir.

2.2. DENEYİN YAPILIŞI

Kullanılacak malzemeler

- 0,0005 M KMnO_4
- 0,25 M H_2SO_4
- 0,0025 M okzalik asit
- 10 adet deney tüpü
- Su Banyosu

Beş deney tüpü alarak her birine 5 mL $5 \cdot 10^{-4}$ M KMnO_4 çözeltisi ve 1mL 0,25 M H_2SO_4 çözeltisi koyun. Ayrıca beş deney tüpü daha alarak bunların her birine de 9 mL $2,5 \cdot 10^{-3}$ M $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ (okzalik asit) çözeltisi koyun. İçinde KMnO_4 çözeltisi olan tüplerden biri ile içinde $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ çözeltisi olan tüplerden birini alıp 25 °C'deki su banyosuna yerleştirin. Tüpleri banyoda 3 dakika bekleterek çözeltilerin banyo ile aynı sıcaklığa gelmesini sağlayın. Sonra hızlı bir şekilde $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ çözeltilisini permanganat çözeltilisinin üzerine boşaltın ve tüpü su banyosu içerisinde tutarak reaksiyonun sona ermesi için geçen süreyi ölçün. Reaksiyonun sona erdiği permanganatın pembe renginin tamamen ortadan kaybolması ile anlaşılır. Reaksiyon sonunda permanganatın pembe renginin sıcaklığa karşın değişimi gözlemlenecektir.

Geriye kalan içinde KMnO_4 çözeltisi ve $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ çözeltisi olan tüpler için de aynı işlemleri 35, 45, 55 ve 65 °C de ayrı ayrı uygulayın ve reaksiyonun bitmesi için geçen süreyi ölçün.

2.4. SORULAR

- 1) $\text{A} + \text{B} \rightarrow \text{C}$ reaksiyonuna ilişkin elde edilen deneysel bulgular aşağıdaki gibidir;

[A] (mol/L)	[B] (mol/L)	C'nin oluşum hızı (mol/L.s)
0.30	0.15	$7.0 \cdot 10^{-4}$
0.60	0.30	$2.8 \cdot 10^{-3}$
0.30	0.30	$1.4 \cdot 10^{-3}$

Bu reaksiyonun hız eşitliği nedir? Hız sabitinin değeri nedir?

2) Bir reaksiyonun 298 K ve 373 K 'de reaksiyon hız sabitleri sırayla $0,0450 \text{ s}^{-1}$ ve $20,1 \text{ s}^{-1}$ dir. Reaksiyonun etkinleşme (aktivasyon) enerjisi nedir?

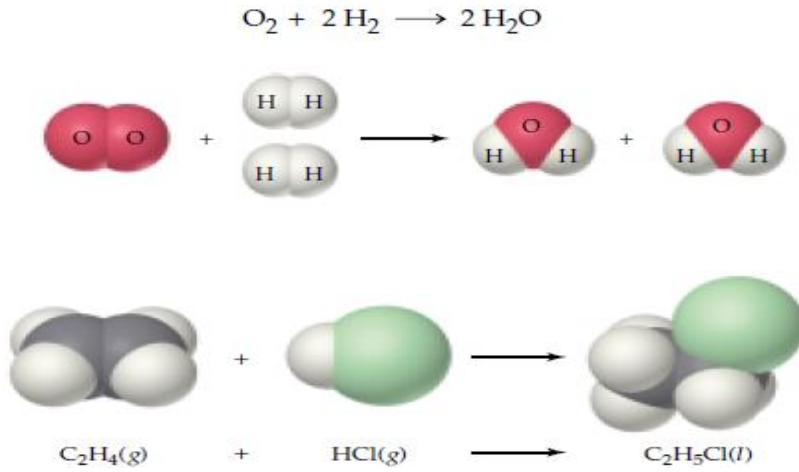
3) Deneyde H_2SO_4 kullanılmasının sebebi nedir? Açıklayınız.

4) Kararlı hal yaklaşımı nedir? Birden fazla basamakta yürüyen tepkimeler için hız denkleminin elde edilmesinde kararlı hal yaklaşımı neden kullanılmaktadır? Açıklayınız.

DENEY 3. KİMYASAL TEPKİME ÇEŞİTLERİ

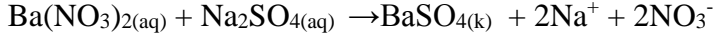
3. 1. TEORİK BİLGİ

Kimyasal tepkime, bir yada birkaç maddenin (tepkenler) yeni bir bileşik grubuna (ürünler) dönüştürülmesi işlemidir. Maddenin kimyasal özellikleri kimyasal tepkimelerdeki davranışları ile belli olur. Sönmemiş kirecin üzerine su döküldüğü zaman ısı açığa çıkar ve kireç bir değişime uğrar. Odun kömürü yanarken ısı ve ışık verir. Yani bir tepkime olurken ısı, ışık veya enerji alışverişi olmakta ve madde değişikliğe uğramaktadır. Bir tepkime olduğunu söyleyebilmek için bazı kanıtlara gereksinme vardır. Bunlar; renk değişimi, çökelek oluşumu, gaz çıkışı, ısı salınması ya da soğurulması gibi olaylardır.



Bu deneyde izlemesi kolay tepkimeler seçilmiştir. Bunlar;

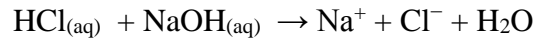
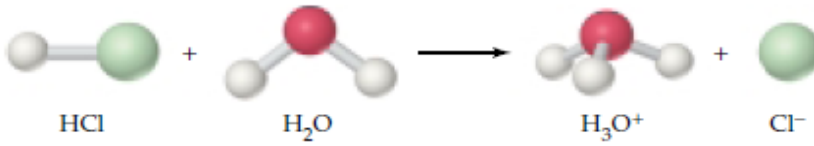
A- Çöktürme tepkimeleri: Çöktürme tepkimeleri çözeltide çözünmeyen katı bir çökeleğin oluşması ile belirlenir. Çökelek, tepkimeye giren maddelerden, çözücüde çözünmeyen yeni bir maddenin oluştuğunu gösterir. Baryum nitrat ($\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$) suda çözünür ve hafif bulanık bir çözelti oluşturur. Aynı şekilde sodyum sülfat (Na_2SO_4) da suda kolayca çözünür. Bu iki çözelti karıştırıldığında suda çözünmeyen beyaz renkli bir çökelek oluşur.



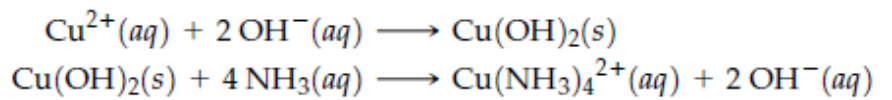
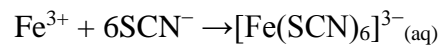
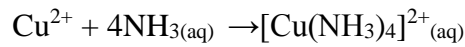
Şekil. PbI_2 bileşiğinin çökmesi.



B- Asit-Baz tepkimeleri: Bir asidin bazla tepkimeye girmesi sonucu tuz ve su oluşur. Bu tür tepkimelere nötralleşme tepkimeleri denir. Tepkime sonucu çözeltinin pH sı değiştiği için bu tepkimeler ancak indikatör yardımı ile izlenebilir. Kuvvetli bir asit olan HCl nin kuvvetli bir baz olan NaOH ile tepkimesi nötralleşme tepkimesidir.

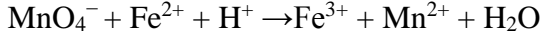


C- Kompleksleşme tepkimeleri: Birçok metal iyonları, elektron çifti veren ve **ligand** olarak adlandırılan çeşitli molekül veya iyonlarla tepkimeye girerek koordinasyon bileşikleri (**kompleksler**) oluştururlar.



Şekil. CuSO₄ (en soldaki), amonyakla muamele edildiğinde, Cu(OH)₂ çöker (ortadaki). Amonyakın fazlası ilave edildiğinde Cu(NH₃)₄⁺² kompleksi oluşur.

D- Redoks tepkimeleri: Bu tür tepkimelerde tepkimeye giren maddelerden biri indirgenirken bir başka madde yükseltgenir. Asidik ortamda FeCl₂ ile permanganatın tepkimesinde Mangan(II) indirgenir ve permanganatın rengi kaybolur.



3.2. DENEYİN YAPILIŞI

Madde ve Malzemeler:

- ✓ Deney Tüpü, Tüplük, Damlalık, Turnusol Kağıdı
- ✓ Fenolftalein indikatörü, Derişik NH₃, 0,1M NaOH, 0,1M HCl, 0,1M H₂SO₄, 0,1M Ba(NO₃)₂, 0,1M Na₂SO₄, 0,1M Cu(NO₃)₂, 0,1M FeCl₃, 0,1M FeCl₂, 0,1M KSCN, 0,1M KMnO₄, Atık Toplama Beheri

A- Çöktürme tepkimeleri: Bir deney tüpüne 1mL (~20 damla) 0,1M Na₂SO₄ çözeltisi koyulur. Bu çözeltinin üzerine damla damla 0,1M Ba(NO₃)₂ çözeltisinden 20 damla ilave edilir. Gözlenen değişiklikler not edilir. Bu tüpe 20 damla HCl ilave edilir ve gözlemler yazılır.

.....
.....
.....

B- Asit-Baz tepkimeleri: Deney tüplerinden birine 20 damla HCl diğerine 20 damla NaOH koyulur. Bir baget yardımı ile iki tüpteki çözeltilerin birer damlaları turnusol kağıdına damlatılarak asitlik ve bazlıklarına bakılır. Tüplere 2 şer damla fenolftalein çözeltisi damlatılır ve renkleri kaydedilir. Baz çözeltisinin üzerine damla damla HCl ilave edilir ve her damladan sonra tüp çalkalanır. Asit ilave etme işlemine tüpteki çözelti rengini kaybedinceye kadar devam edilir. Nötralleşme için gereken damla sayısı hesaplanır. Tüplerden birine 10 damla 0,1M H₂SO₄ koyulur ve tüpe 2 damla fenolftalein damlatılır. Bu tüpe nötralleşme tamamlanıncaya kadar 0,1M lık NaOH den damlatılır ve gerekli damla sayısı hesaplanır.

.....
.....
.....

C- Kompleksleşme tepkimeleri: Bir tüpe 20 damla 0,1M $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisi konulup hacmi 3mL ye seyreltilir. (2mL su ilave ediniz). Çözeltinin rengi not edilir. Bu çözeltiliye 10 damla derişik amonyak ilave edilerek renk deęişimi gözlenir. Bir başka tüpe 20 damla FeCl_3 çözeltisi eklenip hacmi 3mL ye seyreltilir. Çözeltinin rengi not edilerek üzerine 10 damla KSCN çözeltisi damlatılır ve deęişimler gözlemlenir.



Amonyacı doğrudan koklamayınız!!!

.....
.....
.....

D- Redoks tepkimeleri: İki deney tüpü alınır. Birine 10 damla 0,1M KMnO_4 ve 5 damla 0,1M HCl koyulur. İkinci tüpe 20 damla FeCl_2 çözeltisi koyulur. Demir çözeltisinin üzerine damla damla permanganat çözeltisi ilave edilir. Başlarda rengin kaybolduęu, daha sonraları rengin kalıcı pembeye döndüęü gözlemlenir.

.....
.....
.....

3.3. SORULAR

- 1) Demir metali ile klor gazı FeCl_3 oluşturmak üzere tepkimeye giriyor. 7,26 mol Cl_2 ile aşırı miktarda Fe tepkimeye girdiğinde kaç mol FeCl_3 oluşur?
- 2) 415 ml 0,186 M AgNO_3 çözeltisindeki tüm gümüş iyonlarını Ag_2CrO_3 (k) olarak çöktürmek için kaç ml 0,650 M K_2CrO_4 gerekir?
- 3) HCl (aq) in derişimini ayarlama yöntemlerinden biri, bu çözeltiliyi küçük bir Mg parçası ile tepkimeye sokmaktır. 250 ml 1,023 M HCl çözeltisinin derişimini tam olarak 1 M HCl e ayarlamak için kaç mg Mg (k) metali kullanılmalıdır?
- 4) Bronz heykeller üzerinde oluşan tabaka ya da yeşil küf oluşumundan sorumlu tepkime aynıdır. Bu tepkimeyi araştırınız.

DENEY 4. HİDRATLAŞMIŞ BİR TUZUN FORMÜLÜNÜ BULMA

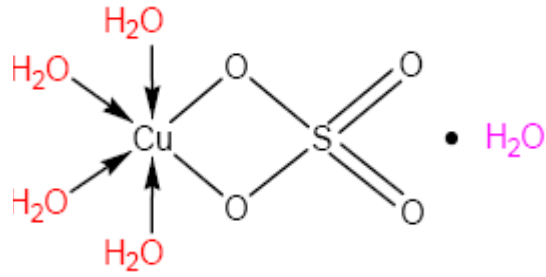
4.1. TEORİK BİLGİ

Hidratlaşmış bir tuzdaki su yüzdesi gravimetrik olarak bulunabilir. Yapıdaki suyun yüzdesinden, hidratın formülü, yani yapısında kaç mol su bulunduğu belirlenebilir. Doğadaki bir çok tuz veya ticari olarak satılan tuzlar hidratlaşmıştır. Hidratlaşma, iyonun su molekülleri ile sarılmasıdır. Yapıdaki bu su moleküllerine **Hidrat suyu** denir. **Kristal suyu**, kristal yapının içine sıkışmıştır ve yapıdan uzaklaştırmak zordur, hatta bazen mümkün değildir.

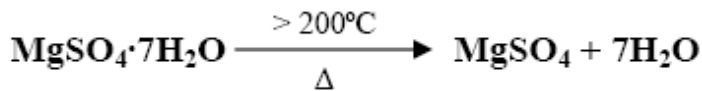
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ da 4 mol su hidrat suyu , diğer bir mol su kristal suyudur.



Bakır Sülfat $\cdot 5\text{H}_2\text{O}$



Yapı yukarıdaki gibidir. Termogravimetrik analiz yapılan bir bakır tuzunda 2 mol su 110 °C civarından yapılan uzaklaşmakta ve bileşik koordinasyon sayısı 4 olan kararlı bir ara yapıya sahip olmaktadır. Isıtma işlemi devam ettirildiğinde yaklaşık 200 °C civarında bileşik 2 mol suyunu daha kaybetmektedir. Bu su molekülleri doğrudan bakır atomuna bağlı hidrat sularıdır. Diğer bir su ise yaklaşık 500 °C civarında ayrılmaktadır. Bu ise kristal suyudur. Susuz bakır sülfat renksizdir. Bazı tuzlarda su molekülleri zayıf bağ ile bağlanmışlardır. Böyle tuzlar sıcaklıkla sularını kaybeder ve susuz tuz halini alırlar.



120 g $MgSO_4$ de 7 mol su vardır. Gravimetrik analiz, bir numunedeki madde miktarının belirlenmesi ile ilgili analitik bir yöntemdir. Bu deneyde magnezyum sülfattaki su miktarı gravimetrik olarak bulunacaktır.

4.2. DENEYİN YAPILIŞI

Temiz bir porselen kroze (kapsül) üçgen kil üzerine yerleştirilerek 5 dakika ısıtılır ve soğumaya bırakılır. Eğer ısıtma sonunda kroze üzerinde lekeler oluşuyorsa bu kirlilikleri gidermek için 6 M HNO_3 ile yıkanır. Porselen kroze bek alevinde ısıtılır ve desikatörde soğutulmaya bırakılır. Kuru ve ıltılmış kroze 0,001 g hassasiyetinde tartılır. Krozeye elden bulaşabilecek nem veya yağ tabakası tartım sonucunu etkileyebilir. Hem bu nedenle hem de yanmamak için kapsül maşa yardımıyla tutulmalıdır. Boş krozenin tartımı sonrası krozenin içine yaklaşık 3 g magnezyum sülfat tuzu alınarak yeniden 0,001 g duyarlılıkta tartılır. Madde ile birlikte kroze bek alevi üzerindeki üçgen kile yerleştirilir. Önce yavaşça sonrasında şiddetli alevde kroze ısıtılır. Isıtırken porselenin kızarmamasına dikkat edilir. Çok yüksek sıcaklıklarda $MgSO_4$ bozunabilir. Kapsül 10 dakika ısıtılır. Kroze desikatörde soğumaya bırakılır. Soğuyan porselen kroze yeniden tartılır. Isıtma işlemine yeniden devam edilir ve soğutulup yine tartılır. Eğer iki tartım arasındaki fark 0,01 g dan küçükse bir daha ısıtma soğutma işlemi yapılmaz.



4.4.SORULAR

1. Gravimetrik analiz hakkında bilgi veriniz?
2. Nem ile kristal suyu aynı şeymidir? Araştırınız?
3. 2.574 g bir $\text{CuSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ısıtılıyor ve suyu tamamen uçuruluyor. Susuz CuSO_4 oda sıcaklığında soğutulduktan sonra tartılıyor ve 1.647 g geldiği görülüyor. Bu hidratin formülü nedir? (Cu=63.5, O=16, H=1 g/mol)
4. $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ bileşiğindeki H_2O nun kütlece yüzdesini bulunuz? (Zn= 65.4, S=32, H=1, O=16 g/mol)
- 5.

DENEY 5. ASİT-BAZ ÇÖZELTİLERİNİN AYARLANMASI, pH-İNDİKATÖRLERİN RENKLERİ ve ASİT-BAZ TİTRASYONU

2.15.1. TEORİK BİLGİ

İki veya daha fazla bileşenin homojen karışımına çözelti adı verilir. Bir çözeltide çözünen ve çözen olmak üzere iki kısım vardır. Maddenin katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç temel hali düşünülürse çeşitli çözelti tipleri mümkündür.

ASİT-BAZ ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI, AYARLANMASI

Titrasyonda kullanılan ve derişimi kesin olarak bilinen çözeltilere **ayarlı (standart) çözeltiler** denir. Hazırlanan bu çözeltilerinin derişiminin doğruluğu yapılan analizin doğruluğu anlamına gelmektedir. Bazı maddelerin çeşitli kimyasal özelliklerinden dolayı (nem çekici olması, kararlı olamaması, çabuk buharlaşması) doğrudan ayarlı çözeltileri hazırlanamaz. Bu tür maddelerle hazırlanan çözeltilere **sekonder (ikincil) standart çözeltiler** denir. Sekonder standart çözeltilerin ayarlanması başka bir primer standart çözelti ile yapılır. Saf, kararlı, nem çekici olmayan ve büyük eşdeğer ağırlığına sahip olan maddelere **primer (birincil) standart maddeler** denir. Primer standart maddelerle hazırlanan çözeltiler titrasyonda doğrudan kullanılabilir ve derişimi kesin bellidir. Ayarlama yapmaya gerek yoktur. Bu çözeltilerde **primer standart çözelti** denir. Ayarlama(Standartlaştırma) Sekonder bir çözeltinin derişiminin, primer standart çözeltisi kullanılarak bulunması işlemine ayarlama denir. Primer standart madde 90-100 °C sıcaklıktaki etüvde 2-3 saat bekletilir. Daha sonra desikatöre alınarak soğutulur. Hassas olarak dört anlamlı rakama göre tartılır (0,1234 gibi) ve yaklaşık 50 mL saf su içerisinde çözümlenir. Üzerine o deney için kullanılacak indikatör çözeltisinden 2-3 damla eklenerek ayarı yapılacak çözelti ile dönüm noktasına kadar titre edilir ve harcanan hacim kaydedilir (V1). Dönüm noktasında primer maddenin eşdeğer gram sayısı

titrantın eşdeğer gram sayısına eşit olacak. Bu ilkedden yararlanılarak bilinmeyen çözeltinin derişimi hesaplanır.

$$N_{\text{titrant}} = (m / E) / V$$

m = Alınan primert standart maddenin ağırlığı (g)

E = Primer standart maddenin eşdeğer ağırlığı

V = Ayarlaması yapılacak çözeltinin titrasyon sırasında harcanan hacmi (mL)

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

N₁: Ayarlı çözeltinin normalitesi

V₁: Ayarlı çözeltinin hacmi (mL)

N₂: Hazırlanan çözeltinin

V₂: Hazırlanan çözeltinin hacmi (mL)

Çözeltiler ayarlanırken dikkat edilmesi gereken hususlar şunlardır;

1. Kullanılacak cam malzemeler temizlenmiş olmalıdır.
2. Analizler, cam malzemelerin kullanım sıcaklığında ya da yakın bir deęerde yapılmalıdır.
3. Titrasyon için uygun ölçülerde analiz kaplar seçilmelidir.
4. Titrasyona başlamadan önce büretin kontrolü yapılmalıdır
5. Büret, temizleme esaslarına göre temizlenmelidir. Büretin akıtıp akıtmadığı kontrol edilmelidir. Akıtıyorsa vazelin kullanarak giderilmeye çalışılmalıdır.
6. Büret musluğunun sağlıklı çalışıp çalışmadığı kontrol edilmelidir.
7. Ayarlı çözelti, kullanılmadan önce mutlaka çalkalanmalıdır.
8. Büret ayarlı çözelti ile doldurulmadan önce birkaç kez az miktarda ayarlı çözelti ile çalkalanmalıdır.
9. Büret doldurulurken çözelti dışarı taşırılmamalıdır.
10. Büretin uç kısmındaki boşluk ayarlı çözelti ile mutlaka doldurulmalıdır.

11. Büretin sıfır ayan yapılmadan analize başlanmamalıdır.
12. Dönüm noktasını belirlemek için uygun indikatör seçilmeli ve fazlasının ilavesinden kaçınılmalıdır.
13. Ayarlı çözelti büretten damla damla ilave edilmelidir.
14. Titrasyon yaparken erlen sürekli çalkalanmalıdır.
15. Ayarlı çözelti ilavesi dönüm noktasına yaklaştıkça daha dikkatli yapılmalıdır.
16. Analiz kabının içi saf su ile yıkanmalıdır.
17. İndikatör renk değiştirdiğinde, değişen rengi 15-20 saniye kalıcı olmalıdır.
18. Titrasyon sona erdiğinde sarfiyatı okumadan önce 5-10 saniye beklenmelidir. Bu büretin iç kısmına yapışan ayarlı çözeltinin inmesi için gereklidir. Okuma yapmakta fazla gecikilmemelidir.
19. Analiz sonrası bürette artan ayarlı çözelti şişesine konulmamalı, lavaboya dökülmelidir.
20. Ayarlı çözelti şişesi ağzı kapalı olarak güneş ışığı değmeyen ve fazla sıcak olmayan bir yere kaldırılmalıdır.

ASİT-BAZ TİTRASYONU

Konsantrasyonu bilinen bir çözeltilerden faydalanarak konsantrasyonu bilinmeyen bir çözeltinin konsantrasyonunu bulma işlemine **titrasyon** denir. Diğer bir deyişle, ayarlı ve standart bir çözelti ile miktarı bulunmak istenen maddenin birbirine tesir ettirilme işlemidir. Titrimetriyle, konsantrasyon ve hacmi bilinen bir çözeltiyle kimyasal reaksiyona giren, aranan veya bir numune içinde bulunan madde tayin edilir.

Titrimetride geçen başlıca reaksiyonlar şunlardır:

1. Nötralleşme reaksiyonları (asit-baz reaksiyonları)
2. Çökme reaksiyonları (presipitometri)
3. Yükseltgenme-İndirgenme reaksiyonları
4. Kompleksleşme reaksiyonları (Kompleksimetri)

Bu reaksiyonlar için genellikle normal bazen de molar çözeltiler kullanılır. Böyle çözeltilere titrimetride ayarlı veya standart çözeltiler denir.

Asit- baz titrasyonlarında herhangi bir asidin 1 eşdeğer gramı, herhangi bir bazın 1 eşdeğer gramını nötrleştirir. Nötrleşmenin ne zaman olduğunu anlamak için ortama **indikatör (belirteç)** adı verilen

maddeler konulur. Bu indikatörler çözeltinin asidik ve bazik olmasına göre yani ortamın pH değerine göre değişik renkler alırlar.

Asitler ve bazlar gerek konsantrasyon ve gerekse kuvvetlik bakımından çok farklı olduklarından çeşitli titrasyon eğrilerinden söz edilir. Her titrasyon özel bir indikatör yanında yapılır. Titrasyon için uygun indikatör seçimi çok önemlidir. İndikatörlerin rengine pH'dan başka faktörlerde etki eder. Bu faktörler şunlardır;

- ✓ Sıcaklık
- ✓ Konsantrasyon
- ✓ Organik çözücüler
- ✓ Kollaidal tanecikler

Yukarıda sayılan faktörleri göz önünde bulundurarak titrasyon yaparken çok dikkatli olunmalıdır.

Titrasyonlardan anlaşılması en kolay olanı kuvvetli asit-kuvvetli baz titrasyonlarıdır. Kuvvetli bir asit ile baz titre edildiğinde nötrleşme noktasında karışımın pH'ı 7 civarındadır. Eğer asit yada bazdan biri zayıf olursa karışımın pH'ı 7'den farklı olur.

Herhangi bir asidin ve bazın nötrleşme noktasında eşdeğer gram sayıları aynıdır.

Yani;

$$N_a \cdot V_a = N_b \cdot V_b$$

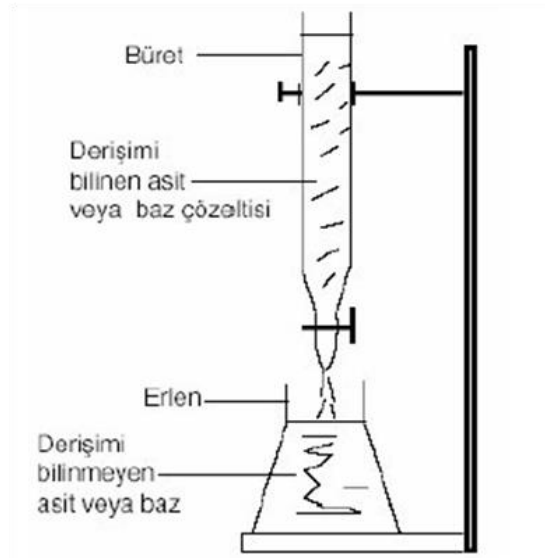
N_a : Asidin normalitesi N_b : Bazın normalitesi

V_a : Asidin hacmi V_b : Bazın hacmi

Titrasyon yapılırken dikkat edilecek hususlar şunlardır:

- 1) Çözeltinin yapılacağı kap hangi sıcaklıkta ayarlanmışsa çözeltide o sıcaklıkta veya ona çok yakın bir sıcaklıkta ayarlanmalıdır.
- 2) Bir çözelti yapıldıktan sonra şişenin ağzı hemen kapatılmalı üzeri etiketlenmeli, gün ışığına ve sıcaklığa maruz bırakılmamalıdır.
- 3) Çözeltiler kullanılmadan önce mutlaka çalkalanmalıdır.

- 4) Çözeltinin kullanılmak üzere içine konacağı kap kuru değilse, azar azar çözeltiliye 3–4 defa çalkalanmalıdır.
- 5) Esas şişesinden alınan çözeltili her ne surette olursa olsun bir daha eski şişesine konmamalıdır.
- 6) titrasyon yavaş, devamlı ve titre edilen çözeltili devamlı karıştırılarak veya çalkalanarak yapılmalıdır.
- 7) Titrasyon sonunun iyi gözlenebilmesi için gün ışığı ile aydınlatılmış yerlerde çalışılmalıdır.
- 8) Büretin ucunda damla, iç kısımlarında hava kabarcığı kalmamalıdır.
- 9) Her seviye okumada, çözeltinin son damlasının alınmasından sonra hiç değilse 1 dakika kadar beklenmelidir.
- 10) Normal olarak sağ elini kullanan bir insan, büreti sol elinin içine alarak musluğunu sağa sola rahatlıkla döndürebilmeli ve bu esnada büretin açılmaması için, yine sol eliyle musluğun ince tarafına doğru çok hafif bastırabilmelidir.
- 11) Titrasyon sonunda titrasyon kabının iç kısmı bir pisetle iyice yıkanmalıdır.
- 12) Titrasyon beyaz bir zemin üzerinde yapılmalıdır. Bu , kabın altına beyaz bir kağıt sermekle bile elde edilebilir.



Şekil. Titrasyon düzeneği

pH ve İNDİKATÖR RENKLERİ

pH, bir çözeltinin asitlik veya bazlık derecesini tarif eden ölçü birimidir. Açılımı "Power of Hydrogen" (Hidrojenin Gücü)'dir. pH kavramı ilk kez Danimarkalı kimyager Søren Peder Lauritz Sørensen tarafından Carlsberg Laboratuvarı'nda 1909 yılında tanımlanmıştır. pH bir çözeltinin asitlik veya alkalinite derecesini tarif eden ölçü birimidir. 0'dan 14'e kadar olan bir skalada ölçülür. pH teriminde p; eksi logaritmanın matematiksel sembolünden, ve H ise Hidrojenin kimyasal formülünden türetilmişlerdir. pH tanımı Hidrojen konsantrasyonunun eksi logaritması olarak verilebilir: $pH = -\log[H^+]$

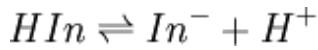
pH, hidrojen iyonunun aktivitesi cinsinden bir asit veya bazın derecesini ifade etme yoluyla ihtiyaç duyulan kantitatif bilgiyi sağlar. Bir maddenin pH değeri hidrojen iyonu $[H^+]$ ile hidroksil iyonunun $[OH^-]$ derişimlerinin oranına direkt bağlıdır. Eğer H^+ derişimi OH^- derişiminden fazla ise maddemiz asidik; yani pH değeri 7 den düşüktür. Eğer OH^- derişimi H^+ derişiminden fazla ise maddemiz bazik; yani pH değeri 7 den büyüktür. Eğer OH^- ve H^+ iyonlarından eşit miktarlarda mevcut ise, madde 7 pH değerine sahip olmak üzere nötraldir. Asit ve bazlar herbiri serbest hidrojen ve hidroksil iyonlarına sahiptirler. Belli koşullarda ve belli bir çözeltide hidrojen ve hidroksil iyonlarının ilişkileri sabit olduğu için, birini tesbit etmek diğerini bilmek ile mümkündür. Bu anlamda, pH, tanımsal açıdan hidrojen iyonu aktivitesinin seçici bir ölçümü olsa da, hem alkalinite hem de asitliğin bir ölçüsüdür. pH logaritmik bir fonksiyon olması açısından, pH değerindeki bir birimlik deęişim hidrojen iyon derişimindeki on-katlık deęişime karşılık gelir.

Tablo. Bazı maddelerin pH değerleri

Madde	pH
Gastrik asit	1.5 – 2.0
Kola	2.5
Sirke	2.9
Portakal	3.5
Bira	4.5
Asit yağmuru	<5.0
Kahve	5.0
Çay	5.5
Süt	6.5
Su	7.0

İnsan tükürüğü	6.5 – 7.4
Kan	7.34 – 7.45
İdrar (alınan besine bağlı olarak)	5.0 – 8.0
Safra sıvısı	7.0 – 8.0
Gözyaşı	7.4
Pankreas özsuğu	7.8 – 8.0
Beyin omurilik sıvısı	7.4
Deniz Suyu	8.0
El Sabunu	9.0 – 10.0
Amonyak (NH ₃)	11.5
Çamaşır Suyu	12.5
Sodyum Hidroksit	13.5
Kostik Soda	13.9

İndikatör; (Asit Baz belirteçleri) zayıf asit veya zayıf bazdır. İndikatörler genelde HIn veya InOH sembolleri ile gösterilirler. Bu indikatörlerin ayrışma tepkimeleri ise şu şekilde gerçekleşir;



Belirteçler, bu ayrışma ya da birleşme tepkimeleriyle renk değiştirirler. Örneğin metil kırmızısı HIn formundayken kırmızı, ayrıştıktan sonra In⁻ formuna girer; ki bu da sarı renktedir. Bir çözeltinin içerisinde asit bırakıldığı zaman, sudaki hidrojen (H⁺) iyonu miktarını artırır. Bu da çözeltideki hidrojen derişimini artırır. Le Chatelier ilkesine göre yukarıdaki reaksiyonda hidrojen iyonu derişimi arttığından dolayı denge, girenler yönüne yani HIn yönüne kayar. Bu da HIn derişimini artırır. Metil kırmızısı örneğini verecek olursak, bu indikatörün HIn formundaki renginin kırmızı olmasından dolayı rengi kırmızıya dönüşür. Aynı şekilde çözeltiye baz eklenirse çözeltideki hidrojen iyonu derişimi azalır. Denge ürünler yönüne kayar, hidrojen iyonu ve In⁻ derişimi artar. Yine metil kırmızısı örneğini verecek olursak, metil kırmızısının In⁻ formundaki renginin sarı olmasından dolayı çözelti sarıya dönüşür. pH belirteçleri titrasyon adı verilen deneylerde kullanılır. Bu deneylerde bir asidin veya bazın pH değeri ölçülür. Her indikatörün kendine has hazırlanma şekilleri vardır. Örneğin metil kırmızısı %95 etanol çözeltisinde iyi çözünürken, metil turuncusu

saf su ile daha iyi çözünür. Daha iyi sonuç almak içinse karışık indikatörler hazırlanabilir. Bu şekilde daha dar bir pH aralığında kesin renk değişimi elde edilir.

Turnusol belirli likenlerden (kuzukulağı) elde edilen içeriğinde orsein bulunan ve suda çözünen bir boyadır. Çözelti olarak veya bir filtre kağıdına emdirilerek kullanılır. Bu kağıda pH belirteci denir ve maddelerin asitliğini ölçmek için kullanılır. Mavi turnusol kağıdı asidik ortamlarda kırmızıya ve kırmızı turnusol kağıdı bazik ortamlarda (ör. Alkalın) maviye döner. Renk değişimi 4,5-8,3 pH aralığında olur (25°C'de). Turnusolun aktif maddesi erythrolitmindir. Düşük pH değerli maddeler asit olarak ve yüksek değerli maddeler alkaliler olarak adlandırılır. Tesadüfen, katı ve suda çözünmeyen alkali maddeler bazlar olarak bilinmektedir. Turnusol kağıdı ile bir gazın pH derecesini ölçmek için, turnusol kağıdını ıslatmak gerekir. Gaz suda çözünür ve bu sayede tepkime olur. En sık olan turnusol tepkimeleri kırmızı turnusolun maviye veya mavi turnusolun kırmızıya dönüşmesidir.

İndikatör Çözeltilerinin Hazırlanması

% 1'lik Fenolftalein Çözeltisinin Hazırlanması:

1 g fenolftalein 50 ml % 95'lik etil alkolde çözülür ve 100 mL'lik balonjojeye aktarılır. Hacim çizgisine kadar % 95'lik etil alkol ile tamamlanır. Çözeltinin rengi pH 8,3-10,0 aralığında renksizlikten kırmızıya dönüşür

% 0.05'lik Metil Oranj Çözeltisinin Hazırlanması:

0,5 g metil oranj 200 mL % 95'lik etil alkolde çözdürülerek 1 L'lik balonjojeye aktarılır. Hacim çizgisine kadar saf su ilave edilir. Çözeltinin rengi pH= 2,9 - 4,6 bölgesinde kırmızıdan maviye dönüşür.

Bromtimol Mavisi:

0,4 g bromtimol mavisi alınarak üzerine 12,8 mL 0,05 N sodyum hidroksit çözeltisi ve 20 mL % 95'lik etanol eklenerek ısıtılarak çözülür. 1 L'lik balonjojeye aktarılır. Daha sonra 200 mL % 95'lik etanol eklenir ve hacim çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Çözeltinin rengi pH= 6,0-7,6 aralığında sarıdan maviye dönüşür.

Tablo. İndikatörlerin Farklı pH'lardaki renkleri

pH belirteci	Daha düşük pH'daki renk	Geçiş aralığı pH sınırları (yaklaşık)	Daha yüksek pH'daki renk
Metil menekşesi (metil viyole)	sarı	0.0 - 1.6	mavi-menekşe
Malahit yeşili	sarı	0.2 - 1.8	mavi-yeşil
Timol mavisi (asit - ilk geçiş)	kırmızı	1.2 - 2.8	sarı
Metil sarısı (etanolda)	kırmızı	2.9 - 4.0	sarı
Bromfenol mavisi	sarı	3.0 - 4.6	menekşe
Kongo kırmızısı	mavi	3.0 - 5.2	kırmızı
Metil turuncusu	turuncu	3.1 - 4.4	sarı
Metil turuncusu (ksilen siyanol çözeltisinde)	mor	3.2 - 4.2	yeşil
Bromkrezol yeşili	sarı	3.8 - 5.4	mavi
Metil kırmızısı	kırmızı	4.2 - 6.3	sarı
Bromkrezol moru	sarı	5.2 - 6.8	menekşe
Bromtimol mavisi	sarı	6.0 - 7.6	mavi
Fenol kırmızısı	sarı	6.6 - 8.0	kırmızı
Timol mavisi (baz - ikinci geçiş)	sarı	8.0 - 9.6	mavi
Fenolftalein	renksiz	8.2 - 10.0	mor-menekşe

Turnusol (pH indikatörü)	
pH 4,5 altında ise	pH 8,3 üstünde ise
kırmızı	mavi

5.2. DENEYİN YAPILIŞI

A) Asit-baz çözeltilerinin hazırlanması ve ayarlanması deneyi

0,1 N Hidroklorik Asit (HCl) Çözeltisinin Hazırlanması

8.1 ml derişik HCl asitten alınarak 1 litrelik balonjojeye koyulur saf su ile balon çizgisine kadar tamamlanır. Bu hesaptan yola çıkılarak deęişik derişimlerde HCl asit çözeltisi hazırlanabilir.

0,1 N Hidroklorik Asit (HCl) Çözeltisinin Ayarlanması

Ayarlama işlemi primer standart olan Na_2CO_3 ile yapılır. Na_2CO_3 deney öncesi 110 °C da 2 saat kurutulur ve deney yapılana kadar desikatörde bekletilir. 0.100-0,1500 g arası Na_2CO_3 hassas olarak tartılır. Tartılan ağırlık virgülden sonra 4 anlamlı rakam olacak şekilde kaydedilir (0,1223 gibi). 50 ml damıttık suda çözülür.Üzerine belirteç olarak 3-4 damla metiloranj indikatörü ilave edilir. Bürete HCl asit koyularak titrasyona başlanılır. Titrasyon çözeltinin rengi kırmızıya dönünceye kadar titrasyona devam edilir. Harcanan HCl asit miktarıkaydedilir.

B) pH ve indikatör renkleri deneyi

- 0.1M HCl çözeltisinden 1ml alın, üzerine 9mL saf su ilave ederek çözeltinin pH'sını ölçün. Aynı asiti kullanarak pH'sı 4 olacak şekilde çözelti hazırlayın.
- Dört deney tüpü alarak 1, 2, 3 ve 4 şeklinde işaretleyip, her birine 0.1HCl'den 2ml ekleyin. Dört deney tüpü daha alarak bunları da numaralandırın ve her birine 2 ml 0.1N NaOH ilave edin. Bu HCl ve NaOH koyduğunuz tüpleri bir tüplüğe sıralayın. Aşağıda belirtildiği gibi indikatörleri ilave edin ve her bir tüpte en son aşamada oluşan rengi kaydedin.

	OLUŞAN RENK
1no'lu asit ve baz tüpüne 1 damla metiloranj	
2no'lu asit ve baz tüpüne 1 damla bromtimol mavisi	
3no'lu asit ve baz tüpüne 1 damla fenolftaleyn	
4no'lu asit ve baz tüpüne 1 turnusol kağıdı	

C) Asit-baz titrasyonu deneyi

HCl Asit Konsantrasyonu Tayini

250 mL'lik bir erlene 25 mL konsantrasyonu bilinmeyen HCl çözeltisi koyun. Üzerine birkaç damla fenolftalein damlatın. Daha sonra temizlenmiş bir büreti konsantrasyonu bilinen NaOH çözeltisiyle doldurun. Büreti bir spora tutturun. Büretin musluğunu hafifçe açınız ve NaOH çözeltisinin erlene yavaş yavaş damlamasını sağlayın. Bu sırada erleni sürekli olarak sallayın . Nötürleşme noktasına doğru ilaveleri daha yavaş yapın. Pembe renk oluştuğu anda titrasyona son verin. Harcanan NaOH miktarını kaydedin. Yukarıdaki formülü kullanarak asidin konsantrasyonunu hesaplayın.

Meyve Sularının Asitlik Tayini

250 mL'lik bir erlene 25 mL meyve suyu (limon, portakal suyu vb.) ve 25 mL saf su koyun. Üzerine birkaç damla fenolftalein ilave edin. Temiz bir bürete 0.1 N NaOH çözeltisi doldurun. Erendeki çözeltinin rengi pembe oluncaya kadar titre edin. Harcanan NaOH miktarı kaydedin. Limon ve portakal suları için asitlik sitrik asit cinsinden hesaplanır (1 mL 0.1N NaOH = 6.4 mg sitrik asit). Elma için asitlik malik asit cinsinden hesaplanır (1 mL 0.1 N NaOH = 6.7 mg malik asit).

5.3. SORULAR

- 1) Yoğunluğu 1.42g/ml olan %63'lük derişik HNO₃'den 3ml alınarak 250ml'ye seyreltiliyor. Elde edilen çözeltinin molaritesi nedir?
- 2) Aşağıdaki çözeltilerin pH'larını hesaplayınız:

1×10^{-3} HCl , 0.000780 M HBr , 4.75×10^{-3} NaOH, 4.6×10^{-4} NaOH

- 3) 0.05 M ve 40 mL H₂SO₄ çözeltisi NaOH çözeltisinin 60 ml'i ile titre edilmiştir. NaOH konsantrasyonu nedir?
- 4) 0,1 M 100 mL HCl çözeltisine 10,50,70,90,99 ve 100 mL 0.1 N NaOH çözeltisi ilave edildiğinde ortamın pH'larını bularak dönüm noktasını gösteriniz. Ayrıca pH'lara karşı ilave edilen NaOH hacmini grafiğe geçiriniz?
- 5)

DENEY 6. BAZI KATYONLARIN VE ANYONLARIN KALİTATİF ANALİZİ

6.1. TEORİK BİLGİ

Verilen bir örnekte yer alan farklı bileşiklerin, moleküllerin, atom gruplarının, iyonların veya elementlerin aranması ve bunların hangi oranda olduğunun saptanması için yürütülen çalışmaların tümü "analiz veya analitik çalışma " olarak nitelendirilir. Farklı bir yaklaşımla nicelik ve nitelik belirlemek amacıyla yürütülen tüm çalışmalar "analiz" kapsamına girer denilebilir. Buna göre kimyasal analizin, Nitel analiz (Kalitatif analiz) Nicel analiz (Kantitatif analiz) olmak üzere iki farklı ana amaca yönelik, iki önemli grupta yer aldığını belirtebiliriz.

- **Nitel Analiz (Kalitatif Analiz) :** Bir maddenin hangi element ya da element gruplarından oluştuğunu bulmayı amaçlayan kimyasal analize denir.
- **Nicel Analiz (Kantitatif Analiz) :** Bir maddenin içindeki element veya element gruplarının hangi miktarlarda olduğunu bulmayı amaçlayan kimyasal analiz denir.

Katyonların analizi ise; kation tuzlarının çözünürlüklerine göre bir takım gruplara ayrılıp daha sonra her iyonu ayrı ayrı belirleme esasına dayanır. Katyonların bu şekilde gruplara ayrılarak analiz edilmelerine "kationların sistematik nitel (kalitatif) analiz" denir.

Genel olarak gruplandırma da klorür, sülfür, hidroksit, karbonat ve fosfatların çözünürlüklerinin farklı olmasından yararlanır. Örneğin çeşitli kationları içeren bir çözeltiye seyreltik HCl asit çözeltisi eklendiğinde oluşan beyaz çökelek; gümüş (Ag⁺), kurşun (Pb⁺²) ve civa I (Hg⁺²) klorürlerinin karışımından oluşur. Bu nedenle bu kationlar aralarında bir grup oluştururlar ve buna sistematik analizde **birinci grup kationlar** denir. Çeşitli kationları içeren başlangıç çözeltisinden birinci grup kationlar çöktürülerek ayrıldıktan sonra kalan çözeltiye asidik ortamda H₂S eklenirse ikinci grup kationlar çöktürülür. Benzer şekilde uygun reaktifler kullanılarak diğer kationlar da çeşitli gruplara ayrılabilir. Ancak sadece V. grup kationlarından olan amonyum hiçbir grupta aranmaz ve doğrudan orjinal örnek çözeltisinden aranır. Çünkü

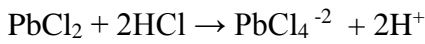
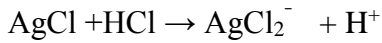
daha önceki gruplardaki katyonları çöktürmek için amonyak ve/veya amonyum tuzları ortama eklenmektedir.

Çöktürme yoluyla yapılan analizlerde santrifüj işlemi kaçınılmazdır. **Santrifüj**, genellikle elektrikli bir motor yardımıyla sabit eksenli, dairesel dönme hareketi gerçekleştiren bir laboratuvar aletidir.

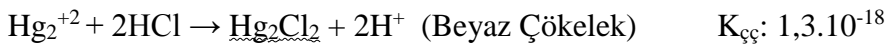
Santrifüj aletinin yüksek devir sayısı, içerisine yerleştirilen karışımların çökelme prensibine göre ayrılmasını sağlar. Ağır parçalar merkezkaç kuvveti yardımıyla tüpün alt kısmında toplanır(dairesel harekette dışarı doğru gider). Aynı mantıkla daha hafif parçalar tüpün üst kısmına doğru hareket eder(dairesel hareketin merkezine doğru yol alır). Süspansiyonlar veya emülsiyonlar bu şekilde kolaylıkla ayrılabilir.

I. Grup Katyonların Analizi

I. Grup katyonlar gümüş (Ag^+), kurşun (Pb^{+2}) ve civa (I) (Hg_2^{+2})'dir. I. Grup katyonlar sulu ortamda klorürleri şeklinde çöktürülerek ayrılır ($AgCl$, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2). Bu grup katyonların çöktürülmesi seyreltik (3 M) HCl çözeltisi ile gerçekleştirilir. Derişik HCl çözeltisi kullanıldığında $AgCl$ ve $PbCl_2$ aşağıdaki tepkimelere göre kompleks iyonlarını oluşturarak çözünürler. Bu nedenle çöktürme ortamının pH'ı iyi ayarlanmalıdır.



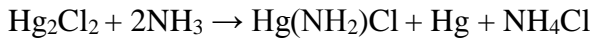
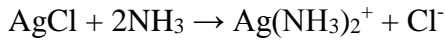
I. Grup Katyonlar



Yukarıdan da görüldüğü gibi $PbCl_2$ bileşiğinin çözünürlüğü $AgCl$ ve Hg_2Cl_2 'e göre oldukça büyük olduğundan Pb^{+2} iyonu klorürü halinde çözeltiden tamamen çöktürülüp ayrılamaz. Bu nedenle Pb^{+2} iyonu II. Grup katyon analizinde de gözlenebilir.

I. Grup Katyonların sistematik analizi sırasında dikkat edilmesi gereken hususlar

- 1) I. Grup katyonlar çöktürülürken ortamın pH'ı iyi ayarlanmalıdır. HCl çözeltisinin fazla eklenmesi durumunda I. Grup katyon klorürleri kompleks iyonlarını oluşturarak çözünürler. (Özellikle Ag^+ ve Pb^{+2})
- 2) PbCl_2 sıcak suda oldukça iyi çözünmesine karşılık çözelti soğutulduğunda çöker. Kurşun iyonu için deneyin çoğu kez yanlış çıkması bu noktaya dikkat edilmemesinden kaynaklanır. PbCl_2 'ün çözünürlüğü sıcaklıkla şöyle değişir: 100 ml suda 0 °C'de 0,67 g PbCl_2 veya 100 ml suda 100 °C'de 3,34 g PbCl_2
- 3) AgCl ve Hg_2Cl_2 karışımının NH_3 ile tepkimesi aşağıdaki gibidir:



Kullanılan NH_3 miktarı her iki tepkime için yeterli olmadığında yalnızca Hg_2Cl_2 'ün NH_3 ile olan tepkimesi gerçekleşir ve çözünmeden kalır. Bu nedenle eğer ortamda oldukça fazla Hg_2^{+2} bulunuyorsa gümüş kaçırılabilir. Bunu önlemek için ikinci bir kısım daha eklenerek çözeltinin bazik olması sağlanır.

4)

	En Önemli Belirteci	
Ag^+	KI	Ag^+ , KI ile açık sarı çökelek verir
Hg_2^{+2}	SnCl_2	Hg_2^{+2} , SnCl_2 ile beyaz-gri çökelek verir.
Pb^{+2}	K_2CrO_4	Pb^{+2} , K_2CrO_4 ile sarı çökelek verir

İyonik karakterli maddeler suda çözüldükleri zaman anyon ve katyonlarına ayrışır. Anyonlar asit ve tuzlarının iyonlaşmasıyla oluşan negatif yüklü iyonlardır. Flor, klor, brom, iyot, sülfür iyonları hariç

anyonlar iki veya daha fazla elementin kimyasal kombinasyonundan oluşur. Katyonlardan daha çok reaktiftirler. Reaktivlik çok sıklıkla redoks işlemlerinde gözlenir. Bazen yükseltgenme anyonları indirgenme anyonları ile tepkimeye girme eğilimi gösterirler. Bir çözeltideki (+) ve (-) yüklerin sayısı daima birbirine eşittir. Ancak zıt yüklü tanecik sayısı birbirine eşit olmayabilir. Katyonların kalitatif ve kantitatif analizleri yapıldığı gibi anyonların da yapılabilir.

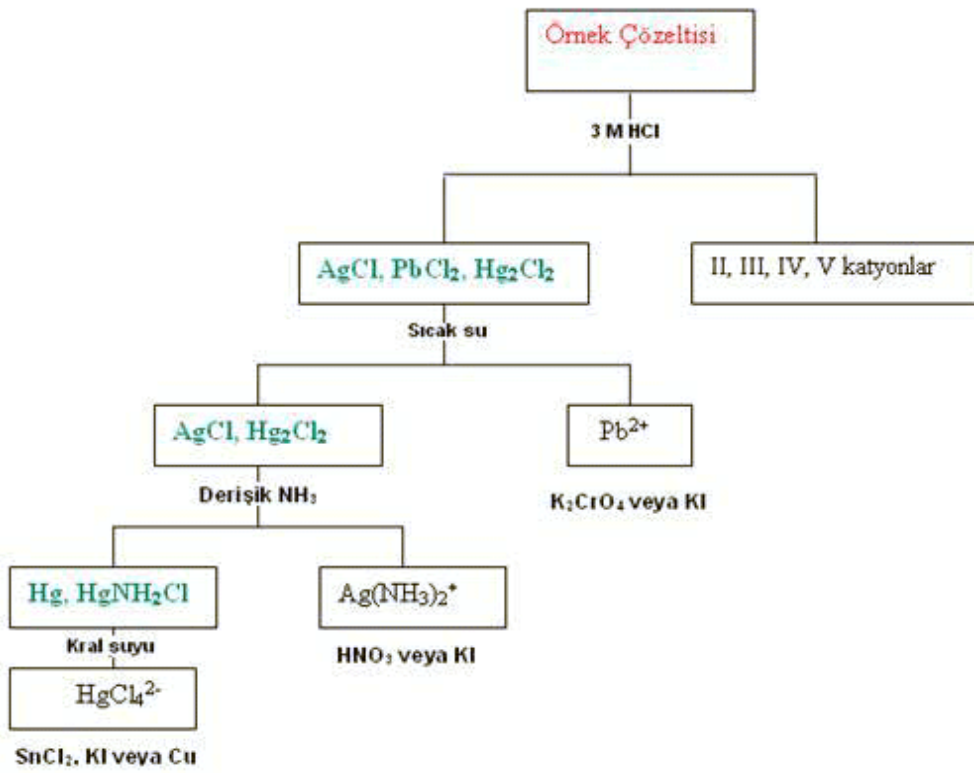
Bu deneyde Cl^- , I^- , NO_3^- , CO_3^{2-} ve SO_4^{2-} anyonlarının tayinleri yapılacaktır.

6.2.

DENEYİN

YAPILIŞI

I. Grup Katyonların Analiz Şeması



Yeşil renkli yazılan bileşikler çözeltide oluşan çökelekleri göstermektedir

Katyonların her birinin çeşitli tepkimeleri olmasına karşın analizde bunlardan karakteristik olan bir veya ikisi kullanılır.

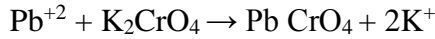
I. Grup katyonların çöktürülmesi

Analiz edilecek çözeltiden bir tüpe 20 damla alınır. Bunun üzerine 5 damla 3 M HCl eklenir ve iyice karıştırdıktan sonra santrifüjlenir. Üstteki çözelti çökelekten bir damlalık vasıtası ile ayrılıp atılır. Elde edilen çökeleğe "Çökelek 1" isimlendirilir.

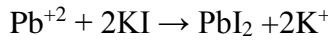
Çökelek 1: 1 damla 3 M HCl içeren 10 damla soğuk su ile çökelek yıkanır ve çökelek yeniden santrifüjlenir. Yıkama suyu atılır. Elde edilen beyaz çökelek AgCl, PbCl₂, Hg₂Cl₂ içerebilir. Çökelek 1 üzerine 6-7 damla sıcak distile su eklenerek 4-5 dakika su banyosunda ısıtılırken baget ile şiddetlice karıştırılır PbCl₂'ün çözünmesi sağlanır. Karışım sıcakken santrifüjlenir. Santrifüj işleminden sonra çökelek, Çökelek A ve çözelti ise Çözelti B olarak ayrılır isimlendirilir. Çözelti ve çökelek saklanır.

Çözelti A: PbCl₂ içerebilir. Çözelti ikiye ayrılır.

a) Birinci kısma 4 damla 1M K₂CrO₄ eklenir. Oluşan **SARI ÇÖKELEK** Pb⁺² iyonunun varlığını gösterir.

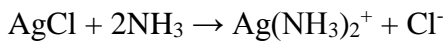


b) İkinci kısma 1-2 damla 1M KI eklenir. Elde edilen sarı çökelek çözününceye kadar amyant tel üzerinde bek alevinde ısıtılır ve hemen çeşme suyunda soğutulur. Oluşan **PARLAK SARI KRİSTALLİ ÇÖKELEK** Pb⁺² iyonunun varlığını gösterir.



Çökelek A: AgCl ve Hg₂Cl₂ içerebilir. Çökelek üzerine 15 damla 3 M NH₃ eklenir ve bi baget ile karıştırılır. Çözelti der. NH₃ ile bazık yapıлып santrifüjlenir ve oluşan çökelek Çökelek B, çözelti ise Çözelti B olarak ayrılır.

Ag⁺ iyonunun NH₃ ile tepkimesi:

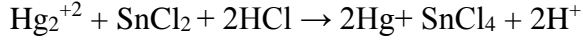


Hg₂⁺² iyonunun NH₃ ile tepkimesi:

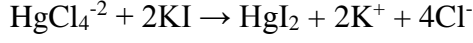


Çökelek B: Hg(NH₂)Cl, Hg olabilir. Eğer çökelek **SİYAH-GRİ** ise Hg₂⁺² iyonu vardır. Çökelek 10 damla su ile yıkanır ve yıkama suyu atılır. Çökeleğe 20 damla Kral Suyu eklenir, su banyosunda 5 dakika karıştırılarak ısıtılır, kapsüle alınarak kuruluğa kadar ısıtılır. Soğutulduktan sonra 5 damla su ile seyreltilip berrak çözelti ikiye ayrılır.

a) Birinci kısma 2-3 damla SnCl₂ çözeltisi eklenir. **BEYAZ veya GRİ ÇÖKELEK** Hg₂⁺² iyonunun varlığını gösterir.

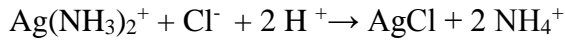


b) İkinci kısma 2-3 damla KI eklenir. **PORTAKAL RENKLİ ÇÖKELEK** Hg_2^{+2} varlığını gösterir.

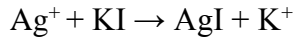


Cözelti B: $\text{Ag}(\text{NH}_3)_2^+$ ve Cl^- içerebilir. Çözelti ikiye ayrılır.

a) Birinci kısım 3 M HNO_3 ile asidik yapılır. AgCl oluşumu nedeniyle **BEYAZ ÇÖKELEK** Ag^+ iyonunun varlığını gösterir.



b) İkinci kısmına 2 damla 0,1 M KI çözeltisi eklenir. Oluşan **AÇIK SARI ÇÖKELEK** Ag^+ iyonunun varlığını gösterir.



- 1) Çözünürlük nedir, ne gibi faktörlerden etkilenebilir?
- 2) Kaç çeşit analiz vardır? Açıklayınız.
- 3) I. Grup kationların HCl ile verdikleri tepkimeleri yazınız.
- 4) Pb^{+2} iyonunun I. Grup kationu olmasına rağmen neden II. Grup kation analizinde de gözlemlenebilir?
- 5) Kalitatif (nitel) ve kantitatif (nicel) analiz ne demektir? Açıklayınız.
- 6) Anyon nedir? Anyonların bazik davranışının nedenini asit-baz tanımlarını göz önünde bulundurarak açıklayınız.
- 7) İyodür iyonu aranırken neden CCl_4 kullanılmıştır? Açıklayınız.
- 8) Karbonat iyonu aranırken kabarcık şeklindeki gaz çıkışının olmasının sebebi nedir? Açıklayınız.

DENEY 7. TAMPON ÇÖZELTİLER

7.1.TEORİK BİLGİ

Kimi zaman belirli pH'daki bir çözeltinin hazırlanması ve saklanması gerekir. Böyle bir çözeltinin korunması, hazırlanmasından daha zordur. Çözelti hava ile temas edecek olursa, karbondioksit soğurur ve daha asidik olur. Çözelti cam şişede saklanacak olursa, camdan geçen bazı safsızlıklar pH'ı değiştirebilir.

Bir asit çözeltisine yeterli miktarda baz ilave edildiğinde veya benzer şekilde bir baz çözeltisine yeterli miktarda asit ilave edildiğinde oluşan çözeltilerin nötr özellikte (pH = 7) olduklarını belirttik. Ancak tampon çözeltiler olarak bilinen baz çözeltilerde durum farklıdır. Tampon çözeltiler hem asit hem de baz ilavelerine karşı oldukça farklı davranırlar ve bu tür çözeltilerde pH değişimi yüksek olmaz.

Tampon çözelti, konjuge asit-baz çiftinin bulunduğu ve pH değişmelerine karşı direnç gösteren çözeltilere denir. Zayıf bir asit-kuvvetli bir baz veya zayıf bir baz kuvvetli bir asit titrasyonlarında (karışımlarında) konjugeasit/baz çifti içeren tampon çözelti oluşur.

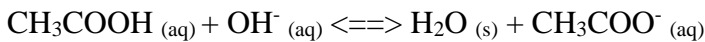
Örneğin; İnsan vücudundaki kan plazmasının pH değeri normal olarak 7,4 civarındadır. Bu pH değeri 7,0 den aşağıya veya 7,8 den yukarı çıkarsa insan sağlığı için tehlikeli sonuçlar ortaya çıkabilir. Bunun gibi laboratuarlarda yapılan çoğu deneylerde kullanılan çözeltilerin kendilerine asit veya baz ilave edildiği zaman pH değerlerinin fazla değişmemesi istenir.

Bu iş nasıl başarılır?

Tampon çözeltiler ile bu işlerin üstesinden gelinir.

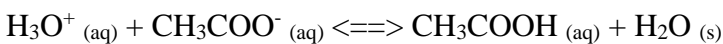
Tampon çözeltiler, zayıf bir asit ile bu asitin yeterli miktardaki tuzdan oluşmuşlardır. Örneğin, zayıf bir asit olan asetik asit ile bu asitin sodyum tuzu olan sodyum asetat belli oranlarda karıştırıldığında tampon çözelti oluşturur.

Sisteme baz eklenmesi, sistemin konjuge asidi ile reaksiyonuyla sonuçlanır.



Asetik asit eklenen hidroksit iyonuyla asetat iyonu oluşturmak üzere reaksiyona girer.

Sisteme asit eklenmesi, sistemin konjuge bazı ile reaksiyonuyla sonuçlanır.

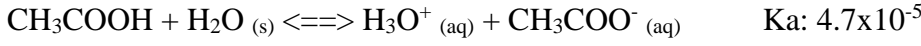


Asetat iyonu eklenen hidronyum iyonuyla asetik asit oluşturmak üzere reaksiyona girer.

Diğer yaygın tampon çözeltiler de şunlardır, $H_2PO_4^- / HPO_4^{2-}$, NH_4^+ / NH_3 . Şayet pH 7 de bir litre 0,15 molar NaCl çözeltisine 1 ml 10 molar hidroklorik asit (HCl) ilave edersek, çözeltinin pH değeri 2 ye düşer. Buna karşılık, bir litre kan plazmasına 1 mol 10 molar HCl ilave edildiği zaman 7.4 olan kan plazmasının pH değeri sadece 7.2'ye düşer. Kanın oksijen taşıyabilmesi için ortamın pH değeri 7.4 olmalıdır. Eğer pH değeri 0.1 birim kadar bile değişseydi, kan oksijen taşıma özelliğini kaybederdi. Kanımızdaki tampon çözeltide karbonik asit (H_2CO_3) ve bikarbonat (HCO_3^-) konjuge asit baz çifti yanında, başka konjuge asit baz çiftleri de vardır

Tampon çözeltilerin pH hesaplaması- Henderson-Hasselbach Eşitliği

Asetik asitin sulu ortamdaki denge eşitliğinden yola çıkarak Henderson- Hasselbach eşitliğini türetelim;



$$Ka = \frac{[CH_3COO^-] \times [H_3O^+]}{[CH_3COOH]}$$

$$[H_3O^+] = \frac{Ka \times [CH_3COOH]}{[CH_3COO^-]} \text{ Hatırladığımız gibi ; } -\log (Ka) = pKa \text{ ve}$$

$-\log[H_3O^+] = pH$ şeklindedir. Denklemden her iki tarafın eksi logaritması alınır;

$$pH = pKa + \left(-\log \left(\frac{[CH_3COOH]}{[CH_3COO^-]} \right) \right) \text{ elde edilir. Denklemden parantez içerisindeki logaritmanın işaretini}$$

artıya çevirmek için bölüm durumundaki ifadeyi ters çeviririz ve;

$$pH = pKa + \log \frac{[CH_3COO^-]}{[CH_3COOH]} \text{ eşitliğini elde etmiş oluruz. Aynı şekilde bu eşitliği pOH için de türetiniz.}$$

Aşağıda farklı gösterimlerle ifade edilmiş Henderson-Hasselbach Eşitlikleri verilmiştir.

$$pH = pK_a + \log \frac{[Tuz]}{[Asit]}$$

$$pOH = pK_b + \log \frac{[Asit]}{[Tuz]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[A^-]}{[HA]}$$

$$pOH = pK_b + \log \frac{[HA]}{[A^-]}$$

$$pH = pK_a + \log \frac{[B]}{[BH^+]}$$

$$pOH = pK_b + \log \frac{[BH^+]}{[B]}$$

Tampon Kapasitesi

Bir çözeltinin tampon kapasitesi bu çözeltinin 1,00 litresine eklendiğinde pH değerini 1,0 birim değiştiren kuvvetli asit veya kuvvetli bazın mol sayısı olarak tanımlanır.

Asitin derişiminin konjuge bazın derişimine oranı '1'den büyük veya küçük değerlere gittikçe tampon kapasitesindeki düşme artar.

Tampon Çözelti Hazırlarken Dikkat Edilecek Kurallar

Bir tampon çözeltinin yaklaşık %99 unu su oluşturmaktadır. Bu nedenle kullanılan suyun kalitesi ve güvenilirliği çok önemlidir. Kullanılacak suyun çift destile olması ve kullanılmadan önce ultra filtre edilmesi tavsiye edilir.

Deney sırasında kullanılacak olan tampon çözeltinin sıcaklığı ve konsantrasyonu not edilmeli, daha sonraki denemelerde de aynı parametrelerin geçerli olduğundan emin olunmalı. Stok çözelti ile çalışırken, mutlaka çözelti seyreltildikten ve sıcaklık ayarlaması yapıldıktan sonra pH'sı ayarlanmalıdır. Stok çözeltilerde gözle görülebilen bir bulanıklık olup olmadığına dikkat edilmelidir. Bu bulanıklık bir mikrobiyal kontaminasyon veya ortamdaki tuzların çökmesi sonucunda oluşabilir. Çözeltiler serin bir yerde ve ağzı sıkıca kapatılarak muhafaza edilmelidir. Seçilecek tamponun pKa değeri çalışma pH değerine yakın olmalıdır. Deney süresince pH'nın düşeceği düşünülüyorsa pKa değeri çalışma pH değerinin çok az altında olan bir tampon seçilmez. pH'nın artacağı düşünülüyorsa bu sefer tam tersi durum söz konusudur (tamponun pKa'sı çalışma pH değerinin biraz üzerinde).

Bazı durumlarda biyolojik sistemler üzerine, örneğin sodyum yada potasyum iyonlarının etkisini kontrol etmek için mineral katyonları içermeyen tamponların hazırlanması gerekli olabilir. Bu durumda pH

değerinin ayarlanmasında NaOH veya KOH yerine quarterner organik tetrametilamonyum hidroksit çözeltisi kullanılabilir. .

7.2. DENEYİN YAPILIŞI

- a) 100 mL'lik üç erlen alın, her birine 2 mL % 30'luk asetik asit çözeltisi, 25 mL saf su, birkaç damla % 0.1 lik Kongo kırmızısı çözeltisi koyun. Çözeltiler koyu mavi bir renge sahiptirler.
- b) Birinci ve ikinci erlene 5 mL doymuş sodyum asetat çözeltisi ekleyin. Çözeltilerin rengi koyu maviden pembeye doğru değişir (yani pH 2.7 den 5.2 ye değişir). Böylece bir tampon çözelti oluşturulmuş olur.
- c) Birinci erlene 5 mL 0.1 N HCl, ikinci erlene de 5 mL 0.1 N NaOH çözeltisi ekleyin. Her iki çözeltinin renginin de değişmediğini görürsünüz.
- d) Üçüncü erlene 5 mL 0.1 N NaOH çözeltisi eklediğinizde ise rengin değiştiğini görürsünüz. Bu erlendeki koyu mavi renk pembeye dönüşür.

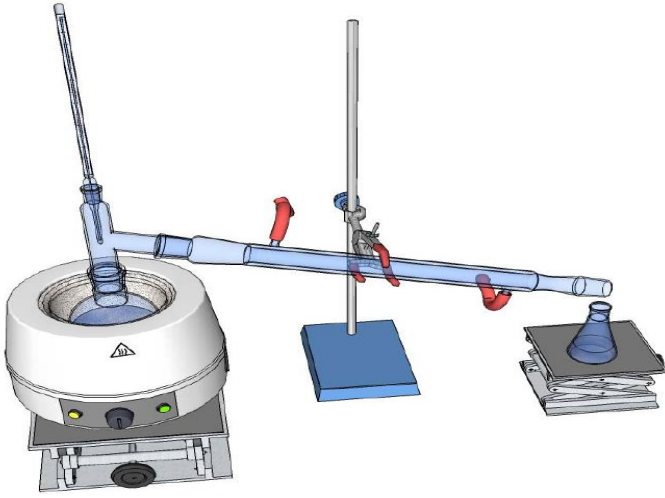
7.3. SORULAR

- 1) Birinci erlene 5 mL 0.1 N HCl; ikinci erlene 5 mL 0.1 N NaOH ilave ettiğimizde renk neden değişmedi?
- 2) Üçüncü erlene 5 mL, 0.5 N NaOH ilave ettiğimizde renk neden değişti?
- 3) 0.1 mol NH_3 ile 0.2 mol NH_4Cl suda çözünerek 1 L'lik çözelti hazırlanıyor. Hazırlanan çözeltinin pH' ı nedir? ($K_b=1.76 \times 10^{-5}$)
- 4) NaCN/HCN , $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{NaHSO}_4$, $\text{NH}_4^+/\text{NH}_3$, $\text{CH}_3\text{COOH}/\text{CH}_3\text{COO}^-$, NaOH/HCl , $\text{Na}_2\text{H}_2\text{PO}_4/\text{NaH}_2\text{PO}_4$ sistemleri tampon olabilir mi? Tek tek irdeleyiniz?
- 5)

DENEY 8. SU BUHARI DESTİLASYONU

8.1.TEORİK BİLGİ

Destilasyon (damıtma) karışım halindeki sıvıların buhar basınçları farkından yararlanarak ayırma ve saflaştırma yöntemidir. Bu yöntem, bileşenlerden düşük kaynama noktasına sahip olanının buharlaştırarak, daha sonra oluşan buharı yoğunlaştırıp başka bir kapta toplamaya dayanır. Böylelikle farklı kaynama noktalarına sahip sıvılar sıra ile uygun sıcaklıklarda buharlaştırılıp birbirlerinden ayrılırlar. Destilasyon basit, etkili ve çok kullanılan bir yöntemdir.



Şekil. Destilasyon Düzeneği

Damıtma, iki veya daha fazla bileşen içeren bir karışımın ısıtılıp, buhar ve sıvı faz oluşturmak suretiyle daha uçucu bileşence zengin karışımların elde edilmesini sağlayan ayırma işlemidir. Distilasyon işlemi sırasında, buhar faz daha uçucu olan **A** bileşeni tarafından zenginleşirken, sıvı faz ise kaynama sıcaklığı daha yüksek olan **B** bileşenince zenginleşir. Fakat yüzde 100 a içeren bir buhar faz elde edilemez.

Diğer bir tanımlama ile; tüm bileşenlerinin uçucu olmak zorunda olduğu, yüksek oranlarda ayırmaya izin veren bir çeşit ayırma prosesidir. İki veya daha fazla bileşenli sıvı karışımlarının ısıtılıp buhar ve sıvı faz oluşturulması suretiyle, daha uçucu bileşence zengin karışımların elde edilmesine denir.

Distilasyonun gerçekleştirilebilmesi için temel şart, denge durumuna erişmiş buhar-sıvı sisteminde, buhar fazın sıvı fazdan farklı bileşime sahip olmasıdır. Buhar ve sıvı faz bileşimleri aynı olursa, distilasyonda yeterli bir ayırma gerçekleşmez.

Damıtma, özellikle organik bileşiklerin saflaştırılması ve ayrılmasında en çok kullanılan yöntemlerden biridir. Kaynama noktasında bulunan bir sıvıya daha fazla ısı verilirse sıvının sıcaklığı artmaz, verilen ısı sıvının buhar haline dönüşmesini sağlar. Sıcaklık, sıvının tamamen buhar halinde uzaklaşmasına kadar sabit kalır. Bu yöntemle buhar basınçları farklı olan sıvılar birbirinden ayrılabilir.

Çeşitli parametreler göz önüne alınarak distilasyon çeşitlerinin sınıflandırılması mümkündür. Çalışma şekline göre sürekli-kesikli; besleme akımına göre ikili sistem-çoklu sistem; alınan ürün akımının sayısına göre tek akım-çok akım; ayırma işleminde ek besleme akımı kullanılıp kullanılmamasına göre azeotropik-ekstraktif-tuz katkılı; kolon iç yapısına göre rafli kolon-dolgulu kolon gibi sınıflandırmalar mümkündür. Ayrıca reflaks varlığına göre de sınıflandırma söz konusudur.

Normal atmosfer basıncında yapılan destilasyon türleri

Normal destilasyon, Kaynama sıcaklığına yakın sıcaklıklarda bozunmayan maddelere uygulanır.

- **Fraksiyonlu destilasyon:** Kaynama noktaları birbirine yakın maddelerin ayrılmasında kullanılır.
- **Su buharı destilasyonu:** Suda çözünmeyen ve miktarı az olan maddeleri uçucu olmayan karışımlardan ayırmak için özellikle madde 100 °C nin üzerinde kaynıyorsa ve kaynama noktasına yakın sıcaklıklarda bozunuyorsa su buharı destilasyonu kullanılır. Kaynama sıcaklıklarının altında bozunabilen maddeler için de kullanılır.
- **Kuru destilasyon:** Katı maddelerin ısı etkisiyle parçalanıp distile edilebilir maddeler vermesi ve bunların distile edilmesi esasına dayanır.En büyük sakıncası katı maddelerin ısıyı iyi iletmemesi ve parçalanma sonucu isenmeyen ürünlerin de oluşmasıdır.çalışma şekli normal distilasyonda olduğu gibidir.Ayırma ve saflaştırmadan çok sentez tekniği (örneğin keton sentezi) olarak önem taşır.

Normal atmosfer basıncından düşük basınçlarda yapılan destilasyon türü

- **Vakum destilasyonu:** Kaynama sıcaklıklarının altında bozunabilen maddeler için kullanılır. Ayrılması istenen maddeler yüksek sıcaklıklarda bozunur özellik gösteriyorsa daha düşük sıcaklıklarda ayırmak için sisteme vakum verilebilir. Bu tür özel sistemlere vakum destilasyon sistemi denir.

SU BUHARI DESTİLAYONU

Su ile karışmayan sıvıların kendi kaynama noktalarından daha düşük sıcaklıktaki damıtma işlemlerinde su buharı destilasyonu yöntemi kullanılır. Ancak, bu koşullarda saflaştırılacak bileşik uçucu

olmamalıdır. Bu teknik özellikle normal basınçta 100 °C nin üstünde kaynayan ve kaynama noktasında veya kaynama noktasının altında bozulan bileşiklerin saflaştırılabilmesi için önemlidir. Böyle durumlarda vakum damıtması yerine su buharı damıtması uygulanır. Su buharı damıtması, uçucu olmayan katı maddelerle bir arada bulunabilen az miktardaki uçucu yabancı maddelerin uzaklaştırılmasında ve reçinemsiz reaksiyon ürünlerinden uçucu veya suda çözünmeyen bileşiklerin elde edilmesinde kullanılabilir.

Bu yöntemde damıtılacak sıvının su ile karışmaması ve birbiri içerisindeki çözünürlüklerinin ihmal edilebilecek kadar az olması gerekmektedir. Bu tür karışımlarda her bileşenin kendi buhar basıncı vardır ve karışımın buhar basıncı bileşenlerin buhar basınçları toplamıdır.

$$P_T = P_A + P_B$$

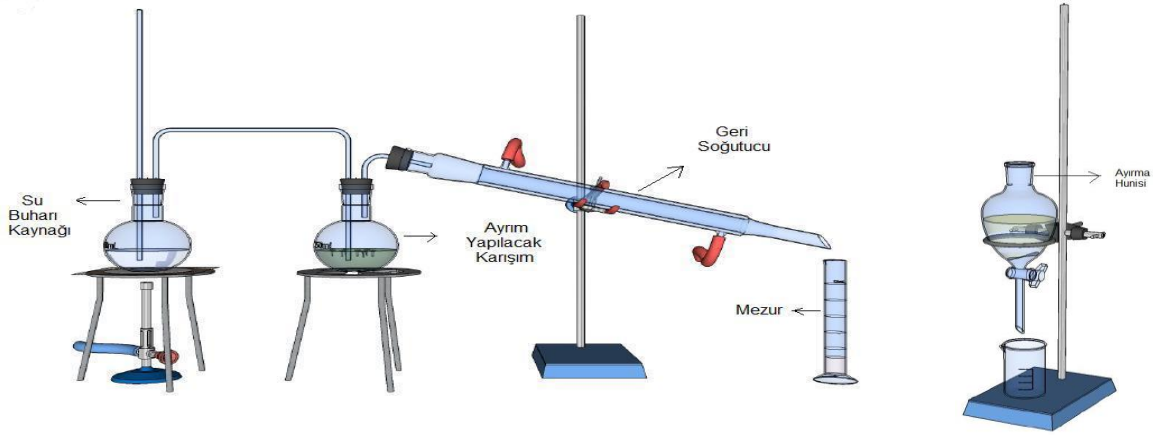
Karışımın buhar basıncının (P_T) açık hava basıncına eşit olduğu noktada karışım kaynamaya başlar. Örneğin; brombenzen ile su karışımı için 95,5°C sıcaklıkta buhar basınçları:

$$P_{\text{PhBr}} = 119 \text{ mmHg ve } P_{\text{su}} = 641 \text{ mmHg ise;}$$

$$P_T = 119 + 641 = 760 \text{ mmHg}$$

Bu karışımın buhar basınçları toplamı normal koşullarda açık hava basıncına eşit olduğundan 95,5°C de kaynayacaktır. Tek başına kaynama noktası 155°C olan brombenzen bu şekilde bozunmadan destillenebilmektedir. Su buharı damıtma yöntemi ile kendi kaynama sıcaklığında bozulan organik maddeler düşük sıcaklıklarda damıtılabilmektedir. Bitkilerin içindeki uçucu esans yağlar karakteristik kokularının kaynağıdır. Bu yağlar genellikle hidrokarbonlar, alkoller ve karbonil bileşiklerinin kompleks karışımlarıdır ve terpenler olarak bilinirler. Su buharı damıtma yöntemi ile bitkilerden koku veren esans maddeleri damıtılabilmektedir.

8.2.DENEYİN YAPILIŞI



Şekil. Su buharı destilasyonu düzeneği ve ayırma hunisi

Şekilde görünen düzenepteki gibi birinci balona (1) yarıya kadar su koyulur ve kaynama taşı eklenir. Isıtma işlemi bu balona uygulanır ve balon sisteme buhar sağlar. Açık hava basıncını dengelemek için bir cam boru su seviyesinin altında kalacak şekilde yerleştirilir. İki nolu balona (2) 50mL su, 10-15 gr karanfil ve kaynama taşı konularak bir cam boru ile iki balon arasındaki bağlantı kurulur.

Geri soğutucu sisteme birleştirilir. Bir numaralı balon (1) ısıtılarak kaynaması sağlanır ve oluşan su buharı (2) nolu balonun içerisinden geçirilir. Buharla birlikte damıtılan yağ mezurda toplanır. Yağ damlacıkları gelmeyinceye dek damıtmaya devam edilir. Toplanan karışım ayırma hunisinde 8mL eter ile çalkalanarak organik bileşenlerin eter fazına geçmesi sağlanır. Fazların ayrılması beklenir ve organik faz alınır.

İki veya üç sefer ekstrakte edilen karışımdan ayrılan eter fazları birleştirilerek susuz Na_2SO_4 ile kurutulur ve süzülür. Çeker ocak içerisinde, su banyosu üzerinde eter uçurulur, geriye kalan karanfilden çıkan uçucu yağdır.

Karanfil (gr)	
Esans yağının Kütlesi (gr)	
% Verim	

8.3. SORULAR

- 1) Sıvıların ayrılmasında ve saflaştırılmasında kullanılan yöntemleri açıklayınız.
- 2) Destilasyon yöntemlerinin sanayideki uygulamalarını araştırınız.

- 3) Destilasyon çeşitleri nelerdir?
- 4) Vakum altında yapılan destilasyon işleminin avantajları nelerdir?

SPEKTROFOTOMETRE

Deneyin Adı: Metilen kırmızısı ve Fenolftalein seri çözeltilerinin spektrofotometre ile absorpsiyonlarının ölçülerek absorpsiyon ile konsantrasyon arasındaki orantının incelenmesi

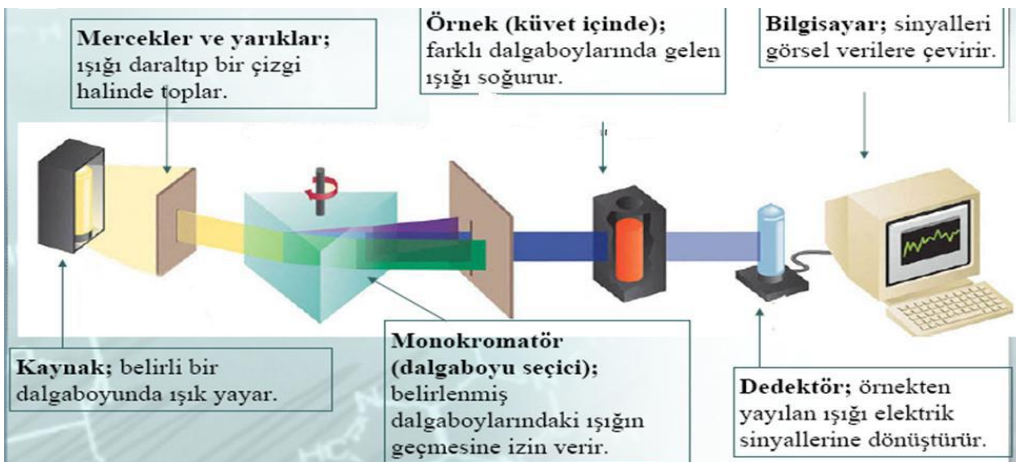
Spektrofotometri, bir çözeltinin ışığı absorbe etme ve geçirme özelliklerinden yararlanılarak bir maddenin konsantrasyonunun tayin edilmesi prensibine dayanan yöntemdir. Ölçüm sırasında oluşan renk o maddenin geçirdiği renktir, absorbe edilen renkler görülmez. Işık hem dalga hem de parçacık niteliklere sahip bir radyasyon enerjisi yani elektromanyetik bir radyasyondur. Ölçümler bu ışığın spektrumunun ultraviyole, görünür veya infrared bölgesinde yapılabilirse de genellikle görünür bölgede gerçekleştirilir.

Bir ışık demeti renkli bir çözeltilerden geçerse çözeltiyi geçen ışık fraksiyonu

T (transmisyon) = I (çözeltiden geçen ışık şiddeti) / I^0 (çözeltiyeye gelen ışık şiddeti) kanununa uyar. Ayrıca geçen ışığın miktarı solüsyonun konsantrasyonu ve derinliğine göre değişir. İşte bu yasaya “Lambert-Beer Yasası” denir.

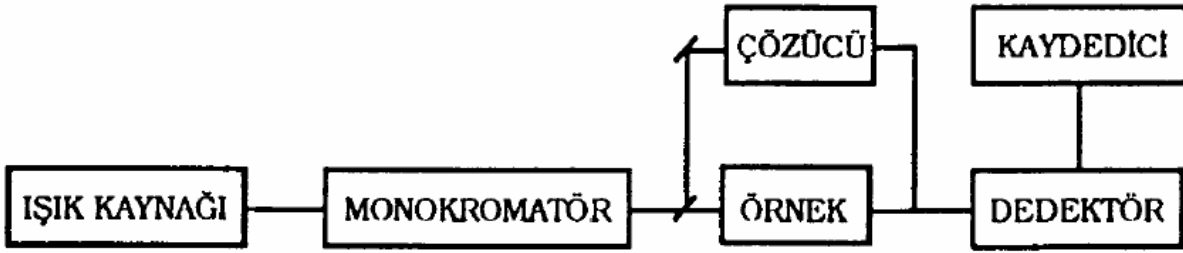
Bu cihazların çalışma esası; Lambert-Beer eşitliğine göre moleküllerin monokromatik ışınları absorplamasına dayanır. Bu ana bileşenlere ek olarak spektrometrelerde ışığı toplamak, odaklamak, yansıtmak, iki demete bölmek ve örneğin üzerine belli bir şiddetle göndermek amacıyla mercekler, aynalar, ışık bölücüleri ve giriş çıkış aralıkları vardır. Örnek ise kullanılan dalga boyu bölgesinde ışını geçiren maddeden yapılmış örnek kaplarına konularak ışık yoluna yerleştirilir.

Uygulamada en yaygın kullanılan spektroskopik miktar tayin yöntemi Ultraviyole (UV) ve Görünür Bölge Absorpsiyon Spektroskopisidir. Ultraviyole ve görünür ışık (UV-Vis) moleküllerdeki elektronik geçişlerin verdiği spektrumları konu alır, olay; bir ışın demetinin bir örnekten geçtikten veya bir örnek yüzeyinden yansıtıldıktan sonraki azalmasının ölçülmesi şeklindedir. Işığın şiddetinin azalması absorpsiyonun arttığını gösterir. Ölçülen maddenin konsantrasyonu belirli bir dalga boyundaki absorpsiyonu ölçülerek bulunur. Aşağıdaki şekilde bir spektrofotometrenin kısımlarını görmekteyiz(Şekil 1).

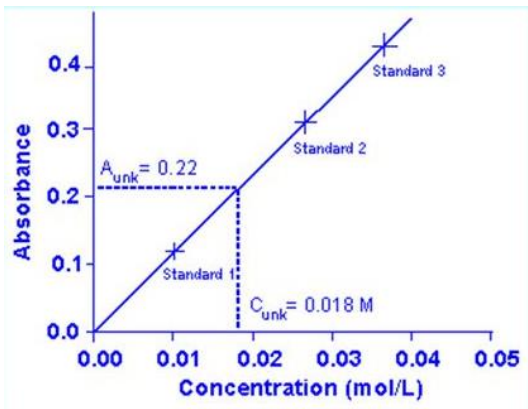


Şekil 1 Spektrofotometrenin kısımları

Spektrofotometreler 2 çeşit olarak sınıflandırılabilir: Tek ışın yollu ve çift ışın yollu spektrofotometreler şeklinde. Aralarındaki fark tek ışın yollu spektrofotometrede sıfır ayarı ve ölçüm ayarları cihazda tek ışın demeti olduğu için ayrı ayrı yapılır. Çift ışın yollu spektrofotometrelerde ise bu işlem ayrı ayrı yapılmaz çünkü monokromatörden çıkan ışık eşit şiddette iki demete bölünerek biri örneğe, diğeri ise sadece çözücünün bulunduğu kaba gönderilir. Böylece örnekteki geçirgenlik değeri sürekli olarak çözücününki ile karşılaştırılmış olur. Laboratuvarımızda bulunan spektrofotometre çift ışın yolludur (Şekil 2). Bu yüzden kör çözelti adını verdiğimiz cihazın sıfırlaması için kullanılan çözelti iki küvete bölünerek iki ışık yoluna da konur. Kör çözeltinin içinde yapılacak ölçümün prosedürüne göre bazen saf su bazen ayıraç bulunur. Bazı analizlerde kör sadece sıfırlama için kullanılırken bazı ölçümlerde kör çözeltinin de absorbansı okutulularak hesaplama formülünde kullanılır. Her spektrofotometrik ölçümde mutlaka ölçülecek maddenin konsantrasyonu belli bir çözeltisinin de absorbansının ölçülmesi gerekir. Bu çözeltilere standart çözelti adı verilir. Bazen eğer yapılacak ölçümün daha hassas olması isteniyorsa standart çözeltilerin serisi hazırlanarak bir standart grafik çizilir. Örneğin absorbansı bu grafikten bulunur (Şekil 3).



Şekil 2 Çift ışın yollu spektrofotometre



Şekil 3 Absorbans-Konsantrasyon grafiği

Deneyin Yapılışı:

Malzemeler:

Metilen kırmızısı

Fenolftalein

Etanol

1g Metilen kırmızısı ve 1 g fenolftalein tartılarak ayrı ayrı balon jöjelere konur, 100'er ml saf su ile çözülürler. Hazırlanan ana standart çözeltilerden seri seyreltmeler yapılarak bir dizi standart çözelti hazırlanır. Seyreltmeler 1, 1/2, 1/4, 1/8, 1/16, 1/32 oranlarında yapılır. Hazırlanan çözeltiler etanol körüne karşı sırayla spektrofotometreye yerleştirilerek okutulur. Elde edilen verilerden absorban-konsantrasyon grafiği çizilir.

KROMATOĞRAFI

Deney Adı: İnce Tabaka Kromatografisi ile şeker karışımlarının ve kan serumunun kalitatif tayini

Kromatografi terimi çeşitli şekillerde uygulanan fazlar arasındaki dağılıma işlemlerini belirtir. Fazlardan birisi bit katı veya katı üzerine adsorblanmış kalıcı (stasyoner faz), diğeri ise kalıcı faz üzerinde hareket eden sıvı (mobil) fazdır. Diğeri kimyasal yöntemlerle ayrılmaları çok zor olan benzer özellikteki maddeler kalıcı faza farklı bağlanma özelliği gösterebilirler ve bu özellik de onların kromatografik yöntemle ayrılmalarını olanaklı kılar.

Adsorbsiyon kromatografisinde maddelerin bir çözgen sistemindeki çözeltilerinde ibaret sıvı faz ince toz haline getirilmiş katı faz ile temas eder ve madde karışımının katının yüzeyinde seçimli adsorbsiyonu meydana gelir.

Madde karışımlarının ayrılması amacıyla uygulanan kromatografik tekniklerden bazıları aşağıda verilmiştir:

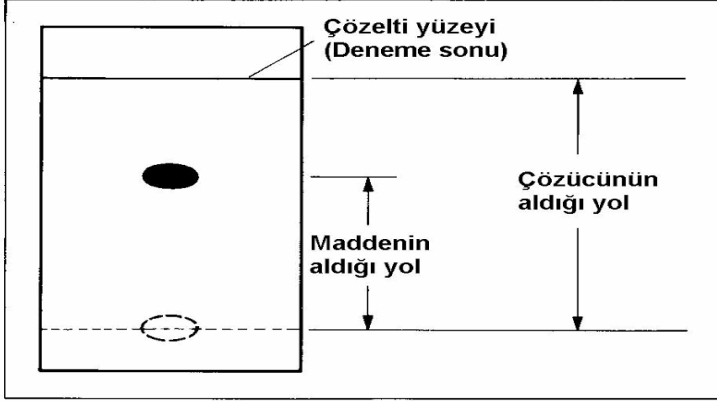
- 1- İnce Tabaka kromatografisi
- 2- Kolon Kromatografisi
- 3- Kağıt Kromatografisi
- 4- Gaz kromatografisi

İnce Tabaka Kromatografisi

İnce tabaka kromatografisi adsorbsiyon kromatografisine tamamen benzer, bu yöntemde çözgen sisteminde çözünmüş madde karışımı, katı faz üzerinde seçimli adsorbsiyona uğrar. Adsorban taşıyıcı olarak cam veya alüminyum plaklar (20x20 cm) adsorban olarak da silika jel alüminyumoksit, selüloz, poliamid vb.

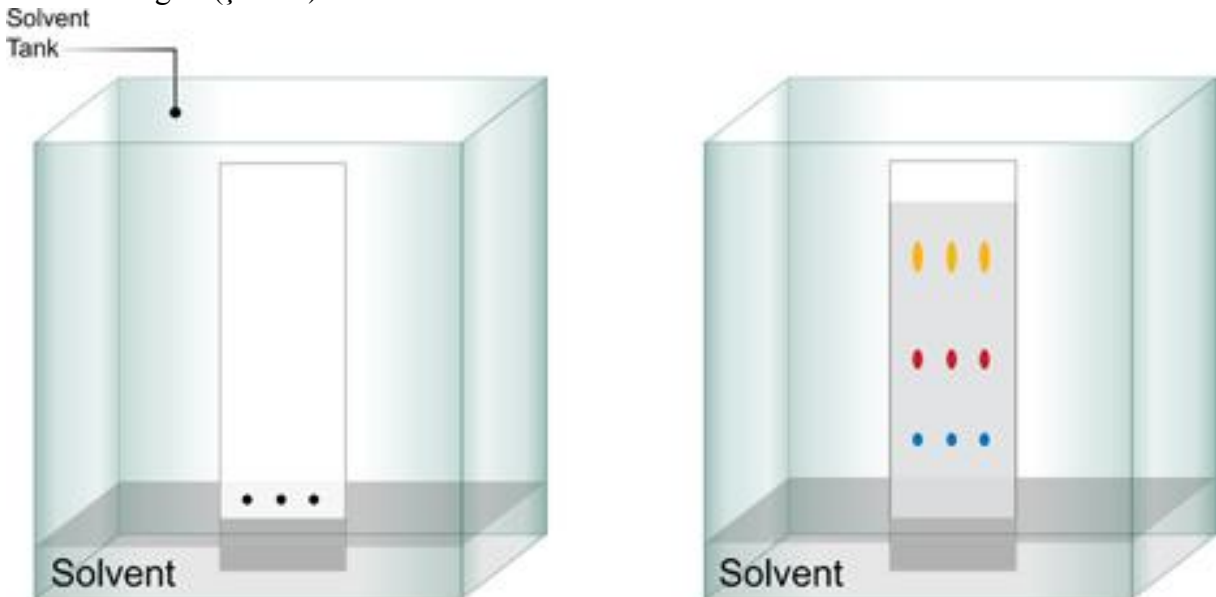
maddeler kullanılır. İnce tabaka üzerinde birbirinden ayrılan maddeler çeşitli yöntemlerle gözlenir hale getirilebilir ve gerektiğinde tabakadan kazınarak izole edilebilirler.

Kromatogramı değerlendirmek için Rf değerleri hesaplanmalıdır (Şekil 1). Bir maddenin Rf değeri başlangıç noktasından itibaren ince tabaka üzerinde maddenin katettiği yolun çözücünün katettiği yola oranıdır. Belli bir çözücü için aynı Rf değerlerinin elde edilebilirliği adsorbanın aktifliğine, tankın doygunluğuna tabaka kalınlığına ve sıcaklığa bağlıdır.



Şekil 1 Rf değerinin hesaplanması

İnce tabaka kromatografisi bir mikro yöntem olarak çok kısa bir zamanda uygulanabilir ve çok az bir maddeye gereksinim vardır. İncelenecek madde veya madde karışımının olanak ölçüsünde polar olmayan bir çözücüde polar olmayan bir çözücüdeki yaklaşık %1'lik çözeltisi plakanın bir ucuna uygulanır (yaklaşık olarak kenardan 0.8 cm yüksekliğe) ve tabakanın sadece uç kısmı ıslanacak şekilde (uygulama noktası çözücü düzeyinin üstünde kalmalı!) uygun çözücü bulunan kromatografi tankına daldırılır (Şekil 2). Çözücü kapiler çekimin etkisiyle adsorban üzerinde yükselir farklı bileşikleri farklı uzaklıklara sürükleyerek ayrılmalarını sağlar (şekil 3).



İnce tabaka kromatografisi hızlı kalitatif analizler için basit ve iyi bir yöntemdir. Bir karışımdaki bileşiklerin sayısını kontrol etmek, bir reaksiyonun gidişini izlemek, reaksiyon ürünlerinin saflığını kontrol etmek ve kromatografik ayırmaları izlemek amacıyla çok sık kullanılır.

Deneyin Yapılışı:

Malzemeler: Diklormetan

Metanol

Saf su

%1'lik vanilin H₂SO₄ çözeltisi

%1'lik glikoz çözeltisi

%1'lik fruktoz çözeltisi

%1'lik sakkaroz çözeltisi

%1'lik Laktoz çözeltisi

%1'lik galaktoz çözeltisi

Kan Serumu

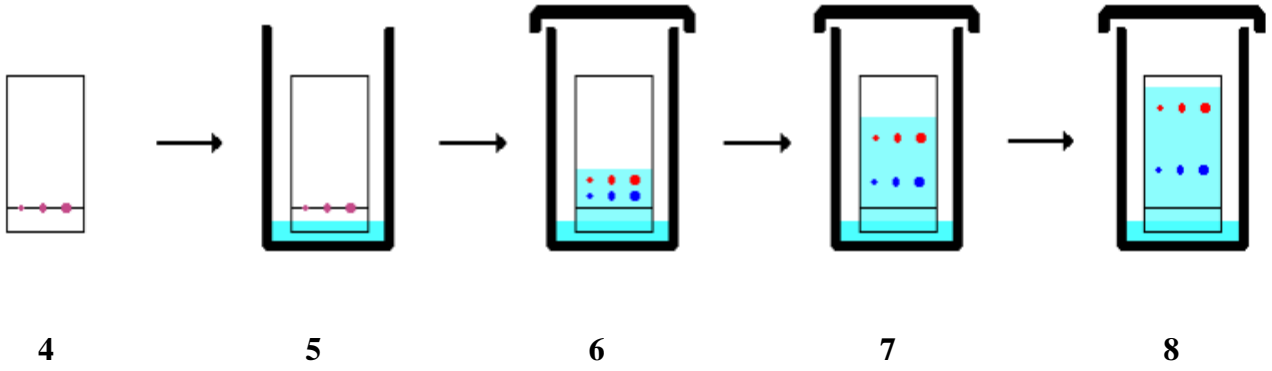
Şeker karışımı

Deneyin Yapılışı:

Kan filtratının hazırlanması: 15 ml'lik deney tüpüne 1 ml kan 7 ml saf su konup, karıştırılır. 1 ml %10'luk soydum tungstat çözeltisi katılır. Yavaş yavaş karıştırarak 1 ml 2/3 normal H₂SO₄ katılır. Karıştırılır 10 dakika beklenir. Süzgeç kağıdından kuru bir tüpe süzülür. Elde edilen kan serumu dönerli buharlaştırıcıda kuruluğa kadar uçurulur ve suda çözülerek TLC için kullanılır.

Sonra bir kromatografi tankı içerisine 10 ml Diklormetan :Metanol: Su (61:32:7) çözeltisi hazırlanarak konur. Daha sonra kromatografi plağı 6,5 cm x 20 cm ebatlarında kesilir. Bu plağın bir ucundan 0.8 cm kadar yukarısına kurşun kalemle bir çizgi çekilir.

Şekil 4'deki gibi işaretlenir. Plağın sol ve sağ yanından 1'er cm içeriden maddeler uygulanır, uygulanan yerler kurutulur. Plak tanktaki çözeltinin içine maddelerin uygulandığı ucundan daldırılır (Şekil 5). Yürütücü sistem plağı kapiller çekimin etkisiyle ıslatır (Şekil 6-7). Çözelti plağı tepe noktasına 1 cm kalana kadar ıslattığında tanktan çıkartılıp kurutulur (Şekil 8). Plak %1'lik vanilin H₂SO₄ çözeltisiyle ıslatılır ve ısıtıcı üzerinde ısıtılır. Oluşan lekelerin R_f değeri hesaplanır. Şeker karışımı ve kan serumunda oluşan lekelerin R_f'leri de hesaplanır ve saf şeker çözeltilerinin R_f'eri ile kıyaslanarak şeker karışımında ve kan serumunda hangi şekerlerin bulunduğu saptanır.



$R_f = \frac{\text{Lekenin uygulama yerinden uzaklığı}}{\text{Çözeltinin uygulama yerinden uzaklığı}}$

Deney Adı: Kolon Kromatografisi ile boya karışımının ayrılması

Kolon kromatografisi madde karışımlarının ayrılmasında kullanılan etkin bir ayırma yöntemidir. Bu tür kromatografi bir kolona doldurulmuş hareketsiz faz (silika jel, alümina, selüloz vb.) ile uygun bir çözücü sistemi arasında ayrılması istenen maddelerin karışımının polaritelerine ve çözünürlüklerine göre dağılımı prensibine dayanır. Kolona doldurulan hareketsiz faz adsorbandır.

Kolonda ayrılacak maddelerin çözümleri yerçekimi etkisi ile adsorbant üzerinden akar; ideal halde maddeler tek tek dar bir adsorbsiyon kuşağında bulunur. Genellikle uygulanan yöntem kolonda maddeleri aşırı çözücü kullanarak yıkamak (elüsyon) ve kolondan akan çözeltiyi küçük fraksiyonlar halinde toplamaktır. Bu durumda kuvvetli adsorblanan maddeler, daha zayıf adsorblananlardan daha sonra kolondan ayrılır. Fraksiyonlar ince tabaka kromatografisi ile kontrol edilerek aynı maddeyi içeren fraksiyonlar bir araya toplanır.

Kullanılacak kolonlar ayrılacak madde miktarına göre seçilirler. Genel olarak adsorbant ağırlığı örnek ağırlığının yaklaşık 100 katı kadar alınır. Önceden temizlenmiş ve kurutulmuş kolonun çıkış kısmına adsorbantın akmasını önlemek için küçük bir pamuk tıkaç konur, bunun üzerine az bir miktar çözücü eklendikten sonra pamuk tarafından tutulmuş havanın uzaklaştırılması için uzunca bir cam çubuk ile bastırılır. Sonra adsorbanta aynı çözücü sisteminden eklenerek karıştırılır ve böylece adsorbantın süspansiyonu hazırlanmış olur. Bu süspansiyon bir huni yardımı ile kısım kısım kolona doldurulur. Her eklemeyelemeden sonra musluktan çözücü akıtılarak adsorbantın kolon içindeki seviyesi kontrol edilir. Bu sırada çözücünün adsorbant seviyesinin altına inip kolonun kurumaması için ayar yapılmalıdır. Fakat yine de adsorbantın yüzeyinde bir kuruma meydana geldiğinde hemen bir miktar çözücü eklenip bir baget ile hızlıca karıştırılmalı ve hava kabarcıklarının tamamı uzaklaştırılmalıdır. Hareketsiz fazda kalan hava kabarcıkları zamanla bu fazda yarılmalara ve dolayısıyla kötü ayrılmalara neden olacağından kolon çok

düzgün ve dikkatli doldurulmalı özellikle adsorbanın çözgen sistemindeki süspansiyonu hazırlanırken ortamdaki hava kabarcıklarının uzaklaşması için şiddetli olarak uzun süre çalkalanmalıdır. Ayrıca doldurma sırasında adsorbanın kolon içerisinde tamamen sıkışması için kolonun bir süre örnek uygulanmaksızın kullanılan çözgen sistemi ile yıkanması ve bu esnada da yumuşak bir cisimle vurularak sarsılması gerekir. Kolon tamamen doldurulduğunda hareketsiz faz düzeyinin üstünde daima bir miktar çözgen bulunmalıdır. Bu şekilde kolonun kuruması önlenir.

Kolon doldurulduktan ve adsorban sıkıştırıldıktan sonra sıradaki işlem maddenin uygulanmasıdır. Bunun için genel olarak uygulanan yöntem adsorban üzerindeki çözgen seviyesinin ancak kolonun kurumayacağı kadar bir az seviyeye düşürülmesi, ayrılacak karışımın mümkün olan en az miktarda kolonda kullanılan çözgen sistemi ile çözündürülmesi ve bir damlalıkla adsorbanın üst yüzeyini dalgalandırmadan ve kolonu kurutmadan eklenmesidir. Ekleme işlemi yapılırken kolon musluğu da yavaşça açılır ve uygulanan maddenin adsorban tarafından emilmesi sağlanır. Kolon hemen hemen kuruyacak hale geldiğinde yine damlalıkla çözgen sistemi eklenir. Bu arada uygulama bölgesinin üstüne de bir parça pamuk yerleştirilerek kolona elüsyon için gereken miktarda çözgen sistemi eklenir. Bundan sonraki işlem kolonu sabit bir damlama hızı ile yıkamak ve fraksiyonları toplamaktır.

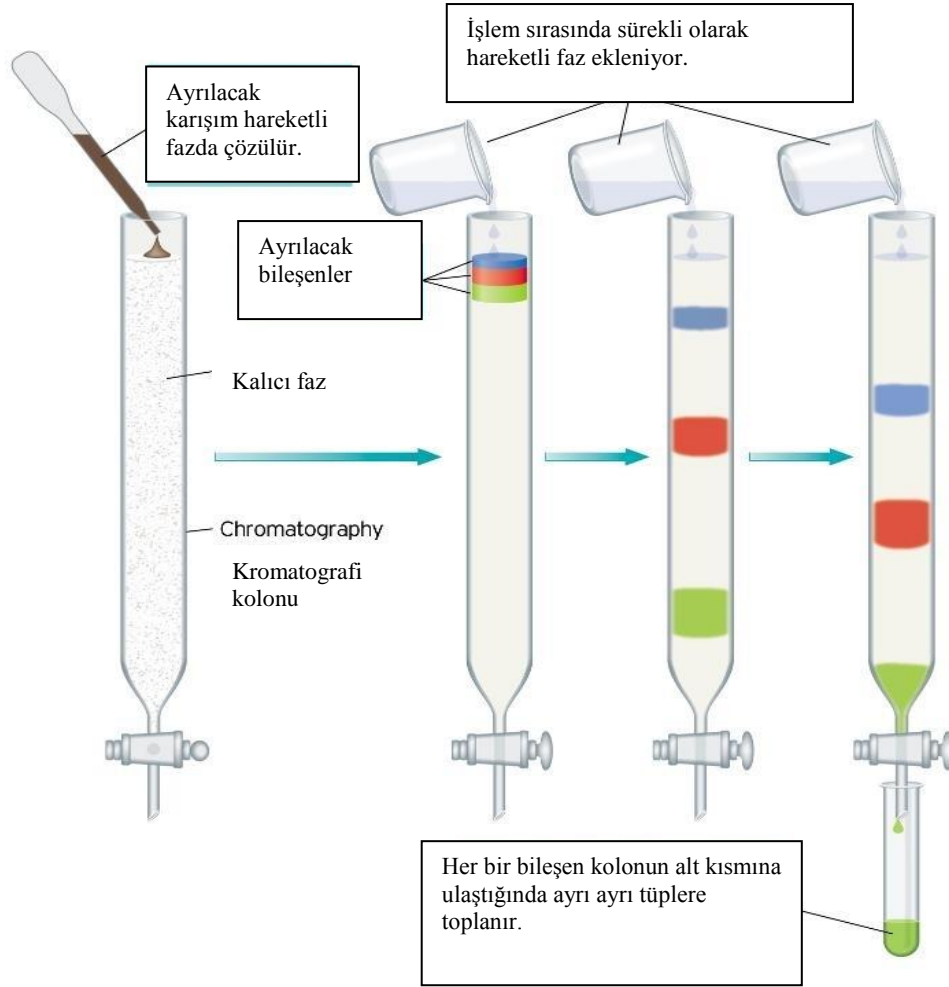
Deneyin Yapılışı:

Malzemeler: Metanol

Saf su

Boya (Metilen mavisi ve Metil kırmızısı) karışımı

Temizlenmiş ve kurutulmuş kolon spora sabitlenir. 10 mg boya karışımının ayrılması için 1 g silika jel tartılarak 50 ml metanol ile süspansiyonu hazırlanır. Kolona musluk kapalı iken bir miktar metanol konur. Adsorbanın akması için bir miktar pamuk konur. Bir huni yardımı ile silika süspansiyonu kolona doldurulur. 10 mg boya karışımı çözülebilecek en az miktarda metanolde çözülür, bir damlalık yardımı ile üzerinde kurumaya yakın düzeyde çözgen sisteminin olduğu adsorbana uygulanır. Musluk açılarak karışımın adsorban tarafından emilmesi sağlanır, sonra bir parça pamuk uygulama yerinin üzerine yerleştirilerek metanol eklenir. Uygulanan karışım boyalardan oluştuğu için kolon musluğu açılıp kolon başlatıldığında boyaların tek tek bandlar halinde musluktan indiği gözlenecektir. Bu bandların her biri ayrı ayrı tüplerde fraksiyon olarak toplanacaktır(Şekil 1).



Şekil 1 Kolon Kromatografisi İşlemi

Deney Adı: Çaydan kafein ekstraksiyonu

Teorik Bilgi: Ekstraksiyon, çözünenlerle yapılan bir ayırma işlemidir. Genellikle ya çözeltilerde çözünmüş halde bulunan maddelerin ya da katı karışımlardaki maddelerin ayrılması amacı ile kullanılır. Bazen bir maddenin içerdiği çözünebilir yabancı maddelerin uzaklaştırılması için de ekstraksiyon yöntemine başvurulabilir. Ancak bu son işlem genellikle yıkama şeklinde uygulanır.

Ekstraksiyon işleminin teorik dayanağı Nernst'in "Dağılım Kanunu"dur. Bu kanuna göre eğer bir madde bir sistemin birden fazla fazı içinde mevcut ise sistemin dengesi için bu maddenin çeşitli fazlardaki konsantrasyonları arasında belirli bir sıcaklıkta belirli bir oran bulunmalıdır. Buna göre birbirleri ile hiç karışmayan ya da az oranda karışan iki sıvının oluşturduğu bir sisteme her iki sıvı içinde de çözünebilir bir

madde eklendiğinde bu maddenin iki sıvıdaki konsantrasyonlarının birbirine oranı belirli bir sıcaklıkta sabit olacaktır. A ve B ile gösterilen iki sıvı fazdaki konsantrasyonlar C_A ve C_B ise “Dağılma Kanunu”nun matematiksel ifadesi

$K=C_A/C_B$ şeklinde yazılabilir ki bu K sabitine “Dağılma Katsayısı” adı verilir.

Organik maddeler genellikle organik çözügenlerde suya göre daha fazla çözünürler. Bu nedenle organik maddeleri sulu çözeltilerden organik çözügenler yardımı ile ekstrakte etmek olasıdır. Eğer sulu faza NaCl, Na_2SO_4 , v.s gibi elektrolitler eklenirse organik maddelerin sudaki çözünürlükleri azalır. Buna göre sulu çözeltiyi bir tuzla doyurma işlemi organik maddelerin ekstraksiyonunu kolaylaştırır. Ekstraksiyon işleminde önemli bir problem belirli bir miktar çözgeni bir defada mı yoksa birkaç kısım halinde mi kullanmanın daha iyi bir sonuç vereceğinin saptanmasıdır. Deney sonuçları göstermektedir ki toplam çözgen miktarı aynı kalmak üzere bir ekstraksiyon işlemi ne kadar küçük kısımlar halinde tekrarlanarak yapılırsa o kadar verimli bir ayırma sağlamaktadır. Özellikle K değeri büyükse yani ekstrakte edilecek maddenin çözünmüş halde bulunduğu çözgendeki çözünürlüğü oldukça fazla ise çok sayıda ekstraksiyon yapılması önerilir. Aynı öneri bir madde yanında bulunabilen yabancı maddelerin ekstraksiyon ile uzaklaştırılması (yıkama) için de geçerlidir. Nitekim böyle bir yıkama işlemi ne kadar çok kısımlar halindeki çözgen miktarı ile ard arda tekrarlanırsa bir defada yapılan yıkamaya göre o kadar iyi sonuçlar alınır.

Ekstraksiyon İşlemi: Ekstraksiyonun pratik organik kimyada en genel uygulaması bir çözelti ya da süspansiyon içinde bulunan organik maddeyi, maddeyi çözen fakat çözeltideki ya da süspansiyondaki çözgen ile karışmayan bir başka organik çözgen yardımı ile ayırmaktır. Ekstraksiyon genellikle sulu çözeltilerden ya da süspansiyonlardan yapılır ki bu durumda ekstraksiyon işlemi sulu ortamdan organik maddelerin ayrılması şeklinde düşünülebilir. Ekstraksiyon amacı ile kullanılan çözügenler arasında etil eter, benzen, kloroform ve karbon tetraklorür bulunur. Ekstraksiyon çözgeni seçilirken de çözgenin şu özelliklerine dikkat edilir:

1- Ekstrakte edilecek maddeyi çözme gücü

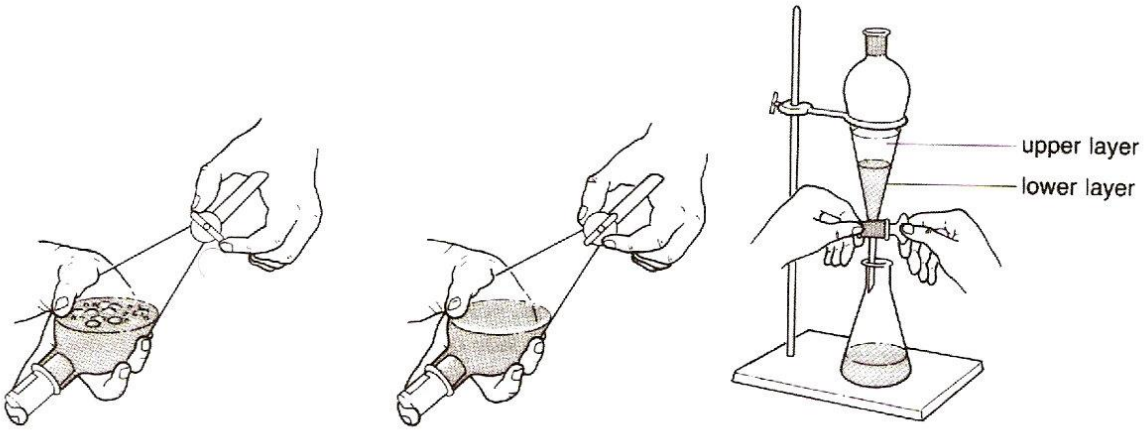
2-Ortamdan ayrılabilme kolaylığı

3- Çözdüğü maddeden uzaklaştırılabilme kolaylığı

4-Ucuzluğu

Ekstraksiyon genellikle yuvarlak, ya da oval ayırma hunileri kullanılarak yapılır. Bu işlem için musluğu yan taraflarından akıtmayan ve ekstrakte edilecek ana çözeltinin iki katı bir hacme sahip bir ayırma hunisi seçilir. Çözelti ayırma hunisine yerleştirildikten sonra üzerine ana çözeltinin 1/3’ü kadar hacimde

ekstraksiyon çözgeni konur. Bundan sonra ayırma hunisi yatay durumda ve iki elle tutularak yavaş yavaş çalkalanır (Şekil 1). Sonra ters çevrilerek musluk yavaşça açılır ve aşırı basınç düşürülür (Şekil 1). Musluk kapatılarak ayırma hunisi tekrar çalkalanır ve yine musluk açılarak iç basınç düşürülür (Şekil 1). Ayırma hunisinin iç atmosferi çözgen buharı ile doyduktan sonra daha fazla çalkalamak basıncı pek etkilemez ve bu aşamada ayırma hunisi şiddetle çalkalanarak maksimum miktarda organik maddenin çözgen fazına geçmesi sağlanır (Şekil 1). Musluk bir kez daha açılıp kapatıldıktan sonra bir spora takılmış halkaya düşey durumda yerleştirilir ve fazların ayrılması beklenir (Şekil 1).



Şekil 1 Ekstraksiyon İşlemi

Fazlar kesin olarak ayrıldıktan sonra sulu kısım-eğer ekstraksiyon çözgeninin yoğunluğu sudan düşük ise yani bu çözgen üst fazı oluşturuyorsa- alttaki musluktan akıtılarak olanak ölçüsünde tümüyle alınır. Organik faz ise ayırma hunisinin üst kısmından aktararak alınır ki böylece bu fazın ayırma hunisinin musluk altında kalan kısmındaki sulu faz damlacıkları ile karışması önlenmiş olur. Sulu faz tekrar ayırma hunisine alınarak işlem tekrarlanır. En sonunda organik fazlar toplanır. Uygun bir kurutucu ile kurutulur ve çözgen genellikle destilasyon ile uzaklaştırılır. Geriye kalan kısım maddenin özelliğine bağlı olarak uygun bir yöntemle – destilasyon, kristallendirme vb.-saflaştırılır.

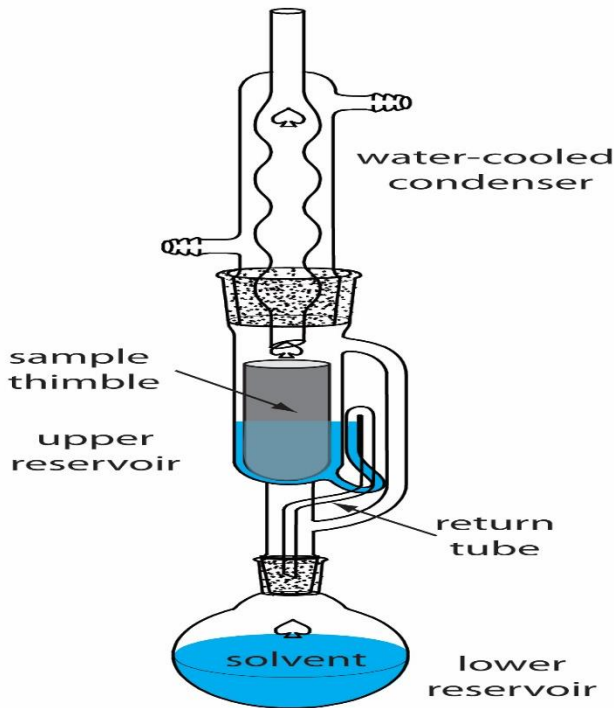
Sulu ortamdan organik çözgenlerle yapılan ekstraksiyonda emülsiyon oluşumu sık sık karşılaşılan bir durumdur. İyi bir ayırmaya engel olan böyle bir oluşuma bazik sulu çözeltiler kullanıldığında daha çok rastlanır. Eğer katılmasında bir sakıca yoksa birkaç damla H₂SO₄ ilavesi ile emülsiyon bozulabilir. Emülsiyonu bozmak için başvurulabilen diğer yollar şunlardır:

- 1- Emülsiyonun bulunduğu kabı su trompuna bağlayarak emülsiyon yüzeyinden hava akımı geçirilmesi sağlanabilir.

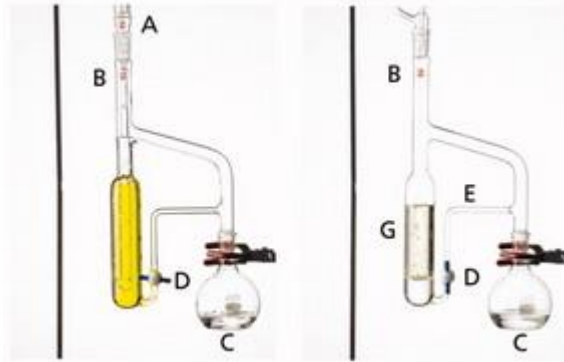
- 2- Ekstraksiyon sırasında sulu faz NaCl ile doyurulur.
- 3- Emülsiyona birkaç damla etanol ya da bir başka çözügen katılabilir.

Emülsiyonun oluşumu halinde iyi bir ayırma genellikle karışımın uzun süre kendi haline bırakılması ile sağlanabilir.

Sürekli Ekstraksiyon: Ekstrakte edilmesi istenen organik madde suda organik çözügenlerden çok fazla çözünüyorsa ya da bir katı fazda bulunup da organik çözügenlerde az çözünüyorsa sürekli ekstraksiyon tekniği kullanılır. Çünkü böyle durumlarda normal yöntemin kullanılması çok fazla miktarlarda organik çözügen kullanılmasını gerektirir. Oysa ki özel düzenekler ya da aygıtlar kullanılarak az miktardaki bir çözügen ile sürekli ekstraksiyon gerçekleştirilebilir. Ekstraksiyon bir sıvı fazdan ve genellikle sulu fazdan yapılacaksa kullanılacak çözügenin sudan ağır ya da hafif oluşuna bağlı olarak farklı düzenekler kullanılır.



Soxhlet cihazı



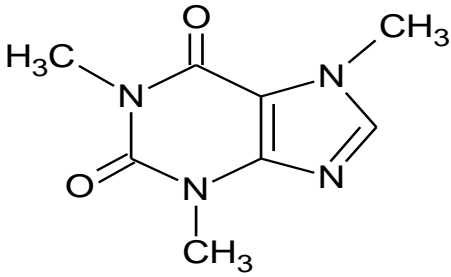
Sürekli ekstraksiyon düzenekleri

Organik maddeyi içeren çözücü sudan farklı bir çözügen de olabilir. Ekstraksiyon işlemi için en önemli nokta iki çözügenin –ana çözelti çözügeni ve ekstraksiyon çözügeni- birbirinde çözünmemesidir. Şekil 2’deki düzeneklerde balonda kaynayan ekstraksiyon çözügeni soğutucuda yoğunlaşarak ana çözelti içinden damlalar halinde geçerek tekrar balona döner ki bu sırada ana çözeltideki organik madde kısmen ekstrakte edilir. Sürekli olarak devam eden bu ekstraksiyon işleminde balonda kaynamakta olan çözügendeki organik madde miktarı giderek artar.

Katı maddelerden sürekli ekstraksiyon ise “Soxhlet” adı verilen cihazlar ile yapılır (Şekil 3). Bu cihazın içine önce bir süzgeç kağıdına sarılarak kapatılmış katı madde (kartuş) yerleştirilir. Cihazın bu kısmı daha

sonra gerekli çözüneni içeren bir balona ve bir geri soğutucuya takılır. Balondaki çözünen yavaş yavaş kaynatılır. Çözünen buharları cihazın yan kolundan geçerek geri soğutucuda yoğunlaşır ve katı madde içeren kartuş üzerine dökülür. Cihazdaki çözünen düzeyi sifon borusunun üst kısmına gelince sifon yaparak balona dökülür. Bu sıradan katı maddeden çözünen kısımda balona taşınmış olur. İşlem sürekli olarak tekrarlanarak ekstraksiyon istenen ölçüde gerçekleştirilir.

Formülü şekil 4’te verilen kafeinin sudaki çözünürlüğü sıcaklıkla büyük ölçüde değişim gösteren bir bileşiktir (20⁰’de 2,2 g/100 ml ve 80⁰’de 18g/100 ml). Bu nedenle çay yapraklarında bulunan kafein sıcak su ile ekstrakte edilebilir. Ancak bu ekstraksiyon sırasında tannik asit gibi çayın içerdiği bazı diğer maddeler de suya geçer. Tannik asit ekstraksiyon ortamına CaCO₃ eklenerek kalsiyum tuzu halinde tutulur ve kafein sulu çözümliden kloroform ile oda sıcaklığında ekstrakte edilerek ayrılabilir.



Şekil 4 Kafeinin kimyasal formülü

Deneyin Yapılışı: 500 ml’lik bir balona 300 ml su ve 15 g toz CaCO₃ konur ve 30 g çay da kartuşa konarak Soxhlet cihazına yerleştirilir. 20 dakika Soxhlet ekstraksiyonu yapıldıktan sonra elde edilen çözelti 15-20⁰’ye kadar soğutulur ve bir ayırma hunisine alınır. 25 ml’lik kısımlar halinde kloroform ile üç kez ekstrakte edilir. Kloroform fazları birleştirilerek deriştirilir. Elde edilen ürün 10 ml kadar n-hegzanda su banyosunda ısıtılarak çözülür ve kristallenmeye bırakılır. Oluşan kristaller kurutulur tartılır ve kuru çay miktarına göre verim hesaplanır.

Deney Adı: Kandan kolesterol ekstraksiyonu

Malzemeler: Stok demir klorür ayıracı (8.4 mg/ml): 840 mg FeCl₃.6H₂O’den bir miktar asetik asitte çözülür ve 100 ml’ye asit ile tamamlanır.

Çöktürücü demir klorür ayıracı: Stok demir klorür ayıracınının 1 hacmi 9 hacim asetik asitle seyreltilir. Bu ayraçta zamanla çökelek meydana gelirse kullanılmamalıdır.

Derişik H₂SO₄

Kloroform

Deneyin Yapılışı: Bir biyokimya tüpüne kan alınarak 3000 devirde 10 dak santrifüjlenir. Elde edilen 2 ml kan serumuna 80 ml çöktürücü demir klorür ayıracı konarak 1500 rpm’de 5 dakika santrifüjlenir. Tüpün üstteki berrak sıvısı alınarak dönerli buharlaştırıcıda uçurulur. Elde edilen katı material suda çözümlenerek

ayırma hunisine alınır ve 3 kez 50 ml kloroform ile ekstrakte edilir. Burada kloroform fazına geçen madde kolesteroldür. Kolesterol varlığının kanıtlanması için kloroform fazına salkowsky deneyi uygulanır. Yani kloroform fazından bir tüpe alınarak eğik tutulup derişik H₂SO₄ sızdırılır. Tabakaların deęim noktasında kırmızı renk oluşup oluşmadığına bakılır.

KAYNAKLAR

Biyokimya Pratik Ders Notları Ege Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Biyokimya A.B.D, Ege Üniversitesi Basımevi, Bornova-İzmir, 2003.

Doç. Dr. Aykut İKİZLER, Doç. Dr. Aysun İKİZLER, Doç. Dr. Hüseyin ANIL, Dr. Mustafa TOPRAK, Organik Kimya Laboratuvar Kitabı, Ege Üniversitesi Kimya Fakültesi, E.Ü Kimya Fakültesi Ders Notları Çoęaltma Yayın No:2 Bornova-İZMİR, 1981.

Doç. Dr. Aykut İKİZLER, Doç. Dr. Aysun İKİZLER, Doç. Dr. Hüseyin ANIL, Dr. Mustafa TOPRAK, Organik Kimya Laboratuvar Kitabı, Ege Üniversitesi Kimya Fakültesi, E.Ü Kimya Fakültesi Ders Notları Çoęaltma Yayın No:2 Bornova-İZMİR, 1981.

Doç. Dr. Yılmaz DÜNDAR, Yrd. Doç. Dr. Recep ASLAN, Biyokimya-Fizyoloji Laboratuvarı, Afyon Kocatepe Üniversitesi Yayınları Yayın No:13, Afyon, 1998.

N.KARACAN , Enstrümental Ders Notları , Gazi Üniversitesi

İrez G., Muęla üniversitesi, Kimya Bölümü, “Temel Kimya Laboratuvarı Deney Föyü” Muęla, 2001 Anadolu Üniversitesi, Genel Kimya Laboratuvarı Deney Kitabı

TOBB Ekonomi ve Teknoloji Üniversitesi, Genel Kimya Laboratuvarı Deney Kitabı

Gazi Üniversitesi, Genel Kimya Laboratuvarı Deney Kitabı

M Yılmaz M., Karataş İ., Genel Kimya Laboratuvarı, Mimoza yayınları, Konya, 1998

Chang Raymond, Genel Kimya Temel Kavramlar, Palme Yayıncılık, Ankara, 2006.

Atkins P.W. “Fizikokimya” Oksford Üniversitesi yayınları 6. Baskı, Tokyo, 1998.

Fen Bilgisi Öğretmenliği, Laboratuar Uygulamaları ve Fen Öğretiminde Güvenlik, Prof. Dr. Lale Zor, Prof. Dr. Muhsin Zor. ISBN 975- 492-833-9.

Genel Kimya İlkeler ve Modern Uygulamalar, Ralph H. Petrucci, William S. Harwood, F. Geoffrey Herring, Çeviri Editörleri: Tahsin Uyar, Serpil Aksoy. Palme Yayıncılık, Ankara, 2005.

Genel Kimya Laboratuvarı Deneyleri, Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Derleyenler Dr. Sefa Kocabaş, Uzman Zekeriya Doęan, Haziran 2008.

Fessenden R.J., Fessenden J.S.,Organik Kimya, Ankara, Güneş Kitabevi, 1992.

Ege Üniversitesi Analitik Kimya I Nitel Analiz Laboratuar Notları,2006.

Doç. Dr. Aykut İKİZLER, Doç. Dr. Aysun İKİZLER, Doç. Dr. Hüseyin ANIL, Dr. Mustafa TOPRAK,
Organik Kimya Laboratuvar Kitabı, Ege Üniversitesi Kimya Fakültesi, E.Ü Kimya Fakültesi Ders Notları
Çoğaltma Yayın No:2 Bornova-İZMİR, 1981.