

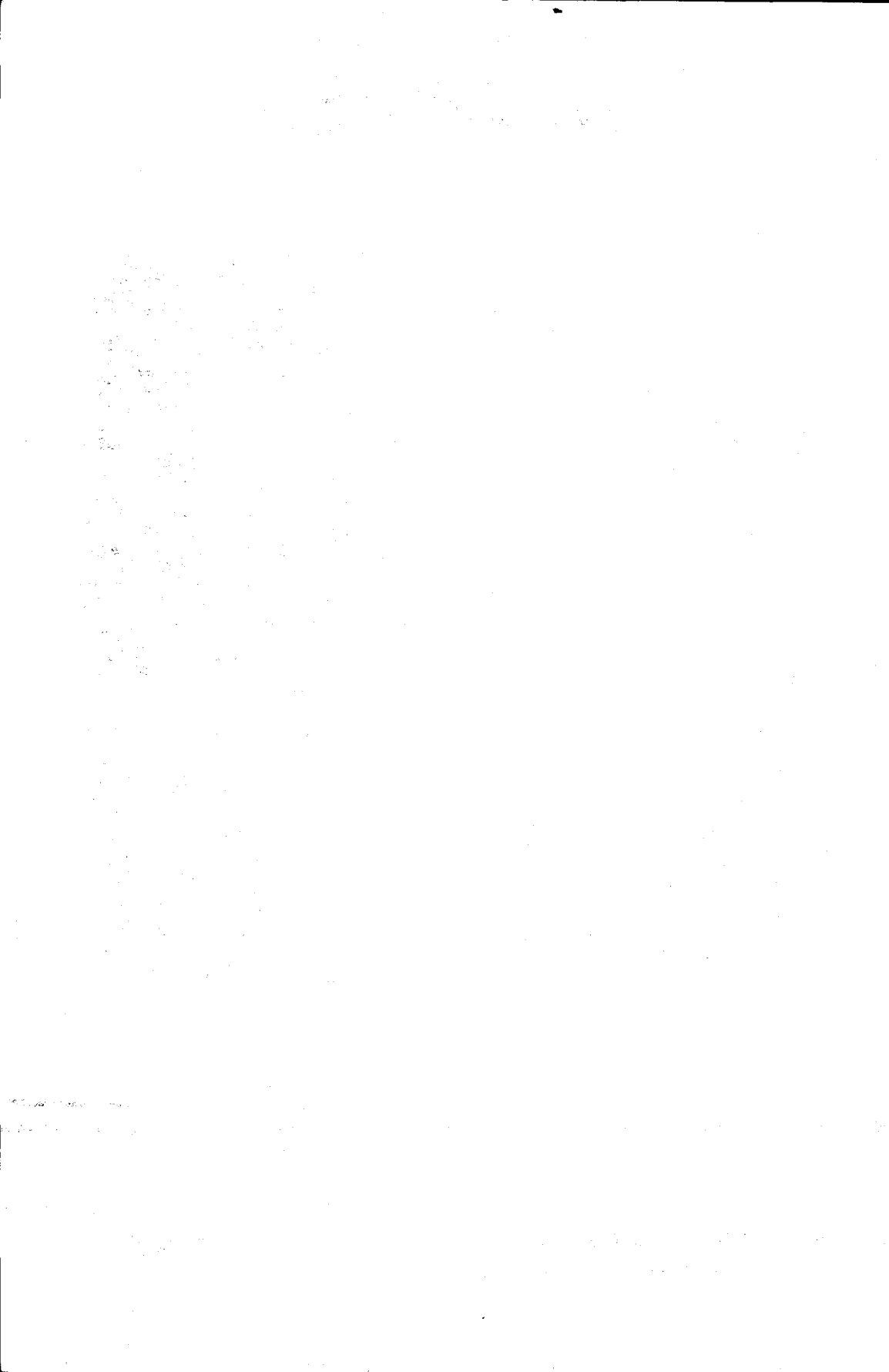


MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYIN No : 501
ECZACILIK FAKÜLTESİ YAYIN No : 7

GENEL KİMYA

LABORATUVAR DENEMELERİ

Prof.Dr. Emre DÖLEN – Dr. Güler YALÇIN – Doç.Dr. Mürşit PEKİN
Marmara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Analitik Kimya Anabilim Dalı





MARMARA ÜNİVERSİTESİ YAYIN No : 501

ECZACILIK FAKÜLTESİ YAYIN No : 7

GENEL KİMYA

LABORATUVAR DENEMELERİ

Prof.Dr. Emre DÖLEN – Dr. Güler YALÇIN – Doç.Dr. Mürşit PEKİN
Marmara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Analitik Kimya Anabilim Dalı

İSTANBUL – 1991

ISBN - 975 - 400 - 045 - X

MARMARA ÜNİVERSİTESİ
TEKNİK EĞİTİM FAKÜLTESİ
DÖNER SERMAYE İŞLETMESİ
MATBAA BİRİMİNDE BASILMIŞTIR.

ÖNSÖZ

Bu kitap Marmara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi'nde Genel Kimya dersine bağlı ve bir yarıyıl süreyle haftada iki saat olarak yaptırılan laboratuvar çalışmalarına yardımcı olmak üzere hazırlanmıştır. Bu laboratuvar, öğrencileri laboratuvar çalışmasına alıştırmayı ve kimyanın bazı temel kavramlarını deneysel olarak vermeyi amaçlamaktadır.

Kitabın temelini oluşturan notlar bundan önce dört kez ve her kere-sinde geliştirilerek teksir edilmişti. Bu kez kitap haline getirilirken yeniden gözden geçirilip genişletilmiştir. Uygulamada seçim olanığı sağlamak amacıyla her konuda fazla sayıda deneme verilmeye çalışılmış ve aynı amaçla preparatlar bölümü de geniş tutulmuştur.

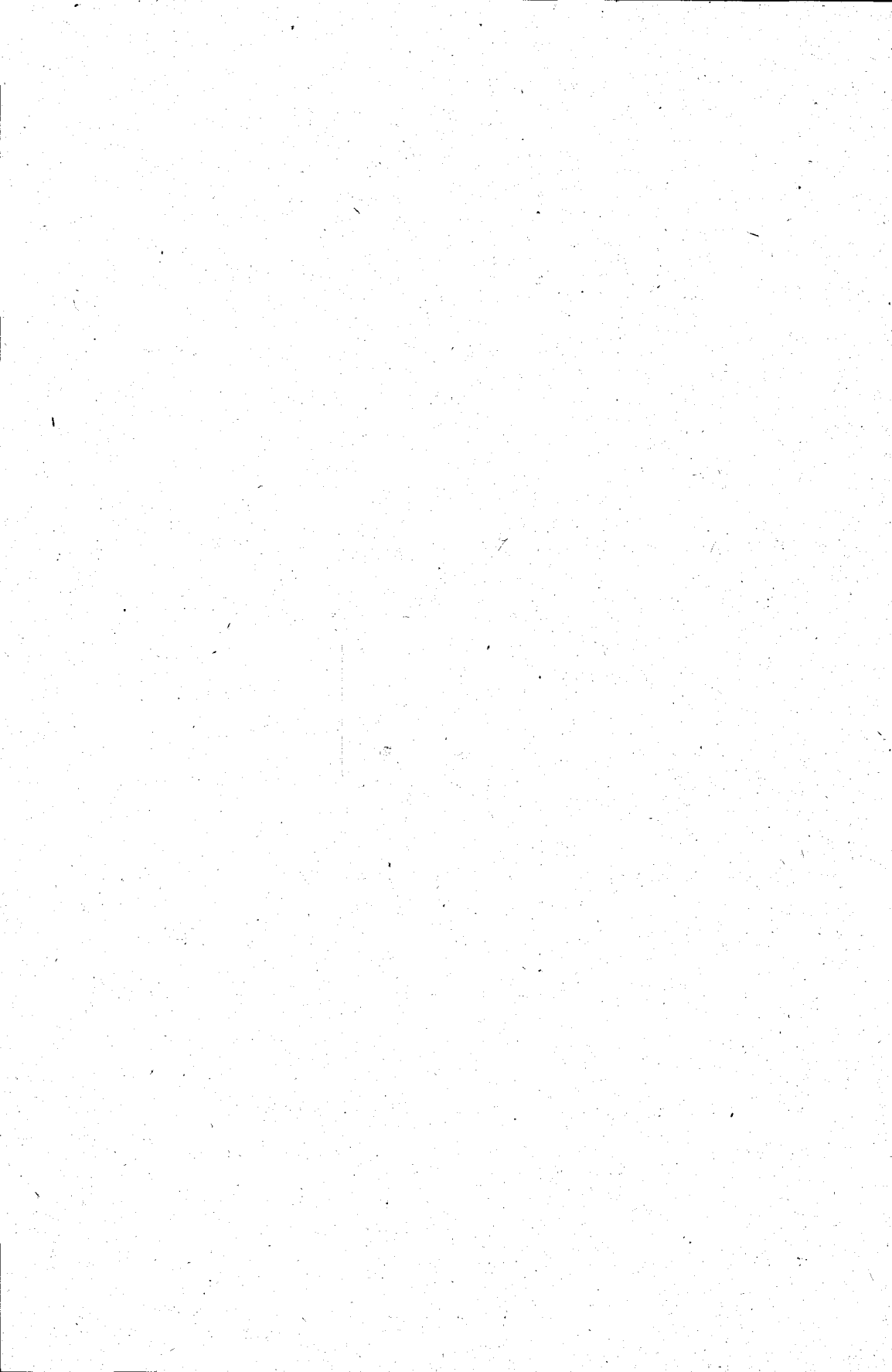
Kitapta kuramsal bilgiler genellikle verilmemiş ve bunun için "Kalitatif Analiz Uygulaması" adlı kitabımıza göndermeler yapılmıştır. Bu nedenle her iki kitabın birlikte kullanılması yararlı olacaktır.*

Kitabın basımında emeği geçenlere teşekkür eder öğrencilere yararlı olmasını dilerim.

Prof.Dr. Emre DÖLEN

Anolitik Kimya Anabilim Dalı Başkanı

* DÖLEN, E. ve PEKİN, M. : *Kalitatif Analiz Uygulaması (Yarımikro Yöntem)*. Marmara Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Yayınları, İstanbul, 1987.



İÇİNDEKİLER

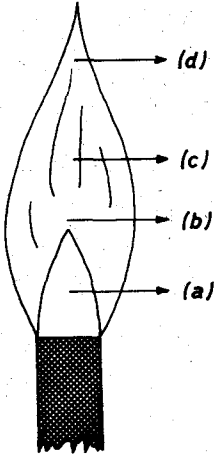
Önsöz	3
İçindekiler	5
Laboratuvar araçları ve kullanılması	7
Bunsen beki ve bek alevinin yapısı	7
Deneme tüpü ve kullanılması	7
Teraziler ve tartma	8
Kimyasal belirteç	15
Çözeltiler ve çözünürlük	16
Çözeltilerin konsantrasyonları	16
Maddelerin çözünürlüğü	16
Orantılı dağılım yasası ve ekstraksiyon	18
<i>Orantılı dağılım yasası</i>	18
<i>Ekstraksiyon</i>	19
Kimyasal denge ve kütlelerin etkimesi yasası	20
Kimyasal reaksiyonların hızları	21
<i>Homojen reaksiyonların hızları</i>	21
<i>Heterojen reaksiyonların hızları</i>	23
Çözünürlük çarpımı ve çökme	24
Çökeltilerin çözeltilerden ayrılması.....	28
<i>Aktarma (Dekantasyon)</i>	28
<i>Süzme ve çökeltinin yıkanması</i>	28
Kristallenme	29
Asitler ve bazlar	31
Asitler, bazlar ve indikatörler	31
Amfoterlik	33
Hidroлиз	35

Tampon çözeltiler	37
Kompleksleşme reaksiyonları	39
<i>Kompleks anyonlar</i>	39
<i>Kompleks katyonlar</i>	39
<i>Kompleks katyon ve kompleks anyon içeren bileşikler</i>	40
<i>Kompleks iyonların kararlılıkları.....</i>	40
Yükseltgenme - İndirgenme reaksiyonları	42
Preparatlar.....	57
Amonyum mangan fosfat ($\text{NH}_4\text{MnPO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	57
Sodyum perborat ($\text{NaBO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)	57
Kurşun kromat (PbCrO_4)	58
Demir(II) oksit (FeO)	58
Bakır(I) oksit (Cu_2O)	59
Bakır(II) oksit (CuO)	60
Krom(III) oksit (Cr_2O_3)	61
Bakır(II) hidroksit [$\text{Cu}(\text{OH})_2$]	61
Borik asit (H_3BO_3)	62
Schweizer belirteci ([$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4$] (OH) ₂)	62
Fehling çözeltisi	63
Tetraamminbakır(II) sülfat ([$\text{Cu}(\text{NH}_3)_4$] $\text{SO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$)	64
Heksaamminnikel(II) klorür ([$\text{Ni}(\text{NH}_3)_6$] Cl_2)	64
Potasyum trioksalatokromat(III) ($\text{K}_3[\text{Cr}(\text{C}_2\text{O}_4)_3] \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)	65
Potasyum trioksalatoferrat(III) ($\text{K}_3[\text{Fe}(\text{C}_2\text{O}_4)_3]$)	65
Demir(II) sülfat ($\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$)	66
Mohr tuzu [$(\text{NH}_4)_2\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$]	66
Potasyum krom şapı ($\text{KCr}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	67
Amonyum demir şapı ($\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$)	68
Sodyum tiyosülfat ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)	68
Kaynaklar	70

LABORATUVAR ARAÇLARI VE KULLANILMASI

BUNSEN BEKİ VE BEK ALEVINİN YAPISI

DENEME - 1 : (Bekin yakılması). Önce hava ayarı bütünüyle kapatılır ve gaz musluğu açılarak bek yakılır. Daha sonra hava ayarı yavaş yavaş açılarak iç koninin oluşması sağlanır. Daha küçük bir alev elde edilmek istenildiğinde, hava ayarı kapatılır. Gaz musluğu bir miktar kısılır ve hava ayarı yeniden açılır.



- (a) **İç koni :** Yaklaşık olarak % 60 oranında hava içerir. Bu bölgede yanma olayı olmadığından soğuktur.
- (b) **İndirgen bölge :** Alevin iç konisinin ucuna gelen bölümü hidrokarbonlar bakımından alevin en zengin ve aynı zamanda en soğuk bölümüdür. İndirgeme işlemleri alevin bu bölgesinde yapılır.
- (c) **Alev mantosu :** Gaz ve hava karışımının yandığı alandır ve alevin en sıcak bölgesidir.
- (d) **Yükseltgen bölge :** Alevin oksijen bakımından en zengin bölgesidir. Bu nedenle yükseltgeme işlemleri alevin bu bölgesinde yapılır.

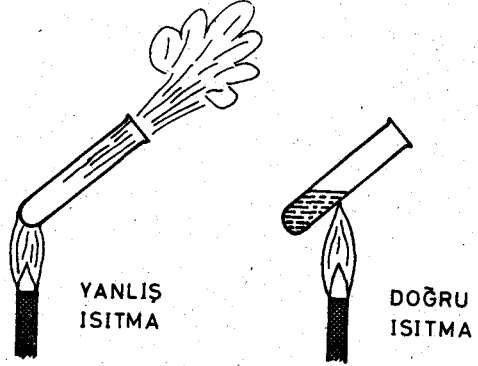
Şekil - 1 : Bek alevinin yapısı.

DENEME - 2 : Beki yakıp iç koniyi oluşturduktan sonra bir kibrit çöpünü yatay olarak bekin ağzına kısa bir süre tutarak birden çekiniz: İç koninin soğuk oluşu nedeniyle, çöpün ortasının yanmamış olduğu görülür.

DENEME TÜPÜ VE KULLANILMASI

Deneme tüpü camdan yapılmış, uzun, ince cidarlı silindirik bir kaptır. İçindeki sıvıların her yönden incelenebilmesi, çevrilip sallanmak koşuluyla doğrudan doğruya alevde ısıtılabilmesi ve büyük bir görüş yüzeyine sahip olması tüpün başlıca üstünlükleridir. Buna karşılık, içine

konulan maddeler çoğu kez yeterli oranda karışmazlar. Tüp içinde yapılan reaksiyonlarda iyi bir karışmanın sağlanması için belirtecin katılmasından sonra tüpün ağzı baş parmak ile kapatılarak çalkalanabilir. Bu işlem sırasında asitler gibi yakıcı sıvılara dikkat edilmelidir. Tüpler çıplak bek alevinde ısıtılabilir. Tüp içinde ısıtma yapıldığında, tüp hiç bir zaman dörtte birinden fazla doldurulmamalı ve ısıtma sırasında ağzı insanlara doğru tutulmamalıdır. Ayrıca, ısıtma sırasında tüpün dibi aleve tutulmalı, ısıtma işlemi tüp içindeki sıvının üst düzeyine yakın bir yerden ve sürekli çalkalayarak yapılmalıdır. Ayrıca ısıtma sırasında tüpler tahtadan yapılmış bir tüp maşası ile tutulur.



Şekil - 2 : Deneme tüpünde sıvıların ısıtılması.

TERAZİLER VE TARTMA

Bir cismin kapsadığı madde miktarına *kütle* adı verilir. Kütle maddenin temel özelliğidir. Newton'un üçüncü yasasına göre, bir cisme etki eden kuvvetin oluşturduğu ivmeye oranı olarak tanımlanır. Bu oran belirli bir cisim için sabittir. Kütle birimi *kilogram*'dır ve bunun binde birine de *gram* adı verilir.

$$1 \text{ kilogram (kg)} = 1000 \text{ gram (g)}$$

Dünyanın bir cisim üzerine uyguladığı çekim kuvvetine *ağırlık* adı verilir. Bir cismin ağırlığı (G), cismin kütlesi (m) ile yerçekimi ivmesinin (g) çarpımına eşittir.

$$G = m \cdot g$$

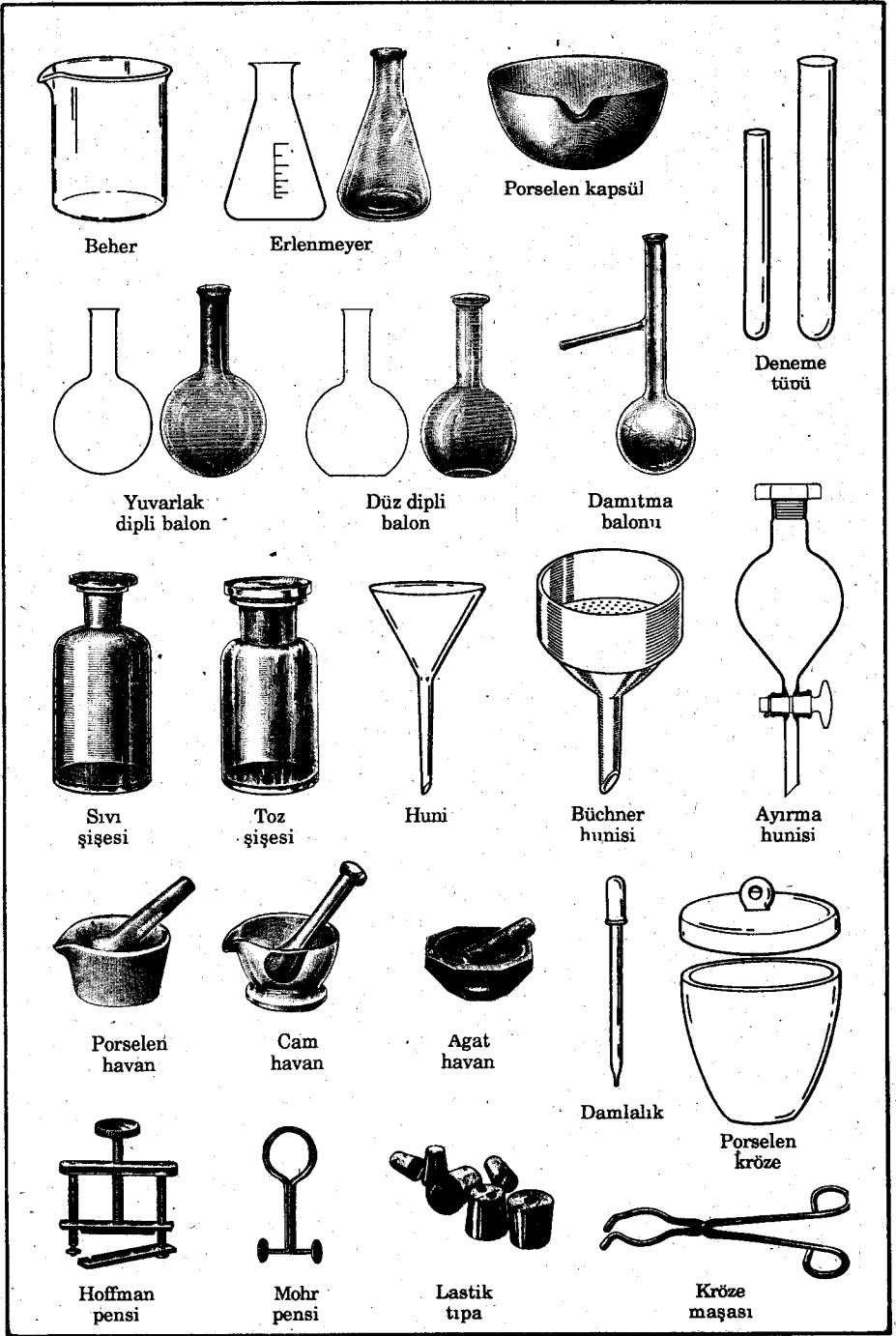
Yerçekimi ivmesinin değeri coğrafi enlem ve yeryüzünden olan yüksekliğe göre değiştiğinden ağırlık da buna bağlı olarak değişir.

Ağırlık kuvvet birimleri ile gösterilir. Yeryüzünde aynı yerde bulunan ve kütleleri eşit olan iki cismin ağırlıkları da eşittir. Çünkü bunların her ikisi de aynı yerçekimi kuvvetinin etkisi altındadır.

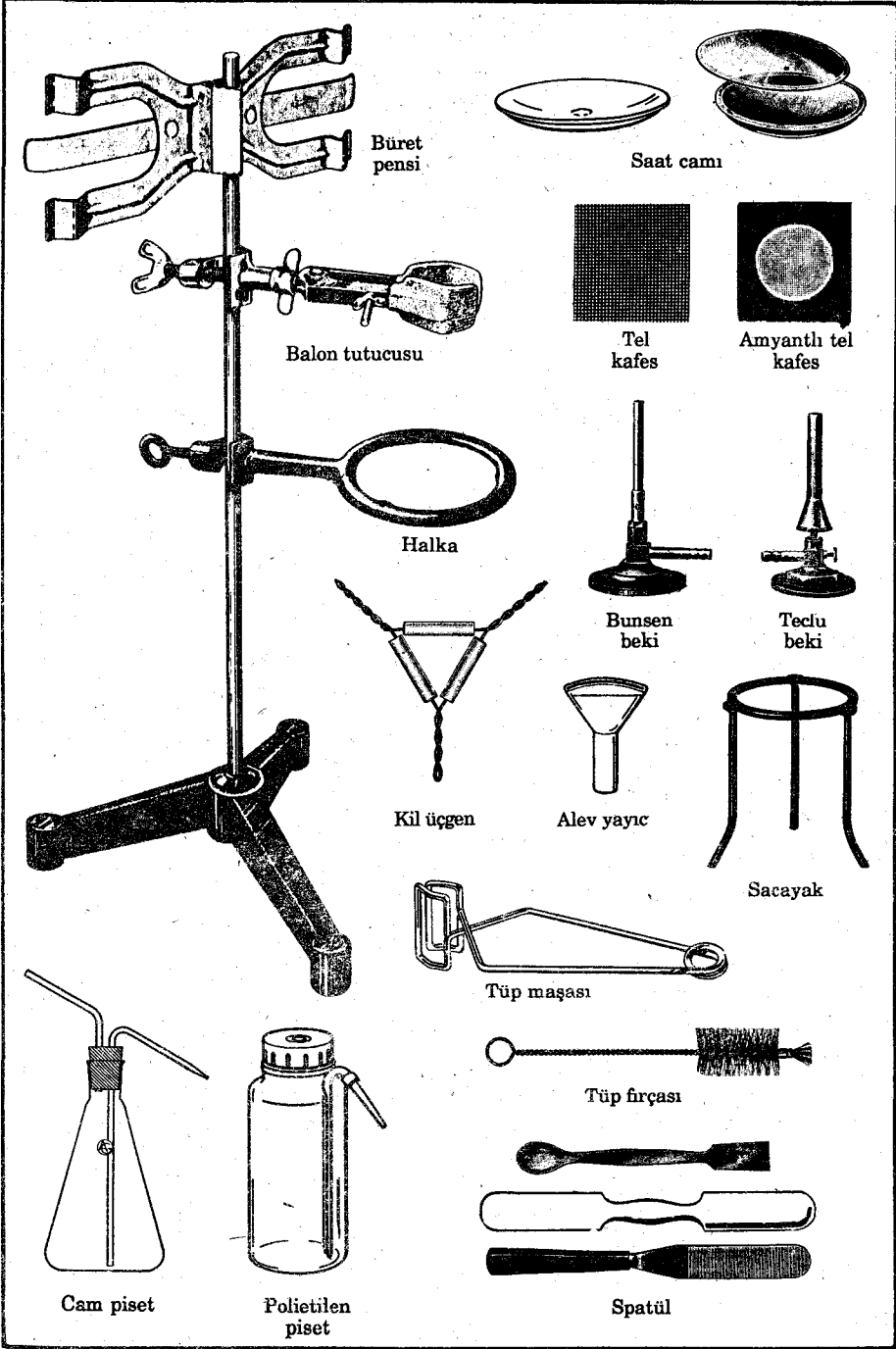
Cisimlerin kütleleri *terazi* kullanılarak karşılaştırma yoluyla ölçülür. Tartma işlemi sırasında iki cismin ağırlıkları karşılaştırılır ve terazi dengeye geldiğinde her iki kefeye uygulanan yerçekimi kuvvetleri yani bu kefeleredeki cisimlerin ağırlıkları eşit olur. Her iki kefeye etkiyen yerçekimi ivmesi (g) eşit olarak alınabileceğinden ağırlıkları eşit olan cisimlerin kütleleri de eşittir.

Laboratuvarda amaca göre duyarlılıkları farklı düzeylerde olan çeşitli teraziler kullanılır. Laboratuvarda kullanılan çift kefli 0,01 g (santigram) duyarlı terazilerin kullanımına ilişkin kurallar aşağıda belirtilmiştir.

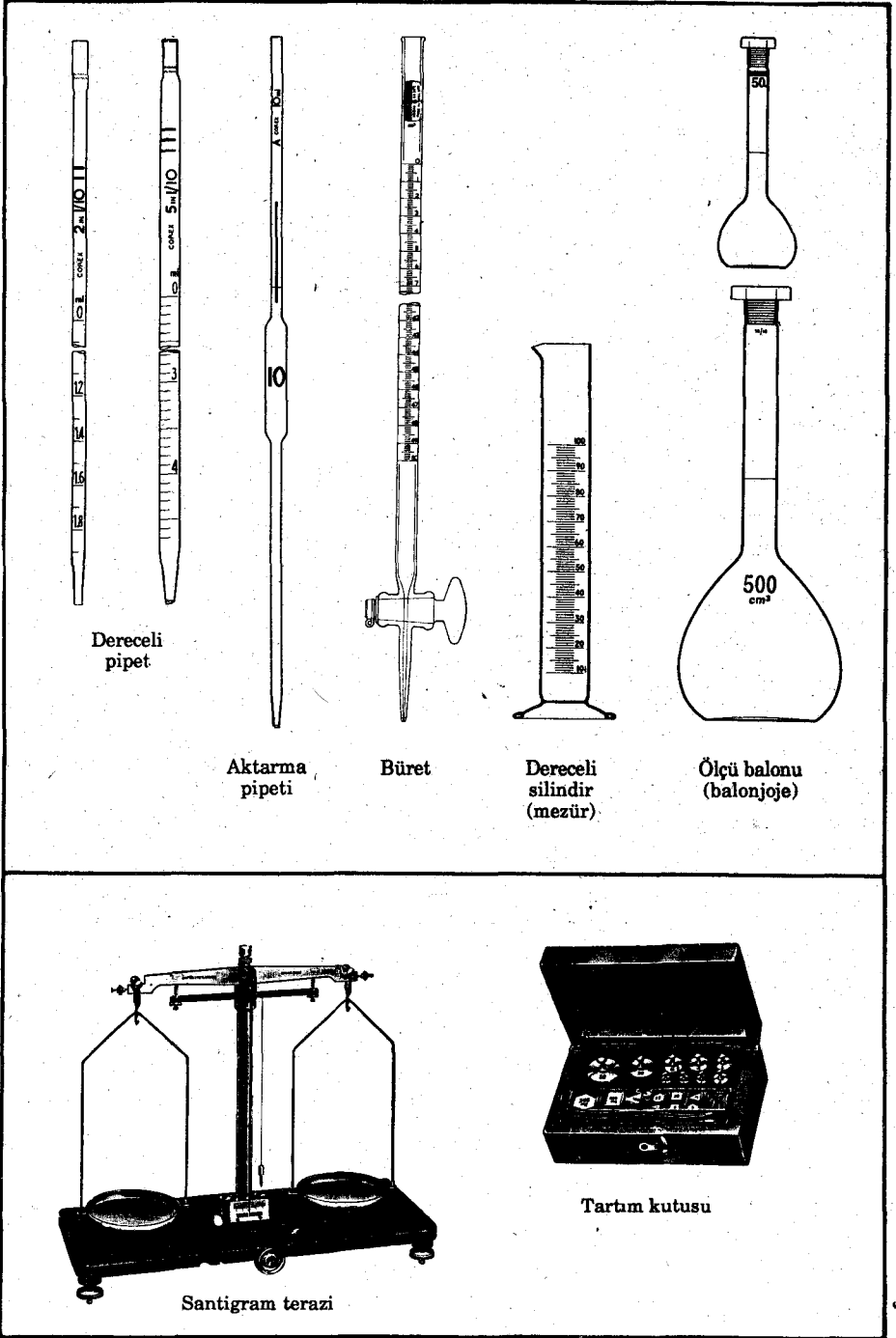
- 1) Terazinin bıçakları yerinde olmalıdır.
- 2) Tartılan madde hiçbir zaman doğrudan doğruya kefeye konulmaz. Bir kağıt veya saat camına konularak tartılır.
- 3) Terazi açıkken tartılacak madde ve standart ağırlıklar (gramlar) kefelere konulmaz.
- 4) Gram ve miligram ağırlıklar daima pens ile tutulur.
- 5) Tartma işleminden sonra standart ağırlıklar kutudaki yerlerine konulur.
- 6) Tartma işlemi sırasında tartılacak madde sol kefeye ve standart ağırlık da sağ kefeye konulur.
- 7) Teraziler daima temiz tutulmalı ve kefelere yerinden çıkartılmamalıdır.



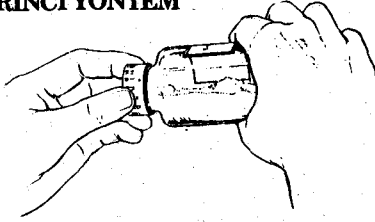
Şekil - 3 : Laboratuvar araçları.



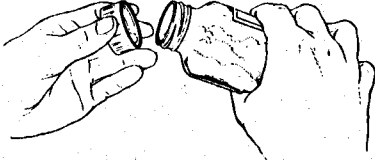
Şekil - 4 : Laboratuvar araçları .



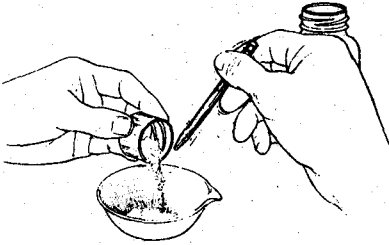
Şekil - 5 : Laboratuvar araçları.

KATI MADDELERİN AKTARILMASI**BİRİNCİ YÖNTEM**

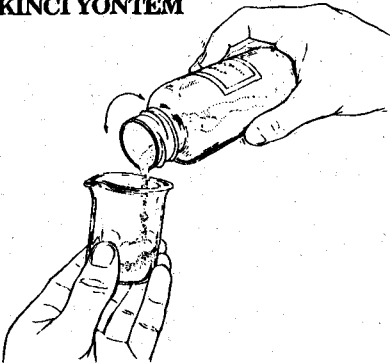
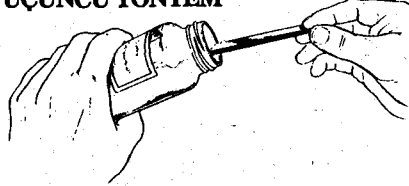
(1) İçindeki maddenin bir bölümü plastik kapağın içine girinceye kadar şişe çevrilir ve eğilir.



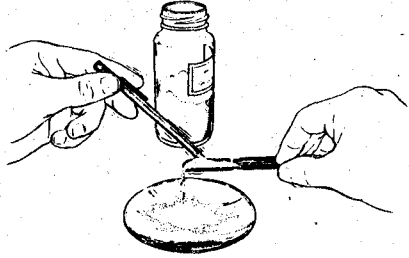
(2) Maddenin bir bölümü içinde kalacak biçimde kapak yavaşça alınır.



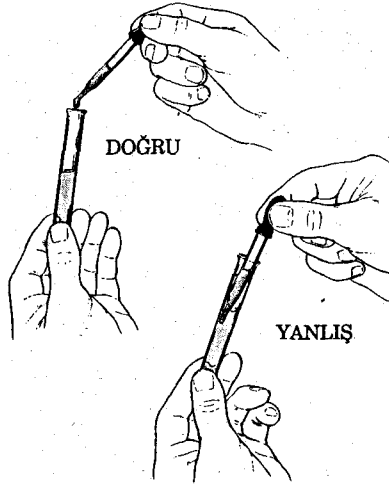
(3) İstenilen miktarda madde düşünceye kadar kapağa bir kalem veya bağet ile hafifçe vurulur.

İKİNCİ YÖNTEM**ÜÇÜNCÜ YÖNTEM**

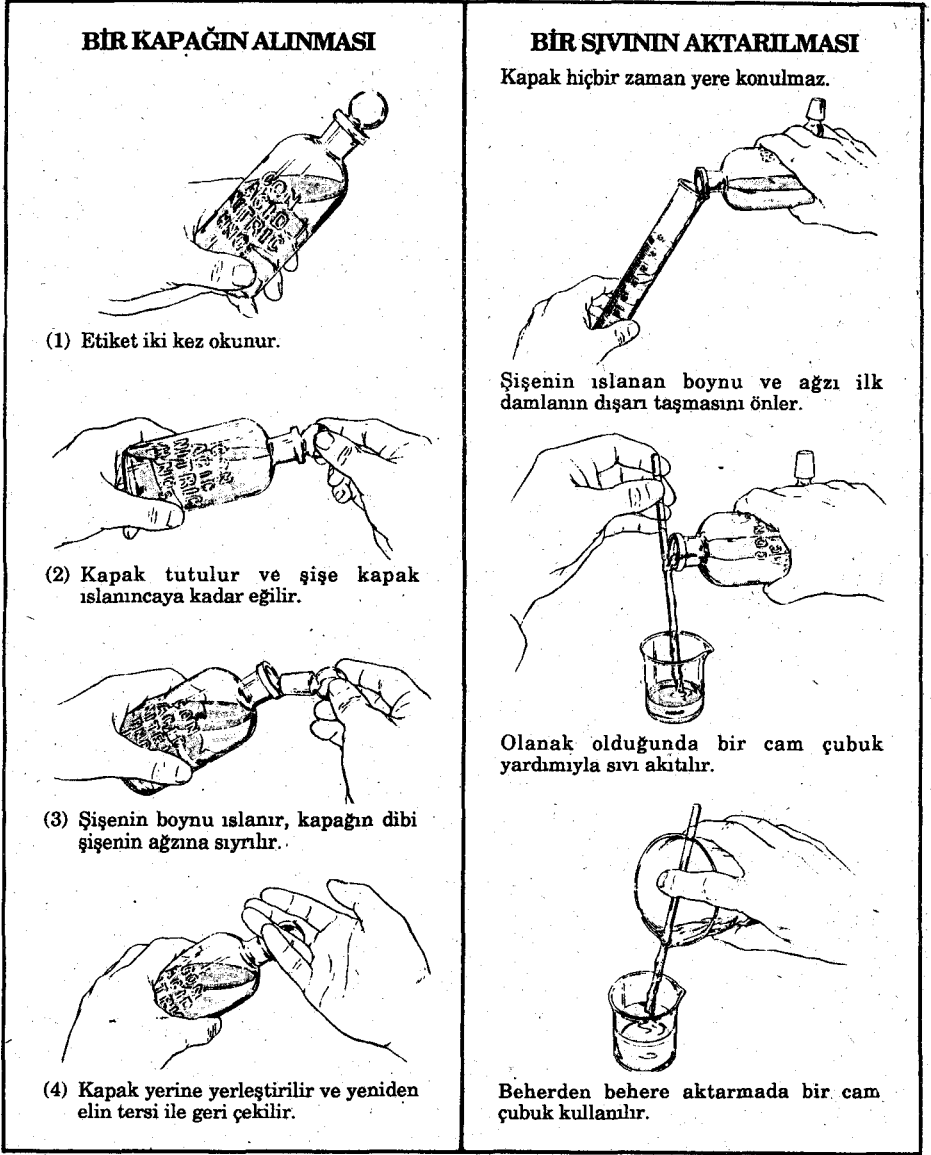
Bir spatül ile biraz madde alınır.



İstenilen miktarda madde düşünceye kadar spatüle bir kalem veya bağet ile hafifçe vurulur.

DAMLALIĞIN KULLANILMASI

Şekil - 6 : Katı maddelerin şişeden alınması ve damlalığın kullanılması.

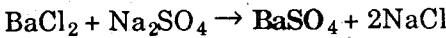


Şekil - 7 : Sıvıların şişeden alınması ve aktarılması .

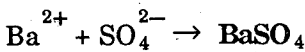
KİMYASAL BELİRTEÇ

Genellikle kimyasal maddeleri doğrudan doğruya tanıma ve sap-tama olanağı olmadığından, bunların bileşimi bizce bilinen bazı belirli maddelerin etkisiyle kendine özgü ve duyularımızla farkedebileceğimiz yeni özellikler almasından yararlanır. Bu amaçla kullanılan ve bileşimi bizce önceden bilinen etkili maddelere *kimyasal belirteç (reaktif)* veya kısaca *belirteç* ve ortaya çıkan kimyasal olaya da *kimyasal reaksiyon* adı verilir. Bir belirtecin bir maddenin tanınmasında kullanılabilmesi için oluşan kimyasal reaksiyon sonucunda renkli veya kokulu bir gaz çıkışı, renkli veya renksiz bir çökeltilin oluşması ve çözeltinin renginin değişmesi gibi duyu organlarımızla farkedebileceğimiz bir değişimin or-taya çıkması gereklidir.

DENEME - 3 : Çok seyreltik bir baryum klorür ($BaCl_2$) çözeltisi hazırlayarak iki deneme tüpüne bölünüz. Aynı biçimde bir sodyum sülfat (Na_2SO_4) çözeltisi hazırlayarak iki deneme tüpüne koyunuz. Önce, sodyum sülfat çözeltisi üzerine baryum klorür çözeltisini damla damla katınız: Beyaz bir çökelti oluşur. Bu kez aynı işlemin karıştını yapınız, yani baryum klorür çözeltisi üzerine damla damla sodyum sülfat çözeltisi katınız: Benzer biçimde beyaz bir çökelti oluşur. Her iki durum-da da oluşan beyaz çökelti baryum sülfat'tır ($BaSO_4$) ve oluşan kimyasal reaksiyonun denklemi de,



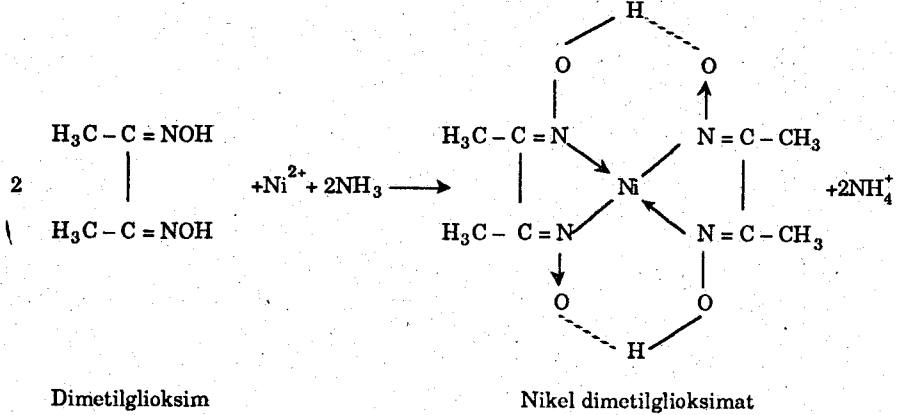
dir. Denklemi yalnız reaksiyona giren bileşenleri (iyonları) göz önüne alarak yazacak olursak,



olur. Buna göre, Ba^{2+} iyonu sülfat iyonunun ve sülfat iyonu da Ba^{2+} iyo-nunu belirtecidir. Kimyasal reaksiyon denklemlerinin yazımında yukar-da olduğu gibi yalnız birbirleriyle reaksiyona giren iyon veya maddeler göz önüne alınır ve formül birimlerine göre denklem yazımından kaçınılır.

DENEME - 4 : (Organik belirteçler). Seyreltik bir nikel(II) tuzu çözeltisinden 2 - 3 mL alınız ve 5 - 10 damla amonyak çözeltisi koyar-ak hafif bazik yapınız. Daha sonra dimetilglioksim'in etanoldeki % 1

lik çözeltilerinden birkaç damla katınız: Pembe - kırmızı renkli ve hacımlı nikel dimetilgliksimat çökeltisi oluşur.



ÇÖZELTİLER VE ÇÖZÜNÜRLÜK

ÇÖZELTİLERİN KONSANTRASYONLARI

Kalitatif Analiz Uygulaması; Sayfa : 18 – 28.

DENEME - 5 : KCl, NH₄Cl, KNO₃ veya Na₂CO₃ gibi maddelerden birinin yüzde temeline göre çözeltilerini hazırlayınız.

DENEME - 6 : CuSO₄, KOH, BaCl₂ veya KAl(SO₄)₂ gibi maddelerden birinin molarite temeline göre çözeltilerini hazırlayınız.

DENEME - 7 : Na₂S₂O₃, K₂Cr₂O₇, KMnO₄, H₂SO₄ veya Fe₂(SO₄)₃ gibi maddelerden birinin normalite temeline göre çözeltilerini hazırlayınız.

MADDELERİN ÇÖZÜNÜRLÜĞÜ

Kalitatif Analiz Uygulaması; Sayfa : 58 – 69

DENEME - 8 : Bir tüpe biraz naftalin koyunuz ve üzerine su ekleyerek çalkalayınız: Naftalinin suda çözünmediği görülür.

Bir başka tüpe biraz naftalin koyup üzerine kloroform (CHCl₃) veya karbon tetraklorür (CCl₄) ekleyerek çalkalayınız: Naftalinin bu organik çözücülerde kolaylıkla çözüldüğü görülür.

Açıklama : Genel olarak, maddeler kendilerine benzer yapıdaki çözücülerde çözünürler. Kovalent bağ yapısında ve polar olmayan naftalin polar bir çözücü olan suda çözünmez. Buna karşılık polarlığı suya oranla çok daha az olan organik çözücülerde kolaylıkla çözünür.

DENEME - 9 : Bir tüpe biraz anilinyum hidroklorür ($C_6H_5NH_3^+Cl^-$) koyunuz ve üzerine biraz su ekleyerek çalkalayınız: Anilinyum hidroklorürün kolaylıkla çözüldüğü görülür.

Bir başka tüpe biraz anilinyum hidroklorür koyunuz ve üzerine biraz petrol eteri ekleyerek çalkalayınız: Anilinyum hidroklorürün çözünmediği görülür.

Açıklama : Anilinin kendisinin organik çözücülerde çözünmesine karşılık, anilinyum hidroklorür polar nitelikte bir tuz olduğundan genellikle organik çözücülerde çözünmez.

DENEME - 10 : (Çözünme sırasında hacim değişimi).

(a) *Sodyum klorürün suda çözünmesi* : 21 g sodyum klorür tartınız ve bunun hacmini yoğunluğu ($d = 2,17 \text{ g/mL}$) yardımıyla hesaplayınız. 100 mL lik bir ölçü silindire (mezür) 90 mL su, bir cam çubuk ve bir termometre koyunuz. Suyun düzeyini ve sıcaklığını saptayınız. Sodyum klorürü kuru bir huni yardımıyla silindirin çeperlerine deđdirmeden suya katarak çözününceye kadar cam çubukla karıştırınız. Çözeltilinin oda sıcaklığına gelmesini bekleyiniz ve düzeyini saptayınız. Suyun ve elde ettiğiniz çözeltilinin hacimlerini karşılaştırınız.

(b) *Amonyum klorürün suda çözünmesi* : 21 g amonyum klorür tartınız, hacmini hesaplayınız ($d = 1,53 \text{ g/mL}$) ve 150 mL suda çözünüz. İşlemi (a) daki gibi yaparak çözeltilinin hacmini saptayınız.

(c) *Şekerin suda çözünmesi* : 50 g şeker tartınız, hacmini hesaplayınız ($d = 1,59 \text{ g/mL}$) ve 250 mL suda çözünüz. İşlemi (a) daki gibi yaparak çözeltilinin hacmini saptayınız.

(d) *Etanolün suda çözünmesi* : 10 mL lik bir ölçü silindire 4 mL su ve ince bir cam çubuk koyarak silindirdeki sıvı düzeyini saptayınız. Silindire 4 mL daha su koyarak düzeyi yeniden saptayınız ve suyu boşaltınız. Silindire 4 mL su ile 4 mL etanol koyup iyice karıştırınız ve çözeltilinin düzeyini saptayınız.

Denemelerde elde ettiğiniz sonuçları aşağıdaki gibi bir çizelgede toplayınız ve tartışınız.

Çözünmede hacim değişimleri

Deney No.	İncelenen madde	Hacim (mL)		Maddenin			Cam çubukla birlikte çözeltinin toplam hacmi (mL)		Alınan maddelerin hacimleri toplamından sapma	
		Su	Su ve cam çubuk	Kütlesi (g)	Yoğunluğu (g/mL)	Hacmi (mL)	Hesaplanan	Bulunan	± mL	± %

ORANTILI DAĞILIM YASASI VE EKSTRAKSİYON

Orantılı dağılım yasası : Birbirleri ile karışmayan iki sıvıdan oluşan bir sisteme bu sıvıların her ikisinde de çözünen üçüncü bir madde katılırsa, bu madde birbiri ile karışmayan sıvıların her ikisinde de çözünür. Çözünen maddenin bu sıvılardaki çözünürlüğüne ve çözünen miktarına bağlı olmaksızın iki sıvı faz arasında dinamik bir denge kurulur. Birbirleriyle karışmayan iki sıvıdan oluşan bir sistemde üçüncü bir maddenin çözünmesine bu maddenin iki faz arasında dağılması adı verilir. Sıvı fazlar arasında maddenin çözünmesine ilişkin dinamik denge kurulduğunda, çözünen maddenin birinci sıvı fazdaki konsantrasyonu C_1 ve ikinci sıvı fazdaki konsantrasyonu da C_2 ise bunlar arasında,

$$K = \frac{C_1}{C_2}$$

biçiminde sabit bir oran vardır. Burada, $K = \text{dağılım katsayısı}$ 'dır. Konsantrasyonlar istenilen konsantrasyon biriminden alınabilir. Bu oran konsantrasyonların mutlak değerlerine bağlı değildir. Çözeltiler ister derişik, ister seyreltik olsunlar her iki fazdaki konsantrasyonlar arasındaki bu oran değişmez. Buna karşılık, bu oran sıcaklığa bağlı olarak değişir ve ancak belirli bir sıcaklık için belirlidir.

Bu yasa *Nernst dağılım yasası* olarak adlandırılır. Buna göre, bir madde, bir sistemdeki çeşitli fazlar içinde dağılmış olarak bulunuyorsa, bu sistemin dengede olabilmesi için bu fazlardaki konsantrasyonları arasında belirli sıcaklıkta belirli olan bir oran bulunmalıdır.

Dağılım katsayısının sıcaklıkla değişmesinin nedenini araştırınız.

DENEME - 11 : (Elementel iyodun su ve kloroform arasında dağılması). Bir tüpe 5 – 6 damla % 0,2 lik iyot çözeltisi koyup tüpü yarısına kadar su ile doldurunuz*. Daha sonra 1 – 2 mL kloroform katınız, tüpün ağzını parmağınız ile kapatarak birkaç dakika şiddetle çalkalayınız ve tüpü bir süre bekleterek gözleyiniz: Su ve kloroform fazlarının ayrılmasından sonra sulu fazın renksiz ve kloroform fazının da menekşe renkli olduğu görülür.

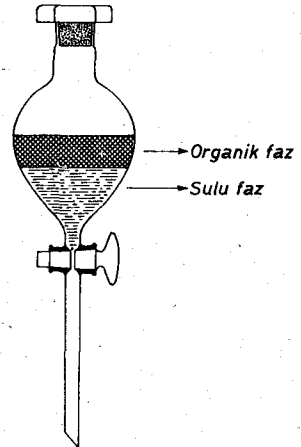
Açıklama : Elementel iyot suda az çözünür. Buna karşılık, kloroform, karbon tetraklorür ve alkol gibi organik çözücülerde çok iyi çözünür. İyodun su ve kloroform arasındaki dağılıma katsayısı oda sıcaklığı için,

$$K = \frac{[I_2]_{\text{kloroform}}}{[I_2]_{\text{suda}}} = 180$$

dir. Buna göre, iyodun kloroformdaki çözünürlüğünün sudaki çözünürlüğünden çok daha fazla olması nedeniyle su fazındaki iyodun çok büyük bir bölümü kloroform fazına geçer.

Elementel iyodun su ve kloroformdaki çözeltilerinin farklı renklerde olmasının nedenini araştırınız.

Ekstraksiyon : Homojen bir katı veya sıvı karışımda bulunan bileşenlerden birinin bu karışımdan uygun bir çözücü yardımıyla çıkarılıp ayrılmasına *ekstraksiyon* adı verilir. Ekstraksiyon orantılı dağılım yasasının bir uygulamasıdır. Ekstraksiyon işlemi genellikle bir çözeltide çözülmüş olarak bulunan bir maddeyi çözelti ile karışmayan fakat çözülmüş olarak bulunan maddeyi çözen başka bir çözücü (genellikle eter, kloroform gibi organik çözücüler) ile çalkalayarak çekip almaya dayanır. İyi bir ayırma için bu işlemi ardarda birçok kez saf çözücü ile tekrarlamak gerekir. Laboratuvarında ekstraksiyon işlemi için genellikle *ayırma hunisi* kullanılır.



Şekil - 8 : Ayırma hunisi.

* % 0,2 lik iyot çözeltisi 100 mL suda 1 g potasyum iyodür ve 0,2 g elementel iyot çözümlenerek hazırlanır.

Ayırma hunisine konulan sulu çözelti üzerine bununla karışmayan organik çözücü katılır ve kapak kapatılarak iyice çalkalanır. İşlem sırasında oluşan basıncı gidermek için kapak sıkıca tutularak huni ters çevrilir ve musluk açılıp kapatılır. Daha sonra fazların ayrılması için bir süre bekletilir ve alttaki faz musluk açılarak dikkatle başka bir kaba aktarılır. Gerekirse işlem saf çözücü konularak tekrarlanır.

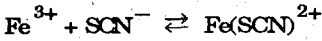
KİMYASAL DENGE VE KÜTLELERİN ETKİMESİ YASASI

Kalitatif Analiz Uygulaması ; Sayfa : 29 – 31.

DENEME - 12 : (Kimyasal denge üzerine seyreltmenin etkisi). Bir tüpe 5 – 6 damla demir(III) klorür çözeltisi ile 1 – 2 mL su koyunuz, çalkalayınız ve üzerine 5 – 6 damla amonyum veya potasyum rodanür çözeltisi katınız: Kan kırmızısı bir renk ortaya çıkar.

Tüpteki çözeltiyi bir behere aktarınız ve kırmızı renk kayboluncaya kadar su ile seyreltiniz.

Açıklama : Çözeltinin koyu kırmızı rengi,



dengesi uyarınca $\text{Fe}(\text{SCN})^{2+}$ kompleks iyonunun oluşumundan kaynaklanır. Çözeltinin seyreltilmesi durumunda denge sol yan lehine döner, yani oluşan kırmızı renkli bileşik kendini oluşturan bileşenlere ayırır. Bu olaya *disosiyasyon* adı verilir ve genellikle disosiyasyon oranı seyreltme ile birlikte artar.

Seyreltme sonucunda kırmızı rengin kaybolmasıyla ele geçen çözeltinin rengini başlangıçta kullandığınız belirteç çözeltilerinin renkleri ile karşılaştırarak açıklayınız.

DENEME - 13 : (Kimyasal denge üzerine konsantrasyon değişiminin etkisi). Seyreltilerek kırmızı rengi giderilmiş çözeltiden üç tüpe ikişer mL koyunuz. Tüplerden birincisine 1 mL amonyum veya potasyum rodanür çözeltisi ve ikincisine de 1 mL demir(III) klorür çözeltisi katınız: Her iki tüpte de kırmızı rengin yeniden ortaya çıktığı görülür. Üçüncü tüpe 1 mL derişik HCl çözeltisi katınız ve oluşan rengi seyreltilmiş çözeltinin rengi ile karşılaştırarak nedenini açıklayınız.

Açıklama : Yukardaki dengeye kütlelerin etkimesi yasasını uygularsak,

$$K = \frac{[Fe(SCN)^{2+}]}{[Fe^{3+}][SCN^-]}$$

olur. Ortamdaki Fe^{3+} veya SCN^- iyonu konsantrasyonu arttırıldığı zaman kesrin paydasının değeri büyür. Bu durumda denge sabiti olan K nın değerinin değişmemesi için paydadaki öteki iyonun konsantrasyonu azalmalı ve paydaki iyonun konsantrasyonu da artmalıdır. Bu durumu sağlamak için ortama SCN^- iyonları katıldığında Fe^{3+} iyonları, Fe^{3+} iyonu katıldığında SCN^- iyonları $Fe(SCN)^{2+}$ biçiminde birbirleriyle birleşirler. Bunun sonucunda denge sağ yana döner ve ortamdaki $Fe(SCN)^{2+}$ konsantrasyonunun artması sonucunda kırmızı renk yeniden ortaya çıkar.

KİMYASAL REAKSİYONLARIN HIZLARI

Homojen reaksiyonların hızları

DENEME - 14 : (Reaksiyon hızı üzerine reaksiyona giren maddelerin konsantrasyonlarının etkisi). Dört tane küçük beher alıp bunların her birine 10 mL % 2,5 luk sülfat asidi çözeltisi ile aşağıdaki oranlarda % 5 lik sodyum tiyosülfat çözeltisi ve su koyunuz:

Beher No.	:	1	2	3	4
Sülfat asidi (mL)	:	10	10	10	10
Sodyum tiyosülfat (mL)	:	10	20	30	40
Su (mL)	:	30	20	10	0

Çözeltilerin hacimlerini olanak oranında duyarlı olarak bir dereceli pipet veya daha iyisi bir büret yardımıyla ölçünüz. Karışıma en son sodyum tiyosülfat çözeltisini katınız ve bir saniyeli saat yardımıyla çözeltinin katılmasından ilk bulanıklığın ortaya çıkışına kadar geçen zamanı saniye olarak saptayınız. Deney sonuçlarını aşağıdaki gibi bir çizelgede toplayınız.

Sodyum tiyosülfatın sülfat asidi ile reaksiyonu

Deney No.	Çözelti hacmi (mL)		Su hacmi (mL)	Toplam hacim (mL)	Zaman (saniye)
	H_2SO_4	$Na_2S_2O_3$			
1					
2					
3					
4					

Reaksiyon denlemini yazınız ve bulanıklığın nedenini açıklayınız. Sodyum tiyosülfat konsantrasyonunun denemeden denemeye nasıl değiştiğini ve reaksiyon hızının buna nasıl bağlı olduğunu inceleyiniz. Bulanıklığın ortaya çıkma zamanının sodyum tiyosülfat konsantrasyonuna karşı değişiminin grafiğini çiziniz.

DENEME - 15 : (Reaksiyon hızı üzerine reaksiyona giren maddelerin konsantrasyonlarının etkisi). Litresinde 1 g sodyum sülfat 0,95 mL % 96 lık sülfat asidi ve 0,1 g nişasta içeren bir çözelti hazırlayınız. Dört tane 100 mL lik beher alarak bunların her birine hazırladığınız çözültiden 20 mL koyunuz. Beherlere aşağıdaki oranlarda potasyum iyodat ve su koyunuz. Gerekli potasyum iyodat çözeltisi 1 L suda 3,9 potasyum iyodat çözülerek hazırlanır.

Beher No.	:	1	2	3	4
Asitli sodyum sülfat (mL)	:	20	20	20	20
Potasyum iyodat (mL)	:	20	15	10	5
Su (mL)	:	0	5	10	15

Çözültülerin hacimlerini olanak oranında duyarlı olarak bir dereceli pipet veya daha iyisi büret yardımıyla ölçünüz. Karışıma en son potasyum iyodat çözeltisini katınız ve bir saniyeli saat yardımıyla çözeltinin katılmasından ilk renklenmenin ortaya çıkışına kadar geçen süreyi saniye olarak saptayınız. Deney sonuçlarını aşağıdaki gibi bir çizelgede toplayınız.

Potasyum iyodatın sodyum sülfat ile reaksiyonu

Deney No.	Çözelti hacmi (mL)		Su hacmi (mL)	Toplam hacim (mL)	Zaman (saniye)
	KIO ₃	Na ₂ SO ₃			
1					
2					
3					
4					

Reaksiyon denklemini yazınız ve ortaya çıkan rengin nedenini araştırınız. Reaksiyon hızının potasyum iyodat konsantrasyonuna bağlı olarak nasıl değiştiğini inceleyiniz. Rengin ortaya çıkma süresinin potasyum iyodat konsantrasyonuna karşı değişiminin grafiğini çiziniz.

DENEME - 16 : (Reaksiyon hızı üzerine sıcaklığın etkisi). Üç tane küçük beherin her birine 10 mL % 2,5 luk sülfat asidi çözeltisi ve başka

üç tane küçük beherin her birine 10 mL % 5 lik sodyum tiyosülfat çözeltisi koyunuz. Hacımları olanak oranında duyarlı olarak bir dereceli pipet, küçük ölçü silindiri veya büret kullanarak ölçünüz. İlk denemeyi oda sıcaklığında yapınız (çözeltilerin sıcaklığını bir termometre ile ölçünüz) ve sülfat asidi çözeltisini sodyum tiyosülfat çözeltisi içine hızla boşaltarak ilk bulanıklığın ortaya çıkma süresini bir saniyeli saat yardımıyla saptayınız. İkinci denemeyi oda sıcaklığının 10 °C üzerinde ve üçüncü denemeyi de oda sıcaklığının 20 °C üzerinde yapınız. Bunun için birbirine karıştıracağınız çözelti çiftlerini bu sıcaklıklara ayarlanmış birer su banyosunda 15 – 20 dakika tutunuz, karıştırmadan önce sıcaklıklarını bir termometre ile ölçünüz ve birbirine karıştırarak ilk bulanıklığın ortaya çıktığı süreyi saptayınız. Deney sonuçlarını aşağıdaki gibi bir çizelgede toplayınız.

Sodyum tiyosülfatın sülfat asidi ile reaksiyonu üzerine sıcaklığın etkisi

Deney No.	Çözelti hacmi (mL)		Sıcaklık °C	Zaman (saniye)
	H ₂ SO ₄	Na ₂ S ₂ O ₃		
1				
2				
3				

Reaksiyon hızının sıcaklığa bağlı olarak nasıl değiştiğini inceleyiniz ve bulanıklığın ortaya çıkma süresinin sıcaklığa bağlı olarak değişiminin grafiğini çiziniz.

Heterojen reaksiyonların hızları

DENEME - 17 : Bir porselen havanda 0,01 g susuz bakır sülfat ile birkaç potasyum iyodür kristalini iyice ezerek karıştırınız ve olayı gözleyiniz. Ardından karışıma birkaç damla su katınız ve gözlenen olayı reaksiyon denklemini yazarak açıklayınız.

DENEME - 18 : (Aluminyum ile iyot arasındaki reaksiyona suyun katalitik etkisi). Bir tüpe biraz aluminyum tozu ile iyice ezilmiş elementel iyot koyarak bir cam çubukla karıştırın: Herhangi bir reaksiyon olmaz. Tüpe bir damla su katarak suyun reaksiyon hızına etkisini gözleyin.

Reaksiyon denklemini yazınız ve gözlemlerinizi belirtiniz.

DENEME - 19 : (Heterojen sistemlerde reaksiyon hızı üzerine reaksiyon bileşenlerinin yüzey alanının etkisi). Yaklaşık 1 cm uzunluğunda iki tane tebeşir parçası alın. Bunlardan birini bir süzgeç kağıdı üzerinde bir cam çubukla iyice toz ederek bir tüpe koyun. Öteki tebeşir parçasını da olduğu gibi bir başka tüpe koyun. Aynı anda her iki tüpe de damla damla derişik klorür asidi ($d = 1,19 \text{ g/mL}$) katarak tebeşirlerin tamamının çözünmesini gözleyiniz. (Aynı anda katmayı sağlamak için asit çözeltisi tüplere iki ayrı kişi tarafından katılabilir).

Reaksiyon denklemini yazınız ve farklı çözünme hızlarının nedenini belirtiniz.

ÇÖZÜNÜRLÜK ÇARPIMI VE ÇÖKME

Kalitatif Analiz Uygulaması; Sayfa : 70 – 81.

En önemli kimyasal çalışma yöntemlerinden biri olan çöktürme işlemi genellikle sıcakta yapılır ve oluşan çökelti soğukta süzülür. Böylece, sıcakta çöken ve genellikle küçük olan kristaller büyük bir toplam yüzey gösterirler ve doymuş çözeltideki dinamik denge nedeniyle çözünerek daha iri kristalleri oluştururlar. Bu durumda süzme ve ayırma işlemi kolaylaşır.

Bir maddenin bir çözeltiden tam olarak çöktürülerek ayrılması isteniyorsa, bir beher veya tüp içindeki çözeltiye belirteç çözeltisi (çöktürücü) damla damla ve sürekli karıştırılarak en son damla bir çökelti oluşturmayıncaya kadar katılır. Bundan sonra bütün çökeltinin dibe oturması için bir süre beklenir, üstteki saydam çözeltiye bir damla belirteç çözeltisi kabın iç yüzünden dikkatle ve yavaşça akıtılır. Çökme tamamlanmış ise belirteç çözeltisinin çevresinde bir bulanma olmaz. Genellikle belirteç çözeltisinin 1 mL kadar fazlası katılır. Belirtécin aşırısının katılması bazı durumlarda çökeltinin yeniden çözünmesine neden olabilir.

DENEME - 20 : Bir beherde baryum klorür (BaCl_2) çözeltisi hazırlayınız ve bu çözeltideki baryumun tümünü sodyum karbonat