

ANALİTİK KİMYA LABORATUVARI DENEY FÖYÜ

LABORATUVARDA UYULMASI GEREKEN KURALLAR

Kimya laboratuvarları tehlikeli yerler olduğundan gerekli tedbirlerin alınması zorunludur. Laboratuvarda meydana gelebilecek kazalar genellikle dikkatsizlik, acelecilik ve gerekli ciddiyetin gösterilmemesinden kaynaklanmaktadır. Bu nedenle kimya laboratuvarlarında gerekli tedbirlerin alınması ve düzenli çalışma yöntemlerinin uygulanması gerekmektedir. Temizlik ve düzen her türlü laboratuvar çalışmalarının temelini oluşturur. Çalışma masası ve aletler kirli olmamalıdır. Kirli bir masada veya kirli aletlerle çalışılırken safsızlıklar yapılan deneylere bulaşacağı için birçok hataya neden olabilir. Analitik Kimya Laboratuvar çalışmasına başlamadan önce, çalışma süresince ve deney bitiminde laboratuvar düzenini sağlamak, yapılan deneylerden en doğru bilgi ve alışkanlıkları kazanmak için aşağıdaki kuralları uygulamak gerekir.

- 1- Her öğrenci, laboratuvar saatinde yerinde hazır bulunmalı ve laboratuvardan ayrılmamalıdır.
- 2- Laboratuvar, ciddi bir çalışma yeridir. Bu nedenle verilen deneyden başka bir işle uğraşmamalıdır. Laboratuvarlarda kesinlikle bedensel ve el şakaları yapılmamalıdır. Sigara içilmemeli, yemek yenmemeli, yiyecek ve içecekler laboratuvarda kullanılan araçlar içine konmamalı ve laboratuvarda yiyecek saklanmamalıdır. Ayrıca, yemek yenen ve içilen bir kaba da kimyasal madde konmamalıdır ve kimyasal maddelerin tadına bakılmamalıdır.
- 3- Gözlerinizi ve vücudunuzu kimyasal maddelerden korumak için, laboratuvara girilirken koruyucu gözlük ve önlük giyilmesi zorunludur, laboratuvardan ayrılmadan önlük ve gözlükler çıkarılamaz. Uzun saçların toplanması, ellerde açık yara, kesik, çatlak v.s varsa çalışmaya başlamadan önce mutlaka bandajla kapatılması gereklidir.
- 4- Laboratuvarda deneye başlamadan önce, yapılacak deneylerle ilgili teorik bilgiler, kurulacak düzenekler hakkında bilgi sahibi olunmalıdır. Laboratuvar sorumlusunun deneyle ilgili yapılabilecek açıklamalar dikkatle dinlenmelidir.
- 5- Yalnızca o gün için belirlenen deney yapılmalı, başka bir deney yapılmamalıdır. Deneyin uygulanması süresince, tüm dikkat ve ilgi çalışmaya yoğunlaştırılmalı, laboratuvardaki diğer çalışanların dikkatini dağıtıcı davranışlardan kaçınılmalıdır. Çalışma süresince, gözlem ve veriler, laboratuvar defterine düzenli ve anlaşılır bir şekilde kaydedilmelidir.
- 6- Deneyde kullanılacak aletlerin ve cam malzemelerin temiz olmasına dikkat edilmelidir. Deney sonunda çalışma alanının ve malzemelerin temizlikleri sağlanmalıdır. Öncelikle kimyasal malzeme şişelerinin temizliğine ve her kullanılıştan sonra kapaklarının hemen kapatılarak bırakılmasına dikkat edilmelidir.
- 7- Laboratuvar çalışması bittikten sonra eller, kimyasal maddeler ile kirlenmiş olması ihtimali düşünülerek mutlaka su ve sabunla iyice yıkanmalıdır.
- 8- Deneylerde zehirli ve zararlı gaz çıkışları varsa deneyler çeker ocakta yapılmalıdır.
- 9- Derişik asitler seyreltilecekse asit su içerisine yavaşça ve dikkatle karıştırarak ilave edilmelidir. Suyu asidin içerisine katarsanız meydana gelen büyük ısı nedeni ile döktüğünüz suyun bir kısmı kaynar bunun sonucunda ani bir sıçrama ile elinize veya yüzünüze gelebilir ve ciddi zararlara neden olabilir.
- 10- Deneyleri yapmaya başlamadan önce, kullanacağınız maddelerin ambalajları üzerindeki etiketlerdeki uyarılar dikkatle okunmalı ve uyarılan dikkate alınmalıdır. Aksi takdirde

kendinizin veya çevrenizdeki kişilerin hayatını tehlikeye sokabilirsiniz.

- 11- Katı maddeler şişelerinden alınırken temiz bir spatül veya plastik kaşık ile alınmalıdır. Katı maddelere hiçbir zaman elle dokunulmamalıdır. Gerekli miktarları spatül ile alınmalıdır. Sıvı maddeleri pipet ile alırken ağız kullanılmamalı par kullanılmamalıdır.
- 12- Laboratuvarlarda kullanılan teraziler hassas ve pahalı cihazlardır. Bu nedenle gerekli hassasiyetin gösterilmesi gereklidir. Tartılacak madde uygun büyüklükteki bir kaba veya kağıda konulmalıdır, direk terazinin kefesine konulmamalıdır. Tartım işlemi bittikten sonra terazi temizlenmelidir.
- 13- Cam borular lastik mantarlara geçirilirken vazelinle yağlanmalıdır. Ölçü kapları ve balon jöjeler hiçbir zaman ısıtılmamalıdır. Spatül ve cam baget gibi çeşitli malzemeler kullanılırken mutlaka temizlenip kurutulmalıdır. Sıvılardan birini almak için kullanılan cam malzeme, temizlenip kurutulmadan, başka bir sıvı için kullanılmamalıdır.
- 14- Patlayıcı ikazı verilen maddelerle çalışmalarda, gerekli tedbirlerin alınması ve gözlerin korunması ihmal edilmemelidir.
- 15- Derişik asit veya baz ile çalıştıysanız çalışma sonunda derişik asit veya baz çözeltilerini seyrelttikten sonra lavaboya dökünüz.
- 16- Atılması gereken kağıt, cam kırıkları ve benzeri maddeler çöp sepetine atılmalı, katı kimyasal maddeler ve çözeltiler çöp sepetine dökülmemelidir. Çözeltiler ve katı kimyasal maddeler cinslerine göre özel toplama kaplarında toplanmalıdır.
- 17- Alevlenici maddeler (alkol, eter gibi organik maddeler) hiçbir zaman çıplak bek alevi üzerinde veya aleve yakın bir yerde buharlaştırılmamalıdır. Böyle maddeler su banyosu kullanılarak buharlaştırılmalıdır.
- 18- Olası bir laboratuvar kazasında laboratuvar sorumlusuna durum hemen bildirilmeli ve gerekli önlemler alınmalıdır.
- 19- Isıtma veya tepkime esnasında, sıvı sıçraması söz konusu ise çeker ocak kullanılmalıdır.
- 20- Civa artıklarını çok zehirli olmaları nedeniyle kesinlikle lavaboya dökmeyiniz. Civa masa üzerine veya yere döküldüğünde ilk önce hemen pencereleri açınız. Çünkü civa saf halde açık havada devamlı buharlaşır ve nefes yolu ile vücuda girerse ileride birçok rahatsızlıklara yol açar. Cıvayı, üzerine kükürt tozu dökmek suretiyle HgS şeklinde toplayabilirsiniz. Bu durumda civa geri kazanılamaz fakat en kullanışlı ve güvenilir yöntem budur. Kükürt tozu yoksa üzerine tahta tozu dökülerek toplanır ve ortası çok küçük delinmiş bir süzgeç kağıdı konulan huni vasıtasıyla süzülerek ayrılabilir.
- 21- Deneylerde kullanılacak maddeler hakkında bir şey söylenmemişse daima az miktarda madde ile çalışılmalıdır. Az miktarda madde ile çalışmak süzme, kristallendirme, buharlaştırmada zaman kazandırır
- 22- Herhangi bir yere asit veya bir başka aşındırıcı kimyasal madde dökülürse, hemen bol suyla yıkayınız.
- 23- Katı maddeler, çöpler ve kağıtlar laboratuvara atılmamalıdır.
- 24- Laboratuvardaki çalışmalarınızı bitirince, laboratuvarı sizden sonra gelecek öğrencilerin kullanımına hazır bir hale getirmeden laboratuvarı terk etmeyiniz.
- 25- Damıtma işlemi sırasında cam boruya hortumları bağlarken, kolay bağlanması için vazelin kullanabilirsiniz. Ayırma hunisinde uçucu çözümleri çalkalarken ara sıra ters çevirin ve vanasını açın.
- 26- Beki yakmadan önce çevrede parlayıcı çözümlü olup olmadığını kontrol edin.

LABORATUVAR KAZALARI, ZEHİRLENMELER VE BUNLARDAN KORUNMA YOLLARI

1- Cam İşlerindeki Yanmalar

Pikrik asit eriyiği sürülür, kuru yemek tuzu basılır, çinko oksit gibi merhemler sürülür.

2- Cam İşlerindeki Yaralar

Tentürdiyot sürülür ve gaz beziyle sarılır, kan kesilir bezle sarılır.

3- Ele veya Elbiseye Baz Sıçramalarında

Derhal bol su ile yıkandıktan sonra % 4'lük sirke asidiyle nötrleştirilir ve tekrar bol su ile yıkanır. Gerektiğinde deriye merhem de sürülebilir.

4- Ele veya Elbiseye Asit Sıçramalarında

Derhal bol su ile yıkandıktan sonra çok seyreltik NaHCO₃ çözeltisi ile yıkanır

5- Baz ve Asidin Göze Sıçramaları

Halinde Derhal bol su ile yıkanır ve göz merhemi sürülür

6- Asetik Asitle Zehirlenmelerde

Tanenle mide yıkanmalı, kusturucu ilaçlar alınmalı ve doktora gidilmelidir

7- Brom ve Klorla Zehirlenmelerde

Pamuğa damlatılmış mutlak alkol koklanmalı, açık havada solunum yapılmalı ve doktora gidilmelidir

8- İyotla Zehirlenmelerde

Nişastalı sıvılarla mide lavajı yapılır. Süt, sodyum bikarbonat kullanılır.

9- Civa İle Zehirlenmelerde

Sodyum bikarbonatla mide lavajı yapılır, sütle ağız çalkalanır, yumurta akı ve bal alınır, doktora müracaat edilir

10- Çinko ve Bileşikleriyle Zehirlenmelerde

Kusturulur, tanenli mide lavajı yapılır, süt, yumurta akı verilir, doktora müracaat edilir

11- Etil Alkolle Zehirlenmelerde

Mide lavajı yapılır, suni tenneffüs yapılır, koyu kahve içirilir, sıcak banyo, sonra soğuk duş yapılır

12- Fenolle Zehirlenmelerde

Mide lavajı yapılır, kusturucu ilaçlar kullanılır, kömür, mangan sülfat, süt ve nişasta kullanılır.

13- Amonyakla Zehirlenmelerde

Sulandırılmış sirke ve sitrat asidi kullanılır

14- Asitler ile Zehirlenmelerde

Tebeşir tozu ile hazırlanmış bulamaç içirilir.

15- Formalinle Zehirlenmelerde

Bol yumurta akı, mide lavajı, maden suları kullanılır

16- Fosfor Zehirlenmelerinde

% 1 Potasyum permanganatla mide lavajı yapılır, yağ, zeytinyağı, süt ve yumurta sarısı da verilebilir.

TEHLİKE SEMBOLLERİ VE ANLAMLARI

 <p>T+</p>	 <p>T</p>	 <p>F+</p>	 <p>F</p>	 <p>C</p>
ÇOK ZEHİRLİ ÇOK AZ MİKTARDA ALINDIĞINDA BİLE, KALICI HASAR BIRAKABİLİR VEYA ÖLDÜRÜCÜ OLABİLİR.	TOKSİK T AZ MİKTARDA ALINDIĞINDA BİLE, ANİ VEYA UZUN SÜRELİ HASAR BIRAKABİLİR, ÖLDÜRÜCÜ OLABİLİR.	ÇOK KOLAY ALEVLENİR ÇOK DÜŞÜK SICAKLIKLARDA BİLE KOLAYLIKLA ALEV ALABİLİR.	ALEVLENİR NORMAL ORTAM KOŞULLARINDA ALEV ALABİLİR.	AŞINDIRICI DOKULARI VE NESNELERİ TAHRİP EDER
 <p>O</p>	 <p>E</p>	 <p>Xn</p>	 <p>Xi</p>	 <p>N</p>
OKSİTLEYİCİ BAŞKA MADDELERLE TEHLİKELİ REAKSİYONLARA SEBEP OLUR.	PATLAYICI YANLIŞ DEPOLAMA VE KULLANIMDA PATLAYABİLİR.	ZARARLI ANİ YA DA UZUN SÜRELİ HASARLARA VE ÖLÜME SEBEP OLABİLİR.	TAHRİŞ EDİCİ ÖDEM OLUŞTURABİLİR.	ÇEVRE İÇİN TEHLİKELİ KISA YA DA UZUN DÖNEMDE ÇEVREYE ZARAR VERİR.

ÇÖZELTİ HAZIRLAMA VE AYARLAMA

Deneyin Amacı: Standart maddeler kullanarak çözeltilerin gerçek konsantrasyonunun bulunması amaçlanmaktadır.

Genel Bilgiler: Yaklaşık normaliteli olarak hazırlanan bir çözeltinin, primer standart bir madde ile ya da primer standart bir maddeden hazırlanmış 1 N, 0.5 N, 0.1 N gibi tam normaliteli çözeltiler veya konsantrasyonu kesinlikle bilinen bir çözelti ile titre edilerek kesin konsantrasyonunun bulunmasına ayarlama veya standardizasyon denir. Ayarlama çözeltinin faktörü veya kesin normalitesi hesaplanır.

Katı primer standart madde ile ayarlama

Ayarlamada kullanılan katı primer standart maddeye aslıkiyas maddesi denir. Primer standart maddeden ekivalent ağırlığı dikkate alınarak çıkartma usulü ile iki erlene 0.1500-0.2500 g arasında bir tartım alınır ve yeteri kadar suda çözülür. Üzerlerine uygun bir indikatör ilave ettikten sonra, ayarlanacak yaklaşık normaliteli çözelti ile titre edilir. Titrasyon sonucuna göre yaklaşık normaliteli çözeltinin faktörü veya kesin normalitesi hesaplanır.

Faktörün hesaplanması

Faktör, ayarlanan yaklaşık normaliteli çözeltinin bir mililitresindeki madde miktarının aynı normalitedeki tam normaliteli çözeltinin kaç mililitresindeki madde miktarına eşit olduğunu gösteren bir sayıdır.

$$F = \frac{T \times 1000}{S \times N \times E} \quad \text{veya} \quad F = \frac{T}{S \times N \times m_e}$$

(T:Primer standart maddeden alınan tartım, g. S:Ayarlanan çözeltilerden sarfedilen hacim, ml. N:Ayarlanan çözeltinin yaklaşık normalitesi. E:Primer standart maddenin ekivalent ağırlığı, g. me:Primer standart maddenin miliekivalent ağırlığı, g.)

- Ayarlanan çözeltinin faktörü ile titrasyonda sarf edilen hacmi çarpılırsa (ml) o titrasyonda sarfedilmesi gerekli tam normaliteli çözeltinin hacmi (ml) bulunur.
- Ayarlanan çözeltinin faktörü ile yaklaşık normalitesi çarpılırsa ekivalent gram cinsinden kesin konsantrasyonu yani kesin normalitesi bulunur.

Kesin normalitenin tayini

Ayarlanan yaklaşık normaliteli çözeltinin kesin normalitesi aşağıdaki formül ile hesaplanır. Birbiri ile reaksiyona giren iki maddenin eşit miliekivalentleri birbirini titre eder.

$$N = \frac{0.1 \times V}{S}$$

Standart Çözeltiler ile Ayarlama

$$N = \frac{T}{Sxme}$$

Primer standart bir madde ile hazırlanmış çözeltiler ile ayarlama yapılırken kullanılan standart çözelti ile ayarlanacak çözeltinin normalite değerleri birbirine yakın olmalıdır. (Örneğin, ayarlanacak çözelti 0.1 N ise kullanılan standart tam 0.1000 N olmalıdır.) Kesin normalite tayininde ise böyle bir şart yoktur.

Ayarlama yapılırken tam normaliteli çözülden belli bir hacim alınır, uygun indikatör eklenir. Bürette bulunan ayarlanacak çözelti ile titre edilir. Faktör ve kesin normalite aşağıdaki gibi hesaplanır.

Faktörün hesaplanması

$$F = \frac{V}{S}$$

(V:Tam normaliteli çözülden alınan hacim, ml. S:Ayarlanacak çözülden sarf edilen hacim, ml)

EDTA Çözeltisinin Ayarlanması

1. 2 saat süreyle etüvde kurutulup desikatörde soğutulmuş $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tuzundan 3.7224 g tartılır, bir miktar suda çözülür.
2. Hazırlanan çözelti 1 litrelik balon jöjeye aktarılır ve su ile 1 litreye tamamlanır.
3. Primer standart olarak kullanılacak 0.5 g CaCO_3 , 5 ml seyreltik HCl içinde çözünür. Çözünmenin tam olması gereklidir. Hazırlanan çözelti 1 Litreye tamamlanır.
4. İndikatör olarak müreksit indikatörü kullanılır. Bunun için 0.2 g müreksit 100 g NaCl ile havanda karıştırılır.
5. Titrasyon ortamının pH'ının yaklaşık 10 civarında olması için 58 ml derişik amonyak çözeltisi içerisine 6,75 gram NH_4Cl katılır ve karışım 100 ml'ye tamamlanarak tampon çözeltisi hazırlanır.
6. 25 ml standart ayar çözeltisi alınır. 1-2 ml tampon çözeltisi ($\text{NH}_3/\text{NH}_4^+$) ve spatül ucu kadar indikatör eklenir.
7. Renk pembeden mora dönene dek ayarlanacak çözelti ile titre edilir. Kesin normalite ve faktör hesaplanır.

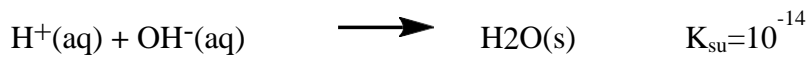
ASİT BAZ TİTRASYONU

Deneyin Amacı: Asit ve baz çözeltilerinin hazırlanması, nötralleşme tepkimelerinin öğrenilmesi ve titrasyon grafiklerinin çizilmesi.

Genel Bilgiler: Volümetrik işlemlerde miktarı belirlenecek olan maddenin belirli hacimdeki çözeltisi bir erlene konur. Konsantrasyonu bilinen çözelti ise büret içerisine alınır. Büretteki çözelti, reaksiyon bitinceye kadar damla damla ve erlen yavaşça çalkalanarak erlene ilave edilir. Reaksiyon bittiğinde; bürette bulunan reaktifin, reaksiyon için ne kadarının harcandığı hacim olarak (genellikle ml) okunur. Bu işleme “**titrasyon**” adı verilir. Titrasyon işleminde, reaksiyonun bittiği noktaya “**eşdeğer nokta**” adı verilir. Her iki metotta da kullanılan reaksiyonun tam olarak (kantitatif olarak) gerçekleşmesi gerekir. Böylece reaksiyon denkleminde faydalanarak hesap yapmak mümkün olur.

Reaksiyonun tamamen bittiği veya bazen, belirli bir aşamaya geldiği noktayı gösteren maddelere “**indikatör**” adı verilir. İndikatörler, bu fonksiyonlarını renk değiştirme, çökelti oluşturma veya floresan özellik gösterme gibi çeşitli yollarla yerine getirirler. Çözelti pH'nın belirli değişimlerinde renk değiştiren maddeler, pH indikatörü olarak adlandırılırlar. Bürette bulunan konsantrasyonu belirli çözeltiye “**titrant**” adı verilir. Bu çözeltinin konsantrasyonunun kesin ve hassas olarak bilinmesi gerekir. Kimyasal maddelerin çoğu, çeşitli sebeplerden ötürü safsızlıklar içerirler. Bunun yanı sıra çözelti hazırlama sırasında oluşabilen hatalar nedeni ile titrant konsantrasyonu çok doğru olarak bilinmeyebilir. Bu durumda titrant; çözelti hazırlandıktan sonra, birincil standart denilen maddelerle reaksiyona sokulmak sureti ile “ayarlanır”. Bu işleme “**standart çözelti hazırlama**” da denilir. Bütün kimyasal maddelerin kuvvetli veya zayıf da olsa asit veya baz özelliği göstermesi dolayısı ile; çözeltilerde sık karşılaşılan reaksiyonların başında, bir asidin hidrojeni ile bir bazın hidroksit iyonunun birleşerek su oluşturduğu nötralleşme (asit-baz) reaksiyonları gelir. Konsantrasyonu bilinmeyen bir asidin (veya bazın) miktarının, konsantrasyonu bilinen bir baz (veya asit) ile titrasyonuna “**asit-baz titrasyonu**” adı verilir ve bu şekilde miktarı bilinmeyen asit veya bazın istenilen miktarı volümetrik metotla bulunmuş olur.

Asit-baz reaksiyonlarındaki temel reaksiyon şöyledir:



Reaksiyona giren asit ve bazın ikisinin de kuvvetli olması halinde, titrasyonun tamamlandığı andaki pH, 7 olur. Ancak ikisinden birinin veya her ikisinin zayıf olması durumunda; eşdeğer noktadaki pH, 7'den farklı olur. Titrasyonda kullanılan maddelerin bu özellikleri dolayısı ile eşdeğer noktanın pH'ı önceden bilinmeli ve indikatör seçimi buna göre yapılmalıdır. Volümetrik işlemlerde konsantrasyon birimi olarak normalitenin kullanılması büyük kolaylık sağlar. Eşdeğerlik prensibine göre, reaksiyon tamamlandığı anda reaksiyona giren iki reaktifin eşdeğer gram sayıları birbirine eşit olur. Bu da hesaplamalarda kolaylık sağlar.

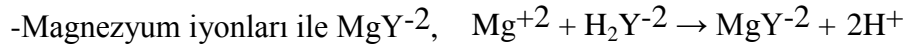
EDTA ÇÖZELTİSİ İLE TİTRİMETRİK SU SERTLİĞİ TAYİNİ

Deneyin Amacı: Su kalitesinin bir ölçüsünü veren su sertliğinin EDTA çözeltisi yardımıyla tayin edilmesi.

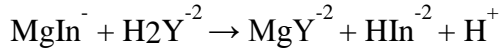
EDTA (Etilendiamintetraasetikasit) kompleksleştirme titrasyonlarında kullanılan en önemli kompleksleştiricilerden birisidir ve pek çok metal katyonunun tayininde kullanılır. Yapısında dört değerlikli bir ayıraç bulunan EDTA, uzun formülü yerine H_4Y şeklinde gösterilir. Titrasyonlarda EDTA'nın suda çözünür sodyum tuzu olan $Na_2H_2Y \cdot 2H_2O$ kullanılır. EDTA iki değerlikli katyonlarla kompleks verir ve bir mol EDTA bir mol metan katyonu ile tepkimeye girer. Bir başka deyişle EDTA'nın eşdeğer ağırlığı, molekül ağırlığı olan 372,242g/mol'un yarısıdır.

Sert suyun titrasyonu sırasında EDTA sarfiyatı; 25 ml'nin üstünde olursa su örneği 10 ml, 10 ml'nin altında olursa 100 ml alınıp titrasyon tekrarlanır.

EDTA;

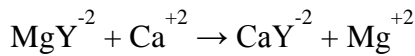


komplekslerini oluşturur. Daha kararlı olması nedeniyle ilk olarak Ca^{+2} iyonu tamamen çöker. EDTA'nın fazlasıyla Mg^{+2} çöker. Titrasyonda dönüm noktası Mg^{+2} iyonlarının tamamen çöktüğü noktadır. Magnezyum Eriokromsiyahı T indikatörü ile renkli bir kompleks vermesi nedeniyle MgY^{-2} 'den daha az kararlı olduğu görülmüştür. EDTA eklendiğinde;

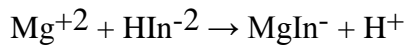


Şarap Kırmızısı Mavi

renk değişimi yukarıdaki dönüşüm tam olarak sağlandığında görülür. Bu nedenle EDTA ile kalsiyum tayininde ortamda mutlaka magnezyum iyonları bulunmalıdır. Eğer kalsiyum örneği önceden magnezyum iyonlarını içermiyorsa hazırlanan EDTA çözeltisine veya tampon çözeltisine litrede 1–2 gram olacak şekilde $MgCl_2$ eklenmelidir. İçinde kalsiyum, indikatör ve magnezyum iyonları bulunan çözeltiliye EDTA eklenirse ilk olarak;



tepkimesi gereğince Mg^{+2} iyonları açığa çıkar. Bu iyonlar indikatör ile;



tepkimesi gereğince tepkimeye girer ve renk değişimi bütün kalsiyum iyonları komplekse alındıktan sonra görülür. Çözeltide bulunan Cu^{+2} , Zn^{+2} , Mn^{+2} iyonları bu yöntemle sertlik tayininde zararlıdır. Bakır ve çinko; çözeltiliye %1,5–2,0'lik eklenen Na_2S çözeltisinden çöken sülfürlerin süzülmesiyle, mangan ise çözeltiliye %1'lik hidraksilamin hidroklorürün az miktarda eklenmesiyle önlenabilir.

Deneyin Yapılışı:

- 1) Bir havanda homojen bir şekilde öğütülen 20 gram NaCl'ye 0,1 gram Eriokromsiyahı T indikatörü eklenir ve öğütme işlemi karışım toz haline gelinceye kadar devam edilir. Hazırlanan toz karışım numune şişesinde saklanır. Titrasyon için karışımdan 30-40 mg yeterlidir.
- 2) Sertlik tayini yapılacak su örneğinden 50 ml alınır ve 250 ml'lik erlene konulur. Üzerine 25 mg toz indikatör ve 1 ml tampon çözeltisi (NH₃/NH₄⁺) eklenir. Ayarlı, normalitesi bilinen EDTA çözeltisi ile gök mavisi oluşuncaya kadar titre edilir ve toplam sertlik hesaplanır.
- 3) Erlene 50 ml su örneği alınır. 3 ml 1 M NaOH çözeltisi ve spatül ucu kadar müreksit indikatörü eklenir. EDTA ile titre edilir. Kalsiyum sertliği hesaplanır.

$$\text{Toplam Sertlik (ppm CaCO}_3\text{)} = \frac{V(\text{EDTA}) \times N(\text{EDTA}) \times \frac{\text{CaCO}_3}{2}}{\text{Kullanılan Su (ml)}} \times 100$$

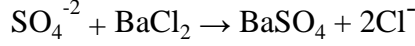
Sorular

1. Su sertliğini nedir? Açıklayınız.
2. Su Sertliği tayini deneyinde EDTA çözeltisi kullanılmasının nedenini açıklayınız.
3. Su Sertliği tayini deneyinde Eriokromblack T indikatörü kullanılmasının nedenini açıklayınız.
4. Suyun sertliği için kullanılan ppm birimini açıklayınız.

GRAVİMETRİK YÖNTEMLE SÜLFAT İYONU TAYİNİ

Deneyin Amacı: Nicel analitik kimyada kullanılan gravimetrik analiz yöntemiyle sülfat iyonunun tayinini gerçekleştirmek.

Genel Bilgiler: Gravimetrik yöntemle sülfat tayini; sülfat iyonunun zayıf asitli ortamda baryum klorür çözeltisi ile baryum sülfat olarak çöktürülmesi ve tartılması esasına dayanır.



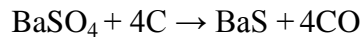
Çöktürme zayıf asidik ortamda yapıldığı zaman Ba^{+2} ile beraber, PO_3^{-3} , CO_3^{-2} ve OH^- iyonlarının çökmesi önlenir. Asitlik çok fazla olursa BaSO_4 'ün çözünürlüğü artacağından tam olarak çökme olmaz ve alınan sonuçlarda hata oranı artar.

- Baryum sülfat oda sıcaklığında 100 gram suda 0,3–0,4 mg dolayında çözünür. Çözünürlük mineral asitlerle önemli oranda artar. Çöktürmenin asitli ortamda yapılması gerekir. Çünkü Ba^{+2} iyonları nötral veya bazik ortamda PO_4^{-3} , CO_3^{-2} veya OH^- iyonları ile çökelti verir. Bu nedenle çöktürmenin zayıf asitli ortamda, yaklaşık 0,05 N derişimde yapılması ve asitin aşırısının eklenmemesi gerekir. Zayıf asitli ortamda çöktürmenin yapılması ile iri taneli çökeleğin elde edilmesi sağlanmış olur.
- Çöktürme ortamına eklenen baryum klorürün biraz aşırısı, ortak iyon etkisi nedeniyle çözünürlüğü önemli ölçüde azaltır.



dengesi sürdüğünden küçük BaSO_4 tanecikleri çözünerek çözeltiliye geçerken, çözeltideki iyonlar yeni tanecikler oluşturma yerine önceden oluşmuş taneler üzerinde toplanarak, iri taneli kolay süzülebilir çökeleğin oluşmasını sağlar. Küçük BaSO_4 taneciklerinin çözünmesi sırasında hapsedilmiş olan yabancı iyonlar da çözeltiliye geçeceğinden çökeleğin saflığının artmasına katkıda bulunur.

- Baryum sülfat yüksek sıcaklıkta süzgeç kâğıdının karbonu ile kolaylıkla indirgenir.



Bu indirgenme süzgeç kâğıdının düşük sıcaklıkta yakılmasıyla giderilir. Böyle bir indirgenme olduğunda çökelek H_2SO_4 ile nemlendirilip tekrar kızdırılarak hata giderilir.

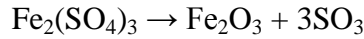
- Kızdırmanın 800°C civarında yapılması gerekmektedir. Çünkü baryum sülfata adsorplanmış olan su molekülleri ancak bu sıcaklıkta uzaklaşabilir. Kızdırma 500°C 'nin altında yapılırsa %0,6'lık bir hataya neden olur. Sıcaklığın çok yüksek olması halinde;



- Baryum sülfatın ortamda bulunan yabancı iyonları beraberinde sürüklenme eğilimi yüksek olduğundan saf bir çökeleğin elde edilmesi pratik olarak mümkün değildir. Bunun neden olduğu hata birlikte sürüklenen iyonların türüne göre değişir ve bu yöntemle sülfat tayini artı veya eksi yönde mutlaka hata olasılığı taşır.
- Yabancı iyonlardan örneğin; klorür, nitrat ve klorat, baryum tuzları olarak baryum sülfat

ile birlikte çöker. Bu durum gerçek değerden daha yüksek bir sonucun bulunmasına neden olur. Baryum klorürün çözeltiliye çok yavaş karıştırılarak eklenmesiyle klorürün, baryum sülfat ile birlikte çökmesi önlenemez, nitrat ve kloratın birlikte çökmesi ise önlenemez. Bu nedenle bu iyonların ortamda bulunmaması veya varsa HCl ile kaynatılarak uzaklaştırılması gerekir.

- Yabancı katyonlarda kalsiyum ve demir (III) sülfat tuzları halinde birlikte çöker. Eğer bunlar kızdırma sırasında bir değişikliğe uğramazlarsa sonucun gerçek değerden daha az bulunmasına neden olurlar. Çünkü baryumun eşdeğer ağırlığı diğer birçok katyonun eşdeğer ağırlığından daha büyüktür. Öte yandan yabancı sülfatlar kızdırma sırasında bir değişikliğe uğrasalar bile aynı şekilde gerçek değerden daha az bir sonucun çıkmasına neden olurlar. Örneğin amonyum veya demir sülfat kızdırma sırasında;



- Bu yöntemle sülfat ve baryum tayinlerinin dışında sülfat ile zor çözünen ve bileşik veren kurşun ve stronyum tayinleri de yapılabilir. Ancak bu katyonların çözünlükleri daha fazla olduğundan çöktürme ve yıkama sırasında bir takım önlemlerin alınması gerekir.

Deney İçin Gerekli Malzemeler

6 N HCl, %10'luk BaCl₂, süzgeç kağıdı, porselen kroze, beher, saat camı, damlalık.

Deneyin Yapılışı:

1. Sülfat içeren örnek etüvde 105–110°C'de 1 saat kurutulur ardından desikatörde soğutulur.
2. Soğutulan örnekten 0,5–1,0 gram civarında tartılır ve 400 ml'lik beher içinde 150-200 ml suda çözülür.
3. Çözelti üzerine 6N HCl'den 1 ml eklenir, ağzı saat camı ile kapatılır ve su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıtılır.
4. Hazırlanan %10'luk BaCl₂.2H₂O kaynama noktasına kadar ısıtılır.
5. Sıcak baryum klorür çözeltisinden 10 ml alınır ve sıcak örnek çözeltisi üzerine damla damla karıştırılarak tamamı eklenir.
6. Beherin ağzı saat camı ile kapatılıp su banyosunda bekletilir.
7. Çökelek üzerindeki berrak sıvıya 1-2 damla baryum klorür çözeltisi daha eklenip kontrol denemesi yapılır. Çökme tam değil ise 5 ml daha baryum klorür çözeltisi eklenip karıştırılır. Çökme tam ise 1-2 ml baryum klorür çözeltisinin aşırısı eklenir.
8. Çökelek su banyosunda 1 saat bekletilir (tam çökme olması için bir gece bekletmek uygundur).
9. Çökelek mavi bant süzgeç kâğıdında süzülür. Bunun için önce üstteki berrak sıvı aktarılır, ardından sıcak su ile çökelek yıkanır.

10. Süzgeç kâğıdı dikkatle katlanır ve önceden sabit tartıma getirilmiş olan porselen krozeye yerleştirilir.
11. Kroze bir kül fırınına alınır ve 800°C’de yarım saat kızdırılır. Ardından soğutulur ve tartılır.
12. Kızdırma ve soğutma işlemine kroze sabit tartıma gelinceye kadar devam edilir.
13. Deney verileri aşağıdaki tabloya yerleştirilir ve alınarak örnekteki sülfat miktarı aşağıdaki denklem yardımı ile hesaplanır.

Örnek Tartım (g)	Kroze boş tartım (g)	Kroze dolu tartım (g)	Çökelek tartım (g)

$$\%SO_4 = \frac{SO_4}{BaSO_4} \times \frac{\text{Tartım (g)}}{\text{Tartılan örnek (g)}} \times 100$$