

Deney No: 1 Karışımların Ayrılması (Dekantasyon ve Süzme)

Teori:

Kimya laboratuvarlarında karışımların ayrılması gerekebilir. Ayrılacak maddelerin özelliklerine bağlı olarak amaca uygun değişik ayırma yöntemleri vardır. Bu basit ayırma yöntemlerinden bazıları şunlardır.

Dekantasyon:

Aktarma yöntemi olarak da bilinen bu yöntem yoğunluğu büyük olan katıları sıvılardan aktarmak için kullanılır. Çok hızlı ve kolay olmakla birlikte kesin ayırma sağlanmaz, bir miktar sıvı çözeltide kalabilir. Bu yöntem **iri taneli** çökelek yapısı gösteren katı-sıvı heterojen karışımların ayrılmasında kullanılabilir (Şekil 1). Çökeleğin tam olarak dibe çökmesi (**sedimentasyonu ve**) sonunda, üstteki **durur sıvısının** dikkatlice başka bir kaba aktarılması işlemine "**aktarma veya dekantasyon**" denir.

Süzme:

Bir katıyı bir sıvıdan ayırmak için en çok kullanılan yöntem süzmedir. Bu iş için bir huni ve süzgeç kağıdından yararlanılır. Süzülerek ayrılan katının gravimetrik yöntemlerle miktarı tayin edilecekse gözenekleri çok ince olan ve yandıği zaman kül bırakmayan özel süzgeç kağıtları kullanılır. Aksi durumlarda normal süzgeç kağıdı kullanılır. Gravimetrik tayinlerde kullanılacak huniler de biraz farklıdır. Süzmeyi hızlandıracak şekilde yapılmışlardır.

Normal Süzme:

Laboratuvardaki süzme işlemlerinin çoğu "**normal süzme**" ile gerçekleştirilir. Bu işlemde dikkat edilmesi gereken temel noktalar, aşağıda özetlenmektedir.

- **Süzme hızı** çok önemlidir. Süzme hızının **yüksek** olmasını sağlamak için, **uzun boyunlu bir huni** kullanılır. Ayrıca süzgeç kağıdının huniye uygun bir biçimde yerleştirilmesi de, süzme hızının yüksek olmasını çok etkiler.
- **Süzme** işleminde önce, süzgeç kağıdı **dörde katlanarak** kullanılmaya hazır hale getirilir. Daha sonra dörde katlanan süzgeç kağıdının bir köşesi yırtılarak, huniye yerleştirilir.
- Huni ile süzgeç kağıdının arasında hava boşluğu kalmaması için, pisetle su püskürtülerek, **süzgeç kağıdı ıslatılır**. Ardından parmak uçları ile hafifçe bastırılarak, **kağıdın huniye yapışması** sağlanır.
- Süzülecek karışımın **durulmuş** olması gereklidir. **Bulanık** bir karışımında süzgeç gözenekleri hemen tıkanacağı için, **süzme hızı** çok **düşük** olur.

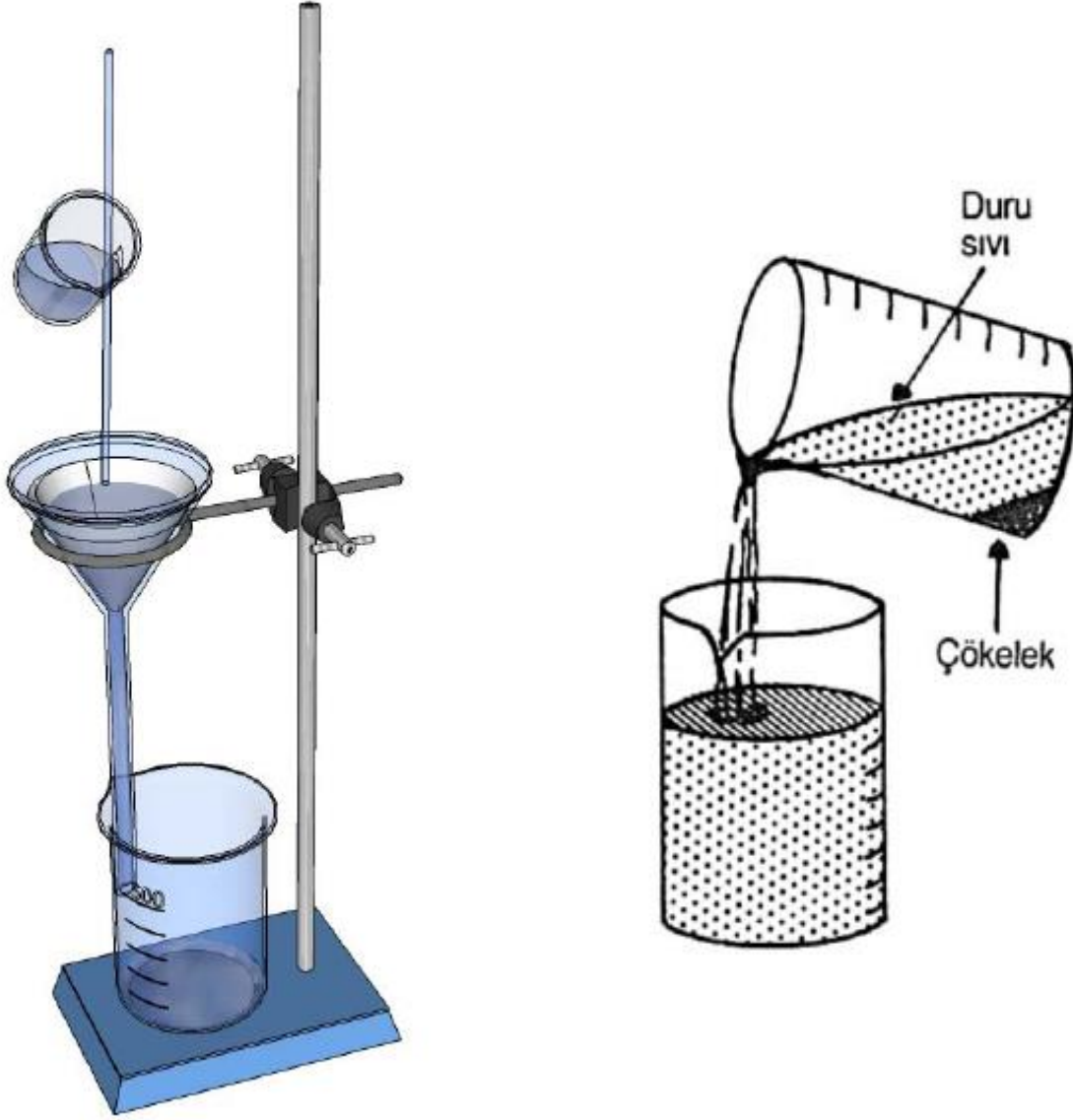
- Şekil 1’de görülen basit bir **süzme düzeneği** oluşturulur. Düzenekte huni boynunun, beher çeperine içten degecek şekilde **yakın konumlanması** sağlanmalıdır. Bu amaçla huni, bir halkanın veya uygun çaplı bir deliğin içine oturtulur ve beher huni boynuna iyice yaklaştırılır.
- Süzülecek karışımın bulandırılmamasına özen göstererek, bir cam baget yardımı ile süzme başlatılır. Süzmenin sürekliliği için **huni boynunun** sürekli **sıvı** ile **dolu** olmasına dikkat edilir.
- Duru sıvının **süzme işlemi** bittikten sonra, beherin çeperlerine yapışan çökelek parçacıkları, **yıkama sıvısı** yardımı ile (genellikle damıtık su) beherin dibine alınır. Bu işlem için içinde yıkama sıvısı bulunan **pisetten** yararlanılır. Çeperlerin pisetle yıkanmasından sonra, behere tüm **çökeleği örtecek** kadar yıkama sıvısı ilave edilir ve karışım bir cam bagetle iyice karıştırılır. **Yeniden durulma** olana kadar beklenir ve duru sıvı dikkatlice **yeniden süzgece** aktarılır. Bu **işlem** iki üç kez tekrarlanır.
- Beherde kalan çökeleğin tümü üzerine yıkama sıvısı püskürtülerek, çökeleğin süzgeç kağıdı üzerine aktarılması gerçekleştirilir.
- Çökeleğin pisetten püskürtülen yıkama sıvısı ile **kağıdın üst kenarından aşağıya doğru** dikkatlice **yıkanır**.
- Saf bir ayırım yapabilmek için süzme hızını ve verimini yüksek tutmak amacıyla, tüm bu işlemlerin çok büyük bir özen ve dikkatle yürütülmesi gerekmektedir. Özellikle nicel analiz çalışmalarında çok dikkatli olmak ön koşuldur.

Süzme işlemlerinde kullanılan süzgeç kağıdı hangi özellikleri taşımalıdır?

Piyasadaki süzgeç kağıtları, yaklaşık **50x50** cm² boyutlarında tabakalar halinde veya belirli yarıçaplarda **yuvarlak** kesilmiş olarak bulunurlar. Tabaka halinde satılan süzgeç kağıtları, **genel amaçlı** olup, çok büyük tanecikli çökeleklerin ayrılmasında kullanılabilirler. Ancak birçok durum için bu süzme işlemleri yeterli değildir. Yuvarlak kesilmiş süzgeç kağıtları ise, **değişik büyüklüklerde gözeneklere** sahiptirler.

Bu tür süzgeç kağıtlarının, gözenek boyutları, üretici firmalar tarafından **farklı renkler** veya **farklı numaralar** ile üzerlerinde belirtilmiştir. Örneğin **Whatman** süzgeç kağıtları "**numaraları**" ile **Schuell** süzgeç kağıtları ise, "**renkli bantları**" ile gözenekleri hakkında fikir verirler. Şöyle ki:

- **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 kullanılırlar.



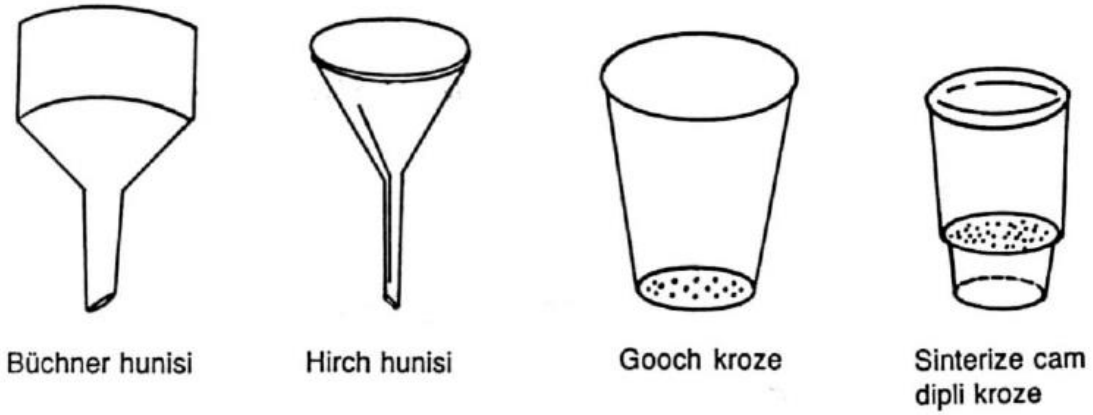
Şekil 1: Normal Süzme (Sol) ve Aktarma veya Dekantasyon (Sağ)

Vakum Altında Süzme

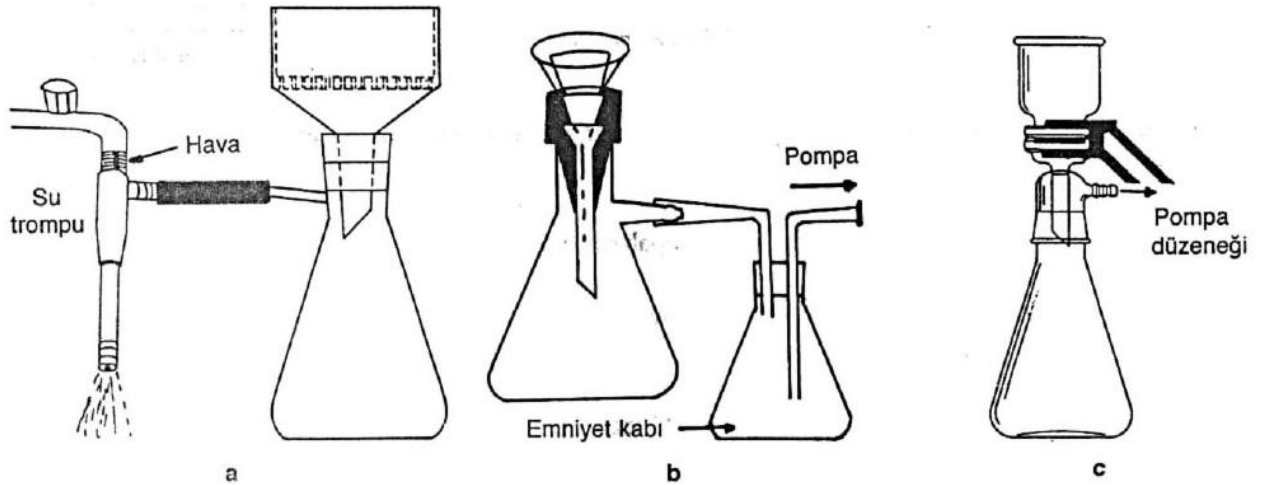
Süzme işlemini **çabuklaştırmak** için, süzgeç altından bir su trompu veya vakum pompası yardımı ile **hava boşaltılır**. Vakum altında süzme işleminde, toplama kabı olarak vakum uygulanmasına uygun niteliklerde ve biçimde yapılmış "**Nucheerleni**" kullanılır. Süzgeç görevini ise, **Büchner hunisi**, **hirsch hunisi** ve çeşitli **süzme krozelerinden** biri üstlenebilir. (Şekil 2'de vakum süzmelerinde kullanılan başlıca süzgeçler toplu halde gösterilmektedir.)

- **Büchner hunisi:** Dibi geniş ve delikli porselen süzgeç. Gerektiğinde huni dibine süzgeç kağıdı yerleştirilebilir.

- **Hirsch hunisi:** Dibe doğru daralan, dibi gözenekli cam huni. **Çökelek miktarı az** olduğundan tercihen kullanılır.
- **Gooch krozesi:** Dibi delikli porselen kroze. Tabanında ince çökelekleri süzmek için, gözenekli camdan bir disk bulunur.
- **Sinterize cam dipli kroze:** Sinterize gözenekli camdan bir tabanı vardır. **İri, orta ve küçük** tanecikli çökelekler için **farklı gözenek boyutlarına** sahip türleri vardır.



Şekil 2: Vakum Süzmesinde Kullanılan Süzgeçler.



Şekil 3: Su Trompu Yardımı İle Büchner Hunisiyle Süzmenin Şematik Gösterilişi
(b) Vakum Pompası Yardımı İle Hirsch Hunisiyle Süzmenin Şematik Gösterilişi
(c) Vakum Pompası Yardımı İle Sinterize Cam Dipli Krozeden Süzme Düzeneği

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Deney Tüpü

Baget

Beher

Huni

Spor ve Halka

Süzgeç Kağıdı

Santrifüj

Damıtma Düzeneği

0,1M BaCl₂ (baryum klorür)

0,1M Na₂SO₄ (sodyum sülfat)

Deneyin Yapılışı:

A. Dekantasyon:

iki ayrı tüpten birincisine 2mL 0,1M BaCl₂ çözeltisi, ikincisine tüpe 2mL 0,1M Na₂SO₄ çözeltisi koyulur. Sonrasında bu iki çözelti bir tüpte karıştırılır. Karıştırma sonrasında tüpte BaSO₄ çöker. Çöken tuzun tüpün dibine iyice inmesi beklenir. Çökme işlemi tamamlandıktan sonra bir baget yardımı ile sıvı faz bir behere aktarılır. Bu sırada tüpü sallamamaya dikkat edilmelidir. Çalkalanma sonucu katı ve sıvı faz birbirine yeniden karışabilir.

B. Süzme:

Süzmede kullanılacak süzgeç kağıdı huninin çapına uyacak şekilde dairesel kesilerek dörde katlanır. Her katlama hafifçe dairenin merkezinden kaydırılarak yapılır. Sonra bir tarafta 3 kat, diğer tarafta tek kat kalacak şekilde açılır ve koni şekline getirilir. Süzgeç kağıdı damıtık su ile biraz nemlendirilerek huniye yerleştirilir. Kağıt ile huni arasında hiç hava kabarcığı kalmamasına dikkat edilmelidir. Bir halka yardımı ile huni spora bağlanır ve süzüntü için altına bir beher yerleştirilir. Huninin alt kısmının beher çeperine değmesi sıçramaları engelleyerek daha dengeli bir süzme işlemi sağlayacaktır. Süzme işlemi uygulanacak olan karışım bir baget yardımı ile huniye dikkatlice aktarılır. Hunideki sıvı seviyesi asla süzgeç kağıdı seviyesini geçmemelidir. Sıvı fazın çoğu süzüldükten sonra kalan karışım katı fazın da alınabilmesi için çalkalanarak bir seferde huniye aktarılmalıdır. Daha hızlı süzme işlemleri için su trombu ve vakum uygulanabilir. Bu durumda süzme işlemi buhner hunisi ve nuçe erleni kullanılarak yapılmalıdır.

Deney No: 2 Kristallendirme

Teori:

Kristallendirme katı karışımlardaki bileşenleri birbirinden ayırmakta ve bu bileşenleri saflaştırmada kullanılan bir yöntemdir. Kristallenme ile ayırmaya **ayrimsal kristallendirme** ve saflaştırmaya ise **kristallendirme** denir ve temelde aynı işlemleri içerir. Kristallendirme, oda sıcaklığında katı olan maddelerin saflaştırılmasında yaygınca kullanılan bir yöntemdir.

Yöntem temel olarak, sıcaklığın düşürülmesi ile çözünürlüğün azalması prensibine dayanır. Sıcaklık artırıldığında kristallenmesi istenen katının çözünmesi ancak uzaklaştırılmak istenen safsızlıkların çözünmemesi beklenir. İdeal bir kristallendirmede safsızlık yaratan maddeler sıvıda kalırken katı madde temiz kristaller halinde çöker. Kristallendirme ile saflaştırmada izlenen yol genel olarak şöyledir.

1. Katı madde çözücünün kaynama noktasında çözülür.
2. Çözünmeyen maddeler çözelti sıcakken süzülür.
3. Sistem mümkün olduğu kadar yavaş soğumaya bırakılır.
4. Soğuma tamamlandıktan sonra oluşan kristaller süzülür
5. Kristallere yapışmış olan çözücü kristalleri çözmeyen kolay buharlaşabilen bir sıvı ile yıkanır.
6. Elde edilen kristaller uygun bir kurutma yöntemi ile kurutulur.

İki katıdan her ikisi de aynı sıvıda çözüldüğü halde, sıcaklıkla çözünürlüklerinin değişimi birbirinden farklı ise bunların oluşturulduğu karışım soğutulursa öncelikle sıcaklıkla çözünürlüğü fazla değişen kristallenerek karışımdan ayrılır. İki maddenin sıcaklıkla çözünürlükleri ne kadar farklıysa ayırma o oranda daha iyi gerçekleşir. Kristallendirme işlemi uygulanacak katının; belirli bir çözücüde sıcakta çözünüp, soğukta çözünmemesi gerekir. Bunun için saflaştırılacak katı uygun bir çözücüde ısıtılarak doygun çözeltisi hazırlanır ve sıcak çözelti süzülerek çözünmeyen safsızlıklar uzaklaştırılır. Sıcak çözeltide bulunan maddenin kristallenmesini sağlamak için şu işlemlerden biri uygulanır:

- Çözelti soğutulur.
- Çözelti aşırı doymuş hale getirilir.
- Çözünenin çözünmediği ikinci bir çözücü eklenir.

- Çözünenin buharlaşmayacağı durumlarda çözücünün bir kısmı buharlaştırılır.

Oluşan saf kristaller süzülerek alınır, çözeltide ise çözünür safsızlıklar kalır. Bu şekilde elde edilen kristaller yeteri kadar saflıkta değilse, başka çözücü yada çözücü sistemleri kullanarak yeniden kristallendirme işlemi yapılır. Ayrımsal kristallendirme işleminde ise, katı karışımdaki bileşenlerden birinin daha az diğerinin daha çok çözüldüğü bir çözücü belirlenir ve bu çözücüde katı karışım ısıtılarak çözülür ve sıcakken süzülür. Çözelti soğutulurken önce, çözücüde daha az çözünen maddenin saf kristalleri, çözeltinin daha çok soğutulması ile daha çok çözünen maddenin saf kristalleri oluşur. Elde edilen kristaller ayrı süzme işlemleri ile çözeltiden alınır.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Erlen

Huni

Süzgeç Kağıdı

Aktif Kömür

Saf Su

Benzoik Asit

NaCl (sodyum klorür)

KNO₃ (potasyum nitrat)

Maske

Atık Toplama Beheri (benzoik asit)

Deneyin Yapılışı:

1g kristallendirilecek madde toz haline getirilir ve erlene boşaltılır. Madde, minimum hacimdeki çözücünün (katı maddenin yüzeyini kaplayacak kadar) kaynama noktasında erlen içerisinde çözünür. Erlen su banyosu veya bir ısıtıcıda yavaş yavaş karıştırılarak ısıtılır. Eğer madde tamamen çözünmediyse bir miktar çözücü ilave edilir. Çözücü ilavesine madde tamamen çözününceye kadar devam edilir. Çözelti renklenirse aktif kömürden vakum trombu ile süzülür. Bu süzmeden sonra rengin kaybolduğu görülecektir. Daha sonra sıcak çözelti tekrar süzülür. Maddenin bir kısmının filtre kağıdında kristallenmemesi için süzme işlemi çok hızlı yapılmalıdır. Sıcak süzme işlemlerinde kullanılan tüm aparatların aynı sıcaklığa getirilmiş saf su ile yıkanması filtre kağıdı ve cam malzemelerde ani soğumaya bağlı kristallenmeyi

engelleyecektir. Eđer özelti hızlı sođutulursa (musluk suyuna tutarak veya buz banyosunda) kristaller ok küçük olur ve buda yüzey alanı genişleyen kristallerin safsızlıkları tutmasını kolaylaştırır. Kristallenme süresince erlen hareket ettirilmemelidir. Eđer kristallendirme olmuyorsa o maddeden birkaç kristali özeltiye ilave edilir veya cam bagetle erlenin iç eperi çizilir. Oluşan kristaller süzülerek alınır. Süzme işlemi vakumda yapılırsa kristalleri kurutmak daha kolay olur. En son işlem kristallerin kurutulmasıdır. Bu amaçla vakum etüv kullanılır. Düşük basın ve düşük sıcaklıkta maddenin bozunması da önlenmiş olur.

Ayrımsal Kristallendirme:

Sodyum klorür (NaCl) ile potasyum nitrat (KNO₃) tuz karışımının ayrılması ayrımsal kristallendirme işlemi ile gerçekleştirilir. Bunun için tuz karışımı suda özülür, ısıtılır ve süzülür. özelti sođutulurken önce daha az özünen NaCl öker, KNO₃ suda özölmüş olarak kalır. Kalan bu özelti daha da sođutularak KNO₃ 'ın kristallenmesi sağlanır. Böylelikle NaCl ile KNO₃ tuzları ayrılmış olur.

Deney No: 3 Çekme (Ekstraksiyon)

Teori:

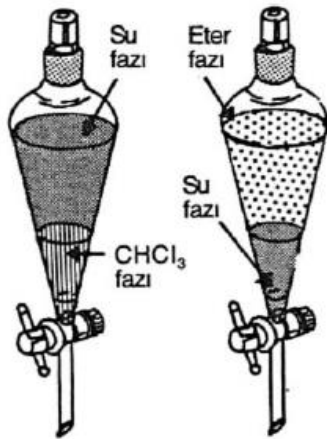
Homojen bir karışımdan bir (veya bir grup) maddeyi ayırmak için "çekme" işlemi uygulanır. Bu işlem "hem organik fazda hemde su fazında çözünebilen bileşiklerin, sulu fazdan organik faza aktarılması" için yapılır.

Bu işlemde yararlanılan temel prensip, organik faza çekilmesi istenen maddenin, su ve organik fazlardaki çözünürlüğü doğrultusunda bir dağılım göstermesidir.

Çekme işlemi nasıl gerçekleştirilir?

Herhangi bir **A** bileşiğinin sulu bir çözelti içinde olduğunu varsayalım.

- A maddesini sudan kurtarmak için, sulu çözelti bir **ayırma hunisine** alınır.
- Ayırma hunisine "**A**" maddesinin çözünmesine elverişli, ancak **su ile karışmayan** bir **çözücü** (organik bir sıvı) ilave edilir.
- Ayırma hunisindeki **heterojen karışım** kuvvetle çalkalanarak, huninin **basıncı** boşaltılır.
- Heterojen karışım dinlenmeye bırakılır ve **fazların ayrılması** sağlanır.
- Şayet sulu çözeltiye eklenen **organik çözücü** sudan **hafifse** (eter, benzen vb.), o takdirde **sulu faz altta** kalır. Şayet organik çözücü sudan ağırsa (kloroform, karbontekraklorür vb.), o takdirde **sulu faz üstte** yer alır.
- Ayırma hunisinin musluğu açılarak fazlar **ayrı bir kapta** toplanır.



Şekil 4: Kloroform (sol) ve Eterle (sağ) Çekme (Ekstraksiyon).

Ayırma Hunisi İle Kristal Violeyi Kloroform İçine Çekme İşlemi

Deneyin Amacı:

Bu deneyle ayırma hunisinin **kullanımına** ve **ayırma işlemine ilişkin pratik** yapılması amaçlanmıştır.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Baget,

Beher,

Ayırma hunisi,

Spor ve Halka,

Kristal viole,

Kloroform (CHCl_3),

Deneyin Yapılışı:

- Bir toplu iğne başı büyüklüğünde **kristal violeyi 30 mL** suda çözerek, çözeltiyi iki eşit kısma ayırınız.
- Çözeltinin **15 mL**'lik bölümünü, temiz ve kuru bir ayırma hunisine (125 mL) aktararak üzerine **15 mL kloroform** ekleyiniz. Heterojen çözeltiyi bu kesimde öğrendiğiniz gibi çalkalayarak, bir halka içine yerleştireceğiniz ayırma hunisini dinlenmeye bırakınız.
- Çözeltinin ikinci **15 mL**'lik bölümünü, **5'er mL**'lik **kloroform** ile **üç ardışık** çekme işlemine tabi tutunuz. Kloroform ve su fazlarını biraraya toplayınız.

Çekme İşlemi İle Naftalin ve Benzoik Asit Karışımının Ayrılması

Deneyin Amacı:

Bu deneyle **asidik ve nötr** nitelikte **iki maddenin** çekme yöntemi ile ayrılmalarını sağlamak amaçlanmıştır.

Genel Bilgiler

Size 50 mL eterde çözülmüş 1 gram **naftalin** ve 1 gram **benzoik asit** çözeltisi verildiğini varsayalım. **Sözkonusu çözeltilerden naftalin ve benzoik asit sadece çekme yöntemi kullanılarak nasıl ayrılabilir?** Bu çekme işleminde benzoik asitin "**asidik**" özelliğinden yararlanır. Yani önce benzoik asit (tuzuna çevrilerek), su fazına alınır ve ardından ortam **yeniden asitlendirilerek**, saf benzoik asit elde edilir.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Naftalin,

Benzoik asit,

%25'lik NaOH,

Seyreltik HCl,

Eter,

Baget,

Beher,

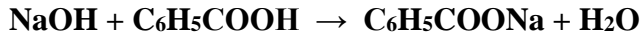
Ayırma hunisi,

Spor ve Halka,

Deneyin Yapılışı:

İşlem 1

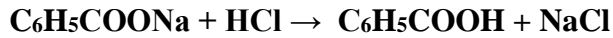
- Karışımı ayırma hunisine koyarak, üzerine **25 mL %10'luk NaOH** ilave ediniz.
- Dikkatlice çekme işlemi yapınız. Bu işlem sonunda, benzoik asitle NaOH'ın etkileşim ürünü olan sodyum benzoat su fazında yer alır.



- Ayırma hunisi bir halka üzerine yerleştirilerek **fazların ayrılması** sağlanır.
- Fazlar ayrıldıktan sonra, altta yeralan su fazı önce temiz bir behere, daha sonra **yeni bir ayırma hunisine** aktarılır.
- Eter fazında kalan **naftalinin, eteri uçurularak**, saf halde elde edilir.

İşlem 2

- Su fazındaki **sodyum benzoat** tuzunu, yeniden **benzoik asite** dönüştürmek için, **asit** ilave edilmelidir. Bu amaçla su fazına **25 mL seyreltik HCl** ilave edilir.
- Heterojen karışımı dikkatle çalkalanarak, oluşan fazla basınç musluk yardımı ile giderilir. Bu işlem sonunda **benzoik asit** yeniden **rejenere** olarak **eter** fazına geçer.



Su fazı

Eter fazı

Su fazı

- Eter fazına geçen **benzoik asit**, çözücünden buharlaştırma yoluyla kurtarılır ve **saf benzoik asit** elde edilir.
- Elde edilen **benzoik asit ve naftalinin** safliklarını tayin için **erime noktaları** saptanır.

Deney No: 4 Basit Destilasyon

Teori:

Doğada bulunan yada laboratuvarında sentezlenerek elde edilen maddelerin hemen hepsinde istenilen maddelerin dışında farklı maddeler de bulunmaktadır. Bunlara safsızlık yapan maddeler (safsızlıklar) denir. Kimyada, içerisinde herhangi bir şekilde safsızlık bulunan maddeler istenildiği gibi tanımlanıp, amaçlarına uygun olarak kullanılamazlar. Dolayısıyla bu safsızlıklardan kurtulup saf madde elde etmek için katı, sıvı ve gazlar için farklı yöntemler bulunmaktadır. Destilasyon **sıvılar için** basit, etkili ve çok kullanılan bir ayırma yöntemidir. Bu yöntemle, çok düşük madde miktarlarından endüstriyel ölçekte miktarlara kadar ayırma yapmak mümkündür.

Destilasyon işlemi, maddeyi buharlaştırıp, daha sonra oluşan buharı yoğunlaştırıp başka bir kaptan toplamaya dayanır. Böylelikle farklı kaynama noktalarına sahip sıvılar sıra ile uygun sıcaklıklarda buharlaştırılıp birbirlerinden ayrılırlar. Kimi özel durumlarda (çok yakın kaynama noktalarına sahip sıvıları, çabuk bozulan maddeleri vb.) birbirlerinden ayırmak için farklı destilasyon yöntemleri kullanılmaktadır. Bunlar **ayrimsal (fraksiyonel) damıtma, su buharı ile damıtma, vakum ile damıtma** olarak adlandırılır.

Destilasyon sıvıların **saflaştırılmalarında** ve **sıvı karışımlarının ayrılmalarında** kullanılan en temel yöntemdir.

Bu yöntemle,

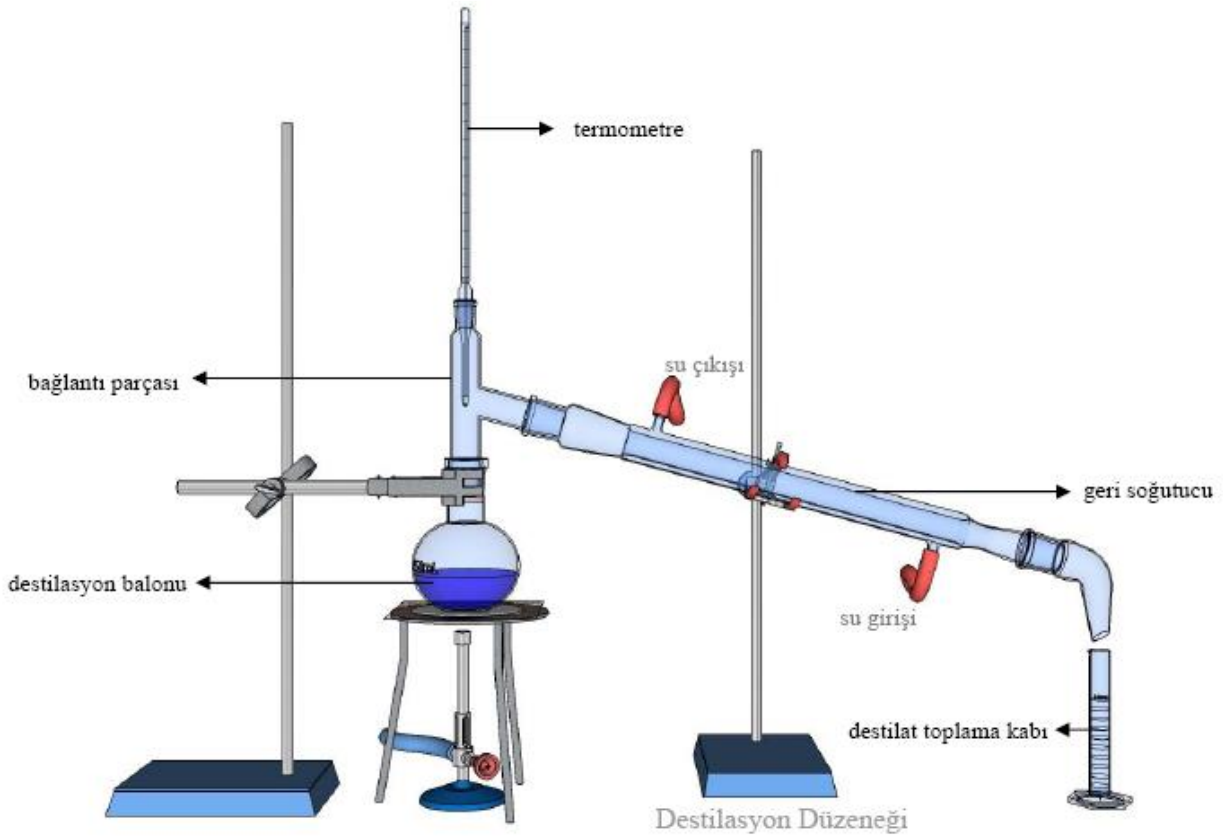
- **Farklı uçuculuklara** sahip sıvıların oluşturduğu karışımların, bileşenlerine ayrılması
- Bir sıvının **uçucu olmayan** bileşenlerden **ayrılması**,
- Sıvının **saflaştırılması** gerçekleştirilir.

Saf Maddelerin Kaynama Noktası:

Kapalı kaba konulmuş bir sıvı bulunduğu kaptan sıcaklığa bağlı olarak buharlaşmaya ve sıvıya bir basınç uygulamaya başlar ve bir süre sonra basınç belirli bir değere ulaşır. Kaydedilen bu değere maddenin o sıcaklıktaki buhar basıncı denir. Buhar basıncının dış basınca eşit olduğu sıcaklığa **kaynama noktası**, 1 atmosferde ulaştığı sıcaklığa ise o maddenin **normal kaynama noktası** denir. Her sıvının 760mmHg de kendine özgü kaynama noktası vardır. Örneğin, herkesin bildiği gibi bu değer saf su için 760mmHg'de 100°C dir.

Basit destilasyon işlemi için aşağıdaki şekil 5’de gösterilen düzenek kullanılır. **Basit destilasyon** işlemine yönelik şu noktalar vurgulanmalıdır:

- Destilasyon işlemi sonunda geriye kalan kesime "**artık**", buharlaştıktan sonra, soğutucuda sıvılaştırılarak toplama kabında toplanan kesime "**damıtık sıvı**" veya "**destilat**" denir.
- **Damıtma** işleminde damıtma balonunun dibine mutlaka **kaynama taşı** konulmalı ve **termometre** şekil’de gösterilen **seviyede** tutulmalıdır.
- **Basit damıtma**, saf sıvıların **kaynama noktalarının** saptanmasında ve uçuculuğu düşük veya hiç olmayan maddelerle karışmış **sıvıların saflaştırılmasında** kullanılabilir.



Şekil 5: Basit destilasyon deney düzenegi.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Yoğunlaştırıcı (kondenser veya geri soğutucu),

Destilasyon balonu,
Termometre (200°C lik),
Mezur 100mL,
Hortum,
Huni,
Kaynama taşı (yada camı),
CuSO₄ (bakır sülfat).

Deneyin Yapılışı:

Deney düzeneği şekil 5’de gözüktüğü gibi kurulur. Var olan destilasyon düzeneği şekildeki gibi “**şilif**”li olabileceği gibi lastik contalar yardımıyla bağlanabilen türde de olabilir. İçine kaynama taşı yada kaynama camı atılmış destilasyon balonu iyice sabitleştirildikten sonra lastik conta yardımıyla yoğunlaştırıcıya (**kondenser** veya **geri soğutucu**) tutturulur ve sabitlenir. Yoğunlaştırıcıya gelen su hortumu alt kısımdan, çıkış hortumu ise üst kısımdan bağlanır. Sistemin sabitliği tekrar kontrol edildikten sonra %5 lik CuSO₄ çözeltisi huni yardımıyla üstten destilasyon balonuna dökülür ve lastik contaya tutturulmuş termometre dikkatlice balonun üst kısmına yerleştirilir. Burada dikkat edilmesi gereken termometrenin civa haznesinin destilasyon balonunun yoğunlaştırıcıya bağlantı boynunun çıkış noktasından ~0,5cm aşağıda olmasıdır. Yoğunlaştırıcıya su geçişi sağlandıktan sonra sistem amyantlı tel üzerinde bek alevinde yavaş yavaş ısıtılmalıdır. Çözelti kaynamaya başladıktan sonra şiddetli kaynamaya izin verilmeden destilat dereceli silindir içerisine toplanır. Destilatın mezur içerisine toplanma hızı basit destilasyon için dakikada 30-60 damla olmalıdır. Balon içerisindeki çözelti miktarı 20mL kalıncaya kadar işleme devam edilir. Deneyde kullanılan bakır sülfat çözeltisi bir sıvı-sıvı karışımı değildir. Buna karşın mavi renkli çözeltisinden destilasyon sonucunda su uzaklaştırılarak berrak destilatın gözlenmesi ayrılmanın gerçekleştiğini görsel olarak vurgulamaktadır.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Saat Camı,
Beher,
Huni,
Spor ve Halka,
Süzgeç Kağıdı,
Katı iyod,
CuSO₄ (bakır sülfat).

Deneyin Yapılışı:

1g CuSO₄ ve 1g katı iyod bir beher içinde karıştırılır. Bu karışımdan bir miktar saat camına alınır. Süzgeç kağıdı üzerinde toplu iğne kullanılarak bir kaç defa delinir. Delinen bu süzgeç kağıdı saat camının üzerine konur. Daha sonra **ters** çevrilmiş bir **huni** kullanılarak deney düzeneği şekil 6'da gözüktüğü gibi kurulur. Saat camının alttan yavaşça **ısıtılmasına** başlanır. Isıtma nedeniyle oluşan **buhar** süzgeç kağıdından geçerek soğuk huni yüzeyine çarparak, **huni** yüzeyinde **süblime** olur. Katı iyod huni yüzeyinde parlak kristaller şeklinde ayrıştırılır. Böylece toz (CuSO₄ ve katı iyod) bir karışımdan katı iyod **süblimleşme yoluyla** saflaştırılarak ayrıştırılmış olur.

Deney No: 6 Çözelti Hazırlama

Teori:

İki veya daha fazla bileşenin birbirleri içersinde dağılarak oluşturdukları homojen karışıma **çözelti** denir. Çözeltilerin bileşimleri homojenlikleri kaybolmaksızın sınırlı olarak değiştirilebilir. Çözeltiyi oluşturan bileşenlerden genellikle miktarca fazla olana **çözücü** diğerlerine **çözünen** adı verilir. Çözücü ve çözünen katı, sıvı veya gaz oluşana göre çözelti tipleri çizelgede görülmektedir.

Çözelti Adı	Çözücü	Çözünen	Çözücü	Çözünen
Sıvı çözelti	Sıvı	Katı	Su	Bakır Sülfat
	Sıvı	Sıvı	Su	Etil Alkol
	Sıvı	Gaz	Su	Karbondioksit
Katı çözelti	Katı	Katı	Bakır	Gümüş
	Katı	Sıvı	Çinko	Civa
	Katı	Gaz	Paladyum	Hidrojen
Gaz çözelti	Gaz	Katı	-	-
	Gaz	Sıvı	-	-
	Gaz	Gaz	Azot	Oksijen

Çözeltiler oluşturdukları homojen fazlara göre sıvı, katı ve gaz çözeltiler olarak adlandırılırlar. Gaz çözeltiler yerine gaz karışımları terimini kullanmak daha uygundur.

Derişim, belirli miktarda çözelti yada çözücüde çözünen madde miktarını gösteren bir ölçüdür. Derişimler çeşitli birimler ile ifade edilir. Bunlardan molarite (M), normalite (N), molalite (m), mol kesri (x), kütle yüzdesi (% a/a), ve hacim yüzdesi (% h/h) yaygın olarak kullanılan derişim birimleridir

$$M \text{ (molarite)} = \frac{n(\text{mol})}{V(l)}$$

Litrede çözünmüş maddenin mol miktarıdır.

n :çözünenin molü
V :çözeltinin hacmi

$$N \text{ (normalite)} = \frac{n(\text{mol})/t}{V(l)} = M / t$$

Litrede çözülmüş maddenin eşdeğer gram sayısıdır.

n :çözünenin molü
 V :çözeltinin hacmi
 t :tesir değeri

$$m \text{ (molalite)} = \frac{n(\text{mol})}{M_c(\text{Kg})}$$

1000g çözücüde çözülmüş maddenin mol miktarıdır.

n :çözünenin molü
 M_c :çözenin kütlesi

$$m \text{ (mol kesri)} = \frac{n(\text{çözünen})}{n(\text{çözünen}) + n(\text{çözen})}$$

Çözeltideki bileşenlerden birinin diğerlerine molce oranıdır.

n :mol

$$x \text{ (kütle yüzdesi)} = \frac{m(\text{çözünen})}{m(\text{çözelti})} \times 100$$

Çözünenin çözeltideki kütlece yüzde miktarıdır.

m :kütle (g)

$$x \text{ (hacim yüzdesi)} = \frac{V(\text{çözünen})}{V(\text{çözelti})} \times 100$$

Çözünenin çözeltideki hacimce yüzde miktarıdır.

V :hacim (mL)

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Beher,

Pipet,

Balonjoje (100mL)

Saat camı

Huni

Şişe (etiketli 3adet)

Puar

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (bakır sülfat / göz taşı)

Na_2CO_3 (sodyum karbonat)

CH_3COOH (asetik asit)

Deneyin Yapılışı:

0,05M Bakır Sülfat (CuSO₄) çözeltisinin hazırlanması:

100mL 0,05M Bakır Sülfat çözeltisi hazırlamak için gerekli 5 kristal sulu bakır sülfat (CuSO₄·5H₂O) tuzunun miktarı hesaplanır. Hesaplar laboratuvar sorumlusu tarafından denetlenir. Hesaplanan CuSO₄·5H₂O kütlesi temiz ve kuru bir saat camı üzerine ±0,01g duyarlılıkla tartılır. Tartılan tuz 100mL lik bir balon jojeye bir kalitatif huniden aktarılır. Saat camı, huni ve balon joje boynunda kalan katı artıkları pisetten püskürtülen az miktarda su ile yıkayarak balonjojenin tabanına indirilir. Balon jojeye azar azar su eklenir ve balon joje dairesel olarak çalkalanarak tüm katı kristallerini çözünmesi sağlanır. Su ekleme işlemi sırasında balonjoje hacminin 2/3 ünde fazlası doldurulmaz. Balonjoje ölçek çizgisine yaklaşıp dek damıtık su eklenir ve su ekleme işlemi çözeltinin oluşturduğu menisküsün tabanı ölçek çizgisiyle çakışana dek bir pipetle damla damla akıtarak devam edilir. Balon jojenin kapağını sıkıca kapatılıp birkaç kez alt üst ederek içindeki çözelti iyice karıştırılır. Hazırlanan çözelti temiz ve kuru bir şişeye aktarılır ve etiketlenir. Bu çözelti fosfor yanıkları içeren kazalarda kullanılmak üzere şişelenir, oluşturma tarihiyle birlikte etiketlenir.

%1(a/h)'lik Sodyum Karbonat (Na₂CO₃) çözeltisinin hazırlanması:

Kütle bölü hacimce %1 lik 100mL Na₂CO₃ çözeltisi hazırlamak için gerekli olan Na₂CO₃ miktarı hesaplanır ve laboratuvar sorumlusuna bildirilir. Hesaplanan Na₂CO₃ kütlesi temiz, kuru bir saat camı üzerine ±0,01g duyarlılıkla tartılır. Tartılan Na₂CO₃ 100mL lik bir balonjojeye boşaltılır. Saat camında kalan katı artıklar saf su ile yıkanarak balon jojeye boşaltılır. Balon jojedeki karışım tüm katı madde çözünene dek karıştırılır ve hacmi balonjojenin hacim çizgisi tamamlayıncaya kadar saf su ilave edilerek 100mL ye tamamlanır. Hazırlanan çözeltinin molaritesi hesaplanır. Bu çözelti asit yanıkları içeren kazalarda kullanılmak üzere şişelenir, oluşturma tarihiyle birlikte etiketlenir.

0,1N Hidroklorik Asit (HCl) çözeltilerinin hazırlanması:

Ticari derişik hidroklorik asit kabı üzerinde yazılı olan mol kütlesi, kütle yüzdesi ve yoğunluk bilgilerinden yararlanarak derişik çözeltinin molaritesi ve normalitesi hesaplanır. 100mL 0,1N seyreltik HCl çözeltisi hazırlamak için gereken derişik hidroklorik asit çözeltisinin hacmi hesaplanır. Hesaplamalar laboratuvar sorumlusuna bildirilir. 100mL lik balon joje yarıya kadar

damıtık su ile doldurulur. Gereken hacimdeki deriřik HCl çözeltilisi puarlı bir pipet ile alınarak damla damla balonjojedeki su üzerine boşaltırken balonjoje dairesel olarak çalkalanır. Balonjoje ölçek çizgisine yaklařana dek damıtık su eklenir ve su ekleme iřlemine çözeltilinin oluřturduđu menisküsün tabanı ölçek çizgisiyle çakıřana dek bir pipetle damla damla akıtarak tamamlanması sađlanır. Balonjojenin kapađı sıkıca kapatılıp birkaç kez alt üst ederek içindeki çözeltili iyice karıřtırılır. Hazırlanan çözeltili temiz ve kuru bir řiřeye aktarılır ve etiketlenir. Hazırlanan çözeltilinin molaritesi hesaplanır. Bu çözeltili baz yanıkları iđer kazalarda kullanılmak üzere řiřelenir, oluřturma tarihiyle birlikte etiketlenir.

Deney No: 7 Asit- Baz (Nötralizasyon) Titrasyonları

Teori:

Pipet, büret ve balon joje gibi cam malzemeler kullanılarak yapılan kimyasal analizlere **volumetrik** analiz denir. Derişimi bilinmeyen bir numune mol sayısı çok iyi tespit edilebilen ikinci bir çözelti ile analiz edilebilir. Derişimi bilinen çözeltiye **standart çözelti** denir. Belli hacimde derişimi bilinen çözelti derişimi bilinmeyen çözeltiye ilave edilir. Bu olaya **titrasyon** denir. Titrasyon işlemi, bir maddenin konsantrasyonunun saptanmasında kullanılan bir analiz türüdür. Bürete standart çözelti (**titrant**) konur. Derişimi bilinmeyen çözelti erlene konur. Tepkime, stokiyometrik miktarlarda maddeler tepkimeye girince biter. Bu nokta, titrasyonda **eşdeğer nokta** olarak tanımlanır. Asit baz titrasyonunda eşdeğer nokta bir **indikatör** yardımı ile görülecektir. Bu amaçla fenolftalein kullanılacaktır. Bu indikatörün bazik rengi pembe asidik rengi ise renksizdir. Fenolftalainin renk deęiştirdiđi nokta **sonlanma (dönüm) noktası** olarak bilinir.

Deney 1- Derişimi Bilinmeyen Bir Asidin Analizi:

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Beher

Büret

Erlen

Mezür

Desikatör

Fenolftalein indikatör

$K(OOCC_6H_4COO)H$ (potasyum hidrojen ftalat)

NaOH (sodyum hidroksit)

H_2SO_4 (sülfürik asit)

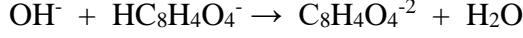
Deneyin Yapılışı:

NaOH çözeltisinin hazırlanması:

Sodyum hidroksit çok nem çekici (higroskopik) olduđu için ağırlığı sağlıklı olarak tespit edilemez. Bu nedenle derişimin çok duyarlı bir şekilde tespit edilebilmesi için bir asitle (primer standart) ayarlanması gerekir. Bu deneyde baz, kuru potasyum hidrojen ftalat

(K(OOCC₆H₄COO)H·2H₂O) ile ayarlanacaktır. Potasyum hidrojen ftalatın ağırlığı büyük, saflığı yüksektir ve higroskopik değildir.

Tepkime denklemi;



Ftalatın mol sayısı = ftalatın ağırlığı / molekül ağırlığı (204,2g)

Ftalatın mol sayısı = sodyum hidroksitin mol sayısı

$$M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = \text{Ftalatın mol sayısı}$$

$$\text{NaOH derişimi} = \text{Ftalatın mol sayısı} / V_{\text{NaOH}}$$

Daha sonra derişimi belli olmayan bir asit çözeltisinin derişimi ayarlanmış baz çözeltisi ile belirlenebilir.

$$M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = M_{\text{asit}} \times V_{\text{asit}} \text{ veya } = \text{NaOH in mol sayısı}$$

NaOH'ı ayarlarken farklı miktarda ftalat kullanılarak en az iki veya daha fazla titrasyon yapılır ve ortalamaları alınır.

Stok çözelti 0.2 M NaOH hazırlanması: 8g NaOH 10mL saf suda çözünür. Çözelti bir miktar Na₂CO₃ ün çökmesi için bekletilir. Çökelek oluşmuşsa derişik baz çözeltisi süzülerek balon jøjeye aktarılır ve hacmi 1 litreye tamamlanır.

Primer standart asidin hazırlanması: 10–15g potasyum hidrojen ftalat 110°C de etüvde birkaç saat kurutulur ve desikatörde soğumaya alınır. Yaklaşık 0,2- 0,4g arası kuru ftalat 0,001 duyarlılıkta tartılır. Tartılan asit 250mL lik bir erlene alınarak üzerine 50mL saf su eklenir ve çözünmesi sağlanır. Fenolftaleinden üzerine 2 damla damlatılır.

Primer asidin titrasyonu: Temiz bir büret alınarak iki defa 5mL sodyum hidroksit ile çalkalanır. İçerisine NaOH doldurulur ve 0 çizgisine denk getirilir. Baz erlen içerisindeki aside damla damla eklenir ve bu esnada erlen de çalkalanır. Eşdeğer noktasında yaklaşıldıkça asit çözeltisinde pembeleşmeler görünür ve kaybolur. Pembe rengin kaybolma hızındaki gecikme dönüm noktasına yaklaşıldığının işaretidir. Bu nokta eşdeğer noktanın kaçmaması için baz ilavesi daha dikkatli gerçekleştirilmelidir. Oluşan pembe renk 30 saniyeliğine kalıcı olduğu noktada titrasyon biter. Bu titrasyon işlemi faklı bir gramajdaki ftalat ile tekrarlanır ve bulunan derişimlerin ortalaması alınır.

Derişimi bilinmeyen bir asidin titrasyonu: derişimi bilinmeyen asit örneğinden 25mL alınır ve 2 damla fenolftalein damlatılır. Büret ayarlanmış (derişimi tam olarak tespit edilmiş) NaOH ile doldurulur ve titre edilerek eşdeğer noktası saptanır. Bilinmeyen numunenin titrasyonu 2 set çalışılır ve sonuç konsantrasyonlarının ortalaması alınır.

Bazı İndikatörler:

İndikatör	Asit rengi	pH		Baz rengi
Timol mavisi	Kırmızı	1,2	2,8	Sarı
Metil oranj	Kırmızı	3,1	4,5	Sarı
Brom krezol yeşili	Sarı	3,8	5,5	Mavi
Metil kırmızısı	Kırmızı	4,2	6,3	Sarı
Turnusol	Kırmızı	5,0	0,8	Mavi
Brom timol mavisi	Sarı	6,0	7,6	Mavi
Timol mavisi	Sarı	8,0	9,6	Mavi
Fenolftalein	Renksiz	8,3	10,0	Kırmızı
Alizarin sarısı	Sarı	10,0	12,1	Eflatun
Nötral Kırmızı	Kırmızı	6,8	8,0	Sarı

Uygunsuzluklar: Kullanılan malzemeler temiz ve kuru olmalıdır. Büret doldurulurken mutlaka huni kullanılır ve göz hizasında terazisi alınır. Büreti kullanırken hava kabarcığı kalmamasına ve musluğun altında kalan kısmın dolu olmasına dikkat edilir. Büret sol elle idare edilirken erlen sağ elle çalkalanır (solaklar için deęişir). Erlenin altına beyaz bir kâğıt konursa dönüm noktasında oluşacak renkler daha kolay görülür. Titrasyon sırasında erlenin ön yüzeyi pisetten püskürtülen saf suyla arada bir yıkanır.

Deney 2- Sirkede Asetik Asit Tayini:

Genel Bilgi: Bu deney sirkenin saflık derecesinin titrasyonla belirlenmesi amacıyla yapılmaktadır. Sirkedeki tüm asitliğin asetik asitten ileri geldiği kabul edilir.

Deney için kullanılacak madde ve malzemeler:

Büret

Erlen

Mezür

Fenolftalein indikatör

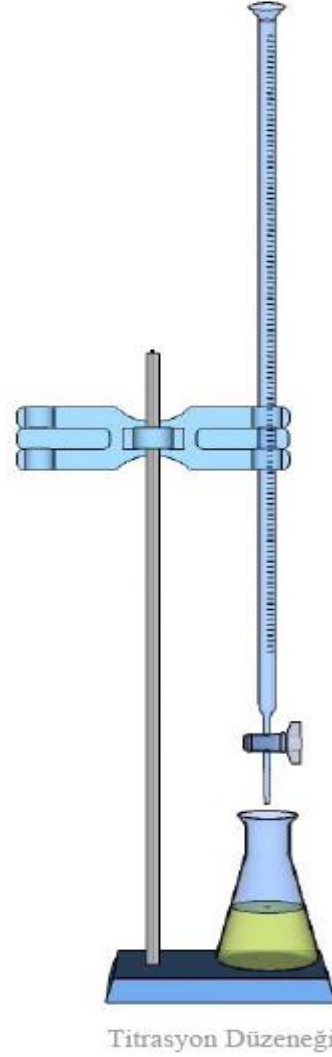
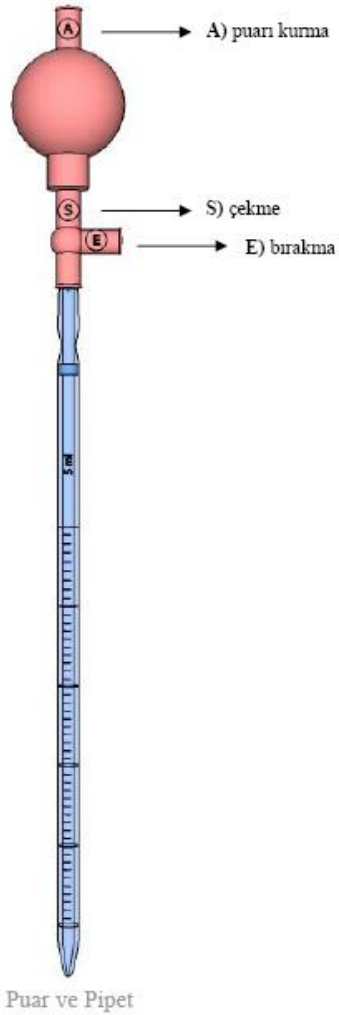
Sirke

NaOH (sodyum hidroksit)

Deneyin Yapılışı:

Bir erlen ierisine pipet yardımıyla 10- 20 mL sirke, mezur yardımıyla 30 mL safsu ve birkaç damla fenolftalein indikatörü konur. Bürete 0.2 M NaOH çözeltisi ile çalkalayarak doldurunuz ve spora tutturunuz. Titrasyon yaparak dönüm noktasını saptayınız. Aynı işlemleri birkez daha yaparak sonuçlarınızı not alınız.

$M_{\text{NaOH}} \times V_{\text{NaOH}} = M_{\text{asit}} \times V_{\text{asit}}$ formülünden asetik asidin Molar konsantrasyonu ve % konsantrasyonu bulunur.



Kaynaklar

- Genel Kimya Laboratuvarı Deneyleri, **Zonguldak Karaelmas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Dr. Sefa KOCABAŞ, Uzm. Zekeriya DOĞAN, 2008**
- Genel Kimya Laboratuvarı, **Karaelmas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Yrd. Doç. Dr. Yakup Baran, Zonguldak 1995**
- Ayırma ve Saflaştırma İşlemleri, **Anadolu Üniversitesi Açıköğretim Fakültesi Yayınları, Prof.Dr. D. Lale Zor**
- Fen Bilgisi Laboratuvar Deneyleri, **Anı Yayıncılık, Editor Yazar Doç. Dr. Tohit Güneş, Ankara 2006**