

**T.C.
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

GIDA TEKNOLOJİSİ

**GIDALARDA GRAVİMETRİK
ANALİZLER 1
541GI0080**

Ankara, 2011

-
- Bu modül, mesleki ve teknik eğitim okul/kurumlarında uygulanan Çerçeve Öğretim Programlarında yer alan yeterlikleri kazandırmaya yönelik olarak öğrencilere rehberlik etmek amacıyla hazırlanmış bireysel öğrenme materyalidir.
 - Millî Eğitim Bakanlığınca ücretsiz olarak verilmiştir.
 - **PARA İLE SATILMAZ.**

İÇİNDEKİLER

AÇIKLAMALAR	ii
GİRİŞ	1
ÖĞRENME FAALİYETİ-1	3
1. GRAVİMETRİK ANALİZ	3
1.1. Gravimetriye Giriş	3
1.2. Gravimetrik İşlemler	4
1.2.1. Numunenin Analize Hazırlanması	4
1.2.2. Çöktürme ve Olgunlaştırma (Dinlendirme)	6
1.2.3. Süzme ve Yıkama	8
1.2.4. Kurutma ve Yakma	15
1.2.5. Analiz Sonucunun Hesaplanması	17
1.3. Gravimetrik Analizde Hata Kaynakları	24
UYGULAMA FAALİYETİ	25
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	36
ÖĞRENME FAALİYETİ - 2	42
2. SÜLFAT TAYİNİ	42
2.1. İlkesi	42
2.2. Kullanılan Araç ve Gereçler	42
2.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler	42
2.4. Deney İşlem Basamakları	43
2.5. Sonuç ve Hesaplama	44
UYGULAMA FAALİYETİ	46
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	57
MODÜL DEĞERLENDİRME	61
CEVAP ANAHTARLARI	66
KAYNAKÇA	68

AÇIKLAMALAR

KOD	541GI0080
ALAN	Gıda Teknolojisi
DAL / MESLEK	Gıda Kontrol / Gıda Laboratuvar Teknisyeni
MODÜLÜN ADI	Gıdalarda Gravimetrik Analizler 1
MODÜLÜN TANIMI	Bu modül, gravimetrik işlem basamaklarını uygulayabilme, gravimetrik sülfat tayini yapabilme yeterliğinin kazandırıldığı öğrenme materyalidir.
SÜRE	40/32
ÖN KOŞUL	Analiz Öncesi Hazırlıklar, Çözelti Hazırlama, Analiz Sonrası İşlemler modüllerini başarmış olmak
YETERLİK	Gıdalarda gravimetrik analizleri yapmak
MODÜLÜN AMACI	Genel Amaç Bu modül ile gerekli bilgileri alıp uygun ortam sağlandığında analiz metoduna uygun olarak gıdalarda gravimetrik analizleri yapabileceksiniz. Amaçlar 1. Analiz metoduna uygun olarak numune alıp gravimetrik işlem basamaklarını uygulayabileceksiniz. 2. Sülfat tayini yapabileceksiniz.
EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI	Kimya laboratuvarında, BaCl ₂ numunesi, havan veya öğütücü, numune kabı, hassas terazi, etüv, desikatör, maşa, beher veya erlen, su banyosu, cam baget, büret veya pipet, kısıkaç, mezür, balon joje, saat camı, süzgeç kâğıdı, huni, spor, halka, piset, damlalık, porselen kroze, bunzen beki, kil üçgen veya tel kafes, üç ayak, spatül, mavi bant süzgeç kâğıdı, 6 M HCl, % 10'luk BaCl ₂ reaktifi, % 10 luk Na ₂ SO ₄ reaktifi, Na ₂ SO ₄ numune çözeltisi
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	Modülün içinde yer alan her faaliyetten sonra, verilen ölçme araçları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek kendi kendinizi değerlendireceksiniz. Öğretmen modülün sonunda, ölçme aracı (test, çoktan seçmeli, doğru-yanlış, vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

GİRİŞ

Sevgili Öğrenci,

Gıda endüstrisinde ürün yönünden çeşitlilik gün geçtikçe artmaktadır. Son ürünün dayanıklı, güvenilir ve çeşitli olması; ambalajlamada tüketicinin aradığı niteliklerin, arz biçiminin, çeşitlenme gereksinimlerinin önem kazanması gibi faktörler gıda endüstrisine verilen önemi gün geçtikçe artırmaktadır. Bu durum üretici firmalar arasındaki rekabeti körükleyerek endüstriye yeni bir yön vermekte ve hızla gelişmesine yardımcı olmaktadır. Bu gelişmeler doğrultusunda sektörde nitelikli ara eleman ihtiyacı artmaktadır.

Gıda kontrol, gıda teknolojisinin gelişim gösterdiği önemli dallardan biridir.

Bu modülü tamamladığınızda gravimetrik analizin kurallarını, analizin yapılışını, kullanılan araç-gereçleri tanıyıp gravimetrik işlem basamaklarını uygulayabilecek ve gravimetrik sülfat tayini işlemleri uygulama becerisine sahip olabileceksiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-1

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam sağlandığında analiz metoduna uygun olarak numune alıp gravimetrik işlem basamaklarını uygulayabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Çöktürme işlemi nasıl yapılır? Çöktürme işleminde dikkat edilecek noktalar nelerdir? Araştırınız.
- Süzme işleminde dikkat edilecek hususlar nelerdir? Araştırınız.

1. GRAVİMETRİK ANALİZ

1.1. Gravimetriye Giriş

Nicel (antitatif) analiz, bir numune içindeki bileşenlerin her birinin miktarını bulmak için yapılan analizdir. Nicel analiz;

- Gravimetrik (kütle ölçümü)
- Volümetrik (hacim ölçümü)
- Enstrümental (aletli) analiz yöntemleri ile yapılmaktadır.

Aranan maddenin diğer maddelerden ayrılarak saf element veya saf bileşiği halinde tartılması amacıyla yapılan nicel analize **gravimetrik analiz** denir.

Gravimetrik analizde;

- Numune, uygun bir çözücüde çözdürülerek çözünürlüğü az olan bir bileşik halinde çöktürülür.
- Çökelek süzülüp ayrıldıktan sonra kurutularak veya kızdırılarak sabit tartıma getirilir ve tartılır.
- Tartım sonunda bulunan çökelek kütlesi gravimetrik faktör (**çöken maddenin 1 gramında aranan madde miktarı**) adı verilen belli bir faktör ile çarpılarak numunedeki aranan madde miktarı bulunur.

Bir çözeltilideki;

- Demir iyonlarının $\text{Fe}(\text{OH})_3$
- Klorür iyonlarının AgCl
- Sülfat iyonlarının BaSO_4 halinde çöktürülerek tayin edilmeleri, gravimetrik analizlere örnek olarak verilebilir.

Bazı durumlarda iki tartım farkı alınarak nem ve uçucu madde tayinleri de gravimetrik yöntemle yapılabilir.

Gravimetrik analizde aranan maddeyi diğerlerinden ayırmak için en çok çöktürme yöntemi kullanılır. Bu modülde bu yöntem üzerinde durulacaktır.

1.2. Gravimetrik İşlemler

Gravimetrik analizlerde başlıca işlem basamakları şunlardır.

- Numunenin analize hazırlanması
- Çöktürme ve olgunlaştırma (dinlendirme)
- Süzme ve yıkama
- Kurutma ve yakma (sabit tartıma getirme)
- Analiz sonucunun hesaplanması

1.2.1. Numunenin Analize Hazırlanması

- **Numune alma:** Analiz edilecek maddenin bileşimini tanımlayabilmek için analiz edilen madde miktarının bilinmesi ve bu maddenin bütün numuneyi temsil etmesi gerekir.

Sıvı ve gazlar homojen karışım olduklarından, bunların belli hacimleri numuneyi temsil edebilir. Ancak katılar homojen bir dağılım göstermediği için numuneyi temsil edecek şekilde numune alınması gerekir. Bunun için :

- Ana yığının değişik yerlerinden azar azar numune alınır.
- Alınan bu numuneler iyice karıştırılır.
- Karıştırılan numune analizde kullanılmak üzere toz haline getirilir.
- **Numunenin kurutulması :** Birçok madde yüzeylerinde tutunmuş olarak (absorblanmış) veya moleküle bağlı olarak su içerir. Bu suyun miktarı sabit olmayıp havanın nemliliğine veya başka etkenlere bağlı olarak değişir. Örneğin; aynı madde farklı zamanlarda tartılırsa farklı sonuçlar elde edilir. Bu da analiz sonucunun hatalı çıkmasına neden olur. Bu nedenle analize başlamadan önce numuneyi kurutarak yani suyunu uzaklaştırarak sabit tartıma getirmek gerekir.
- **Kurutma işlemi:** Genellikle toz haline getirilen numuneden belli bir miktar (5-6 g) alınır. Numune bir tartım kabına alınarak etüvde $105-110\text{ }^{\circ}\text{C}$ ' de sabit

tartıma gelinceye kadar ısıtılır. Numune bu sıcaklıkta bozuluyorsa daha düşük sıcaklıkta vakumda kurutulmalıdır. Kurutulan numune desikatörde saklanır.



Resim 1.1: Etüvde kurutma

- **Numunenin çözülmesi** : Numune çoğunlukla bir çözeltiliye alınarak analiz edilir. Yani numunenin çözeltisi elde edilmelidir. Numunenin çözeltiliye alınmasında kullanılan maddeye **çözücü** denir. Seçilecek çözücünün numuneyi kısa sürede ve tamamen çözebilmesi, daha sonraki aşamalarda analizi olumsuz yönde etkilememesi gerekir.

Numuneyi çözmek için sırası ile;

- Saf su
- Seyreltik mineral asitler
- Derişik mineral asitler
- Derişik mineral asit karışımları ($\text{HNO}_3 + \text{HCl}$ veya $\text{HClO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$)

Ayrıca zor çözünen numuneler için;

- Asidik eritişler (katı çözücüler: $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$ ve $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_8$)
- Bazik eritişler (Na_2CO_3 , veya $\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{Na}_2\text{O}_2$ gibi) çözücüler kullanılır.

Asit	Derişik çözeltilerin derişimi	Derişik çözeltilerin yoğunluğu (g/cm^3)	Seyreltik çözeltilerin derişimi	Seyreltik çözeltilerin hazırlanışı
HCl	12 N (%36)	1,18 - 1,19	6 N (%20)	1/1 sulandırma
HNO_3	16 N (%70)	1,42	6 N (%32)	3/5 sulandırma
H_2SO_4	36 N (%96)	1,84	6 N (%25)	1/5 sulandırma

Tablo 1.1: Bazı mineral asit çözeltilerinin derişimleri

Kurutularak sabit tartıma getirilen katı numuneden belli bir miktar (yaklaşık 0.1 – 1 g) alınır, numune analiz edilmek üzere uygun bir kaptaki yukarıdaki çözücülerden biri ile çözdürülür. Çözdürmede genellikle saf su kullanılır. Daha iyi çözünme için gerekiyorsa asidik ortam yaratılır. Asidik ortam çoğunlukla HCl ile sağlanır. Asidik ortam yaratmak için yaklaşık 1 ml asit eklenir. Numune sıvı ise iyice karıştırıldıktan sonra belli bir miktar alınarak uygun bir çözücüde çözdürülür.

Analiz sonuçlarının güvenilir olabilmesi için en az 3 numune ile paralel çalışma yapılması ve sonuçların birbirine yakın olması gerekir.

1.2.2. Çöktürme ve Olgunlaştırma (Dinlendirme)

Gravimetrik analizlere özgü işlemlerin birincisi olan çöktürme işlemi, iki çözeltinin tepkimeye girmesi sonucunda istenilen maddenin çöktürülmesi esasına dayanır. Bu işlem sırasında oluşan katıya çökelek (çökelti), işleme de çöktürme denir.

Gravimetrik analiz için her çökelekten yararlanılmaz. Yararlanılacak çökeleklere aranılan başlıca özellikler şunlardır:

- Çökeleğin çözünürlüğü az olmalıdır.
- Çökelek belirli bir bileşimde olmalı, süzülüp yıkandıktan sonra sabit tartıma getirilebilmelidir.
- Çökelek saf olmalı veya kolaylıkla saflaştırılabilmelidir.
- Çökelek, basit süzme işlemi ile çözeltilerden kolaylıkla ayrılabilirdir.
- Çökelek havada ve işlemler sırasında özelliğini korumalıdır.
- Çökeleğin formül kütlesi, çöktürülen iyonun (aranan maddenin) iyon gram kütlesinden büyük olmalıdır.

Çöktürmede amaç; çözünürlüğü olabildiğince az, saf ve iri taneli çökeleklerin elde edilmesidir.

Aranan maddenin özelliğine göre 10 ml – 50 ml arası çöktürücü reaktif kullanılır. Reaktif çözeltiler numune çözeltisi ile tepkime veren çözeltilerdir. Reaktif çözelti numune çözeltisi üzerine büret veya pipet yardımı ile damla damla ilave edilir ve sürekli karıştırılarak çöktürme işlemi gerçekleştirilir. Karıştırma işlemi yapılmazsa reaktif, çözeltinin bazı yerlerinde dağılmadan kalır ve bu kısımlarda derişik bir ortam oluşur. Böyle bir ortamda meydana gelen çökelek daha küçük kristalli olur ve fazlaca yabancı madde absorbe eder.

Çöktürmede kullanılan reaktif, sadece aranan madde ile çökelek vermelidir.

Ayrıca küçük kristalli çökelekler fazla çözünür. Bu nedenle iri taneli, iyi süzülüp yıkanabilen ve az miktarda yabancı madde içeren bir çökeleğin elde edilebilmesi için işlemin çok dikkatli yapılması gerekir.

Gravimetrik analizlerde iri taneli çökelek elde etmek için;

- Çöktürme yavaş yapılmalıdır.

- Çöktürmede seyreltik çözeltiler (HCl gibi) kullanılmalıdır.
- Çöktürücünün yavaş eklenmesi ve sürekli karıştırılması gereklidir.
- Çöktürme işlemi daha asitli ortamda yapılmalıdır.
- Çöktürücüyü doğrudan eklemek yerine, çöktürücü çözelti ortamında meydana getirmelidir.
- Sıcak çözelti ile çöktürme yapılmalıdır.
- Çökeleğin olgunlaştırılması gereklidir.

Çöktürme işlemi aksi belirtilmemişse yüksek ısıda, kaynatmadan yapılır. Bu sayede elde edilen kristaller daha büyük olur. Bu da süzmeyi kolaylaştırır.

- **Kontrol denemesi (çöktürme kontrolü)** : Kontrol denemesi, çöktürmenin tam olarak yapılıp yapılmadığını anlamak için yapılır. Bunun için çöktürme yapıldıktan sonra;
 - Çökeleğin dibe çökmesi beklenir.
 - Üstte berrak bir çözeltilinin oluşması sağlanır.
 - Berrak çözeltiden birkaç damla saat camına alınır.
 - Üzerine çöktürücü reaktiften birkaç damla eklenir.
 - Eğer çözeltide bir bulanma veya tepkime olmuşsa çöktürme işleminin tamamlanmadığı anlaşılır ve bu durumda ana çözeltiye reaktif eklemeye devam edilir. Saat camındaki çözelti de ana çözeltiye ilave edilmelidir. Bulanma olmamışsa çöktürme tam olarak gerçekleştirilmiştir.

Çöktürücü reaktif, gerekenden % 1-5 arasında fazla eklenirse çökelmenin tam olması sağlanabilir.

- **Olgunlaştırma (özümleme)** : Çöktürme işleminden sonra çökelek ve çözelti karışımı su banyosunda kaynama noktasının altında veya oda sıcaklığında bir süre bekletilir. Bu olaya olgunlaştırma denir. Bu şekilde kolay süzülebilir irilikte ve saf bir çökelek elde edilir.



Resim 1.2: Olgunlaştırma

Kontrol denemesi yapılan çökelek, su banyosunda kaynama noktasına yakın bir sıcaklıkta (50-60 °C) ya da oda sıcaklığında ağzı kapalı olarak bekletilir.

Bekletme sırasında çökelekteki diğer maddelerin miktarında azalma olur. Ayrıca iri kristaller oluşarak süzme işlemi kolaylaşır. Bazı maddelerde ise bekletmek, sonradan çökmeye neden olacağı için sakıncalı olabilir. Bu maddeler bekletilmeden hemen süzülmalıdır.

Gravimetrik analizlerde saf çökelek elde etmek de önemlidir. Bunun için;

- Olgunlaştırma (özümleme) yaparak çökelek yüzeyinde tutunmuş bulunan iyonları ortamdaki uzaklaştırmak gerekir.
- Yıkama ile çökelek yüzeyinde tutunmuş bulunan iyonları ortamdaki uzaklaştırmak gerekir.
- Birlikte çökme (çökelek büyümesi sırasında yabancı iyonların çökelek içinde kalması) ile oluşan kirlilikleri gidermek için ise çökeleği bir asitte çözüp tekrar çöktürme yapmak gerekir. **Bu konuya süzme ve yıkama konusunda değinilecektir.**

1.2.3. Süzme ve Yıkama

Çökeleğin ana çözeltiden ayrılması için yapılan işleme süzme denir. Süzme işleminde çökeleğin özelliğine uygun süzgeç kâğıtları veya süzme krozeleri kullanılır.

Çökelek yüksek sıcaklıkta kızdırılacaksa (yani maddenin indirgenme ve ayrışma tehlikesi yoksa) süzme işlemi süzgeç kâğıtları ile yapılır. Eğer çökelek kızdırılmayacaksa süzme işlemi süzme krozeleri ile yapılır.

Küçük taneli çökeleklerin bir kısmı kolloidal parçacıklar halinde süzgeçten geçebileceği için vakum ile süzülmesi doğru değildir.

- **Süzgeç kâğıtları :** Gravimetrik analiz işlemlerinde çoğunlukla süzgeç kâğıtları kullanılır. Süzgeç kâğıtları saf selülozdan yapılmıştır. Yandıklarında artık (kül) bırakmaz. Süzülecek çökeleğin büyüklüğüne göre çeşitli süzgeç kâğıtları kullanılır.

Süzgeç Kâğıdının Cinsi	Gözenek Büyüklüğü	Süzme Hızı	Çökelek Büyüklüğü	Kolloidal Çökelekler
Adi süzgeç kâğıdı	Büyük	Hızlı	İri	Süzgeçten geçer
Beyaz bant süzgeç kâğıdı	Orta	Orta	Orta	Geçmez
Mavi bant süzgeç kâğıdı	İnce	Yavaş	İnce	Geçmez
Siyah bant süzgeç kâğıdı	Kaba	Hızlı	Kaba	Çok azı geçer

Tablo 1.2: Çeşitli süzgeç kâğıtları ve özellikleri

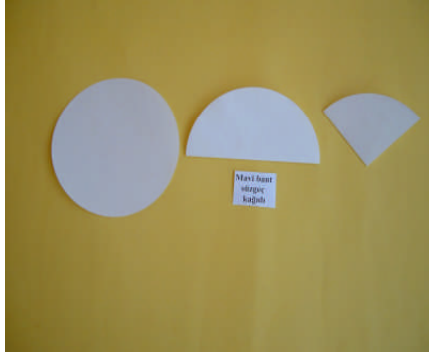
Bazı peltensi çökelekler süzgeç kâğıtlarının gözeneklerini tıkadıkları için süzme işlemi zorlaşır. Böyle durumlarda huni içerisindeki süzgeç kâğıdının üzeri özel yapılmış süzgeç kâğıdı pamuğu ile doldurulur ve o şekilde süzme yapılır. Pamuk huniye ıslatılarak yerleştirilir. Bu pamuklar peltensi çökelekleri arasında tutarak süzgeç gözeneklerinin tıkanmasını önler. Böylece süzme işlemi kolaylaşır.

Süzgeç kâğıtlarının olumsuz yönleri şunlardır:

- Bazı kimyasal maddelerin, kurutma ve kızdırma sırasında kâğıdın karbonu ile tepkime vermesi.
- Uzun süreli süzme işlemlerinde kâğıdın erimesi.
- Kolay yırtılması.
- Asit ve bazlardan etkilenmesi.

➤ Süzgeç kâğıdı ile süzme :

- Süzgeç kâğıdının büyüklüğüne ve çökelek miktarına göre huni seçilir ve halkaya yerleştirilir.
- Süzülecek çökeleğin özelliğine göre seçilen süzgeç kâğıdı huniye yerleştirilir.



Resim 1.3: Süzgeç kâğıdı katlama



Resim 1.4: Huniye yerleştirme

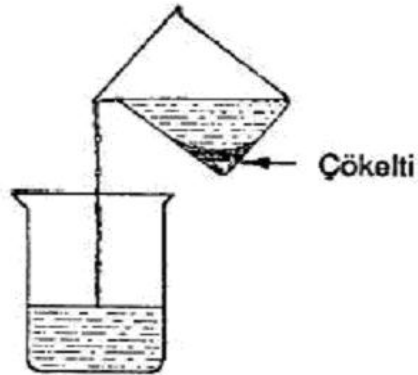


Resim 1.5: Yıkama çözeltisi ile ıslatma



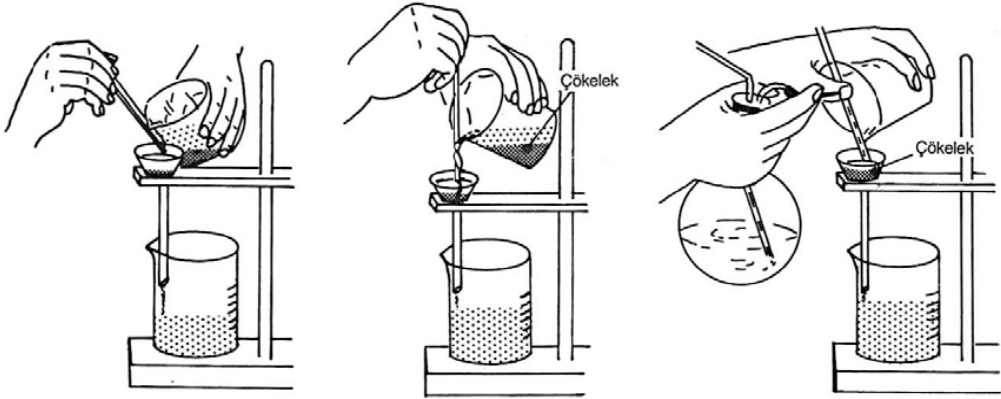
Resim 1.6: Süzme düzeniği

- Huninin altına süzüntüyü toplamak için temiz bir beher ya da erlen konur.
- Süzme işlemine başlamadan önce çökeleğin dibine çökmesi beklenir.
- Çökeleğin üzerindeki berrak çözelti cam baget yardımı ile süzgeç kâğıdına aktarılır.
- Aktarma işlemi yapılırken çözelti bulandırılmamalıdır.



Şekil 1.1: Aktarma işlemi

- Beher kenarlarında kalan çökelek parçacıkları pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi ile dip tarafa itilir. Aksi belirtilmedikçe yıkama işleminde saf su kullanılır. Çökeleğin üzerini örtecek kadar yıkama çözeltisi ilave edilerek cam baget ile karıştırılır.
- Çökelek dibе çökünce berrak kısım tekrar aynı şekilde süzgece aktarılır. Bu işleme **durultma ile yıkama** denir. Bu işlem 3-4 kez tekrarlanarak çökelek iyice yıkanır.
- Daha sonra çökeleğin tümü cam baget ve pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi yardımı ile süzgeç kâğıdına alınır. Beher kenarlarında yapışmış çökelek parçacıkları varsa bunlar da ucunda lastik bulunan bir baget yardımı ile süzgeç üzerine alınır.
- Süzgeç üzerine alınan çökelek pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi ile yavaş yavaş ve dikkatle yıkanır.
- Yıkama işlemine süzüntüde çöktürme sırasında kullanılan reaktif kalmayınca kadar devam edilir. Bu da kontrol denemesi ile anlaşılır. Bunun için yıkama süzüntüsüne birkaç damla çöktürme için kullanılan reaktiften damlatılır. Tepkime oluşmuyorsa yıkamanın gerçekleştiği anlaşılır.



Şekil 1.2: Süzme işlemi

Saf su ile yıkarken çökeleğin bir kısmı koloidal hale geçerek süzgeçten geçer, çökelekte bir miktar azalma olur. Bu olaya süzme işleminde **peptitleşme** denir. Bu durumda yıkama işlemi seyreltik yıkama çözeltileri ile yapılmalıdır. Yıkama sırasında genellikle nitrik asit, hidroklorik asit, amonyum tuzları veya başka uçucu bileşikler kullanılır.

Yıkama çözeltisinin taşınması gereken özelliklerden bazıları şunlardır:

- Yıkama çözeltisi çökelek ile tepkime vermemelidir. Örneğin karbonatlı bir çökelek asit çözeltisi ile yıkanır, çökelek asit ile tepkime vererek azalır.
- Yıkama çözeltisinde bulunan iyon, kızdırma sırasında buharlaşarak uçacak özellikte olmamalıdır.

- Çökeleğin çözünürlüğüne etki etmemelidir. Bunu önlemek için yıkama çözeltisinde ortak iyon bulundurulmalıdır. Bu ortak iyon aranan iyon değil, çöktürücü iyon olmalıdır.
 - Çökelek için zararlı değilse, yıkama sıcak su ile yapılmalıdır. Suyun akışkanlığı sıcak ortamda arttığından süzgeçten daha kolay geçer. Sıcak suda safsızlığı oluşturan katılar daha kolay çözünür.
- **Süzme krozeleri** : Süzme krozelerinin gövdeleri genellikle cam veya porselenden yapılmıştır. Taban kısımları gözenekli veya deliklidir. Laboratuvarlarda yaygın olarak Gooch krozesi kullanılmaktadır.



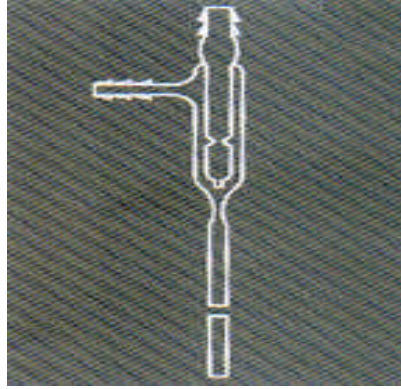
Resim 1.7: Süzme krozeleri

Süzme krozeleri vakum altında yapılan süzme işlemlerinde kullanılır. Süzme işlemini kolaylaştırmak ve hızlandırmak için vakum uygulanır. Bu işlem için genellikle yatay konumda delikli bir porselen yüzey içeren Büchner hunisi ve Nüçe erleni kullanılır. Süzme işlemi su trompu veya vakum pompası yardımı ile gerçekleştirilir.



Resim 1.8: Nüçe erleni

Resim 1.9: Büchner hunisi

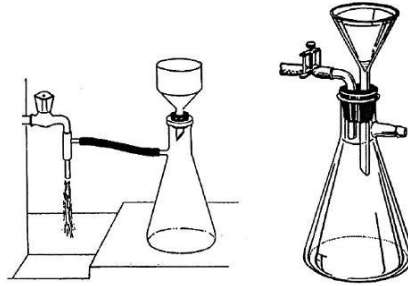


Resim 1.10: Su trompu

Porselen krezeler 1000-1100 °C, cam krezeler 200 °C, Gooch krezeleri ise 500 °C'ye kadar ısıtılabilir. Cam krezeler kırılğan yapıda oldukları için ısıtılmaları ve soğutulmaları dikkatli yapılmalıdır.

Süzme krezeleri; asit ve bazlardan etkilenmemeleri, yakmadan sabit tartıma getirilebilmeleri, vakum altında ve uzun süreli süzme işlemlerine dayanıklı olmaları nedeniyle laboratuvarlarda daha çok tercih edilmektedir.

- Süzme krezeleri ile süzme :
 - Vakum süzme düzeneği kurulur.



Şekil 1.3: Vakum süzme düzenekleri

- Etüvde sabit tartıma getirilen süzme krozesi süzme erlenine (nüçe erleni) yerleştirilen huninin üzerine lastik tıpa ile yerleştirilir.
- Çökeleğin üzerindeki berrak çözelti cam baget yardımı ile süzme krozesine aktarılır. Aktarma işlemi yapılırken çözelti bulandırılmamalıdır.
- Erlenin yan borusu bir lastik hortumla su trompuna, su trompu da musluğa bağlanır.



Resim 1.11: Vakumlu süzme düzeneği

- Tromp çalıştırılarak vakum oluşturulur.
 - Çökeleğin üzerindeki berrak çözelti, cam baget ile süzme krozesine yavaş yavaş aktarılarak süzülür.
 - Sonra beher kenarlarında kalan çökelek parçacıkları pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi ile dip tarafa itilir. Aksi belirtilmedikçe yıkamada saf su kullanılır. Çökeleğin üzerini örtecek kadar yıkama çözeltisi ilave edilerek cam baget ile karıştırılır.
 - Çökelek dibe çökünce berrak kısım tekrar aynı şekilde süzme krozesine aktarılır. Bu işlem 3-4 kez tekrarlanarak çökelek iyice yıkanır.
 - Daha sonra çökeleğin tümü cam baget ile ve pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi yardımı ile süzme krozesine alınır. Ayrıca, beher kenarlarında yapışmış çökelek parçacıkları varsa bunlar da ucunda lastik bulunan bir baget yardımı ile süzme krozesi üzerine alınır.
 - Süzme krozesi üzerine alınan çökelek pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi ile yavaş yavaş ve dikkatle yıkanır.
 - Yıkama işlemine, süzüntüde çöktürmede kullanılan reaktif kalmayınca kadar devam edilir. Bu da kontrol denemesi ile anlaşılır.
- **Yeniden çöktürme :** Bazı çökelekler dikkatli süzülmesine rağmen fazla miktarda yabancı madde (kirlilik) içerir. Bu durumda normal süzme ile yıkama işlemi bittikten sonra süzgeçteki çökelek uygun bir reaktif ile yeniden çözülür. Süzüntü temiz bir beherde toplanır ve süzüntünün çözülmesi sağlanır. Bu çözeltideki çözünmüş madde ilk seferde olduğu gibi uygun reaktif ile çöktürülür, süzülür ve yıkanır. Böylece daha temiz bir çökelek elde edilmiş olur.
- **Süzme işleminde dikkat edilecek noktalar :**
- Süzme işleminin daha kısa sürede olması için uzun boyunlu huniler kullanılmalıdır.
 - Süzmenin sürekli olması için huni boynu sürekli sıvı ile dolu olmalıdır.
 - Süzgeç kâğıdı tamamen huniye yapıştırılmalı, kâğıt ile huni arasında hava boşluğu kalmamalıdır. Bunun için süzgeç kâğıdı huniye yerleştirildikten sonra saf su ile ıslatılmalıdır.
 - Süzme işlemi sırasında çözelti hiçbir zaman süzgeç kâğıdının üst sınırına gelmemelidir.

- Çözelti ile kâğıdın üst sınırı arasında 1 cm'lik mesafe kalmalıdır.
- Süzme sırasında cam bagetin ucu süzgeç kâğıdının üç katlı kısmına yakın tutulmalı fakat bu kısma değmemelidir.
- Süzme işlemi devamlı yapılarak süzgeç kâğıdının hava emmesine imkan verilmemelidir. Eğer bu yapılmazsa, huninin boynunda bulunan sıvı sütunu aşağı iner ve süzme güçleşir.
- Sıvının düzgün akması için huninin uç kısmı beherin iç kısmına değmelidir.
- Aktarma işleminde mutlaka cam baget kullanılmalıdır.

1.2.4. Kurutma ve Yakma

Süzülüp yıkanan çökelek ıslak olduğu için hemen tartılmaz yakılarak, kurutulur. Sabit tartıma getirildikten sonra tartılır. Çökeleğin içinde değişik şekillerde su bulunur. Çökelekteki su;

- Nem halinde (serbest su halinde),
- Çökeleğin yüzeyine tutunmuş halde,
- Çökelek aralarına hapsedilmiş halde,
- Kimyasal yapı içerisinde olan kristal su halinde bulunur.

Nem şeklinde bulunan suyu uzaklaştırmak için çökelek etüvde 100 °C civarında 1-2 saat ısıtılarak sabit tartıma getirilir. Bazı hallerde bu sıcaklık çökeleğe zarar verir. Bu durumda çökelek uçucu bir organik bileşik (aseton, alkol, veya eter) ile yıkanarak nem çökelekten uzaklaştırılır.

Çökelek yüzeyine tutunmuş suyu uzaklaştırmak için ise çökeleğin 100-150 °C'de kurutulması gerekir. Ancak suyun tamamını gidermek için daha yüksek sıcaklıkta kurutma yapmak gerekebilir.

Çökeleğin kurutulmasında amaç; çeşitli şekillerde bulunan suyu gidermek, yıkama sırasında veya önceden tutunmuş olan uçucu bileşikleri uzaklaştırmak, çökeleği daha kararlı bir yapıya dönüştürmektir.

Isıtma sıcaklığı çökeleğin özelliğine göre değişir. Eğer çökelek aynı formda tartılacaksa 110 -120 °C civarında etüvde 1-2 saat ısıtılmalıdır. Ancak çökeleğin tartımı için daha elverişli yeni bir forma dönüştürülmesi gerekiyorsa, yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılması gereklidir.

➤ İşlemin yapılışı :

- Süzme ve yıkama işlemi tamamlandıktan sonra çökelek, süzgeç kâğıdı ile birlikte nemli iken önceden sabit tartıma getirilen porselen kroze aktarılır. Huniye yapışık olarak duran süzgeç kâğıdının bir kenarı, yırtılmadan tel maşa veya spatül yardımıyla kaldırılır. Süzgeç kâğıdının

üst kısmı çökeleğe doğru kıvrılır. Süzgeç kâğıdı bu şekli ile ters çevrilerek krozeye yerleştirilir.

- Halkaya tutturulmuş kil üçgen üzerine kroze eğik bir şekilde yerleştirilir. Bu işlem üç ayak üzerine yerleştirilmiş kafesli tel ile de yapılabilir.
- Kroze önce düşük bek alevinde yavaş yavaş ısıtılır ve kurutulur. **Alevin krozenin dibine gelmesine dikkat edilmelidir.**
- Süzgeç kâğıdının yavaş yavaş siyahlaştığı görülür. Bu şekilde kâğıdın tamamı yanıcaya kadar alev yükseltilmez.
- Yanma tamamlandıktan sonra (duman çıkışı bittikten sonra) alev yükseltilip tamamen kül olması ve çökelekte bulunan suyun uzaklaştırılması sağlanır. Yakma sırasında kâğıdın alev almamasına dikkat edilmelidir. Kâğıt alev alırsa, hemen saat camı ile krozenin ağzı kapatılmalıdır.
- Yakma işleminden sonra çökeleğin kızdırılması gerekiyorsa bu işlem, istenen kızdırma sıcaklığına göre bek alevinde, etüvde veya kül fırınlarında yapılır. Bunun için de yakma işleminden sonra çökelek kül fırınında sabit tartıma gelene kadar kızdırılır. Çökeleğin türüne göre kül fırınının sıcaklığı ayarlanır. Sabit tartıma gelene kadar kül fırınında tutulur.



Resim 1.12: Kül fırınında kızdırma

- Sabit tartıma getirilen çökelek desikatörde soğutulur ve tartılır.



Resim 1.13: Krozeyi desikatörde soğutma

Cam kroze içindeki bir çökeleğin kurutulması ve yakılarak sabit tartıma getirilmesi mutlaka etüvde yaklaşık 100- 110 °C'de yapılır. Sıcaklığın ayarlanması numunenin özelliğine göre değişir.

1.2.5. Analiz Sonucunun Hesaplanması

Gravimetrik analizde en son işlem çökeleğin kütesinden yararlanarak aranan madde miktarının bulunmasıdır.

Tartım sonunda bulunan çökelek kütesinin, gravimetrik faktör ile çarpılması sonucu numunedeki aranan madde miktarı bulunur.

$$\text{Aranan madde miktarı (g)} = \text{Çökelek kütesi} \times \text{gravimetrik faktör}$$

➤ **Gravimetrik faktör : Aranan maddenin formül kütesinin, tartılan maddenin formül kütesine oranıdır.**

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütesi}}$$

Gravimetrik faktörü daha iyi kavrayabilmek için örnek problemler çözelim.

Örnek 1: Aranan madde SO_4^{-2} tartılan madde $BaSO_4$ ise G.F. nedir? (S = 32, O = 16, Ba = 137 g/mol)

Çözüm :

Aranan maddenin formül kütesi (SO_4^{-2}) = 32 + 4 · 16 = 96 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütesi ($BaSO_4$) = 137 + 32 + 4 · 16 = 233 g / mol.

Bulunan sonuçlar formülde yerine konulursa;

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütesi}} = \frac{SO_4^{-2}}{BaSO_4} = \frac{96}{233} = \mathbf{0.41}$$

Gravimetrik faktörü **0.41** bulunur.

Gravimetrik faktör çöken maddenin 1 g'daki aranan madde miktarı olarak da tanımlanabilir.

Bu tanımdan yararlanarak da gravimetrik faktörü bulabiliriz.

1 gram BaSO_4 'da kaç gram SO_4^{-2} vardır? (S = 32, O = 16, Ba = 137 g/mol)

Aranan maddenin formül kütlesi (SO_4^{-2}) = $32 + 4 \cdot 16 = 96$ g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi (BaSO_4) = $137 + 32 + 4 \cdot 16 = 233$ g / mol.

Bulunan sonuçlarla orantı kurulursa,

233 g BaSO_4 da 96 g SO_4^{-2} var ise

1g BaSO_4 da x g SO_4^{-2} vardır

$$x = \frac{96.1}{233}$$

$$x = 0,41$$

Örnekte de görüldüğü gibi gravimetrik faktör her iki yöntemle de bulunmaktadır.

Aranan	Tartılan	Gravimetrik faktörün hesaplanması
Al	Al_2O_3	$2\text{Al} / \text{Al}_2\text{O}_3$
Ca	CaCO_3	$\text{Ca} / \text{CaCO}_3$
Cl ⁻	AgCl	$\text{Cl}^- / \text{AgCl}$
Cr	BaCrO_4	$\text{Cr} / \text{BaCrO}_4$
Fe_3O_4	Fe_2O_3	$2 \text{Fe}_3\text{O}_4 / 3 \text{Fe}_2\text{O}_3$
Fe	Fe_2O_3	$2\text{Fe} / \text{Fe}_2\text{O}_3$
K_2O	KClO_4	$\text{K}_2\text{O} / 2 \text{KClO}_4$
K	KClO_4	K / KClO_4
Mg	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	$2\text{Mg} / \text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$
S	BaSO_4	S / BaSO_4
SO_4^{-2}	BaSO_4	$\text{SO}_4^{-2} / \text{BaSO}_4$
Ag	AgCl	Ag / AgCl

Tablo 1.3: Çeşitli bileşikler için gravimetrik faktörler

Örnek 2: Gravimetrik alüminyum tayini yapmak için, Al^{+3} iyonu $\text{Al}(\text{OH})_3$ halinde çöktürülüp kızdırılarak Al_2O_3 haline dönüştürülüyor. Al_2O_3 bileşiği halinde tartılıyor. G.F. hesaplayınız? (Al:27, O:16 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi (Al^{+3}) = 27 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi (Al_2O_3) = 2 X 27 + 3 X 16 = 102 g / mol.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{2Al}{Al_2O_3}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{2 \cdot 27}{102}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = 0,5294$$

Örnek 3: $AgNO_3$ çözeltisindeki Ag^+ iyonları HCl ile $AgCl$ halinde çöktürülüp aynı formül ile sabit tartıma getiriliyor. $AgNO_3$ miktarını bulmaya yarayacak G.F.ü hesaplayınız. (Ag = 108, N = 14, O = 16, Cl = 35.5 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi ($AgNO_3$) = 108 + 14 + 3 X 16 = 170 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi ($AgCl$) = 108 + 35.5 = 143.5 g / mol.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{AgNO_3}{AgCl}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{170}{143,5}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = 1,18$$

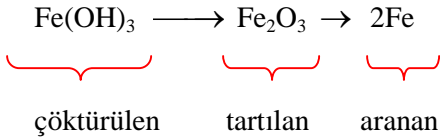
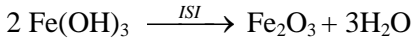
Genellikle gravimetrik analizlerde, aranan maddenin miktarının hesaplanmasından sonra numune içindeki yüzde oranının bulunması istenir. Aranan maddenin % miktarını bulmak için aşağıdaki formül kullanılır.

$$\text{Arananın maddenin (\%) si} = \frac{\text{Çökelek kütlesi} \times G.F}{\text{Numunenin kütlesi}} \times 100$$

Öğrenilen formüller ile ilgili örnek problemler aşağıdadır.

Örnek 1 : Gravimetrik yöntem ile demir (Fe^{+3}) tayininde krozenin sabit tartım kütlesi 18.356 g bulunmuştur. Gravimetrik işlemlerden sonra krozenin çökelekle birlikte kütlesi de 18.890 g olarak tartılmıştır. Örnekteki demir miktarını hesaplayınız ($\text{Fe} = 56, \text{O} = 16$).

Çözüm : Gravimetrik yöntem ile demir tayininde gerekli işlem aşamalarından sonra demir, $\text{Fe}(\text{OH})_3$ halinde çöktürülür. Bu bileşik kararsız bir bileşik olduğu için kül etme işlemi sonucunda ısı etkisi ile Fe_2O_3 bileşiğine dönüşür. Dolayısıyla tartılan bileşik de Fe_2O_3 tür. Buna ait reaksiyon denklemi ise ;



Önce tartılan maddenin (çökelek) kütlesi aşağıdaki gibi bulunur:

$$\text{Kroze} + \text{çökelek} = 18.890 \text{ g}$$

$$\text{Krozenin sabit tartım kütlesi} = 18.356 \text{ g}$$

Tartılan maddenin (çökelek) kütlesi (g) = (Kroze + çökelek) kütlesi – Krozenin sabit tartım kütlesi

$$= 18.890 - 18.356$$

$$= 0.534 \text{ g Tartılan maddenin (çökeleğin) kütlesi}$$

Reaksiyon denkleminde yararlanarak gravimetrik faktör hesaplanır:

$$\text{Aranan maddenin formül kütlesi (2 Fe)} = 2 \times 56 = 112 \text{ g/mol.}$$

$$\text{Tartılan maddenin formül kütlesi (Fe}_2\text{O}_3) = 2 \times 56 + 3 \times 16 = 160 \text{ g / mol.}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G : F)} = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{2Fe}{Fe_2O_3}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{112}{160}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = 0,7$$

Aranan madde miktarı (g) = Çökelek kütlesi X gravimetrik faktör

$$= 0.534 \times 0,7$$

$$= 0.374 \text{ g demir}$$

Örnek 2 : CaCl₂ çözeltisi gerekli gravimetrik işlemlerden sonra CaO halinde çöktürülüp sabit tartıma getiriliyor. Çökeleğin sabit tartım kütlesi 0.3 g olduğuna göre CaCl₂ miktarını hesaplayınız. (Ca = 40, Cl= 35.5 O= 16 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi (CaCl₂) = 40 + 2 X 35.5 = 111 g/mol

Tartılan maddenin formül kütlesi (CaO) = 40 + 16 = 56 g/ mol.

$$\text{Gravimetrik faktör (G: F)} = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{CaCl_2}{CaO}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{111}{56}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = 1,96$$

Aranan maddenin miktarı(g) = Çökelek kütlesi X gravimetrik faktör

$$= 0.3 \times 1,96$$

$$= 0.588 \text{ g CaCl}_2$$

Örnek 3 : MgCl₂ çözeltisindeki Cl⁻ iyonları AgNO₃ ile AgCl halinde çöktürülüp, aynı formülle sabit tartıma getiriliyor.Çökeleğin sabit tartım miktarı 0.09 g olduğuna göre MgCl₂ miktarını hesaplayınız. (Mg = 24, Cl= 35.5, Ag = 108 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi (MgCl₂) = 24 + 2 * 35.5 = 95 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi (2AgCl) = 2 (108 + 35.5) = 287 g / mol.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{\text{MgCl}_2}{2\text{AgCl}}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = \frac{95}{287}$$

$$\text{Gravimetrik Faktör (G.F)} = 0,33$$

$$\begin{aligned}\text{Aranan maddenin miktarı(g)} &= \text{Çökelek kütlesi} * \text{gravimetrik faktör} \\ &= 0.09 * 0.33 \\ &= 0.0297 \text{ g MgCl}_2\end{aligned}$$

Örnek 4 : Klorür içeren 0.252 g'lık bir numune içindeki Cl⁻ iyonları gravimetrik işlemlerden sonra AgCl halinde çöktürülerek sabit tartıma getiriliyor. Sabit tartım kütlesi 0.512 g olduğuna göre numunedeki Cl⁻ iyonlarının %'sini hesaplayınız. (Cl= 35.5, Ag = 108 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi (Cl) = 35.5 = 35.5 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi (AgCl) = 108 + 35.5 = 143.5 g / mol.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{\text{Cl}}{\text{AgCl}}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{35,5}{143,5}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = 0,247$$

Bulunan sonuç ve verilen değerler formülde yerine konulur.

$$\text{Arananın maddenin (\%) si} = \frac{\text{Çökelek kütlesi} \times \text{G.F}}{\text{Numunenin kütlesi}} \times 100$$

$$\text{Arananın maddenin (\%) si} = \frac{0,512 \times 0,247}{0,252} \times 100$$

= 50 g Cl. numunede % 50 g Cl⁻ vardır.

% aranan madde miktarı orantı kurularak da bulunabilir.

Bunun için önce aranan madde miktarı bulunur:

Aranan maddenin miktarı (g) = Çökelek kütlesi (tartılan maddenin kütlesi) × gravimetrik faktör

$$= 0,512 \times X \cdot 0,247$$

$$= 0,126 \text{ g Cl}^-$$

Bulunan sonuçlarla orantı kurulursa,

0,252 g numunede	0,126 g Cl ⁻ var ise
100 g numunede	X g Cl ⁻ vardır

$$X = \frac{100 \times 0,126}{0,252}$$

$$X = 50 \text{ g}$$

Örnek 5 : 0,526 g demir numunesi çözeltiye alınıyor ve Fe(OH)₃ halinde çöktürülüyor. Kül fırınında Fe₂O₃'e dönüştürülüp tartıldığında 0,272 g geliyor. Numunedeki demir %'sini hesaplayınız. (Fe = 56, O = 16 g/mol)

Çözüm:

Aranan maddenin formül kütlesi (2 Fe) = 2 × 56 = 112 g/mol.

Tartılan maddenin formül kütlesi (Fe_2O_3) = $2 \times 56 + 3 \times 16 = 160$ g / mol.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{2Fe}{Fe_2O_3}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{112}{160}$$

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = 0.7$$

$$\text{Arananın maddenin}(\%) \text{ si} = \frac{\text{Çökelek kütlesi} \times G.F}{\text{Numunenin kütlesi}} \times 100$$

$$\text{Arananın maddenin}(\%) \text{ si} = \frac{0,272 \times 0,7}{0,526} \times 100$$

= 36.3 g Fe. numunede % 36.3 g Fe vardır.

1. 3. Gravimetrik Analizde Hata Kaynakları

Gravimetrik analizde birçok hata kaynakları olabilir. Bunları şöyle sıralayabiliriz:

- Aranan madde tam olarak çöktürülmemiştir.
- Aranan madde ile birlikte yabancı iyonlar çökmüş olabilir.
- Yıkamanın tam olarak yapılmaması nedeniyle çözünebilir yabancı iyonlar giderilememiştir.
- Kurutmanın iyi yapılmaması nedeniyle çökelekteki su tamamen giderilmemiş olabilir.
- Isıtma işleminin gereğinden daha yüksek sıcaklıkta yapılması nedeniyle çökelek bozulmuş olabilir.
- Yakma sırasında kâğıt süzgeçteki karbon, indirgenmelere sebep olmuş olabilir.
- Çökeleğin kızdırılması ve süzgeç kâğıdının yakılması sırasında bozunmamış artıklar kalabilir.
- Tartım hataları yapılmış olabilir.

UYGULAMA FAALİYETİ

Numune içindeki aranan maddeyi gravimetrik yöntemle bulmak için aşağıda verilen işlem basamaklarını uygulayınız.

Kullanılan Araç Gereçler

- BaCl₂ numunesi
- Havan veya öğütücü
- Numune kabı
- Hassas terazi
- Etüv
- Desikatör
- Maşa
- Beher veya erlen
- Saf su
- Su banyosu
- Bağıt
- Büret
- Kıskaç
- Balon joje
- Spatül
- Pipet
- Mezür
- Saat camı
- Süzgeç kağıdı
- Huni
- Spor
- Halka
- Piset
- Damlalık
- Kroze
- Bunzen beki
- Kil üçgen veya tel kafes
- Üç ayak

Kullanılan Kimyasal Maddeler

- **6 M HCl çözeltisi** = 219 ml HCl alınarak, içinde bir miktar saf su bulunan balon jojeye konur. Saf su ile litreye tamamlanır. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.
- **% 10. luk Na₂SO₄ reaktifi**: 10 g Na₂SO₄ tartılır, 100 ml'lik balon jojeye konarak hacim çizgisine kadar saf su eklenir. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.

İşlem Basamakları	Öneriler
➤ Numuneyi (BaCl ₂) havanda veya öğütücüde toz haline getiriniz.	<ul style="list-style-type: none">➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız.➤ Kullanacağınız araç gereçleri temizleyiniz.➤ Numuneyi havanda toz haline getirirken etrafa sıçratmamaya özen gösteriniz.➤ Numunenin iyice homojenize olmasını sağlayınız.➤ Titiz ve özenli çalışınız.



Resim 1.14: Numuneyi homojenize etme

- Uygun bir kaptaki homojenize numuneden yaklaşık 5 – 6 g tartınız.



Resim 1.15: Homojenize numuneden tartma

- Numuneyi etüvde 105-110 °C'de yaklaşık 1 saat kurutunuz.



Resim 1.16: Numuneyi etüvde kurutma

- Tartım kabının temiz olmasına dikkat ediniz.
- Tartım miktarını belirlemede öğretmenizden fikir alınız.
- Homojenize numuneden öğretmeniz ile birlikte belirlediğiniz miktar kadar tartınız.
- Hassas terazide tartımı doğru ve dikkatli yapınız.
- Terazi kullanım kurallarına uyunuz.
- Tartım aldığınız miktarı uygun bir yere not ediniz.
- Tartım bitince teraziye kapatmayı unutmayınız.

- Etüv kullanım talimatlarına uyunuz.
- Etüvün sıcaklık ayarına dikkat ediniz.
- Zaman zaman sıcaklık kontrolü yapınız.
- Elektrikli aletlerle çalışırken dikkatli olunuz.
- Numuneyi etüve koyarken maşa kullanınız.

- Kuruttuđunuz numuneyi desikatörde saklayınız.



Resim 1.17: Desikatörde sođutma

- Etüvden numuneyi alıp hemen desikatöre koyunuz.
- Desikatörün kapađını kaydırarak açınız.
- Desikatör kullanım kurallarına uyunuz.
- Kapađın vazelinli olmasına dikkat ediniz.
- Desikatörün kapađını uzun süre açık bırakmayınız.

- Uygun bir kapta desikatördeki numuneden yaklaşık 0.1 -1 g tartınız.



Resim 1.18: Sođutulmuş numuneyi tartma

- Tartım miktarını belirlemede öğretmenizden fikir alınız.
- Desikatördeki numuneden öğretmeniz ile birlikte belirlediđiniz miktar kadar tartınız.
- Tartım yaparken yanınızda kâđıt ve kalem bulundurunuz.
- Tartımı not etmeyi unutmayınız.

Dikkatli Olunuz!

- Numuneyi uygun bir kaba koyunuz.

- Kabin temiz ve kuru olmasına dikkat ediniz.
- Numuneyi kaba koyarken dikkatli olunuz.



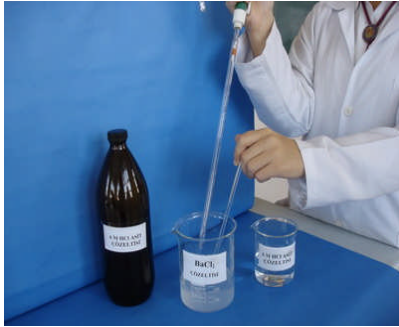
Resim 1.19: Numuneyi kaba koyma

- Numune üzerine 150ml saf su ekleyiniz.



Resim 1.20: Saf su ekleme



- 6 M HCl çözeltisinden 1 ml ekleyiniz.



Resim 1.21: 6 M HCl çözeltisini karıştırarak ilave etme

- Saf su kullanınız.
- Hacim ölçümünü dikkatli yapınız.
- Suyu eklerken karıştırınız.
- Çözünmenin tam olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.

- Çözelti hazırlama kurallarına uyunuz.
- Çözeltiyi eklerken karıştırmayı unutmayınız.
- HCl yakıcıdır, çalışırken üzerinize ve çevreye dökülmesini önleyiniz.
- HCl dökülen kısım hemen bol su ile temizlenmelidir.

<p>➤ Su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıtınız.</p>  <p>Resim 1.22: Su banyosunda ısıtma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Su banyosuna saf su koyup sıcaklığı ayarlayınız. ➤ Karıştırma yaparken cam baget kullanınız. ➤ Çözeltinin kaynamamasına dikkat ediniz. ➤ Beherin ağzını cam bir kapakla kapatınız. ➤ Su banyosu yok ise geniş ve büyük bir beheri su banyosu olarak kullanabilirsiniz.
<p>➤ % 10'luk Na_2SO_4 reaktifini damla damla ilave ederek çöktürünüz.</p>  <p>Resim 1.23: Reaktifi damla damla ilave etme</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Na_2SO_4 reaktifini ilave ederken pipet veya büret kullanınız. ➤ Karıştırarak reaktifin homojen dağılmasını sağlayınız. ➤ Karıştırma yaparken cam baget kullanınız. ➤ Karıştırma işlemini sıçramaları önlemek için dikkatli yapınız. ➤ Reaktifi damla damla ilave ederken çözeltiyi karıştırmanız iri çökelek elde etmenizi sağlayacaktır. ➤ Numune çözeltisinin sıcak olmasına dikkat ediniz.
<p>➤ Kontrol denemesi yapınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökeleği su banyosunda bir süre bekleterek dibe çökmesini sağlayınız. ➤ Bekletirken beherin ağzını saat camı ile kapatmayı unutmayınız. ➤ Saat camı üzerine berrak kısımdan almaya özen gösteriniz.



Resim 1.24: Su banyosunda ağız kapalı bekletme





Resim 1.25: Saat camı üzerine berrak kısımdan alma



- Berrak çözelti üzerine 1-2 damla Na_2SO_4 reaktifi damlattığınızda bir bulanma olmuyorsa çökme tam olarak gerçekleşmiştir, bir sonraki işlem basamağını uygulayabilirsiniz.



Resim 1.26: Kontrol denemesi yapma

- Reaktif damlattığınızda bulanma oluyorsa çökme tam olarak gerçekleşmemiştir, bir miktar daha reaktif ilave edip tekrar kontrol denemesi yapınız ve saat camındaki çözeltiyi ana çözeltiliye ilave etmeyi unutmayınız.
- Kontrol yaparken bulanıklık olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.

<p>➤ Olgunlaşması için üzerine saat camı kapatıp bir süre bekletiniz (1-2 saat).</p>  <p>Resim 1.27: Olgunlaştırma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Öğretmeninize mutlaka danışınız. ➤ Su banyosunun sıcaklığını ayarlayınız. ➤ Çökeleği su banyosunda dinlendirirken kaynamamasını sağlayınız. ➤ Çökelek sıcaktan etkileniyorsa oda ısısında karanlık bir yerde bekletiniz.
<p>➤ Çökeleği süzgeç kâğıdı ile süzünüz.</p>  <p>Resim 1.28: Süzme</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Hangi süzgeç kâğıdını kullanacağınızı öğretmeninize danışınız. ➤ Süzgeç kâğıdının huniye boşluksuz olarak yerleşmiş olmasına özen gösteriniz. ➤ Süzme işlemine öncelikle berrak çözeltiyi aktararak başlamanız işleminizi kolaylaştırır. ➤ Aktarma yaparken çözeltiyi bulandırmayınız. ➤ Çözeltiyi baget yardımı ile süzgece aktarmanız iyi bir süzme yapmada önemlidir. ➤ Aktardığınız çözeltinin süzgeç boyunu geçmemesine dikkat ediniz. ➤ Huni boynunun sürekli sıvı ile dolu olmasına özen gösteriniz.
<p>➤ Durultma ile yıkama yapınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Yıkama çözeltisi olarak sıcak saf su kullanınız. ➤ Çökeleği yıkarken beherin iç çeperlerindeki çökeleğin beherin tabanında toplanmasını sağlayınız. ➤ Yıkama çözeltisini çökeleği örtecek şekilde koymaya dikkat ediniz. ➤ Cam baget ile karıştırmayı unutmayınız.

<p>➤ Çökeleği süzgeç kâğıdına alınız.</p>  <p>Resim 1.29: Çökeleği süzgeç kâğıdına alma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Cam baget kullanınız. ➤ Pisetten püskürtülen yıkama çözeltisi ile çökeleğin tamamen süzgeç kağıdına alınmasını sağlayınız. ➤ Çökeleğin süzgeç kağıdı dışına taşmasını önleyiniz.
<p>➤ Çökeleği süzgeç kâğıdı içinde yıkama çözeltisi ile yıkayınız.</p>  <p>Resim 1.30: Yıkama</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Pisetteki yıkama çözeltisi ile süzgeç kâğıdının üst kısmından başlayarak yıkamaya özen gösteriniz. ➤ Yıkamayı yavaş ve dikkatli yapınız. ➤ Yıkama yaparken çökeleğin ortada toplanmasını sağlayınız.
<p>➤ Süzüntü kontrolü yapınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Süzüntü kontrolü için % 10'luk Na_2SO_4 reaktifi kullanınız. ➤ Süzüntünün içine 1-2 damla Na_2SO_4 reaktifi damlattığınızda tepkime vermiyorsa, yıkama işlemi gerçekleşmiştir. Bir sonraki işlem basamağına geçebilirsiniz. ➤ Reaktifi damlattığınızda tepkime oluyorsa yıkama işlemi tam olarak gerçekleştirilmemiştir. Süzüntü reaktifle tepkime vermeyinceye kadar yıkama işlemine devam ediniz.



Resim 1.31: Süzüntü kontrolü yapma

- Gözlemlerinizde dikkatli olmaya özen gösteriniz.

- Çökeleği süzgeç kâğıdı ile birlikte porselen krozeyle alınız.



Resim 1.32: Porselen krozeyle alma

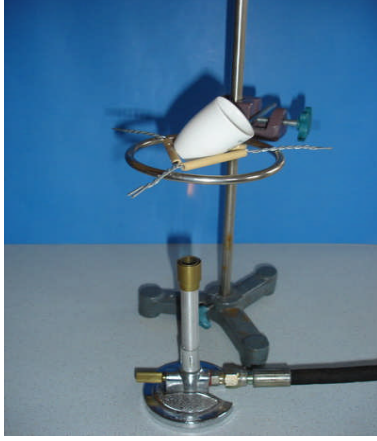
- Krozeyle sabit tartıma getirmeyi ve tartım sonucunu not etmeyi unutmayınız.
- Çökeleğin nemli olmasına dikkat ediniz.
- Süzgeç kâğıdını bir ısıpatula yardımı ile içe doğru kıvrırken kâğıdın yırtılmasını önleyiniz.



Resim 1.33: Süzgeç kâğıdını ısıpatula yardımı ile alma

- Süzgeç kâğıdını, konik kısmı yukarıda olacak şekilde krozeyle yerleştirmelisiniz.

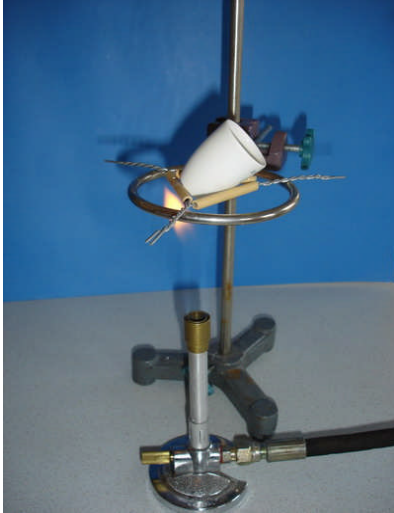
- Krozeyi süzgeç kâğıdı ile birlikte kurutunuz.



Resim 1.34: Kurutma

- Krozeyi kil üçgen ya da tel kafes üzerine eğik bir şekilde yerleştiriniz.
- Düşük bek alevinde kurutmaya dikkat ediniz.
- Bek alevinin krozenin dibine gelmesine özen gösteriniz.
- Beki yakmadan önce gerekli kontrolleri yapmayı unutmayınız.

- Krozeyi süzgeç kâğıdı ile birlikte yakınız.



Resim 1.35: Yakma

- Yakma işlemini yüksek ısıda yapınız.
- Kâğıt siyahlaşıp duman çıkışı bitmeden alevi yükseltmeyiniz.
- Yakma sırasında kâğıdın alev almamasına dikkat ediniz.
- Süzgeç kâğıdı kül (gri renk alıncaya kadar) oluncaya kadar yakmaya devam ediniz.
- Yakma işlemi bitince beki kapatmayı unutmayınız.

- Desikatörde soğutunuz ve tartınız.

- Krozeyi desikatöre maşa ile koyunuz.
- Desikatörün ağzını kapalı tutunuz.
- Kapağın vazelinli olmasına özen gösteriniz.
- Desikatörün içinde nem çekici maddenin olup olmadığını kontrol ediniz.



Resim 1.36: Soğutma

	<ul style="list-style-type: none">➤ Tartım yaparken krozenin soğuduğundan emin olunuz.➤ Tartım işlemini dikkatli yapınız.➤ Tartım sonucunu not etmeyi unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Hesaplama yapınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Dolu krozenin kütesinden boş krozen kütesini çıkararak, çökeleğin kütesini bulabilirsiniz.➤ Gravimetrik faktörü bulmak için öğretmeninizden yardım alınız.➤ Bulduğunuz değerleri % aranan madde formülünde yerine koyarak hesaplama yapınız.➤ Hesaplama yaparken dikkatli olunuz.➤ Aynı işlemlerle 2 paralel çalışma daha yapmayı unutmayınız.➤ Kullanılan araç gereçleri temizleyip kaldırınız.➤ Çalışma ortamınızı temizleyiniz.➤ Laboratuvar son kontrollerini yapınız.
<ul style="list-style-type: none">➤ Deney raporu yazınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Rapor hazırlamak çok önemlidir. Öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız.➤ Hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartışınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. Gravimetrik analizlerde çökelek sabit tartıma nasıl getirilir?
 - A) Kurutularak
 - B) Yakılarak
 - C) Kızdırılarak
 - D) Hepsi
2. Gravimetrik analizlerde aranan maddeyi diğerlerinden ayırmak için en çok hangi yöntem kullanılır?
 - A) Süzme
 - B) Çöktürme
 - D) Yıkama
 - E) Kurutma
3. Aynı numune, içinde su bulunduğu için farklı zamanlarda tartıldığında farklı sonuçlar elde edilir. Bunu önlemek için numuneye hangi işlem uygulanır?
 - A) Olgunlaştırma
 - B) Yıkama
 - C) Kurutma
 - D) Süzme
4. Numuneyi çözmek için kullanılan çözücü hangi özellikleri taşımalıdır?
 - A) Numuneyi kısa sürede çözebilmelidir.
 - B) Numuneyi tamamen çözebilmelidir.
 - C) Sonraki aşamalarda analizi olumsuz etkilememelidir.
 - D) Hepsi
5. Çözücü olarak aşağıdaki asidik eritişlerden hangisi kullanılır?
 - A) Na_2CO_3
 - B) NaOH
 - C) $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_7$
 - D) Na_2O_2
6. Çöktürücü reaktif, karıştırılmadan ilave edilirse aşağıdakilerden hangisi meydana gelir?
 - A) Çözeltinin bazı yerlerinde derişik bir ortam oluşur.
 - B) Çökelek daha küçük kristalli olur.
 - C) Çökelek fazla yabancı madde içerir.
 - D) Hepsi

7. I - Çöktürme hızlı yapılmalıdır.
II - Çöktürmede seyreltik çözeltiler kullanılmalıdır.
III- Çökeleğin olgunlaştırılması gereklidir.
IV- Çöktürücü reaktif hızlı eklenmelidir.
V – Çöktürme işlemi asitli ortamda yapılmalıdır.

Yukarıdakilerden hangisi ya da hangileri, gravimetrik analizlerde iri çökelek elde etmek için yapılır?

- A) I ve III
B) II, III, V
C) IV ve II
D) II ve I

8. I - Yıkama çözeltisi çökelek ile tepkime vermemelidir.
II - Çökeleğin çözünürlüğüne etki etmemelidir.
III- Yıkama çözeltisinde bulunan iyon, kızdırma sırasında buharlaşarak uçacak özellikte olmamalıdır.
IV- Yıkama sıcak su ile yapılmalıdır.

Yukarıdakilerden hangisi ya da hangileri, yıkama çözeltisinin özellikleridir?

- A) I,II ve III
B) I ve IV
C) II ve IV
D) III ve IV

9. Süzme krozeleri ile süzme işlemi hangisi ile yapılır?

- A) Su trompu ile
B) Basit süzme düzeneği ile
C) Ayrımsal damıtma düzeneği ile
D) Hiçbiri

10. Aşağıdakilerden hangisi süzme işleminde dikkat edilecek noktalardandır?

- A) Huni boynu sürekli sıvı ile dolu olmalıdır.
B) Süzme işlemi devamlı yapılmalıdır.
C) Süzgeç kâğıdı tamamen huniye yapıştırılmalıdır.
D) Hepsi

11. Aşağıdakilerden hangisi çökeleğin kurutulmasındaki amaçlardan biri değildir?

- A) Çeşitli şekillerde bulunan suyu gidermek
B) Yıkama sırasında veya önceden tutunmuş olan uçucu bileşikleri tutmak
C) Çökeleği daha kararlı bir yapıya dönüştürmek
D)Yıkama sırasında veya önceden tutunmuş olan uçucu bileşikleri uzaklaştırmak

12. 0,374 g çözünür klorür tuzu örneğinden çözelti hazırlanıyor. Bu çözeltideki klorür iyonları AgNO_3 çözeltisi ile çöktürülerek sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0,424 g olduğuna göre % Cl^- miktarını hesaplayınız. ($\text{Ag} = 108$, $\text{Cl} = 35,5$ g/mol)

- A) % 29 g
- B) % 28 g
- C) % 34 g
- D) % 35 g

13. 3 g Na_2SO_4 numunesinden çözelti hazırlanıyor. Gravimetrik işlemlerden sonra BaSO_4 halinde sabit tartıma getiriliyor çökelek kütlesi 4,16 g olduğuna göre % Na_2SO_4 miktarını hesaplayınız. (Na = 23, S = 32, O = 16, Ba = 137)

- A) % 83,8 g
- B) % 83,6 g
- C) % 84,8 g
- D) % 84,6 g

14. 0,276 g demir numunesinden çözelti hazırlanıyor. Gravimetrik işlemlerden sonra Fe_2O_3 halinde sabit tartıma getiriliyor çökelek kütlesi 0.128 g olduğuna göre % Fe miktarını hesaplayınız. (Fe = 56, O = 16)

- A) % 32,5 g
- B) % 33,5 g
- C) % 34,5 g
- D) % 35,5 g

15. Aranılan madde K, tartılan madde KClO_4 ise gravimetrik faktör nedir? (K = 39, Cl = 35.5, O = 16 g/mol)

- A) 0,2515
- B) 0,2615
- C) 0,2815
- D) 0,2715

16. Bir mangan madeninden alınan 1.72 g örnek gravimetrik işlemler sonucu Mn_3O_4 olarak tartılmıştır. Tartılan Mn_3O_4 miktarı 0.124 g olduğuna göre örnekteki % Mn miktarını hesaplayınız. (Mn = 55, O = 16 g/mol)

- A) % 5,18 g
- B) % 5,19 g
- C) % 4,19 g
- D) % 4,18 g

Aşağıdaki noktalı yerlere tabloda verilen uygun kelimeleri yazınız.

1. Aranılan maddenin, diğer maddelerden ayrılarak saf bileşiği halinde tartılması amacıyla yapılan işlemlere..... analiz denir.
2. Etüvde bozulan örnekler düşük sıcaklıkta kurutulmalıdır.
3. Numunenin çözeltiye alınmasında kullanılan maddeye denir.
4. Çökmenin tam olarak yapılıp yapılmadığını anlamak için yapılır.
5. Çöktürme işleminden sonra iri kristaller olması için çökeleğin kaynama noktasına yakın sıcaklıkta su banyosunda ısıtılmasına denir.
6. Analizlerde oluşan çökeleğin ana çözeltiden ayrılması için yapılan işleme denir.

Volumetrik
Bütün
Gravimetrik
Yarım
Vakumda
Reaktif
Çözücü
Su banyosunda
Kaynatmadan
Süzüntü - Kontrolü
Olgunlaştırma
Kaynatılarak
Kontrol denemesi
Bekletme
Süzme
Yıkama

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen $BaCl_2$ numunesindeki Ba^{+2} iyonları miktarını bulmak için gravimetrik işlemleri yapınız. Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

KONTROL LİSTESİ

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1	Laboratuvar ortamını ve kullanacağınız araç gereçleri hazırladınız mı?		
2	Numuneyi havanda veya öğütücüde toz haline getirdiniz mi?		
3	Homojenize örnekten tartarak sonucu not ettiniz mi?		
4	Numuneyi etüvde kuruttunuz mu?		
5	Kuruttuğunuz numuneyi etüvden hemen alıp desikatörde soğuttunuz mu?		
6	Desikatördeki numuneden temiz ve kuru bir kapta tartım yaptınız mı?		
7	Behere koyduğunuz numune üzerine saf su ekleyip çözünmenin tam olup olmadığını gözlemlediniz mi?		
8	6 M HCl çözeltisinden beherdeki çözeltiye ilave ettiniz mi?		
9	Karışımı su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıttınız mı?		
10	Hazırladığınız reaktiften sıcak çözeltiye damla damla ve cam bagetle karıştırarak ilave ettiniz mi?		
11	Kontrol denemesi yaptınız mı?		
12	Beherdeki çözeltiyi dinlendirdiniz mi?		
13	Süzme düzeneğini kurarak süzme işlemini kurallarına uygun olarak yaptınız mı?		
14	Süzüntü kontrolü yaptınız mı?		
15	Porselen krozeyi sabit tartıma getirip sonucu not ettiniz mi?		
16	Süzgeç kâğıdını krozeyi yerleştirdiniz mi?		
17	Süzgeç kâğıdını yaktınız mı?		
18	Krozeyi desikatörde soğutup tartarak sonucu not ettiniz mi?		

19	Yakma, soğutma ve tartım işlemlerini kroze sabit tartıma gelinceye kadar yaptınız mı?		
20	Rapor hazırlayıp hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartıştınız mı?		
21	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda **Hayır** şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Cevaplarınızın tamamı **Evet** ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

ÖĞRENME FAALİYETİ-2

AMAÇ

Bu öğrenme faaliyeti sonunda uygun ortam sağlandığında analiz metoduna uygun olarak sülfat tayini yapabileceksiniz.

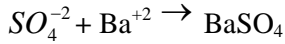
ARAŞTIRMA

- Gravimetrik yöntemle sülfat tayini nasıl yapılır? Araştırınız.

2. SÜLFAT TAYİNİ

2.1. İlkesi

Sülfat tayini; sülfat iyonunun (SO_4^{-2}), zayıf asitli ortamda $BaCl_2$ çözeltisi ile $BaSO_4$ halinde çöktürülüp yine aynı formülle $BaSO_4$ halinde sabit tartıma getirilmesi ilkesine dayanır.



2.2. Kullanılan Araç ve Gereçler

- Hassas terazi
- Tartım kabı
- Numune kabı
- Etüv
- Çözünür sülfat tuzu numunesi
- Desikatör
- Maşa
- 400 ml.lik beher
- Saf su
- Pipet veya büret
- Saat camı
- Kıskaç
- Üç ayak
- Mezür
- Spatül
- Su banyosu
- Cam baget
- Damlalık
- Mavi bant süzgeç kâğıdı
- Huni
- Spor
- Halka
- Piset
- Kil uçgen veya tel kafes
- Bunzen beki
- Porselen kroze
- Kül fırını
- Balon joje

2.3. Kullanılan Kimyasal Maddeler

- **6 M HCl Çözeltisi** : 219 ml HCl alınarak içinde bir miktar saf su bulunan balon jøjeye konur. Üzeri saf su ile litreye tamamlanır. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.
- **% 10'luk BaCl₂ Reaktifi** : 10 g BaCl₂ tartılır, 100 ml'lik balon jøjeye konarak hacim çizgisine kadar saf su eklenir. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.

2.4. Deney İşlem Basamakları

- Çözünür sülfat tuzu numunesi katı bir madde ise önce toz haline(havan veya öğütücüde) getirilir.
- Yaklaşık 5-6 g numune kabına alınır.
- Etüvde 105-110 0C'de 1 saat kurutulur.
- Desikatörde soğutulur.
- Bu numuneden 0.5 – 1.0 g arasında duyarlı olarak 3 ayrı tartım alınır.
- 400 ml'lik beherlere konur.
- Numunelerden biri 150-200 ml saf suda çözülür.
- 6 M HCl'den 1 ml eklenerek asitli bir ortam oluşturulur.

BaSO₄ oda sıcaklığında 100 ml suda 0.3 – 0.4 mg civarında çözünür. Çözünürlüğü mineral asit miktarı arttıkça artar. Örneğin; 2 M HNO₃ içinde 100 ml suda 17 mg BaSO₄ çözünürken 2 M HCl içinde 100 ml suda 10.1 mg BaSO₄ çözünür. Diğer yandan çöktürmenin de asitli ortamda yapılması gerekir. Ortam asitli olmazsa Ba⁺² iyonları nötral ve bazik ortamda CO₃⁻², PO₄⁻³ veya OH⁻ iyonları ile çökelti oluşturur. Bu da SO₄⁻³ iyonları miktarının fazla bulunmasına neden olur. Bu nedenle çöktürmenin zayıf asitli ortamda (yaklaşık 0.05 M derişimde) yapılması gerekir. Zayıf asitli ortamda yapılan çöktürme ile iri tanecikli çökelekler elde edilir.

Ortam gereğinden fazla asitli olursa BaSO₄ 'ın az bir kısmı çözüneceğinden yanlış sonuçlar elde edilir. Bu nedenle aşırı miktarda asit eklenmemelidir.

- Çözelti su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıtılır. Çözeltinin kaynamamasına dikkat edilir.
- Hazırlanan % 10'luk BaCl₂ çözeltisinden sıcak numune üzerine 10 ml damla damla karıştırılarak ilave edilir.
- Tamamı eklendikten sonra beherin ağzı saat camı ile kapatılır. Su banyosunda kaynama noktasının altında, çökeleğin dibe çökmesi beklenir.
- Çökelek üzerindeki berrak kısma 1-2 damla BaCl₂ çözeltisi eklenerek kontrol denemesi yapılır. Çökme tam değilse 1 ml daha BaCl₂ çözeltisi eklenerek karıştırılır. Reaktif ekleme işlemine bulanma olmayana kadar devam edilir. Bulanma olmayınca 1-2 ml BaCl₂ çözeltisinin aşırısı eklenir. Çökme tam ise yine 1-2 ml BaCl₂ çözeltisinin aşırısı eklenir. BaCl₂ miktarı fazla olarak ve birden konursa bir miktar BaCl₂, BaSO₄ çökeleği içinde kalır. Yıkama ile dahi

BaCl₂, BaSO₄ 'den ayrılmaz. Bu durumda da SO₄⁻² sonuçları yüksek bulunur. Bu yüzden BaCl₂ damla damla ilave edilir ve bir bagetle karıştırılır.

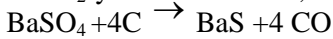
- Numune çözelti su banyosunda kaynama noktasının altında 1-2 saat veya oda ısısında bir gece bekletilerek dinlendirilir.

Dinlendirme sırasında;

BaCl₂ ⇌ Ba²⁺ + SO₄⁻² dengesi sürdüğü için küçük BaSO₄ tanecikleri çözünerek çözeltiliye geçerken çözeltilideki iyonlarda önceden oluşmuş taneler üzerinde toplanır. Bu da iri taneli kolay çözünebilir çökeleğin oluşmasına neden olur. Bu arada yabancı iyonlar da çözeltiliye geçeceğinden çökeleğin saflığı da artmış olur.

- Üstteki berrak kısım mavi bant süzgeç kâğıdına aktarılarak süzülür.
- Çökelek üzerine örtecek kadar sıcak saf su karıştırılarak çökeleğe eklenir ve bir süre beklenir.
- Berrak kısım tekrar aktarılır. Bu işlem 2-3 kez tekrar edilir. Durultma ile yıkama yapılır.
- Çökelek üzerine sıcak saf su püskürtülerek çökeleğin tamamının süzgece aktarılması sağlanır.
- Aktarılan çökelek sıcak saf su ile yıkanır.
- Süzüntü kontrolü yapılır. Bunun için süzüntünün içine 1-2 damla % 10' luk BaCl₂ reaktifi damlatılır. Tepkime meydana gelirse yıkamaya devam edilir. Tepkime yoksa yıkama işlemi gerçekleşmiştir. Diğer işlem basamağına geçilir.
- Süzgeç kâğıdı çökelek içte kalacak şekilde dikkatle katlanır ve önceden sabit tartıma getirilerek darası belirlenmiş porselen krozeye yerleştirilir.
- Kroze bir kil üçgene veya tel kafes üzerine yerleştirilerek önce düşük alevde kurutulur, daha sonra alev yükseltilerek kâğıt yakılır.

BaSO₂ yüksek sıcaklıkta, süzgeç kâğıdının karbonu ile kolaylıkla indirgenebilir.



Bu nedenle kararmış süzgeç kâğıdını iyice yakmadan sıcaklığın birden yükseltilmemesi gerekir.

Her ihtimale karşı BaSO₄ kül edildikten sonra kroze soğutulup içine birkaç damla H₂SO₄ konmalı ve tekrar yakılmalıdır.

- Yakılan çökelek 800 °C' de kül fırınında 30 dakika kızdırılır.
- Desikatörde soğutulur ve tartılır. Kızdırma, soğutma ve tartım işlemlerine kroze sabit tartıma gelene kadar devam edilir.
- Bütün işlemler diğer 2 numune ile de tekrarlanır. Üç analizin ortalaması alınarak hesaplama yapılır.

2.5. Sonuç ve Hesaplama

Analiz sonucunda sülfat miktarı aşağıdaki formül ile bulunur ve deney raporu yazılır.

$$\text{Gravimetrik faktör}(G : F) = \frac{\text{Aranan maddenin formül kütlesi}}{\text{Tartılan maddenin formül kütlesi}} = \frac{SO_4^{-2}}{BaSO_4}$$

Aranan maddenin kütlesi (SO_4^{-2}) = Çökelek Kütlesi \times G.F

Aranan maddenin %'si istenirse;

$$\% \text{ Arananın maddenin}(\%) \text{ si} = \frac{\text{Çökelek kütlesi} \times G.F}{\text{Numunenin kütlesi}} \times 100$$

Örnek 1: H_2SO_4 çözeltisindeki SO_4^{-2} iyonları $Pb(NO_3)_2$ çözeltisi ile $PbSO_4$ halinde çöktürülüp $PbSO_4$ halinde sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0.4 g geldiğine göre SO_4^{-2} iyonları miktarını hesaplayınız. (Pb = 207, S = 32, O = 16)

Çözüm :

$$G.F. = \frac{SO_4^{-2}}{PbSO_4} = \frac{32 + 4 \cdot 16}{207 + 32 + 4 \cdot 16} = \frac{96}{303} = 0.32$$

$$\begin{aligned} \text{Aranan } SO_4^{-2} \text{ miktarı} &= \text{Çökelek kütlesi} \times G.F \\ &= 0.4 \times 0.32 \\ &\cong 0.128 \text{ g } SO_4^{-2} \end{aligned}$$

Örnek 2: 0.262 g çözünür sülfat tuzu numunesinden çözelti hazırlanıyor. Çözeltideki SO_4^{-2} iyonları $BaCl_2$ çözeltisi halinde çöktürülerek sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi.,374 g olduğuna göre % SO_4^{-2} miktarını hesaplayınız.

Çözüm :

$$G.F. = \frac{SO_4^{-2}}{BaSO_4} = \frac{32 + 4 \cdot 16}{137 + 32 + 4 \cdot 16} = \frac{96}{233} = 0,41$$

$$\% SO_4^{-2} \text{ miktarı} = \text{Arananın maddenin}(\%) \text{ si} = \frac{\text{Çökelek kütlesi} \times G.F}{\text{Numunenin kütlesi}} \times 100$$

$$= \frac{0,374 \times 0,41}{0,262} \times 100$$

$$\cong 58.53 \text{ g}$$

Numunede % 58.53 g SO_4^{-2} vardır.

UYGULAMA FAALİYETİ

Öğretmeniniz tarafından verilen Na_2SO_4 çözeltisindeki sülfat miktarını bulmak için aşağıda verilen işlem basamaklarını uygulayınız.

Kullanılan Araç Gereçler

- Na_2SO_4 numune çözeltisi
- Hassas terazi
- 400 ml'lik beher
- Desikatör
- Maşa
- Saf su
- Pipet veya büret
- Saat camı
- Kıskaç
- Üç ayak
- Mezür
- Spatül
- Balon joje
- Su banyosu
- Cam baget
- Damlalık
- Mavi bant süzgeç kâğıdı
- Huni
- Spor
- Halka
- Piset
- Kil üçgen veya tel kafes
- Bunzen beki
- Porselen kroze
- Kül fırını

Kullanılan Kimyasal Maddeler

- **6 M HCl Çözeltisi** : 219 ml HCl alınarak, içinde bir miktar saf su bulunan balon jöjeye konur. Üzeri saf su ile litreye tamamlanır. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.
- **% 10'luk BaCl_2 Reaktifi** : 10 g BaCl_2 tartılır, 100 ml'ye saf su ile tamamlanır. Koyu renkli şişede kullanılmak üzere bekletilir.

İşlem Basamakları	Öneriler
➤ Numune çözeltisini 400 ml'lik behere alınız.	<ul style="list-style-type: none">➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.➤ Çalışma ortamınızı hazırlayınız.➤ Kullanacağınız araç gereçleri temizleyiniz.➤ Temiz ve kuru bir beher almaya dikkat ediniz.➤ Numuneyi behere koyarken dikkatli olunuz.



Resim 2.1: Çözeltiyi 400 ml'lik behere alma

- Numune üzerine 150 ml saf su ekleyiniz.



Resim 2.2: Saf su ekleme



- 6 M HCl Çözeltisinden 1 ml ekleyiniz.



Resim 2.3: 6 M HCl çözeltisini karıştırarak ilave etme

- Saf su kullanınız.
- Suyu eklerken karıştırınız.
- Hacim ölçümünü dikkatli yapınız.
- Çözünmenin tam olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.

- Çözelti hazırlama kurallarına uyunuz.
- Çözeltiyi eklerken karıştırmayı unutmayınız.
- HCl yakıcıdır, çalışırken üzerinize ve çevreye dökülmesini önleyiniz.
- HCl dökülen kısım hemen bol su ile temizlenmelidir.

<p>➤ Su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıtınız.</p>  <p>Resim 2.4: Su banyosunda ısıtma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Su banyosuna saf su koyup sıcaklığı ayarlayınız. ➤ Çözeltinin kaynamamasına dikkat ediniz. ➤ Çözeltiyi karıştırınız. ➤ Beherin ağzını cam bir kapakla kapatınız. ➤ Su banyosu yok ise geniş ve büyük bir beheri su banyosu olarak kullanabilirsiniz.
<p>➤ 10 ml % 10 luk BaCl₂ reaktifini damla damla ilave ederek çöktürünüz.</p>  <p>Resim 2.5: Reaktifi damla damla ilave etme</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Reaktifin hacmini dikkatli ölçünüz. ➤ Reaktifini ilave ederken pipet veya büret kullanınız. ➤ Fazla reaktif kullanmamaya özen gösteriniz, sonucun hatalı çıkmasına neden olabilir. ➤ Reaktifi damla damla ilave etmeye özen gösteriniz. ➤ Karıştırarak reaktifin homojen dağılmasını sağlayınız. ➤ Karıştırma yaparken cam bağıt kullanınız. ➤ Karıştırma işlemini sıçramaları önlemek için dikkatli yapınız. ➤ Reaktifi damla damla ilave ederken çözeltiyi karıştırmanız iri çökelek elde etmenizi sağlayacaktır. ➤ Numune çözeltisinin sıcak olmasına dikkat ediniz.
<p>➤ Kontrol denemesi yapınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökeleği su banyosunda bir süre bekleterek dibe çökmesini sağlayınız. ➤ Bekletirken beherin ağzını saat camı ile kapatmayı unutmayınız.





Resim 2.6: Su banyosunda ağız kapalı bekletme



- Saat camı üzerine berrak kısımdan almaya özen gösteriniz.



Resim 2.7: Saat camı üzerine berrak kısımdan alma

- Berrak çözelti üzerine 1-2 damla $BaCl_2$ reaktifi damlattığınızda bir bulanma olmuyorsa çökme tam olarak gerçekleşmiştir, bir sonraki işlem basamağını uygulayabilirsiniz.

	 <p>Resim 2.8: Kontrol denemesi yapma</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Reaktif damlattığınızda bulanma oluyorsa çökme tam olarak gerçekleşmemiştir, bir miktar daha reaktif ilave edip tekrar kontrol denemesi yapınız. Saat camındaki çözeltiyi ana çözeltiliye ilave etmeyi unutmayınız. ➤ Kontrol yaparken bulanıklık olup olmadığını dikkatli gözlemleyiniz.
<p>➤ Olgunlaşması için saat camını kapatıp bir süre bekletiniz.</p>  <p>Resim 2.9: Olgunlaştırma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Öğretmenin önerisi doğrultusunda çökeleği su banyosunda 1 saat ya da oda ısısında 1 gece bekletiniz. ➤ Su banyosunda bekletirken kaynamamasına dikkat ediniz. ➤ Oda ısısında bekletirken karanlık bir yer olmasını sağlayınız.
<p>➤ Çökeleği mavi bantlı süzgeç kâğıdı ile süzünüz.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Süzgeç kâğıdının huniye boşluksuz olarak yerleşmiş olmasına özen gösteriniz. ➤ Süzme işlemine öncelikle berrak çözeltiyi aktararak başlamanız işleminizi kolaylaştırır. ➤ Aktarma yaparken çözeltiyi

 <p style="text-align: center;">Resim 2.10: Süzme</p>	<ul style="list-style-type: none"> bulandırmayınız. ➤ Çözeltiyi baget yardımı ile süzgece aktarmanız iyi bir süzme yapmada önemlidir. ➤ Aktardığınız çözeltinin süzgeç boyunu geçmemesine dikkat ediniz. ➤ Huni boynunun sürekli sıvı ile dolu olmasına özen gösteriniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Durultma ile yıkama yapınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Yıkama çözeltisi olarak sıcak saf su kullanınız. ➤ Çökeleği yıkarken beherin iç çeperlerindeki çökeleğin beherin tabanında toplanmasını sağlayınız. Yıkama çözeltisini çökeleği örtecek şekilde koymaya dikkat ediniz. ➤ Cam baget ile karıştırmayı unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökeleği süzgeç kâğıdına alınız.  <p style="text-align: center;">Resim 2.11: Çökeleği süzgeç kâğıdına alma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Cam baget kullanınız. ➤ Pisetten püskürtülen sıcak saf su ile çökeleğin tamamen süzgeç kâğıdına alınmasını sağlayınız. ➤ Çökeleğin süzgeç kâğıdı dışına taşmasını önleyiniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökeleği süzgeç kâğıdı içinde yıkama çözeltisi (sıcak saf su) ile yıkayınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Pisetteki yıkama çözeltisi ile süzgeç kâğıdının üst kısmından başlayarak yıkamaya özen gösteriniz. ➤ Yıkamayı yavaş ve dikkatli yapınız. ➤ Yıkama yaparken çökeleğin ortada toplanmasını sağlayınız.



Resim 2.12: Yıkama

- Süzüntü kontrolü yapınız.



Resim 2.13: Süzüntü kontrolü yapma


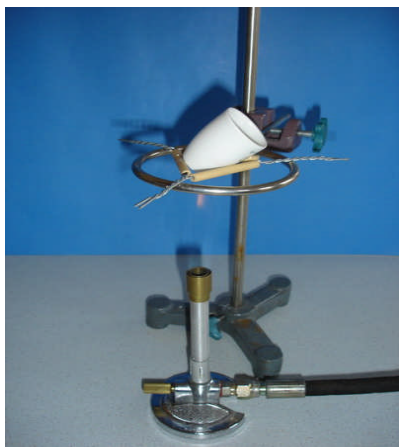
- Çökeleği süzgeç kâğıdı ile birlikte porselen krozeye alınız.

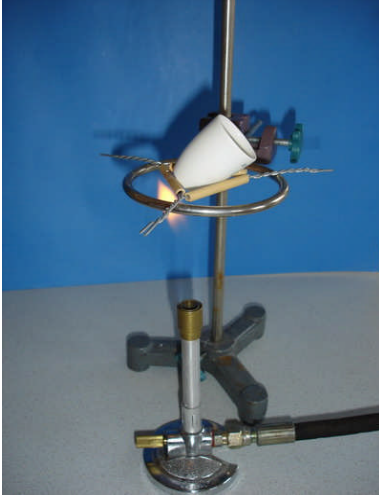


Resim 2.14: Porselen krozeye alma

- Süzüntü kontrolü için % 10'luk $BaCl_2$ reaktifi kullanınız.
- Süzüntünün içine 1-2 damla $BaCl_2$ reaktifi damlattığınızda tepkime vermiyorsa, yıkama işlemi gerçekleşmiştir. Bir sonraki işlem basamağına geçebilirsiniz.
- Reaktif damlattığınızda tepkime oluyorsa, yıkama işlemi tam olarak gerçekleştirilmemiştir. Süzüntü reaktifle tepkime vermeyinceye kadar yıkama işlemine devam ediniz.

- Krozeyi sabit tartıma getirmeyi ve tartım sonucunu not etmeyi unutmayınız.
- Çökeleğin nemli olmasına dikkat ediniz.
- Süzgeç kâğıdını bir spatula yardımı ile içe doğru kıvrırırken kâğıdın yırtılmasını önleyiniz.

	 <p>Resim 2.15: Süzgeç kâğıdını ıspatula yardımı ile alma</p> <ul style="list-style-type: none"> ➤ Süzgeç kâğıdını, konik kısmı yukarıda olacak şekilde krozeye yerleştirmelisiniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Krozeyi süzgeç kâğıdı ile birlikte kurutunuz.  <p>Resim 2.16: Kurutma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Krozeyi kil üçgen ya da tel kafes üzerine eğik bir şekilde yerleştiriniz. ➤ Düşük bek alevinde kurutmaya dikkat ediniz. ➤ Bek alevinin krozenin dibine gelmesine özen gösteriniz. ➤ Beki yakmadan önce gerekli kontrolleri yapmayı unutmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Krozeyi süzgeç kâğıdı ile birlikte yakınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Yakma işlemini yüksek ısıda yapınız. ➤ Kâğıt siyahlaşıp duman çıkışı bitmeden alevi yükseltmeyiniz. ➤ Yakma sırasında kâğıdın alev almamasına dikkat ediniz. ➤ Süzgeç kâğıdı kül oluncaya kadar yakmaya devam ediniz. ➤ Yakma işlemi bitince beki kapatmayı unutmayınız.



Resim 2.17: Yakma

- Kül fırınında 800 °C'de 30 dakika kızdırınız.






Resim 2.18: Kızdırma

- Kül fırınının sıcaklığını ve süresini ayarlayınız.
- Kül fırını kullanım talimatlarına uyunuz.
- Krozeyi kül fırınına yerleştirirken ve alırken maşa kullanmaya özen gösteriniz.



Resim 2.19: Krozeyi kül fırınına koyma

- Zaman zaman sıcaklık ve süreyi kontrol ediniz.
- Kül fırınının kapağını birden açmayınız, biraz soğumasını bekleyiniz.

	 <p>Resim 2.20: Soğuyunca kapağı açma</p>
<p>➤ Desikatörde soğutunuz.</p>  <p>Resim 2.21: Desikatörde soğutma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Desikatörün içinde nem çekici maddenin olup olmadığını kontrol ediniz. ➤ Kapağın vazelinli olmasına özen gösteriniz. ➤ Desikatör kullanım kurallarına uyunuz. ➤ Krozeyi desikatöre koymadan önce bir süre kül fırınında soğumasını bekleyiniz. ➤ Krozeyi desikatöre maşa ile koyunuz. ➤ Desikatörün kapağını kapalı tutunuz. ➤ Desikatörün kapağını zaman zaman açarak sıcak krozenin etkisi ile oluşabilecek basınç kazasını önlemelisiniz. ➤ Desikatörün kapağı uzun süre açık bırakılırsa nem çekebilir, dikkatli olunuz.
<p>➤ Tartım yapınız.</p>  <p>Resim 2.22: Tartım yapma</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Tartım yaparken krozenin soğuduğundan emin olunuz. ➤ Hassas terazi kullanım kurallarına uyunuz. ➤ Hassas terazide tartımı doğru ve dikkatli yapınız. ➤ Tartım sonucunu not etmeyi unutmayınız. ➤ Teraziyi kapatmayı unutmayınız. ➤ Kızdırma, soğutma ve tartım işlemlerinin kroze sabit tartıma gelinceye kadar yapılması gerektiğini unutmayınız.

<p>➤ Hesaplama yapınız.</p>	<ul style="list-style-type: none">➤ Dolu krozenin kütlelerinden boş kroze kütlelerini çıkararak çökeleğin kütlelerini bulabilirsiniz.➤ Gravimetrik faktörü bulmak için öğretmeninizden yardım alınız.➤ Bulduğunuz değerleri % aranan madde formülünde yerine koyarak hesaplama yapınız.➤ Hesaplama yaparken dikkatli olunuz.➤ Aynı işlemlerle 2 paralel çalışma daha yapmayı unutmayınız.➤ Kullanılan araç gereçleri temizleyip kaldırınız.➤ Çalışma ortamınızı temizleyiniz.➤ Laboratuvarın son kontrollerini yapınız.➤ Laboratuvar önlüğünüzü çıkarıp asınız.
<p>➤ Deney raporu yazınız.</p>	<ul style="list-style-type: none">➤ Rapor hazırlamak çok önemlidir, öğretmeninizin verdiği kriterlere uygun bir rapor hazırlayınız.➤ Hazırladığınız raporu sınıfta arkadaşlarınızla tartışınız.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. 0.376 g çözümlü sülfat tuzu örneğinden çözelti hazırlanıyor. Çözeltideki SO_4^{-2} iyonları $BaCl_2$ çözeltisi ile $BaSO_4$ halinde çöktürülerek sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0.426 g olduğuna göre % SO_4^{-2} miktarını hesaplayınız. (Ba= 137, S=32, O=16 g/mol)

- A) \cong % 44
- B) \cong % 56
- C) \cong % 46
- D) \cong % 54

2. Na_2SO_4 çözeltisindeki SO_4^{-2} iyonları $BaCl_2$ ile çöktürülüp Na_2SO_4 halinde sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0.4 g geldiğine göre SO_4^{-2} miktarını hesaplayınız. (Na=23, S=32, O=16 g/mol)

- A) 0.268 g
- B) 0.862 g
- C) 0.682 g
- D) 0.728 g

3. K_2SO_4 çözeltisindeki SO_4^{-2} iyonları $BaCl_2$ ile çöktürülüp K_2SO_4 halinde sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0.2 g olduğuna göre SO_4^{-2} miktarını hesaplayınız. (K=39, S=32, O=16 g/mol)

- A) 0.10
- B) 0.11
- C) 0.12
- D) 0.13

4. Sülfat içeren 0.25 g lık bir numune içindeki SO_4^{-2} iyonları gerekli gravimetrik işlemlerden sonra $PbSO_4$ halinde sabit tartıma getiriliyor. Sabit tartım kütlesi 0.55 g geliyor. Bu madde içerisindeki % SO_4^{-2} miktarını hesaplayınız. (Pb=207, S=32, O=16 g/mol)

- A) 73.4
- B) 72.4
- C) 71.4
- D) 70.4

5. Sülfat iyonunu $BaSO_4$ halinde çöktürmek için aşağıdaki reaktiflerden hangisi kullanılır?

- A) $AgNO_3$

- B) HNO_3
- C) BaCl_2
- D) HCl

6. Sülfat iyonlarını zayıf asitli ortamda çöktürmek için aşağıdaki asitlerden hangisi kullanılır?

- A) H_2SO_4
- B) HCl
- C) HNO_3
- D) CH_3COOH

7. Sülfat iyonları zayıf asitli ortamda çöktürüldüğünde çökelek büyüklüğü nasıl olur?

- A) İri
- B) Kaba
- C) Orta
- D) İnce

8. Sülfat tayininde reaktif olarak kullanılan çözelti % kaçlık olmalıdır?

- A) %5'lik
- B) %20'lik
- C) %10'luk
- D) %2'lik

9. Sülfat tayininde çöktürme kontrolü hangi reaktifle yapılır?

- A) BaCl_2
- B) Na_2SO_4
- C) HNO_3
- D) HCl

10. Sülfat tayininde aşağıdaki süzgeç kâğıtlarından hangisi kullanılır?

- A) Adi süzgeç kâğıdı
- B) Siyah bantlı süzgeç kâğıdı
- C) Beyaz bantlı süzgeç kâğıdı
- D) Mavi bantlı süzgeç kâğıdı

11. Sülfat tayininde yıkama çözeltisi olarak genellikle hangisi kullanılır ?

- A) HCl
- B) Sıcak saf su
- C) Sıcak HNO_3
- D) H_2SO_4

12. BaSO_4 'ün kül edildikten sonra H_2SO_4 konup tekrar yakılmasının nedeni aşağıdakilerden hangisidir?

- A) BaSO_4 'ün süzgeç kâğıdının karbonu ile indirgenmesini sağlamak
- B) BaSO_4 'ün süzgeç kâğıdının karbonu ile yükseltgenmesini önlemek
- C) BaSO_4 'ün süzgeç kâğıdının karbonu ile indirgenmesini önlemek
- D) BaSO_4 'ün süzgeç kâğıdının karbonu ile yükseltgenmesini sağlamak

13. 0.412 g çözümlü sülfat tuzu örneğinden çözelti hazırlanıyor. Çözeltideki SO_4^{2-} iyonları gerekli işlemlerden sonra $BaSO_4$ halinde çöktürülerek sabit tartıma getiriliyor. Sabit tartım kütlesi 0.5 g olduğuna göre % SO_4^{2-} miktarı ne kadardır?

- A) 59.7
- B) 48.5
- C) 49.5
- D) 49.7

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri yazınız.

1. Sülfat tuzu örneği katı bir madde ise önce haline getirilir.
2. $BaSO_4$ oda sıcaklığında 100 ml suda mg civarında çözünür.
3. Dinlendirme sırasında yabancı iyonlar çözeltiye geçtiği için çökeleğin artmış olur.
4. Sülfat tayininde çökelek kül fırınında $800^{\circ}C$ 'da tutulur.
5. Sülfat tayininde süzöntü kontrolü ile yapılır.

Sıvı
60 dakika
$NaCl_2$
Toz
2
$BaCl_2$
30 dakika
Safılığı
0,3 - 0,4
katılığı

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen K_2SO_4 çözeltisindeki sülfat miktarını bulmak için gravimetrik işlemleri yapınız. Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

KONTROL LİSTESİ

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1	Laboratuvar ortamını ve kullanacağınız araç gereçleri hazırladınız mı?		
2	K_2SO_4 numunesine saf su eklediniz mi?		
3	Çözünmenin tam olup olmadığını gözlemlediniz mi?		
4	6 M HCL çözeltisini hazırladınız mı?		
5	Hazırladığınız HCL'den beherdeki çözeltiye ilave ettiniz mi?		
6	Karışımı su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıttınız mı?		
7	Hazırladığınız reaktiften sıcak çözeltiye ilave ettiniz mi?		
8	Kontrol denemesi yaptınız mı?		
9	Beherdeki K_2SO_4 çözeltisini dinlendirdiniz mi?		
10	Süzme işlemini yaptınız mı?		
11	Süzüntü kontrolü yaptınız mı?		
12	Porselen krozeyi sabit tartıma getirip sonucu not ettiniz mi?		
13	Süzgeç kâğıdını yaktınız mı?		
14	Krozeyi kül fırınında kızdırdınız mı?		
15	Krozeyi desikatörde soğutup tarttınız mı?		
16	Kızdırma,soğutma ve tartım işlemlerini kroze sabit tartıma gelinceye kadar yaptınız mı?		
17	Hesaplamaları yaparak rapor hazırladınız mı?		
18	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda Hayır şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Cevaplarınızın tamamı Evet ise modül değerlendirmeye geçiniz.

MODÜL DEĞERLENDİRME

Bu faaliyet kapsamında hangi bilgileri kazandığınızı aşağıdaki soruları cevaplayarak belirleyiniz.

Aşağıdaki şıklardan doğru olanı işaretleyiniz.

1. Aşağıdaki yöntemlerden hangisi kütle ölçümüne dayanır?
A) Enstrümental analiz
B) Volumetri
C) Gravimetri
D) Hiçbiri
2. Aşağıdaki işlemlerden hangisi çöktürme işleminden sonra yapılır?
A) Süzme
B) Olgunlaştırma
C) Yıkama
D) Kurutma
3. Katı örnekleri analize hazırlamak için hangisi yapılır?
A) Alınan numune iyice karıştırılır.
B) Karıştırılan numune toz haline getirilir.
C) Ana yığının değişik yerlerinden azar azar numune alınır.
D) Hepsi
4. Kurutma işlemi genellikle etüvde kaç °C'de olur?
A) 105-110 °C
B) 140-150 °C
C) 250-300 °C
D) 80-90 °C
5. Numuneyi çözmek için aşağıdaki çözücülerden hangisi kullanılır?
A) Bazik eritişler
B) Saf su
C) Seyreltik mineral asitler
D) Hepsi
6. Çözücü olarak aşağıdaki bazik eritişlerden hangisi kullanılır?
A) Na₂CO₃
B) Na₂S₂O₇
C) Na₂S₂O₈
D) H₂SO₄
7. Çöktürme işleminde amaç aşağıdakilerden hangisidir?
A) Çözünürlüğü olabildiğince az çökelek elde etmek
B) Saf çökelek elde etmek
C) İri taneli çökelek elde etmek
D) Hepsi

8.

- I Çökeleğin çözünürlüğü az olmalıdır.
- II - Çökeleğin çözünürlüğü yüksek olmalıdır.
- III- Çökeleğin formül kütlesi, çöktürülen iyonun iyon gram kütlesinden küçük olmalıdır.
- IV- Çökelek saf olmalı veya kolaylıkla saflandırılabilirdir.

Yukarıdakilerden hangisi ya da hangileri, gravimetrik analizlerde yararlanacak çökelekte aranılan özelliklerdir?

- A) I ve IV
- B) Yalnız I
- C) IV ve II
- D) II ve III

9. Süzgeç kâğıtlarının olumsuz yönleri aşağıdakilerden hangisi değildir?

- A) Uzun süreli süzme işlemlerinde kâğıt erir.
- B) Asit ve bazlardan etkilenmez.
- C) Kolay yırtılır.
- D) Asit ve bazlardan etkilenir.

10. Yıkama işleminin tam olarak yapıp yapılmadığını anlamak için aşağıdakilerden hangisi yapılır?

- A) Çöktürme kontrolü
- B) Süzüntü kontrolü
- C) Kontrol denemesi
- D) Hiçbiri

11. Yakma işleminden sonra çökeleğin kızdırılması gerekiyorsa bu işlem aşağıdakilerden hangisinde yapılmaz?

- A) Bek alevi
- B) Etüv
- C) Desikatör
- D) Kül fırını

12. Sülfat içeren 0.372 g'lık bir numune içindeki SO_4 iyonları gerekli gravimetrik işlemlerden sonra K_2SO_4 halinde sabit tartıma getiriliyor. Çökelek kütlesi 0.412 g olduğuna göre % SO_4 miktarını hesaplayınız. (K=39, S=32, O=16 g/mol)

- A) % 61 g
- B) % 62 g
- C) % 63 g
- D) % 64 g

13. 0.3742 g demir cevheri gravimetrik işlemlerden sonra 0.1982 g Fe_2O_3 çökeleği vermektedir. Cevherdeki demir %'si ne kadardır? (Fe = 56, O= 16 g/mol)

- A) % 38.1 g
- B) % 36.1 g
- C) % 37.1 g
- D) % 39.1 g

14. Gravimetrik analizlerde saf çökelek elde etmek için aşağıdakilerden hangisi yapılır?

- A) Olgunlaştırma
- B) Yıkama
- C) Birlikte çökme
- D) Hepsi

15. Aranılan madde Cr, tartılan madde $BaCr_4$ ise gravimetrik faktör nedir? (Ba =137, Cr =56, O =16 g/mol)

- A) 0.2278
- B) 0.2378
- C) 0.2478
- D) 0.2178

16. Çözücü olarak aşağıdaki derişik mineral asit karışımlarından hangisi kullanılır?

- A) $HClO_4 + HNO_3$
- B) $HNO_3 + HCl$
- C) $H_2SO_4 + HNO_3$
- D) $H_2SO_4 + HCl$

Aşağıdaki boşluklara tabloda verilen uygun kelimeleri yazınız.

1. Bir numune içindeki bileşenlerin her birinin miktarını bulmak için yapılan analize analiz denir.

2. Numuneyi kurutma işlemi etüvde numune gelinceye kadar yapılır.

3. Çöktürücü reaktifin karıştırılarak ilave edilmesi sonucu.....çökelek elde edilir.

4. Aranılan maddenin formül kütlelerinin, tartılan maddenin formül kütlelerine oranına.....denir.

5. Sülfat tayininde kızdırma işlemi⁰C'de kül fırınında yapılır.

Nitel
Sabit tartıma
Belli
İri
Nicel
Küçük
Belli sıcaklığa
Yakma
500
yıkama
çökelek kütlesi
800
gravimetrik faktör
kalmayınca

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrar inceleyiniz.

Tüm sorulara doğru cevap verdiyseniz uygulamalı teste geçiniz.

UYGULAMALI TEST

Size verilen FeSO_4 çözeltisindeki demir miktarını bulmak için gravimetrik işlemleri yapınız. Yaptığınız işlemleri aşağıdaki değerlendirme tablosu ile kontrol ediniz.

KONTROL LİSTESİ

Değerlendirme Ölçütleri		Evet	Hayır
1	Laboratuvar ortamını ve kullanacağınız araç gereçleri hazırladınız mı?		
2	FeSO_4 numunesini behere aldınız mı?		
3	Beherdeki çözelti üzerine saf su eklediniz mi?		
4	Derişik HNO_3 çözeltisinden beherdeki çözeltiye ilave ettiniz mi?		
5	Karışımı su banyosunda kaynama noktasına kadar ısıttınız mı?		
6	Çözeltideki renk değişimini gözlemlediniz mi?		
7	NH_3 reaktiften sıcak çözeltiye damla damla ilave ettiniz mi?		
8	Kontrol denemesi yaptınız mı?		
9	Beherdeki FeSO_4 çözeltisini su banyosunda dinlendirdiniz mi?		
10	Süzme işlemini yaptınız mı?		
11	Yıkama çözeltisi ile yıkama işlemini yaptınız mı?		
12	Süzüntü kontrolü yaptınız mı?		
13	Porselen krozeyi sabit tartıma getirdiniz mi?		
14	Süzgeç kâğıdını yakdınız mı?		
15	Krozeyi kül fırınında kızdırdınız mı?		
16	Krozeyi tartarak tartımı sonucunu not ettiniz mi?		
17	Krozeyi sabit tartıma getirdiniz mi?		
18	Analiz sonrası işlemleri yaptınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Yaptığınız değerlendirme sonunda **Hayır** şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızda tereddütleriniz varsa tereddütlerinizle ilgili bölümleri bir daha gözden geçiriniz. Cevaplarınızın tamamı **Evet** ise modülü tamamladınız.

CEVAP ANAHTARLARI

ÖĞRENME FAALİYETİ-1' İN CEVAP ANAHTARI

1	D	9	A
2	B	10	D
3	C	11	B
4	D	12	B
5	C	13	D
6	D	14	A
7	B	15	C
8	A	16	B

1	Garvimetrik
2	Vakumda
3	Çözücü
4	Kontrol /denemesi
5	Olgunlaştırma
6	Süzme

ÖĞRENME FAALİYETİ – 2' NİN CEVAP ANAHTARI

1	C	9	A
2	A	10	D
3	B	11	B
4	D	12	C
5	C	13	D
6	B		
7	A		
8	C		

1	Toz
2	0,3 – 0,4
3	Saflığı
4	30 dakika
5	BaCl ₂

MODÜL DEĞERLENDİRME - CEVAP ANAHTARI

1	C	10	B
2	B	11	C
3	D	12	A
4	A	13	C
5	D	14	D
6	A	15	D
7	D	16	B
8	A		
9	B		

1	Nicel
2	Sabit – tartımı
3	İri
4	Gravimetrik / faktör
5	800

KAYNAKÇA

- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya (Nicel)**, MEB Yayınları, Ankara, 2001.
- DEMİR Mustafa, Şahinde DEMİRCİ, Ali USANMAZ, **Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı**, MEB Yayınları, Ankara, 2001.
- ERDEM B., F.BAYKUT, **Analitik Kimya**, İstanbul Üniversitesi Yayınları, Fatih Yayınevi, İstanbul, 1978.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı 2. Baskı**, Ankara Üniversitesi Fen Fakültesi Yayınları, Ankara, 1975.
- GÖNÜL Meral, Tomris ALTUĞ, Dilek BOYACIOĞLU, Ülker NOKA, **Gıda Analizleri 1. Baskı**, Ege Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Yayınları, Bornova, 1986.
- **Gıda Maddeleri Muayene ve Analiz Metotları**, T.C. Tarım Orman ve Köy İşleri Bakanlığı, Koruma ve Kontrol Genel Müdürlüğü
- KESKİN Halit, **Besin Kimyası**, İstanbul Üniversitesi Yayınları, Fatih Yayınevi, İstanbul, 1981.
- MERDİVAN Melek, Nuri NAKİBOĞLU, Şahin SAVAŞCI, Sema B. YAŞAR, Soner ERGÜN, Derya KARA, **Nicel Analiz Laboratuvar Kitabı**, Balıkesir Üniversitesi Yayınları, Balıkesir, 1999.
- MEGEP, Fiziksel Değişimler-2 Modülü, Ankara, 2006.
- UYLAŞER Vildan, Fikri BAŞOĞLU, **Gıda Analizleri –II Uygulama Kılavuzu**, Uludağ Üniversitesi Ziraat Fakültesi Yayınları, Bursa, 2000.
- www.kimyaevi.org