

GENEL KİMYA LABORATUARI – II

DENEYLERİ

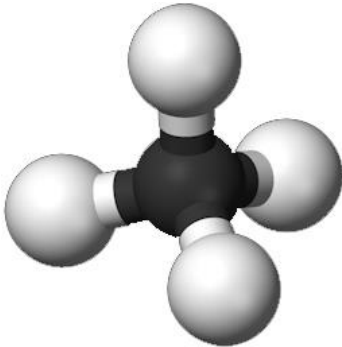
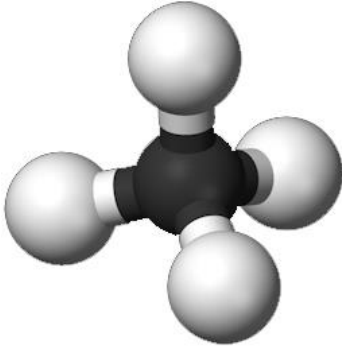
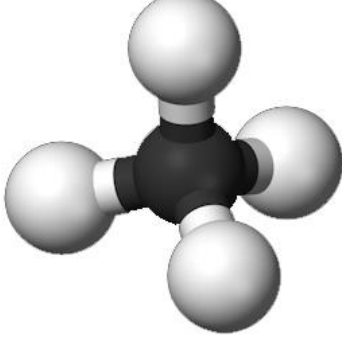
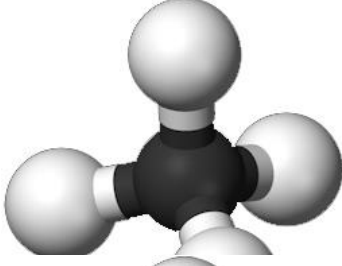
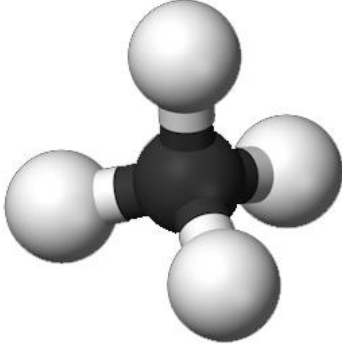


KARADENİZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ

FEN FAKÜLTESİ

KİMYA BÖLÜMÜ

OCAK 2023 – TRABZON

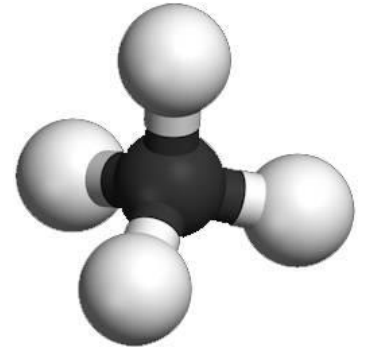
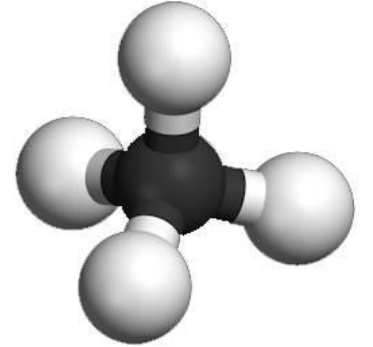
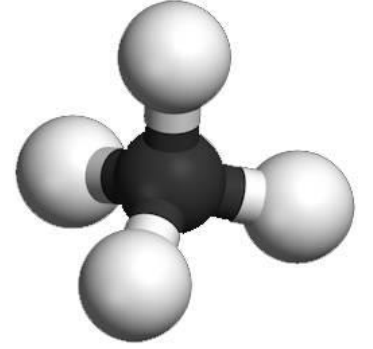
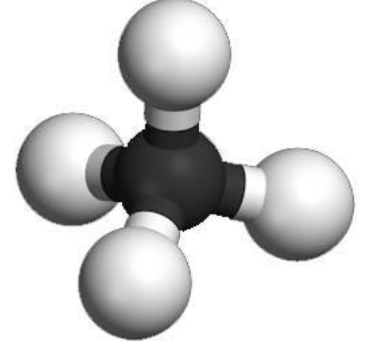
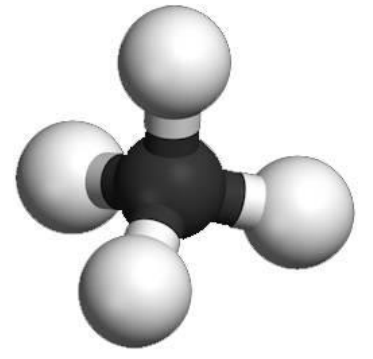


HAZIRLAYANLAR

Prof. Dr. Selami KARSLIOĞLU

Prof. Dr. Murat KÜÇÜK

Doç. Dr. Miraç Nedim MISİR



OCAK 2023 - TRABZON

GENEL KİMYA LABORATUVARI-II DENEY LİSTESİ

Deneý No	Deneýin Adı
1	Gösteri Deneýleri (NI ₃ üretimi, Fe üretimi, Kükürt Allotropları, Yanardağ)
2	Katyonların Nitel Analizi-I
3	Katyonların Nitel Analizi-II
4	Anyonların Nitel Analizi
5	Kimyasal Reaksiyonlarda Isı Değişimlerinin Ölçümü
6	<i>cis-</i> ve <i>trans</i> -Diklorobis(Etilendiamin)Kobalt(III) Klorürün Sentezi
7	Hess Kanunu ve Donma Noktası Alçalması ile Molar Kütleinin Belirlenmesi
8	Denge Sabitinin Belirlenmesi
9	Basit Destilasyon ile Karışımların Ayrılması
10	Boyle Kanunu
11	Korozyon ve Korunması
12	Çamaşır Suyu Analizi

GENAL KİMYA LABORATUARI-II ÇALIŞMA KURALLARI

- 1- Her öğrenci ilk iki hafta içinde bir adet vesikalık resmini ilgili asistana teslim edecektir.
- 2- Laboratuvarda önlüksüz çalışmak yasaktır,
- 3- Laboratuvarda yapılacak deneylerle ilgili deneye başlamadan önce ilgili asistanlar tarafından sınav yapılacaktır. Yapılan sınavlarda alınan notların aritmetik ortalaması ile ara sınav notunun toplamının %50 hesaplanarak yarıyıl içi çalışma notu belirlenecektir.
- 4- Her laboratuvarın ilk 15 dakikası içinde yoklama yapılacaktır. 15 dakikadan daha fazla geç kalan öğrenci yok yazılacaktır. Laboratuvara %80 devam etmeyen öğrenciler devamsız sayılır ve final sınavına giremezler.
- 5- Deneylerini herhangi bir sebepten dolayı zamanında yapamamış olanlar son hafta içinde en fazla üç deneyin telafisini yapabilirler.
- 6- Yapılması gereken deneyleri telafi haftasında da tamamlayamayan veya raporlarını imzalatmamış olanlar devamsız sayılır ve final sınavına giremezler,
- 7- Her öğrencinin bir adet laboratuvar defteri olacaktır. Her deney yapıldıktan sonra deneye ait rapor hazırlanıp bir sonraki hafta yapılacak olan laboratuvarın son bir saati içinde ilgili asistana imzalatılacaktır. Raporda, deneyin nasıl yapıldığına ait özet, reaksiyonlar varsa hesaplamalar bulunmalıdır. .
- 8- Her öğrenci laboratuvardan ayrılmadan önce çalıştığı masayı temizleyecektir.
- 9- Laboratuvar saatinde mazeretsiz laboratuvardan ayrılmak veya laboratuvar dışında dolaşmak yasaktır.
- 10- Laboratuvara, görevliler ve ilgili öğrencilerden başkasının girmesi yasaktır.
- 11- Laboratuvar içinde herhangi bir şey yemek, içmek, telefonla görüşmek ve sakız çiğnemek yasaktır.
- 12- Laboratuvar saat içinde öğrenciler asistanların her türlü uyarılarına uymak zorundadır. Laboratuvar çalışma disiplini bozan veya bozmaya çalışanlar hakkında gerekli disiplin soruşturması başlatılır.
- 13- 2. Arasınav notu olarak her hafta laboratuvarda yapılacak olan sınavların aritmetik ortalaması verileceğinden, laboratuvarda tekrar yazılmış olanlar (devamsızlıktan kalanlar hariç) her hafta yapılacak olan kısa sınavlara katılmak zorundadırlar. Laboratuvarda yapılacak olan sınavlara katılmayan tekrar öğrencilerininin yarıyıl içi çalışama notları ara sınavda almış oldukları notun %50 si alınarak belirlenecektir.
- 14- Numaralı gözlük kullanmayanlar laboratuvarda koruyucu gözlük kullanılacaktır.

DENEY 1: GÖSTERİ DENEYLERİ

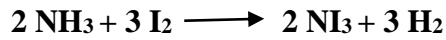
AZOT TRİİYODÜR (NI₃) SENTEZİ

Bazen bağ enerjileri, bir fare tuzağının yayında depolanmış enerjininki kadar kolayca açığa çıkabilir. NI₃ derişik NH₃ içerisinde iyodun çözünmesiyle kolayca sentezlenir. NI₃ yaşken kararlı fakat kuru halde patlayıcıdır. NI₃'ün enerjisi kendisini oluşturan elementlerinkinden daha büyüktür. Kuru NI₃ kristallerinin uzun bir çubuk ile ezilmesi ile, NI₃'deki bağlarda depolanmış enerji şiddetli bir patlama ile açığa çıkar.

Gerekli Maddeler: 1 gram İyot, Amonyak

İşlem:

Bu deney çeker ocak içinde dikkatli bir şekilde yapılmalıdır. 1 gram iyot alınır 250 mL lik bir beherde bulunan 10 mL NH₃ içerisine ilave edilir. Karışım bir karıştırıcı kullanılarak yaklaşık 10 dakika karıştırılır. Süzgeç kağıdı kullanılarak reaksiyon karışımı süzülür. Beherde kalan kristaller üzerine bir miktar NH₃ ilave edilir ve karışım tekrar süzgeç kağıdı üzerine aktarılır. Süzgeç kağıdının, üzerindeki katı bir çeker ocak içerisinde üç parçaya ayrılır. Ayrılmış kısımlar yaklaşık 1 saat kurutulduktan sonra NI₃, ucuna bir tavuk kanadı bağlanmış odun bir çubuk ile dokunulduğunda patlayabilir. Bu amaç için asla cam çubuk kullanılmaz.



DEMİR ÜRETİMİ

Erimiş demirin üretildiği termit reaksiyonu çok şiddetli bir yükseltgenme-indirgenme reaksiyonudur. Sıcaklık 3000-4000 °C'ye kadar yükselir.



Termit reaksiyonu eskiden demiryolu raylarının birbirlerine eklenmesinde kullanılırdı ve hala bazı yerlerde kullanılmaktadır.

Gerekli Maddeler: Alüminyum tozu, Fe_2O_3 , BaO_2 , KClO_3 , Şeker, Derişik H_2SO_4

İşlem:

Bu reaksiyon bir çeker ocak içerisinde yapılmalıdır. 100 cm³'lük iki adet mezür kullanılarak 50 cm³ alüminyum tozu ve 50 cm³ Fe_2O_3 ölçülerek alınır. Bunlar bir beherde karıştırıldıktan sonra beher karışımı A olarak etiketlenir. İki adet beher kullanılarak 25 cm³ BaO_2 ve 25 cm³ alüminyum tozu ölçülerek alınıp bir beherde dikkatlice karıştırılır. Beher karışımı B olarak etiketlenir. Ayrıca küçük bir beherde eşit miktarda KClO_3 ve şeker (her birinden 10 cm³) dikkatlice karıştırılır ve bu beher karışımı da C olarak etiketlenir. Bir kovada bulunan kuma çukur açılıp, çukura demir bir boru yerleştirilir. Sırası ile karışım A, karışım B ve son olarak da karışım C bu boru içerisine dökülür. Kum kovaşı çeker ocak içerisine yerleştirilir. Koruyucu eldiven ve gözlükler takıldıktan sonra dikkatlice yaklaşık 1 cm³ derişik H_2SO_4 boru içerisine dökülür dökülmez çeker ocak kapatılır. Reaksiyon tamamlandıktan sonra bir maşa kullanılarak kum içerisinde oluşan demir alınır.

KÜKÜRT ALLOTROPLARI

Plastik Kükürt

İşlem:

Kısa geniş bir pyrex tüp yaklaşık yarısına kadar kükürt ile doldurulduktan sonra erimiş kükürt viskoz oluncaya kadar yüksek sıcaklıkta ısıtılır (bunzen beki kullanılarak). Tüpdeki madde akışkan hale gelinceye kadar ısıtıldıktan sonra soğuk su içerisine yavaşça dökülür. Ürün sudan alındıktan sonra incelenir.

Rombik Kükürt

İşlem:

Bir çeker ocak içinde 2 cm³ toluen içerisinde 1 gram kükürt çözülür. Karışım bir saat camına dökülüp incelenir.

Monoklinik Kükürt

İşlem:

Yaklaşık 2 gram kükürt erime noktasına kadar ısıtıldıktan sonra süzgeç kağıdı kullanılarak süzülür. Katılaşmadan hemen önce süzgeç kağıdı açılıp kristaller incelenir.

YANARDAĞ

Gerekli Maddeler: (NH₄)₂Cr₂O₇, Mg tozu, Demir talaşı, Aseton, Bir adet yaklaşık 25x25 cm boyutunda seramik parçası

İşlem:

Deney çeker ocak içerisinde yapılmalıdır. Amonyum dikromat konik şekilde olacak halde seramik üzerine dökülür. Üzerine bir tutam Mg tozu ve bir tutam Fe talaşı serpilir. Daha sonra birkaç damla aseton ilave edilir ve bir kibrit veya çakmak kullanılarak tutuşturulur.

DENEY 2: KATYONLARIN NİTEL ANALİZİ

Katyonların analizi, kation tuzlarının çözünürlüklerine göre bir takım gruplara ayırıp daha sonra her iyonu ayrı ayrı belirleme esasına dayanır. Buradaki gruplar ile periyodik sistemdeki gruplara ayırma arasında bir benzerlik yoktur. Periyodik sistemin IB grubunda bulunan gümüşle, IVA grubunda bulunan kurşun nitel analizde aynı gruba düşerler. Kationların bu şekilde gruplara ayrılarak analiz edilmelerine kationların *sistematik nitel (kalitatif) analizi* denir. Genel olarak gruplandırmada klorür, sülfür, hidroksit, karbonat ve fosfatların çözünürlüklerinin farklı olmasından yararlanır. Benzer özelliklerde çöken iyonlar aynı grupta yer alır ve genel gruplandırma, çöktürücü reaktif ve oluşan az çözünür tuzlar Tablo 1’ de verilmiştir.

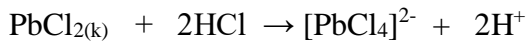
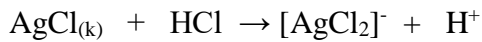
Tablo 1. Kation gruplarının sınıflandırılması.

Grup No	Grup Reaktifi	Kasyonlar	Çökeleğin Formülü ve Rengi	Ayırt Edici Özellik
I	Seyreltik HCl	Ag ⁺ Pb ²⁺ Hg ₂ ²⁺	AgCl PbCl ₂ Hg ₂ Cl ₂ (hepsi beyaz)	Klorürler soğuk seyreltik HCl’de çözünmezler
II	Seyreltik HCl’li ortamda H ₂ S	Hg ²⁺ Pb ²⁺ Bi ³⁺ Cu ²⁺ Cd ²⁺ Sn ²⁺ As ³⁺ Sb ³⁺ Sn ⁴⁺	HgS(siyah), PbS(siyah), Bi ₂ S ₃ (kahverengi – siyah), CuS (siyah), CdS (sarı), Sb ₂ S ₃ (turuncu), SnS (kahverengi), SnS ₂ (sarı)	Sülfürler soğuk seyreltik HCl’de çözünmezler

III	NH ₄ Cl'li ortamda seyreltik NH ₃	Al ³⁺ , Cr ³⁺ , Fe ³⁺	Al(OH) ₃ (beyaz), Cr(OH) ₃ (yeşil), Fe(OH) ₃ (kahverengi)	Hidroksitler NH ₄ Cl lü ortamda NH ₃ eklenerek çökereler
	NH ₄ Cl ve seyreltik NH ₃ 'lı ortamda H ₂ S	Ni ²⁺ , Co ²⁺ , Mn ²⁺ , Zn ²⁺	NiS(siyah), CoS (Siyah) MnS (açık pembe), ZnS (beyaz)	Sülfürler, NH ₄ Cl ve seyreltik NH ₃ lü ortamda H ₂ S ile çökerler.
IV	NH ₃ ve NH ₄ lü ortamda (NH ₄) ₂ CO ₃	Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Mg ²⁺	BaCO ₃ , CaCO ₃ , SrCO ₃ , MgCO ₃	Karbonatlar, NH ₄ 'lü ortamda (NH ₄) ₂ CO ₃ eklenerek çökerler.
	Kuvvetli NH ₃ 'lı ortamda (NH ₄) ₂ HPO ₄	Ba ²⁺ , Ca ²⁺ , Sr ²⁺ , Mg ²⁺	Ba ₃ (PO ₄) ₂ , Ca ₃ (PO ₄) ₂ , Sr ₃ (PO ₄) ₂ MgNH ₄ PO ₄	Fosfatlar, NH ₃ 'lı ortamda (NH ₄) ₂ HPO ₄ eklenerek çökerler
IV	-	Na ⁺ , K ⁺ , NH ₄ ⁺	Önceki gruplarda çökmeyen katyonlar	

I. GRUP KATYONLARI TANIMA TEPKİMELERİ

I. grup katyonları gümüş (Ag⁺), kurşun (Pb²⁺) ve civa(I) (Hg₂²⁺) iyonlarıdır. Bu iyonlar sulu ortamda klorürleri şeklinde çöktürülerek ayrılır (AgCl, PbCl₂, Hg₂Cl₂). Bu grup katyonların çöktürülmesi seyreltik (3 M) HCl çözeltisiyle gerçekleştirilir. Derişik HCl çözeltisi kullanıldığında AgCl ve PbCl₂ aşağıdaki tepkimelere göre kompleks iyonlarını oluşturarak çözünürler. Bu nedenle çöktürme ortamının pH'ı iyi ayarlanmalıdır.



Oluşan I. Grup katyon klorürlerinin çözünürlük çarpımı K_{çç} değerleri aşağıda verilmiştir.

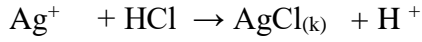
$PbCl_2$ ($1,6 \times 10^{-5}$), $AgCl$ ($1,8 \times 10^{-10}$), Hg_2Cl_2 ($1,3 \times 10^{-18}$)

GÜMÜŞ İYONU (Ag^+)

Aşağıda verilen tepkimelerde farklı yollarla Ag^+ iyonunu tanıma ve oluşan gümüş tuzunun çözünme özellikleri incelenmektedir. Her deneme sonrasında gözleminizi laboratuvar defterine not ediniz. Bütün çözünürlük deneylerinde çökelek üzerindeki çözelti ayrıldıktan sonra çökeleğe istenilen çözücü eklenir. Bir çökeleğin çözünmesi, çözeltinin tamamen berrak olması demektir.

a) Hidroklorik asit çözeltisi (HCl):

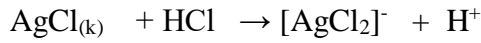
4-5 damla Ag^+ çözeltisine 2 damla 1 M HCl çözeltisi ekleyin.



Çökelekli çözeltiyi ikiye ayırın, santrifüjleyerek çözeltileri atın (yani çökeleği ikiye ayırın). Elde edilen beyaz çökeleğin

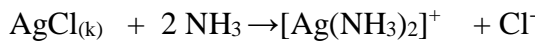
i) Birinci kısmına 15-20 damla su koyduktan sonra su banyosunda ısıtarak çözünürlüğünü gözleyin.

ii) İkinci kısmına çökelek çözününceye kadar derişik HCl çözeltisi ekleyin.



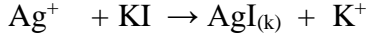
b) Amonyak Çözeltisi (NH_3) :

$AgCl$ çökeleğini yeniden oluşturduktan sonra, çökelek üzerine çözününceye kadar 6 M NH_3 çözeltisi ekleyin.

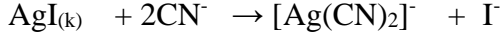


c) Potasyum iyodür çözeltisi (KI):

4 damla Ag^+ çözeltisine 2 damla 1 M KI çözeltisi ekleyin.



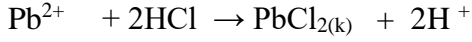
Santrifüjleyerek çözeltiyi atın, oluşan AgI çökeleğine çözününceye kadar 0,5 M KCN çözeltisi ekleyin.



KURŞUN İYONU (Pb^{2+})

a) Hidroklorik asit çözeltisi (HCl):

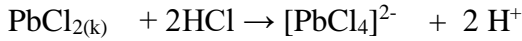
4-5 damla Pb^{2+} çözeltisine 4 damla 3 M HCl çözeltisi ekleyin.



Oluşan beyaz çökeleği ikiye ayırın.

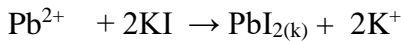
i) Birinci kısmına 20 damla su koyduktan sonra, su banyosunda ısıtarak çözünürlüğünü gözleyin, sonra tekrar soğutun.

ii) İkinci kısmına çökelek çözününceye kadar derişik HCl çözeltisi ekleyin.



b) Potasyum iyodür çözeltisi (KI):

i) 4-5 damla Pb^{2+} çözeltisine 5 damla su ve 1 damla 1 M KI çözeltisi ekleyin. Karışımı dikkatlice amyant tel üzerinde alevde kaynayınca kadar ısıttıktan sonra çeşme suyunda soğutarak sonucu not edin.

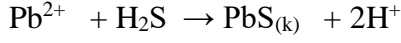


ii) i şikkında elde edilen PbI_2 çökeleğinin üzerine 1 M KI çözeltisinden fazla miktarda ekleyin.



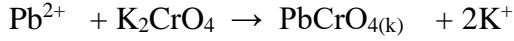
c) Tiyoasetamid çözeltisi.

1-2 damla Pb^{2+} çözeltisine 10 damla su ve 2 damla tiyoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.



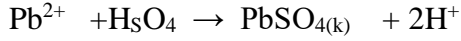
d) Potasyum kromat çözeltisi (K_2CrO_4)

4-5 damla Pb^{2+} çözeltisine 10 damla su ve 2-3 damla 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ekleyin.



e) Sülfürik asit çözeltisi (H_2SO_4)

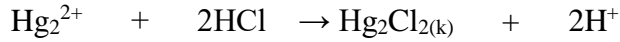
4-5 damla Pb^{2+} çözeltisine 10 damla su ve 4-5 damla 0,1 M H_2SO_4 çözeltisi ekleyin.



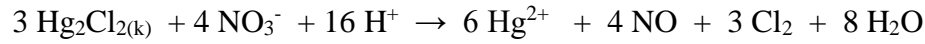
CİVA(I) İYONU (Hg_2^{2+})

a) Hidroklorik asit çözeltisi (HCl) :

4 - 5 damla Hg_2^{2+} çözeltisine 2 damla 1 M HCl çözeltisi ekleyin.

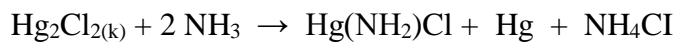


Oluşan beyaz çökeleği ikiye ayırın: **i)** Birinci kısmına 15 – 20 damla su koyduktan sonra su banyosunda ısıtarak çözünürlüğünü gözleyin.**ii)** ikinci kısmına çökelek çözününceye kadar kral suyu (1 hacim derişik HNO_3 + 3 hacim derişik HCl) ekleyin.

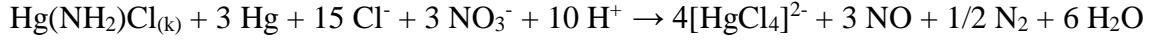


b) Amonyak çözeltisi (NH_3):

Hg_2Cl_2 çökeleğini yeniden oluşturduktan sonra, üzerine 3-4 damla 3 M NH_3 çözeltisi ekleyin.



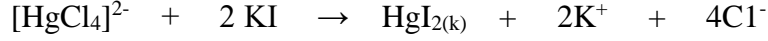
Oluşan çökeleğin üzerine çözününceye kadar kral suyu ekleyin, çözünmezse ısıtın.



Çözeltiyi c şıkkında kullanmak için saklayın.

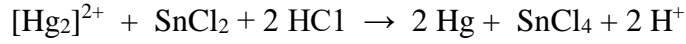
c) Potasyum iyodür çözeltisi (KI) :

c şıkkında ayırdığınız çözeltiliye 3 damla 1 M KI çözeltisi ekleyin.



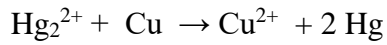
d) Kalay(II) klorür çözeltisi (SnCl₂) :

1-2 damla Hg₂²⁺ çözeltilisine 1-2 damla 0.1 M SnCl₂ çözeltisi ve 1-2 damla 3 M HCl çözeltisi ekleyin.



e) Bakır şerit (Cu) :

Derişik HNO₃ çözeltisi ile temizlenmiş bakır şerit parçasına 4–5 damla Hg₂²⁺ çözeltisi damlatın.

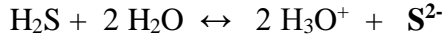


Veriler ve Gözlemler:

Katyon	Reaktif	Renk	Çözünme	Gözlem
Ag ⁺	HCl			
	NH ₃			
	KI			
Pb ²⁺	HCl			
	KI			
	H ₂ S (Tiyoasetamid)			
	K ₂ CrO ₄			
	H ₂ SO ₄			
Hg ²⁺	HCl			
	NH ₃			
	KI			
	SnCl ₂			
	Cu			

II. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ

Bu gruptaki katyonlar civa(II) (Hg^{2+}), kurşun(II) (Pb^{2+}), bizmut(III) (Bi^{3+}), kadmiyum (Cd^{2+}), arsenik(III) (As^{3+}), antimon(III) (Sb^{3+}) ve kalay(II) (Sn^{2+}) dir. Bu grup katyonlar 0.3 M HCl çözeltisinin varlığında sülfür iyonları ile oluşturdukları sülfür tuzları halinde çökerler. Gerekli olan S^{2-} iyonları hidrojen sülfür veya tiyaoasetamid çözeltilerinden sağlanır.



Hidrojen sülfür zayıf bir baz olduğundan;

$$K_a = \frac{[\text{H}_3\text{O}^+]^2[\text{S}^{2-}]}{[\text{H}_2\text{S}]} = 6,8 \cdot 10^{-23}$$

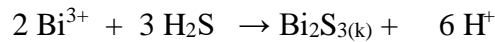
Doygun H_2S çözeltisi yaklaşık 0.1 M dır. Bu durumda

$[\text{H}_3\text{O}^+]^2 [\text{S}^{2-}] = 6,8 \times 10^{-24}$ bu ortamdaki $[\text{S}^{2-}] = 7,5 \times 10^{-23}$ M olur. Görüleceği üzere II. grup katyonlar çok düşük sülfür derişiminde sülfürleri halinde çökebilen iyonlardır.

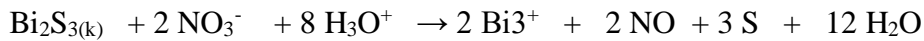
II. GRUP KATYONLARI TANIMA TEPKİMELERİ

BİZMUT(III) İYONU (Bi^{3+})

2-3 Damla berrak Bi^{3+} çözeltisine (çözelti berrak değilse berraklaşınca kadar 6 M HCl ekleyin) 1-2 damla tiyaoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

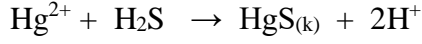


Oluşan kahverengi-siyah çökeleğe sıcak su banyosunda çözününceye kadar 3 M HNO_3 ekleyin.

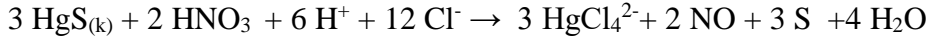


CİVA(II) İYONU (Hg^{2+})

2-3 Damla Hg^{2+} çözeltilisine 1-2 damla tiyoasetamid çözeltilisi ekleyin ve su banyosunda 5 dakika ısıtın.



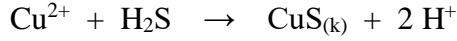
Oluşan siyah çökeleğe çözününceye kadar kral suyu ekleyin.



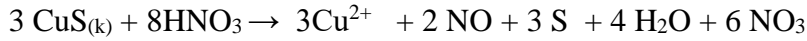
BAKIR(II) İYONUN (Cu^{2+})

a) Tiyoasetamid çözeltilisi:

2-3 Damla Cu^{2+} çözeltilisine 10 damla su ve 1-2 damla tiyoasetamid çözeltilisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

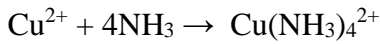


Oluşan siyah çökeleğe sıcak su banyosunda çözününceye kadar 3 M HNO_3 ekleyin.



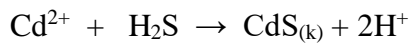
b) Amonyak çözeltilisi (NH_3) :

3 Damla Cu^{2+} çözeltilisine berrak bir çözelti elde edilinceye kadar 6 M NH_3 çözeltilisi ekleyin.



KADMİYUM İYONUN (Cd^{2+})

2–3 Damla Cd^{2+} çözeltilisine 5 damla su, 1-2 damla 3 M HCl ve 1-2 damla tiyoasetamid çözeltilisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

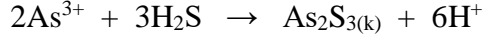


KURŞUN(II) (Pb^{2+})

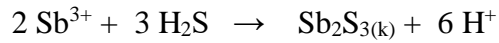
Kurşun için I. Grup kasyonların ön denemelerine bakınız.

ARSENİK(III) İYONU (As³⁺)

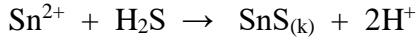
2-3 Damla As³⁺ çözeltisine 3-4 damla 3 M HCl çözeltisi ve 1-2 damla tiyoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

**ANTİMON(III) İYONU (Sb³⁺)**

2-3 Damla Sb³⁺ çözeltisine 10 damla su ve 1-2 damla tiyoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

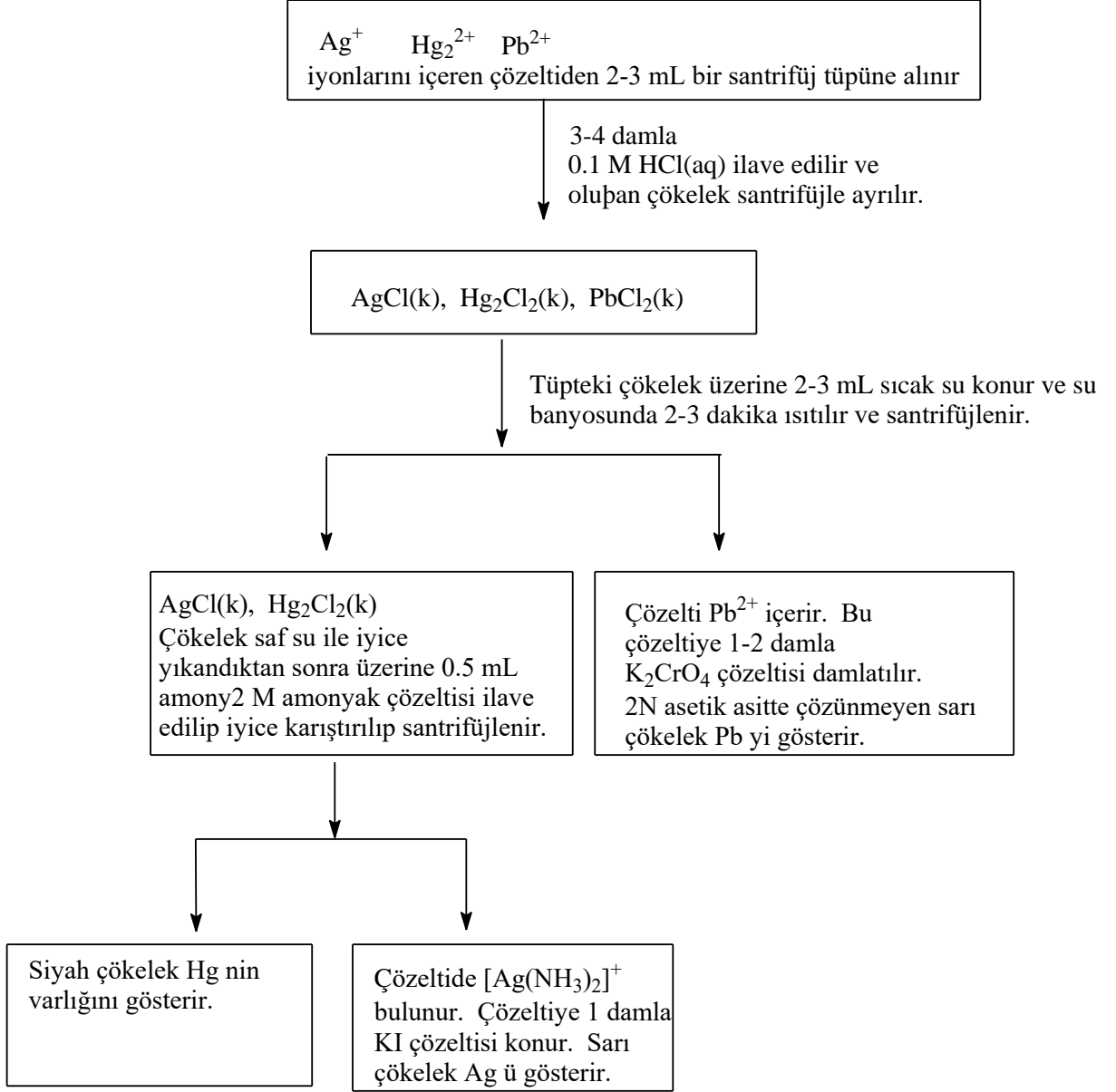
**KALAY(II) İYONU (Sn²⁺)**

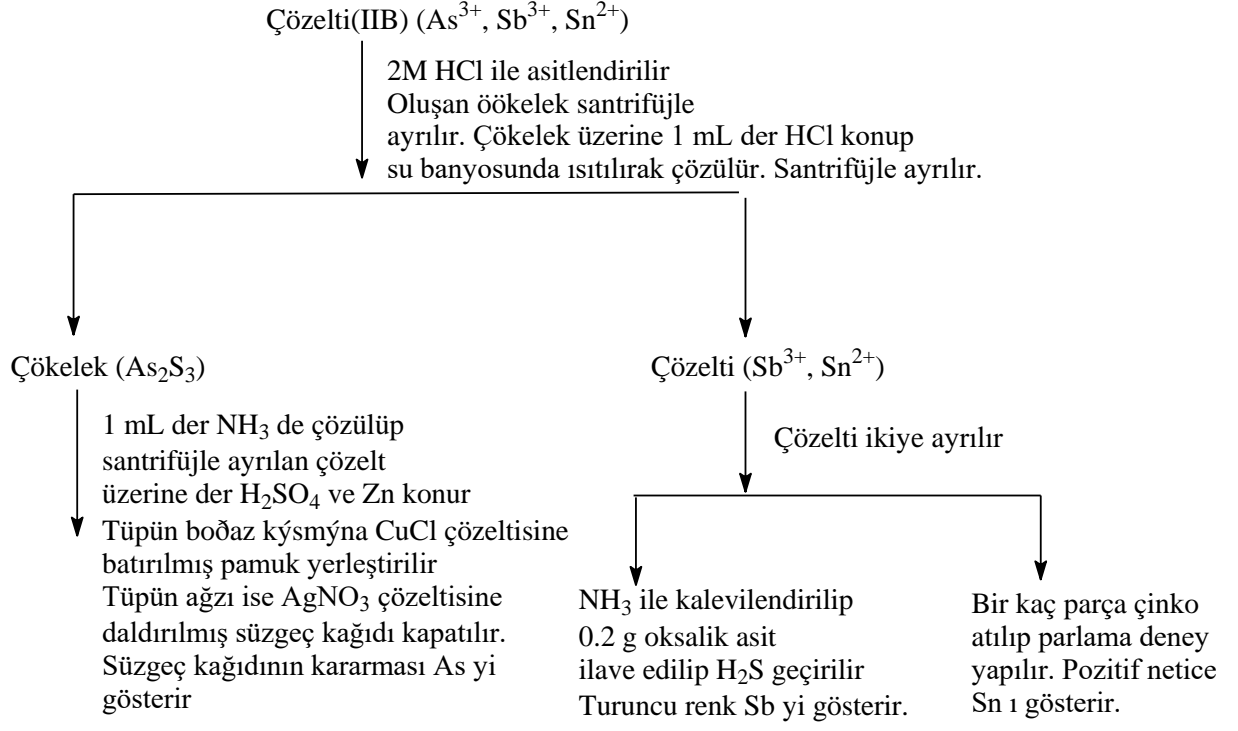
2-3 Damla Sn²⁺ çözeltisini 0,3 M HCl çözeltisi ile asitlendirip 1-2 damla tiyoasetamid çözeltisi ekleyip su banyosunda 5 dakika ısıtın.

**Veriler ve Gözlemler:**

Katyon	Reaktif	Renk	Gözlem
Bi ³⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
Hg ²⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
Cu ²⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
	NH ₃		
Cd ²⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
Pb ²⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
As ³⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
Sb ³⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		
Sn ²⁺	H ₂ S (Tiyoasetamid)		

Katyon I grubu iyonlarını içeren bir çözeltinin sistematik nitel analizi



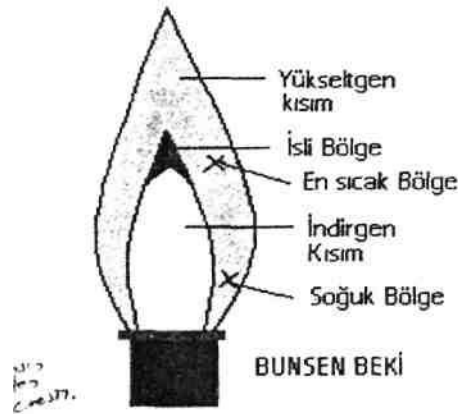


DENEY 3: KATYONLARIN NİTEL ANALİZİ

IV. GRUP KATYONLARI TANIMA TEPKİMELERİ

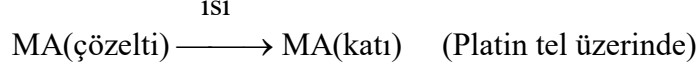
Bu grubun katyonları baryum (Ba^{2+}), kalsiyum (Ca^{2+}), magnezyum (Mg^{2+}) ve stronsiyum (Sr^{2+}) dur. IV. Grup katyonları olarak çöken dört element, periyodik cetvelin II A grubu elementleridir. Kimyasal özellikleri oldukça birbirine benzeyen bu katyonlar sadece $2+$ yükseltgenme basamağına sahiptirler ve kompleks iyon oluşturma eğilimleri çok zayıftır. Bu grup katyonlarının hepsinin suda az çözünür tuzları karbonat ve fosfatlarıdır.

Ayrıca Ba^{2+} , Ca^{2+} , Mg^{2+} ve Sr^{2+} katyonları karakteristik alev renkleri verirler. Yeterince yüksek ısıveren bir bunsen alevine metallerin özellikle uçuculuğu yüksek klorür tuzlarının çözeltisi tutulacak olursa, ısı etkisiyle buharlaşma kuruma erime ve gaz haline gelme adımlarını takiben metaller atomlaşır. Alevde uyarılan (eksite olan) atomların elektronları daha yüksek enerji seviyelerine çıkarlar. Daha sonra elektronlar tekrar eski enerji seviyelerine dönerken değişik dalga boylarında ışınlar yayınlırlar (emisyon). Bu ışınların dalga boyları her atom için farklıdır. Çıplak gözle dalga boyu $4000-8000 \text{ \AA}$ arasında olan ışınlar gözlemlenebildiğinden, eksite olan her atomun yaydığı ışınlar çıplak gözle görülmezler. Ayrıca birden fazla atomun birlikte bulunması halinde de, birinin yaydığı ışınlar diğeri tarafından kapatılabilir. Bu durumda filtreler veya spektroskop kullanılır. Elementlerin bu şekilde tanınmasına yarayan analiz dalına *spektral analiz* denir. Bu yöntemin duyarlılığı $10^{-6}-10^{-8}$ g'dır.

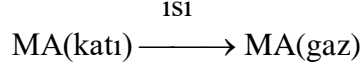


Metal tuzunun formülüne MA dersek, dördüncü ve beşinci grup katyonlarının alevde değişik renkler vermesinin temel mekanizması aşağıdaki gibi özetlenebilir:

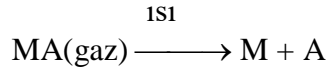
1. Çözelti alevde platin tel üzerinde ısıtılarak suyu buharlaştırılır.



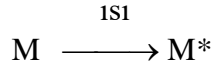
2. Platin tel üzerindeki katı ısıyla gaz haline geçer.



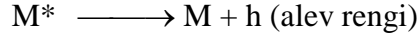
3. Gaz halindeki bileşik ısıyla atomlarına ayrışır.



4. Metal atomları ısı enerjisi alarak uyarılırlar.



5. Uyarılmış metal atomları kararlı olan temel haline dönerken almış olduğu ısı enerjisini ışın halinde yayınlar.



Bütün ışınlar belirli bir enerjiye sahiptirler. Buna ışınma enerjisi adı verilir. Bir ışınma enerjisi, frekansı ve dalga boyu arasında $E = h \cdot \nu = hc / \lambda$ bağıntısı vardır. Burada, E: enerji, h: Planck sabiti, c: ışık hızı, λ : dalga boyu ve ν : frekanstır.

Alevde 4. ve 5. Grup katyonları aşağıdaki karakteristik renkleri oluştururlar:

Baryum	→	Sarı- yeşil
Kalsiyum	→	Turuncu-kırmızı- tuğla kırmızısı (kısa süreli)
Stronsiyum	→	Koyu kırmızı- Karmen kırmızısı (fes kırmızısı)
Sodyum	→	Koyu sarı (uzun süreli)
Potasyum	→	Açık viyole

Platin Telin Kullanımı ve Temizlenmesi

Alev denemesinde kullanılan platin telde alevi renklendiren herhangi bir yapışmış madde bulunmamalıdır. Telin ucu küçük bir halka şeklinde kıvrılır ve şöyle temizlenir: Tel bir deney tüpündeki HCl'e daldırılır. Alevde kızıl dereceye kadar ısıtılır. Bu işlem tel alevde renk

vermeyinceye kadar tekrarlanır. Alev denemesi için temiz platin tel denenecek çözeltiliye daldırılır ve renksiz gaz alevinin oksitleyici kısmına tutulur.

Deneyin yapılışı:

Alev denemesinde kullanılmak üzere hazırlanmış cam çubuk ucuna tutturulmuş platin tel, önce derişik HCl çözeltilisine batırıldıktan sonra alevin en sıcak bölgesine artık aleve renk vermeyinceye kadar tutularak, önceki kalıntılarından kurtarılır. İncelenecek katyonun veya örneğin derişik HCl ile asitlendirilmiş çözeltilisine Pt halka kısmı daldırılarak önce alevin düşük sıcaklık bölgesinde suyunun uçurulması sağlanır, sonra yavaşça alevin daha üst kısmındaki sıcak bölgeye çıkartılarak alevde oluşan renklenme izlenir. Emin olmak için bu işlem birkaç kez yinelenir. Sodyum alevinin baskın olduğu durumlarda potasyum varlığına bakılırken kobalt camından yararlanılmalıdır. **DİKKAT:** Alev denemesi sırasında Pt telin cama tutturulduğu bölge ve cam çubuğun aleve temas etmemesine özen gösterilmelidir.

BARYUM İYONU (Ba²⁺)

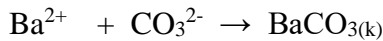
a) Amonyum hidrojen fosfat çözeltilisi (NH₄)₂HPO₄ :

3-4 Damla Ba²⁺ çözeltilisine 10 damla su, 7-8 damla 0.5 M (NH₄)₂HPO₄ çözeltilisi ekleyip çözeltiliyi 6 M NH₃ ile kuvvetlice bazik yapın.



b) Amonyum karbonat çözeltilisi (NH₄)₂CO₃:

3-4 Damla Ba²⁺ çözeltilisine 10 damla su, 3-4 damla 2 M (NH₄)₂CO₃ çözeltilisi ekleyin.



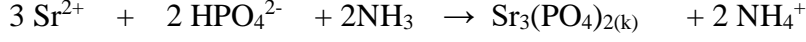
c) Alev Deneyi:

4-5 damla Ba²⁺ çözeltilisine 5 damla su, 4-5 damla derişik HCl ekleyin. Derişik HCl ile alevde renk vermeyinceye kadar temizlenmiş platin teli, Ba²⁺ çözeltilisine batırıp bek alevinin yükseltgen kısmına tutun. Alevdeki sarı yeşil renk Ba²⁺ iyonunun varlığını gösterir.

STRONSIYUM İYONU (Sr²⁺)

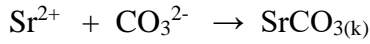
a) Amonyum Hidrojen fosfat çözeltisi (NH₄)₂HPO₄ :

3-4 Damla Sr²⁺ çözeltisine 10 damla su, 7-8 damla 0.5 M (NH₄)₂HPO₄ çözeltisi ekleyip çözeltiyi 6 M NH₃ ile kuvvetlice bazik yapın.



b) Amonyum karbonat çözeltisi (NH₄)₂CO₃:

3-4 damla Sr²⁺ çözeltisine 10 damla su, 3-4 damla 2 M (NH₄)₂CO₃ çözeltisi ekleyin.



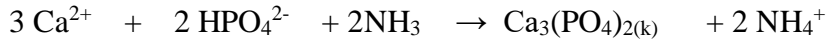
c) Alev Deneyi:

4-5 damla Sr²⁺ çözeltisine 5 damla su, 4-5 damla derişik HCl ekleyin. Derişik HCl ile alevde renk vermeyinceye kadar temizlenmiş platin teli, Sr²⁺ çözeltisine batırıp bek alevinin yükseltgen kısmına tutun. Alevdeki koyu kırmızı (karmen) renk Sr²⁺ iyonunun varlığını gösterir.

KALSİYUM İYONU (Ca²⁺) ÖN DENEMELERİ

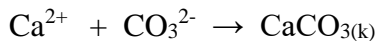
a) Amonyum Hidrojen fosfat çözeltisi (NH₄)₂HPO₄ :

3-4 Damla Ca²⁺ çözeltisine 10 damla su, 7-8 damla 0.5 M (NH₄)₂HPO₄ çözeltisi ekleyip çözeltiyi 6 M NH₃ ile kuvvetlice bazik yapın.



b) Amonyum karbonat çözeltisi (NH₄)₂CO₃:

3-4 Damla Ca²⁺ çözeltisine 10 damla su, 3-4 damla 2 M (NH₄)₂CO₃ çözeltisi ekleyin.

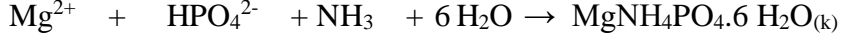


c) Alev Deneyi:

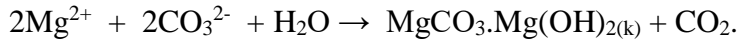
3-4 Damla Ca²⁺ çözeltisine 5 damla su, 4-5 damla derişik HCl ekleyin. Derişik HCl ile alevde renk vermeyinceye kadar temizlenmiş platin teli, Ca²⁺ çözeltisine batırıp bek alevinin yükseltgen kısmına tutun. Alevdeki tuğla kırmızı renk Ca²⁺ iyonunun varlığını gösterir.

MAGNEZYUM İYONU (Mg²⁺)**a) Amonyum Hidrojen fosfat çözeltisi (NH₄)₂HPO₄ :**

3-4 damla Mg²⁺ çözeltisine 10 damla su, 7-8 damla 0.5 M (NH₄)₂HPO₄ çözeltisi ekleyip çözeltiyi 3 M NH₃ ile kuvvetlice bazik yapın.

**b) Amonyum karbonat çözeltisi (NH₄)₂CO₃:**

2-3 damla Mg²⁺ çözeltisine 10 damla su, 2-3 damla 2 M (NH₄)₂CO₃ çözeltisi ekleyin.

**Veriler ve Gözlemler:**

Kasyon	Reaktif	Renk	Gözlem
Ba ²⁺	(NH ₄) ₂ HPO ₄		
	(NH ₄) ₂ CO ₃		
	Alev Deneyi		
Sr ²⁺	(NH ₄) ₂ HPO ₄		
	(NH ₄) ₂ CO ₃		
	Alev Deneyi		
Ca ²⁺	(NH ₄) ₂ HPO ₄		
	(NH ₄) ₂ CO ₃		
	Alev Deneyi		
Mg ²⁺	(NH ₄) ₂ HPO ₄		
	(NH ₄) ₂ CO ₃		

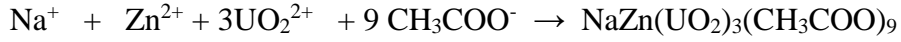
V. GRUP KATYONLARI TANIMA TEPKİMELERİ

Bu grubun katyonları amonyum (NH_4^+), sodyum (Na^+) ve potasyum (K^+) dur. Bu iyonların birkaç istisna dışında bütün tuzları suda çözünür. Bu nedenle bu grup için herhangi bir çöktürücü reaktif yoktur.

SODYUM İYONU (Na^+)

a) Çinko uranil asetat çözeltisi:

2–3 damla Na^+ çözeltisini bir saat camına damlatılır. Üzerine çinko uranil asetat (uranil asetat + çinko asetat) çözeltisinden 2–3 damla eklenir.



Oluşan sarı çökelek Na^+ iyonunun varlığını gösterir.

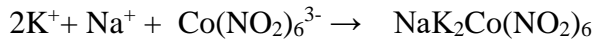
b) Alev Deneyi:

4–5 Damla Na^+ çözeltisi üzerine 5–6 damla su ve 5-6 damla derişik HCl ekleyin. Derişik HCl ile alevde renk vermeyinceye kadar temizlenmiş platin teli, Na^+ çözeltisine batırıp alevin yükseltgen kısmına tutun. Alevdeki parlak sarı renk Na^+ iyonunun varlığını gösterir.

POTASYUM İYONUNU (K^+)

a) Sodyum kobalt(III) hekza nitrit çözeltisi $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$:

2–3 Damla K^+ çözeltisini bir saat camına damlatılır. Üzerine 2–3 damla sodyum kobalt(III) hekza nitrit çözeltisi eklenir (ortamda AgNO_3 çözeltisi bulunursa duyarlılık artar).



Oluşan açık sarı çökelek Na^+ iyonunun varlığını gösterir.

b) Alev Deneyi I:

4–5 Damla K^+ çözeltisi üzerine 5–6 damla su ve 5–6 damla derişik HCl ekleyin. Derişik HCl ile alevde renk vermeyinceye kadar temizlenmiş platin teli, K^+ çözeltisine batırıp alevin yükseltgen kısmına tutun. Alevdeki açık eflatun renk K^+ iyonunun varlığını belirler.

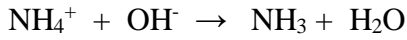
c) Alev Deneyi II :

4-5 Damla K^+ ve 4-5 damla Na^+ çözeltisini bir tüpe koyup üzerine 6-7 damla derişik HCl ekleyin. Alev deneyini bir kez çıplak gözle, bir kez de kobalt camıyla yapınız.

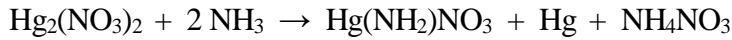
AMONYUM İYONU (NH_4^+)

Sodyum hidroksit çözeltisi (NaOH):

3-4 Damla NH_4^+ çözeltisi üzerine 5 damla su ve 4-5 damla 3 M NaOH çözeltisi ekleyip su banyosunda ısıtın. Çözelti ısıtılırken açığa çıkan NH_3 gazı birkaç yolla belirlenebilir. (Bu deneyler çözelti ısıtıldıktan hemen sonra yapılmalı, aksi takdirde NH_3 gazı ortamdaki uzaklaştığı için, amonyum iyonunun varlığı izlenemez.)



- * Kokusu ile (deney tüpünü ısıtıttıktan sonra tüpün kenarından dikkatlice koklanır),
- * Tüpün ağzına tutulan derişik HCl'e batırılmış cam çubuk üzerinde oluşan NH_4Cl dumanları ile,
- * Islatılmış kırmızı turnusol kağıdının maviye dönüşmesi ile (turnusol kağıdı tüpe değdirilmeden, tüpün üzerinde pens ile tutulmalıdır),
- * Civa(I) nitrat ile ıslatılmış süzgeç kağıdının tüpün ağzına tutulduğunda siyahlaşmasıyla (ortamda arsenik olmamalıdır).



Veriler ve Gözlemler:

Kasyon	Reaktif	Renk	Gözlem
Na^+	Çinko uranil asetat		
	Alev Deneyi		
K^+	$Na_3Co(NO_2)_6$		
	Alev Deneyi-I		
	Alev Deneyi-II		

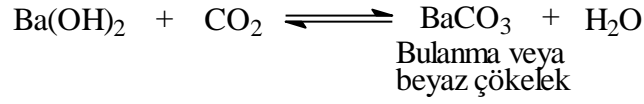
NH_4^+	NaOH-Koku		
	NaOH-HCl çubuk		
	NaOH-Turnusol		
	NaOH-Hg ₂ (NO ₃) ₂		

DENEY 4: ANYONLARIN NİTEL ANALİZİ

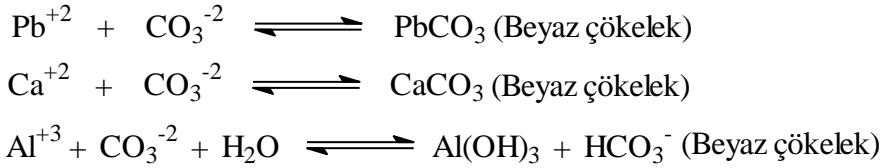
KARBONAT İYONU (CO₃²⁻)

Deney 1. Sülfürik asit çözeltisi (H₂SO₄):

Karbonat içeren çözeltiliye 5-6 damla 3 M sülfürik asit damlatılır. Çıkan gaz bir tüp içerisindeki Ca(OH)₂ veya Ba(OH)₂ çözeltisi içine gönderilir. Bu çözeltilerde meydana gelecek bulanma karbonat iyonunun varlığını gösterir.



Deney 2. Üç ayrı deney tüpüne 1'er mL numune alınıp birinin üzerine 0.1 M kurşun, ikincisine 0,1 M kalsiyum ve sonuncusuna da 0,1 M alüminyum çözeltisi damlatılır. Beyaz çökelek meydana gelmişse, bu karbonat iyonunun varlığını gösterir. Daha emin olmak için çökelekler saf su ile yıkanarak çökelek üzerine 3M sülfürik asit çözeltisinden ilâve edilir. Asit ilâvesiyle kurşun ve kalsiyum karbonatlar gaz çıkarak çözüldüğü halde alüminyumda bir gaz çıkışı olmaz. Çünkü alüminyum çözeltisine karbonat ilâvesiyle alüminyum karbonat değil, alüminyum hidroksit çöker.

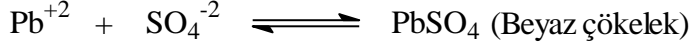


SÜLFAT İYONU (SO₄²⁻)

Deney 1: Numuneden alınmış yarım mL kadar kısım üzerine asitlendirildikten sonra bir kaç damla 0,1M baryum klorür çözeltisi ilâve edilir. Eğer beyaz bir çökelek meydana gelmiş ise bu BaSO₄dır ve sülfat iyonunun varlığını gösterir.

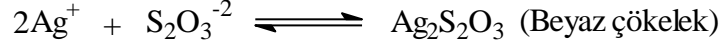


Deney 2: Numune üzerine bir kaç damla HCl asit ve bir kaç damla da 0,1M Pb(NO₃)₂ çözeltisi ilâve edilir. Beyaz bir çökelek PbSO₄'ı gösterir. Bu çökelek derişik nitrik, sülfürik asit, amonyum asetat ve sodyum hidroksitte çözünür.



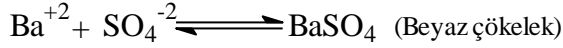
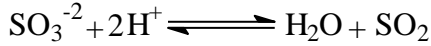
TIYOSÜLFAT İYONU ($\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$)

Deney 1: Bu iyonun en spesifik reaksiyonu, gümüş iyonu ile verdiği reaksiyondur. Tiyosülfat, Ag^+ iyonu ile beyaz bir çökelek verir. Bu çökelek kararsızdır ve beyazdan beyaz-sarı-turuncu-kahverengi ve siyaha kadar renk değiştirir. Bu renk değişimleri sonucu elde edilen siyah çökelek tiyosülfat iyonunu gösterir.



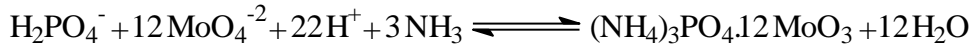
SÜLFİT İYONU (SO_3^{2-})

Deney 1: Numunede bisülfid iyonu yoksa bir miktar numune gaz absorpsiyon cihazının tübüne alınarak üzerine çok az sodyum karbonat ve 3M sülfürikasit çözeltisi ilâve edilir. Çıkan gaz diğer tüpde bulunan nitrik asitli ve potasyum permanganatlı baryum klorür çözeltisine gönderilir. Pembe-beyaz renkli bir çökeleğin oluşumu sülfid iyonunu gösterir.

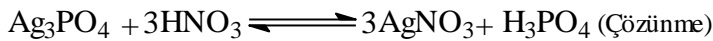
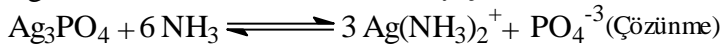
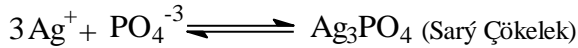


FOSFAT İYONU (PO_4^{3-})

Deney 1: 5-10 Damla PO_4^{3-} çözeltisinden alınır ve 4M HNO_3 asit ile asidik yapıldıktan sonra 0,1 g kadar tartarik asit ilâve edilir. Böylece tartarik asitle fosfat iyonları kompleks halinde bağlanmış olur. Sonra çözeltiliye amonyum molibdat çözeltisi ilâve edilir ve yaklaşık 40°C ye kadar su banyosunda ısıtılır. Sarı bir çökelek meydana gelmişse bu fosfat iyonunu gösterir.

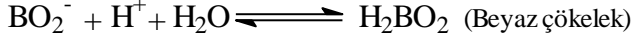


Deney 2: 5-10 Damla PO_4^{3-} çözeltisinden alınır ve üzerine birkaç damla 0,1 M AgNO_3 çözeltisi damlatılır. Sarı bir çökelek fosfat iyonunu gösterir. Meydana gelen bu çökelek 6M NH_3 , 6M HNO_3 de çözünür.



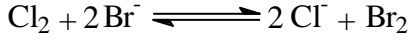
BORAT İYONU (BO_2^- , BO_3^{3-} , $\text{B}_2\text{O}_7^{2-}$)

Deney 1: 5-10 Damla borat çözeltisinden alınır ve üzerine 2-3 damla derişik sülfürik asit ilâve edilir. Borat iyonu mevcut ise beyaz kristalin bir çökelek ayrılır.



BROMÜR İYONU (Br^-)

Deney 1: 5-10 Damla Br^- çözeltisinden alınır ve üzerine 0,5 mL kadar kloroform veya karbontetraklorür ile 2-3 damla klorlu su (Cl_2 çözünmüş su) ilâve edilerek çalkalanır. Organik faz açığa çıkan bromdan dolayı portakal rengini alır. Klor, bromdan daha aktif olduğu için indirgenir ve bromür iyonlarını brom gazına yükseltir. Br^- iyonları organik çözücülerde çözünmezken Br_2 çözünür ve portakal rengi bu çözünmeden kaynaklanır.

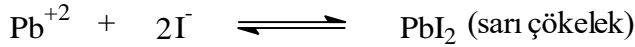


Klorlu suyun fazlası reaksiyonu bozar.

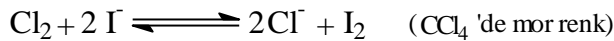
Deney 2: 5-10 Damla Br^- çözeltisinden alınır ve üzerine 0,1 M AgNO_3 çözeltisinden ilave edilir krem rengi bir çökelek Br^- iyonunu gösterir. Çökelek ikiye ayrılır birin üzerine üzerine 0,1 M $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ diğerine 6 M NH_3 ilave edilir. Eğer çökelek tiosülfatta çözünür amonyakta çözünmezse Br^- iyonunu gösterir.

İYODÜR İYONU (I^-)

Deney 1: İyodür iyonunu tanımak için en karakteristik deney, Pb^{+2} iyonu ile verdiği reaksiyondur. Numuneye 3-4 damla 0,1M kurşun asetat çözeltisi damlatılır. Sarı bir çökelek meydana gelmişse, çökelek santrifüjlenerek ayrılır ve yıkanır. Yıkanmış çökelek üzerine sıcak su ilâve edilerek ve ısıtılarak çözülür. Soğumaya bırakılan çözeltiliye çok parlak, altın sarısı kristallerin oluşumu iyodür iyonunu gösterir.

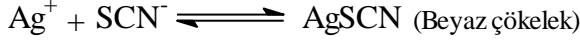


Deney 2: Klor, aynı şekilde bileşiklerinde iyodun yerine geçerek iyodu açığa çıkarır. İyotlu çözeltiliye karbon tetraklorür ile birkaç damla klorlu su (Cl_2 çözünmüş su) ilâve edilir ve çalkalanırsa karbon tetraklorür fazı mor renk alır. Bu renk açığa çıkan serbest iyodu gösterir.

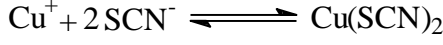


TİYOSİYANAT VEYA RODANÜR (SCN^-)

Deney 1: Tiyosiyanat iyonunda gümüş ile çökelek veren iyonlardandır. Numune üzerine 0,1M AgNO_3 çözeltisi damlatılır. Beyaz bir çökelek meydana gelmişse çökelek iki kısma ayrılarak biri üzerine 6M NH_3 diğerine 1M HNO_3 ilâve edilir. Tiyosiyanat iyonundan meydana gelen çökelek 6M NH_3 de çözünür. Buna karşılık 1M HNO_3 'de çözünmez. Bu durum tiyosiyanat iyonunun varlığını gösterir.

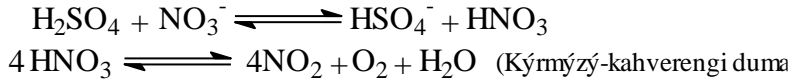


Deney 2: 5-10 Damla SCN^- çözeltisinden alınır ve üzerine birkaç damla 0,1M CuSO_4 çözeltisi damlatılır. Siyah renkli çökelek SCN^- iyonunu gösterir.



NİTRAT İYONU (NO_3^-)

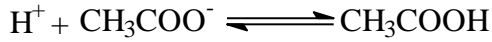
Deney 1: Amonyum iyonunu içeren katı numune üzerine derişik sülfürik asit ilâve edilip ısıtıldığında kahve renkli bir gaz çıkışı nitrat iyonunu gösterir.



Deney 2: En önemli tanıma deneyi, halka deneyi adı verilen denemedir. Bunun için 1 mL NO_3^- içeren çözeltiliye 5-6 damla 0,1M FeSO_4 çözeltisi damlatılır. Bir pipet yardımıyla veya tüpün kenarından çok dikkatle derişik sülfürik asit, altta ayrı bir faz teşkil edecek şekilde ilâve edilir. İki faz arasında meydana gelen kahve renkli halka nitrat iyonunu gösterir.

ASETAT İYONU (CH_3COO^-)

Deney 1: 5-10 Damla CH_3COO^- içeren çözeltiliye 3M sülfürik asit ilâve edip ısıtıldığında bir sirke kokusu duyulursa bu asetat iyonu varlığını gösterir.



Deney 2: 5-10 Damla CH_3COO^- içeren çözeltiliye 0,1M FeCl_3 çözeltisi ilâvesinde kırmızı renkli bir çözelti ve bunun ısıtılmasıyla kahve renkli bir çökelek meydana geliyorsa bu asetat iyonunu gösterir.

Veriler ve Gözlemler:

Anyon	Reaktif	Renk	Gözlem
CO_3^{2-}	$\text{H}_2\text{SO}_4\text{-Ba(OH)}_2$		
	Pb^{2+}		
	Ca^{2+}		
	Al^{3+}		
SO_4^{2-}	BaCl_2		
	$\text{Pb(NO}_3)_2$		
$\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$	Ag^+		
SO_3^{2-}	$\text{Na}_2\text{CO}_3 + \text{H}_2\text{SO}_4$		
PO_4^{3-}	$(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$		
	AgNO_3		
$\text{BO}_2^- \text{ BO}_3^{3-} \text{ B}_2\text{O}_7^{2-}$	H_2SO_4		
Br^-	Cl_2		
	AgNO_3		
I^-	Pb^{2+}		
	Cl_2		
SCN^-	Ag^+		
	Cu^{2+}		
NO_3^-	H_2SO_4		
	Halka Deneyi $\text{FeSO}_4 + \text{H}_2\text{SO}_4$		

DENEY 5: KİMYASAL REAKSİYONLARDA ISI DEĞİŞİMLERİNİN ÖLÇÜMÜ

Kimyasal ya da fiziksel deęişimler, sık sık ısının artması ya da azalması durumunda ortaya çıkan olaylardır. Isının bulunduğu ortamdan serbest bırakılması ile ilgili yöntem “ekzotermik” olarak nitelendirilirken tersi durumda absorbe edilmesi de “endotermik” olarak isimlendirilir. Ölçülen yöntemler içerisinde ısının yayılımı ya da absorbe edilmesi ile ilgili kantitatif ölçümlerin yapılabilmesi kimyasal bir reaktivitenin anlaşılabilmesine yardımcı olan diğer parametreler ve bağ uzunlukları hakkında önemli bilgileri sunmada imkanlar sağlar. Bu bölümde bu ölçümlerin nasıl yapıldığını inceleyeceğiz.

Deneye Hazırlanma

Bu bölümde deneylerle ilgili yapılması gereken tüm ifadeleri okuyun ve laboratuvar öncesi hazırlıklarınızı yapın. Anlaşılmayan (net olmayan) herhangi bir konuda yardım almak içinde test kitabınızdaki uygun bölümü inceleyin.

Giriş

Genelde bir olayın meydana gelebilmesi için gerekli olan şartın $\Delta G < 0$ (negatif) olması halidir. Burada $\Delta G = \Delta H - T(\Delta S)$ denklemi işlev görmektedir. Bu denklemdeki semboller şöyle ifade edilebilir:

ΔG : Serbest Gibbs Enerji Deęiřimi

ΔH : Entalpi Deęiřimi

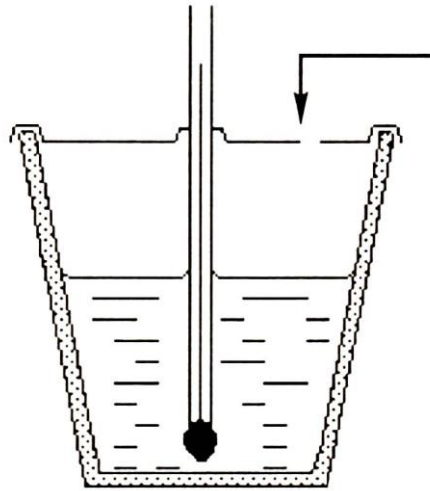
ΔS : Entropi Deęiřimi

T: Kelvin Cinsinden Mutlak Sıcaklık

Bu denklem sayesinde “entropi” deęişimleri, reaksiyonun kendilięinden olup olmadıęı ve ısı deęişimleri ölçülerek Gibbs serbest enerji deęişimleri bulunur.

Bu deneyde, üç sistem üzerinde duracaęız. İlk olarak, hidrojen peroksitin (H_2O_2) ayrışımı (dekompose olması) çalışılacaktır. Çalışmanın bu kısmında, bir mol H_2O_2 ‘in ayrışma entalpisini bulacaęız. Bu kantitatif deęer, H_2O_2 ve onun ayrışma ürünlerinin her ikisinde de mevcut olan baę uzunlukları ile alakalıdır. İkinci aşamada, anhidro bakır(II) sülfatın hidratlaşma ısı ölçülür. Bu ölçüm bize su molekülleri ve bir Cu^{+2} iyonu arasındaki baęın kuvvetini verir. Son aşamada, endotermik bir işlem olması açısından su içerisindeki NH_4Cl çözeltisi çözülür ve incelenir. Böylece; bu yöntemin, kimyasal ve fiziksel deęişimleri etkileyen (deęişimler üzerine etki yapan) ısı enerjisi ve entropinin rolü üzerinde yoğunlaştıęı görülecektir.

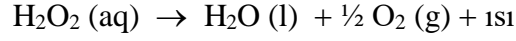
Termokimyasal ölçümler, bir kalorimetre kullanılarak yapılır. Kalorimetreler genel olarak çok iyi izole edilmiş ve bu nedenle çevre ile ısı alış verişinin çok az olduęu cihazlardır. Doğru bir çalışma yapabilmek için çok hassas kalorimetrelerde mevcuttur. Bununla birlikte basit fakat etkili bir kalorimetre de, küçük bir strafor kahve bardaęından yapılabilir (Şekil 1’de gösterildięi gibi). İç içe girmiş iki adet strafor bardak kullanılması daha uygundur. Bu durum yapılan araştırmaların güvenilirlięi ve yeterlilięi açısından oldukça tatminkar olacaktır. Strafor bardakta (kalorimetreden) meydana gelen kayıp ya da absorblanan ısı küçüktür, dikkate alınmayabilir.



Şekil -1-

Bölüm 1: Hidrojen Peroksitin Ayrışma Yöntemi

- (1) Şekilde gösterildiği gibi temiz bir boş kalorimetre hazırlanır. Hidrojen peroksit son derece reaktif bir maddedir. Hatta, bu deneyde kullanılan % 10'luk seyreltilmiş çözelti bile dikkatle kullanılmalıdır. El ile yada elbise ile temas ettirilmemelidir. Temas durumunda hemen bol soğuk su ile yıkanmalıdır.
- (2) Dereceli bir mezür kullanarak, % 10'luk H₂O₂ çözeltisinden 25 ml kalorimetreye konur ve kalorimetre içerisindeki çözeltinin başlangıç sıcaklığı kayıt edilir.
- (3) Akabinde hazırlanan (veya mevcut olan) 2.5 Molar KI çözeltisinden 2.0 ml ilave et. Potasyum iyodür, aşağıdaki eşitliğe göre hidrojen peroksitin ayrışmasında katalizör olarak görev yapacaktır.



Kalorimetredeki çözelti yavaşça karıştırılır ve zamana bağlı olarak ısı artışı not edilir. Reaksiyon karışımının maksimum sıcaklığı kayıt edilir.

- (4) Ayrışma tamamlandıktan sonra kalorimetrenin içerisindeki karışım bir behere boşaltılır ve soğumaya bırakılır. Bir mezür kullanarak bu çözeltinin hacmini ölçülür.

Hesaplamalar

Isı, hidrojen peroksitin ayrışımı ile meydana gelir. Bu durum kalorimetre içerisindeki sıcaklığın artmasına neden olur. Hidrojen peroksitin ayrışması ile açığa çıkan ısı miktarı, çözelti tarafından alınan ısı ile eşdeğerdir (burada dikkat edilecek bir durumda, kalorimetreden kayıp şeklinde açığa çıkan ısının dikkate alınmamasıdır). Kalorimetre içerisindeki çözelti tarafından kazanılan q ısısı şu şekilde hesaplanır:

$$q = (m)(s)(\Delta t)$$

Burada; s : çözeltilinin spesifik ısısı,

Δt : sıcaklık değişimi

m : çözeltilinin kütesidir.

Kalorimetredeki çözeltili esas itibari ile su olduğu için spesifik ısısının suyunki ile aynı olduğu kabul edilebilir. Bu değerde, $4.18 \text{ j / g } ^\circ\text{C}$ dir. Yoğunluğu da aynı şekilde su ile aynı olup 1 g / ml dir.

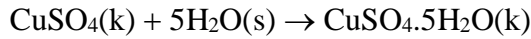
Buna göre:

- (1) Yukarıda anlatılanları esas alarak “q” yı hesaplanır (fakat şunu unutma, sürekli veya sabit basınçta $q = \Delta H$ dir).
- (2) H_2O_2 'in molü başına açığa çıkan ısı hesaplanır. Bunu yapmak için ise, kaç gram H_2O_2 in kullanıldığı hesaplanmalıdır. Çözeltinin ağırlıkça %10'luk H_2O_2 içerdiği hatırlanmalıdır.
- (3) Elde edilen değerler uygun bir şekilde kayıt edilir.

Önemli: Reaksiyonda absorblanan veya açığa çıkan ısı miktarı, q , reaksiyon esnasında oluşan ve kopan bağ kuvvetleri ile alakalıdır.

Bölüm 2: Bakır (II) Sülfatın Hidratasyon Entalpisi

Bakır (II) Sülfatpentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) mavi renkli iken, anhidro Cu (II) sülfatın renksiz olduğu belirtilmişti (gösterilmişti). Bir hidrat tuzundan suyu uzaklaştırmak için ısı verilmesi gerekir. Bu anlatılanların tersine eğer su, hidratlaşma özelliğine sahip bir katyona ilave edilirse ısı açığa çıkar. Bu deneyde, anhidro bakır (II) sülfatın hidratasyon ısısı belirlenecektir. Başka bir ifade ile, reaksiyon esnasında açığa çıkan ısı ölçülecektir.

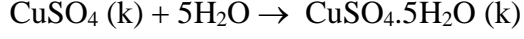


Yöntem:

- (1) Boş bir porselen kapsül tartılır.
- (2) Yaklaşık 5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ bu kapsüle ilave edildikten sonra tekrar tartılır.
- (3) Bunzen alev beki kullanarak hidrat suyunu uzaklaştırmak için porselen kapsül(kroze) içindekiler ile beraber ısıtılır. Ara sıra bunzen beki kenara çekilerek topaklaşmış CuSO_4 dikkatli bir şekilde dışarıya taşırmadan parçalanır. Kapsül içerisindeki maddenin dışarıya taşmamasına dikkat edilmelidir.
- (4) Bakır (II) sülfatın tümü anhidrit formunda beyaz bir toz haline gelinceye kadar ısıtmaya devam edilir.
- (5) Kapsül soğumaya bırakılır. Parçalanmayan herhangi bir kısım var ise ezilerek parçalanır.
- (6) Kuru bir kalorimetre içerisine anhidrit bakır (II) sülfatı yerleştirilir ve kalorimetre kapatılır.
- (7) 25 ml'lik suyun sıcaklığı çok dikkatli bir şekilde ölçüldükten sonra bir huni kullanılarak kuru bakır sülfat içeren kalorimetreye ilave edilir.
- (8) Bakır sülfatın tümünün çözünmesini sağlamak için kalorimetre birkaç dakika karıştırılır.
- (9) Kalorimetre içerisindeki karışımın sıcaklığı ölçülür.

Not: Ayrıca mavi renkli $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'ın çözünme ısısı da ölçülmelidir. İki ısı arasındaki fark, bakır (II) ile ilk beş su molekülünün etkileşiminden doğan birleşim ısısıdır. Bu durum yukarıdakine benzer şekilde yapılır.

- (10) Daha önceden kurutulmuş ve tartılmış kalorimetre içerisinde yaklaşık 5 g $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ tartılır.
- (11) Dikkatli bir şekilde 25 ml suyun sıcaklığı ölçüldükten sonra huni kullanılarak kalorimetreye ilave edilir.
- (12) Bir dakika karıştırıldıktan sonra dikkatli bir şekilde çözeltinin son sıcaklığı ölçülür. Bu işlemde sıcaklık değişimi çok küçük olup, kalorimetre içeriğinin sıcaklığı azalacaktır.
- (13) Mol başına düşen ΔH 'i hesaplamak için bu on iki adımda elde edilen değerler kullanılır.



Hesaplamalar detayları ile beraber aşağıda gösterilmiştir.

Hesaplamalar:

25 ml su içine susuz bakır II sülfata ilave edildiğinde bakır II sülfat pentahidrat ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) oluşur. Bu oluşumun iki basamakta gerçekleştiği düşünülebilir.

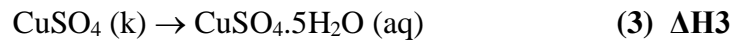
1. Basamak: Katı susuz tuzun hidratasyonu



2. Basamak: Pentahidratın çözünmesi



Bütün bu reaksiyonlarda salıverilen ısı, (1) ve (2) reaksiyonlarının entalpisinin toplamıdır. (yani $\Delta H_3 = \Delta H_1 + \Delta H_2$)



Ayrı ayrı (2) ve (3) reaksiyonlarının ısı değişimleri deneylerle belirlendiği için (1) reaksiyonunun ısı değişimi hesaplanabilir. Raporda sonuçlar ve hesaplamalar gösterilmelidir.

Bölüm 3: Amonyum Klorürün Çözünme Entropisi ve Entalpisi

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ çözündüğünde çözeltinin sıcaklığının düşmüş olması şaşırtıcı olabilir. Bilimde ilk bulmacalardan bir tanesi bunun gibi endotermik sistemlerin niçin gerçekleştiğini açıklamaktır. Çünkü, genel olarak kimyasal sistemler ve doğal sistemler en düşük enerjili hale ulaşmak eğiliminde olduğu bilinmektedir.

Daha sonraki yıllarda bu bulmaca açıklığa kavuştu. Daha düşük enerjili sisteme varma eğilimine ilaveten kimyasal sistemler, daha yüksek entropiye ulaşma eğilimindedirler. Bu durumda, bu iki temel eğilim birbirinin karşıtı olduğu görülmektedir. Çözünme olduğunda, düzenli kristal örgü dağılır ve oldukça rastgele ve düzensiz yapı oluşur.

Benzer işlem reaktiflerden ürüne gidildiğinde enerjideki artışta net olarak görünür. Sıcaklıkta düşme gözlenir çünkü çözünmeyi gerçekleştirmek için gerekli enerji çevreyi oluşturan su moleküllerinden elde edilir. $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ın suda kesin olarak çözündüğü gözlemlendiğinden, rast gelelik (düzensizlik) etkisinin enerji gerektiren olayı tersine çevirecek kadar büyük olduğu sonucuna varılır.

$$\Delta G < 0 \text{ (4); } \Delta G = \Delta H - T(\Delta S) \text{ (5)}$$

Böylece ΔH terimi pozitif ve bu yüzden olayın istemli olmamasına rağmen, bu yeterince pozitif ΔS ile ters yöne dönüştürülüp negatif ΔG elde edilir. ΔH ölçülüp eşitlik 4 ve 5 göz önünde bulundurularak bu reaksiyon için ΔS in minimum değeri hesaplanabilir.

Yöntem:

(1) Deneyin daha anlaşılabilir ve zevkli hale getirebilmek için amonyum klorürün çözünmesinin endotermik mi yoksa ekso termik mi olduğu tahmin edilir. Bunun için bir

test tüpü içine 1 gr civarında amonyum klorür kristali yerleştirildikten sonra üzerine çok az miktarda su ilave edilip tüpün dış yüzeyine dokunulur. Tüpün boş hali sıcaklığı ile son sıcaklığı karşılaştırılır. Son sıcaklığı ilk sıcaklığından daha düşük değil mi?

Not: Şimdi q 'yu ölçebilmek için kalorimetre kullanılacaktır. Böylece bu reaksiyon için gerekli olan ΔH deneysel olarak tayin edilecektir.

- (2) 5 g civarında amonyum klorür hassas olarak tartılıp kuru kalorimetre içerisine konur.
- (3) Bir mezür ile 25 ml su alınır ve suyun sıcaklığı ölçülür.
- (4) Bir huni yardımı ile su kalorimetre içerisine dökülür.
- (5) Kalorimetre içerisidekiler bir dakika karıştırılır ve sonunda dikkatli bir şekilde çözeltinin sıcaklığı ölçülür.
- (6) NH_4Cl 'nin bir molünün çözünme entalpisi (ΔH) hesaplanır.
- (7) Amonyum klorürün bir molünün çözünmesi için minimum ΔS değeri hesaplanır. Bu ΔH ile birleştiğinde $\Delta G = 0$ ı verecek ($-T\Delta S$) terimine karşılık gelir.

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S$$

$$0 = \Delta H - T\Delta S \quad \Delta S = \Delta H/T$$

Laboratuvar Öncesi Yapılması Gerekenler

- (1) Reaksiyon içerisinde meydana gelen ısı, reaksiyon esnasında oluşan ve kırılan bağ kuvvetlerinin yansımasıdır. Kırılan her bağ için enerji gerektiği gibi oluşan her bağ için de enerji salıverilir. Böylece, ΔH değeri, bağ kuvvetlerini değerlendirmede kullanılabileceği gibi bağ kuvvetleri ΔH değerini tahmin etmede kullanılabilir. Bunun için aşağıdaki değerler kullanılabilir.

Bağ

Bağ Enerjisi(kJ/mol)

O-H	463
O-O (hidrojen peroksit)	138
O-O (moleküler oksijen)	494

(Bu denklem her zaman hatırlanmalıdır: $\text{H}_2\text{O}_2 \rightarrow \text{H}_2\text{O} + \frac{1}{2} \text{O}_2$)

(2) Hidrojen peroksit bozduğunda sıcaklık artar. Bu olayda, bir öğrenci ısının çevreye verilmesinden ziyade çevreden alınması gerektiğini savunabilir. Aynı öğrenci, amonyum klorür çözeltisi durumunda sıcaklığın düşmesinin ısının çevreye yayılmasından olduğuna inanmak ister. Bu düşüncenin yanlış olduğunu açıklayan teferruatlı bir rapor yazın.

Şu ana kadar yapılan tüm gözlemleri net bir şekilde rapora yaz.

Rapor İçeriği

Bölüm 1. Hidrojen Peroksitin Ayrışması

% 10'luk H_2O_2 çözeltisinin başlangıç sıcaklığı	-----
Reaksiyon ürününün (H_2O) son sıcaklığı	-----
Sıcaklık artışı	-----
Çözeltinin hacmi	-----
Reaksiyon esnasında açığa çıkan ısı(q) (hesapla göster)	-----
Bozunan H_2O_2 'nin mol sayısı (hesapla göster)	-----
Bozunan H_2O_2 'nin ΔH '1 (mol başına)	-----
Hidrojen Peroksitin bağ enerjilerinden hesaplanan mol başına entalpisi	-----

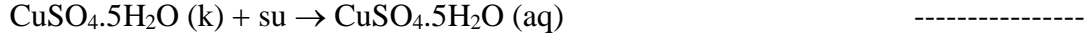
Bölüm 2. Bakır (II) Sülfatın Hidratasyon Entalpisi

(A) Reaksiyonun Entalpi Değişimi ($\Delta H/\text{mol}$) : $\text{CuSO}_4 (\text{k}) + \text{su} \rightarrow \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} (\text{aq})$

Isıtılan $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'un kütlesi	-----
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'un mol sayısı	-----
Üretilen CuSO_4 'ün mol sayısı	-----
25 ml suyun başlangıç sıcaklığı	-----
Çözeltinin son sıcaklığı	-----
Sıcaklıktaki değişim miktarı	-----
Reaksiyonda açığa çıkan ısı (q)(çözelti tarafından absorblanan ısı)	-----
Reaksiyonun $\Delta H/\text{mol}$ 'ü $\text{CuSO}_4 (\text{k}) + \text{su} \rightarrow \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} (\text{aq})$	-----

(B) Reaksiyonun Entalpisi: $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} (\text{k}) + \text{su} \rightarrow \text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O} (\text{aq})$

$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'un kütlesi	-----
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 'un mol sayısı	-----
25 ml suyun ilk sıcaklığı	-----
Çözeltinin son sıcaklığı	-----
Sıcaklıktaki değişim miktarı	-----
Reaksiyon tarafından absorblanan ısı (q) (Çözeltiden kaybolan)	-----
Reaksiyonun ΔH 'ı (mol başına)	-----



Yukarıdaki (A) ve (B) seçeneklerindeki ΔH değerlerine ait hesaplamaları gösterin. $\Delta H'$ ların işaretlerine dikkat edilmelidir.

Bölüm 3. Amonyum Klorürün Çözünme Entropisi ve Entalpisi

Amonyum klorürün Kütlesi (mol hesabı için) -----

Amonyum klorürün mol sayısı -----

25 ml suyun başlangıç sıcaklığı -----

Çözeltinin son sıcaklığı -----

Çevreden absorblanmış ısı (Çözelti tarafından) -----

Çözünmeden dolayı oluşan ΔH (mol başına) -----

Bu reaksiyon için gerekli minimum ΔS değeri -----

(Hesaplamalar yapılmalıdır)

**DENEY 6: *cis-* ve *trans*-DİKLOROBİS(ETİLENDİAMİN)KOBALT(III) KLORÜRÜN
SENTEZİ**

Bu deneyde, kobaltın koordinasyon bileşikleri sentezlenecektir. Bir koordinasyon bileşiği; merkezi bir metal atom ya da iyonuna ligand moleküllerinin kovalent olarak bağlandığı bir metal kompleksidir. Bu deneyde sentezlenecek kompleks iyonlar, 3+ oksidasyon basamağındaki bir kobalt iyonuna bağlı iki etilendiamin (H₂N-CH₂-CH₂-NH₂) ve iki klörür ligandı içerir. Böylece [Co(en)₂Cl₂]Cl genel formülü her iki bileşiği ifade eder. Bu formülde en, etilendiamin için bir kısaltmadır. Köşeli parantezler, pozitif ve negatif iyonları ayırmak için kullanılır. Şekil-1'de görüldüğü gibi, ligandlar uzayda farklı şekillerde düzenlenebildiğinden iki farklı bileşik mümkündür. Bu farklı düzenlenmeler iki izomer için oldukça farklı özellikler doğurur.

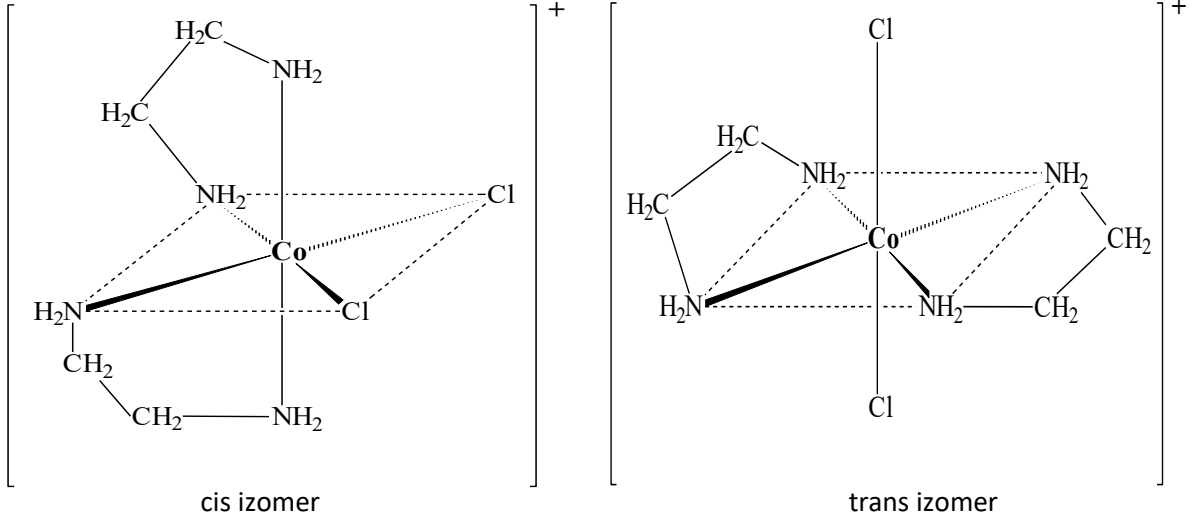
YÖNTEM

Trans İzomerinin Sentezi

Aşağıda verilen işlemler takip edilir ve gözlenen bütün olaylar not alınır.

1. Yaklaşık olarak 3.0 g kobalt(II)klörür hegzahidrat tartılır ve bir buharlaştırma kabına konulur.
2. Üzerine 7.5 mL su ve 11.0 mL % 10' luk etilendiamin çözeltisi ilave edilir.
3. Yarısına kadar su ile dolu bir beherin üzerine evaporatör balonu yerleştirilerek bir buhar banyosu hazırlanır. Evaporatör balonunun beherin kenarlarına oturmasına dikkat edilir. Eğer uymazsa uygun büyüklükte bir beher seçilir.
4. Suyun düzenli bir şekilde kaynaması sağlanır. Gerektiğinde behere su ilave edilir. Buharlaştırıcıda gittikçe koyulaşan portakal renkli süspansiyon gözlenmelidir.
5. Karışım 40 dakika buhar banyosunda bekletilir. Bu arada evaporatör balonunun içeriği devamlı olarak karıştırılır. Az miktarlarda su ilave edilmek suretiyle çözelti hacmi

korunur. Sürekli karıştırma çok önemlidir. Çünkü, sürekli karıştırma kobalt II iyonunu kobalt III iyonuna yükseltgeyen oksijen ile teması sağlamaktadır.



Şekil 1. Diklorobis(etilendiamin)kobalt(III) iyonunun cis ve trans formları.

6. 40 dakika geçtikten sonra 9 mL 12 M derişik HCl ilave edilir. Her şey plandığı gibi gerçekleşirse renk bu noktada yeşile dönüşecektir.
7. Buhar banyosu çeker ocak içerisine alınır ve ince bir kristal oluşana kadar ısıtmaya ve karıştırmaya devam edilir (yaklaşık 1 saat).
8. Buharlaştırmanın yapıldığı kap (beher ya da balon) bir soğuk su banyosuna yerleştirilir ve ara sıra karıştırmak suretiyle yaklaşık 15 dakika bekletilir. Bu süre sonunda karışım oda sıcaklığında veya bu sıcaklığa yakın bir sıcaklıkta olmalıdır.
9. Parlak yeşil kristaller süzülür (süzüntü kırmızı kahverengi olacaktır).
10. Süzüntünün tamamen ayrılması beklenir. Daha sonra hunideki ürüne 5 mL 12 M HCl ilave edilir. Bir spatül ile katı hafifçe karıştırılır ve süzgeç kağıdı dikkatli bir şekilde kazınır.
11. Katı 12 M HCl ile 5 mL' lik kısımlar halinde 2 kez yıkanır. Yıkamalar arasında süzüntünün akması sağlanır.
12. Nemli kristaller temiz bir evaporatör balonuna aktarılır. Eğer ileri aşamalar için yeterli zaman yok ise kristaller, gelecek laboratuvar dersine kadar kuruması için evaporatör balonunda bekletilir. Bununla birlikte, ürün süzgeç kağıdında bir geceden fazla bırakılmamalıdır.

13. Buhar banyosunun üzerine konan evaporatör balonu ısıtılır. Kurumanın sonunda bir spatül kullanılarak kuru madde toz haline getirilir.
14. Toz tamamen kurutulduğunda, tartılmış bir test tüpüne aktarılır ve tekrar tartılır.
15. Parlak yeşil kristaller $[\text{Co}(\text{en})_2\text{Cl}_2]\text{Cl}\cdot\text{HCl}\cdot 2\text{H}_2\text{O}$ formülüne sahiptirler. Bu formül kullanılarak % verim hesaplanır. Bu trans izomerinden yaklaşık 0.3 g alınır. Bu miktar cis izomeri elde etmek için kullanılır. Geride kalan trans izomeri ise bir test tüpüne alınır ve üzerine ürünün adının, % veriminin ve hazırlanış tarihinin yazıldığı etiket yapıştırılır.

Cis İzomerinin Hazırlanması

Cis izomeri trans izomerinden yapılır. Bununla birlikte, ilk önce kristalleşen HCl giderilmelidir.

1. Yaklaşık 0.3 g trans izomeri alınır ve bir test tüpüne konulur. Üzerine 3 mL metanol ilave edilir ve birkaç dakika alkolle temasa bırakıldıktan sonra süzülür. Daha sonra oluşan kristaller süzülür. Geri alınan kristallerin rengi, kristalleşen HCl kaybolduğundan, daha soluk yeşil olacaktır.

UYARI:Metanolün içilmesi, körlük ve ölümlle sebebiyet verebilir.

2. Beş dakika veya daha fazla süre kristaller açık havada kurumaya bırakılır. Kristallere tutunan alkol kalmadığından, kristaller $105 - 120^{\circ}$ de çalışan fırına yerleştirilir ve yaklaşık 15 dakika bekletilir. Metanollü kristaller fırına yerleştirilmez. Çünkü, metanol buharları bir patlamaya veya yangına sebebiyet verebilir.
3. Daha sonra, kuru ve donuk renkteki kristaller mümkün olan en az miktardaki su ile çözülür. Çözeltinin rengi not edilir. 6 M NH_3 çözeltisinden yarım damla ilave edilir. Kuruyana kadar madde buhar banyosunda ısıtılır. Bu sırada madde mor renkte olan cis izomer haline dönüşecektir. Eğer kalıntı hala yeşilimsi ise tekrar suda çözülür. Üzerine yarım damla daha 6 M NH_3 den ilave edilir ve tekrar kuruması için buhar banyosuna yerleştirilir.
4. Elde edilen ürün tartılarak bir test tüpüne aktarılır. Deney tüpünün üzerine ürünün adının, % veriminin ve yapılış tarihinin yazıldığı etiket yapıştırılır.

LABORATUAR ÖNCESİ ÖDEV

1. “Hegzahidrat” teriminin manasını açıklayınız.
2. Hazırladığınız koordinasyon bileşiklerindeki pozitif ve negatif iyonların yükleri nelerdir?
3. “Enantiomer” teriminin manasını açıklayınız.
4. Hazırlanmış olan bu iki bileşikten (cis veya trans) hangisi enantiomerik bileşen çiftlerine ayrılabilir?
5. Diğerleri niçin bu şekilde ayrılamaz?
Rapor aşağıdaki verileri içermelidir.

1. $\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ nun kütlesi
2. Elde edilen trans izomerin kütlesi
3. Elde edilen cis izomerin kütlesi
4. Verim hesaplaması

DENEY 7: HESS KANUNU VE DONMA NOKTASI ALÇALMASI İLE MOLAR KÜTLENİN BELİRLENMESİ

A – HESS KANUNU

Prensip: Entalpi değişimi, ΔH , bir sistem tarafından yayılan veya soğurulan ısı enerjisidir. Isı akışı genellikle kalorimetre denilen bir aletle ölçülür. Bir kalorimetre basitçe yalıtkan duvarları olan bir kutudur. İzolasyon kalorimetrenin bileşenleri ile etrafı arasında hiç ısı değişimi olmaması açısından oldukça önemlidir. Kalorimetrenin içinde kimyasal reaksiyonlar gerçekleşir ve ısı kalorimetre bileşenlerinin bir kısmından diğerine geçebilir, ama kalorimetrenin içinden dışarı veya dışından içeriye ısı akışı olmaz.

Bu deneyde, bütün reaksiyonlar iki Styrofoam kaptan oluşan iyice izole edilmiş bir kalorimetre içinde gerçekleştirilecektir. Ağız plastik kapakla kapatılan ve içine bir termometre yerleştirilen kaplardan biri diğerinin içine oturtulmuştur. Kalorimetre reaksiyon esnasında transfer edilen ısıyı hapseder ve bu ısının sistemin sıcaklığında bir değişikliğe neden olmasını sağlar. Reaksiyonlar esnasında transfer edilen ısı, q , aşağıdaki eşitlikle hesaplanabilir;

$$q = - m \times C \times \Delta T \quad (1)$$

Burada; m = bileşenlerin kütlesi

C = bileşenlerin ısı kapasitesi

ΔT = sıcaklık değişimi

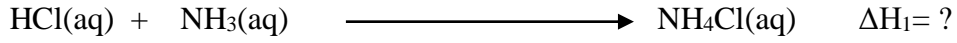
$$= T_{\text{son}} - T_{\text{ilk}}$$

Görüldüğü gibi ısı akışının gerçek büyüklüğü kullanılan materyalin miktarına bağlıdır. Bu yüzden hepsinde aynı miktarda materyal kullanılmadıkça aynı reaksiyon için gerçekleştirilen farklı denemelerde farklı ısı akışları elde edilebilir. Konuyu basitleştirmek için, genellikle ölçülen ısı akışı kJ/mol 'e dönüştürülür.

Bazı reaksiyonlar için entalpi değişikliklerinin ölçülmesinin çok zor veya imkansız olduğu zamanlar vardır. Böyle bir durumda, Hess Kanun'unu uygulanmasıyla reaksiyonun

entalpi deęişiminin belirlenmesi mümkündür. Hess Kanunu'na göre; eęer bir reaksiyon iki veya daha fazla reaksiyonun toplamıysa, toplam reaksiyonun entalpi deęişimi (ΔH) bu reaksiyonu elde etmek üzere toplanan tek tek reaksiyonların ΔH 'lerinin toplamı kadardır.

Bu deneyde, aşığıdaki iki reaksiyon için ısı akışı ölçülecek;



ve aşığıdaki literatür bilgileri kullanılarak;

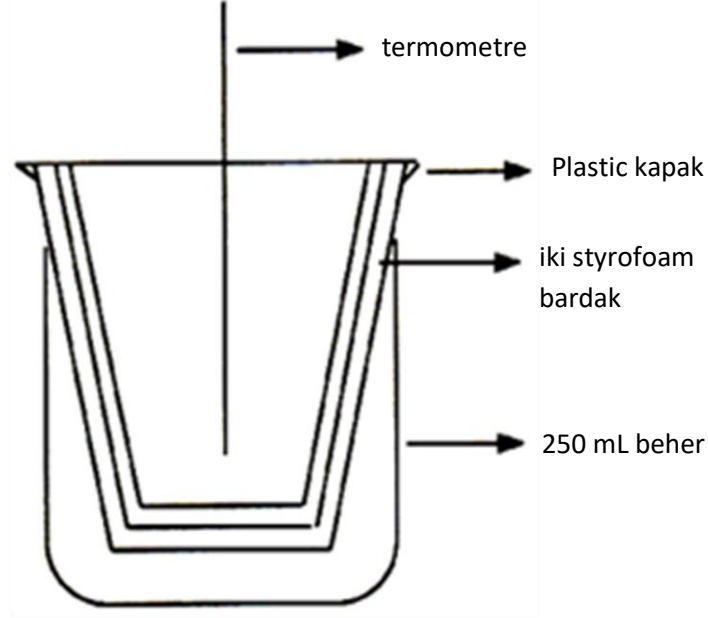


$\text{NH}_4\text{Cl}_{(\text{s})}$ 'ün ayrışma entalpisi hesaplanacaktır:



Yöntem

I. $\text{HCl}_{(\text{aq})}$ ve $\text{NH}_3_{(\text{aq})}$ Nötralizasyon Reaksiyonunun Entalpisi



Şekil 1. Kalorimetre

1. Şekil 1'deki gibi bir kalorimetre düzeneği kurulur.
2. 100 ml'lik bir mezürle 50 mL HCl ölçülüp kalorimetrenin içine boşaltılır. Çözeltinin molaritesi kaydedilir.
3. Mezür önce normal suyla sonrada iki kez saf su ile iyice çalkalanır. Bu mezürle 50 mL NH_3 ölçüp 150 mL'lik bir beher içine boşaltılır. Çözeltinin molaritesi kaydedilir.
4. Her bir çözeltinin sıcaklığı ölçülür (her bir ölçümde termometre yıkanır ve kurutulur). İki sıcaklık arasındaki fark $0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ ' den daha fazla olmamalıdır. İki sıcaklığın ortalaması ilk sıcaklık (T_{ilk}) olarak kullanılır.
5. NH_3 çözeltisi kalorimetreye boşaltılır ve termometre yerleştirerek kapağı kapatılır. Sıcaklık 30 saniye aralıklarla kaydedilirken çözelti sürekli olarak ve yavaşça

karıştırılır. Bu işlem sıcaklık en yüksek seviyesine ulaştıktan sonra iki dakika daha sürdürülür. En yüksek sıcaklık çözeltinin son sıcaklığı , T_{son} , olarak alınır.

II. $\text{NH}_4\text{Cl}(\text{k})$ 'ün Çözünme Entalpi

1. 2 g NH_4Cl tartılır ($\pm 0,01$ hassasiyetle) ve tartım kaydedilir.
2. Kalorimetrenin içine 50 mL su koyulup ilk sıcaklık kaydedilir.
3. NH_4Cl suya eklenir. Çözelti sürekli olarak ve yavaşça karıştırılır. Sıcaklıklar 30 sn arayla kaydedilir. Bu işlem sıcaklık en düşük seviyeye ulaştıktan sonra iki dakika daha sürdürülür. En düşük sıcaklık çözeltinin son sıcaklığı olarak alınır.

Hesaplamalar

1. NH_3 ve HCl 'ün hacminden ve molaritesinden yararlanarak aşağıdaki soruları cevaplayın.
 - a) Hangi reaktan sınırlayıcı reaktiftir?
 - b) Oluşan NH_4Cl 'ün mol sayısı kaçtır?
2. Kalorimetrenin ısı kapasitesinin sıfır olduğunu, NH_4Cl çözeltisinin $4,181 \text{ Jg}^{-1}\text{°C}^{-1}$ 'lik bir ısı kapasitesine sahip olduğunu ve NH_3 ve HCl 'nin her ikisinin de yoğunluklarının $1,00 \text{ g/mL}$ olduğunu kabul edin. Eşitlik 1'i kullanarak Bölüm I'deki HCl ve NH_3 nötralleşme reaksiyonunun ısı transferini, q_1 , hesaplayın.
3. Oluşan NH_4Cl 'ün her bir molü için nötralizasyon reaksiyonun entalpi değişikliğini, ΔH_1 , hesaplayın.

$$\Delta H = \frac{q_1}{\text{olusan molNH}_4\text{Cl}}$$

4. Çözünme reaksiyonunda kullanılan NH_4Cl 'ün ağırlığından, kullanılan NH_4Cl 'ün mol sayısını hesaplayın.
5. 2. soru için kullandığımız kabullerin aynısını kullanarak, Bölüm II'deki NH_4Cl 'ün çözünmesindeki ısı transferini, q_2 , hesaplayın.
6. Çözünen NH_4Cl 'ün her bir molü başına çözünme reaksiyonunun entalpi değişimini, ΔH_2 , hesaplayın.
7. Bu deneyden elde edilen ΔH_1 ve ΔH_2 bilgilerini ve Eşitlik (2) ve (3) için verilen bilgileri kullanarak, aşağıdaki reaksiyon için entalpi değişimini, ΔH , $\text{NH}_4\text{Cl}_{(k)}$ 'ün her bir molü başına kJ cinsinden hesaplayın.



DEĞERLERİN KAYDEDİLMESİ

Zaman - Sıcaklık Okumaları:

Sıcaklık (°C) :

<u>Zaman (dakika)</u>	<u>HCl+NH₃</u>	<u>NH₄Cl nin çözünmesi</u>
0:00		
0:30		
1:00		
2:00		
3:00		
3:30		
4:00		
4:30		
5:00		

5:30

6:00

HCl (aq) ve NH₃ (aq) nin Nötralleşme entalpisi

HCl(aq) molaritesi _____ M

Kullanılan HCl(aq) in hacmi _____ mL

HCl (aq) sıcaklığı _____ °C

NH₃(aq) hacmi _____ MKullanılan NH₃ hacmi _____ mLNH₃(aq) sıcaklığı _____ °CBaşlangıç sıcaklığı, T_{ilk} _____ °CSon sıcaklık, T_{son} _____ °CNH₄Cl (k) çözünme entalpisi

Kullanılan saf suyun hacmi _____ mL

NH₄Cl(s) ağırlığı _____ gNH₃(aq) hacmi _____ gBaşlangıç sıcaklığı (T_{ilk}) _____ °CSon sıcaklık, T_{son} _____ °C

B – DONMA NOKTASI ALÇALMASI YÖNTEMİ İLE MOLAR KÜTLENİN BELİRLENMESİ

Bu deneyde ilk olarak saf bir çözücünün donma noktası, akabinde miktarı bilinen aynı çözücü içerisindeki ağırlığı ölçülmüş bilinmeyen bir çözünenin donma noktası belirlenecektir. İki donma noktası arasındaki hesaplanan farktan, kolligatif özellik ilişkileri kullanılarak bilinmeyen molar kütlesi hesaplanacaktır.

Deneye Hazırlanma

Genel Kimya kitabınızdan kolligatif özellikler hakkındaki kısmı okuyun. Deneyinizdeki giriş kısmını okuyun ve laboratuvar öncesi hazırlık kısmındaki soruları cevaplandırın.

Giriş

Bir çözeltinin buhar basıncı, osmotik basıncı, donma noktası ve kaynama noktasındaki değişiklikler, çözünenin düşük konsantrasyonlarında çözünenin miktarıyla doğru orantılıdır. Bu dört özellik birlikte, çözeltilerin “kolligatif” özellikleri olarak bilinir. Bir çözeltinin kolligatif özelliği yalnızca çözünenin konsantrasyonuna ve çözücünün doğasına bağlıdır, çözücünün yapısına bağlı değildir.

Bir çözücüye bir çözünenin ilavesi, çözücünün donma noktasının daha düşük olmasına neden olur. Donma noktası alçalması çözünenin miktarıyla aşağıda verilen eşitlikteki gibi ilişkilidir:

$$T_{f_p}^o - T_{f_p} = \Delta T_{f_p} = i \cdot K_{f_p} \cdot m_{\text{çözünen}} \quad (1)$$

Burada, T_{f_p} = çözeltinin donma noktası,

$T_{f_p}^o$ = saf çözücünün donma noktası,

i = çözeltide oluşturulan çözücü partiküllerinin mol sayısı.

Elektrolit olmayanlar için, $i = 1$ dir.

K_{fp} = Kullanılan çözeltilerin karakteristik özelliğini taşıyan donma noktası
alçalması sabiti

$m_{\text{çözünen}}$ = Çözelti içerisindeki çözünenin molalitesi,
= Çözücünün molü
Çözeltideki çözücünün kg'ı

K_{fp} , çözücünün 1000 gr'ında çözünen partiküllerin bir molü (6.02×10^{23}) (çözünenin 1 molal çözeltisi) tarafından sebep olunan sıcaklık düşüşü olarak tanımlanabilir.

Görülebileceği gibi, bu kolligatif özellik ilişkisi, uçucu olmayan bir çözünenin molar kütesinin belirlenmesinde kullanılabilir.

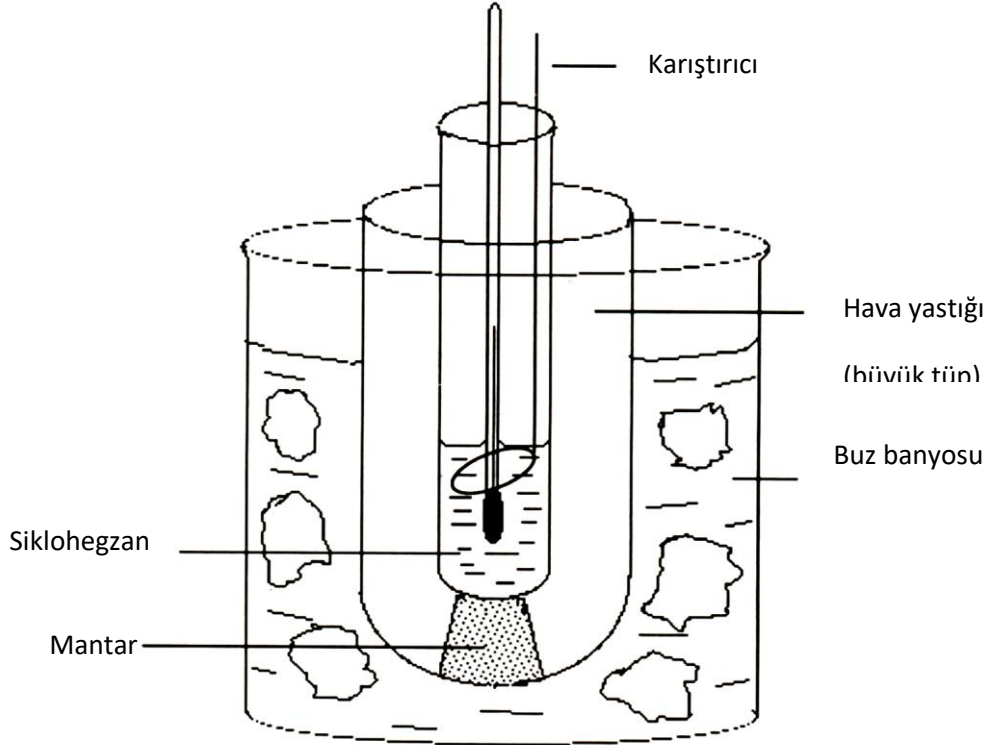
Bölüm 1. Sıvı Çözücü

Yöntem:

NOT: Çözücü ve çözeltilerin sudan korunmalıdır. Kullanılan tüm aletler (test tüpleri, termometre, mezür gibi) tam kuru olduğundan emin olunmalıdır.

- (1) Temiz ve kuru bir mezür kullanarak temiz ve kuru bir deney tüpüne 10 ile 15 mL arasında siklohegzan ilave edilir. Alınan hacim tam olarak (0,1 mL hassasiyetle) kaydedilir. Deney boyunca siklohegzanı sudan uzak tutulmalıdır.
- (2) Deney tüpü 600 mL'lik bir beher içerisindeki buz ve su karışımına yerleştirilir ve siklohegzanın bir kısmı donana kadar beklenir.
- (3) Siklohegzanın bir kısmı donduğu zaman, tüp buzlu sudan çıkartılır, dış yüzeyi tamamen kurulanır ve donan kısım eriyinceye kadar el içinde tutularak bir miktar ısıtılır. Daha sonra deney tüpü taban kısmında 5 numara mantar bulunan daha büyük bir tüpün ($20 \times 2,5$ cm) içine yerleştirilir. İki deney tüpünün bu kombinasyonu, ısı transferinin (donma ve erime) yavaşlamasını sağlayan bir hava yastığı oluşturacaktır (Şekil 1).
- (4) Büyük deney tüpü siklohegzan örneğinin yüzeyi, buz-su yüzeyinden daha aşağıda olacak şekilde buz-su banyosu içerisine yerleştirilir. Siklohegzan içerisine bir termometre yerleştirilir. Sıvının karıştırılması gerekir, ancak termometre bu amaçla kullanılmamalıdır, kolay kırılabilir. Zira kolaylıkla kırılabilirler. Bunun yerine uygun bir karıştırıcı, bir parça bakır telin ucu Şekil 1'de görüldüğü gibi halka yapılarak hazırlanabilir.
- (5) Sıcaklık bir kaç dakika süreyle sabit kalana kadar 30 saniye arayla (sürekli karıştırırken) okuma zamanıyla birlikte kaydedilir. Kristal oluşumu gözlemlenir ve ilk kristal oluştuğu sıcaklık kaydedilir. Sıcaklık sabitlendiğinde ve kristaller tamamen oluştuğunda, içteki deney tüpü çıkarılıp el ile ısıtılarak tüm kristaller eritilir.

- (6) Tüpün dışı kurulanır ve büyük tüpün içerisine geri yerleştirilir. Zaman ve sıcaklık aynen daha önce yapıldığı gibi kaydedilir. Bu iki çalışmada tespit edilen “sabit sıcaklık” birbirine $0,1^{\circ}\text{C}$ hatayla uymalıdır. Eğer böyle olmaz ise, ölçüm üçüncü kez tekrarlanır.
- (7) Bilinmeyen bir madde alınır ve örnek numarası ya da kodu kaydedilir. Bu bilinmeyen maddeden analitik terazi kullanılarak bir örnek tartılır. Tam kütle (ağırlık) uygun hassasiyetle kaydedilir. Tartılan örnek, herhangi bir kayıp olmaksızın, siklohegzan deney tüpüne aktarılır ve örneğin tümü çözününceye kadar iyice karıştırılır. Siklohegzanın tamamı sıvı halde olmalıdır. Bilinmeyen örneğin tümünü çözmek için el ile ısıtılması gerekebilir.
- (8) Karışımın donma noktası yukarıda (2) - (5) nolu basamaklardaki olduğu gibi tayin edilir, yani hızlıca dondurulur, erimesi için ısıtılır, sonra hava yastığı içinde 30 saniyede bir sıcaklık kaydedilirken yavaşça soğutulur. Son basamakta, donma noktası olarak bir “sabit sıcaklık” tespit etmek yerine, sıcaklığın çok daha yavaş düştüğü bir sıcaklık aralığı gözlemlenebilir.



Donma Noktası Cihazı

Veri ve Hesaplamalar

Sıcaklık okumaları için “y” eksenini kullanılarak grafik kağıdı üzerinde zaman – sıcaklık değişimi verileri grafikleri her bir çalışma için çizilir. Saf siklohegzan için, eğrinin yatay kısmı uzatılarak saf siklohegzanın donma noktasını göstermesi için sıcaklık eksenini kestiği nokta belirlenir.

Çözelti durumunda ise eğrinin son kısmı yatay olmayabilir, çünkü kristaller yalnızca saf çözücü moleküllerini içermektedir ve daha fazla katı kayboldukça yavaşça azalan bir donma noktasıyla sonuçlanır. Orijinal çözeltinin donma noktasını bulabilmek için, donmadan hemen önce ki dik bir şekilde aşağı doğru inen kısım boyunca uzanan zaman-sıcaklık eğrisi üzerine doğrusal bir çizgi çizilir, hafif eğim gösteren son kısma da bir doğru çizilir, bu iki doğrunun kesim noktalarına karşılık gelen sıcaklık belirlenir.

Tablo 1’de verilen bilgi ve eşitlik (1)’i kullanılarak:

- çözeltinin molalitesi hesaplanır. ΔT ’yi elde etmek için saf siklohegzanın ölçülen donma noktası kullanılır. Eşitlik (1)’i kullanılır.
- Kullanılan siklohegzanın hacmi kütleyle dönüştürülür (Tablo 1).
- İlave edilen çözünenin (bilinmeyen örnek) mol sayısı hesaplanır. Yukarıdaki deney sonuçlarını ve molalite tanımını kullanın.
- Çözünenin molü başına düşen gram miktarı (molar kütle) hesaplanır. Molar kütle, eşitlik (1)’in genişletilmiş bir hali kullanılarak bir adımda hesaplanabilir:

$$\Delta T = K_{fp} \frac{(m/MM)}{(M)} \quad (2)$$

Burada, m = gram cinsinden çözünenin kütlesi,

M = kg cinsinden çözücünün kütlesi,

MM = çözünenin molar kütlesidir

(eşitlikteki bölüm molaliteyi vermektedir)

Tablo 1 ve eşitlik (2)’yi kullanarak

- Saf siklohegzan ve çözelti için ölçülen değerler kullanılarak saf çözücünün ve çözeltinin donma noktalarındaki değişim hesaplanır.
- Tablo 1’den K_{fp} yi kullanarak, M için kg, m için g değerlerini baz alarak (Tablo 1 deki yoğunluk kullanılır) eşitlik (2), MM yi hesaplamak için çözülür.

Tablo 1. Siklohegzan için veriler

Yoğunluk (20 °C de)	0.779 g/mL
K_{f_p}	20.0 °C/molal
Donma noktası	6.5 °C

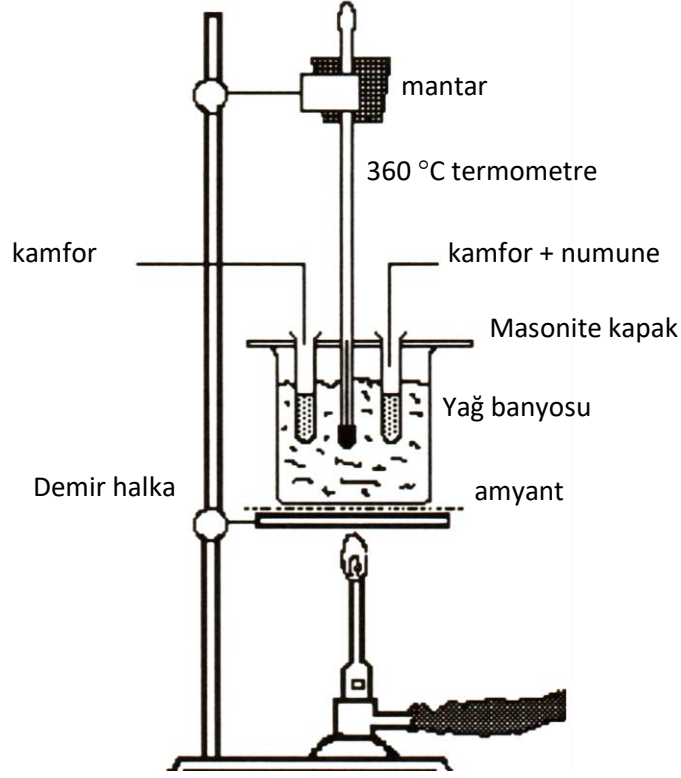
Not: Siklohegzanın donma noktası için, ölçtüğünüz değeri kullanmalısınız, çünkü termometrelerin doğrulukları değişkenlik gösterebilmektedir. Aynı termometre ile ölçülmüş iki sıcaklık arasındaki farkı kullanacağımız için termometre doğruluk hataları birbirini iptal edecektir, hesaplamalarda göz ardı edilir.

Bölüm 2. Katı Çözücü

Benzer deney, katı çözeltiler ve katı çözücülerin erime noktaları kullanılarak da yapılabilir. “Rast yöntemi”nde çözücü olarak kamforu kullanılmaktadır. Kamfor az görülen bir özellik olan çok büyük donma noktası alçalması sabitine sahip olduğu için (kamfor için $K_{f_p} = 37.7$ °C/molal) termometre ile ölçülen değerlerden oldukça iyi bir doğrulukta molar kütle tayinini hızlı bir şekilde yapılabilir.

Yöntem:

- (1) Aşağıdaki şekilde görüldüğü gibi geniş bir tabla üzerine 100 ml yağı içeren 150 ml’lik bir beher yerleştirilir. Koruyucu bir plaka ile (Masonite) beherin üzeri kapatılır, içerisine 360° lik bir termometre yerleştirilir ve bu termometre bir tutucu yardımı ile bir mantar kullanarak sabitleştirilir. Beher bir amyant yardımı ile çıplak alevden korunmalıdır.
- (2) Deney tüplerinden birin miligram seviyesinde tartılır. Kaba öğütülmüş toz haldeki d-kamfor, tüpün yarısına (yaklaşık 1 gr) kadar doldurulur ve tekrar aynı hassasiyette tartılır. Bilinmeyen örnekten yaklaşık 100 mg kamfora ilave edilir ve tekrar tartılır. Kamforun ve bilinmeyen örneğin kütlesi kaydedilir.
- (3) Kamfor ile ikinci deney tüpü de yarısına kadar doldurulur, fakat tartılmaz. İkinci tüp, saf kamfor için kontroldür (karşılaştırma amacıyla kullanılacak).



Şekil 2. Erime Noktası Tayin Düzenegi

- (4) Koruyucu plaka içersine iki kamfor tüpü sağlam bir şekilde yerleştirilir ve termometre yüksekliği termometrenin dip kısmı kamforun orta noktasına karşılık gelecek şekilde ayarlanır. Şimdi, kamforun erimesi gerektiği nokta olan 200 °C'ye gelinceye kadar dikkatli bir şekilde küçük bir alevle beher ısıtılır.
- (5) Her bir tüpteki kristallerin ilk oluşumu gözlemliyorken yağ banyosu yavaşça soğumaya bırakılır. Her bir tüp için kristal oluşan bu ilk sıcaklık kaydedilir (termometreler bazen değişkenlik gösterir, gözlenen donma noktası kamforun bilinen erime noktası ile tam olarak uyuşmayabilir ki, bu nokta 178.4 °C'dir).

Veri ve Hesaplamalar

Donma noktasındaki azalmayı (ΔT) hesaplanır ve bilinmeyen molar kütle bulabilmek için eşitlik (2) kullanılır (Bölüm 1'in hesaplar kısmına bak). Kamfor için $K_{fp} = 37.7 \text{ } ^\circ\text{C/molal}$ dir. Çözücü kütle biriminin kg olması gerekirken çözünenin kütle biriminin g olduğu unutulmamalıdır.

Önerilen Varyasyon

Naftalen kamfor yerine kullanılabilir. Naftalenin daha düşük olan erime noktası, bir yağ banyosu ihtiyacını ortadan kaldırır. Bunun yerine su banyosu yeterli olacaktır. Naftalenin dezavantajı ise daha küçük erime noktası alçalması katsayısına sahip olmasıdır.

Laboratuvar Öncesi Yapılması Gerekenler

- (1) K_f değeri çözünenin yapısına bağlı mıdır? Çözücünün yapısına bağlı mıdır?
- (2) Aşağıda verilmiş olan her bir gruptaki üç çözeltilinin her biri için aynı donma noktasının görülüp görülmeceği yada donma noktalarının farklı olup olmayacağını belirtiniz. Eğer farklı iseler en yüksek ve en düşük donma noktasına sahip çözeltilerin hangileri olduğunu nedenleriyle birlikte yazınız.
 - (a) Sikloheksanın 100 mL'lik üç örneği içerisinde, 0.1 mol naftalen ($C_{10}H_8$), 0.1 mol diklorobenzen ($C_6H_4Cl_2$) ve 0.1 mol kamforun ($C_{10}H_{16}O$) ayrı ayrı çözeltilisi.
 - (b) Benzenin 100 mL'lik üç örneği içerisinde de, 0.1 g naftalen ($C_{10}H_8$), 0.1 g diklorobenzen ($C_6H_4Cl_2$) ve 0.1 g kamforun ($C_{10}H_{16}O$) ayrı ayrı çözeltilisi.
- (3) Deneyde, çözücü için veri tabloda verilmiş olmasına rağmen niçin donma ve erime noktaları ölçülmek zorundadır?
- (4) Ölçülen değerleri girmek üzere bir tablo ya da tablolar planlanır ve veriler kaydedilmek üzere raporun içeriği kısmına eklenir.

Raporun İçeriği

Ölçülen değerler ön hazırlıkta hazırlanmış olan tablo ya da tablolara kaydedilir. İlgili tüm hesaplamalar gösterilir.

SORULAR

- (1) Derişik bir çözeltilinin donma noktası alçalması eşitlik (1) ile hesaplanandan bir şekilde daha düşük olabilir. Bu durum numunedeki bileşiğin molar kütlelerinin yüksek ya da düşük tahmin edilmesine sebep olur mu?

(2) Aşağıda verilmiş olan tespit edilememiş deneysel sorunlar molar kütle hesaplanmasında yüksek tahmine ya da düşük tahmine yol açabilir mi; yoksa bir fark görülmeyebilir mi?

(a) Siklohegzan (**Bölüm 1**) ya da kamforun (**Bölüm 2**) bir kısmı buharlaşsa

(b) Termometre her zaman 2 derece yüksek gösterse

(3) Donma noktası ölçümleri molar kütle hesaplamaları için sıklıkla yapılmaktadır, fakat kaynama noktası ölçümleri nadiren yapılır. Buna sebep olarak pratik bir öneride bulununuz.

(4) **Bölüm 1** için

Saf kamforun normal erime noktası $179\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve erime noktası sabiti $38\text{ }^{\circ}\text{C/molal}$ dir. Eğer bilinmeyen bir bileşiğin 0.30 gram ı 10.0 gram kamfor ile öğütülerek karıştırılırsa ve bu karışımın erime noktası $164\text{ }^{\circ}\text{C}$ olarak ölçülse, bilinmeyen bileşiğin molar kütlesi kaçtır?

Bölüm 2 için

Saf siklohegzanın normal donma noktası $6.5\text{ }^{\circ}\text{C}$, ve donma noktası sabiti $20.0\text{ }^{\circ}\text{C/molal}$ dir. Eğer bilinmeyen bir bileşiğin 0.30 gram ının 10.0 gram siklohegzan içinde çözülmesiyle hazırlanan çözelti $-1.0\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de donsa, bilinmeyen bileşiğin molar kütlesi kaçtır?

DENEY 8: DENGE SABİTİNİN BELİRLENMESİ

Bir sistemin özellikleri zaman geçtikçe değişmiyorsa o sistemin dengede olduğu düşünülür. Kimyasal sistemlerde ileri ve geri reaksiyonların hızlarının eşit olması ve bütün kimyasal türlerin konsantrasyonlarının sabit kalması denge olarak ifade edilir.

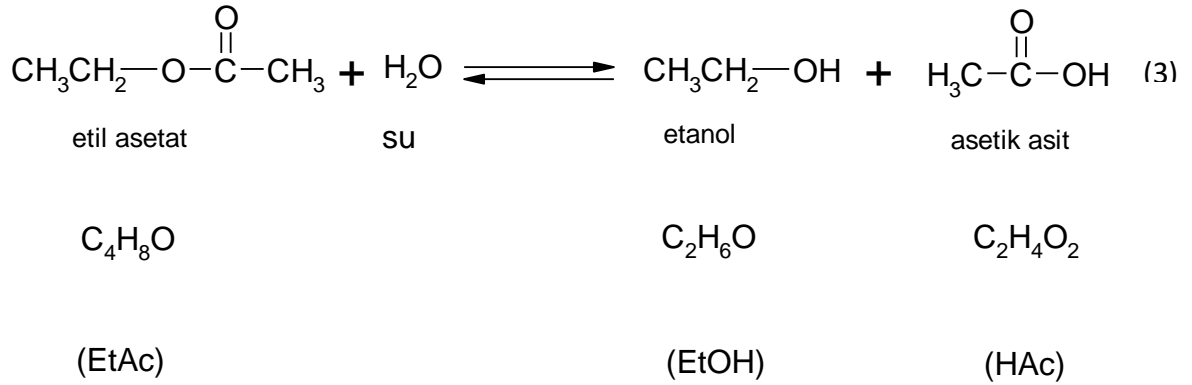


Yukarıdaki eşitlik için reaktanlar ve ürünlerin konsantrasyonları aşağıdaki denge sabiti ifadesi ile ilişkilidir.

$$\text{Denge Sabiti} = K = \frac{[C]^c [D]^d}{[A]^a [B]^b} \quad (2)$$

Bu eşitlikte, $[A]$, $[B]$, $[C]$ ve $[D]$; dengedeki bileşenlerin molar konsantrasyonlarıdır. Denkleştirilmiş eşitlikteki stokiyometrik katsayılar konsantrasyon terimlerinin üssü şeklinde yazılır. K sabitinin değeri, söz konusu reaksiyona ve sıcaklığa bağlıdır.

Bu deneyde biz, dengede bulunan bir sistemin denge sabitini (K_c) tayin edeceğiz.



Bu denge reaksiyonunun denge sabiti (K_c) (2) nolu eşitlik kullanılarak aşağıdaki gibi yazılır.

$$K_c = \frac{[\text{EtOH}][\text{HAc}]}{[\text{EtAc}][\text{H}_2\text{O}]}$$

Eğer reaktanların başlangıç konsantrasyonları biliniyorsa, asetik asidin denge konsantrasyonunun belirlenmesi bütün reaktan ve ürünlerin denge konsantrasyonlarını hesaplayabilmemizi sağlayacaktır.

YÖNTEM

1. Kuru ve temiz olan 2 tane 250 mL' lik erlen alınır. Bu erlenler 1 ve 2 diye işaretlenir. Her bir erlene aşağıdaki maddeler ilave edilir.

(1) 5.00 mL 3 M HCl + 5 mL saf su

(2) 5.00 mL 3 M HCl + 5.00 mL etil asetat

HCl ve etil asetat miktarları mümkün olduğu kadar hassas bir şekilde alınmalıdır (HCl, katalizör olarak kullanılır).

2. Her bir erlenin ağzı sıkıca kapatılır ve erlenin içeriği hafifçe çevrilmek suretiyle bir kaç dakika karıştırılır. Daha sonra erlenler oda sıcaklığında beklemeye bırakılır. **Sistemin dengeye ulaşması yaklaşık olarak bir gün alır. Dolayısıyla çalışmanın bu aşaması önceden (bir önceki laboratuvar günü de olabilir) yapılmalıdır.**

3. Bekleme tamamlandıktan sonra 150 mL' lik bir behere 100 mL 1.00 M NaOH konulur. 50 mL' lik bir büret üç kez 5 er mL'lik küçük miktarlar halinde NaOH çözeltisi ile çalkalanır. Her seferinde konulan NaOH çözeltisi büretin musluklu uç kısmından boşaltılır. Daha sonra, 150 mL' lik beherdeki geride kalan NaOH çözeltisi ile büret üst seviyesine kadar doldurulur. Bu arada bürette hava kabarcığı varsa uzaklaştırılır.

4. Her bir erlen içerisine 3 damla fenolftalein indikatör çözeltisi ilave edilir.

5. Büretteki çözelti hacmi 0.01 mL hassasiyetle kaydedilir ve erlenlerdeki her bir çözelti, bütün çözeltinin rengi en az 30 saniye kalıcı olan açık pembeye dönünceye kadar 1.00 M

NaOH ile titre edilir. Titration oldukça dikkatli bir şekilde yapılmalıdır; asit ve baz çözeltileri oldukça deriştir ve dönüm noktasına aniden ulaşılmaktadır. Titrationdan sonra harcanan NaOH miktarı kaydedildikten sonra ikinci titration için büret tekrar doldurulur.

Örnek Hesaplama

(Not: Bu örnek, yapılacak hesaplamalardaki genel yöntemi göstermektedir. Örnekte, 3 M HCl yerine 6 M HCl kullanılmaktadır. Ayrıca, deney farklı bir sıcaklıkta yapılabileceğinden hesaplanan Kc değeri sizinkinden farklı olacaktır).

Etil asetat ve su arasındaki reaksiyonun denge sabitini belirlemek için iki erlen hazırlanmıştır.



Deneysel sonuçlar:

Erlen 1. Titrasyon için harcanan 1.00 M NaOH hacmi 34.68 mL

Erlen 2. Titrasyon için harcanan 1.00 M NaOH hacmi 47.94 mL

6M HCl' in yoğunluğu : 1.11 g/mL

Etil asetatın yoğunluğu : 0.893 g/mL

Hesaplamalar:

1. Her iki erlene ilave edilen 6.00 mL 6 M HCl çözeltisinde bulunan HCl ve H₂O miktarları gram olarak hesaplanır.

34.68 mL 1.00 M NaOH = 0.03468 L × 1.00 mol/L olduğundan birinci erleni titre etmek için kullanılan NaOH miktarı 0.0347 mol' dür. Her iki erlen 0.0347 mol HCl içermiştir.

$$0.0347 \text{ mol HCl} = 0.0347 \text{ mol} \times 36.46 \text{ g/mol} = 1.26 \text{ g HCl}$$

$$6.00 \text{ mL 6 M HCl çözeltisi} \times 1.11 \text{ g/mL} = 6.66 \text{ g çözelti}$$

Sonuç olarak 6.00 mL 6 M HCl çözeltisinde;

$$1.26 \text{ g HCl ve } 6.66 - 1.26 = 5.40 \text{ g H}_2\text{O bulunmaktadır.}$$

2. İkinci erlendeki etil asetat ve suyun başlangıç konsantrasyonları hesaplanır.

$$4.00 \text{ mL etil asetat} \times 0.893 \text{ g/mL} = 3.57 \text{ g etil asetat}$$

$$3.57 \text{ g} \times 1 \text{ mol} / 88.0 \text{ g} = 0.0406 \text{ mol etil asetat}$$

İkinci erlendeki karışımın toplam hacmi;

6.00 mL 6 M HCl + 4.00 mL etil asetat = 10.00 mL = 0.01000 L

$$[\text{EtAc}]_{\text{baş}} = 0.0406 \text{ mol} / 0.01000 \text{ L} = \underline{4.06 \text{ M}}$$

İkinci erlendeki suyun ağırlığı = 5.40 g

$$5.40 \text{ g H}_2\text{O} \times 1 \text{ mol} / 18.0 \text{ g} = 0.300 \text{ mol H}_2\text{O}$$

$$[\text{H}_2\text{O}]_{\text{baş}} = 0.300 \text{ mol} / 0.01000 \text{ L} = \underline{30.0 \text{ M}}$$

3. Dengedeki reaktan ve ürünlerin konsantrasyonları hesaplanır.

İkinci erlenin titrasyonu için 47.94 mL 1.00 M NaOH gereklidir. Bu miktarın 34.68 mL'si 6 M 6.00 mL HCl için kullanıldığından oluşan asetik asidin titrasyonu için

$$47.94 - 34.68 = 13.26 \text{ mL } 1 \text{ M NaOH gerekli olmuştur.}$$

$$1.0 \text{ mol/L} \times 0.01326 \text{ L} = 0.0133 \text{ mol asetik asit oluşmuştur.}$$

İkinci erlendeki karışımın toplam hacmi 10.00 mL = 0.01000 L olduğundan

$$[\text{HAc}] = 0.0133 \text{ mol} / 0.01000 \text{ L} = \underline{1.33 \text{ M}}$$

Eşitlik 3' ten de görüldüğü üzere oluşan asetik asidin her molü başına aynı mol sayıda etanol üretilecektir.

$$[\text{EtOH}] = [\text{HAc}] = \underline{1.33 \text{ M}}$$

$$[\text{H}_2\text{O}] = 30.0 \text{ M} - 1.33 \text{ M} = \underline{28.7 \text{ M}}$$

$$[\text{EtAc}] = 4.06 \text{ M} - 1.33 \text{ M} = \underline{2.73 \text{ M}}$$

İçerikler	Başlangıç Konsantrasyonu (M)	Değişim (M)	Denge Konsantrasyonu (M)
[H ₂ O]	30.0	-x	30.0 - x = 28.7
[EtAc]	4.06	-x	4.06 - x = 2.73
[EtOH]	0	+x	1.33
[HAc]	0	+x	1.33

4. Denge Sabiti K_c hesaplanır.

$$K_c = \frac{[\text{EtOH}][\text{HAc}]}{[\text{EtAc}][\text{H}_2\text{O}]} = \frac{(1.33)(1.33)}{(2.73)(28.7)} = 0.0226$$

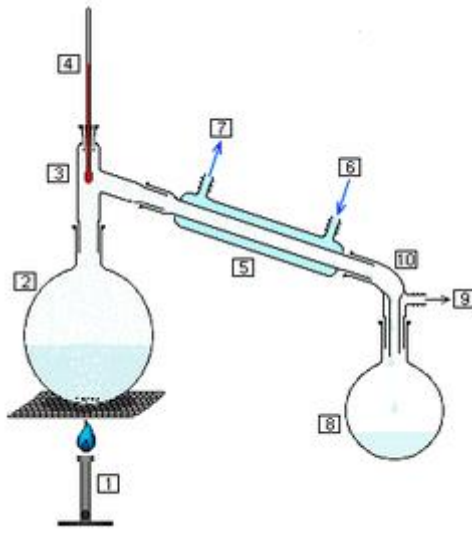
DENEY 9: BASİT DESTİLASYON İLE KARIŞIMLARIN AYRILMASI

Destilasyon temel olarak, kaynama sıcaklıkları farklı maddelerin oluşturduğu bir sıvı karışımını kaynama noktasına kadar ısıtarak kaynama noktası düşük olan maddeyi buhar haline geçirme ve buharı soğutarak yoğunlaştırmaya (sıvılaştırmaya) dayanır. Bu yöntemde esas olay buhar basıncına dayanmaktadır. Her sıvı ve katının bir buhar basıncı vardır. Bir sıvının buhar basıncı, sıvı ile dengedeki buharın basıncı anlamına gelmektedir. Sıvı, sabit sıcaklıkta ısıtılırsa sıvının buhar basıncı, verilen ısı ile orantılı olarak artar. Sıvının buhar basıncının dış atmosfer basıncına eşit olduğu andan itibaren sıvı kaynamaya başlar. Buhar basıncının dış atmosfer basıncına eşit olduğu sıcaklığa, sıvının kaynama sıcaklığı veya kaynama noktası denir. Destilasyon, karışımların ayrıştırılması amacıyla yapılan kaynatmada, fazların zenginleştirilmesi olayından yararlanan bir işlemdir. Fraksiyonlandırma kelimesi de bazen destilasyon işlemini tanımlamada kullanılır. Destilasyon, maddelerin farklı kaynama noktalarının olduğu gerçeğine dayanır. Eğer iki maddenin kaynama noktaları aynıysa onları ayırmada destilasyon işlemi kullanılmaz.

Su 1 atm'de 100 °C'de kaynar. Eğer dış basınç farklıysa kaynama noktası da değişir. Kaynamada sıcaklık ve basınç, birbirleriyle alakalı olup birbirlerinden ayrı düşünülemezler. Eğer su bir dağın tepesinde kaynatılmak istenirse deniz seviyesindeki kaynama noktasından daha düşük bir sıcaklık derecesinde kaynar. Eğer basınç biliniyorsa sıvıların her basınç değeri için belirli kaynama noktaları vardır. Destilasyon bir kaynatma işlemi olduğu için destilasyon sıcaklığının ve destilasyon basıncının bağımsız olmaları beklenemez. Karışımların kaynama noktaları karışımın bileşimine bağlıdır. Eğer bir madde 200 °C diğeri 300 °C'de kaynıyorsa ikisinin 1:1` lik bir karışımı orta bir değerde kaynar. Zorunlu olmamakla beraber bu değer belki 250 °C`dir. Karışım durumlarında eğer basınç ve bileşim biliniyorsa kaynama noktası sabittir. Başka bir deyişle, sıvı bir karışım 10 kg/cm² lik bir basınçta 300 °C'de kaynıyorsa sahip olduğu bileşim basit karışımlar için, yani 2 bileşenli sistem olan normal pentan – normal heksan gibidir. Daha kompleks karışımlar için, sadece bileşimin (kompozisyonun) belli bir aralıkta olduğu söylenebilir. Görüldüğü üzere basınç, sıcaklık ve kompozisyon destilasyonun önemli değişkenleridir. Sıcaklık, kaynatılacak karışımın kompozisyonunun doğrudan işareti olsun diye destilasyon basıncı genellikle sabit tutulur.

Kullanılacak malzemeler

- | | |
|------------------------|------------------------------|
| 1. Isıtıcı | 5. Hortum |
| 2. Damıtma balonu | 6. Soğutucu |
| 3. Toplama kabı(erlen) | 7. Metil alkol, su karışımı |
| 4. Termometre | 8. Tutturucu(bunzen kıskacı) |



Şekil 1. 1) Bunsen beki 2) Destilasyon balonu 3) Destilasyon başlığı 4) Tremometre 5) Soğutucu 6) Soğutma suyu girişi 7) Soğutma suyu çıkışı 8) Destilat toplama balonu 9) Vakum 10) Toplama başlığı

1. Isıtma düzeneği olarak beki deney masasının uygun bir yerine ve lavaboya yakın mesafeye yerleştiriniz.
2. Damıtma balonunun içerisine konulacak sıvı, balonun hacminin 2/3' ünü geçmemelidir.
3. Sıvı hacmini önce bir mezür ile ölçüp, damıtma balonunun içerisine aktarabilirsiniz.

4. Damıtma balonunu amyant telin üzerine bek alevini dengeli dağıtacak şekilde koyarak kısıpaca bađlamalısınız. Kısıpacı aşırı sıkımalısınız.
5. Damıtma balonunun ierisine kaynama taşlarını yavaşa koymalısınız.
6. Sođutucu bađlıđına nce uygun apta sođutucunun iteki borusunun ierisine kadar yerleřtirmelisiniz.
7. Toplama bađlıđını, damlayarak gelen sıvının dıřarıya dklmesini engelleyecek şekilde toplama kabına takmalısınız.
8. Damıtma balonunun bađlıđının apına gre uygun bir mantar seerek termometreyi hafife bastırarak ve yavaş yavaş dndrerek takınız.
9. Termometrenin alt u haznesi, asla cam balonun dibine deđmemelidir. Hazne cam balonun yan buhar ıkıř borusunun karřısına gelecek şekilde termometreyi yerleřtiriniz.
10. Su giriř hortumunun bađlantısı alttan, su ıkıřı hortumunun bađlantısını ise stten yapınız.
11. Isıtılan karıřımın sıcaklıđını srekli olarak kontrol ediniz. Sıcaklık artıřı ok hızlı olmamalıdır.
12. Her iki dakikada bir termometredeki sıcaklık deđiřimini kaydediniz. Sıcaklıđın sabit kaldıđı deđer, dikkatli tespit edilmelidir.
13. Kaynama gerekleřmeden sođutucudan gelen sıvı, ncl olduđundan saf deđildir. İstenilen sıvıya karıřmaması iin kaynama olayı bařladıđında toplama kabı deđiřtirilmelidir.
14. Damıtma iřleminin tamamlanmasından sonra toplama kabındaki destilatı veya balondaki kalıntıyı tartarak ktlelerini belirleyiniz.

DENEY 10: BOYLE KANUNU

Bu deneyde, sabit bir sıcaklıkta sabit kütleli bir gazın hacmi (V) ile basıncı (P) arasındaki matematiksel ilişki incelenecektir. Bu matematiksel ilişki Boyle Kanunu olarak bilinir ve keşfedilen ilk bilimsel kanunlardan biridir (1662). Ölçülen özellikler arasındaki diğer matematiksel ilişki için bu araştırma modern bilimsel metodun önemli bir görüşü olmuştur.

Deney İçin Hazırlık

Ders kitabınızdaki Boyle kanunu ile ilgili kısımlara çalışın. Burada verilen açıklama laboratuvar öncesi ödevlerin cevaplandırılmasında yardımcı olacaktır.

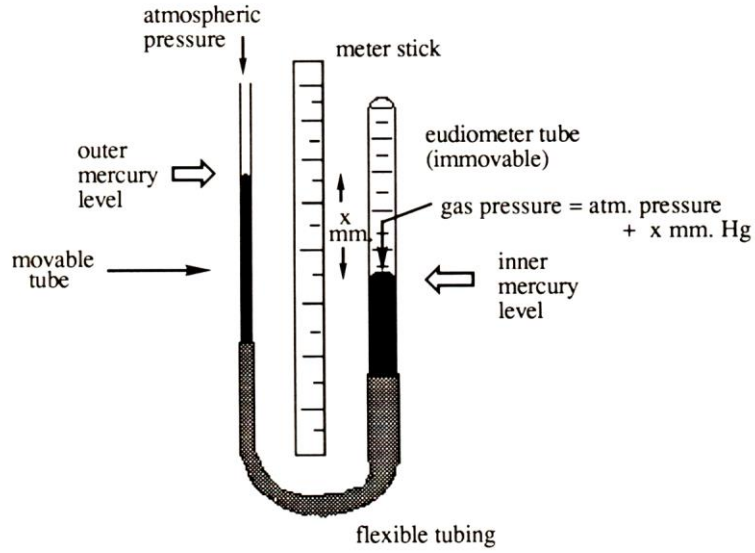
GİRİŞ

Sıcaklık ve basınçtaki az değişiklik, sıvıların ve katıların hacmi üzerinde ihmal edilebilecek kadar az etkisi vardır. değişimlerinden fazla etkilenmediği için ihmal edilebilir. Bununla beraber gazlar, hem basınç hem de sıcaklık değiştirildiğinde önemli hacim değişiklikleri gösterirler.

Boyle'nın orijinal deneylerinde kullanılan aletler laboratuvar öncesi çalışmalarda tanımlanmıştır. Bu deneyde yöntem biraz daha farklı olacaktır. Şekil 1.'de gösterilen odyometre (gaz analiz ve ölçme aleti) kullanılmaktadır, ucu kapatılmıştır ve düşey pozisyonda tutturulmuştur. Odyometre tüpünde kullanılan sıvılar oldukça çeşitli olup, cıva bu deney için en uygun olanıdır. Fakat zehirli olan cıva ile çalışırken dikkatli olmalı, döküldüğü anda derhal temizlenmelidir. Sizin bu deneydeki göreviniz odyometre tüpündeki sıvının üst kısmında hapis olmuş sabit bir gaz için bir çok basınç ve hacim ölçümleri kaydetmek olacaktır. Her bir ölçüm için, gazın hacmi odyometre tüpünün üzerindeki ölçekten direk olarak okunabilir ve basınç iki kol arasındaki yükseklik farkının (x) atmosfer basıncı ile birleştirilmesiyle elde edilebilir.

YÖNTEM

- (1) Milimetre cıva (mm-Hg) olarak barometrik basınç ölçülür ve bu deney için veri olarak kaydedilir.
- (2) Aletin iki kolundaki cıva seviyelerinin yükseklikleri eşitleninceye kadar açık olan tüp hareket ettirilir. . Bu durumda odyometre tüpü içindeki basınç atmosfer basıncına eşit olmalıdır. Bu gazın okunan ilk basıncı olarak kaydedilir ve odyometre tüpü üzerindeki hacmi ölçülür.
(1 Torr = 1 mmHg)



Şekil 1. Sabit kütleli bir gazın basıncı ve hacmi arasındaki ilişkiyi kurmak için kullanılan alet.

- (3) Hareketli tüp içerisindeki cıva seviyesi sabit tüptekinin birkaç cm altında olacak şekilde hareket ettirin. Odyometre içindeki gaz üzerindeki basınç şimdi x mm Hg kadar atmosfer basıncından azdır. Burada x yükseklikler arasındaki mm olarak temsil etmektedir. Atmosfer basıncından x çıkarılarak basınç hesaplanır ve hacim ölçülür.
- (4) Hareketli tüp yeni bir pozisyona hareket ettirilir. Fakat sabit tüpün alt seviyesinde kalmalıdır. Böylelikle yeni basınç-hacim değerleri elde edilir.

- (5) Hareketli tüp, civa seviyesi kapalı tüptekinden daha yüksek seviyeye gelinceye kadar hareket ettirilir ve başka basınç-hacim ölçümleri elde edilir. Burada (atmosfer basıncı+x) değerleri kullanılır.
- (6) Hareketli tüp, civa seviyesi kapalı tüptekinden daha yüksek seviyede olacak bir pozisyona getirilir ve son bir basınç-hacim ölçümleri elde edilir.

VERİ VE HESAPLAMALAR

Elde edilen tüm veriyi kaydedin. V'ye karşı P ve 1/V'ye karşı P grafik eğrilerini çizin. Bu grafiklerde x eksenine P değerleri, y eksenine de V veya (1/V) değerleri geçirilir. Uygun grafiğin eğrisinin eğiminden Boyle kanunundaki orantı sabiti hesaplanır. Bu sabit için birimler de çıkartılır.

LABORATUAR ÖNCESİ ÖNÇALIŞMA

- (1) İlk çalışmalarında Boyle, U-tüp şeklinde bir ucu açık diğerr ucu kapalı olan iki kollu bir alet kullandı. Her iki koldaki civa aynı seviyeye geldiğinde, tüpün kapalı ucundaki basınç dış basınca (atmosfer basıncı) eşit olur. Bu şartlar altında kapalı hava hacmi "V" ve basıncı "P" olur. Boyle, daha kısa koldaki kapalı havanın hacmi V/2 ye düşene kadar açık tüpe civa ilave etmeye devam etti. Boyle kanununun doğru olduğunu kabul ederek, bu yeni durumda hava basınç nedir? Kapalı gazın hacmi V/2 ye düştüğünde civa seviyeleri arasındaki fark (x) ne olur?
- (2) Bazen civa (yoğunluk = 13.5 g/mL) yerine dibutil ftalat (yoğunluk = 1.06 g/mL) kullanılır çünkü zehirli değildir. Sizin deneyinizde dibutil ftalat kullanılsaydı bunun dezavantajı ne olurdu? Eğer dibutil ftalat kullanırsanız hesaplamalarda nasıl bir değişiklik olur?
- (3) X ve Z gibi iki gaz aynı sıcaklıkta birbirine bir vana ile bağlı 1 L'lik kaplar içerisinde ayrı ayrı bulunuyor. X gazının basıncı 1 atm, Z gazının ki ise 2 atm. dir. Aradaki vana açıldığında ve gazlar karıştırıldığında her bir kaptaki basınç ne olacaktır?

Rapor Őunlar ićermelidir:

Gazın Hacmi	Kapalı t¼pteki sıvı y¼ksekliđi	Aćık t¼pteki sıvı y¼ksekliđi	İki t¼pteki sıvı seviyeleri arasındaki fark(x)	Gazın basıncı (atm +, - x)

- Grafiđin eđimi bulunur. Bu dođru bir ćizgiden elde edilir.
- Dođru zerinde iki farklı nokta sećilip x ve y deđerleri belirlenir. Birinci nokta ićin x_1 , y_1 , ikinci nokta ićin x_2 , y_2 belirlenir.

$$\text{Eđim} = \Delta y / \Delta x = y_2 - y_1 / x_2 - x_1$$

Bu eđim Boyle kanununun orantı sabitidir.

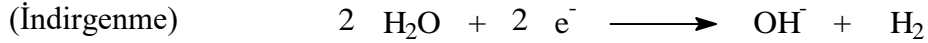
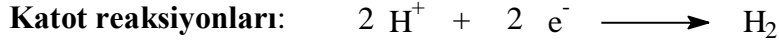
DENEY 11: KORROZYON VE KORUNMASI

Korrozyon bir oksidasyon (yükseltgenme) reaksiyonudur, demir kullanılması durumunda aşağıdaki yarı-reaksiyon ile gösterilebilir:



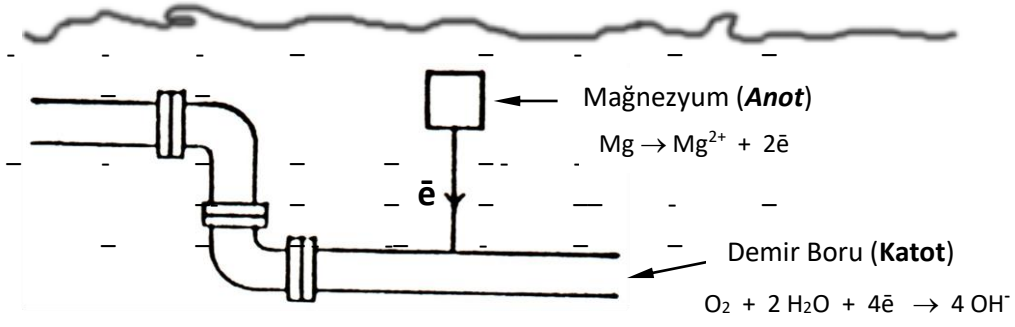
(Yükseltgenme)

Yükseltgenme reaksiyonuna, elektronların tüketildiği katot bölgesinde meydana gelen indirgenme reaksiyonu eşlik eder. Çevredeki çözeltinin asitliğine ve bulunan oksijen miktarına bağlı olarak, aşağıdaki herhangi veya bütün yarı-reaksiyonlar mümkündür:



Korrozyona karşı önlem için kullanılan metotların bir çoğu gerçekte elektrokimyasaldır. Bu metotlardan biri katodik koruma veya çift etkisi olarak bilinir. Bu teknik Şekil 1.'de görülmektedir. Toprağa gömülmüş bir çelik bir boru kolay yükseltgenen magnezyum gibi bir metale bir iletken ile bağlanır. Bu metal bir pilin anodu olur.

İndirgenme ($\text{O}_2 + 2 \text{H}_2\text{O} + 4 \text{e}^{-} \longrightarrow 4 \text{OH}^{-}$) demir (katot) yüzeyi üzerinde meydana gelir, fakat elektron kaynağı yani oksitlenmiş madde demir değildir fakat daha aktif olan magnezyumdur. Magnezyum metalini değiştirmek kazıyıp çelik borunun bir kısmını (oksitlenen kısmı) değiştirmekten çok kolay olduğundan bu çok önemli bir endüstriyel uygulamadır. Anotta oluşan pozitif Mg^{2+} iyonlarının ve katotta oluşan negatif OH^{-} iyonlarının hareketi için nemli toprağın nemli olması gereklidir. Böylece devre tamamlanmış olur.



Şekil 1. Katodik korunma.

Demiri korumanın diğer bir metodu onu başka bir metal tabakasıyla kaplamaktır. Çinko, kalay ve krom bu amaçla sık sık kullanılırlar. Galvanize demirde, demir üzerinde kaplı koruyucu bir çinko tabakası vardır. Çinko orta derecede elektropozitif bir metal olmasına rağmen, havada ve nemde hızlı bir şekilde korozyona uğramaz. Bunun sebebi: çinko yükseltgenince yüzeyi üzerinde bazik çinko karbonat $Zn(OH)_2 \cdot xZnCO_3$ tabakası oluşur ve daha ileri derecede korozyonu önlenir. Eğer metal yüzeyindeki çinko kaplama çizilip demir yüzeyi açılırsa demir yüzeyinde önemli ölçüde korozyon oluşmaz. Çünkü, çinko demirden daha fazla elektropozitif olduğundan demir katot olarak, çinko ise anot olarak davranır.

Bir teneke kutuyu korozyona karşı korumak için teneke yüzeyi kalay ile kaplanır. İndirgenme potansiyelleri tablosundan görüldüğü gibi kalay demirin altında olduğu için daha zor oksitlenir. Bu teknikteki en büyük dezavantaj yüzey çizildiğinde kalay katot olarak, demirin açılan küçük yüzeyi ise anot olarak davranır. Bu kısımda oksitlenme çok hızlı bir şekilde olur ve metal pul pul dökülmeye başlar.

Bu deneyde, diğer metallerle temastaki demir çivilerin korozyonu araştırılacaktır. Bu amaçla önceden temin edilmiş demir çiviler sırasıyla OH^- ve Fe^{2+} için indikatör olan fenolftalein ve ferrisiyanür içeren bir jel içerisine yerleştirilecektir. Jelin fonksiyonu çivileri buldukları yerde tutmak ve korozyon ürünlerinin oluştukları alandan uzağa diffüzyonunu engellemektir.

YÖNTEM

Kısım 1.

İndikatör Jelin Hazırlanması

Jelin bileşimi önemlidir ve aşağıda açıklandığı gibi dikkatlice hazırlanmalıdır.

0.25 g agar-agar tartın. 100 mL'lik bir mezur kullanarak 50 mL saf su (saf su) ölçün ve suyu 150 mL'lik bir beher içerisine dökün. Beher içine bir karıştırıcı mığnet koyun ve suyu kaynama noktasına ısıtın. 0.25 g agar-agar'ı karıştırarak suya dikkatlice ilave edin ve bütün agar çözünene kadar ısıtın (tamamıyla koloidal bir süspansiyon oluşacaktır). Isıtmayı durdurun ve 2.5 g NaCl ilave edin. Bütün NaCl çözünene kadar karıştırın. Çözeltinin soğuması için 5 dakika bekletin ve sonra 20 damla fenolftalein ve 20 damla %1'lik potasyum ferrisiyanür çözeltisi ilave edin. Üç dakika şiddetlice karıştırın.

Korrozyon Çalışmaları İçin Demir Çivilerin Hazırlanması

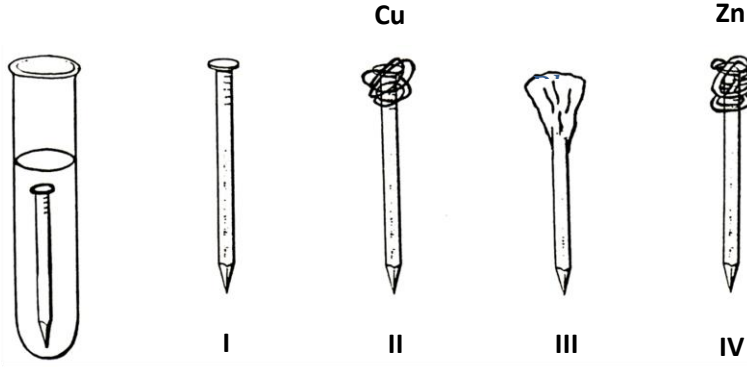
Dört adet demir çivi bir test tüpüne koyun ve test tüpüne bütün çivileri örtecek şekilde seyreltik H₂SO₄ ilave ederek çiviler temizlenir. Beş dakika ya da daha fazla bir süre çivileri asit içerisinde bırakılır. Aynı zamanda, 250 mL'lik beher içinde 50 mL saf suyu kaynatılır. Asit çözeltisi dekante edilerek çivilerden ayrılır. Çivileri üç kez saf suyla yıkanır. Her seferinde yıkama çözeltisi dekante edilerek çivilerden ayrılır. Kaynamakta olan su içeren bir beher içine çiviler konur ve indikatör jel hazırlanmaya kadar çiviler kaynamakta olan su içerisinde bekletilir.

Çivilerden biri maşa ile alınıp temiz bir kağıt havlu ile kurulanır. Kurulanmış çivi bir test tüpüne yerleştirilir ve yukarıda açıklandığı gibi hazırlanmış olan jel çözeltisi ile çivi tamamen kapanmaya kadar tüp jel ile doldurulur. Bu tüp etiketlendirildikten sonra tüplüğe yerleştirilir. Sudan ikinci bir çivi alınıp kurutulduktan sonra çivinin başı düzgün bir şekilde bakır bir telle sarılır (Şekil 2). Çivi bir test tüpü içine yerleştirildikten sonra çivi tamamen örtülünceye kadar indikatör jelle tüp doldurulur. Bir parça kurşun folyo ile üçüncü çivi ve bir çinko parçası ile de dördüncü çivi sarılır. Bunları ayrı test tüplerine yerleştirilip indikatör jel

ile çiviler tamamen örtülünceye kadar tüplere jel konur. Bütün bu deneylerde metalin çivinin başı etrafına düzgün ve sıkı bir şekilde sarılmış olması gerekir.

Deneyin ikinci kısmı yapılırken test tüpleri laboratuvar süresinin sonuna kadar buldukları halde kıpırdatmadan bekletilir.

Kaydedilecek Veriler:



Şekil 2.

Yukarıdaki şekillerde, jel çözeltisinde renklenen bölgeleri kalemle karartın. Bu dört durumun her birinde hangi madde oksitlenir, hangi madde indirgenir? Bu deneylerdeki bütün yarı reaksiyonları yazın.

(1) Demir çivi

_____ yükseltgenir _____

_____ indirgenir _____

(2) Demir ve Bakır

_____ yükseltgenir _____

_____ indirgenir. _____

(3) Demir ve Kurşun

_____ yükseltgenir _____

_____indirgenir. _____

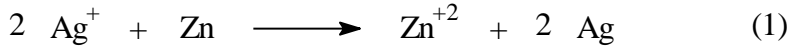
(4) Demir ve Bakır

_____yükseltgenir _____

_____indirgenir. _____

Kısım 2. GALVANİK PİL

Yükseltgenme-indirgenme reaksiyonları genel olarak yükseltgenen maddeden (indirgenen) indirgenen maddeye (yükseltgene) elektronların transferini içerir. Eğer yükseltgen ve indirgen reaktifler birbirinden izole edilirse, reaksiyon açıkça olmaz. Çünkü elektronların transfer edileceği bir vasıta yoktur. Elektron transferinin yer alabileceği şartları düşünmek için yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu için aşağıdaki örnek seçilebilir.

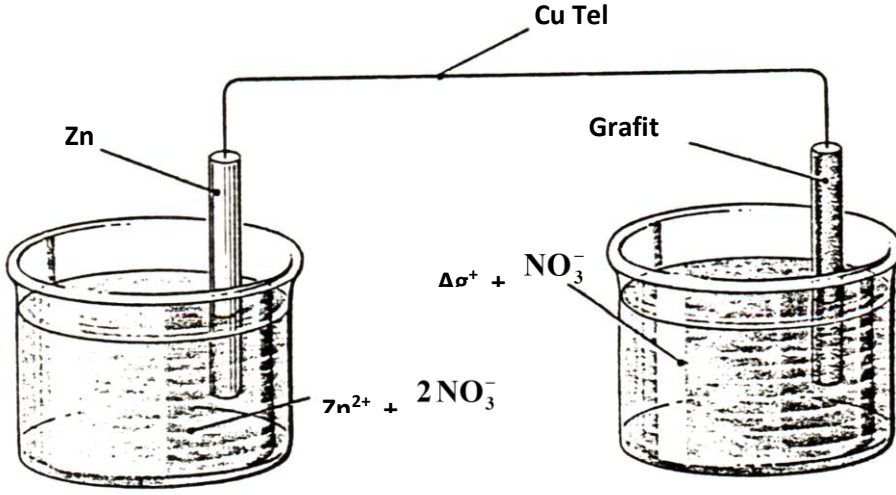


Bu reaksiyon iki yarı-reaksiyonun toplamı olarak düşünülebilir:



Birinde gümüş nitrat çözeltisi, diğerinde de çinko nitrat çözeltisi bulunan iki beher alın. Çinko nitrat çözeltisine bir çinko çubuk, diğerine de bir grafit çubuk daldırın. Şimdi çinko ve grafit çubuklar bir bakır tel ile birbirine bağlanır (Şekil 1). Eğer (1) ile gösterilen reaksiyon meydana gelirse, çinko kolay ve hızlı elektron verirken çözeltiye çinko iyonları geçer. Verilen elektronlar grafit çubuğa geçer ve çözelti ortamında bulunan gümüş iyonları ile birleşerek (gümüş iyonları indirgenir) gümüş metali oluşur. Bu reaksiyon belli ölçüde gerçekleştikten sonra birinci beherde çinko iyonu, ikinci beherde nitrat iyonu fazlalığı olur. Bu durumda reaksiyon (elektron transferi) durur. Bu herhangi bir değişikliği ölçmek için gerekli olan elektron transferi olmadan olabilir.

Eğer nitrat iyonları gümüş nitrat çözeltisi içeren beherden çinko nitrat çözeltisi içeren behere transfer edilebilirse, yük dengesi beherlerde korunur ve elektron transferi devam eder. Bu durum, iki beheri bir elektrolit çözeltisiyle ıslatılmış süzgeç kağıdı ile bir birine bağlamakla sağlanabilir (Şekil 2).

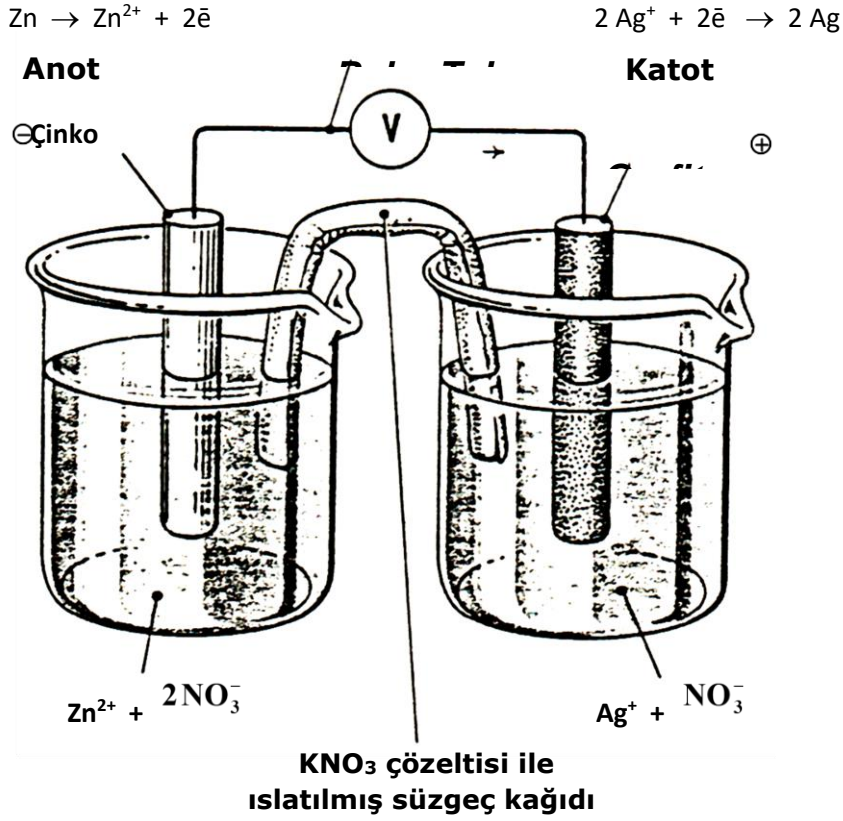


Şekil 1.

Şekil 2 deki pil bağlantısında aşağıdaki hususlara dikkat edilmelidir.

- Grafit elektrot pil reaksiyonlarında yer almaz ve platin tel gibi herhangi bir aktif olmayan ile yer değiştirebilir.
- Sol taraftaki hücre çözeltisi içindeki tuzun, çinko nitrat olmasına gerek yoktur. Çinko çubuk ile reaksiyona girmeyen, iyon üreten herhangi bir tuz kullanılabilir. Pili oluşturmak için sadece yükseltgenme-indirgenme reaktifleri gereklidir.
- Gümüş iyonlarının indirgendiği sağ taraftaki elektrot katot olarak adlandırılır. Reaksiyon (2).
- Yükseltgenmenin olduğu sol taraftaki elektrot anot olarak adlandırılır. (reaksiyon (3)).
- Hücre potansiyeli bakır iletken yerine bir voltmetre yerleştirilerek ölçülebilir. (Şekil 2)

- f. Elektronların verildiği yarı reaksiyonun gerçekleştiği elektrot negatif olarak, elektronların göç ettiği diğer elektrot da pozitif olarak işaretlenir (şekil 2) Böylece çinko elektrot negatif, grafit elektrot ise pozitif olarak işaretlenir.
- g. Teorik olarak, herhangi bir yükseltgenme-indirgenme galvanik bir pil hazırlanmasında kullanılabilir. Reaksiyon için eşitlik iki yarı-reaksiyona bölünür ve her bir yarı-reaksiyon ayrı bir pil hücresinde meydana gelir.



Şekil 2.

YÖNTEM

Bir çinko, bir bakır ve bir kurşun elektrod edinin. Her bir galvanik pil için aşağıdaki tabloda gösterilen çözeltiler kullanılacaktır.

<u>Galvanik Pil</u>	<u>Çözelti</u>	<u>Elektrot</u>	<u>Çözelti</u>	<u>Elektrot</u>
---------------------	----------------	-----------------	----------------	-----------------

Cu-Pb	0.1M Cu(NO ₃) ₂	Cu	0.1M Pb(NO ₃) ₂	Pb
Cu-Zn	0.1M Cu(NO ₃) ₂	Cu	0.1M Zn(NO ₃) ₂	Zn
Pb-Zn	0.1M Pb(NO ₃) ₂	Pb	0.1M Zn(NO ₃) ₂	Zn

Bir Cu-Pb Galvanik Piliinin oluřturulması

Yaklařık 25 mL 0.1 M Cu(NO₃)₂ çözeltilisini 50 mL'lik bir beher içine dökün. 50 mL'lik başka bir beher içine de yaklařık 25 mL 0.1 M Pb(NO₃)₂ çözeltilisini dökün. Bakır nitrat çözeltilisi içine bakır elektrotu ve kurřun nitrat çözeltilisini içine de kurřun elektrotu yerleřtirin. Bir parça süzgeç kağıdını sarın ve 1 M KNO₃ çözeltilisiyle ıslatın. Őekil 2'de gösterildiđi gibi iki beher arasında süzgeç kağıdı kullanılarak bir köprü oluřturulur. Pil beř dakika bekletilir.

Elektrotları bir voltmetrenin çıkıřlarına bađlayın. Eđer gösterge pozitif bir deđer okuyorsa her Őey düzgün bir Őekilde kurulmuřtur. Eđer deđilse voltmetrenin elektrotlara olan bađlantısı ters çevrilir. Hücre potansiyeli okunup kaydedilir. Ayrıca pozitif uca (katoda) hangi elektrotun, negatif uca (anoda) hangi elektrotun bađlandıđını kayıt et.

Bir Cu-Zn ve Pb-Zn pili kurmak için de aynı yöntemi kullanılır. Yukarıda belirtilen hücreyi kurmak için kullanılan Cu(NO₃)₂ ve Pb(NO₃)₂ çözeltileri yeni hücreleri (pilleri) kurmak için de kullanılabilir. Ancak her bir yeni hücre için KNO₃ çözeltilisi ile ıslatılarak yeni hazırlanmıř süzgeç kağıdı (köprü için) kullanılmalıdır.

Kayıt Edilecek Veriler:

1. Galvanik hücrelerin (pillerin) hücre potansiyellerinin belirlenmesi:

<u>Hücre(pil):</u>	<u>Cu-Pb</u>	<u>Cu-Zn</u>	<u>Pb-Zn</u>
E _{pil}	-----	-----	-----
Anot	-----	-----	-----
Anot Reaksiyonu	-----	-----	-----

Katot -----

Katot Reaksiyonu -----

2. Bir Cd elektrotun 1M $\text{Cd}(\text{NO}_3)_2$ çözeltisine ve bir Al elektrotun 1M $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ çözeltisine daldırılması ile galvanik pilin oluştuğu düşünülerek,
- İndirgenme yarı reaksiyonunu ve her bir yarı hücre için standart indirgenme potansiyelini yazın.
 - Pil in E° ı hesaplayın.
 - Bir diyagram çizerek katodu, anodu ve elektron akış yönünü gösterin.
 - Anotta ve katotta oluşan reaksiyonları yazın
 - Pil için toplam reaksiyon denklemini yazın.

DENEY 12: ÇAMAŞIR SUYU ANALİZİ

Gerekli Reaktifler:

1. Nişasta çözeltisi

Hazırlanışı: Bir spatül toz nişasta çok az soğuk su ile iyice karıştırıldıktan sonra bir beherde kaynatılmakta olan yaklaşık 20 mL saf su içine ilave edilip iyice karıştırılır. Karışım 1 dakika kaynatıldıktan sonra soğutulur ve renkli bir şişeye aktarılır. Uzun süre bekletilmeden kullanılır.

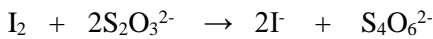
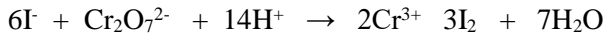
2. Potasyum iyodür çözeltisi

Hazırlanışı: Yaklaşık 10 g katı KI 250 mL saf su içinde iyice çözüldükten sonra renkli bir şişeye aktarılır.

3. 0.1 N sodyum tiyosülfat çözeltisi

Hazırlanışı: 6.200g Sodyum tiyosülfatpenta hidrat tartılıp bir huni kullanılarak 250 mL lik bir balon jøjeye aktarılır. Balon jøjeye bir miktar saf su ilave edilir ve sodyum tiyosülfatın tamamen çözüldürülür. Bundan sonra balonjije saf su ile boyun kısmındaki çizgiye kadar doldurularak yaklaşık 0.1 N derişimde tiyosülfat çözeltisi hazırlanır.

Tiyosülfat Çözeltisinin Ayarlanması(Gerçek normalitesinin belirlenmesi): 0.1 mg hassasiyetle 0.2 g civarında Potasyum Dikromat tartılır ve 250 mL lik bir erlende kaynatılmış 50 mL saf su ile çözüldükten sonra yaklaşık 2 g KI ve yaklaşık 5 mL derişik HCl(aq) ilave edildikten sonra karanlık bir ortamda 3-5 dakika bekletilir ve bu esnada açığa çıkan iyot daha önceden bir bürete konulmuş olan tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Titrasyon esnasında erlendeki çözeltinin rengi sarı-yeşil olduğunda ortama 2-3 mL hazırlanmış olan nişasta çözeltisinden ilave edilir. Oluşan koyu mavi renk kayboluncaya kadar titrasyona devam edilir ve tiyosülfat sarfiyatı büretten okunur. Kullanılan potasyum dikromat miktarı ve harcanan tiyosülfat çözeltisi miktarlarından faydalanılarak tiyosülfat çözeltisinin gerçek normalitesi hesaplanır.



$$g/meg = NV, \quad N = g/(meg.V)$$

g: $K_2Cr_2O_7$ miktarı (g olarak)

meg: $K_2Cr_2O_7$ nin miliekivalent ağırlığı ($294/6000 = 0.049$ g)

V: Harcanan tiyosülfat çözeltisi miktarı (mL olarak)

N: Tiyosülfat çözeltisinin gerçek normalitesi

Analizin Yapılışı:

- 250 mL lik bir behere 5 mL çamaşır suyu numunesi alınarak saf su ile 100 mL ye seyreltilir..
- 250 mL lik bir erlene 10 mL KI çözeltisi alınır.
- Bu çözeltinin üzerine 10 mL asetik asit çözeltisi ilave edilir.

4. Bu karışımın üzerine 1. maddede hazırlanan çamaşır suyu numunesinden 25 mL alınarak ilave edilir.
5. Renk açılıncaya kadar bir bürete daha önce konmuş olan tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir.
6. Nişasta çözeltisinden birkaç damla ilave edilir ve oluşan koyu mavi renk kayboluncaya kadar tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir ve tiyosülfat sarfiyatı büretten okunur.

$$\%Cl (m/v) = (N \times V \times 0.03545 \times 100/25) (100/5)$$