

**T.C.  
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

**LABORATUVAR HİZMETLERİ**

**GRAVİMETRİK ANALİZ İŞLEMLERİ**

**Ankara, 2015**

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

# İÇİNDEKİLER

GİRİŞ .....	1
ÖĞRENME FAALİYETİ-1 .....	3
1. NUMUNYİ ÇÖKTÜRME VE DİNLENDİRME .....	3
1.1. Gravimetrik Analiz .....	3
1.2. Gravimetrik Analizin İşlem Basamakları .....	4
1.3. Numuneyi Çöktürme .....	5
1.3.1. Çökelme Olayı .....	6
1.3.2. Çökelekler ve Özellikleri .....	6
1.3.3. Çökelek İriliği ve Saflığı .....	7
1.3.4. Çöktürme Ortamları .....	8
1.3.5. Çöktürmede Meydana Gelebilecek Hatalar .....	8
1.3.6. Çökeleği Dinlendirme .....	9
UYGULAMA FAALİYETİ .....	11
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....	13
ÖĞRENME FAALİYETİ-2 .....	14
2. ÇÖKELEĞİ SÜZME VE YIKAMA .....	14
2.1. Çökeleği Süzme .....	14
2.2. Çökeleği Yıkama .....	17
2.2.1. Yıkama Suları .....	17
2.2.2. Yıkama Tekniği .....	17
2.2.3. Yıkamada Meydana Gelebilecek Hatalar .....	18
UYGULAMA FAALİYETİ .....	19
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....	21
ÖĞRENME FAALİYETİ-3 .....	23
3. ÇÖKELEĞİ KURUTMA .....	23
3.1. Kurutma ve Amacı .....	23
3.2. Kurutmada Kullanılan Araç Gereçler .....	25
3.2.1. Krozeler .....	25
3.2.2. Desikatörler .....	25
3.2.3. Etüvler .....	26
3.3. Sabit Tartıma Getirme .....	26
UYGULAMA FAALİYETİ .....	27
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....	29
ÖĞRENME FAALİYETİ-4 .....	30
4. ÇÖKELEĞİ YAKMA VE KÜL ETME .....	30
4.1. Yakma .....	30
4.2. Kül Etme .....	30
4.2.1. Kül Fırınları .....	31
4.2.2. Kül Etmede Dikkat Edilecek Hususlar .....	32
4.3. Gravimetrik Analiz Sonucunu Hesaplama .....	33
UYGULAMA FAALİYETİ .....	37
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME .....	40
MODÜL DEĞERLENDİRME .....	41
CEVAP ANAHTARLARI .....	44
KAYNAKÇA .....	46

# AÇIKLAMALAR

<b>ALAN</b>	<b>Laboratuvar Hizmetleri</b>
<b>DAL</b>	<b>Alan Ortak</b>
<b>MODÜLÜN ADI</b>	<b>Gravimetrik Analiz İşlemleri</b>
<b>MODÜLÜN SÜRESİ</b>	80/40
<b>MODÜLÜN AMACI</b>	Bireye/öğrenciye tekniğine uygun olarak gravimetrik analiz işlemlerini yapmaya yönelik bilgi ve becerileri kazandırmaktır.
<b>MODÜLÜN ÖĞRENİM KAZANIMLARI</b>	<ol style="list-style-type: none"><li>1. Tekniğine uygun olarak numuneyi çöktürerek dinlendirebileceksiniz.</li><li>2. Tekniğine uygun olarak çökeleği süzebilecek ve yıkayabileceksiniz.</li><li>3. Tekniğine uygun olarak çökeleği kurutarak sabit tartıma getirebileceksiniz</li><li>4. Tekniğine uygun olarak çökeleği kül ederek sabit tartıma getirebileceksiniz.</li></ol>
<b>EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMLARI VE DONANIMLARI</b>	<p><b>Donanım:</b> Demir örneği (demir III klorür, demir III sülfat vb.), beher, hassas terazi, spatül, bunzen beki, sacayağı, amyant tel, baget, pipet, puar, su banyosu, huni, saplı halka, spor, kıskaç, filtre kâğıdı, erlen, piset, nitrik asit (HNO<sub>3</sub>), 6 M amonyak (NH<sub>3</sub>) çözeltisi, % 1'lik amonyum nitrat (NH<sub>4</sub>NO<sub>3</sub>) çözeltisi, saf su, etüv, porselen kroze, kül fırını, desikatör, kroze maşası, kil üçgen, kâğıt, kalem</p> <p><b>Ortam:</b> Laboratuvar ortamı, kütüphane, internet, bireysel öğrenme ortamları vb.</p>
<b>ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME</b>	Modül içinde yer alan her öğrenme faaliyetinden sonra verilen ölçme araçları ile kendinizi değerlendireceksiniz. Öğretmen modülün sonunda ölçme aracı (çoktan seçmeli test, doğru-yanlış testi, boşluk doldurma, eşleştirme vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

# GİRİŞ

## **Sevgili Öğrenci,**

Bu modülde laboratuvar çalışmalarının temel işlemlerinden biri olan nicel analiz çeşitlerinden gravimetrik analizi ve uygulamalarını öğreneceksiniz. Bu bilgiler iş hayatınızda başarılı olmanıza yardımcı olacaktır.

Gravimetrik analiz, nispeten az alet istemesi ve öğrenilmesi kolay olması nedeni ile hem öğretim işlerinde hem de pratik uygulamada çok kullanılır. Gravimetrik analizlerin olumsuz yanı uzun zaman almasıdır.

Bu modül sizlere gravimetrik analiz işlemlerinden çöktürme, dinlendirme, süzme ve yıkama, çökeleği kurutma, yakma, kül etme, sabit tartıma getirme ve analiz sonucunu hesaplama konularında bilgi ve beceriler kazandırılmasında yardımcı olacaktır.



# ÖĞRENME FAALİYETİ-1

## ÖĞRENME KAZANIMI

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak numuneyi çöktürerek dinlendirebileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Gravimetrik analizin dayandığı temeller hakkında bilgi toplayınız.
- Çökeltme olayını araştırınız.

## 1. NUMUNEYİ ÇÖKTÜRME VE DİNLENDİRME

### 1.1. Gravimetrik Analiz

Aranan maddenin çözeltiden güç çözünen bir bileşik hâlinde çöktürülerek ayrılıp tartılması esasına dayanan analiz metoduna **gravimetrik analiz** denir.

Gravimetrik analizin temelini ağırlık ölçümü oluşturur. Gravimetrik analiz, nispeten az alet istemesi ve öğrenilmesi kolay olması nedeni ile hem öğretim işlerinde hem de pratik uygulamada çok kullanılır.

Gravimetrik analizde esas olan, aranan maddenin çözeltiden saf bir bileşik hâlinde çöktürülerek ayrıldıktan sonra tartılıp miktarının belirlenmesidir. Aranan maddenin ya kendisi veya uygun bir reaktif ile sulu ortamda çözünmeyen dayanıklı ve belli bileşimdeki bir bileşiği çözeltiden tamamen çöktürülerek ayrılır. Oluşturulacak çökeleğin çözünürlüğünün çok az olması gerekir. Bu çökelek aynı bileşimde veya daha başka fakat belirli ve sağlam bir bileşiği hâlinde sabit tartıma getirilerek tartılır. Sabit tartıma getirme bazen kurutma koşullarında bazen de yüksek sıcaklıklarda kızdırılarak yapılmaktadır. Tartım değerinden aranan madde miktarı hesaplanmaktadır.

Elde edilen çökelek çözelti ortamından çeşitli şekillerde alınabilir. Genellikle ya bir gooch krozesinden süzülür ya da huni üzerine yerleştirilmiş bir süzgeç kâğıdından süzülerek ayrılabilir. Gooch krozesi ile yapılan süzmede çökelti kroze ile birlikte sabit tartıma getirilerek tartılır, aranan madde miktarı hesaplanır. Gooch krozesi süzme işleminden önce sabit tartıma getirilerek tartılıp darası tespit edilmelidir.

Süzgeç kâğıdı kullanılarak ayrılan çökelti süzgeç kâğıdı ile birlikte sabit tartıma getirilmiş bir kroze içine konularak önce kurutulur. Daha sonra kül fırında yakılır. Süzgeç kâğıdı külsüz olduğu için tamamen yanarak uzaklaşır ve krozede çökelti kalır. Bu çökelti sabit tartıma getirilerek tartılır, aranan madde miktarı hesaplanır.



**Resim 1.1: Çökeleği süzme**

Gravimetrik metotlar daha ziyade anorganik anyon ve katyonların tayini için geliştirilmiştir. Bunların yanında su, kükürtdioksit, karbondioksit ve iyot gibi nötral türlerin tayininde de uygulanabilmektedir. Birçok organik madde de gravimetrik olarak kolayca tayin edilebilir. Örneğin süt ürünlerinde laktoz, ilaç preparatlarında salisilatlar, pestisitlerde nikotin, tahıllarda kolesterol ve badem ekstraktlarında benzaldehit bu organik maddelere örnek gösterilebilir. Dolayısıyla gravimetrik metotlar, bütün analitik işlemleri arasında en yaygın şekilde uygulanan metotlardır.

## 1.2. Gravimetrik Analizin İşlem Basamakları

Gravimetrik analize başlama ile bitirme arasında yapılması gereken işlemler gravimetrik analizin işlem basamakları olarak adlandırılır.

Gravimetrik analiz;

- Numuneyi analize hazırlama (çözme),
- Çöktürme,
- Süzme,
- Yıkama,
- Kurutma,
- Yakma,
- Kül etme,
- Tartım alma,
- Analiz sonucu hesaplama

işlemlerinden oluşur.

Analiz işlem basamaklarından herhangi birinde yapılacak bir hatanın bütün analizi etkileyeceği unutulmamalıdır.



Genel olarak numunenin analize hazırlanmasında numuneden gerekli miktar tartılıp alınır, bir beherde su veya uygun bir çözücü ile çözündürülüp numune çözeltisi hazırlanır. Burada dikkat edilecek husus, çözücü olarak kullanılan bileşiğin numunedeki analiz edilecek maddeye zarar vermemesi ve madde kaybına neden olmamasıdır.

Bütün analiz metotlarında olduğu gibi gravimetrik analizlerde de numunenin analize hazırlanması oldukça önemlidir. Fakat bu hazırlıklar her numune için farklılıklar içerebilmektedir. Numune analize hazırlandıktan sonra çöktürme işlemine geçilir.

### 1.3. Numuneyi Çöktürme

Çöktürme gravimetrik analizlere özgü işlemlerin ilkinini oluşturur. Numune çözeltisi hazırlandıktan sonra tayin edilecek madde uygun bir reaktif ile çöktürülür. Çöktürme için kullanılan reaktif sadece aranan madde ile çökelek oluşturmalı, başka iyonlarla tepkime vermemelidir. Eğer böyle bir ihtimal varsa tepkime veren iyon uygun bir yöntemle uzaklaştırılmalıdır.

Çöktürmede amaç çözünürlüğü olabildiği kadar az, saf ve iri taneli çökelek elde edilmesidir. Çöktürme işlemi, karıştırma ve ısıtma işlemlerindeki kolaylık nedeniyle bir beher içinde ve sıcakta yapılır. Çöktürmenin tam olabilmesi için öncelikle tayin edilecek maddenin uygun konsantrasyonda olması, çöktürücü reaktifin damla damla ilave edilmesi, kabın devamlı çalkalanması gerekir.

Çöktürmenin tam olup olmadığı mutlaka kontrol edilmelidir. Bunun için çöktürmenin tamamlandığı izlenimi edinildiğinde karışım bir süre kendi hâline bırakıldıktan sonra üstteki berrak kısma 1-2 damla çöktürücü reaktif damlatılıp bulanıklık olup olmadığı gözlemlenir. Bulanıklık oluşursa çökelme tamamlanmamış demektir ve çöktürmeye devam edilir.

Çökelme tamamlandıktan sonra elde edilen çökelek olgunlaştırılmak üzere bir süre dinlendirilir. Böylece çökelek ile çözelti arasında çözünürlük dengesi kurulur.



**Resim 1.2: Numuneyi çöktürme**

### 1.3.1. Çökelme Olayı

Bir çözeltiye uygun bir reaktif ilave edildiğinde çökelek oluşumu başlar. Çökelek oluşumu ilk olarak **çekirdekçik** adı verilen küçük parçacıklarla başlar. Çökeleğin büyümesi çekirdekçik etrafında üç boyutlu olacak şekilde devam eder. Büyümenin sonunda istenilen irilikte çökelek elde edilir.

Çöktürücü reaktif çözeltiye ilave edildiğinde çözeltilerdeki iyonların özelliklerine göre çökelme olayının başlaması farklı zamanlarda gerçekleşir. Çökeleğin oluşumu çözünürlük sabitine bağlı olarak belirli bir noktada başlar ve artarak devam eder. Örneğin basit iyonlar olan  $Ag^+$  ile  $Cl^-$  meydana getireceği  $AgCl$  çökeleği çok kısa sürede oluşurken  $Ba^{++}$  ile  $SO_4^{=}$  iyonlarından oluşan  $BaSO_4$  çökeleği biraz daha geç oluşur. Fakat bu genellikle dikkate alınmaz ve çökelmenin hemen başladığı kabul edilir.

Çökelekler çekirdekçikler etrafında büyür. Çünkü çökeleğin çekirdekçik yüzeyine yapışarak büyümesi yeni çekirdekçik oluşturmasından çok daha kolaydır. Çökelek yüzeyindeki çekim kuvvetleri çözeltideki katyon ve anyonlarla etkileşerek bir bağ oluşmasına neden olur. Bu da çökeleğin üç boyutlu olarak büyümesini sağlar. Çökelme olayı, çözünme-çökelme dengesi kuruluncaya kadar devam eder. Denge durumunda ise çöken taneciklerin sayısı ile çözeltiye geçen taneciklerin sayısı birbirine eşit olur.

### 1.3.2. Çökelekler ve Özellikleri

Çöktürme sonucu elde edilen çökeleğin aşağıdaki özelliklere sahip olması gerekir:

- Çökelek çok iri taneli olmamalıdır.
- Çökeleğin çözünürlüğü çok az olmalıdır.
- Çökelek kolayca süzülebilmesi ve yıkanabilmesidir.
- Çökelek belirli bir bileşimde sabit tartıma getirilebilmesidir.
- Çökelek tayini yapılacak maddeyi nicel olarak ihtiva etmelidir.
- Çökelek, analiz süresince hava şartlarından etkilenmemelidir. Çökelek aşırı nem çekici olmamalı, hava oksijeni ile tepkimeye girmemeli, uçucu olmamalı, ısı ve ışıktan etkilenmemelidir.

Bütün bu özellikleri yerine getiren çökeleklerin sayısı çok azdır. Çünkü çözünmez diye bilinen çökeleklerin büyük bir çoğunluğu bir miktar çözünür. Bunu önlemek amacıyla ortama bazen ayırıcın fazlası veya ortak iyon ilave edilir. Ancak bu durumda da adsorpsiyon, birlikte çökme, iyon şiddeti artması, hapsedme gibi çökeleği kirleten olaylar meydana gelir. Bütün bunlara rağmen ayırıcın fazlası konmalı, ancak ortamdaki konsantrasyonu çok düşük olmalıdır.

Çöken madde, çoğu zaman çok ince taneli veya jel hâlinde olur. Böyle çökeleklerin süzülmesi çok güçtür. Çökelekler bazen tartma işlemi esnasında havadan nem kapar ve hava oksijeniyle yükseltgenir.

### 1.3.3. Çökelek İriliği ve Saflığı

Çöktürme işlemi sonrasında çözelti ile çökelek arasında çözünme-çökme dengesi kurulur. Denge sonrasında elde edilen çökelek kristal ya da amorf (şekilsiz) hâldedir. Hangi hâlde olursa olsun çökeleğin saf ve iri taneli olması istenir. Çökeleğin iri taneli olabilmesi, çökeleği meydana getiren iyonların özelliklerine ve çöktürme şartlarına bağlıdır. Bu sebeple çöktürme şartları kontrol edilerek ve uygun ortam sağlanarak saf, iri taneli ve kolay süzülebilir çökelekler elde edilebilir.

İri ve saf bir çökelek elde edebilmenin birkaç yolu vardır. Bunlar:

- **Çöktürmeyi hızlı yapmamak:** Hızlı yapılan bir çöktürmede kısa süre içinde çok sayıda çekirdekçik oluşacağından denge kurulduğunda çökelekler yeterince irileşmemiş olacak ve koloidal taneciklerden meydana gelecektir. Kolloidler taneciklerden (çapı  $10^{-7}$ -  $10^{-4}$ cm arası) meydana geldiğinden gözle görülmesi mümkün değildir. Aynı zamanda süzgeç kâğıtlarından da geçer. Koloidal çökelekler gravimetrik amaçlar için kullanılamaz.
- **Seyreltik reaktif kullanmak:** Reaktifin seyreltik olması bölgesel aşırı doymuşluklar meydana getirmeyeceğinden hızlı çökme engellenir.
- **Çöktürmeyi sıcak ortamda yapmak:** Çökeleklerin çoğunluğunun çözünürlüğü sıcaklıkla arttığından sıcakta çöktürme, aşırı doymuşluklar meydana gelmesini engeller.
- **Çöktürmeyi asitli ortamda yapmak:** Asitli ortamda birçok çökeleğin çözünürlüğü artar. Asitli ortamda çöktürme ile yine aşırı doymuşluklar meydana gelmesini engellenir. Örneğin gravimetrik klorür tayini asitli ortamda yapılır. Ortam nötr ya da bazik olursa ortamda bulunabilecek olan fosfat ya da karbonat gibi iyonlar gümüş ile çökelek verirler.

Normal olarak çözeltide kalması istenen iyonların çökeltiye geçmesi safsızlıklara, ürün kütlesinin yanlış tartılmasına dolayısıyla analizde hataya neden olur.

Çökelek kirliliğine sebep olabilecek durumlar şunlardır:

- **Yüzey adsorpsiyonu:** Normal koşullarda çözünen bileşiğin çöken taneciklerin yüzeyinde tutunmasıdır. Daha çok koloidal çökeleklerde görülür. Yıkama, yeniden çöktürme gibi işlemlerle azaltılabilir.
- **Hapsetme ve mekanik sürüklenme:** Kristaller arasındaki boşluklarda bir bileşiğin kalmasıdır. Yavaş çöktürme ve aşırı doymuşluk kontrol edilerek azaltılır.

- **Karışık kristal oluşumu:** Kristalin yapısında bulunan bir iyonun yerine ortamda bulunan başka bir iyonun yer değiştirerek çökmesidir. Şeklinde sıralanabilir.

### 1.3.4. Çöktürme Ortamları

Gravimetrik amaçla kullanılabilir iyi bir çökelek elde edebilmek için çöktürme ortamının iyi ayarlanmış olması gerekir. Çöktürmeler numunenin ve reaktifin özelliklerine göre farklı ortamlarda yapılabilir.

- **Asitli ortamda çöktürme:** Asitli ortam yukarıda da bahsedildiği şekilde genellikle çökeleklerin çözünürlüğünü artırır. Asitli ortamda yapılan bir çöktürme işleminde çözeltideki aşırı doygunluk engelleneceğinden hızlı çökmenin önüne geçilmiş olur.
- **Bazik ortamda çöktürme:** Çok sık rastlanmamakla birlikte bazı çöktürmeler bazik ortamda yapılır. Örneğin gravimetrik magnezyum tayininde çöktürme di amonyum hidrojen fosfat ile bazik ortamda yapılır.
- **Sıcak ortamda çöktürme:** Sıcaklığın artması çözünürlüğü artırır. Yüksek sıcaklıkta gerçekleştirilen çöktürme işleminde başlangıçta çökme çok yavaştır. Oluşan çekirdekçik sayısı oldukça azdır. Çözelti soğudukça çökme oluşan çekirdek etrafında devam edeceğinden iri taneli çökelekler elde edilir.

Gravimetrik analizde kullanılan çöktürücülere bazı örnekler aşağıda verilmiştir. Çökeleklerin yakılması sonrası bileşimleri karşılıklarına yazılmıştır.

ÇÖKTÜRÜCÜ	ÇÖKENLER	YAKMA SONRASI BİLEŞİM
NH <sub>3</sub>	Fe(OH) <sub>3</sub> , Al(OH) <sub>3</sub> , Sn(OH) <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , SnO <sub>2</sub>
H <sub>2</sub> S	CuS, ZnS, As <sub>2</sub> S <sub>3</sub>	CuO, ZnO, As <sub>2</sub> O <sub>3</sub>
(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub>	MgNH <sub>4</sub> PO <sub>4</sub> , Mn <sub>3</sub> (PO <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> , Zn <sub>3</sub> PO <sub>4</sub>	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> , Mn <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub> , Zn <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	PbSO <sub>4</sub> , BaSO <sub>4</sub> , CdSO <sub>4</sub>	PbSO <sub>4</sub> , BaSO <sub>4</sub> , CdSO <sub>4</sub>
H <sub>2</sub> C <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub> , SrC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	CaO, SrO
HCl	AgCl, Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	AgCl, Hg <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>
AgNO <sub>3</sub>	AgCl, AgBr, AgI	AgCl, AgBr, AgI
BaCl <sub>2</sub>	BaSO <sub>4</sub>	BaSO <sub>4</sub>

Tablo 1.1: Bazı çöktürücüler ve oluşturduğu çökelekler

### 1.3.5. Çöktürmede Meydana Gelebilecek Hatalar

Numuneyi çöktürürken ne kadar dikkat edilirse edilsin bazı hataların önüne geçmek engellenemez. Hataya yol açan birçok sebep sayılabilir.

Bunlardan bazıları şunlardır:

- Uygun bir çöktürücü reaktif seçilmemiştir.
- Aranan madde tam olarak çöktürülemedi.
- Çökeltme tamamlandıktan sonra çözünürlüğü yakın olan başka bileşikler çökmüştür.
- Çöktürücü reaktif numune üzerine hızlı ilave edilmiştir.
- Çöktürme için uygun ortam sağlanmamıştır.
- Çöktürme esnasında karıştırma yapılmamıştır.

### 1.3.6. Çökeleği Dinlendirme

Kristal yapıdaki çökeltiler genellikle hemen süzülmez. Kendi hâlinde veya su banyosunda kaynama sıcaklığının altında bir sıcaklıkta 3-4 saat veya bir gece bekletilir. Bu işleme dinlendirme veya olgunlaştırma denir.

Dinlendirme işlemi kaynama noktasına yakın bir sıcaklıkta fakat mutlaka kaynatmadan yapılmalıdır. Dinlendirme süresi analizin niteliğine göre değişir. Dinlendirme esnasında beherin ağzı saat camı ile kapatılır.

Süzme işleminin kolay bir şekilde yapılabilmesi, oluşan taneciklerinin homojen tane büyüklüğünde iri kristallerden oluşmasına bağlıdır. Çökeltme esnasında iri ve ince kristaller beraber oluşur. Çökelek bu hâliyle süzülürse ince kristallerin bir kısmı süzme ortamından geçebilir, bir kısmı da gözenekleri tıkayabilir. Küçük taneciklerin çözünürlüğü, iri taneciklerin çözünürlüğünden daha fazla olduğu için çökeltme ortamı ısıtılıp karıştırıldığında küçük tanecikler çözünür ve soğuma esnasında iri kristaller üzerinde toplanır. Böylece küçük tanecikler büyük tanecikler hâline dönüşür. Bu tanecikler hem saf hem de iri taneli olduklarından daha kolay süzülebilirler.



Resim 1.3: İki farklı tipte su banyosu

Çökeleği dinlendirme farklı şekillerde olabilir. Bunlardan bazıları aşağıda verilmiştir:

- **Su banyosunda dinlendirme:** Bazı dinlendirmeler sıcakta yapılır. 50-60 °C sabit sıcaklıkta yapılacak olan dinlendirmeler için genellikle su banyosu tercih edilir. Belirlenen süre ve sıcaklıkta gerçekleştirilir.



- 
- **Kum banyosunda dinlendirme:** Su banyosuna göre daha yüksek sıcaklık veya çözeltisi parlama tehlikesi olabilen çökeleklerin dinlendirilmesi için kullanılır. Belirlenen süre ve sıcaklıkta yapılır.
  - **Kendi hâline bırakma:** Dinlendirmeler genellikle çökeleğin kendi hâline bırakılması ile yapılır. Başlangıçta çözelti kaynama sıcaklığına yakın bir sıcaklığa kadar ısıtılır. Çözeltinin kaynamamasına dikkat edilir. Sıcakta fazla olan çözünürlükten dolayı az olan çökeltme, çözelti soğudukça yavaş yavaş devam edeceğinden iri taneli ve temiz bir çökelek elde edilir.

## UYGULAMA FAALİYETİ

Aşağıdaki işlem basamakları ve önerileri dikkate alarak gravimetrik demir tayininde numuneyi çöktürerek dinlendiriniz.

**Uygulamada kullanılan araç gereç ve kimyasallar:** Demir örneği (demir III klorür, demir III sülfat vb.), beher, hassas terazi, spatül, bunzen beki, sacayağı, amyant tel, baget, pipet, puar, su banyosu, nitrik asit ( $\text{HNO}_3$ ), 6 M amonyak ( $\text{NH}_3$ ) çözeltisi

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.</li><li>➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ 400 ml'lik behere 0,5 g demir tuzu tartınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Demir tuzu olarak demir III klorür veya demir III sülfat kullanınız.</li><li>➤ Tartım kurallarına uyunuz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Üzerine saf su ekleyerek yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getiriniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Demirin tamamının çözünmesine dikkat ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Üzerine 1-2 ml derişik nitrik asit ilave ediniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Asit ilavelerinde dikkatli olunuz.</li><li>➤ Sıçratmayınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Numune çözeltisini bunzen bekinde kaynama sıcaklığına kadar ısıtınız.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Beherin altına amyant tel koymayı unutmayınız.</li><li>➤ Isıtmayı kısık alevde yapınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Üzerine damla damla 6 M amonyak çözeltisi ilave ediniz.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çöktürmede dikkat edilmesi gereken konuları hatırlayınız.</li><li>➤ Damlalık veya uygun bir pipet kullanınız.</li><li>➤ Kırmızı kahverengi çökelek oluşunca <math>\text{NH}_3</math> çözeltisini daha yavaş ilave ediniz.</li></ul>

<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Demirin tamamı çökünce (çözelti amonyak kokmaya başlayınca) amonyak ilave etmeyi durdurunuz.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Koklarken beheri elinizle yelleyerek koklayınız, burnunuza dayamayınız.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Amonyak çözeltisi ilave etmeyi kestikten sonra bir süre bekleyiniz.</li> </ul> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Berrak kısmın oluşması için yeterli süre bekleyiniz.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Çökelek üzerine 1-2 damla daha amonyak damlatarak berrak kısımda bulanıklılık olup olmadığını gözlemleyiniz.</li> </ul> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Damlalık veya uygun bir pipet kullanınız.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Bulanıklılık oluşursa çöktürme işlemine devam ediniz, bulanıklık oluşmıyorsa çöktürme işlemi sonlandırınız.</li> </ul> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Bulanıklılık olup olmadığını dikkatlice gözlemleyiniz.</li> </ul>
<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Çökeleği su banyosunda yarım saat dinlendiriniz.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Dinlendirirken su banyosu sıcaklığını kontrol ediniz.</li> </ul>



## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerleri uygun kelimelerle doldurunuz.

1. Gravimetrik analizin temelini ..... ölçümü oluşturur.
2. Miktarı belirlenecek maddenin, numunedeki diğer maddelerden ayrılıp tartılması suretiyle miktarının bulunması esasına dayanan analiz metoduna ..... denir.
3. Gravimetrik analizde esas olan, aranan maddenin çözültiden saf bir bileşik hâlinde ..... ayrıldıktan sonra tartılarak miktarının belirlenmesidir.
4. Çöktürme işlemi, karıştırma ve ısıtma işlemlerindeki kolaylık nedeniyle bir ..... içinde ve sıcakta yapılır.
5. Çökeleğin ..... çok az olmalıdır.
6. Çökelek kolayca .....ve .....
7. Çökelek, analiz süresince ..... şartlarından etkilenmemelidir.

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki öğrenme faaliyetine geçiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-2

## ÖĞRENME KAZANIMI

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak çökeleği süzebilecek ve yıkayabileceksiniz.

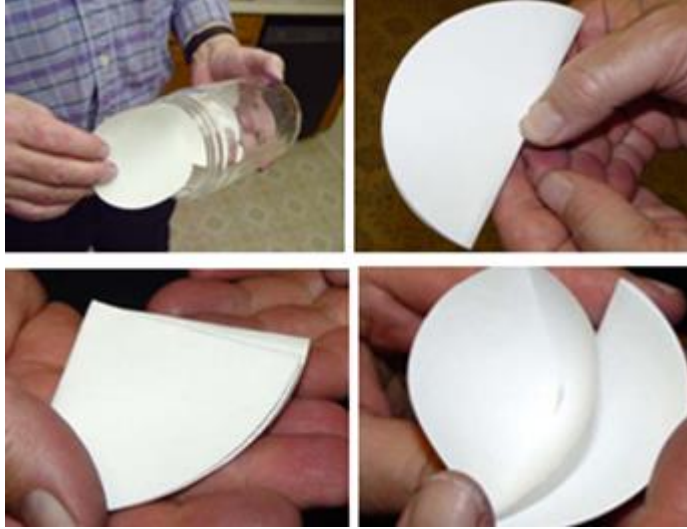
## ARAŞTIRMA

- Süzme araçları ile ilgili araştırma yapınız.
- Çökeleği yıkama sebeplerini araştırınız.
- Yıkama suları hakkında bilgi toplayınız.

## 2. ÇÖKELEĞİ SÜZME VE YIKAMA

### 2.1. Çökeleği Süzme

Beher içinde çöktürülüp olgunlaştırılan çökelek, süzme işlemi ile çözelti fazından ayrılır. Süzme ya filtre kâğıtları ile ya da süzme krozeleri ile yapılır.



**Resim 2.1: Süzgeç kâğıdının dörde katlanarak koni biçimine getirilmesi**

Çökeleğin yapısına ve süzmeden sonra uygulanacak işlemlere bağlı olarak farklı süzme araçları kullanılır. Örneğin indirgenme özelliği olan çökelekler için filtre kâğıtları kullanılmaz. Çünkü yakma ve kül etme aşamalarında çökeleği indirgeyerek çökelek yapısının bozulmasına sebep olur. Bu nedenle indirgenme özelliği olan çökelekler için süzme krozeleri kullanılmalıdır. Kızdırma işlemi sırasında kolay indirgenmeyen ve yüksek sıcaklıkta kızdırılması gereken çökeltilerin süzülmesinde ise filtre kâğıtları kullanılır. Filtre kâğıdı kullanılacaksa çökelek iriliği göz önünde bulundurulur.

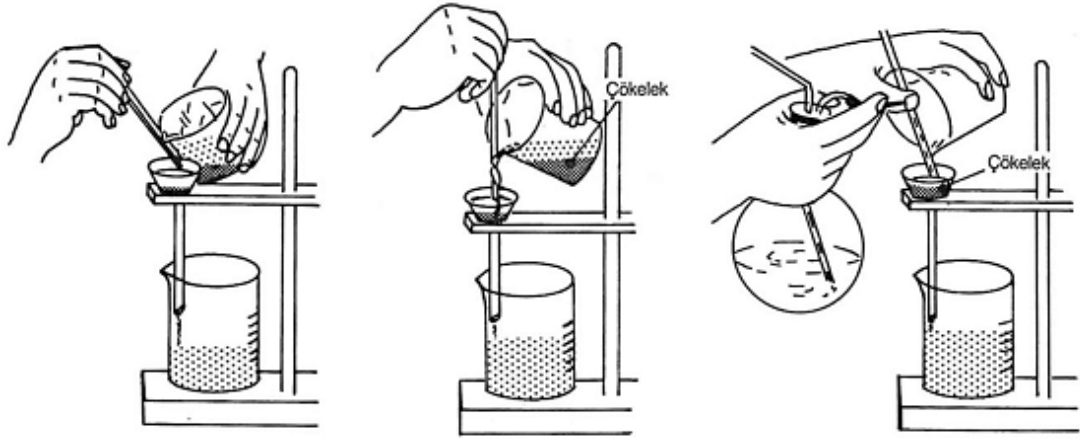
Süzme işlemlerinin çoğu normal süzme ile gerçekleştirilir. Bunun için Şekil 3.1'de görülen basit bir süzme düzeneği oluşturulur. Düzenekte huni boynunun beher çeperine içten değecek şekilde yakın konumlanması sağlanmalıdır. Süzme hızının yüksek olmasını sağlamak için uzun boyunlu bir huni kullanılır. Ayrıca filtre kâğıdının huniye uygun bir biçimde yerleştirilmesi de süzme hızının yüksek olmasını çok etkiler. Süzme işleminde önce filtre kâğıdı Resim 3.1'de gösterilen biçimde dörde katlanarak kullanılmaya hazır hâle getirilir. Daha sonra dörde katlanan filtre kâğıdının bir katı bir tarafta, üç katı bir tarafta olacak şekilde huniye yerleştirilir. Huni ile filtre kâğıdının arasında hava boşluğu kalmaması için pisetle su püskürtülerek filtre kâğıdı ıslatılır. Ardından parmak uçları ile hafifçe bastırılarak kâğıdın huniye yapışması sağlanır.



**Şekil 2.1: Basit süzme düzeneği**

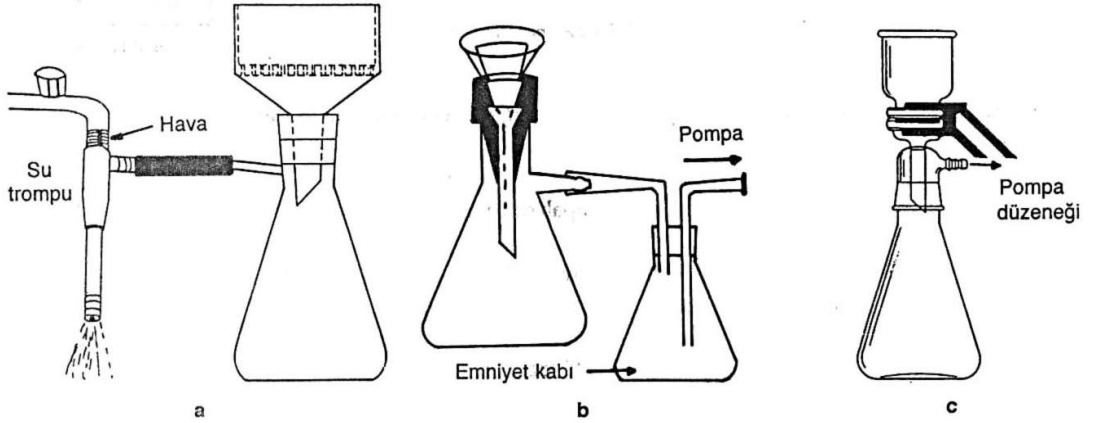
Süzülecek karışımın durulmuş olması gereklidir. Bulanık bir karışımında süzgeç gözenekleri hemen tıkanacağı için süzme hızı çok düşük olur. Süzülecek karışımın bulandırılmamasına özen göstererek berrak kısım huniye aktarılarak süzme başlatılır. Sıçramayla meydana gelen madde kaybını önlemek için süzülen sıvı, içinde bulunduğu beherden huninin ortasına tutulan ancak huniyle temas etmeyen cam baget üzerine dökülerek aktarılır. Filtre kâğıdı sıvı ile tamamen doldurulmamalıdır. Kâğıdın üst sınırından 5 mm kadar aşağıda kalmalıdır. Süzmenin sürekliliği için huni boynunun sürekli sıvı ile dolu olmasına dikkat edilir.

Berrak kısmın süzme işlemi tamamlandıktan sonra beherdeki çökelek ucu lastikli baget yardımıyla huniye aktarılır. Beherde kalan çökelek kalıntılarının üzerine de piset yardımıyla yıkama çözeltisi püskürtülerek tamamının huniye aktarılması sağlanır. Çökeleğin süzgeç kâğıdına aktarılması esnasında beher sol avuç içinde ve baget sol el işaret parmağı ile bastırılır, sağ elle piset kullanılır.



**Şekil 2.2: Süzme işlemi ve çökeleğin süzgeç kâğıdına aktarılması**

Süzme işlemi hızlandırmak üzere veya zor süzülen sıvıların süzülmesinde vakumlu süzme uygulanır. Peltamsi çökelekler filtre kâğıdından emmesiz, doğrudan süzülmelidir. Küçük taneli çökeleklerin emme ile süzülmesi doğru değildir. Bir kısmı koloidal parçacıklar hâlinde süzgeçten geçebilir.



**Şekil 2.3: Vakumlu süzme düzenekleri**

- Su trompu yardımı ile Büchner hunisi süzme düzenneği
- Vakum pompası yardımı ile Hirsch hunisi süzme düzenneği
- Vakum pompası yardımı ile sinterize cam dipli kroze süzme düzenneği

## 2.2. Çökeleği Yıkama

Çökeltinin yüzeyinde adsorplanan yabancı iyonları ve ana çözeltiyi uzaklaştırmak amacıyla yapılır. Çökelek yüzeyine tutunmuş veya içinde hapsolmuş kirlilik oluşturan maddelerin uzaklaştırılması için çökeleğin uygun bir çözücüyle iyice yıkanması gerekir. İyi bir yıkama ile çökelek kirliliğinden kaynaklanabilecek analiz hataları engellenmiş olur.

### 2.2.1. Yıkama Suları

Yıkamadan kaynaklanabilecek analiz hatalarını en aza indirebilmek için uygun bir yıkama suyunun seçilmesi gerekir. Yıkama yapmak için kullanılacak çözücü çökelek için kötü bir çözücü fakat safsızlıklar için çok iyi bir çözücü olmalıdır.

Yıkama suyu olarak saf su ya da bir elektrolitik çözeltiler kullanılabilir.

- **Saf su:** Saf su en çok kullanılan yıkama suyudur. Saf su ile yıkamada çökeltinin yapısına bağlı olarak aşırı çözünme, koloidal hâle geçme (peptitleşme), hidroliz gibi nedenlerle madde kaybı meydana gelmemelidir. Örneğin alüminyum hidroksit çökeleği peptitleşme özelliğine sahip olduğundan sıcak saf suyla yıkanmaz. Onun yerine % 2'lik amonyum klorür veya amonyum nitrat çözeltisi kullanılır.
- **Elektrolitik yıkama çözeltileri:** Saf suyun yıkama suyu olarak kullanılmadığı durumlarda çözeltilerinde tamamen iyonlarına ayrışabilen uçucu bileşiklerin seyreltik çözeltileri kullanılır. Bu amaçla amonyum tuzları, nitrik asit, hidroklorik asit veya bir başka uçucu bileşik kullanılabilir.

### 2.2.2. Yıkama Tekniği

Yıkama, jet hâlinde püskürtmeyle ve azar azar hacimlerle birkaç kez yapılmalıdır. Yıkama sayısı arttıkça safsızlıkların giderilme olasılığı artar. Yıkama iki şekilde yapılabilir:

- Süzgeçte yıkamada, çökelti üzerine belirli miktarda yıkama suyu veya saf su ilave edilir. Bunun tamamı süzüldükten sonra bir miktar daha ilave edilir. Yıkama suyunu küçük kısımlar hâlinde kullanmak, birkaç büyük kısım hâlinde kullanmaktan daha etkilidir.
- Diğer bir yıkama şekli de çökeltiyi bir behere alarak üzerine belirli miktarda yıkama suyu ilave etmektir. Karıştırıldıktan sonra çökeltinin beherin dibine çökmesi beklenir ve tekrar süzme işlemi yapılır. Bu yıkama şekline durultma yöntemi denir ve çökeltide bulunan yabancı maddeler sıvı içinde çözüneceğinden bu yöntem daha etkilidir. Bu işlem iki üç kez tekrarlanır.

Çabuk çöken çökelekler durultma yöntemi ile yıkanabilir, çabuk çökmeyen çökelekleri ise süzgeç üzerinde yıkamak gerekir. Her iki yıkama şeklinde de yıkama işlemine çökeltiden arıtılmak istenen yabancı maddelere süzüntüde rastlanmayıncaya kadar devam

edilir. Eđer çökeleđin çözünlüđü azsa yabancı maddelerin çözünlüđünü artırmak ve viskoziteyi azaltmak için sıcak yıkama suyu ile yıkama tercih edilir.

Çökeleđin yıkanmasında kullanılan yıkama suyunun temiz ve çökeleđi çözmeyen cinsten olmasına özen gösterilmelidir.

### **2.2.3. Yıkamada Meydana Gelebilecek Hatalar**

Gravimetrik analizin her basamađında olduđu gibi yıkama işleminde de dikkat edilmezse analiz hataları yapılabilir.

Yapılması muhtemel bazı hatalar:



- Uygun bir yıkama suyu seçilmemiş olabilir.
- Geređinden fazla yıkama suyu kullanılmış olabilir.
- Geređinden fazla sayıda yıkama yapılmış olabilir.
- Yıkama suyu uygun derişimde hazırlanmamış olabilir.
- Süzgeç kâğıtlı yıkamada süzgeç kâğıdı seviyesi aşılmış olabilir.
- Süzgeç kâğıdı yırtılmış olabilir.



Ayrıca gerek süzme ve gerekse yıkama işleminde huni dışına katı partiküllerin ve çözeltilerin sıçramamasına dikkat edilmelidir. Aksi takdirde bir miktar partikül kaybedildiğinde yapılan tayin hatalı olur.

## UYGULAMA FAALİYETİ

Aşağıdaki işlem basamakları ve önerileri dikkate alarak gravimetrik demir tayininde dinlendirilmiş çökeleği süzerek yıkayınız.

**Araç gereç ve kimyasallar:** Dinlendirilmiş demir çökeleği, huni, saplı halka, spor, kıskaç, filtre kâğıdı, baget, erlen, % 1'lik amonyum nitrat ( $\text{NH}_4\text{NO}_3$ ) çözeltisi, piset

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.</li><li>➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Basit süzme düzeneğini kurunuz.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Düzeneği sağlam bir zemine oturtunuz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çökeleği su banyosundan alarak berrak kısmı süzünüz.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Süzgeç kâğıdını 2/3'ünden fazla çözelti ile doldurmayınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çökelek üzerine 20-25 ml yıkama suyu ilave ederek birkaç dakika bekleyiniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Yıkama suyu olarak sıcak su veya % 1'lik <math>\text{NH}_4\text{NO}_3</math> çözeltisi kullanınız.</li><li>➤ Fazla yıkama suyu eklemekten kaçınınız.</li></ul>

<p>➤ Önce berrak kısmı daha sonra çökeleği huniye aktararak süzünüz.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Önce sıvı kısmı aktarmayı unutmayınız.</li> <li>➤ Çökeleği süzgeç kâğıdına aktarırken baget kullanınız.</li> <li>➤ Çöktürme beherinde kalan çökelekleri bir piset yardımıyla yıkayarak alınız.</li> </ul>
<p>➤ Süzgeç kâğıdındaki çökelek üzerine %1'lik amonyum nitrat çözeltisi ilave ederek yıkayınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Baget kullanınız.</li> <li>➤ Yıkamayı kurallarına göre yapınız.</li> </ul>
<p>➤ Yıkama işlemini 4 – 5 kez (yıkama suyu klorür tepkimesi vermeyinceye kadar) tekrarlayınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> <li>➤ Her yıkamada 2-3 ml yıkama suyu kullanınız.</li> <li>➤ Yıkamaya, yıkama suyu klorür tepkimesi vermeyinceye kadar devam ediniz.</li> <li>➤ Kontrolü son yıkama suyunda yapmayı unutmayınız.</li> </ul>



## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerleri uygun kelimelerle doldurunuz.

1. Kızdırma işlemi sırasında kolay indirgenmeyen ve yüksek sıcaklıkta kızdırılması gereken çökeltilerin süzülmesinde ..... kullanılır.
2. Süzme yapılırken huni ile süzgeç kâğıdının arasında ..... kalmaması için pisetle su püskürtülerek süzgeç kâğıdı ıslatılır.
3. Süzülecek karışımın durulmuş olması gereklidir. Bulanık bir karışımda süzgeç gözenekleri hemen tıkanacağı için ..... çok düşük olur.
4. .... çökelekler filtre kâğıdından emmesiz, doğrudan süzülmelidir.
5. Çökeltinin yüzeyinde adsorplanan yabancı iyonları ve ana çözeltiyi uzaklaştırmak amacıyla yapılan işleme .....denir.
6. Yıkama suyu ..... için kötü bir çözücü fakat safsızlıklar için çok iyi bir çözücü olmalıdır.
7. Saf su ile yıkamada aşırı ..... kolloidal hâle geçme (peptitleşme), hidroliz gibi nedenlerle madde kaybı meydana gelmemelidir.

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise “Modül Değerlendirme”ye geçiniz.

## UYGULAMALI TEST

Gravimetrik magnezyum tayini için çöktürme, süzme ve yıkama işlemleri yapınız. Kazandığınız becerileri aşağıdaki tablo doğrultusunda ölçünüz.

Değerlendirme Ölçütleri	Evet	Hayır
1. Numuneyi hazırladınız mı?		
2. 400 ml'lik bir behere 0,5 g civarında magnezyum örneğinden tartım aldınız mı?		
3. Yaklaşık 100 ml'lik çözelti hâline getirdiniz mi?		
4. 1 – 2 ml derişik hidroklorik asit ( HCl) ilave ettiniz mi?		
5. 3 gr NH <sub>4</sub> Cl ilave ettiniz mi?		
6. 10 ml % 10 luk (NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> HPO <sub>4</sub> ilave ettiniz mi?		
7. Herhangi bir çökelek oluşmadı mı?		
8. Kaynama sıcaklığına kadar bunzen bekinde ısıttınız mı?		
9. Birkaç damla feneol ftalein indikatörü ilave ettiniz mi?		
10. Kaynama sıcaklığındaki numune çözeltisine 6 M NH <sub>3</sub> çözeltisinden damla damla ilave ettiniz mi?		
11. Sürekli karıştırdınız mı?		
12. Renk pembe olunca NH <sub>3</sub> çözeltisi ilave etmeye son verdiniz mi?		
13. Sıcak ortamda 15 dakika dinlendirdiniz mi?		
14. Kendi hâlinde soğuyuncaya kadar dinlendirdiniz mi?		
15. Süzme düzeneğini kurdunuz mu?		
16. Mavi bant süzgeç kâğıdını katladınız mı?		
17. Kantitatif huniye yerleştirdiniz mi?		
18. Önce üstteki berrak kısmı baget yardımıyla süzgeç kâğıdına aktardınız mı?		
19. % 3'lük amonyaklı su ile yıkadınız mı?		

## DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetlerini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise bir sonraki modüle geçmek için öğretmeninize başvurunuz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-3

## ÖĞRENME KAZANIMI

Gerekli ortam sağlandığında tekniğine uygun olarak çökeleği kurutarak sabit tartıma getirebileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Çökeleği kurutma amacını araştırınız.
- Kroze çeşitlerini araştırınız.
- Desikatör ve kullanım amaçları hakkında bilgi toplayınız.
- Etüvler ile ilgili araştırmalar yapınız.

## 3. ÇÖKELEĞİ KURUTMA

### 3.1. Kurutma ve Amacı

Süzülüp yıkanan çökelek, ıslak olduğundan hemen tartılamaz. Tartılabilmesi için kurutulmalıdır.

Çökelekte su, birçok şekillerde bulunur. Örneğin; ıslaklık olarak bilinen serbest su hâlinde; çökelek yüzeyine tutunmuş su hâlinde; çökelek aralarına hapsedilmiş su hâlinde veya kimyasal yapının içinde olan kristal suyu hâlinde bulunabilir.

Bunlardan ilki yani nem şeklinde bulunan su, 100 °C dolayında ısıtma ile veya bu sıcaklığın çökeleğe zarar vermesi hâlinde aseton, alkol veya eter gibi uçucu bir organik bileşik ile yıkanması ile giderilebilir. Bu işleme, yani serbest hâlde bulunan ve nem adı verilen suyun giderilmesi işlemine **kurutma** denir.

Kurutma işleminde, çökelekte nem olarak bulunan su uzaklaştırılır. Çökelekte kristal suyu veya bileşik formülü içerisindeki su şeklinde bulunan sular, kurutma işlemi ile uzaklaştırılmaz. Bu sular, istenirse kül etme aşamasında uzaklaştırılır. Örneğin, kalsiyum tayininde çökelek  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 'dur. Çökelek,  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  olarak tartılmak istenirse sadece kurutulur.  $\text{CaC}_2\text{O}_4$  şeklinde yani kristal suyu uçurulduktan sonra tartılmak istenirse 370 °C'de kül edilmesi gerekir.

Gravimetrik analizde süzme işlemi süzgeç kâğıdı kullanılarak yapılıyorsa süzgeç kâğıdı içindeki çökeleğin, yakılmadan (kül etme) önce kurutulması gerekir. Yüksek sıcaklıktaki yakma işlemine hemen geçilecek olursa yakma sırasında süzgeç kâğıdı parçalanır ve etrafa çökelek sıçrayabilir.

Yıkama işlemi tamamlandıktan sonra huni içindeki nemli filtre kâğıdı, çözelti deđmemiş olan üst noktasından tırnak ucu ile yukarıya çekilir. Huni dışına çıkarılan süzgeç kâğıdının dışından tutularak ağız kısmı dıştan içe katlanır ve kapatılır. Bunu takiben, sabit tartıma getirilmiş bir porselen krozeye yerleştirilir. Kroze muhteviyatının kurutulması bek üzerinde yapılacaksa saç ayağındaki kil üçgene kroze eğik olarak yerleştirilir. Tam altına gelecek şekilde bek yerleştirilir ve çok düşük bir alevde yakılır. Kroze içindeki süzgeç kâğıdı ve çökelek, yakılmadan düşük alevde kurutulur. Bu esnada krozeden, hızlı buharlaşmadan dolayı çatırtı gelmemelidir.

Kurutma işlemi bir etüvde yapılırsa daha emniyetli olur. Kroze önce 60 °C'nin altında bir süre etüvde tutulur. Takiben, etüv sıcaklığı kademeli olarak artırılarak 100 °C'ye kadar yükseltilir.



**Resim 1.1: Etüv**

Cam kroze içindeki bir çökeleğin kurutulması ve sabit tartıma getirilmesi de mutlaka etüv içinde yapılır. Henüz nemli olan cam kroze ve muhteviyatı, tamamen soğuk etüve konur ve etüvün sıcaklık ayar düğmesi, çökeleğin sabit tartıma geleceđi sıcaklık derecesine ayarlanır. Etüv 100 °C'nin üzerinde bir sıcaklık derecesindeyse etüv kapađı açılarak sıcaklık derecesinin 50 °C'nin altına düşmesi sağlanır ve kroze konularak etüv tekrar çalıştırılır. Bu şartlarda, etüvde kroze bir süre bekletildikten sonra etüv, çökeleğin sabit tartıma geleceđi sıcaklık derecesine ayarlanır. Bu sıcaklıkta, belirtilen sürede bekletilerek çökelek sabit tartıma getirilir.

Kurutma işlemi, yakma öncesinde filtre kâğıdının kurutulması amacıyla yapılmışsa kurutma tamamlandıktan sonra kroze etüvden alınır ve bir sonraki işlem basamađına yani yakmaya geçilir. Fakat kurutma, nemi uzaklaştırıp sabit tartıma getirmek ve madde miktarını tespit etmek amacıyla yapılmışsa kurutma tamamlandıktan sonra kroze, bir maşa yardımıyla tutularak desikatöre alınır. Burada oda sıcaklığına kadar soğuması beklendikten sonra tartılır ve gerekli hesaplamalar yapılır.

Kurutma işleminden sonra tartım yapılıncaya kadar kroze elle deđil mutlaka maşa yardımıyla tutulmalıdır.

## 3.2. Kurutmada Kullanılan Araç Gereçler

Kurutarak sabit tartıma getirmede kullanılan başlıca araç gereçler; krozeler, maşa, etüv ve desikatörlerdir.

### 3.2.1. Krozeler

Krozeler, elde edilen çökeleği kurutmak, kızdırmak veya süzgeç kâğıdını yakmak için kullanılan porselen veya soy metallerden yapılmış deney malzemeleridir.

- Porselen krozeler: Porselenden yapılmış olup yüksek sıcaklığa dayanıklı krozelerdir. Değişik çap ve büyüklükte olanları da kapaklı olanları da vardır. 1400 – 1500 °C sıcaklığa kadar dayanıklıdır.
- Nikel krozeler: Nikel elementinden yapılmış, yüksek sıcaklığa dayanıklı krozelerdir. Değişik çap ve büyüklükte olanları da kapaklı olanları da vardır.
- Platin krozeler: Platin elementinden yapılmış, yüksek sıcaklığa dayanıklı krozelerdir. Değişik çap ve büyüklükte olanları da kapaklı olanları da vardır.



Resim 1.2: Muhtelif büyüklükte porselen krozeler

### 3.2.2. Desikatörler

Desikatörler, alt kısmına nem alıcı bir maddenin konulduğu, ortada delikli porselen tabladan ve üstte kapaktan oluşan cam kaplardır. Kurutulan veya kül edilen maddelerin soğutulması sırasında tekrar nem almaması amacıyla kullanılır. Kapak gövdeye rodajlı, düzgün bir yüzeyle temas eder. Hava geçişini önlemek için kapak kenarları vazelinlenir.



Resim 1.3: Desikatörler

Bazı desikatörlerin kapağında ise havayı boşaltmaya yarayan musluklu bir cam boru vardır; bu tip desikatörlere “vakumlu desikatör” denir.

Kapağın açılıp kapanması sırasında içeriye dolan havanın kurutulmasını ve çökeleğin nem kapmasını engellemek amacıyla desikatörün taban kısmına nem alıcı konur. Nem alıcı olarak genellikle kalsiyum klorür ( $\text{CaCl}_2$ ), silikajel ve sodyum hidroksit kullanılır.

### 3.2.3. Etüvler

Etüvler, nem tayini, kimyasal maddelerin kurutulması, laboratuvar malzemelerinin kurutulması, numunelerin sabit ağırlığa getirilmesi, kuru havalı sterilizasyon gibi birçok ısıtma ve kurutma işlemlerinde kullanılan laboratuvar cihazlarıdır. Kurutma dolapları veya kuru hava sterilizatörleri olarak da adlandırılır.

Etüvler, değişik şekil ve büyüklüklerde dir. Çoğunlukla iki veya daha fazla sayıda raf bulunur. Raflar, hava sirkülasyonunun engellenmemesi amacıyla deliklidir, ayarlanabilir veya sabittir. Analog veya dijital göstergeli farklı çeşitleri vardır. Günümüzde çoğunlukla dijital göstergeli, zaman ve sıcaklık ayarlarının tek veya kademeli programlanabildiği (mikroişlemcili) ve sıcaklık salınımlarının en aza indirildiği kontrol ünitelerine (PID kontrollü) sahip çeşitleri kullanılmaktadır.

Etüvler, farklı çalışma sıcaklıklarına sahip olmakla beraber çoğunlukla ortam sıcaklığının  $5\text{ }^\circ\text{C}$ 'den  $250\text{ }^\circ\text{C}$  sıcaklığa kadar ısıtma yapabilir. Kurutulacak materyal, raflara yerleştirilip kapak kapatıldıktan sonra cihaz çalıştırılır. İstenilen çalışma sıcaklığı ve süresine ayarlanır ve sıcak hava sirkülasyonu ile kurutma sağlanır.

### 3.3. Sabit Tartıma Getirme

Krozelerin analize başlamadan önce net ve değişmeyen tartımlarının (sabit tartım) bilinmesi gerekir. Bunun için krozeler sabit tartıma getirilir.

Sabit tartıma getirme, krozelerin kullanılacakları sıcaklık derecesinde yapılır. Örneğin, demir tayininde kullanılacak olan bir porselen krozenin  $700\text{ }^\circ\text{C}$ 'de; kurşun tayininde kullanılacak olan bir cam krozenin  $110\text{-}120\text{ }^\circ\text{C}$ 'de sabit tartıma getirilmesi gerekir.



Sabit tartıma getirme işleminde, sabit tartıma getirilecek kroze, kurutma veya kızdırma sıcaklığında ısıtılır. Kroze maşası yardımıyla desikatöre alınarak soğutulur ve tartılır. Bu işlem, bir kez daha tekrarlanır. İki tartım arasındaki fark  $0,0001$  gramı geçmiyorsa krozenin sabit tartıma geldiği kabul edilir. Aksi hâlde işlem tekrarlanır.

## UYGULAMA FAALİYETİ

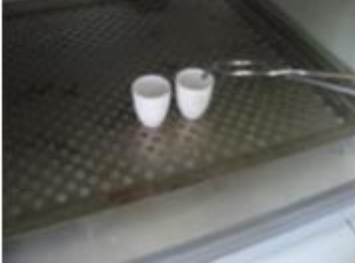
Aşağıdaki işlem basamakları ve önerileri dikkate alarak gravimetrik demir tayini için yıkanmış çökeleği etüde kurutunuz.

Uygulamada kullanılan araç gereçler:

- Etüv
- Porselen
- Kroze
- Kül Fırını
- Desikatör
- Hassas Terazî
- Kroze Maşası

İşlem Basamakları	Öneriler
➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.</li><li>➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li></ul>
➤ Krozeyi sabit tartıma getiriniz.	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Krozeyi çökeleğin sabit tartıma getirileceği sıcaklıkta sabit tartıma getirmeyi unutmayınız.</li><li>➤ Tartım kurallarına uyunuz.</li></ul>
➤ Filtre kâğıdını dikkatlice katlayınız. 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Filtre kâğıdının yırtılmamasına dikkat ediniz.</li><li>➤ Madde kaybı olmamasına dikkat ediniz.</li></ul>
➤ Filtre kâğıdını krozeyle yerleştiriniz. 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Filtre kâğıdının yırtılmamasına dikkat ediniz.</li><li>➤ Filtre kâğıdını sivri ucu yukarıda kalacak şekilde yerleştiriniz.</li></ul>

- Krozeyi etüve yerleştirerek 110-115 °C'de 1 saat kurutunuz.



- Etüv sıcaklığını kademeli olarak artırınız.
- Kurutma sıcaklığını ve süreyi doğru ayarlayınız.



## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki noktalı yerleri doğru sözcüklerle doldurunuz.

1. Çökelekte serbest hâlde bulunan ve nem adı verilen suyun giderilmesi işlemine ..... denir.
2. Süzgeç kâğıdı kurutulmadan yakma işlemine hemen geçilecek olursa yakma sırasında süzgeç kâğıdı parçalanarak ..... olabilir.
3. İki tartım arasındaki fark ..... gramı geçmiyorsa krozenin sabit tartıma geldiği kabul edilir.
4. Desikatörde nem alıcı olarak genellikle kalsiyum klorür ( $\text{CaCl}_2$ ), ..... ve sodyum hidroksit kullanılır.
5. Cam kroze içindeki bir çökeleğin kurutulması ve sabit tartıma getirilmesi mutlaka ..... içinde yapılır.
6. Sıcak krozeler pens veya kroze maşası yardımıyla ..... konularak soğutulur ve tartılır.
7. Sabit tartıma getirme işleminde, sabit tartıma getirilecek kroze, ..... veya ..... sıcaklığında ısıtılır.

## DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Doğru cevap sayınızı belirleyerek kendinizi değerlendiriniz. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları tekrar inceleyiniz.

# ÖĞRENME FAALİYETİ-4

## ÖĞRENME KAZANIMI

Gerekli ortam sağlandığında, tekniğine uygun olarak çökeleği kül ederek sabit tartıma getirebileceksiniz.

## ARAŞTIRMA

- Çökeleği yakma amacını araştırınız.
- Süzgeç kâğıdının alevli yanmasının sakıncalarını araştırınız.
- Kül etme işlemi hakkında araştırma yapınız.
- Kül etme işleminde yapılabilecek hatalar hakkında bilgi toplayınız.

## 4. ÇÖKELEĞİ YAKMA VE KÜL ETME

### 4.1. Yakma

Kuruyan çökeleği süzgeç kâğıdından kurtarmak amacı ile yakma yapılır. Süzgeç kâğıdı saf selülozdan (C<sub>6</sub>H<sub>10</sub>O<sub>5</sub>) imal edilmiş olduğundan yüksek miktarda karbon (C) içerir. Karbon, yüksek sıcaklıkta indirgen özelliğe sahiptir. Karbon, bu özelliğinden dolayı bazı maddeleri indirgeyerek hatalı sonuçlar bulunmasına sebep olur. Yakma işlemi düşük sıcaklıkta gerçekleştirildiğinden karbonun indirgen özelliği engellenmiş olur.

Kurutma tamamlandıktan sonra beki, kısık alevde gezdirerek krozenin her tarafının eşit olarak ısınması sağlanır. Kroze, homojen ısıdıktan sonra doğrudan yüksek sıcaklıktaki alevde ısıtılarak kâğıt yakılır. Bu sırada kroze, yandan ısıtılarak veya kül üçgen üzerine eğik yerleştirilerek yanma için gerekli hava akımı sağlanır. Yanma sırasında kâğıt alev alırsa kroze, saat camı ile kapatılarak alev söndürülür. Yakma işlemine bu şekilde hiç süzgeç kâğıdı kalmayınca, tamamı beyaz görümlü kül oluncaya kadar devam edilir. Özellikle siyahlaşmış süzgeç kâğıdının bırakılmaması gerekir. Çünkü siyahlaşmış süzgeç kâğıdı elementel karbondur ve yüksek sıcaklıkta indirgen özelliği vardır.

### 4.2. Kül Etme

Çökeleği bu aşamaya kadar gelmiş olan yabancı maddelerden kurtarmak ve sabit bir bileşime dönüştürmek amacıyla yapılır. Çoğu maddeleri, çöktürüldükleri bileşimde sabit tartıma getirmek mümkün değildir. Bu tür maddeler, yüksek sıcaklık derecelerinde fırında kızdırılarak belirli bir bileşimde sabit tartıma getirilir. Örneğin gravimetrik demir (Fe) tayininde çöktürülen madde, demir III hidroksit (Fe(OH)<sub>3</sub>) iken kül etme aşamasında su kaybederek demir III oksite (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) dönüşür ve demir III oksit (Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) şeklinde tartılır.

Kül etme, kül fırınında, her madde için deneylerle belirlenen sıcaklık ve süre içerisinde yapılmalıdır. Aksi hâlde analiz hatalarına sebep olabilir. Belirtilen sıcaklığın ve sürenin üzerinde yapılan kül etme işlemlerinde çökelek parçalanarak başka bir maddeye dönüşebilir veya uçucu hâle dönüşerek ortamdan uzaklaşabilir. Örneğin;  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ,  $900\text{ }^\circ\text{C}$ 'de bir saat süre ile kül edilir. Sıcaklık  $1000\text{ }^\circ\text{C}$ 'nin üzerine çıktığında örnekte bulunan demir (Fe), ortamda başlangıçtan beri var olan klorür ( $\text{Cl}^-$ ) iyonu ile uçucu demir III klorür ( $\text{FeCl}_3$ ) bileşiğine dönüşerek ortamdan uzaklaşır. Bu da bir miktar demirin (Fe) kaybolmasına neden olur. Sonuçta, gereğinden az madde tartımı bulunacağından analiz hatasına yol açar. Bazı çökeleklerin kül edilme sıcaklıkları aşağıdaki tabloda verilmiştir:

Numune	Kül Etmeden Önceki Çökelek	Kül Etmeden Sonraki Çökelek	Kül Etme Sıcaklığı
Klorür	$\text{AgCl}$	$\text{AgCl}$	$170\text{ }^\circ\text{C}$ (Etüv)
Nikel	Nikel dimetilglioksim	Nikel dimetilglioksim	$130\text{ }^\circ\text{C}$ (Etüv)
Sülfat	$\text{BaSO}_4$	$\text{BaSO}_4$	$900\text{ }^\circ\text{C}$
Demir	$\text{Fe}(\text{OH})_3$	$\text{Fe}_2\text{O}_3$	$900\text{ }^\circ\text{C}$
Alüminyum	$\text{Al}(\text{OH})_3$	$\text{Al}_2\text{O}_3$	$1000\text{ }^\circ\text{C}$
Kalsiyum	$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$	$\text{CaC}_2\text{O}_4$	$370\text{ }^\circ\text{C}$
		$\text{CaCO}_3$	$650\text{ }^\circ\text{C}$
		$\text{CaO}$	$1000\text{ }^\circ\text{C}$
Magnezyum	$\text{MgNH}_4\text{PO}_4$	$\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$	$1100\text{ }^\circ\text{C}$

**Tablo 2.1: Bazı çökeleklerin kül edilme sıcaklıkları**

Yakma işlemi tamamlandıktan sonra kroze, kroze maşası yardımıyla kül fırınına konur ve kül etme süresince kül etme sıcaklığında kızdırılır. Tekrar maşa ve pens yardımıyla desikatöre alınarak soğutulur ve tartılır. Kroze içindeki madde ile birlikte tekrar ısıtılır ve tartılır. İki tartım arasındaki fark  $0,0001$  gramı geçmezse ağırlığın sabit olduğu kabul edilir. Aksi hâlde kızdırma ve tartma işlemi tekrarlanır.

Gravimetrik analizde tartım işlemi, duyarlılığı en az  $0,0001$  gram olan analitik terazide yapılır. Analiz süresince tartımların aynı terazide yapılması daha uygundur. Madde tartımı, dolu ve boş kroze farkı olacağından böylece teraziden gelecek hata ortadan kalkar. Tartma sırasında, tartım kurallarına mutlaka uyulmalı, soğumamış kroze kesinlikle tartılmamalı ve yapılan tartım sonucu unutulmadan kaydedilmelidir.

#### 4.2.1. Kül Fırınları

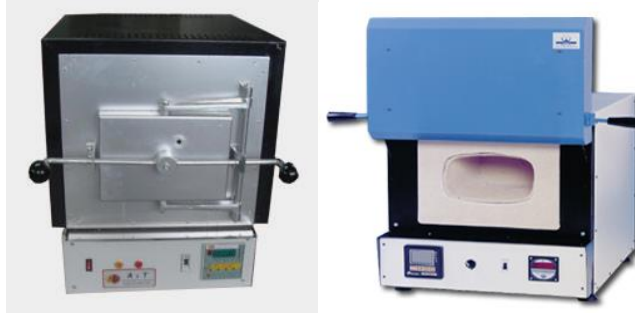
Kül fırınları, laboratuvarlarda numunenin yakılması veya gravimetrik analizlerde kızdırma, kül etme işlemlerinde kullanılan cihazlardır. Kül fırınlarında fırın tipine göre  $1200\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar yakma yapmak mümkündür.

Kül fırınları, kurutulan ve yakılan çökeleğin saf bir madde veya sabit bir bileşime dönüşebilmesi için gerekli olan yüksek sıcaklığı sağlar. Elektrik ile ısıtılır. İç kısmı, ısıya dayanıklı seramikle yapılmıştır. Seramik kaplamanın arasına ve altına yakmayı gerçekleştirecek güçlü rezistanslar yerleştirilmiştir. Seramik kaplama ile dış yüzey arası,

yalıtım maddeleri ile doldurulmuştur. Günümüzde kullanılan kül fırınları, otomatik ayarlı ve dijital göstergelidir.

Yakılacak numune önceden sabit tartıma getirilip darası belirlenmiş porselen veya metal krozelere konur, fırının içine yerleştirilir. Fırın, kül etme sıcaklığına ayarlanır ve ayarlanan sıcaklığa ulaştıktan sonra krozeler belirtilen süre kadar içeride kalarak çökeleğin sabit bir bileşime gelmesi sağlanır. Yakma işlemi tamamlandıktan sonra yakma kapları maşa yardımıyla alınarak desikatöre aktarılır.

- Kül fırınları kullanılırken şu hususlara dikkat edilmelidir:
- Kül fırınları, mutlaka çeker ocak içinde çalıştırılmalıdır.
- Yakma kapları, fırına ısı yükselmesi olmadan önce konulmalıdır.
- Yakma işlemi tamamlandıktan sonra numune hemen çıkarılmamalı, sıcaklığın yaklaşık 100 °C'ye düşmesi beklenmelidir.



**Resim 2.1: Kül fırınları**

#### **4.2.2. Kül Etmede Dikkat Edilecek Hususlar**

Kül etme, gravimetrik analiz işlemlerinin en fazla dikkat edilmesi gereken basamaklarından biridir. Dikkat edilmediğinde analiz hataları yapılabilir. Yapılması muhtemel hataların bazıları aşağıda sıralanmıştır:

- Kül etme, kül fırınında analiz edilecek madde için deneylerle belirlenen sıcaklıkta yapılmalıdır. Belirtilen sıcaklığın üzerine çıkılması durumunda madde kaybı oluşabilir. Sıcaklık düşük tutulduğunda ise yabancı maddeler tamamen uzaklaştırılamayabilir veya çökeleğin dönüşümü tam sağlanamayabilir.
- Belirlenen kül etme, süresi içerisinde yapılmalıdır.
- Kül etmek için uygun kroze seçilmiş olmalıdır.

Belirtilen sıcaklık ve sürenin üzerinde yapılan kül etme işlemlerinde genellikle çökelek parçalanarak başka bir maddeye dönüşür veya uçucu bir bileşik hâline dönüşerek ortamdaki uzaklaşır. Sonuçta, gereğinden az madde tartımı bulunacağından analiz hatasına neden olur.

### 4.3. Gravimetrik Analiz Sonucunu Hesaplama

Gravimetrik analiz işlemlerinin, son işlem basamağı analiz sonucunun hesaplanmasıdır. Aranılan madde miktarını hesaplamak için tartılan çökelek miktarının gravimetrik faktör ile çarpılması gerekir.

Gravimetrik faktör, aranılan maddenin mol ağırlığının tartılan maddenin mol ağırlığına oranıdır. Ya da 1 gram tartılan madde içerisinde bulunan, aranılan madde miktarıdır.

$$\text{Gravimetrik Faktör (GF)} = \frac{\text{Aranılan Maddenin Mol Ağırlığı}}{\text{Tartılan Maddenin Mol Ağırlığı}}$$

Örneğin, gravimetrik sülfat ( $\text{SO}_4^{2-}$ ) tayininde aranılan madde sülfat, tartılan madde ise baryum sülfat ( $\text{BaSO}_4$ ) tır.

$$\text{Buna göre GF} = \frac{M_{\text{A SO}_4^{2-}}}{M_{\text{A BaSO}_4}} = \frac{96}{233} = 0,412 \text{ bulunur.}$$

İkinci tanıma bağlı olarak hesaplamak istersek;

$$\begin{array}{r} 233 \text{ gram BaSO}_4 \text{ ta} \qquad \qquad 96 \text{ gram SO}_4^{2-} \text{ varsa} \\ \hline 1 \text{ gram BaSO}_4 \text{ ta} \qquad \qquad x \text{ gram SO}_4^{2-} \text{ vardır.} \\ \hline x = \frac{96.1}{233} = 0,412 \text{ olur.} \end{array}$$

Gravimetrik demir ( $\text{Fe}$ ) tayininde aranılan madde demir, tartılan madde demir III oksit ( $\text{Fe}_2\text{O}_3$ ) tır. Buna göre gravimetrik faktör;

$$\text{GF} = \frac{2.M_{\text{A Fe}}}{M_{\text{A Fe}_2\text{O}_3}} = \frac{2.56}{160} = 0,7 \text{ olur}$$

İkinci tanıma bağlı olarak hesaplamak istersek;

$$\begin{array}{r} 160 \text{ gram Fe}_2\text{O}_3 \text{ te} \qquad \qquad 2.56 \text{ gram Fe varsa} \\ \hline 1 \text{ gram Fe}_2\text{O}_3 \text{ te} \qquad \qquad x \text{ gram Fe vardır.} \\ \hline x = \frac{2.56.1}{160} = 0,7 \text{ olur.} \end{array}$$

Gravimetrik faktörde dikkat edilmesi gereken nokta, aranılan madde tartılan maddenin bir molü içerisinde kaç mol var ise gravimetrik faktörde de o kadar mol olmalıdır. Yukarıdaki örnekte, bir mol  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  te, 2 mol Fe var. O hâlde gravimetrik faktörde de Fe'nin mol ağırlığı 2 kat alınmalıdır.

Bazı maddelerin gravimetrik faktörleri aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Aranan	Tartılan	Gravimetrik Faktör Hesaplama	Gravimetrik Faktör
SO <sub>4</sub> <sup>=</sup>	BaSO <sub>4</sub>	SO <sub>4</sub> <sup>=</sup> / BaSO <sub>4</sub>	96 / 233
S	BaSO <sub>4</sub>	S / BaSO <sub>4</sub>	32 / 233
Fe	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2Fe / Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.56 / 160
Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2Fe <sub>3</sub> O <sub>4</sub> / 3Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2.296 / 3.160
Ag	AgCl	Ag / AgCl	108 / 143,5
Cl <sup>-</sup>	AgCl	Cl <sup>-</sup> / AgCl	35,5 / 143,5
Mg	Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	2Mg / Mg <sub>2</sub> P <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	2.24 / 222
Ca	CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	Ca / CaC <sub>2</sub> O <sub>4</sub>	40 / 128
Ca	CaCO <sub>3</sub>	Ca / CaCO <sub>3</sub>	40 / 100
Ca	CaO	Ca / CaO	40 / 56
Cr	BaCrO <sub>4</sub>	Cr / BaCrO <sub>4</sub>	52 / 253

**Tablo 2.2: Bazı maddelerin gravimetrik faktörleri**

Aranan madde miktarının hesaplanabilmesi için; gravimetrik faktör tartılan çökelek miktarı ile çarpılır. Buna göre;

$$\text{Aranan Madde Miktarı}(m_{\text{aranan}}) = \text{Gravimetrik Faktör(GF)} \cdot \text{Tartılan Madde Miktarı}$$

$$m_{\text{aranan}} = \text{GF} \cdot m_{\text{tartılan}}$$

eşitliği ile hesaplanır.

Analiz sonucunun hesaplanmasından sonra maddenin numune içerisindeki yüzde oranının da hesaplanması gerekir. Yüzde oranının hesaplanabilmesi için hesaplanan madde miktarı ( $m_{\text{aranan}}$ ), başlangıçta alınan numune miktarına ( $m_{\text{numune}}$ ) bölünür ve 100 ile çarpılır.

$$\% \text{ aranan} = \frac{m_{\text{aranan}}}{m_{\text{numune}}} \cdot 100$$

eşitliği ile hesaplanır.

Doğrudan % aranan miktarı hesaplamak istenirse;

$$\% \text{ aranan} = \frac{m_{\text{tartılan}} \cdot \text{GF}}{m_{\text{numune}}} \cdot 100$$

eşitliği kullanılabilir.

Gravimetrik faktör de formüle yerleştirilirse;

$$\% \text{ aranan} = \frac{M_{\text{A aranan}} \cdot m_{\text{tartılan}}}{M_{\text{A tartılan}} \cdot m_{\text{numune}}} \cdot 100$$

eşitliği elde edilir.

Hesaplamaları kademe kademe yapmak, muhtemel hesaplama hatalarını engelleyebilir.

Karışım analizleri genellikle ortak bir kation ya da anyona sahip olan örneklerde yapılır. Bunun için önce ortak anyon ya da katyona bağlı olarak gravimetrik analizi yapılır. Sonra bulunan analiz sonucu ve başlangıçta alınan numune miktarından hareketle matematiksel olarak bileşenlerin miktarları hesaplanır.

**Örnek 1:** 2,4856 g'lık demir örneğinin analizi sonrasında 0,8636 g  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  tartımı elde edildiğine göre numunedeki Fe yüzdesi nedir? ( Fe: 56, O: 16 )

$$m_{\text{Fe}} = \text{GF} \cdot m_{\text{tartılan}} \quad \Rightarrow \quad m_{\text{Fe}} = \frac{2 \cdot \text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} \cdot m_{\text{Fe}_2\text{O}_3}$$

$$m_{\text{Fe}} = \frac{2 \cdot 56}{160} \cdot 0,8636 \quad \Rightarrow \quad m_{\text{Fe}} = 0,6045 \text{ g}$$

$$\% \text{Fe} = \frac{m_{\text{Fe}}}{m_{\text{örnek}}} \cdot 100 \quad \Rightarrow \quad \% \text{Fe} = \frac{0,6045}{2,4856} \cdot 100$$

$$\% \text{Fe} = 24,32$$

Birleştirilmiş formülle çözülmek istenirse;

$$\% \text{aranan} = \frac{M_{\text{A aranan}} \cdot m_{\text{tartılan}}}{M_{\text{A tartılan}} \cdot m_{\text{numune}}} \cdot 100$$

$$\% \text{Fe} = \frac{2 \cdot 56 \cdot 0,8636}{160 \cdot 2,4856} \cdot 100 \quad \% \text{Fe} = 24,32$$

Oran orantıyla çözülmek istenirse;

$$\begin{array}{l} 160 \text{ g Fe}_2\text{O}_3 \text{ te} \quad 2,56 \text{ g Fe varsa} \\ \underline{0,8636 \text{ g Fe}_2\text{O}_3 \text{ te} \quad \quad \quad x \text{ g Fe vardır.}} \end{array}$$

$$x = 0,4 \cdot 112 / 160 \Rightarrow x = 0,6045 \text{ g Fe içerir}$$

$$\begin{array}{l} 2,4856 \text{ g demir örneğinde} \quad 0,6045 \text{ g Fe varsa} \\ \underline{100 \text{ g demir örneği} \quad \quad \quad x \text{ g Fe içerir}} \end{array}$$

$$x = 100 \cdot 0,6045 / 2,4856 \Rightarrow x = 24,32 \Rightarrow \% 24,32 \text{ Fe içerir.}$$

**Örnek 2:** 0,6271 g'lık magnezyum örneğinin analizi sonrasında 0,3658 g magnezyum pirofosfat ( $\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7$ ) tartımı elde edilmiştir. Numunedeki magnezyum (Mg) yüzdesi nedir? (Mg: 24, O: 16, P: 31)

$$m_{\text{Mg}} = \text{GF} \cdot m_{\text{tartılan}} \Rightarrow m_{\text{Mg}} = \frac{2 \cdot \text{Mg}}{\text{Mg}_2\text{P}_2\text{O}_7} \cdot m_{\text{Mg:P:O}} \Rightarrow m_{\text{Mg}} = \frac{2 \cdot 24}{222} \cdot 0,3658$$

$$\Rightarrow m_{\text{Fe}} = 0,079 \text{ g}$$

$$\% \text{Mg} = \frac{m_{\text{Mg}}}{m_{\text{Örnek}}} \cdot 100 \Rightarrow \% \text{Mg} = \frac{0,079}{0,6271} \cdot 100 \Rightarrow \% \text{Mg} = 12,59$$

**Örnek 3:** % 26,42 klorür ( $\text{Cl}^-$ ) içeren numuneden 0,1332 g  $\text{AgCl}$  çökeleği elde ediliyor. Klorür ( $\text{Cl}^-$ ) numunesinden kaç g tartım alınmıştır?

$$\% \text{Cl}^- = \frac{m_{\text{AgCl}}}{m_{\text{örnek}}} \cdot 100 \Rightarrow 26,42 = \frac{0,1332}{m_{\text{örnek}}} \cdot 100$$

$$m_{\text{örnek}} = 0,5041 \text{ g}$$








## UYGULAMA FAALİYETİ

Aşağıdaki işlem basamakları ve önerileri dikkate alarak gravimetrik demir tayini için kurutulmuş çökeleği yakınız.

Uygulamada kullanılan araç gereçler:

- Bunzen
- Beki
- Sacayağı
- Kil
- Üçgen
- Kroze



İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.</li><li>➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Yakma düzeneği için sacayak ve kil üçgen hazırlayınız.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Uygun araç gereçleri seçiniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Kurutulmuş krozeyi kil üçgene yerleştiriniz.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Krozenin ortalı ve sağlam oturmuş olmasına dikkat ediniz.</li></ul>

<p>➤ Bunzen bekini yakınız.</p> 	<p>➤ Gaz kaçağı olup olmadığını kontrol ediniz. ➤ Alev şiddetini ayarlayınız.</p>
<p>➤ Kısayık alev ayarlanmış beki gezdirerek krozenin her tarafının ısınmasını sağlayınız.</p> 	<p>➤ Krozenin homojen ısınmasını sağlayınız.</p>
<p>➤ Bunzen bekini krozenin altına yerleştirerek filtre kâğıdını, alev almadan yakınız.</p> 	<p>➤ Bek alevi krozenin her tarafına temas edecek şekilde yerleştiriniz. ➤ Filtre kâğıdı alev alırsa saat camını üzerine kapatarak söndürünüz.</p>
<p>➤ Filtre kâğıdı tamamen yanınca yakma işlemini sonlandırınız.</p>	<p>➤ Filtre kâğıdının tamamen yandığından emin olunuz.</p>

## UYGULAMA FAALİYETİ-2

Aşağıdaki işlem basamakları ve önerileri dikkate alarak gravimetrik demir tayini için yakılmış çökeleği kül ederek sabit tartıma getiriniz.

Uygulamada kullanılan araç gereçler: Kül fırını, desikatör, maşa, hassas terazi, kalem, kâğıt

İşlem Basamakları	Öneriler
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Analiz öncesi hazırlıkları yapınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</li><li>➤ Laboratuvar güvenlik kurallarına uyunuz.</li><li>➤ Çalışma ortamınızı ve kullanacağınız araç gereçleri hazırlayınız.</li><li>➤ Araç gereçlerin temizliğine dikkat ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Krozeyi kül fırınına yerleştiriniz</li><li>➤ Kül fırını 900 °C sıcaklığa ayarlayınız.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Ayarladığınız sıcaklığı kontrol ediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Çökeleği 900 °C sıcaklıkta 1 saat kül ediniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Süreyi kontrol etmeyi unutmayınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Krozeyi desikatöre alarak soğutunuz.</li></ul> 	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Desikatörün havasını almadan kapağını kapatmayınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Soğutulan krozeyi tartınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Desikatör kapağını dikkatli açınız.</li><li>➤ Kroze maşası kullanınız.</li><li>➤ Tartım kurallarına uyunuz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Tartım sonucunu kaydediniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Sonucu doğru okuyunuz ve 0,0001 hassasiyette kaydediniz.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Kül etme ve tartım işlemine sabit tartım elde edilinceye kadar devam ediniz.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ İşlemleri yukarıdaki uyarıları dikkate alarak tekrarlayınız.</li></ul>
<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Analiz sonucunu hesaplayınız.</li></ul>	<ul style="list-style-type: none"><li>➤ Hesaplamaları doğru yapınız.</li></ul>

## ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıda verilen cümlelerdeki noktalı yerleri doğru sözcüklerle doldurunuz.

1. Kuruyan çökeleği ..... kurtarmak amacı ile yakma yapılır.
2. Karbon yüksek sıcaklıkta ..... özelliğe sahiptir.
3. Kroze yandan ısıtılarak veya kil üçgen üzerine eğik yerleştirilerek yanma için gerekli ..... sağlanır.
4. Kül etme, analiz edilecek madde için deneylerle belirlenen ..... ve ..... de yapılmalıdır.
5. Aranılan madde miktarını hesaplamak için tartılan çökelek miktarının ..... ile çarpılması gerekir.
6. Yanma sırasında kâğıt alev alırsa kroze ..... ile kapatılarak alev söndürülür.
7. Siyahlaşmış süzgeç kâğıdı elementel ..... dur ve yüksek sıcaklıkta indirgen özelliği vardır.

### DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarı ile karşılaştırınız. Doğru cevap sayınızı belirleyerek kendinizi değerlendiriniz. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt yaşadığınız sorularla ilgili konuları tekrar inceleyiniz.

# MODÜL DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerleri uygun kelimelerle doldurunuz.

1. Gravimetrik metotlar daha ziyade anorganik .....ve..... tayini için geliştirilmiştir.
2. Çöktürme için kullanılan reaktif sadece ..... ile çökelek oluşturmalı, başka iyonlarla tepkime vermemelidir.
3. Çökelek tayini yapılacak maddeyi .....olarak ihtiva etmelidir.
4. Çökeleğin mol ağırlığı, aranan maddenin mol ağırlığından tercihen ..... olmalıdır.
5. Dinlendirme işlemi ..... noktasına yakın bir sıcaklıkta fakat mutlaka kaynatmadan yapılmalıdır.
6. Çökme olayı, ..... - ..... dengesi kuruluncaya kadar devam eder.
7. Sıcaklığın artması ..... artırır.
8. Çok iri taneler, içinde çözelti ..... hatalı sonuçlar elde edilir.
9. Beher içinde çöktürülüp olgunlaştırılan çökelek ..... işlemi ile çözeltiden ayrılır.
10. Süzme hızının yüksek olmasını sağlamak için ..... bir huni kullanılır.
11. Süzme işlemini hızlandırmak üzere veya zor süzülen sıvıların süzülmesinde ..... uygulanır.
12. Çökeleğin yıkanmasında kullanılan yıkama suyunun, temiz ve çökeleği ..... cinsten olmasına özen gösterilmelidir.
13. Çökeltinin çözünürlüğü azsa yabancı maddelerin çözünürlüğünü artırmak ve viskoziteyi azaltmak için ..... yıkama suyu ile yıkama tercih edilir.
14. Alüminyum hidroksit çökeleği ..... özelliğine sahip olduğundan sıcak saf suyla yıkanmaz.
15. Saf suyun yıkama suyu olarak kullanılmadığı durumlarda çözeltilerin de tamamen iyonlarına ayrışabilen ..... seyreltik çözeltileri kullanılır.
16. Çökeltinin yıkanmasında çökeltiden arıtılmak istenen ..... süzüntüde rastlanmayınca kadar yıkama işlemine devam edilir.

17. Saf su ile yıkamada hidroliz gibi nedenlerle ..... meydana gelmemelidir.
18. Çabuk çöken çökelekler ..... yöntemi ile yıkanabilir.
19. Filtre kâğıtları saf ..... imal edilmiş olduğundan yüksek miktarda karbon içerir.
20. Çökeleği yabancı maddelerden kurtarmak ve sabit bir bileşime dönüştürmek amacıyla yapılan işleme ..... denir.
21. Belirtilen sıcaklık ve sürenin üzerinde yapılan kül etme işlemlerinde ..... oluşabilir.
22. Kül etme işleminde sıcaklık düşük tutulursa ..... tamamen uzaklaştırılamayabilir veya çökeleğin dönüşümü tam sağlanamayabilir.
23. Kül etme sıcaklıkları çökeleğin ..... ve ..... göre farklılıklar gösterir.
24. Aranan maddenin mol ağırlığının tartılan maddenin mol ağırlığı oranına ..... denir.

## DEĞERLENDİRME

Sorulara verdiğiniz cevaplar ile cevap anahtarınızı karşılaştırınız, cevaplarınız doğru ise uygulamalı teste geçiniz. Yanlış cevap verdiyseniz öğrenme faaliyetinin ilgili bölümüne dönerek konuyu tekrar ediniz.

## UYGULAMALI TEST

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız becerileri **Evet** ve **Hayır** kutucuklarına (X) işareti koyarak kontrol ediniz.

Değerlendirme Ölçütleri	Evet	Hayır
1. Krozeyi sabit tartıma getirdiniz mi?		
2. Süzgeç kâğıdını dikkatlice katlayıp krozeğe yerleştirdiniz mi?		
3. Etüvde 110 – 115 °C’de 1 saat süre ile kuruttunuz mu?		
4. Yakma düzeneği için sacayak ve kil üçgen hazırladınız mı?		
5. Krozeyi kil üçgene yerleştirdiniz mi?		
6. Bunzen bekini yaktınız mı?		
7. Kısık alevde beki gezdirerek krozenin her tarafının ısınmasını sağladınız mı?		
8. Bunzen bekini krozenin altına yerleştirdiniz mi?		
9. Süzgeç kâğıdı alev alırsa saat camını üzerine kapatarak söndürdünüz mü?		
10. Süzgeç kâğıdı tamamen yanıncaya kadar yakmaya devam ettiniz mi?		
11. Kül fırınına gerekli sıcaklığa ayarladınız mı?		
12. Uygun sıcaklıkta 1 saat bekleterek kül ettiniz mi?		
13. Krozeyi desikatöre alarak soğuttunuz mu?		
14. Hassas teraziyi tartıma hazır hâle getirdiniz mi?		
15. Soğutulan krozeyi desikatörden aldınız mı?		
16. Terazinin kefesinin ortasına koydunuz mu?		
17. Tartım sonucunu 1/10.000 hassaslığında kaydettiniz mi?		
18. Kül etme ve tartma işlemine sabit sonuç elde edilinceye kadar devam ettiniz mi?		
19. Tartımı kullanarak örnekteki magnezyum miktarını hesapladınız mı?		
20. Örnekteki magnezyum yüzdesini hesapladınız mı?		

## DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetlerini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise bir sonraki modüle geçmek için öğretmeninize başvurunuz.

# CEVAP ANAHTARLARI

## ÖĞRENME FAALİYETİ-1'İN CEVAP ANAHTARI

1	Ağırlık
2	Gravimetrik analiz
3	Çöktürülerek
4	Beher
5	Çözünürlüğü
6	Süzülebilmeli – yıkatabilmelidir
7	Hava

## ÖĞRENME FAALİYETİ-2'NİN CEVAP ANAHTARI

1	Filtre kâğıtları
2	Hava boşluğu
3	Süzme hızı
4	Peltemsi
5	Yıkama
6	Çökelek
7	Çözünme

## ÖĞRENME FAALİYETİ-3'ÜN CEVAP ANAHTARI

1	Kurutma
2	Etrafa çökelek sıçraması
3	0,0001
4	Silikajel
5	Etüv
6	Desikatöre
7	Kurutma - kızdırma



## ÖĞRENME FAALİYETİ-4'ÜN CEVAP ANAHTARI

1	Filtre kâğıdından
2	İndirgen
3	Hava akımı
4	Sıcaklık - süre
5	Gravimetrik faktör
6	Saat camı
7	Karbon

## MODÜL DEĞERLENDİRME 'NİN CEVAP ANAHTARI

1	Anyon – katyonların
2	Aranan madde
3	Nicel
4	Büyük
5	Kaynama
6	Çözünme – çökelme
7	Çözünürlüğü
8	Hapsedildiğinden
9	Süzme
10	Uzun boyunlu
11	Vakumlu süzme
12	Çözmeyen
13	Sıcak
14	Peptitleşme
15	Uçucu bileşiklerin
16	Yabancı maddelere
17	Madde kaybı
18	Durultma
19	Selülozdan
20	Kül etme
21	Madde kaybı
22	Yabancı maddeler
23	Bileşimine - özelliğine
24	Gravimetrik faktör

## KAYNAKÇA

- DANİEL G. Haris, **Analitik Kimya**, Ankara, 1994.
- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya (Nitel)**, Devlet Kitapları, Ankara, 2001.
- DEMİR Mustafa, Şahinde USANMAZ, Ali DEMİRCİ, **Analitik ve Sınai Kimya Laboratuvarı**, Devlet Kitapları, Ankara, 2001.
- DÖLEN Emre, **Analitik Kimya Volümetrik Yöntemler**, Marmara Üniversitesi Yayın No: 455, İstanbul, 1988.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Ders Kitabı**, A.Ü. Fen Fakültesi, Analitik Kimya Kürsüsü, Ankara, 1975.
- GÜNDÜZ Turgut, **Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı**, II. Baskı, A.Ü. Fen Fakültesi, Analitik Kimya Kürsüsü, Ankara, 1975.
- GÜVEN Selma, **Laboratuvar Güvenliği**, Tarımsal Araştırmaları Destekleme ve Geliştirme Vakfı, Yalova, 1999.