Bu kitaba sığmayan daha neler var!

eba
www.eba.gov.tr

Karekodu okut, bu kitapla ilgili EBA içeriklerine ulaş!

Teknoloji Yolculuğumuz



BU DERS KİTABI MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞINCA
ÜCRETSİZ OLARAK VERİLMİŞTİR.
PARA İLE SATILAMAZ.

ISBN: 978-975-11-6375-2

Bandrol Uygulamasına İlişkin Usul ve Esaslar Hakkında Yönetmeliğin Beşinci Maddesinin İkinci Fıkrası Çerçevesinde Bandrol Taşıması Zorunlu Değildir.

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİTEL ANALİZ 10

DERS MATERYALİ

MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİTEL ANALİZ

10

DERS MATERYALİ



MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

NİTEL ANALİZ 10

DERS MATERYALİ

YAZARLAR

Alper GÜLGEN

Burcu ULUDERE

Hilal KARAKOCALIOĞLU

Hüseyin İCİK

MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI YAYINLARI.....: 8017

YARDIMCI VE KAYNAK KİTAPLAR DİZİSİ.....: 1945

Her hakkı saklıdır ve Millî Eğitim Bakanlığına aittir. Ders materyalinin metin, soru şekilleri kısmen de olsa hiçbir surette alınıp yayımlanamaz.

HAZIRLAYANLAR

DİL UZMANI	Mehtap İŞYAR
PROGRAM GELİŞTİRME UZMANI	Erkan AKGÜN
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME UZMANI	Kezban Saliha PEHLİVAN Mustafa ÇELİK
REHBERLİK UZMANI	Serpil GÜLER
GÖRSEL TASARIM UZMANI	Mehmet KONUK
GRAFİK TASARIM UZMANI	Esra SARIARSLAN

ISBN NO: 978-975-11-6375-2

Millî Eğitim Bakanlığının 24.12.2020 gün ve 18433886 sayılı oluru ile Meslekî ve Teknik Eğitim Genel Müdürlüğünce ders materyali olarak hazırlanmıştır.



İSTİKLÂL MARŞI

Korkma, sönmez bu şafaklarda yüzen al sancak;
Sönmeden yurdumun üstünde tüten en son ocak.
O benim milletimin yıldızıdır, parlayacak;
O benimdir, o benim milletimindir ancak.

Çatma, kurban olayım, çehreni ey nazlı hilâl!
Kahraman ırkıma bir gül! Ne bu şiddet, bu celâl?
Sana olmaz dökülen kanlarımız sonra helâl.
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl.

Ben ezelden beridir hür yaşadım, hür yaşarım.
Hangi çılgın bana zincir vuracakmış? Şaşarım!
Kükremiş sel gibiyim, bendimi çiğner, aşarım.
Yırtarım dağları, enginlere sığmam, taşarım.

Garbın âfâkını sarmışsa çelik zırhlı duvar,
Benim iman dolu göğsüm gibi serhaddim var.
Ulusun, korkma! Nasıl böyle bir imanı boğar,
Medeniyyet dediğin tek dişi kalmış canavar?

Arkadaş, yurduma alçakları uğratma sakın;
Siper et gövdeni, dursun bu hayâsızca akın.
Doğacaktır sana va'dettiği günler Hakk'ın;
Kim bilir, belki yarın, belki yarından da yakın.

Bastığın yerleri toprak diyerek geçme, tanı:
Düşün altındaki binlerce kefensiz yatanı.
Sen şehit oğlusun, incitme, yazıktır, atanı:
Verme, dünyaları alsan da bu cennet vatanı.

Kim bu cennet vatanın uğruna olmaz ki feda?
Şüheda fışkıracak toprağı sıksan, şüheda!
Cânı, cânânı, bütün varımı alsın da Huda,
Etmesin tek vatanımdan beni dünyada cüda.

Ruhumun senden İlâhî, şudur ancak emeli:
Değmesin mabedimin göğsüne nâmahrem eli.
Bu ezanlar -ki şehadetleri dinin temeli-
Ebedî yurdumun üstünde benim inlemeli.

O zaman vecd ile bin secde eder -varsa- taşım,
Her cerîhamdan İlâhî, boşanıp kanlı yaşım,
Fışkırır ruh-ı mücerret gibi yerden na'şım;
O zaman yükselerek arşa değer belki başım.

Dalgalan sen de şafaklar gibi ey şanlı hilâl!
Olsun artık dökülen kanlarımın hepsi helâl.
Ebediyyen sana yok, ırkıma yok izmihlâl;
Hakkıdır hür yaşamış bayrağımın hürriyyet;
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl!

Mehmet Âkif Ersoy

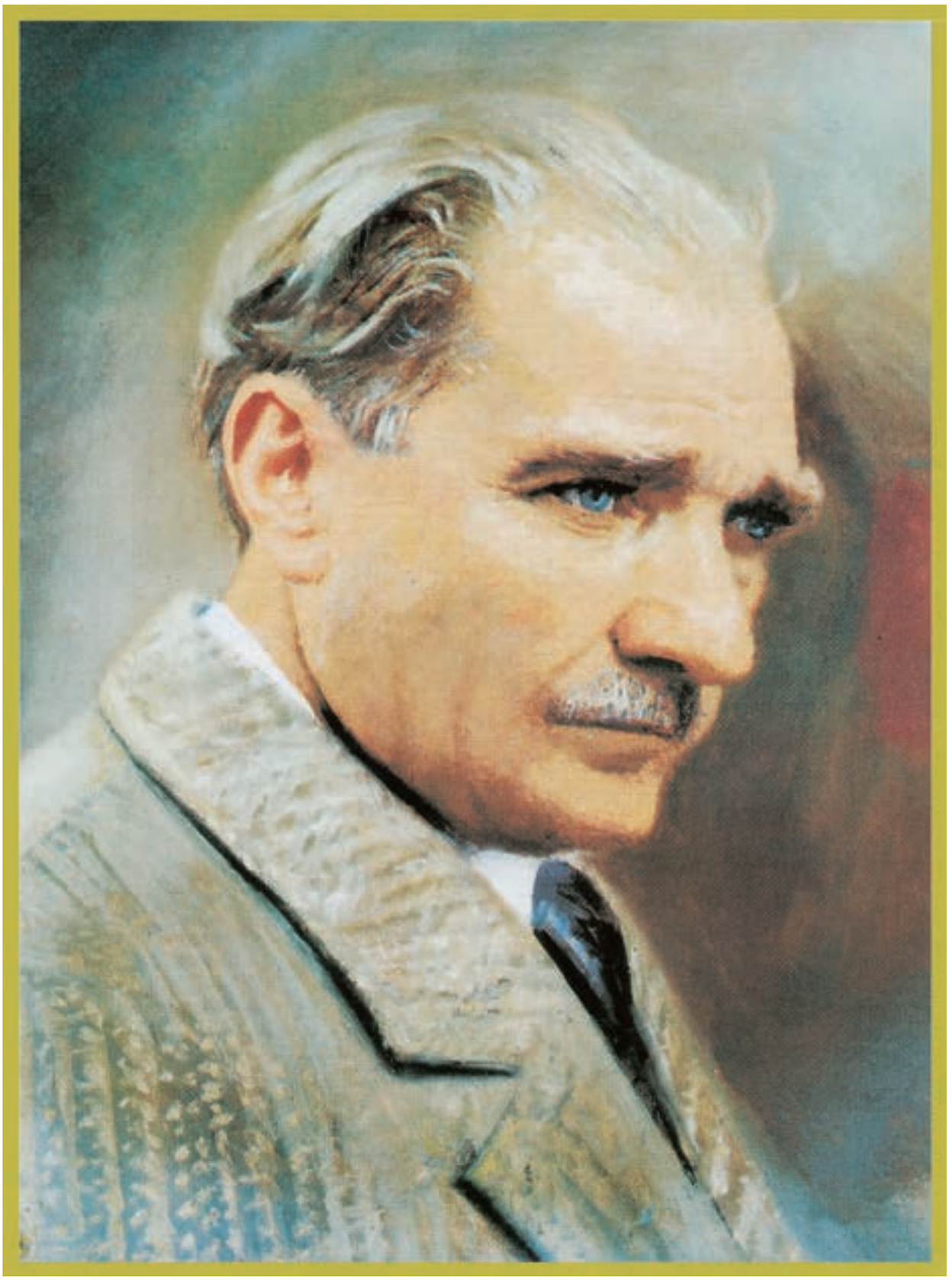
GENÇLİĞE HİTABE

Ey Türk gençliği! Birinci vazifen, Türk istiklâlini, Türk Cumhuriyetini, ilelebet muhafaza ve müdafaa etmektir.

Mevcudiyetinin ve istikbalinin yegâne temeli budur. Bu temel, senin en kıymetli hazinendir. İstikbalde dahi, seni bu hazineden mahrum etmek isteyecek dâhilî ve hâricî bedhahların olacaktır. Bir gün, istiklâl ve cumhuriyeti müdafaa mecburiyetine düşersen, vazifeye atılmak için, içinde bulunacağın vaziyetin imkân ve şeraitini düşünmeyeceksin! Bu imkân ve şerait, çok namüsait bir mahiyette tezahür edebilir. İstiklâl ve cumhuriyetine kastedecek düşmanlar, bütün dünyada emsali görülmemiş bir galibiyetin mümessili olabilirler. Cebren ve hile ile aziz vatanın bütün kaleleri zapt edilmiş, bütün tersanelerine girilmiş, bütün orduları dağıtılmış ve memleketin her köşesi bilfiil işgal edilmiş olabilir. Bütün bu şeraitten daha elîm ve daha vahim olmak üzere, memleketin dâhilinde iktidara sahip olanlar gaflet ve dalâlet ve hattâ hıyanet içinde bulunabilirler. Hattâ bu iktidar sahipleri şahsî menfaatlerini, müstevlîlerin siyasî emelleriyle tevhit edebilirler. Millet, fakr u zaruret içinde harap ve bîtap düşmüş olabilir.

Ey Türk istikbalinin evlâdı! İşte, bu ahval ve şerait içinde dahi vazifen, Türk istiklâl ve cumhuriyetini kurtarmaktır. Muhtaç olduğun kudret, damarlarındaki asil kanda mevcuttur.

Mustafa Kemal Atatürk



MUSTAFA KEMAL ATATÜRK

İÇİNDEKİLER

DERS MATERYALİNİN TANITIMI 13
GÜVENLİK İŞARETLERİ 16

NİTEL ANALİZE GİRİŞ 18



NİTEL ANALİZ 20
NİTEL ANALİZDE KULLANILAN TEMEL İŞLEMLER 21
Karıştırma 21
Çöktürme 21
Çözeltinin Isıtılması 21
Çözücünün Buharlaştırılması 21
Santrifüjleme 22
Kontrol Denemesi 22
Çözelti ve Çökeleğin Ayrılması 22
Çökeleğin Yıkanması 22
Çökeleğin Bölünmesi 22
Alev Denemesi 22
NİTEL ANALİZ LABORATUVARINDA DİKKAT EDİLECEK HUSUSLAR 23
ÇÖZELTİLERİN HAZIRLANMASI 24
KATYON VE ANYON ANALİZLERİ 24

1. ÖĞRENME BİRİMİ: I. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ 28

1



1.1. I. GRUP KATYONLARI 30
1.1.1. GÜMÜŞ KATYONU (Ag^{+}) 30
1.1.1.1. Gümüş Katyonunun Analitik Özellikleri 31
1.1.2. CIVA(I) KATYONU (Hg_2^{2+}) 34
1.1.2.1. Cıva (I) Katyonunun Analitik Özellikleri 35
1.1.3. KURŞUN(II) KATYONU (Pb^{2+}) 37
1.1.3.1. Kurşun(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 37
1.2. I. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ 40
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 45

2. ÖĞRENME BİRİMİ: II. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ 48

2



2.1. II. GRUP KATYONLARI 42
2.1.1. CIVA(II) KATYONU (Hg^{2+}) 52
2.1.1.1. Cıva(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 52
2.1.2. BİZMUT(III) KATYONU (Bi^{3+}) 55
2.1.2.1. Bizmut(III) Katyonunun Analitik Özellikleri 56
2.1.3. BAKIR(II) KATYONU (Cu^{2+}) 58
2.1.3.1. Bakır(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 58

2.1.4. KADMİYUM KATYONU (Cd^{2+}) 61
2.1.4.1. Kadmiyum Katyonunun Analitik Özellikleri 62
2.1.5. KALAY(II) VE KALAY(IV) KATYONLARI (Sn^{2+} ve Sn^{4+}) 64
2.1.5.1. Kalay Katyonlarının Analitik Özellikleri 65
2.1.6. ANTİMON(III) KATYONU (Sb^{3+}) 68
2.1.6.1. Antimon(III) Katyonunun Analitik Özellikleri 69
2.2. III. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ 71
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 79

3. ÖĞRENME BİRİMİ: III. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ 82

3



3.1. III. GRUP KATYONLARI 84
3.1.1. NİKEL(II) KATYONU (Ni^{2+}) 85
3.1.1.1. Nikel(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 85
3.1.2. KOBALT(II) KATYONU (Co^{2+}) 88
3.1.2.1. Kobalt(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 89
3.1.3. MANGAN(II) KATYONU (Mn^{2+}) 92
3.1.3.1. Mangan(II) Katyonunun Analitik Özellikleri 92
3.1.4. DEMİR(II) VE DEMİR(III) KATYONLARI (Fe^{2+} ve Fe^{3+}) 95
3.1.4.1. Demir Katyonlarının Analitik Özellikleri 96
3.1.5. ALÜMİNYUM KATYONU (Al^{3+}) 99
3.1.5.1. Alüminyum Katyonunun Analitik Özellikleri 100
3.1.6. KROM(III) KATYONU (Cr^{3+}) 102
3.1.6.1. Krom(III) Katyonunun Analitik Özellikleri 103
3.1.7. ÇİNKO KATYONU (Zn^{2+}) 106
3.1.7.1. Çinko Katyonunun Analitik Özellikleri 107
3.2. III. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ 109
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 117

4. ÖĞRENME BİRİMİ: IV. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ 122

4



4.1. IV. GRUP KATYONLARI 124
4.1.1. BARYUM KATYONU (Ba^{2+}) 126
4.1.1.1. Baryum Katyonunun Analitik Özellikleri 127
4.1.2. STRONSİYUM KATYONU (Sr^{2+}) 129
4.1.2.1. Stronsiyum Katyonunun Analitik Özellikleri 130
4.1.3. KALSİYUM KATYONU (Ca^{2+}) 132
4.1.3.1. Kalsiyum Katyonunun Analitik Özellikleri 133
4.2. IV. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ 135
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 139

5. ÖĞRENME BİRİMİ: V. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ.....142

5



5.1. V. GRUP KATYONLARI..... 144
5.1.1. AMONYUM KATYONU (NH_4^+).....144
5.1.1.1. Amonyum Katyonunun Analitik Özellikleri.....145
5.1.2. MAGNEZYUM KATYONU (Mg^{2+}).....148
5.1.2.1. Magnezyum Katyonunun Analitik Özellikleri.....148
5.1.3. SODYUM KATYONU (Na^+).....151
5.1.3.1. Sodyum Katyonunun Analitik Özellikleri.....151
5.1.4. POTASYUM KATYONU (K^+).....153
5.1.4.1. Potasyum Katyonunun Analitik Özellikleri.....153
5.2. V. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ..... 156
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 159

6. ÖĞRENME BİRİMİ: I. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ.....162

6



6.1. I. GRUP ANYONLARI 164
6.1.1. KARBONAT ANYONU (CO_3^{2-}).....165
6.1.1.1. Karbonat Anyonunun Analitik Özellikleri.....166
6.1.2. SÜLFİT ANYONU (SO_3^{2-}).....168
6.1.2.1. Sülfit Anyonunun Analitik Özellikleri.....168
6.1.3. FOSFAT ANYONU (PO_4^{3-})..... 171
6.1.3.1. Fosfat Anyonunun Analitik Özellikleri.....172
6.1.4. OKSALAT ANYONU ($C_2O_4^{2-}$).....175
6.1.4.1. Oksalat Anyonunun Analitik Özellikleri.....175
6.1.5. FLORÜR ANYONU (F^-).....177
6.1.5.1. Florür Anyonunun Analitik Özellikleri.....178
6.1.6. BORAT ANYONU (BO_2^-, BO_3^{3-}, $B_4O_7^{2-}$)..... 180
6.1.6.1. Borat Anyonlarının Analitik Özellikleri.....181
6.1.7. TARTARAT ANYONU ($C_4H_4O_6^{2-}$).....183
6.1.7.1. Tartarat Anyonunun Analitik Özellikleri.....183
6.2. I. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ 185
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 191

7. ÖĞRENME BİRİMİ: II. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ.....194

7



7.1. II. GRUP ANYONLARI 196
7.1.1. SÜLFAT ANYONU (SO_4^{2-}).....196
7.1.1.1. Sülfat Anyonunun Analitik Özellikleri.....197
7.1.2. KROMAT ANYONU (CrO_4^{2-}).....199
7.1.2.1. Kromat Anyonunun Analitik Özellikleri.....199
7.2. II. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ 202
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 205

8. ÖĞRENME BİRİMİ: III. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ.....208

8



8.1. III. GRUP ANYONLARI 210
8.1.1. SÜLFÜR ANYONU (S^{2-}) 210
8.1.1.1. Sülfür Anyonunun Analitik Özellikleri 211
8.1.2. FERROSİYANÜR ANYONU ($[Fe(CN)_6]^{4-}$) 214
8.1.2.1. Ferrosiyanür Anyonunun Analitik Özellikleri 214
8.1.3. FERRİSİYANÜR ANYONU ($[Fe(CN)_6]^{3-}$) 217
8.1.3.1. Ferrisiyanür Anyonunun Analitik Özellikleri 217
8.2. III. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ 220
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 223

9. ÖĞRENME BİRİMİ: IV. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ.....226

9



9.1. IV. GRUP ANYONLARI 228
9.1.1. TİYOSÜLFAT ANYONU ($S_2O_3^{2-}$) 228
9.1.1.1. Tiyosülfat Anyonunun Analitik Özellikleri.....229
9.1.2. TİYOSİYANAT ANYONU (SCN^-) 230
9.1.2.1. Tiyosiyanat Anyonunun Analitik Özellikleri 231
9.1.3. KLORÜR ANYONU (Cl^-) 233
9.1.3.1. Klorür Anyonunun Analitik Özellikleri..... 233
9.1.4. BROMÜR ANYONU (Br^-) 235
9.1.4.1. Bromür Anyonunun Analitik Özellikleri 236
9.1.5. İYODÜR ANYONU (I^-) 238
9.1.5.1. İyodür Anyonunun Analitik Özellikleri 238
9.2. IV. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ..... 240
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 245

10. ÖĞRENME BİRİMİ: V. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ.....248

10



10.1. V. GRUP ANYONLARI..... 250
10.1.1. NİTRİT ANYONU (NO_2^-) 250
10.1.1.1. Nitrit Anyonunun Analitik Özellikleri 250
10.1.2. NİTRAT ANYONU (NO_3^-) 253
10.1.2.1. Nitrat Anyonunun Analitik Özellikleri.....253
10.1.3. ASETAT ANYONU (CH_3COO^-).....255
10.1.3.1. Asetat Anyonunun Analitik Özellikleri.....256
10.1.4. KLORAT ANYONU (ClO_3^-).....257
10.1.4.1. Klorat Anyonunun Analitik Özellikleri 258
10.2. V. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ..... 260
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 263

KAYNAKÇA.....266
CEVAP ANAHTARI 268

DERS MATERYALİNİN TANITIMI



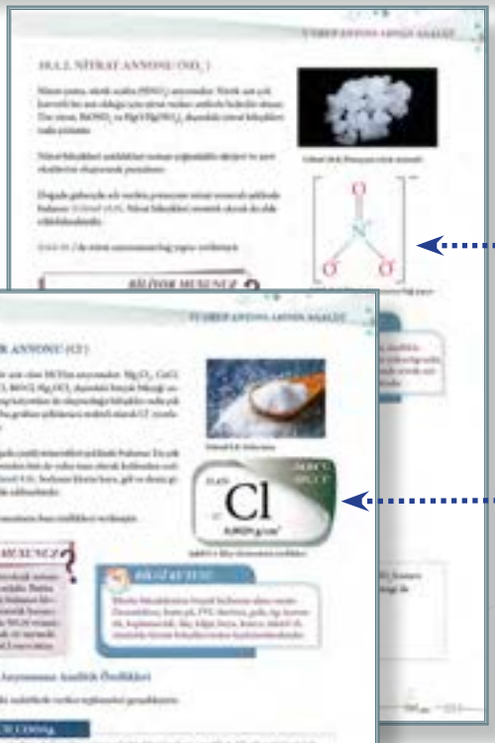
Öğrenme biriminin numarasını gösterir.

Öğrenme biriminin konularını gösterir.

Öğrenme biriminin açıklamasını gösterir.

Konuya dikkat çekmek, bilgi ve becerilere yönelik merak oluşturmak için yapılacak ön çalışmayı gösterir.

Öğrenme biriminin adını gösterir.



Çok atomlu iyonların bağ yapısını gösterir.

Karekod okuyucu ile tarayarak resim,video, animasyon, soru ve çözümleri vb. ilave kaynaklara ulaşabileceğiniz barkodu gösterir.



Elementlerin bazı tanımlayıcı özelliklerini gösteren bölümdür.

İyonun, analizinde kullanılan kimyasal maddelerle verdiği reaksiyonları içeren bölümdür. Bu bölümde iyonun kimyasal madde ile verdiği reaksiyon sonucu oluşturduğu çökelek veya çözeltiyi gösteren fotoğraf verilmiştir.

Atom kütlesi

200,59

Hg

80

Atom numarası

357 °C

Kaynama noktası

-39 °C

Donma noktası

13,53 g/cm³

Özkütlesi

Konuyla ilgili dikkat çekici bilgiler içeren bölümdür.

BİLİYOR MUSUNUZ?

1600'lü yıllarda İtalya'nın Bologna bölgesinde ışıkta parlayan bazı taşlar keşfedildi. Simyacıların büyülü olduklarına inandıkları bu taşlara "Bologna Taşları" denilyordu. 1700'lü yıllarda bu taşların bilinmeyen bir elementin sülfatları olduğu anlaşıldı. 1808 yılında Bologna Taşları'nın (barit mineralinin) ayrıştırılması ile baryum elde edildi.

İyonların kullanım alanlarını ve konuyla ilgili açıklayıcı bilgileri içeren bölümdür.

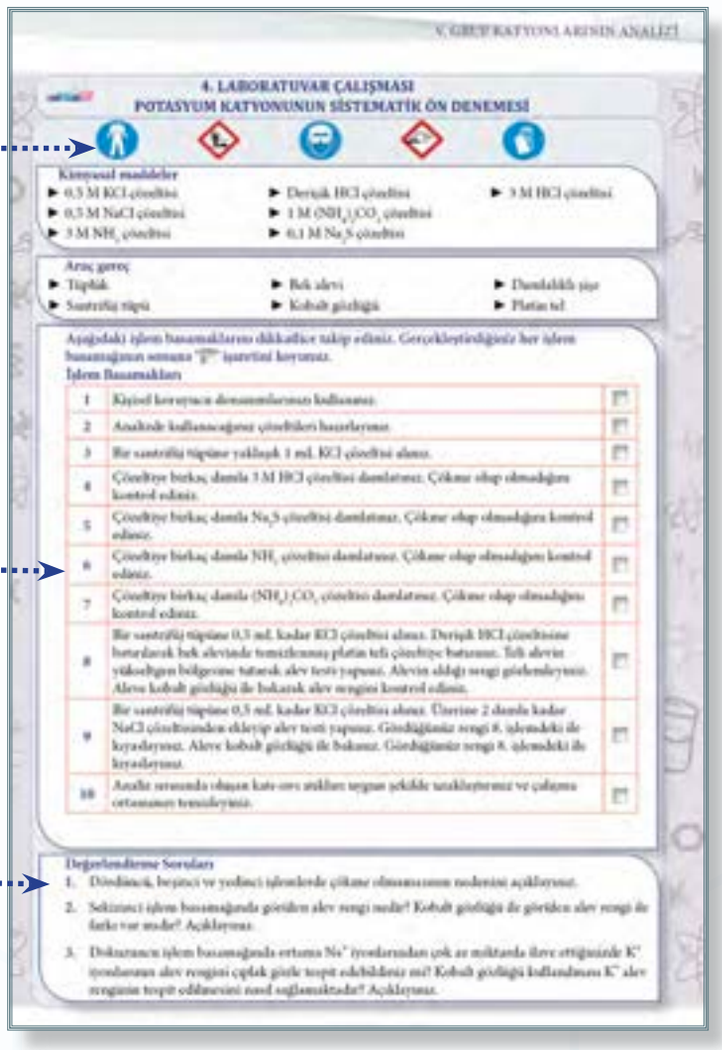
BİLGİ KUTUSU

Tıpta radyolojik görüntülemede kullanılan baryum; kauçuk, cam, plastik, reçine, havai fişek üretimi vb. sanayi alanlarında da kullanılmaktadır.

Uygulamada alınması gereken önlemlerle ilgili güvenlik işaretleri verilmiştir.

İyonun tanınması için kullanılan işlemleri gösteren uygulama faaliyetidir.

Laboratuvar çalışması yapılan iyonun özellikleri ile ilgili sorular yardımıyla uygulamanın pekiştirilmesi amaçlanmaktadır.



V. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI

POTASYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ

Kimyasal maddeler

- 0,5 M KCl çözeltisi
- 0,5 M NaCl çözeltisi
- 3 M NH_4 çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 1 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Bek alevi
- Kobalt gözlüğü
- Damlalıklı şişe
- Platin tel

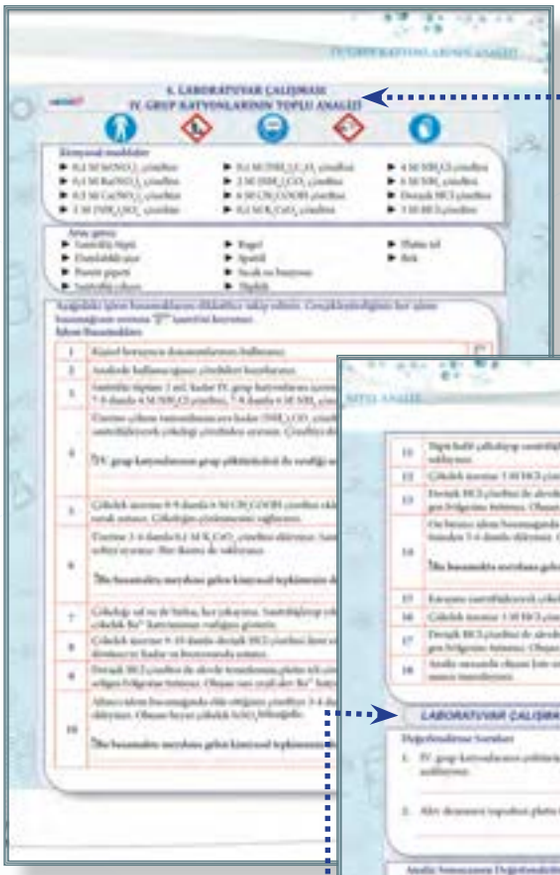
Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "✓" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

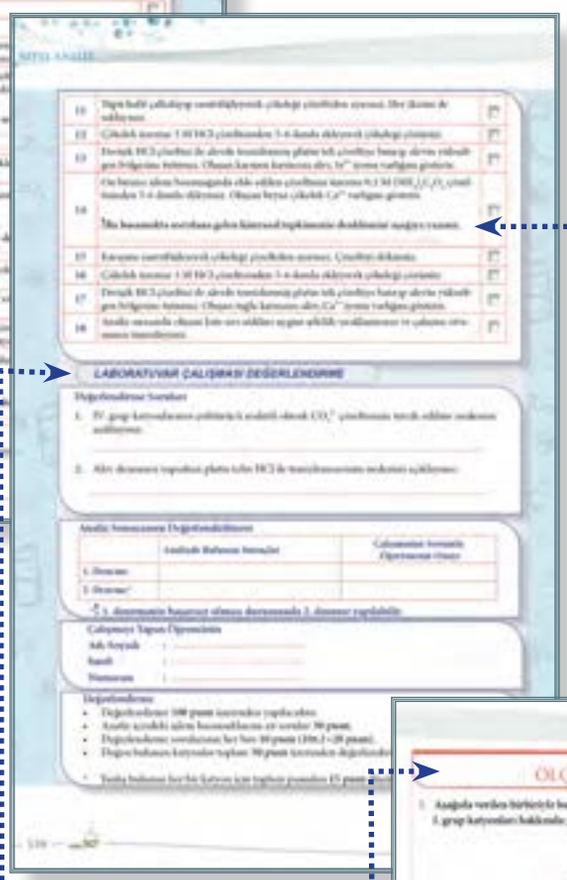
1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL KCl çözeltisi alınız.
4	Çözeltiye birkaç damla 3 M HCl çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.
5	Çözeltiye birkaç damla Na_2S çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.
6	Çözeltiye birkaç damla NH_4 çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.
7	Çözeltiye birkaç damla $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.
8	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar KCl çözeltisi alınız. Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutarak alev testi yapınız. Alevin aldığı rengi gözlemleyiniz. Alevi kobalt gözlüğü ile bakarak alev rengini kontrol ediniz.
9	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar KCl çözeltisi alınız. Üzerine 2 damla kadar NaCl çözeltisinden ekleyip alev testi yapınız. Gözlediğiniz rengi 8. işlemdeki ile kıyaslayınız. Alevi kobalt gözlüğü ile bakınız. Gözlediğiniz rengi 8. işlemdeki ile kıyaslayınız.
10	Analiz sırasında oluşan katı-sıvı atıkları uygun şekilde tasniflayınız ve çalışma ortamını temizleyiniz.

Değerlendirme Soruları

1. Döndürücü, beyinci ve yedinci işlemlerde çökme olmamasının nedenini açıklayınız.
2. Sekizinci işlem basamağında görülen alev rengi nedir? Kobalt gözlüğü ile görülen alev rengi ile farkı var mıdır? Açıklayınız.
3. Dokuzuncu işlem basamağında ortama Na^+ iyonlarından çok az miktarda ilave ettiğinizde K^+ iyonlarının alev rengini çıplak gözle tespit edebilirsiniz mi? Kobalt gözlüğü kullanılmazsa K^+ alev renginin tespit edilmesini nasıl sağlamaktadır? Açıklayınız.



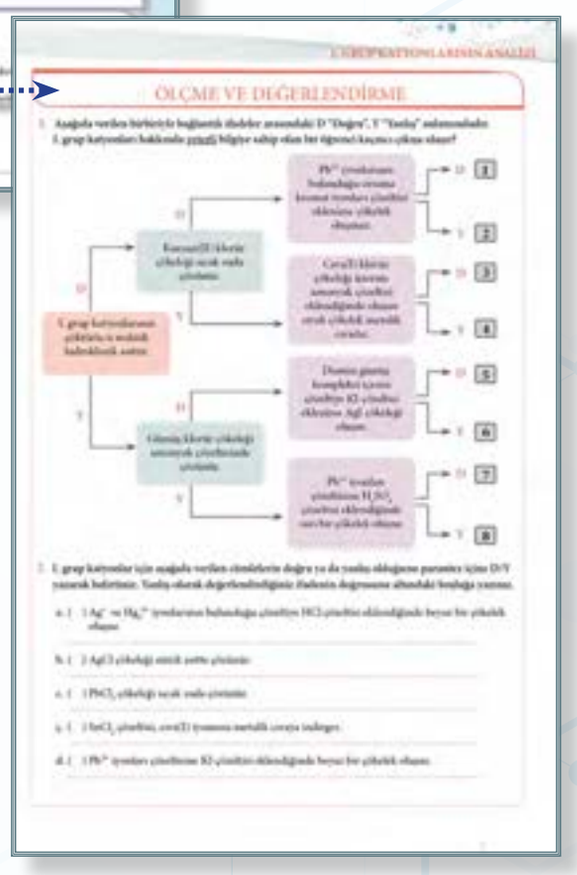
Grup iyonlarını içeren numunenin analizinde yapılacak işlemleri gösteren uygulama faaliyetidir.



İlgili işlem basamağında gerçekleşen tepkime denklemini yazarak öğrencinin süreç değerlendirmesi yapması amaçlanmaktadır.

Laboratuvar çalışmasının değerlendirilmesi amacıyla analizle ilgili soruların, öğrencinin numunesinde bulduğu iyonların ve uygulamanın değerlendirme kriterlerinin yer aldığı bölümdür.

Öğrenme birimi ile ilgili farklı tarzda soruları içeren bölümdür.



GÜVENLİK İŞARETLERİ

	**Gözlük Kullan** Gözlüksüz çalışmanın tehlikeli olacağını gösteren işarettir.
	**Koruyucu Giysi** İşlem sırasında kıyafetlere ve cilde zarar verebilecek maddelerin kullanılacağını, koruma amaçlı önlük ya da tulum giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Elektrik Güvenliği** İşlem esnasında şehir elektriğinin kullanılacağını, tedbirlerin alınıp iletken uçlara dokunulmaması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Yangın Güvenliği** İşlem esnasında yangın çıkarabilecek malzemelerin kullanılacağını, tedbirlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Sıcak Cisim Güvenliği** İşlemlerde ısıtıcı ya da sıcak bir malzemenin kullanılacağını, el, ayak ve diğer organların yanmaması için gerekli önlemlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Zehirli (Toksik)** İşlemler sırasında kullanılacak maddelerin ağız, deri ve solunum yoluyla zehirlenmelere yol açabileğini, kanserojen etkisi olduğunu, vücut ile temas ettirilmemesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Patlayıcı** İşlemler esnasında kullanılacak maddelerin kıvılcım, ısı, alev, vurma, çarpma ve sürtünmeye maruz kaldığında patlayabileceğini gösteren işarettir.
	**Ekotoksik** İşlemler esnasında doğaya ve canlılara zarar veren maddelerin kullanılacağını, çalışma bitiminde bu malzemelerin kontrollü bir şekilde imha edilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Yanıcı ve Parlayıcı** İşlemlerde yanıcı ve parlayıcı malzemelerin kullanılacağını, bu nedenle tutuşturucu özelliği olan maddelerden uzak tutulmaları gerektiğini gösteren işarettir.
	**Basınç Altında Gaz** İşlemlerde yüksek basınçlı gaz kullanılacağını, sıcakta patlayabileceğini, güneş ışığında bırakılmaması ve iyi havalandırılmış ortamlarda saklanması gerektiğini gösteren işarettir.

	**Isı Güvenliği** İşlemler esnasında çok sıcak bir malzemenin kullanılacağını, bu nedenle eldiven giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Duman Güvenliği** Kimyasal tepkimeler sonucu zararlı gazlar oluşabileceğini, bu nedenle koruyucu maske kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Kesici ve Delici Cisim Güvenliği** İşlemler esnasında kesici ve delici araçların kullanılacağını, malzemeler kullanılırken dikkatli olunması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Kırılabilir Cam Güvenliği** İşlemlerde kırılabilecek malzemelerin kullanılacağını, cam malzemeleri ani sıcaklık değişiminden ve yüksek ısıdan uzak tutmak gerektiğini gösteren işarettir.
	**Göz Güvenliği** Çalışma ortamındaki buhar, toz, şiddetli ışık, yüksek sıcaklık vb. etkenlerden dolayı yüzün ve gözün zarar görebileceğini gösteren işarettir.
	**Sağlık Etkisi** İşlemler esnasında kullanılan maddelerin solunum zorluğuna, alerji ve astım belirtilerine yol açabileceğini, yetersiz havalandırma şartlarında uygun solunum cihazının takılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Korozif** İşlemler sırasında korozif (aşındırıcı) maddelerin kullanılacağını, çalışma anında gözleri, deriyi ve solunum yollarını koruyan donanımların kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Tahriş Edici, Rahatsız Edici** İşlemler esnasında deriye, göze ve solunum yollarına hasar verebilecek maddelerin kullanılacağını, önlemlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Oksitleyici** İşlemlerde, havasız ortamlarda bile alevlenmeye sebep olabilecek maddelerin kullanılacağını, bu malzemelerin sadece orijinal kutularında muhafaza edilmelerinin gerektiğini gösteren işarettir.
	**Radyoaktif** Kanserojen etki yapabilen radyoaktif malzemelerin kullanılacağını, bu işaretin bulunduğu maddelerden ve ortamlardan uzak durulması gerektiğini gösteren işarettir.





NİTEL ANALİZE GİRİŞ

KONULAR

- KİMYASAL ANALİZ TÜRLERİ
- NİTEL ANALİZDE KULLANILAN TEMEL İŞLEMLER
- NİTEL ANALİZ LABORATUVARINDA DİKKAT EDİLECEK HUSUSLAR
- KATYON VE ANYON ANALİZLERİ





NİTEL ANALİZ

Günümüzde sağlık sektöründen endüstriye, arkeolojiden çevre araştırmalarına, tarımdan hayvancılığa, ilaç üretiminden savunma sanayisine kadar birçok alanda çeşitli kimyasal analizler yapılmaktadır. Bir kaynak suyunun içilebilir olup olmadığı, tarım yapılacak bir arazinin hangi minerallere ihtiyacı olduğu, kanın içeriğinde bulunan minerallerin ve hormonların miktarı kimyasal analizler sonucunda tespit edilir.



Görsel 1: Laboratuvarda kimyasal analiz

Bir numunenin içerisinde bulunan maddelerin türlerini ve miktarlarını belirleme işine **kimyasal analiz** denir (Görsel 1). Kimyasal analiz, nitel (kalitatif) ve nicel (kantitatif) analiz olmak üzere iki basamaktan oluşur. Numune içindeki maddelerin türlerini bulmak için yapılan analize **nitel (kalitatif) analiz** denir. Bu maddelerin miktarlarını belirlemek için yapılan analize ise **nicel (kantitatif) analiz** adı verilir.

BİLGİ KUTUSU

Bir maddenin içeriğini nitel ve nicel olarak belirlemek amacıyla kullanılan yöntemleri inceleyen ve geliştiren kimya dalına **analitik kimya** denir.

Kimyasal analiz metotları, çalışılan numunenin miktarına göre üçe ayrılır:

1. **Makro analiz** (5-100 mL numune)
2. **Yarı mikro (semi mikro) analiz** (0,05-5 mL numune)
3. **Mikro analiz** (µL seviyesinde numune)

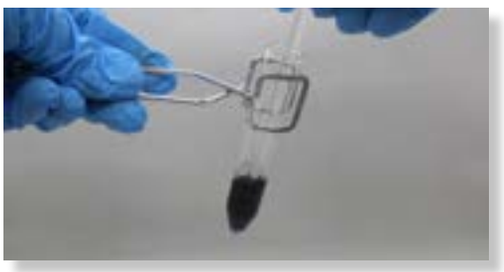
Nitel analiz çoğunlukla düşük mL'deki numunelerle çalışıldığı için yarı mikro analiz olarak sınıflandırılır.

NİTEL ANALİZDE KULLANILAN TEMEL İŞLEMLER

Nitel analizde çalışılacak numuneye aşağıdaki işlemler uygulanır.

Karıştırma

Çözeltiye reaktif ilave edilip baget ile karıştırılır (Görsel 2). Karıştırma işlemi reaksiyonun hızlı ve tam olarak gerçekleşmesi için yapılır.



Görsel 2: Reaktifin karıştırılması

Çöktürme

İki çözelti karıştırıldığı zaman suda çözünmeyen bir katı oluşuyorsa bu olaya **çökme** adı verilir. Nitel analizde çöktürme işlemi bir santrifüj tüpü içine reaktif eklenmesi ile gerçekleştirilir (Görsel 3).

Çöktürme işlemi yapılırken aşağıdaki noktalara dikkat edilmelidir.

- Reaktifler çözeltiye yavaş yavaş eklenmeli ve baget yardımıyla iyice karıştırılmalıdır.
- Çözeltiye çok fazla çöktürücü reaktif ilave edilmemelidir. Aşırı reaktif ilavesi, analizde istenmeyen reaksiyonlara sebep olabilir.



Görsel 3: Çöktürme

Çökmenin tam olarak gerçekleştiğinden emin olunmalıdır. Bunun için çözelti tamamen şeffaf bir hâl alıncaya kadar beklenmeli, daha sonra üzerine 1-2 damla reaktif eklenerek bulanıklaşma olup olmadığı kontrol edilmelidir.

Çözeltinin Isıtılması

Isıtma işlemleri; bir reaksiyonun gerçekleşme hızının artırılması, bir maddenin çöktürülmesi veya çözülmesi amacıyla yapılan işlemlerdir. Çıplak alevde ısıtma işlemi yapılırken kimyasal maddeler çevreye sıçrayabilir. Bu nedenle ısıtma işlemleri daha çok su banyosunda yapılır (Görsel 4). Mutlaka çıplak alevde ısıtma yapmak gerekiyorsa tüp, tahta bir maşa ile tutulmalı ve ateşe yaklaştırılıp uzaklaştırılarak ısıtma işlemi tamamlanmalıdır.



Görsel 4: Sıcak su banyosu

Çözücünün Buharlaştırılması

Aşırı seyrelmiş çözeltilerin derişimlerini artırmak ve iyon kayıplarını önleyebilmek için çözücünün buharlaştırılması gerekebilir. Bu işlem sıcak su banyosunda ya da işlemin daha hızlı olması için açık alevde porselen kapsül kullanılarak gerçekleştirilir (Görsel 5). Kapsülde buharlaştırma işlemi yapılırken çözeltinin çevreye sıçrama ihtimaline karşı gözlük kullanılmalıdır.



Görsel 5: Çözücünün buharlaştırılması



Görsel 6: Santrifüj cihazı

Santrifüjleme

Sıvı içinde askıda kalan çökeleğin tüpe yapıştırılarak tam olarak ayrılması için yapılan işlemdir. Santrifüj cihazında karışımın yüksek hızda dönmesi ile askıda kalan çökeleğin dibe çökmesi sağlanır. Cihaz kullanılırken santrifüj tüpleri aşırı doldurulmamalı, cihaza karşılıklı ve sıvı seviyeleri eşit olacak şekilde yerleştirilmelidir (Görsel 6).

Kontrol Denemesi

Santrifüjleme işleminden sonra çökmenin tam olup olmadığını anlayabilmek için çözeltiye 1-2 damla reaktif ilave edilmelidir. Çözeltide bulanıklaşma meydana gelirse sıvıya biraz daha reaktif eklenerek çöktürme işlemi tamamlanmalı ve karışım tekrar santrifüj edilmelidir. Bu işlem iyon kaybı olmaması için önemlidir.

Çözelti ve Çökeleğin Ayrılması

Oluşan çökelek ile çözeltinin birbirinden ayrılması gerekir. Sıvı, pastör pipeti yardımıyla çökeleğin üzerinden alınır. Çökelek tüpün dibine yapışmışsa tüp eğilerek aktarma işlemi (dekantasyon) ile de sıvı boşaltılabilir.

Çökeleğin Yıkanması

Ayırma işleminden sonra üzerinde bir miktar çözelti kalan çökelek saf su ile yıkanarak analizi bozacak maddeler uzaklaştırılır. Yıkama işleminde az miktarda saf su çökelek üzerine ilave edildikten sonra bagetle iyice karıştırılarak tekrar santrifüj edilir. Gerektiğinde yıkama suyuna bir miktar çöktürücü ilave edilip çözünmenin önüne geçilir. Çökelelekten ayrılan çözelti kullanılacaksa bu işlemdeki yıkama suyu da çözelti üzerine eklenir.

Çökeleğin Bölünmesi

Oluşan çökelek birden fazla işlemde kullanılacaksa çökeleğin bölünerek başka tüplere alınması gerekir. Bu işlem iki şekilde yapılır.

1. Çökelek tamamen kurutulduktan sonra parçalanır ve toz hâline getirilerek bölünür.
2. Çökelek üzerine çok az miktarda saf su ilave edilip karıştırılarak bir süspansiyon elde edilir. Daha sonra bu süspansiyon tüplere bölünür.



Görsel 7: Alev denemesinin yapılışı

Alev Denemesi

Bazı iyonlar aleve tutuldukları zaman alevin renklenmesine sebep olur. Bu renkler her iyon için karakteristiktir. Alev rengine bakılarak çözeltide hangi iyonun olduğu tespit edilebilir. Nitel analizde alev denemesi, çözeltiye batırılan bir platin çubuğun bek alevine tutulmasıyla yapılır (Görsel 7).

NİTEL ANALİZ LABORATUVARINDA DİKKAT EDİLECEK HUSUSLAR

- Laboratuvarda çalışılırken düzenli olunmalıdır.
- Çalışma sonrasında işi biten malzemeler temizlenip yerlerine kaldırılmalıdır.
- Çalışılacak malzemelerin temiz olduğundan, üzerlerinde önceki çalışmalara ait kalıntı bulunmadığından emin olunmalıdır.
- Santrifüj cihazı, su banyosu gibi araçlar ortak kullanılacağı için santrifüj tüpleri üzerinde isim etiketleri bulunmalıdır.
- Derişimlerin yanlış hesaplanması, yapılacak analizlerin sonuçlarının da hatalı olmasına yol açar. Bu nedenle çözeltiler hazırlanırken hesaplamalar dikkatli ve doğru şekilde yapılmalıdır.
- Çözeltileri hazırlanan kimyasalların özelliklerine dikkat edilmelidir. Örneğin asit çözeltisi hazırlanırken asit üzerine doğrudan su eklenmemelidir. Özellikle sülfürik asit ve nitrik asit gibi aşırı ısınmaya sebep olan maddelerin çözeltileri hazırlanırken balon jojenin sürekli soğutulması gerekir.
- Hazırlanan çözeltilerin şişeleri kurallarına uygun şekilde etiketlenmelidir.
- Analizdeki çözeltiler her çalışma grubu için damlalıklı şişelere konularak kullanılacaktır. Bu nedenle damlalıklı şişeler de etiketli olmalıdır. Her çalışma grubu kendisine verilen damlalıklı şişeleri kullanmalıdır.
- Damlalıklı şişelerin ağızları mutlaka kapalı tutulmalıdır.
- İşlem basamakları dikkatle takip edilmeli, herhangi bir basamağın atlanmadığından emin olunmalıdır.
- Çalışılacak gruptaki iyonların özellikleri iyi bilinmelidir.
- Çalışma sırasında meydana gelen reaksiyonlar not alınmalıdır. Her basamakta hangi reaksiyonların gerçekleştiği bilinmelidir.
- Kullanılacak reaktif miktarı, eldeki numune miktarı dikkate alınarak belirlenmelidir.
- Kontrol denemesi yapılarak çöktürücü reaktifin yeterli miktarda eklendiğinden emin olunmalıdır. Çöktürücü reaktifin miktarı gereğinden az ya da çok olmamalıdır.
- Tüplerin santrifüj cihazına karşılıklı olarak ve eşit miktarlarda sıvı içerecek şekilde yerleştirildiğinden emin olunmalıdır.
- Santrifüj cihazı tamamen durmadan cihazın kapağı açılmamalıdır.
- Santrifüj işlemi sonrasında çökeleğin iyice çöktüğünden emin olunmalıdır.
- Çözelti ve çökelek dikkatli bir şekilde ayrılmalıdır.
- Santrifüj işlemi sonrasında çökelek, aksi belirtilmediği sürece, saf su ile yıkanmalıdır.
- Santrifüjde elde edilen çözeltinin kullanılıp kullanılmayacağına dikkat edilmelidir.
- Çalışma bittikten sonra kullanılan kimyasallar yerlerine kaldırılmalıdır.

ÇÖZELTİLERİN HAZIRLANMASI

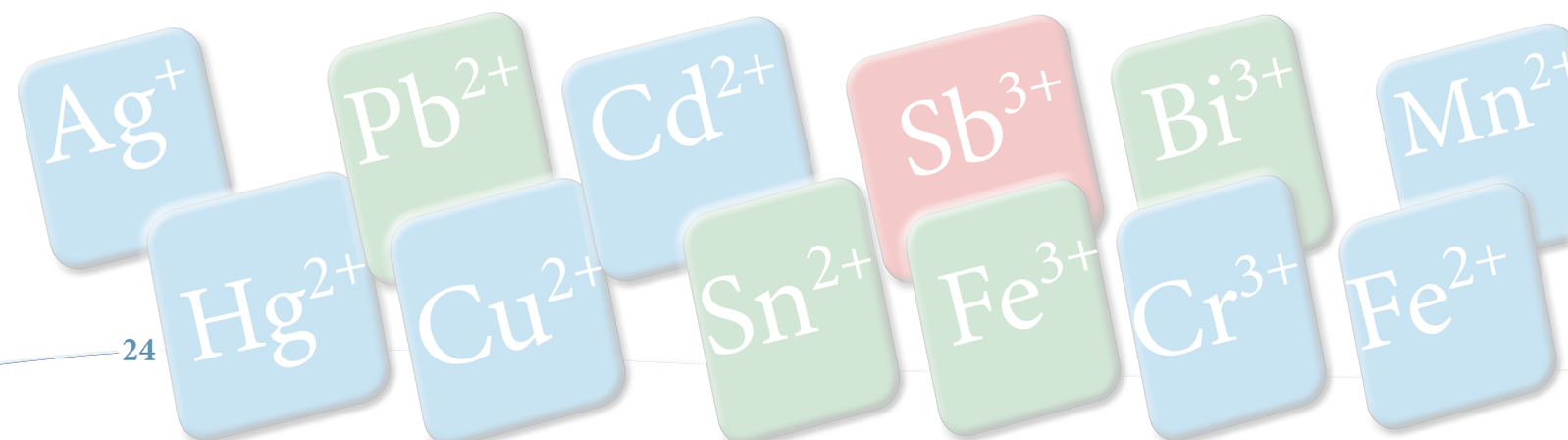
Analiz için kullanılacak kimyasal maddeler laboratuvarda katı veya sıvı hâlde saklanabilir. Bu maddelerin çözeltileri, istenen derişimde hazırlanarak analizlerde kullanılır. Bir maddenin belirli bir derişimde çözeltisini hazırlamak için önce kullanılacak madde miktarı hesaplanır sonra güvenlik kurallarına dikkat edilerek hesaplanan miktardaki madde ile çözelti hazırlanır.

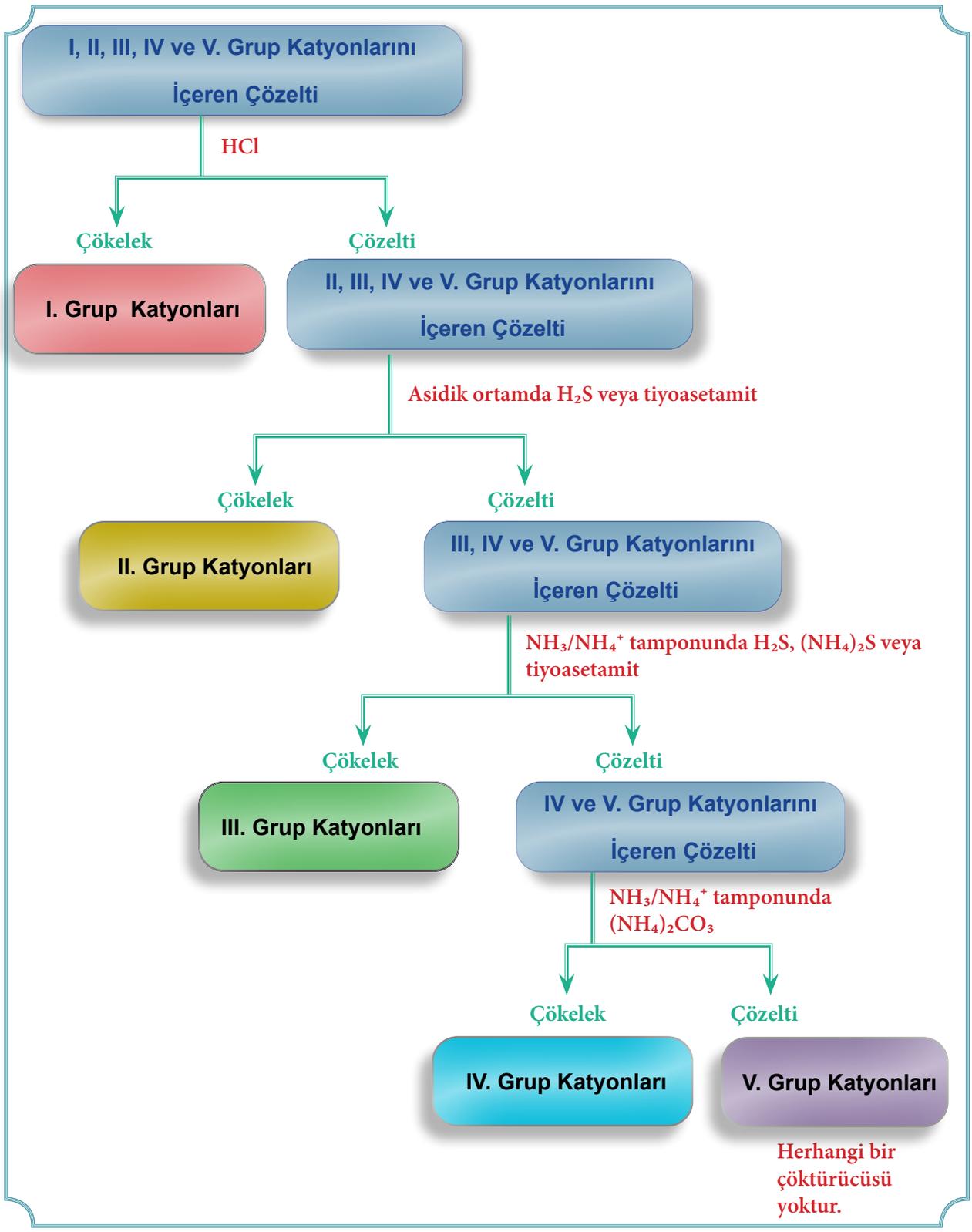
KATYON VE ANYON ANALİZLERİ

Bir numunenin içerisindeki katyonlar çeşitli reaktifler yardımıyla sistematik olarak çöktürülür. Ardından çeşitli tanınma reaksiyonlarına tabi tutularak nitel analizleri yapılır. Bu şekilde sistematik bir analiz yapılabilmesi için katyonlar, çöktürücü reaktiflerle verdikleri çökelme tepkimelerine göre beş gruba ayrılır. Tablo 1'de katyonların gruplandırması, Şema 1'de de sistematik ayrılması verilmiştir.

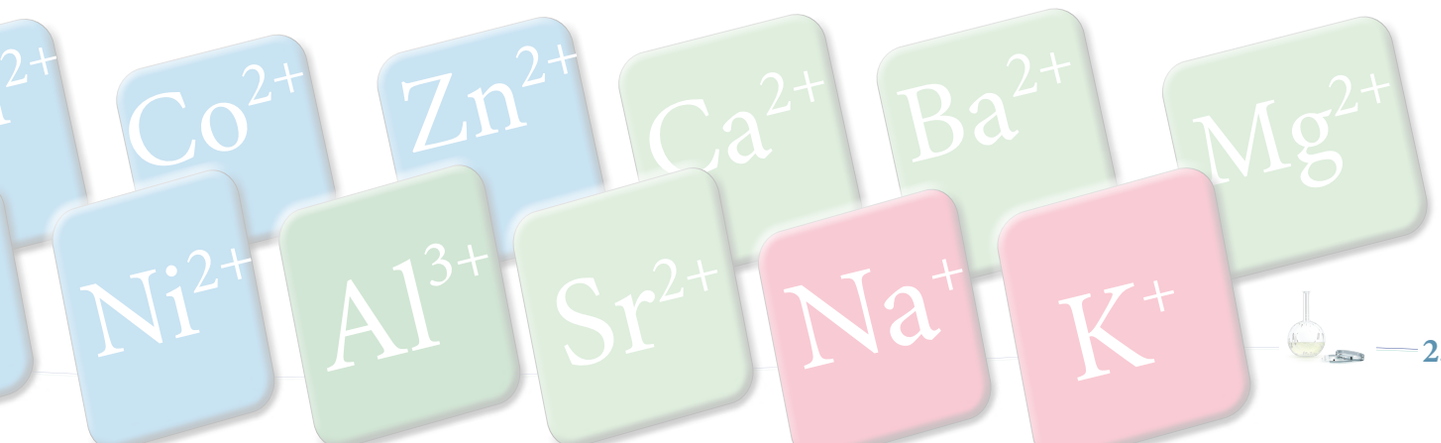
Tablo 1: Katyonların Gruplandırılması

GRUP	ÇÖKTÜRÜCÜ REAKTİF	İYONLAR	ÇÖKELEĞİN FORMÜLÜ	AYIRICI ÖZELLİĞİ
I. GRUP	Seyreltik HCl	Ag^{+}, Pb^{2+}, Hg_2^{2+}	AgCl, $PbCl_2$, Hg_2Cl_2	Klorürleri soğuk seyreltik HCl çözeltisinde çözünmez.
II. GRUP	H_2S, tiyoasetamit, seyreltik HCl (pH≈1)	Hg^{2+}, Bi^{3+}, Cu^{2+}, Cd^{2+}, Sb^{3+}, Sb^{5+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, As^{3+}, As^{5+}, Pb^{2+}	HgS, Bi_2S_3, CuS, CdS, Sb_2S_3, Sb_2S_5, SnS, SnS_2, As_2S_3, As_2S_5, PbS	Oluşan sülfür bileşikleri seyreltik HCl'de çözünmez.
III. GRUP	H_2S, NH_3/NH_4^{+} tamponunda (pH≈8)	Al^{3+}, Cr^{3+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Mn^{2+}, Zn^{2+}, Fe^{2+}, Fe^{3+}	$Al(OH)_3$, $Cr(OH)_3$, NiS, CoS, MnS, ZnS, FeS, Fe_2S_3	Hidroksit ve sülfür bileşikleri NH_4Cl ve seyreltik NH_3 lı ortamda çöker.
IV. GRUP	$(NH_4)_2CO_3$, NH_3/NH_4^{+} tamponunda	Ba^{2+}, Sr^{2+}, Ca^{2+}	$BaCO_3$, $SrCO_3$, $CaCO_3$	Karbonat bileşikleri NH_3/NH_4^{+} tamponunda çöker.
V. GRUP	Belirli bir çöktürücü reaktifi yoktur.	Mg^{2+}, Na^{+}, K^{+}, NH_4^{+}	_____	İlk dört grubun çöktürücü reaktifleriyle çökmeyen katyonlardır.





Şema 1: Katyonların sistematik ayrılması

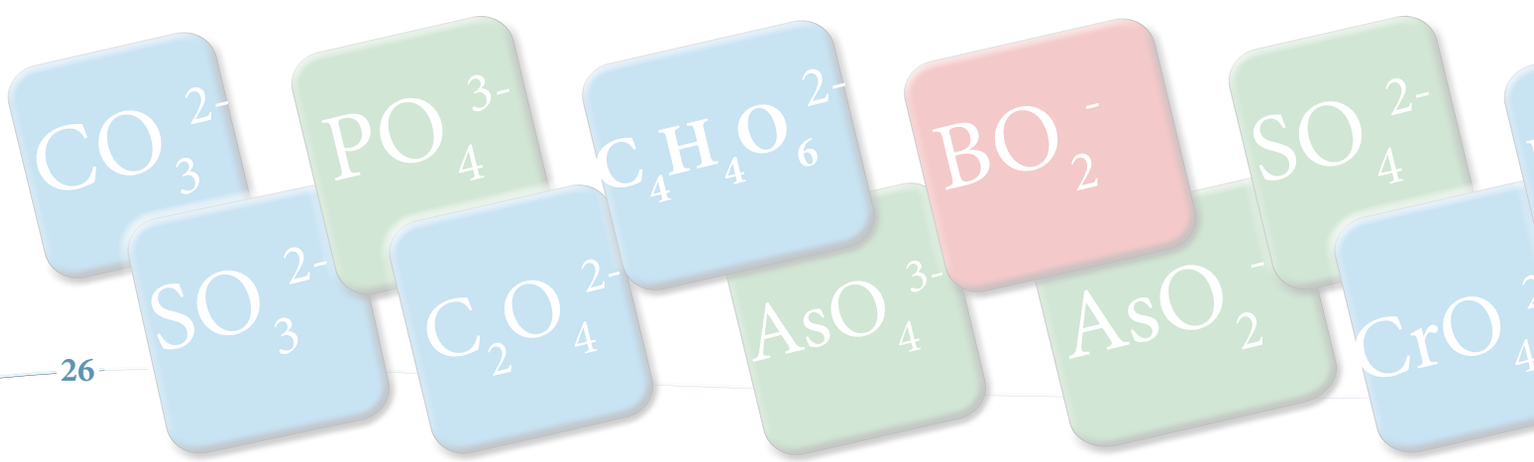


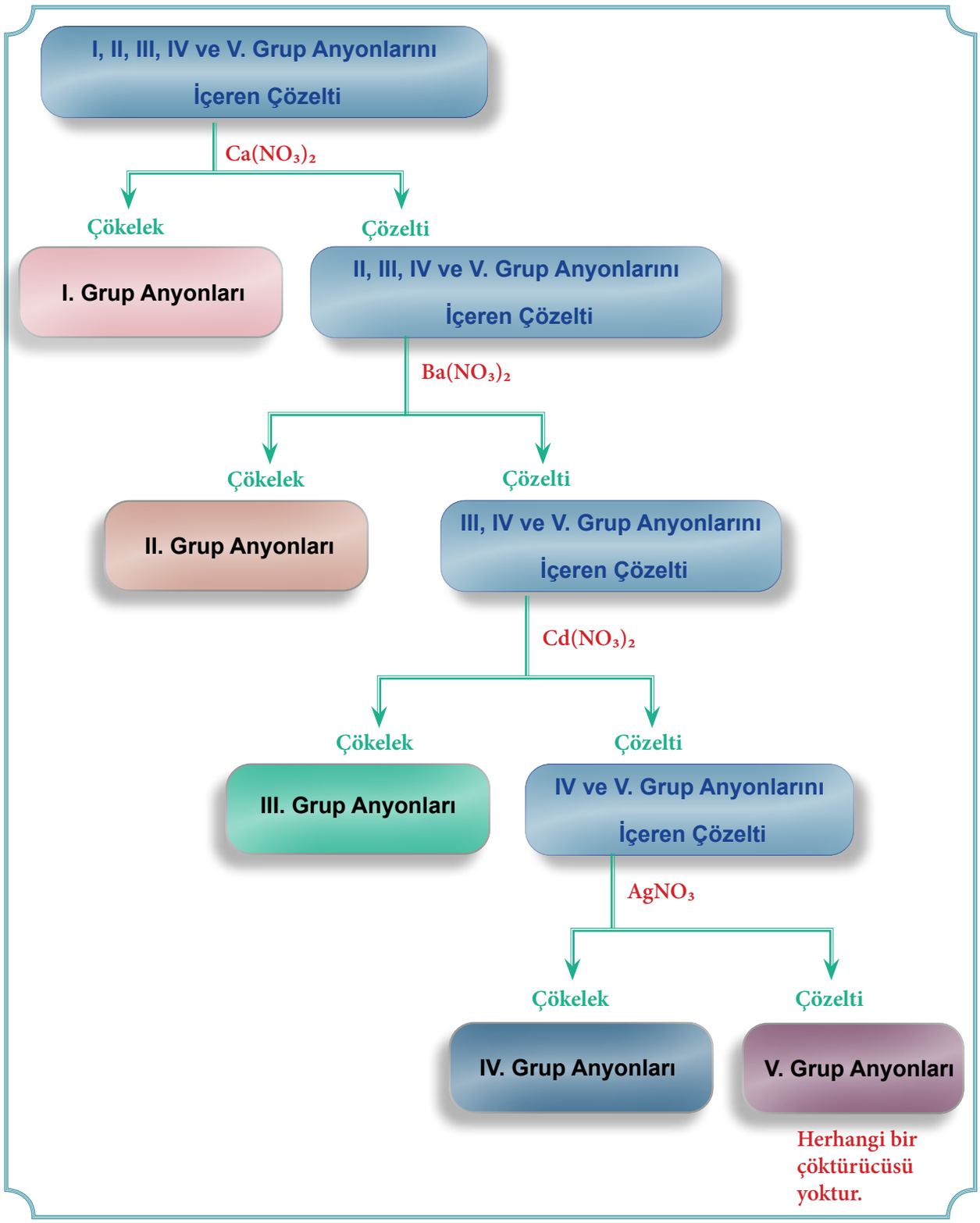
Anyonlar da katyonlar gibi çöktürücü reaktiflerine göre beş gruba ayrılır. Örneğin nötral veya hafif bazik ortamda Ca^{2+} ile çökelek oluşturabilen CO_3^{2-}, SO_3^{2-}, PO_4^{3-}, $C_2O_4^{2-}$, F^-, AsO_2^-, AsO_4^{3-}, BO_2^-, $C_4H_4O_6^{2-}$ anyonları I. grup anyonları olarak sınıflandırılmıştır.

Anyonların analizleri yapılırken Na^+, K^+ ve NH_4^+ dışındaki katyonlar, reaktiflerin ilave edilmesi ile birlikte analizi bozucu etki yapabilir. Bu nedenle anyon analizleri yapılırken numunede farklı katyonların bulunmamasına dikkat edilmelidir.Tablo 2'de katyonların gruplandırması, Şema 2'de de sistematik ayrılması verilmiştir.

Tablo 2: Anyonların Gruplandırılması

GRUP	ÇÖKTÜRÜCÜ REAKTİF	İYONLAR	ÇÖKELEĞİN FORMÜLÜ	AYIRICI ÖZELLİĞİ
I. GRUP	$Ca(NO_3)_2$	CO_3^{2-}, SO_3^{2-}, PO_4^{3-}, $C_2O_4^{2-}$, F^-, AsO_2^-, AsO_4^{3-}, BO_2^-, $C_4H_4O_6^{2-}$	$CaCO_3$, $CaSO_3$, $Ca_3(PO_4)_2$, CaC_2O_4, CaF_2, $Ca(AsO_2)_2$, $Ca_3(AsO_4)_2$, $Ca(BO_2)_2$, $CaC_4H_4O_6$	Nötral veya hafif bazik ortamda kalsiyum iyonu ile çökelek oluşturur.
II. GRUP	$Ba(NO_3)_2$	SO_4^{2-}, CrO_4^{2-}	$BaSO_4$, $BaCrO_4$	Hafif bazik ortamda baryum iyonu ile çökelek oluşturur.
III. GRUP	$Cd(NO_3)_2$	S^{2-}, $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$	CdS, $Cd_2[Fe(CN)_6]$, $Cd_3[Fe(CN)_6]_2$	Kadmiyum iyonu ile çökelek oluşturur.
IV. GRUP	$AgNO_3$	$S_2O_3^{2-}$, SCN^-, I^-, Br^-, Cl^-	$Ag_2S_2O_3$, AgSCN, AgI, AgBr, AgCl	Asidik çözeltide gümüş iyonu ile çökelek oluşturur.
V. GRUP	Belirli bir çöktürücü reaktifi yoktur.	ClO_3^-, NO_2^-, NO_3^-, CH_3COO^-	_____	İlk dört grupta çökmeyen anyonlardır.

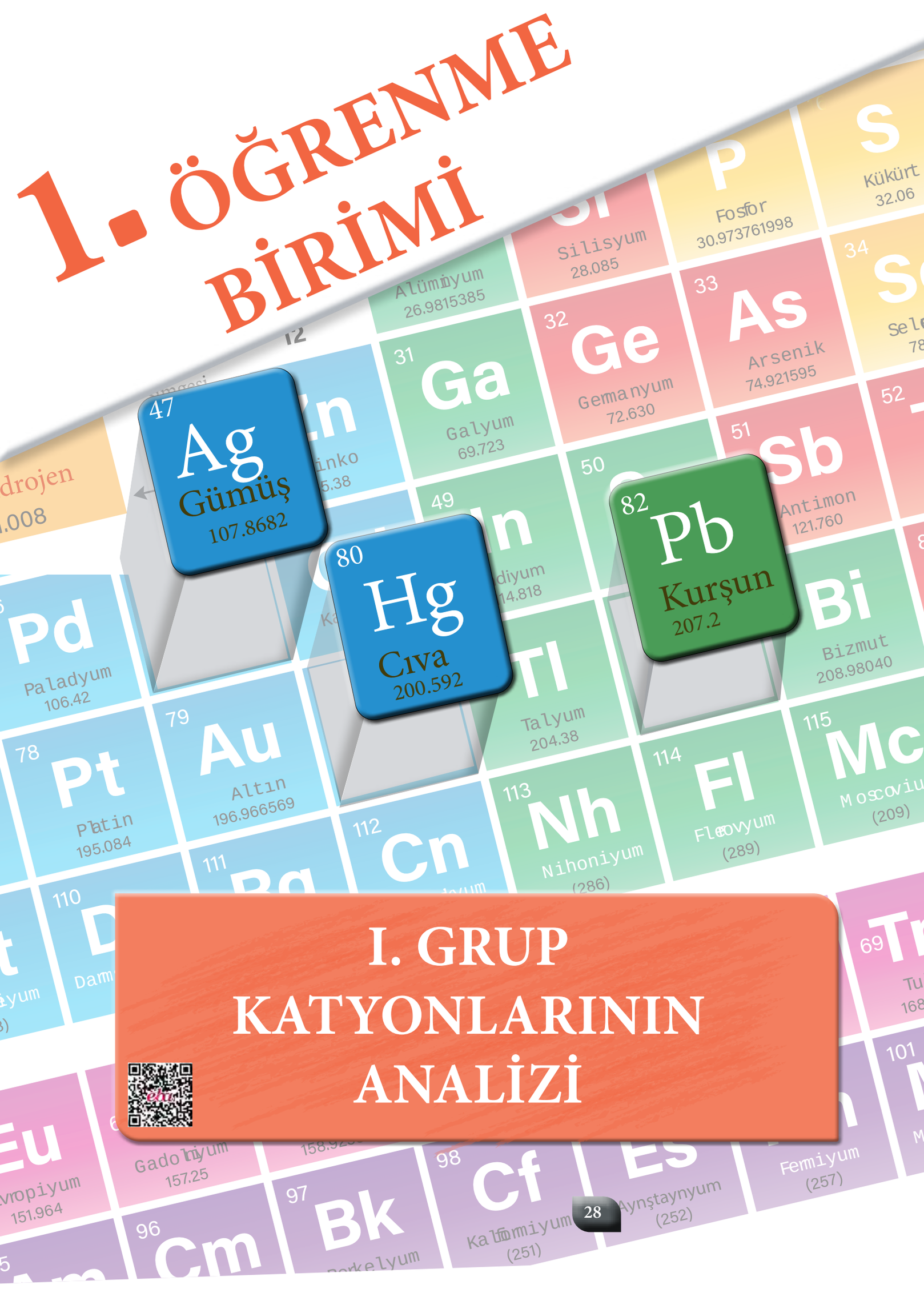




Şema 2: Anyonların sistematik ayrılması



1. ÖĞRENME BİRİMİ



I. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 1.1. I. GRUP KATYONLARI
- 1.2. I. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- **I. grup katyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar**
- **Bir numunede bulunan I. grup katyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları**

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- **Bildiğiniz klorür iyonu içeren bileşiklerin listesini yapınız. Bunların arasında suda çözünmediğini bildiğiniz bileşikler varsa arkadaşlarınızla paylaşınız.**
- **I. grup katyonları Ag^{+}, Hg_2^{2+} ve Pb^{2+} iyonlarıdır. Bu katyonların periyodik tablodaki yerlerini inceleyiniz. Bu şekilde gruplandırılmalarının periyodik tablodaki yerleri ile ilgisi olup olmadığını değerlendiriniz.**

1.1. I. GRUP KATYONLARI

Klorür (Cl^-) iyonu ile çöktürülen Ag^+, Hg_2^{2+}, Pb^{2+} katyonları **I. grup katyonlar** olarak adlandırılır. Ag^+, Hg_2^{2+}, Pb^{2+} iyonlarının klorürlü bileşikleri suda çok az çözündükleri için bu iyonlar, ortama klorür iyonu (Cl^-) ilavesi ile çökelek oluşturur. Bu grup için çöktürücü reaktif olarak soğuk seyreltik (3 M) HCl çözeltisi kullanılır. $PbCl_2$ ün çözünürlüğü diğer iki bileşikten fazla olmasına rağmen oda sıcaklığında tanınmasına yetecek kadar çöker. Yüksek sıcaklıkta ise çözünerek çökelekten ayrılır.

Tablo 1.1: I. Grup Katyonlarının Klorür Bileşiklerinin Renkleri ve 25 ˚C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
$AgCl$	Beyaz	$1{,}35.10^{-5}$	$1{,}9.10^{-3}$
Hg_2Cl_2	Beyaz	$6{,}7.10^{-7}$	$3{,}2.10^{-4}$
$PbCl_2$	Beyaz	$1{,}6.10^{-2}$	4,5

1.1.1. GÜMÜŞ KATYONU (Ag^+)

Gümüş elementi, parlak ve beyaz renkli, kolay işlenebilen bir metaldir (Görsel 1.1). Periyodik tablonun IB grubunda (11. grup) yer alır. Doğada genellikle klorürlü ve sülfürlü mineralleri şeklinde bulunur. Bileşiklerinde Ag^+ iyonları hâlindedir. $AgNO_3$, $AgMnO_4$, $AgClO_3$, $AgClO_4$, AgF dışındaki gümüş bileşikleri suda çok az çözünür.

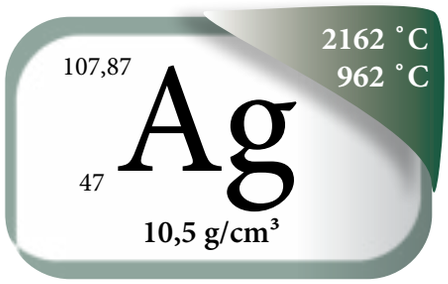


Görsel 1.1: Gümüş metali

Şekil 1.1'de gümüş elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLGİ KUTUSU

Gümüş; süs eşyası yapımı, fotoğrafçılık, ilaç üretimi, metal para üretimi gibi endüstrinin çeşitli alanlarında kullanılan kıymetli bir elementtir.



Şekil 1.1: Gümüş elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ?

Endüstride gümüş külçelerindeki gümüş miktarını tespit etmek için analiz yapılmaktadır. Gümüş külçelerine HNO_3 ilave edilince oluşan $AgNO_3$ çözeltisi klorür iyonları ile titre edilerek külçedeki gümüş miktarı belirlenir.

BİLGİ KUTUSU

Gümüş, vücuttan kolay atılabilen bir element olmadığı için sürekli alınması hâlinde dokularda birikir. Bu şekilde biriken gümüş, cildin zamanla mavi-mor renk almasına sebep olur. Gümüş kaynaklı mavi cilt hastalığına **arjiri** denilmektedir.

1.1.1.1. Gümüş Katyonunun Analitik Özellikleri

Ag^+ katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

HCl

Ag^+ iyonları içeren bir çözeltiye seyreltik HCl çözeltisi eklendiğinde AgCl oluşarak çöker (Görsel 1.2). Tepkime çözeltideki Cl^- iyonları ile gerçekleşir. H^+ iyonları ortamda seyirci iyon olarak bulunur.



Görsel 1.2: AgCl çökeleği

$$Ag^+(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k)$$

BİLGİ KUTUSU

Çökelme reaksiyonlarında, ortamda bulunan ancak çökelmeye katılmayan iyonlara **seyirci iyonlar** denir. Ag^+ iyonunun HCl çözeltisi ile tepkimesinin tam denklemi

$$AgNO_3(suda) + HCl(suda) \rightarrow AgCl(k) + H^+(suda) + NO_3^-(suda)$$

şeklindedir. Bu reaksiyonda H^+ ve NO_3^- iyonları seyirci iyonlardır.

AgCl bileşiği, Cl^- iyonlarının aşırısının eklenmesi durumunda kompleks iyon oluşturarak çözünür.

$$AgCl(k) + Cl^-(suda) \rightarrow [AgCl_2]^-(suda)$$

Derişik HCl çözeltisi kullanılması durumunda yukarıdaki reaksiyona göre kompleksleşme olacağı için analizde Ag^+ katyonları çöktürülemez. Bu nedenle çöktürücü reaktif olarak seyreltik HCl çözeltisi kullanılmalıdır.

BİLGİ KUTUSU

Bazı moleküller ve iyonlar, üzerlerinde bulunan ortaklaşmamış elektron çiftleri ile bir metal atomuna veya katyonuna bağlanarak suda çözünür yapılar oluşturabilir. Bu yapılara **kompleks** adı verilir. Bu şekilde metalle kompleks oluşturabilen molekül ve iyonlara **ligand** denir. Bir çökelek üzerine ligand çözeltisi eklenirse kompleks oluşumu ile çökeleğin çözündüğü görülür.

$$\underset{\text{ligand}}{4NH_3(suda)} + Cu(OH)_2(k) \rightarrow \underset{\text{kompleks}}{[Cu(NH_3)_4]^{2+}(suda)} + 2OH^-(suda)$$

NH_3

Ag^+ iyonu, NH_3 ile kompleks iyon oluşturur. AgCl çökeleğinin üzerine 3 M NH_3 çözeltisi ilave edilirse

$$AgCl(k) + 2NH_3(suda) \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+(suda) + Cl^-(suda)$$

tepkimesi ile çökelek, diamin gümüş kompleksi oluşturarak çözünür. Bu reaksiyon ile Ag^+ iyonu, elde edilen çökelek karışımından ayrılır.

HNO_3

Diamin gümüş kompleksi içeren çözeltiye HNO_3 eklenirse asidik ortam, kompleksi parçalayarak gümüş iyonlarının ortamdaki klorür iyonları ile çökmesine sebep olur. Bu reaksiyon ile ortamda gümüş iyonlarının varlığından emin olunur.

$$[Ag(NH_3)_2]^+(suda) + 2HNO_3(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k) + 2NH_4^+(suda) + 2NO_3^-(suda)$$

KI

Ag^+ iyonları içeren çözeltiye KI çözeltisi eklenirse açık sarı renkli AgI bileşiği çöker (Görsel 1.3). Tepkimede K^+ iyonu seyirci iyondur.

$$Ag^+(suda) + I^-(suda) \rightarrow AgI(k)$$

Diamin gümüş kompleksi içeren çözeltiye KI eklenmesi durumunda kompleks yapı bozularak AgI çökeleği oluşur.

$$[Ag(NH_3)_2]^+(suda) + I^-(suda) \rightarrow AgI(k) + 2NH_3(suda)$$



Görsel 1.3: AgI çökeleği

NaOH-KOH

Ag^+ iyonları çözeltisine KOH veya NaOH çözeltisi eklendiğinde AgOH bileşiği çöker. Bu bileşik bozunarak siyah-kahverengi Ag_2O katısına dönüşür (Görsel 1.4).

$$Ag^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow AgOH(k)$$

$$2AgOH(k) \rightarrow Ag_2O(k) + H_2O(s)$$

Gümüş oksit çökeleği amonyak çözeltisinde diamin gümüş kompleksi oluşturarak çözünür (Tollens çözletisi) ancak alkali metal hidroksitlerinde çözünmez.

$$Ag_2O(k) + 4NH_3(suda) + H_2O(s) \rightarrow 2Ag(NH_3)_2^+(suda) + 2OH^-(suda)$$

Tollens çözeltisi glikoz gibi aldehit sınıfından organik bileşiklerle metalik gümüş oluşturur. Bu tepkime ile ayna üretilebilir.



Görsel 1.4: Ag_2O çökeleği

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
GÜMÜŞ KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HNO_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ 0,1 M KI çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Baget
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL $AgNO_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 3 M HCl çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyiniz. Kontrol denemesi yaptıktan sonra çözelti ve çökeleği ayırınız.	☐
6	1 damla 3 M HCl çözeltisi ve 10 damla saf su kullanarak çökeleği yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip sıcak su banyosunda karıştırarak 5 dakika kadar ısıtınız. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
8	Sıcak su banyosundan aldığınız karışımı birkaç dakika soğumaya bırakınız.	☐
9	Karışım üzerine 1 mL kadar 3 M NH_3 çözeltisinden ekleyip karıştırınız. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Elde edilen çözeltiyi iki santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
11	Tüplerden birine 4-5 damla 3 M HNO_3 çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
12	Diğer tüpe birkaç damla 0,1 M KI çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $AgNO_3$ ın HCl çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. AgCl suda çok az çözünen bir bileşik olmasına rağmen üzerine 3 M NH_3 çözeltisi eklendiğinde neden çözünmektedir? Bu olayda oluşan suda çözünür yapının formülü nedir? Açıklayınız.
3. On birinci işlem basamağında HNO_3 çözeltisi eklendikten sonra oluşan bulanıklığın sebebi nedir? Bu reaksiyonda çöken bileşiğin formülünü yazınız.
4. On ikinci işlem basamağında KI çözeltisi eklenmesi ile oluşan bileşiğin formülünü yazınız.

1.1.2. CIVA(I) KATYONU (Hg_2^{2+})

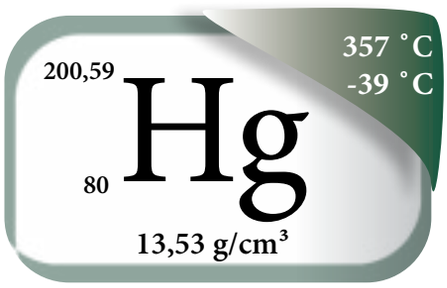
Cıva, periyodik tablonun IIB grubunda (12. grup) yer alan metalik gri renkte bir elementtir. Oda koşullarında sıvı hâldedir (Görsel 1.5). Cıva, bileşiklerinde +1 ve +2 yükseltgenme basamağında bulunur.



Görsel 1.5: Cıva metali

Havadan, sudan ve seyreltik asitlerden etkilenmeyen cıva ve bileşikleri toksiktir. Ayrıca cıva kokusuzdur ve kolayca buharlaşarak vücuda girebilir. Bu nedenle cıva ve bileşikleri ile çalışılırken dikkatli olunmalıdır.

Cıva(I) katyonunun $Hg_2(NO_3)_2$, $Hg_2(ClO_4)_2$ gibi bileşikleri suda çözünürken Hg_2Cl_2, Hg_2I_2, Hg_2O, Hg_2CrO_4 gibi bileşikleri çözünmez. Cıva(I) klorür suda çözünmediği için Hg_2^{2+} iyonu I. grup katyonları arasında yer alır.



Şekil 1.2: Cıva elementinin özellikleri

Cıva(I) katyonunda iki cıva atomu birbirine kovalent bağla bağlanmış hâlde, $[Hg\text{-}Hg]^{2+}$ şeklindedir. Hg^+ şeklinde bulunmaz. Bu nedenle Hg_2^{2+} şeklinde yazılmalıdır.
Hg_2^{2+} iyonu, yüksek pH'lı ortamda,

$$Hg_2^{2+}(suda) \rightarrow Hg(k) + Hg^{2+}(suda)$$

şeklinde bozunur. Bu reaksiyonda +1 yüklü Hg atomlarından biri +2'ye yükseltgenirken diğeri metalik cıvaya (yükseltgenme basamağı 0) indirgenir. Bu reaksiyona **dismutasyon** adı verilir.

Şekil 1.2'de cıva elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Cıvanın vücutta çok fazla bulunması sinir, bağışıklık, solunum sistemleri ile böbreklerde, ciltte ve diş etlerinde olumsuz etkilere sebep olmaktadır.

Kanda ve idrarda 50 µg/L'den daha fazla cıva bulunması sağlık açısından sakıncalıdır. Bu nedenle içme sularına ve kozmetik ürünlere cıva analizi yapılır.

BİLGİ KUTUSU

Cıva; saf altın eldesinde, termometre, barometre, floresan lamba yapımı gibi endüstrinin çeşitli alanlarında kullanılmıştır.

BİLGİ KUTUSU

1 hacim derişik HNO_3 çözeltisi ile 3 hacim derişik HCl çözeltisinin karıştırılması ile elde edilen karışıma **kral suyu** denilmektedir. Kral suyu, soy metallerin ve asitlerle çok zor çözünen bileşiklerin çözünmesini sağlar.

1.1.2.1. Cıva(I) Katyonunun Analitik Özellikleri

Hg_2^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

HCl

Hg_2^{2+} iyonları içeren çözeltiye seyreltik HCl çözeltisi eklenirse beyaz renkli Hg_2Cl_2 bileşiği çöker (Görsel 1.6). H^+ iyonları seyirci iyon olarak çözeltide kalır. Hg_2Cl_2 bileşiğine **kalomel** de denilmektedir.

$$\mathbf{Hg_2^{2+}(suda) + 2Cl^-(suda) \rightarrow Hg_2Cl_2(k)}$$



Görsel 1.6: Hg_2Cl_2 çökeleği

NH_3

Cıva(I) klorür üzerine NH_3 eklenirse Hg_2^{2+} iyonları dismutasyona uğrar. Reaksiyonda siyah çökelek meydana gelir. Bu çökelek beyaz renkli cıva(II) amidoklorür ile metalik cıvanın karışımıdır (Görsel 1.7). Çökeleğin siyah görünmesinin sebebi içindeki metalik cıvadır.

$$\mathbf{Hg_2Cl_2(k) + 2NH_3(suda) \rightarrow Hg(k) + HgNH_2Cl(k) + NH_4Cl(suda)}$$



Görsel 1.7: $HgNH_2Cl$ çökeleği ile metalik Hg karışımı

Cu

Bakırın yükseltgenme eğilimi cıvadan daha büyüktür. Bu nedenle Hg_2^{2+} iyonları içeren çözelti Cu metali ile temas ettirilirse metalin yüzeyi Hg ile kaplanır (Görsel 1.8).

$$\mathbf{Hg_2^{2+}(suda) + Cu(k) \rightarrow 2Hg(k) + Cu^{2+}(suda)}$$



Görsel 1.8: Cu levhanın Hg ile kaplanması

Sn^{2+}

Hg_2^{2+} içeren çözeltiye Sn^{2+} iyonları içeren bir çözelti ilave edilirse, Sn^{2+} iyonları Sn^{4+} ya yükseltgenir. Hg_2^{2+} iyonları ise metalik Hg oluşturacak şekilde indirgenir ve gri-siyah renkli bir çökelek oluşur (Görsel 1.9).

$$\mathbf{Hg_2^{2+}(suda) + Sn^{2+}(suda) \rightarrow 2Hg(suda) + Sn^{4+}(suda)}$$



Görsel 1.9: Metalik Hg

NaOH-KOH

Hg_2^{2+} iyonu çözeltisine 3-4 damla KOH veya NaOH çözeltisi eklenirse siyah renkli Hg_2O çökeleği oluşur (Görsel 1.10).

$$\mathbf{Hg_2^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Hg_2O(k) + H_2O(s)}$$

Oluşan çökelek bazın fazlasında çözünmez.



Görsel 1.10: Hg_2O çökeleği

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
CIVA(I) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- Saf su
- Derişik HCl çözeltisi
- 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Baget
- Spatül
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çökme tamamlanıncaya kadar üzerine 3 M HCl çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyiniz. Kontrol denemesi yaptıktan sonra çözelti ve çökeleği ayırınız.	☐
6	1 damla 3 M HCl çözeltisi ve 10 damla saf su kullanarak çökeleği yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip sıcak su banyosunda karıştırarak ısıtınız. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
8	Sıcak su banyosundan aldığınız karışımı birkaç dakika soğumaya bırakınız. Santrifüjleyip çökeleği çözeltiden ayırınız.	☐
9	Çökelek üzerine çeker ocakta 1 mL kadar 3 M NH_3 çözeltisinden ekleyip karıştırınız. Çökelekte meydana gelen değişimi gözlemleyiniz.	☐
10	Karışımı santrifüjleyip çözelti ile çökeleği ayırınız. Çözeltiyi atınız.	☐
11	Çökelek üzerine 5 damla derişik HNO_3 çözeltisi, 15 damla derişik HCl çözeltisi ekleyip karıştırınız. Çökeleğin çözünmesini sağlayınız.	☐
12	Çözelti üzerine birkaç damla 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi ekleyiniz. Meydana gelen değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Hg_2(NO_3)_2$ ın HCl çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Dokuzuncu işlem basamağında çökelek üzerine 3 M NH_3 çözeltisi eklendiği zaman oluşan maddeyi yazınız.
3. On ikinci işlem basamağında çözelti üzerine 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi eklendiği zaman oluşan gri-siyah rengin sebebi nedir? Açıklayınız.

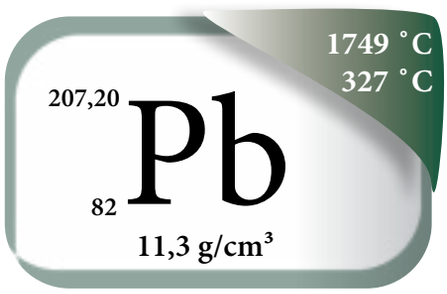
1.1.3. KURŞUN(II) KATYONU (Pb^{2+})

Kurşun; gri renkli, yumuşak, kolayca şekil verilebilen bir metaldir. Periyodik tablonun IVA grubunda (14. grup) yer alır. Doğada genellikle galen ve serüzit mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 1.11). Bileşiklerinde yükseltgenme basamağı +2 veya +4'tür. $Pb(NO_3)_2$, $Pb(CH_3COO)_2$, $Pb(ClO_3)_2$ gibi bileşikleri suda çözünürken PbS, $PbCrO_4$, PbI_2, $PbCl_2$, $PbSO_4$, $Pb(OH)_2$, PbF_2 gibi bileşikleri çözünmez. Kurşun(II) iyonu, klorür iyonu ile çökelek oluşturur. $PbCl_2$, suda diğer I. grup katyonlarının klorürlerinden daha fazla çözünür. Oda sıcaklığında çökmesine rağmen yüksek sıcaklıkta çözünerek çökelekten ayrılır.



Görsel 1.11: Kurşun minerali

Pb^{2+} iyonu da kompleksleşme reaksiyonları verebilir. Pb^{2+} iyonunun oluşturduğu önemli kompleksler $[PbCl_3]^-$, $[PbCl_4]^{2-}$, $[PbI_4]^{2-}$, $[Pb(CH_3COO)_4]^{2-}$, $[Pb(S_2O_3)_2]^{2-}$ kompleksleridir.



Şekil 1.3: Kurşun elementinin özellikleri

Şekil 1.3'te kurşun elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Eskiden oyuncak sanayisinde de kullanılan kurşun ağır metallerdendir ve sağlık için oldukça zararlıdır. Zehirlenmelere yol açtığı bilinen kurşunun çocuklara zarar vermemesi için oyuncak boyalarına sıklıkla analiz yapılmaktadır.

Ünlü besteci Ludwig Van Beethoven'ın (Ludvig Van Bethovın) içinde kurşun bulunan camdan yapılmış armonikayı kullandığı için zehirlenerek öldüğü düşünülmektedir.

BİLGİ KUTUSU

X-ışını cihazlarında ve nükleer reaktörlerde radyasyon tutucu olarak kurşundan faydalanılır. Ucuz ve kolay bulunan bir metal olması nedeniyle mermi, akü ve boya yapımında kullanılır.

1.1.3.1. Kurşun(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Pb^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

HCl

Pb^{2+} iyonları içeren çözeltiye seyreltik HCl çözeltisi eklenirse beyaz renkli $PbCl_2$ bileşiği çöker (Görsel 1.12).

$$\mathbf{Pb^{2+}(suda) + 2Cl^-(suda) \rightarrow PbCl_2(k)}$$

Bu reaksiyonda H^+ iyonu seyirci iyondur. Çökelek sıcak suda çözünür. Grup analizinde $PbCl_2$ ün bu özelliğinden yararlanılır.



Görsel 1.12: $PbCl_2$ çökeleği

Ortamda Cl^- iyonunun aşırı miktarda bulunması hâlinde suda çözünen kompleks iyonlar oluşur.

$$PbCl_2(k) + Cl^-(suda) \rightarrow [PbCl_3]^-(suda)$$

$$PbCl_2(k) + 2Cl^-(suda) \rightarrow [PbCl_4]^{2-}(suda)$$



Görsel 1.13: PbI_2 çökeleği

KI

Pb^{2+} iyonları I^- iyonları ile çökelme tepkimesi verir. Pb^{2+} iyonları içeren çözeltiye KI çözeltisi eklenirse sarı renkli PbI_2 bileşiği çöker (Görsel 1.13). Bu reaksiyonda K^+ iyonu seyirci iyondur.

$$Pb^{2+}(suda) + 2I^-(suda) \rightarrow PbI_2(k)$$



Görsel 1.14: $PbSO_4$ çökeleği

H_2SO_4

Pb^{2+} iyonları içeren çözeltiye H_2SO_4 çözeltisi eklenirse çözeltideki SO_4^{2-} iyonları ile beyaz renkli $PbSO_4$ bileşiği çöker (Görsel 1.14).

$$Pb^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow PbSO_4(k)$$

Bu reaksiyonda H^+ iyonları seyirci iyondur.

BİLGİ KUTUSU

$PbSO_4$ çökeleği, üzerine 6 M NaOH çözeltisi eklendiği zaman **plumbit** (PbO_2^{2-}) iyonu vererek çözünür. Toprak alkali metallerinin sülfat bileşikleri ise bu şekilde çözünmez. Bu özellikten yararlanarak tanınması istenen çökeleğin $PbSO_4$ mı, yoksa toprak alkali sülfatı mı olduğu belirlenebilir.



Görsel 1.15: $PbCrO_4$ çökeleği

K_2CrO_4

Pb^{2+} iyonları içeren çözeltiye K_2CrO_4 çözeltisi eklenirse çözeltideki CrO_4^{2-} iyonları ile sarı renkli $PbCrO_4$ bileşiği çöker (Görsel 1.15).

$$Pb^{2+}(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \rightarrow PbCrO_4(k)$$

Bu reaksiyonda K^+ iyonları seyirci iyondur.



Görsel 1.16: $Pb(OH)_2$ çökeleği

NaOH-KOH

Pb^{2+} iyonu çözeltisinden 4-5 damla alınıp üzerine 2-3 damla NaOH veya KOH çözeltisi eklenirse beyaz renkli kurşun(II) hidroksit çökeleği oluşur (Görsel 1.16). Kurşun(II) hidroksit çökeleği amfoter özelliğe sahip olduğundan hidroksidin aşırısında tetrahidrokso plumbat(II) kompleksini oluşturarak çözünür.

$$Pb^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Pb(OH)_2(k)$$

$$Pb(OH)_2(k) + 2OH^-(suda) \rightarrow [Pb(OH)_4]^{2-}(suda)$$

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KURŞUN(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Pb(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M K_2CrO_4
- 0,1 M KI çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Tüplük
- Pastör pipeti
- Spatül
- Santrifüj tüpü
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Damlalıklı şişe
- Santrifüj cihazı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

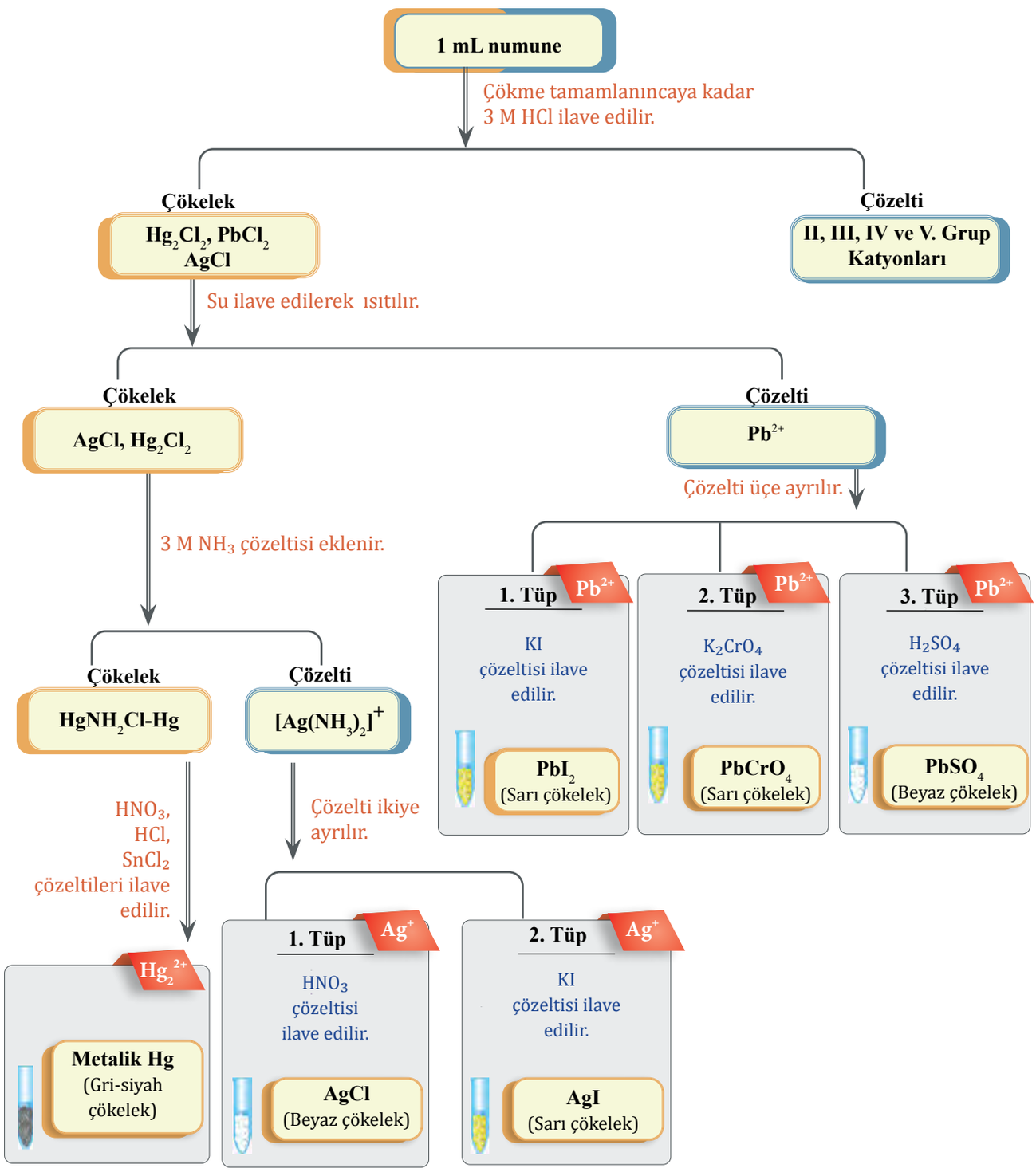
1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Pb(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 3 M HCl çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
6	1 damla 3 M HCl çözeltisi ve 10 damla saf su kullanarak çökeleği yıkayınız. Santrifüj işlemi yaparak yıkama suyunu dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip sıcak su banyosunda karıştırarak ısıtınız. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
8	Çözeltiyi sıcakken 3 farklı santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
9	1. tüpe 0,1 M KI çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
10	2. tüpe 3 M H_2SO_4 çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
11	3. tüpe 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
12	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Pb(NO_3)_2$ ın HCl çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Dokuzuncu işlem basamağında KI çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
3. Onuncu işlem basamağında H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
4. On birinci işlem basamağında K_2CrO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.

1.2. I. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

I. grup katyonlarının ayrılması amacıyla analiz numunesine yeterince HCl çözeltisi eklendiğinde grup katyonları AgCl, Hg_2Cl_2, $PbCl_2$ bileşikleri şeklinde çöker. Çökelek santrifüjlenip ayrılır. Grup I-V katyonlarının toplu analizi yapılıyorsa çözelti II. grup ve sonrasının analizi için saklanır. Elde edilen çökelekten Pb^{2+} katyonu, $PbCl_2$ bileşiğinin sıcak suda çözünme özelliğinden yararlanılarak ayrılıp analiz edilir. Hg_2^{2+} ve Ag^+ katyonları ise amonyak çözeltisi ile ayrılıp analiz edilir. I. grup katyonlarının toplu analizi Şema 1.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 1.1: I. grup katyonlarının toplu analizi

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
I. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Pb(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HNO_3 çözeltisi
- ▶ Derişik HCl çözeltisi
- ▶ Derişik HNO_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- ▶ 0,1 M KI çözeltisi
- ▶ 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Baget
- ▶ Spatül
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne numuneden yaklaşık 1 mL alarak çökme tamamlanıncaya kadar 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Oluşan çökeleği santrifüjleyiniz.	☐
4	Santrifüj işleminden sonra çökelek ile çözeltiyi ayırınız. I. grup katyonları, elde edilen çökelek içinde aranacaktır. Çözeltiyi dökünüz. Çökeleği 1 damla 3 M HCl eklenmiş 10 damla saf su ile yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz. **! I. grup katyonlarının grup çöktürücüsü ile verdiği reaksiyonları aşağıya yazınız.**	☐

5	Çökelek üzerine 1 mL kadar saf su ekleyip sıcak su banyosunda 10 dakika kadar bekletiniz. Bu sürede çökeleği ara ara bagetle karıştırınız. Sıcak su banyosundan aldığınız tüpü soğumadan santrifüjleyerek çözelti ve çökeleği ayırınız. Çözelti ve çökelekte ayrı maddeler aranacağı için ikisini de **dökmeyiniz.**	☐
6	Elde edilen çözeltide Pb^{2+} iyonu aranacaktır. Bunun için çözeltiyi üçe ayırınız. Birinci tüpe birkaç damla 0,1 M KI çözeltisi ekleyiniz. Sarı renkli çökelek, Pb^{2+} iyonunun varlığını gösterir. **! Bu basamakta gerçekleşen çökelme reaksiyonunu aşağıya yazınız.**	☐
7	İkinci tüpe birkaç damla 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz. Sarı renkli çökelek, Pb^{2+} iyonunun varlığını gösterir. **! Bu basamakta gerçekleşen çökelme reaksiyonunu aşağıya yazınız.**	☐
8	Üçüncü tüpe birkaç damla 3 M H_2SO_4 çözeltisi ekleyiniz. Beyaz renkli çökelek, Pb^{2+} iyonunun varlığını gösterir. **! Bu basamakta gerçekleşen çökelme reaksiyonunu aşağıya yazınız.**	☐
9	Beşinci basamakta elde edilen çökelek üzerine 3 M NH_3 çözeltisinden 1 mL kadar ilave ederek karıştırınız. Çökelekte oluşan siyah renk, Hg_2^{2+} iyonunun varlığına işaret eder. Ag^+ iyonları ise NH_3 ile diamin gümüş kompleksi oluşturarak çözünür. **! Bu basamakta gerçekleşen reaksiyonları aşağıya yazınız.**	☐

10	Elde edilen karışımı santrifüjleyiniz. Çözelti ve çökeleği ayırınız. Her ikisini de saklayınız.	☐
11	Elde edilen çökelek üzerine 5 damla derişik HNO_3 çözeltisi ve 15 damla derişik HCl çözeltisi ekleyiniz (Bu işlemi çeker ocakta gerçekleştiriniz.). Oluşan çözeltiye $SnCl_2$ çözeltisinden 5 damla kadar ekleyiniz. Meydana gelen gri-siyah çökelek, Hg_2^{2+} iyonunun varlığını destekler. **! Bu basamakta çökelek neden gri-siyah renktedir? Açıklayınız.**	☐
12	Onuncu basamakta elde edilen çözeltide Ag^+ iyonu aranacaktır. Bu çözeltiyi ikiye ayırınız.	☐
13	Birinci tüpe 3 M HNO_3 çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Oluşan beyaz çökelek, AgCl bileşiğidir. Bu reaksiyon, Ag^+ iyonunun varlığını gösterir. **! Bu basamakta gerçekleşen çökelme reaksiyonunu aşağıya yazınız.**	☐
14	İkinci tüpe 0,1 M KI çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Açık sarı renkli çökelek, AgI bileşiğidir. Bu reaksiyon, Ag^+ iyonunun varlığını gösterir. **! Bu basamakta gerçekleşen çökelme reaksiyonunu aşağıya yazınız.**	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Üçüncü işlem basamağında HCl çözeltisinin aşırı eklenmesi hâlinde ne gibi bir problem yaşanır? Açıklayınız.

.....

2. Dördüncü işlem basamağında santrifüj işleminden sonra çökeleğin yıkanmasının nedenini açıklayınız.

.....

3. Beşinci işlem basamağında çökelek, üzerine su eklendikten sonra sıcak su banyosunda neden bekletilir? İşlem sonrasında santrifüjün sıcakta yapılmasının sebebi nedir? Açıklayınız.

.....

4. Dokuzuncu işlem basamağında NH_3 çözeltisi ilave edildiği zaman oluşan siyah rengin sebebi nedir? Açıklayınız.

.....

5. On üçüncü işlem basamağında ortama Cl^- ilave edilmediği hâlde neden AgCl çöker? Açıklayınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme		

! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

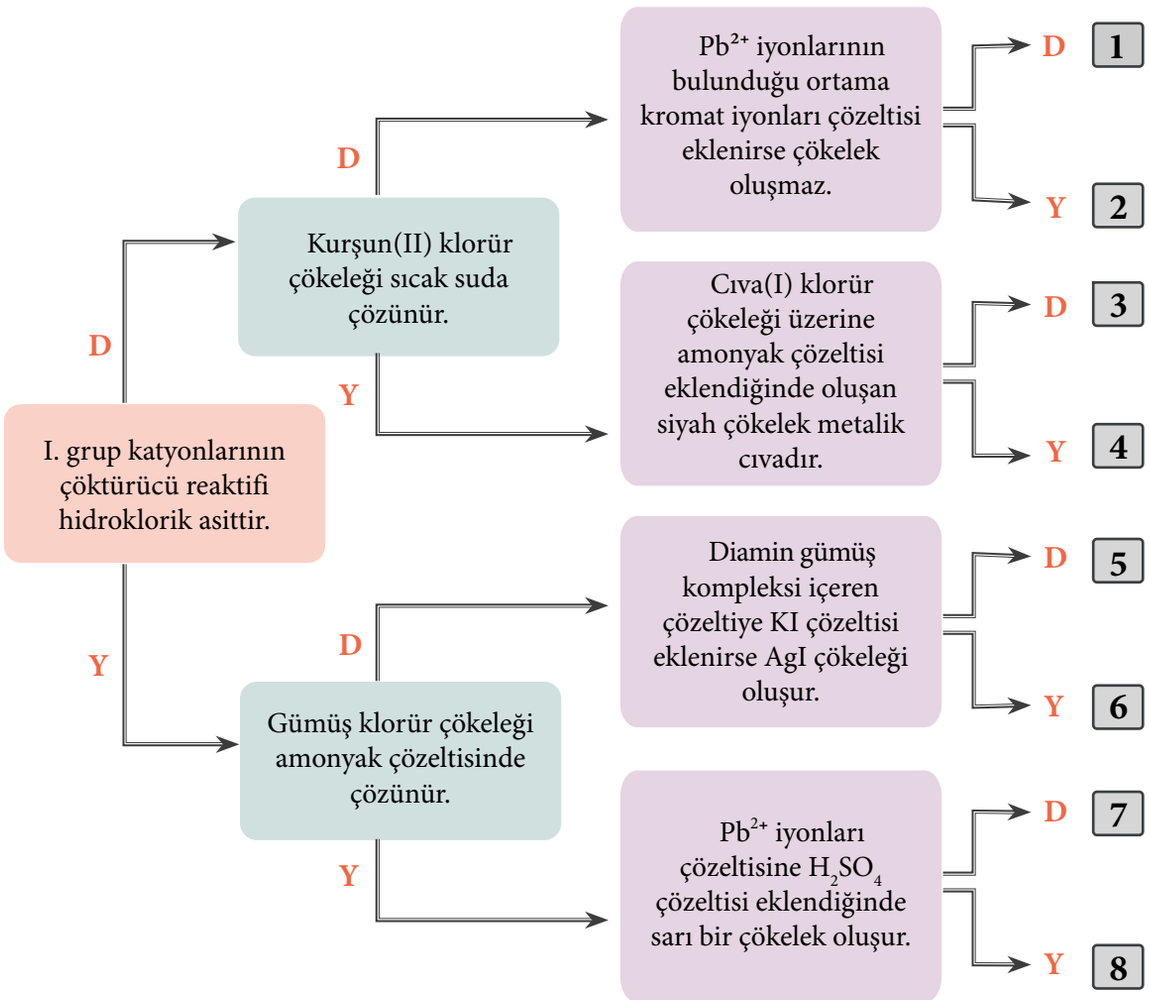
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **4 puan (4x5=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir katyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. I. grup katyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. I. grup katyonlar için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Ag^+ ve Hg_2^{2+} iyonlarının bulunduğu çözeltiye HCl çözeltisi eklendiğinde beyaz bir çökelek oluşur.

.....

b. ( ) AgCl çökeleği nitrik asitte çözünür.

.....

c. ( ) $PbCl_2$ çökeleği sıcak suda çözünür.

.....

ç. ( ) $SnCl_2$ çözeltisi, cıva(I) iyonunu metalik cıvaya indirger.

.....

d. ( ) Pb^{2+} iyonları çözeltisine KI çözeltisi eklendiğinde beyaz bir çökelek oluşur.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

Hg^{2+}	Cd^{2+}	Fe^{2+}	Hg_2^{2+}
Cu^{2+}	Pb^{2+}	Sr^{+}	Sn^{2+}
Cr^{3+}	Ag^{+}	K^{+}	Na^{+}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri birinci grup katyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Ag^{+} + Cl^{-} \rightarrow$.....

b. $Pb^{2+} + Cl^{-} \rightarrow$.....

c. $Hg_2^{2+} + Cl^{-} \rightarrow$.....

3. Esra, analiz edeceği numune için aşağıdaki işlemleri uygulamıştır.

- Numuneye çökme tamamlanıncaya kadar 3 M HCl eklemiştir.
- Çökeleği HCl ile asitlendirilmiş su kullanarak yıkamıştır.
- Yıkama suyunu dökerek 1 mL saf su eklemiş ve su banyosunda bir süre karıştırarak ısıtmıştır.
- Karışımı santrifüjleyerek çökelek ve çözeltiyi ayırmıştır.
- Çözeltiye KI ilave etmiş, herhangi bir çökelek gözlemlememiştir.
- Çökeleğe NH_3 çözeltisi eklemiş ve siyah çökelek gözlemlemiştir.
- Siyah çökelek ve çözeltisini dekantasyon ile ayırmıştır.
- Çözeltiye HNO_3 eklemiş, herhangi bir çökelek gözlememiştir.

İşlem basamaklarına göre Esra'nın analiz ettiği numunede hangi katyonlar bulunmaktadır? Yazınız.

4. **0,2 M Pb^{2+} ve 0,2 M Ag^{+} iyonlarını ihtiva eden bir çözeltiye azar azar klorür iyonları eklenirse hangi iyonun önce çökeceğini Tablo1.1'den yararlanarak açıklayınız**

5. **$PbCl_2$, Hg_2Cl_2, AgCl çökeleklerinden hangilerinin üzerine amonyak çözeltisi eklendiğinde çökeleğin rengi siyaha döner? Yazınız.**

6. **Yoğunluğu 1,19 g/mL olan kütlece %37'lik HCl çözeltisinden 3 M 500 mL HCl çözeltisi nasıl hazırlanır?** (HCl: 36,5 g/mol)

7. **3 M 250 mL HNO_3 çözeltisi elde etmek için 6 M HNO_3 çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?**

8. **0,1 M 100 mL $Pb(NO_3)_2$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $Pb(NO_3)_2$ tartılmalıdır?** [$Pb(NO_3)_2$: 331 g/mol]

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. Pb^{2+} iyonunun varlığını tespit etmek için çözeltiye 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi damlatılır. Oluşan sarı renkli çökelek Pb^{2+} iyonunun varlığını gösterir.
Yukarıdaki tepkimede oluşan çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) $PbCrO_4$ B) $PbSO_4$ C) PbI_2
D) $Pb(OH)_2$ E) $PbCl_2$

2. **Cıva(I) klorür bileşiği için aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Beyaz renklidir.
B) Özel adı kalomeldir.
C) Suda çözünürlüğü çok azdır.
D) Formülü HgCl şeklindedir.
E) Amonyak ile dismutasyona uğrar.

3. **I. grup katyonlarının çöktürücüsü olan HCl çözeltisinin seyreltik olarak kullanılma sebebi hangi seçenekte doğru verilmiştir?**

A) Ortamdan seyirci iyonları uzaklaştırmak
B) Kompleks oluşmasını önlemek
C) Kolloit oluşumunu engellemek
D) Çökelek oluşumunu engellemek
E) Zehirli gaz çıkışını önlemek

4. **Sadece Ag^+ katyonu içeren çözeltiye KI çözeltisi ilave edildiğinde oluşan açık sarı renkli çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?**

A) AgI_2 B) AgCl C) Ag_2S
D) AgI E) Ag_2CrO_4

5. **Ayşe'nin elinde $PbSO_4$ veya PbI_2 olduğunu düşündüğü bir katı bulunmaktadır. Ayşe katının ne olduğunu aşağıdaki özelliklerden hangisi ile en kolay şekilde belirleyebilir?**

A) Yoğunluk B) Renk
C) Erime noktası D) Fiziksel hâl
E) Koku

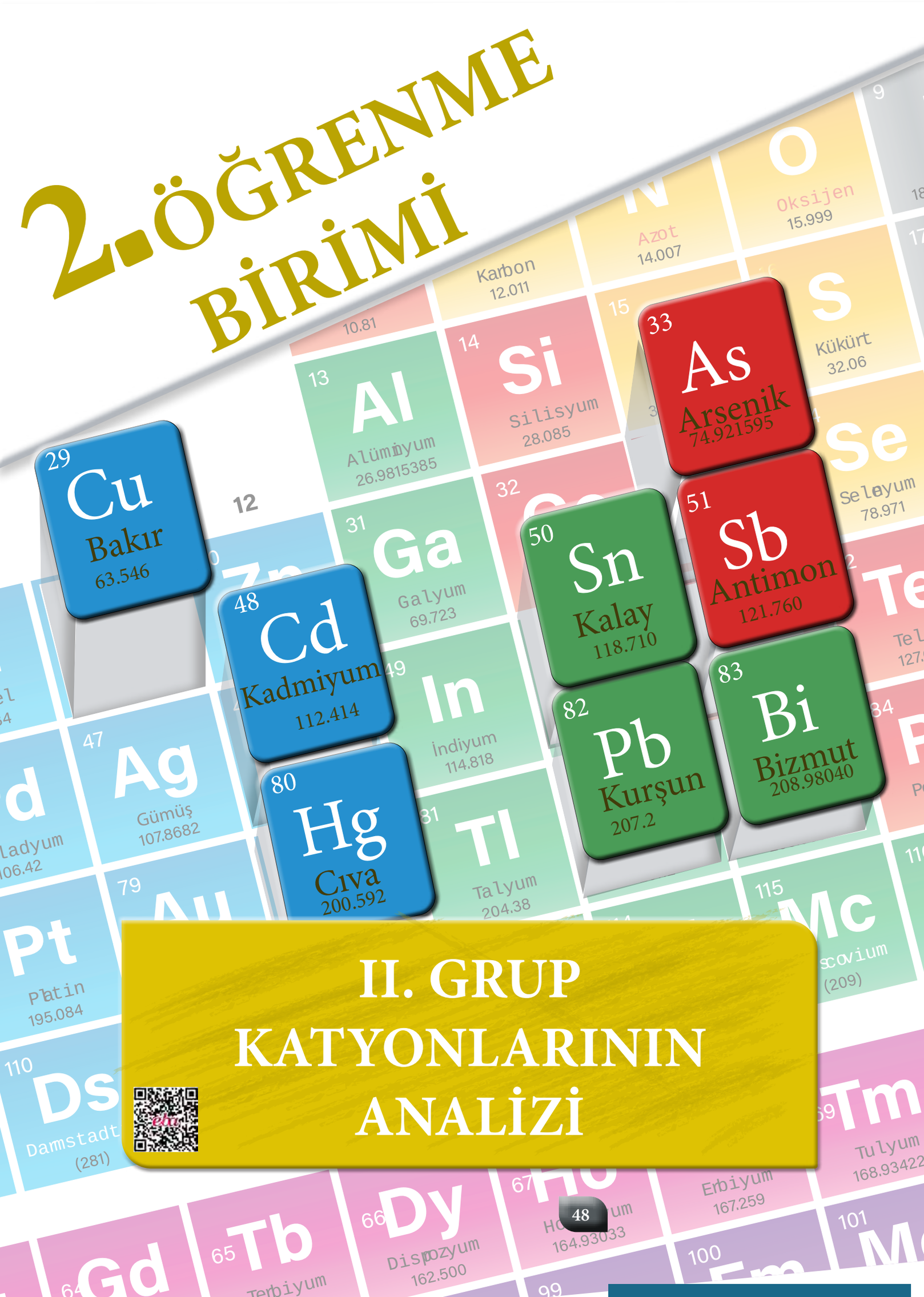
6. **I.** AgCl
II. $PbCl_2$
III. Hg_2Cl_2
Yukarıda verilen bileşiklerden hangileri sıcak suda çözünür?

A) Yalnız I B) Yalnız II C) I ve II
D) II ve III E) I, II ve III

7. **Bir deney tüpünde bulunan karışım santrifüj edildikten sonra çökelek ve çözeltiyi ayırmak için aşağıdaki işlemlerden hangisi uygulanır?**

A) Santrifüjleme B) Aktarma
C) Çöktürme D) Karıştırma
E)Süzme

2. ÖĞRENME BİRİMİ



II. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 2.1. II. GRUP KATYONLARI
- 2.2. II. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- **II. grup katyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar**
- **Bir numunede bulunan II. grup katyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları**

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- **Bakırdan yapılmış araç gerecin yüzeylerinin kaplanmasında kullanılan ve ikinci grup katyonlarından biri olan element hangisidir? Açıklayınız.**
- **Cıva, bakır, kalay, bizmut, antimon, arsenik ve kurşun metallerinden günlük hayatta karşılaştıklarınız hangileridir? Bu metaller nerelerde kullanılmaktadır?**

2.1. II. GRUP KATYONLARI

Bu grup Cu^{2+}, Bi^{3+}, Hg^{2+}, Cd^{2+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, Sb^{3+}, Sb^{5+}, As^{3+}, As^{5+}, Pb^{2+} katyonlarından oluşur. Grubun çöktürücü reaktifi olarak asidik ortamda S^{2-} iyonları (H_2S, Na_2S, tiyoasetamit) kullanılır.

BİLGİ KUTUSU

Tiyoasetamit ısıtıldığı zaman kolaylıkla H_2S oluşturduğu için kullanımı oldukça pratiktir. Pahalı bir kimyasal olması sebebiyle ikinci grup çöktürücüsü olarak H_2S tercih edilir.

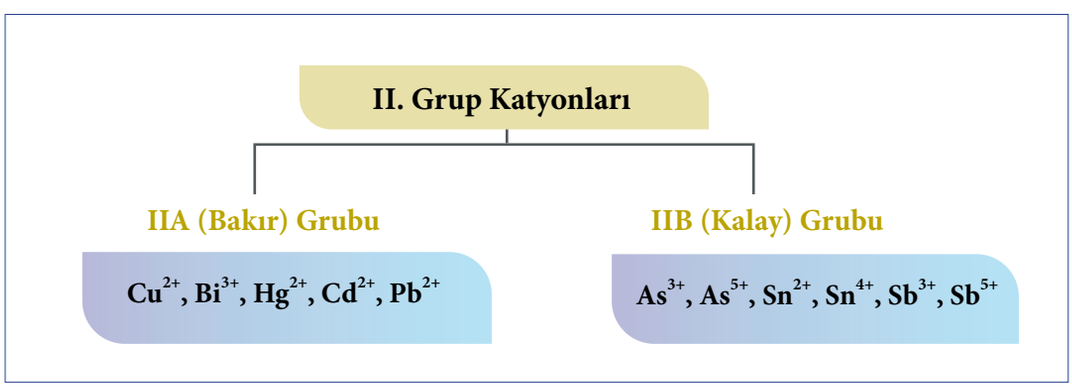
Sülfür (S^{2-}) iyonu birçok katyon için iyi bir çöktürücü olması sebebiyle II. ve III. grup katyonlarının analizinde grup çöktürücüsü olarak kullanılmaktadır. II. grup katyonlarının, sülfür bileşiklerinin çözünürlüğü çok az olduğu için düşük derişimli S^{2-} içeren ortamda dahi kolayca çökerek numuneden ayrılır. III. grup katyonları ise çözünürlüğü fazla olan sülfür bileşiklerini oluşturur. Bu nedenle III. grup katyonlarının çökmesi için S^{2-} iyonları derişiminin yüksek olması gerekir.

Asidik ortamda bulunan H^+ iyonları H_2S molekülleri oluşturarak ortamdaki serbest S^{2-} iyon derişimini azaltır. Bu nedenle II. grup katyonları asitli ortamda S^{2-} içeren çözelti kullanılarak çöktürülür.

Numunede sadece II. grup katyonları aranacaksa Na_2S çözeltisi kullanılabilir ancak I-V. grup katyonları birlikte aranıyorsa Na^+ iyonları V. grup katyonları arasında yer aldığı için Na_2S kullanmak uygun değildir. Bu durumda H_2S veya tiyoasetamit kullanılması gerekir.

Bu grup katyonlarından Pb^{2+} I. grupta analiz edildiği için, As bileşikleri de tehlikeli olduğu için Pb^{2+}, As^{3+} ve As^{5+} iyonları bu bölümde yer almayacaktır.

II. grup katyonlarının sülfürleri, amonyum polisülfür (NH_4S_x) çözeltisinde çözünmeyenler (IIA katyonları) ve çözünenler (IIB katyonları) olarak ikiye ayrılır (Şema 2.1).



Şema 2.1: II. grup katyonlarının sınıflandırılması

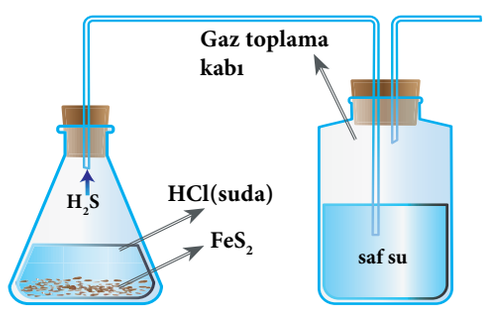
Burada grup katyonlarını IIA ve IIB şeklinde ayırmak için NH_4S_x yerine 5 M NaOH veya KOH çözeltileri de kullanılabilir.

Tablo 2.1: II. Grup Katyonlarının Sülfür Bileşiklerinin Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
CuS	Siyah	$8{,}94.10^{-19}$	$8{,}58.10^{-17}$
HgS	Siyah	$4{,}47.10^{-27}$	$1{,}04.10^{-24}$
PbS	Siyah	$1{,}73.10^{-14}$	$4{,}14.10^{-12}$
CdS	Sarı	$3{,}16.10^{-14}$	$4{,}56.10^{-12}$
Bi_2S_3	Koyu kahverengi	$1{,}56.10^{-19}$	$8{,}01.10^{-17}$
SnS	Kahverengi	$3{,}46.10^{-14}$	$5{,}20.10^{-12}$
Sb_2S_3	Turuncu	4.10^{-13}	$1{,}36.10^{-10}$
As_2S_3	Sarı	Çok küçük	Çok küçük

H_2S Çözeltisinin Hazırlanması

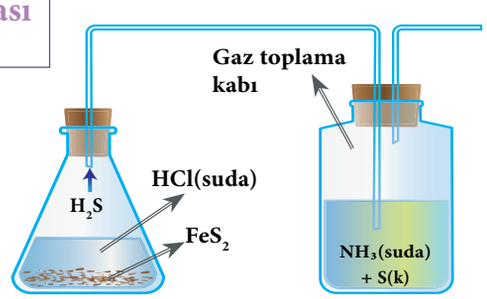
HCl çözeltisi içine FeS_2 katısı atılırsa S^{2-} iyonları H_2S bileşiğini oluşturur. Bu çözeltiden gaz hâlde çıkan H_2S, saf su içinden veya 0,1 M NH_4NO_3 çözeltisinden geçirilerek doymuş H_2S çözeltisi hazırlanır (Şekil 2.1). Elde edilen çözelti şişelenip ağzı kapatılır. Bu çözelti çabuk bozulduğu için her kullanım öncesi yeniden hazırlanmalıdır.



Şekil 2.1: H_2S çözeltisinin hazırlanması

Amonyum Polisülfür Çözeltisinin Hazırlanması

Amonyum polisülfür çözeltisi, H_2S çözeltisi ile aynı düzenekle hazırlanır ancak çıkan H_2S gazı saf su içerisinde değil, elementel kükürtle karıştırılmış derişik NH_3 çözeltisi içinde toplanır (Şekil 2.2).



Şekil 2.2: Amonyum polisülfür çözeltisinin hazırlanması

2.1.1. CIVA(II) KATYONU (Hg^{2+})

Hg^{2+} iyonunun HgS, HgI_2, $HgBr_2$, $Hg(SCN)_2$, HgO, $HgSO_4$ gibi bileşikleri suda çok az çözünür. Hg^{2+} iyonunun bileşikleri kompleks vererek çözünür. $[HgCl_3]^-$, $[HgCl_4]^{2-}$, $[Hg(CN)_4]^{2-}$, $[HgS_2]^{2-}$ gibi iyonlar başlıca kompleksleridir. $Hg(NO_3)_2$ ve $Hg(ClO_4)_2$ ise suda iyonlaşarak çözünen bileşiklerdir.

Hg yarı soy bir metal olduğu için Hg^{2+} iyonunun indirgenme eğilimi yüksektir. Kolaylıkla Hg_2^{2+} ve metalik Hg'ya indirgenir.

BİLGİ KUTUSU

Cıva(II) iyonunun oluşturduğu $HgCl_2$, $Hg(CH_3COO)_2$, $Hg(CN)_2$ bileşikleri suda çözünür fakat çok az iyonlaşır. Bu nedenle sulu çözeltilerinin elektrik iletkenliği azdır. Bu durum, verilen bileşiklerin kovalent karakterinin fazla olmasının sonucudur.

2.1.1.1. Cıva(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Hg^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

$Hg(NO_3)_2$ çözeltisine S^{2-} iyonları içeren çözelti ilave edildiği zaman çözeltideki Hg^{2+} iyonları, S^{2-} iyonları ile siyah renkli HgS (cıva(II) sülfür) şeklinde çöker (Görsel 2.1).

$$Hg^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow HgS(k)$$

HgS; kuvvetli asitlerde, bazlarda ve amonyum polisülfürde çözünmez. Sadece sıcak derişik nitrik asitte

$$3HgS(k) + 8HNO_3(suda) \rightarrow 3Hg(NO_3)_2(suda) + 3S(k) + 2NO(g) + 4H_2O(s)$$

kral suyunda

$$3HgS(k) + 6HCl(suda) + 2HNO_3(suda) + 6Cl^-(suda) \rightarrow 3[HgCl_4]^{2-}(suda) + 3S(k) + 2NO(g) + 4H_2O(s)$$

reaksiyonlarına göre çözünür.

HgS derişik sülfürlü ortamda kompleks oluşturarak çözünür.

$$HgS(k) + S^{2-}(suda) \rightarrow [HgS_2]^{2-}(suda)$$

Bu çözelti seyreltilirse kompleks bozunur ve yeniden HgS çöker.



Görsel 2.1: HgS çökeleği

NaOH ve KOH

Hg^{2+} içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisinden birkaç damla eklenirse sarı renkli $Hg(OH)_2$ çöker.

$$Hg^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Hg(OH)_2(k)$$

Bu bileşik kararsızdır ve bozunarak turuncu renkli HgO bileşiğine dönüşür (Görsel 2.2).

$$Hg(OH)_2(k) \rightarrow HgO(k) + H_2O(s)$$



Görsel 2.2: HgO ve $Hg(OH)_2$ çökeleklerinin karışımı

KI

Hg^{2+} iyonları içeren çözeltiye 0,1 M KI çözeltisinden birkaç damla ilave edilirse kırmızı-turuncu renkli çökelek oluşur (Görsel 2.3).

$$Hg^{2+}(suda) + 2I^-(suda) \rightarrow HgI_2(k)$$

Çökelek üzerine derişik KI ilave edilirse kompleks oluşturarak çözünür.

$$HgI_2(suda) + 2I^-(suda) \rightarrow [HgI_4]^{2-}(suda)$$



Görsel 2.3: HgI_2 çökeleği

Cu

Cu levhaya Hg^{2+} çözeltisi damlatılırsa Cu yükseltgenirken Hg^{2+} iyonları indirgenerek siyah renkli metalik cıva oluşturur. Oluşan cıva, bakır levhanın yüzeyini kaplar (Görsel 2.4).



Görsel 2.4: Bakır levhanın metalik cıva ile kaplanması

$SnCl_2$

Hg^{2+} içeren çözeltiye damla damla derişik $SnCl_2$ çözeltisi ilave edilirse aralarında yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu gerçekleşir. Önce beyaz Hg_2Cl_2 çökeleği oluşur.

$$2Hg^{2+}(suda) + SnCl_2(suda) \rightarrow Sn^{4+}(suda) + Hg_2Cl_2(k)$$

$SnCl_2$ ilavesine devam edildikçe çökelek gri-siyah renkli metalik Hg'ya kadar indirgenir (Görsel 2.5).

$$Hg_2Cl_2(k) + SnCl_2(suda) \rightarrow 2Hg(k) + SnCl_4(suda)$$



Görsel 2.5: Hg ve Hg_2Cl_2 çökeleklerinin karışımı

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
CIVA(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $HgCl_2$ çözeltisi
- NH_4S_x çözeltisi
- Doymuş KI çözeltisi
- Cu levha
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Baget
- Spatül
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $HgCl_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltinin üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip bagetle karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz.	☐
7	Elde edilen süspansiyonun yarısını ikinci bir santrifüj tüpüne alınız.	☐
8	Birinci tüpe 0,5 mL kadar amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 5 M NaOH çözeltisinden 0,5 mL kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
11	Çökelek üzerine 3 M HNO_3 çözeltisi ekleyiniz. Bir değişim olup olmadığını gözlemleyiniz. Sıcak su banyosunda 3 dakika bekleterek çözünme olup olmadığını belirleyiniz. Karışımı santrifüjleyerek çözeltiyi dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine 3 damla derişik HNO_3 çözeltisi, 9 damla derişik HCl çözeltisi ekleyip karıştırınız. Çökeleğin çözünmesini sağlayınız. Gaz çıkışı olacağı için bu işlemi çeker ocakta yapınız.	☐
13	Bakır levha üzerine çözeltiden 1 damla damlatarak değişimi gözlemleyiniz.	☐
14	Tüpte kalan çözeltiyi ikiye ayırınız.	☐
15	Birinci tüpe KI çözeltisinden 2-3 damla ekleyip oluşan çökeleği gözlemleyiniz. Daha sonra KI çözeltisinin aşırısını ekleyip çökelekteki değişimi gözlemleyiniz.	☐
16	İkinci tüpe 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi ekleyip değişimi gözlemleyiniz.	☐
17	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $HgCl_2$ ün Na_2S çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. On üçüncü işlem basamağında bakır levha üzerine Hg^{2+} çözeltisi damlatıldığı zaman nasıl bir değişim meydana gelmektedir? Açıklayınız.
3. On altıncı işlem basamağında $SnCl_2$ çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökelekte hangi maddeler bulunur? Açıklayınız.
4. Bir analizde Hg^{2+} katyonunun varlığı hangi işlemlerle belirlenir? Açıklayınız.

2.1.2. BİZMUT(III) KATYONU (Bi^{3+})

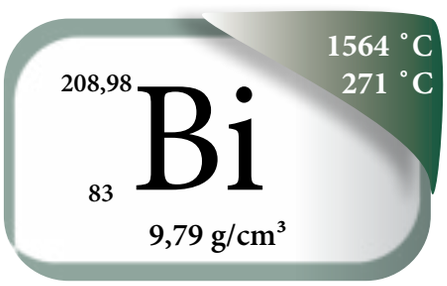
Periyodik tabloda VA grubunda (15. grup) yer alan bizmut elementi bileşiklerinde +3, +5 yükseltgenme basamağında bulunur. Element hâlde yüzeyinde oluşan oksit tabakası parlak ve renkli görüntüye sebep olur (Görsel 2.6). $BiCl_3$, $Bi(NO_3)_3$, $Bi_2(SO_4)_3$ gibi bileşikleri suda çözünürken Bi_2S_3, $Bi(OH)_3$, $BiPO_4$ gibi bileşikleri çözünmez. Bizmut(III) bileşikleri suda hidroliz olarak, çözünmeyen beyaz oksi bileşikleri verir.



Görsel 2.6: Bizmut metali

$$BiCl_3(suda) + H_2O(s) \rightarrow BiOCl(k) + 2H^+(suda) + 2Cl^-(suda)$$

Bizmut(III) iyonu kompleks oluşturmaya yatkın bir iyondur. SCN^-, Cl^-, I^- iyonları ile suda çözünebilen kompleksler oluşturur. Bu kompleksler OH^- ve S^{2-} iyonları yanında bozunur, $Bi(OH)_3$ ve Bi_2S_3 bileşikleri hâlinde çöker.



Şekil 2.3: Bizmut elementinin özellikleri

Seyreltik kuvvetli asitlerde BiO^+ hâline dönüşerek çözünür ancak derişik kuvvetli asitlerde serbest Bi^{3+} formunda bulunur. Bu nedenle deneylerde kullanılacak $BiCl_3$ veya $Bi(NO)_3$ çözeltisi asidik ortamda hazırlanmalıdır.

Şekil 2.3'te bizmut elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

0,1 M Bizmut Nitrat Çözeltisinin Hazırlanması

48,5 gram $Bi(NO_3)_3.5H_2O$ katısının 3 M 100 mL nitrik asitte çözülüp saf su ile 1 litreye tamamlanması ile hazırlanır.

BİLİYOR MUSUNUZ

Kozmetik sanayinde ruj ve ojelere mat görünüm vermek için bizmut bileşiklerinden yararlanılır.

BİLGİ KUTUSU

Bizmut, düşük erime noktasına sahip alaşımların üretimi ve ilaç yapımı gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır.

2.1.2.1. Bizmut(III) Katyonunun Analitik Özellikleri

Bi^{3+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 2.7: Bi_2S_3 çökeleği

Na_2S

Bi^{3+} çözeltisine Na_2S çözeltisi ilave edilirse kahverengi Bi_2S_3 katısı çöker (Görsel 2.7). Bi^{3+} çözeltisi bulanıksa Na_2S çözeltisi eklenmeden önce berrak oluncaya kadar damla damla 6 M HCl çözeltisi eklenmelidir.

$$2Bi^{3+}(suda) + 3S^{2-}(suda) \rightarrow Bi_2S_3(k)$$

Bi_2S_3, amonyum polisülfürde ve KOH çözeltisinde çözünmez. Sıcak su banyosunda seyreltik nitrik asit eklenmesi ile çözünür.



Görsel 2.8: $Bi(OH)_3$ çökeleği

NaOH ve KOH

Bi^{3+} çözeltisine NaOH veya KOH çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli $Bi(OH)_3$ çökeleği oluşur (Görsel 2.8).

$$Bi^{3+}(suda) + 3OH^{-}(suda) \rightarrow Bi(OH)_3(k)$$

NH_3

Bi^{3+} iyonları içeren çözeltiye 6 M NH_3 çözeltisi damla damla eklendiğinde beyaz renkli bir çökelek oluştuğu görülür. Oluşan çökelek $Bi(OH)_3$ bileşiğidir. Çökme reaksiyonu

$$Bi^{3+}(suda) + 3NH_3(suda) + 3H_2O(s) \rightarrow Bi(OH)_3(k) + 3NH_4^{+}(suda)$$

şeklindedir. Aşırı NH_3 ilave edilse bile bu çökelek çözünmez. $Bi(OH)_3$ çökeleği tüpün tabanına çökmek yerine sıvı içinde askıda kalır. Bu yüzden görmek zordur. NH_3 eklemeden önce çözeltiye 1 damla Al^{3+} çözeltisi eklenirse $Bi(OH)_3$, $Al(OH)_3$ ile birlikte çöker. Bu sayede görünür bir çökelek elde edilir. Aşırı NH_3 içeren ortamda Cd^{2+} ve Cu^{2+} çökelekleri kompleks oluşturarak çözünür.



Görsel 2.9: Metalik bizmut

Stannit Çözeltisi (NaOH'li $SnCl_2$)

Bi^{3+} iyonları içeren çözeltiye yeni hazırlanmış stannit çözeltisinden birkaç damla eklenirse siyah renkli metalik bizmut çöker (Görsel 2.9). Bu tepkime Bi^{3+} iyonunun tanınma tepkimesidir.

$$2Bi^{3+}(suda) + 6OH^{-}(suda) + 3SnO_2^{2-}(suda) \rightarrow 2Bi(k) + 3SnO_3^{2-}(suda) + 3H_2O(s)$$

Stannit Çözeltisinin Hazırlanması

Stannit çözeltisi, 0,5 g kalay(II) klorürün üzerine çözününceye kadar 5 M NaOH veya KOH çözeltisi eklenmesi ile hazırlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
BİZMUT(III) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Bi(NO_3)_3$ çözeltisi
- ▶ NH_4S_x çözeltisi
- ▶ 6 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HNO_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ 5 M NaOH çözeltisi
- ▶ Stannit çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Baget
- ▶ Spatül
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

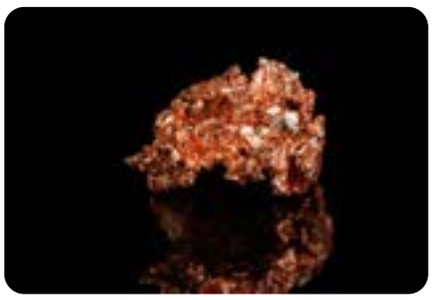
1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Bi(NO_3)_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltinin üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip bagetle karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz.	☐
7	Elde edilen süspansiyonun yarısını ikinci bir santrifüj tüpüne alınız.	☐
8	Birinci tüpe 10 damla kadar amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 5 M NaOH çözeltisinden 10 damla kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelek ile çözeltiyi ayırınız.	☐
11	Çökeleği 10 damla kadar saf su ile yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine 3 M HNO_3 çözeltisinden 5-6 damla ilave edip su banyosunda birkaç dakika ısıtınız. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	Elde edilen çözelti üzerine 6 M NH_3 çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Çökelek oluştuktan sonra NH_3 çözeltisinin aşırısını ekleyip çözünme olmadığından emin olunuz. Karışımı santrifüjleyerek çözeltiyi dökünüz.	☐
14	Çökelek üzerine birkaç damla stannit çözeltisi ekleyip meydana gelen değişimi gözlemleyiniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Bi(NO_3)_3$ ın Na_2S çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Bir analizde Bi^{3+} iyonlarının varlığı nasıl belirlenir? Açıklayınız.

2.1.3. BAKIR(II) KATYONU (Cu^{2+})

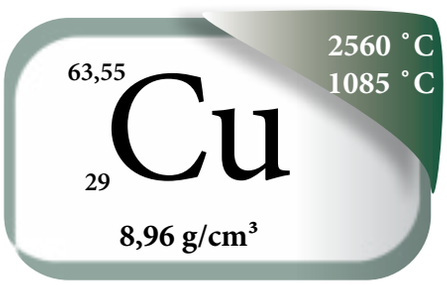
Bakır metalik bir element olduğu için tel ve levha haline getirilebilir. Doğada kalkoprit, kalkozin, kuprit, malakit, bornit mineralleri ve az miktarda elementel hâlde bulunur (Görsel 2.10). Periyodik tablonun IB grubunda (11. grup) yer alır. +1 ve +2 yükseltgenme basamağında bileşikler oluşturur. Bakır bileşikleri genellikle renklidir. Bakır(I) bileşikleri çoğunlukla kiremit kırmızısı renkleriyle; bakır(II) bileşikleri ise mavi, turkuaz ve yeşil renkleri ile tanınır.



Görsel 2.10: Bakır minerali

Bakır(I) iyonu asitli ortamda kolaylıkla bakır(II) iyonuna yükseltgenir. Bakır(II) iyonunun nitrat ($Cu(NO_3)_2$) ve sülfat ($CuSO_4$) bileşikleri suda iyi çözünür ve çözeltileri mavi renklidir. CuS, CuC_2O_4, $CuCO_3$, $Cu(OH)_2$ bileşikleri suda çözünmeyen başlıca bakır(II) bileşikleridir. Bakır(II) iyonu kompleks oluşturma eğilimi gösterir. $[CuI_3]^-$, $[CuI_4]^{2-}$, $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ önemli komplekslerdir.

Şekil 2.4'te bakır elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 2.4: Bakır elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Vücuda alınan bakırın fazlası, karaciğer ve beyin gibi hayati organlarda birikerek Wilson Hastalığı'na neden olur.

BİLGİ KUTUSU

Bakır; madeni paralar, elektrik kabloları, müzik aletleri, elektronik cihazlar, devre kartları ve çeşitli alaşımların üretimi gibi alanlarda kullanılmaktadır. Tarımda ilaç olarak da kullanılan bakırın analizi yaygın olarak yapılmaktadır.

2.1.3.1. Bakır(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Cu^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

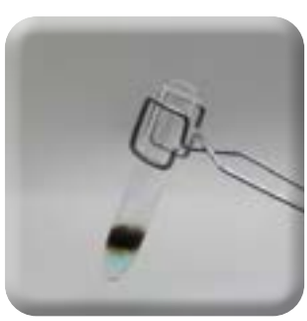
Na_2S

Cu^{2+} iyonu çözeltisine H_2S veya Na_2S çözeltisi eklendiğinde siyah renkli bakır(II) sülfür katısı çöker (Görsel 2.11).

$$Cu^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow CuS(k)$$

Oluşan çökelek derişik baz çözeltilerinde, amonyum polisülfürde ve seyreltik sülfürik asitte çözünmez. Su banyosunda ısıtılırsa seyreltik nitrik asitte çözünür.

$$3CuS(k) + 8H^+(suda) + 2NO_3^-(suda) \rightarrow 3Cu^{2+}(suda) + 3S(k) + 2NO(g) + 4H_2O(s)$$



Görsel 2.11: CuS çökeleği

NaOH ve KOH

Cu^{2+} iyonları içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse açık mavi renkli $Cu(OH)_2$ çökeleği oluşur (Görsel 2.12).

$$Cu^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Cu(OH)_2(k)$$

Oluşan çökelek bazın aşırısında çözünmez, ısıtıldığında siyah renkli CuO katısına dönüşür.

$$Cu(OH)_2(k) + ısı \rightarrow CuO(k) + H_2O(s)$$



Görsel 2.12: $Cu(OH)_2$ çökeleği

NH_3

Cu^{2+} içeren çözeltiye birkaç damla NH_3 çözeltisi damlatılırsa açık mavi renkte $Cu(OH)_2$ katısı çöker.

$$Cu^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Cu(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)$$

NH_3'ın aşırısında ise mavi renkli tetraamin bakır(II) kompleksi vererek çözünür (Görsel 2.13).

$$Cu(OH)_2(k) + 4NH_3(suda) \rightarrow [Cu(NH_3)_4]^{2+}(suda) + 2OH^-(suda)$$

Bu reaksiyon Cu^{2+} iyonunun tanınmasında kullanılır.



Görsel 2.13: $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$ çözeltisi

$K_4[Fe(CN)_6]$

Cu^{2+} iyonları içeren çözeltiye $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi eklenirse çözeltideki $[Fe(CN)_6]^{4-}$ iyonları ile kırmızı-kahve renkli $Cu_2[Fe(CN)_6]$ katısı çöker (Görsel 2.14).

$$2Cu^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Cu_2[Fe(CN)_6](k)$$

Oluşan çökelek seyreltik asitlerde çözünmez. Amonyak ilave edilirse tetraamin bakır(II) kompleksi oluşarak çözünür.



Görsel 2.14: $Cu_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

Alev Denemesi

Cu^{2+} iyonları içeren çözelti aleve tutulursa ya da sprey hâlde aleve püskürtülürse alevin yeşil renkli olmasına yol açar (Görsel 2.15).



Görsel 2.15: Bakırın alev testi ile tanınması

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
BAKIR(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi
- NH_4S_x çözeltisi
- 6 M NH_3 çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 6 M CH_3COOH çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Bek
- Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltinin üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip bagetle karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz.	☐
7	Elde edilen süspansiyonun yarısını ikinci bir santrifüj tüpüne alınız.	☐
8	Birinci tüpe 10 damla kadar amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 5 M NaOH çözeltisinden 10 damla kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelek ile çözeltiyi ayırınız.	☐
11	Çökeleği 10 damla kadar saf su ile yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine 3 M HNO_3 çözeltisinden 5-6 damla ilave edip su banyosunda birkaç dakika ısıtınız. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	Elde edilen çözelti üzerine 6 M NH_3 çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Çökelek oluştuktan sonra NH_3 çözeltisinin aşırısını ekleyip çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
14	Çözeltiye temiz bir platin tel daldırıp bek alevine tutunuz. Alevin rengini kontrol ediniz.	☐
15	Çözelti üzerine 5-6 damla 6 M CH_3COOH çözeltisi ve 2-3 damla $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi ekleyip değişimi gözlemleyiniz.	☐
16	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Cu(NO_3)_2$ ın Na_2S çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. On üçüncü işlem basamağında NH_3 çözeltisinin aşırısının eklenmesi ile $Cu(OH)_2$ çökeleğinin çözünmesini nasıl açıklarsınız? Anlatınız.
3. On beşinci işlem basamağında $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisinin eklenmesi ile oluşan renkli katının formülünü ve kimyasal tepkimenin denklemini yazınız.
4. Bir analizde Cu^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemler ile belirlenir? Açıklayınız.

2.1.4. KADMİYUM KATYONU (Cd^{2+})

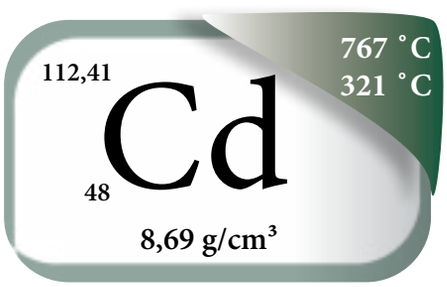
Kadmiyum, gümüş renginde, kolay işlenebilen bir metaldir (Görsel 2.16). Periyodik tablonun IIB grubunda (12. grup) yer alır. Doğada çinko cevherleri arasında sülfürlü bileşikleri hâlinde bulunur. Bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağına sahip bir metaldir.



Görsel 2.16: Kadmiyum elementi

$Cd(NO_3)_2$, $CdSO_4$, $CdCl_2$, CdS_2O_3 gibi bileşikleri suda çözünürken CdS, $Cd(CN)_2$, $Cd(OH)_2$, $CdCO_3$ gibi bileşikleri çözünmez. NH_3 ile $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ kompleksini oluşturarak çözünür.

Şekil 2.5'te kadmiyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 2.5: Kadmiyum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Kadmiyumun fazlası, iskelet ve kemik sistemine zarar verirken faydalı proteinlerin de vücuttan atılmasına neden olur.

BİLİYOR MUSUNUZ

Kadmiyumun en sık kullanıldığı alan şarj edilebilir pillerdi. Lityum iyon piller geliştirilene kadar Ni-Cd piller, cep telefonu ve dizüstü bilgisayar bataryalarında kullanılmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Kadmiyum; kozmetik, ilaç, kaplama ve boya sektörlerinde kullanılır.

BİLGİ KUTUSU

Tütün mamulleri önemli oranda kadmiyum içerir. Bu maddeleri kullanan insanların kanında bulunan kadmiyum miktarı, kullanmayanlara göre yaklaşık 4-5 kat daha fazladır. Vücuda alınan kadmiyum akciğer, böbrek ve kemiklerde hasara neden olabilir.

2.1.4.1. Kadmiyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Cd^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 2.17: CdS çökeleği

Na_2S

Cd^{2+} iyonu çözeltisine H_2S veya Na_2S çözeltisi eklenirse sarı renkli kadmiyum sülfür çöker (Görsel 2.17).

$$Cd^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow CdS(k)$$

CdS sıcak seyreltik nitrik asitte çözünür. Alkali hidroksitlerde ve amonyum polisülfürde çözünmez.



Görsel 2.18: $Cd(OH)_2$ çökeleği

NaOH ve KOH

Cd^{2+} iyonları içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $Cd(OH)_2$ çökeleği oluşur (Görsel 2.18).

$$Cd^{2+}(suda) + 2OH^{-}(suda) \rightarrow Cd(OH)_2(k)$$

NH_3

Cd^{2+} iyonları içeren çözeltiye NH_3 çözeltisi eklenirse beyaz renkli $Cd(OH)_2$ katısı çöker.

$$Cd^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Cd(OH)_2(k) + 2NH_4^{+}(suda)$$

Çökelek, üzerine NH_3 çözeltisinin aşırısı ilave edilirse kompleks oluşturarak çözünür. Oluşan çözelti renksizdir.

$$Cd(OH)_2(k) + 4NH_3(suda) \rightarrow [Cd(NH_3)_4]^{2+}(suda) + 2OH^{-}(suda)$$



Görsel 2.19: $Cd_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

$K_4[Fe(CN)_6]$

Cd^{2+} iyonu içeren çözelti üzerine birkaç damla potasyum ferrosiyanür çözeltisi ilave edilirse krem rengi kadmiyum ferrosiyanür çökeleği oluşur. (Görsel 2.19).

$$2Cd^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Cd_2[Fe(CN)_6](k)$$

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KADMİYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ NH_4S_x çözeltisi
- ▶ 6 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ 5 M NaOH çözeltisi
- ▶ 3 M HNO_3 çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltinin üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip bagetle karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz.	☐
7	Elde edilen süspansiyonun yarısını ikinci bir santrifüj tüpüne alınız.	☐
8	Birinci tüpe 10 damla kadar amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 5 M NaOH çözeltisinden 10 damla kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelek ile çözeltiyi ayırınız.	☐
11	Çökeleği 10 damla kadar saf su ile yıkayınız. Santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine 3 M HNO_3 çözeltisinden 5-6 damla ilave edip su banyosunda birkaç dakika ısıtınız. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	Elde edilen çözelti üzerine 6 M NH_3 çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Çökelek oluştuktan sonra NH_3 çözeltisinin aşırısını ekleyerek çözünme olup olmadığını tespit ediniz.	☐
14	Çözelti üzerine birkaç damla Na_2S çözeltisi ekleyerek değişimi gözlemleyiniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Cd(NO_3)_2$ ın Na_2S çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Bir analizde Cd^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle belirlenir? Açıklayınız.

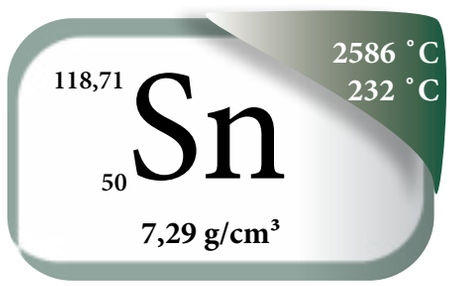
2.1.5. KALAY(II) VE KALAY(IV) KATYONLARI (Sn^{2+} ve Sn^{4+})

Kalay; gümüş renginde, yumuşak ve kolay şekil verilebilen bir metaldir. Periyodik tablonun IVA grubunda (14. grup) yer alır. Kalay elementi bileşiklerinde +2 ve +4 yükseltgenme basamağına sahiptir. Doğada genellikle kasiterit ve stanin mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 2.20).



Görsel 2.20: Kalay minerali

Kalay metali; seyreltik hidroklorik asit, sülfürik asit ve çok seyreltik nitrik asitte kalay(II); derişik sülfürik asitte ve nitrik asitte ise kalay(IV) iyonu oluşturacak şekilde yükseltgenir. Derişik nitrik asit ile tepkimesi sonucunda SnO_2 oluşur. Bu bileşik çok fazla su adsorblayarak jel oluşturur. Kalayın her iki iyonu da amfoterdir. Sn^{2+} nın bazda çözünmesi ile oluşan SnO_2^{2-} iyonuna **stannit**, Sn^{4+} nın bazda çözünmesi sonucu oluşan SnO_3^{2-} iyonuna **stannat** adı verilir. $SnCl_2$, $SnSO_4$, SnF_2, $SnBr_2$ gibi bileşikleri suda çözünürken SnS, SnS_2, $Sn(OH)_2$, SnO_2, SnI_2, SnI_4, SnC_2O_4 gibi bileşikleri çözünmez.



Şekil 2.6: Kalay elementinin özellikleri

Kalay(II) iyonunun bilinen kompleksleri yoktur. Kalay(IV) iyonunun ise $[SnCl_6]^{2-}$, $[SnS_3]^{2-}$, $[Sn(C_2O_4)_3]^{2-}$ gibi kompleksleri mevcuttur.

Şekil 2.6'da kalay elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Napoleon Bonaparte (Napolyon Bonapart), seferlerde askerlerinin taze gıda sorunu yaşamaları üzerine yiyeceklerin uzun süre bozulmadan saklanabileceği yöntemler araştırmış, ilanlar vermiş bu sorunu çözebilecek kişileri ödüllendireceğini duyurmuştur. İlk konserve kutuları bu ilanların ardından icat edilmiştir. Önce camdan sonra da kalayla kaplanmış tenekeden üretilen bu kutular günümüzde de kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Kalay, lehim ve alaşım eldesi; otomotiv sektörü; boya, cam ve teneke üretimi; toksisitesi düşük ve korozyon direnci yüksek olduğu için diğer metallerin kaplanması gibi sanayinin birçok farklı alanında kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Konserve kutularında kullanılan kalayın gıda ürünlerine geçme riski bulunmaktadır. Bu riskten dolayı diş macunlarına, kozmetik ürünlerine, boya ve ilaçlara yapılan kalay analizi, gıda ürünlerine de yapılmaktadır.

$SnCl_2.2H_2O$ Çözeltisinin Hazırlanması

22,5 g $SnCl_2.2H_2O$ katısının 100 mL derişik HCl çözeltisinde çözülüp saf suyla 1 litreye tamamlanması ile hazırlanır.

2.1.5.1. Kalay Katyonlarının Analitik Özellikleri

Sn^{2+} ve Sn^{4+} katyonları aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

Kalay iyonlarının her ikisi de sülfür ile suda çözünmeyen bileşikler oluşturur. Sn^{2+} iyonları içeren çözeltiye S^{2-} çözeltisi eklenirse siyah renkli SnS çökeleği oluşur (Görsel 2.21 a).

$$Sn^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow SnS(k)$$

Sn^{4+} iyonları içeren çözelti ile S^{2-} çözeltisinin tepkimesinden ise sarı renkli SnS_2 çökeleği oluşur (Görsel 2.21 b).

$$Sn^{4+}(suda) + 2S^{2-}(suda) \rightarrow SnS_2(k)$$

Her iki çökelek de amonyum polisülfürde çözünür. Bu özelliği ile bakır grubu (IIA) katyonlarından ayrılır.

SnS alkali metal hidroksitlerinde çözünmezken SnS_2 çözünür. Bu nedenle KOH veya NaOH çözeltisi kullanılarak IIA ve IIB grubu katyonları ayrılacağı zaman öncelikle HNO_3 çözeltisi ile Sn^{2+} iyonları tamamen Sn^{4+} iyonlarına yükseltgenmelidir.



Görsel 2.21: a) SnS
b) SnS_2 çökelekleri

$$3SnS(k) + 3S^{2-}(suda) + 2HNO_3(suda) + 6H^{+}(suda) \rightarrow 3SnS_2(k) + 2NO(g) + 4H_2O(s)$$

NaOH ve KOH

Her iki kalay iyonu da OH^- iyonu ile çökelek oluşturur (Görsel 2.22 a ve b). OH^- iyonunun fazlasında ise stannit ve stannat oluşturarak çözünür.

$$Sn^{2+}(suda) + 2OH^{-}(suda) \rightarrow Sn(OH)_2(k)$$

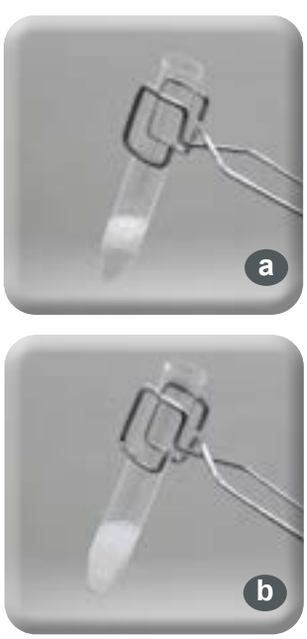
$$Sn(OH)_2(k) + 2OH^{-}(suda) \rightarrow SnO_2^{2-}(suda) + 2H_2O(s)$$

stannit

$$Sn^{4+}(suda) + 4OH^{-}(suda) \rightarrow Sn(OH)_4(k)$$

$$Sn(OH)_4(k) + 2OH^{-}(suda) \rightarrow SnO_3^{2-}(suda) + 3H_2O(s)$$

stannat



Görsel 2.22: a) $Sn(OH)_2$
b) $Sn(OH)_4$ çökelekleri

$HgCl_2$

2-3 damla Sn^{2+} çözeltisi yaklaşık 0,5 mL'ye seyreltilip üzerine 0,1 M $HgCl_2$ çözeltisinden birkaç damla ilave edilirse beyaz ipeğimsi bir çökelek (Hg_2Cl_2) oluşur. Oluşan çökelek üzerine birkaç damla Sn^{2+} çözeltisi ilave edilip ısıtılırsa siyah renkli metalik cıva oluşur.

$$Sn^{2+}(suda) + 2HgCl_2(suda) \rightarrow Sn^{4+}(suda) + \underset{\text{beyaz}}{Hg_2Cl_2(k)} + 2Cl^-(suda)$$

$$Sn^{2+}(suda) + Hg_2Cl_2(k) \rightarrow Sn^{4+}(suda) + \underset{\text{siyah}}{2Hg(k)} + 2Cl^-(suda)$$

Bi^{3+}

Sn^{2+} iyonları bazik ortamda Bi^{3+} iyonları ile tepkimeye sokulursa kalay Sn^{4+} ya yükseltgenir, siyah renkli metalik bizmut çöker.

$$3Sn^{2+}(suda) + 2Bi^{3+}(suda) \rightarrow 3Sn^{4+}(suda) + 2Bi(k)$$

NH_3

3-4 damla Sn^{2+} çözeltisi üzerine 1-2 damla amonyak çözeltisi ilave edildiğinde beyaz renkte kalay(II) hidroksit çökeleği oluşur. Oluşan çökelek NH_3 çözeltisinin fazlasında çözünmez.

$$Sn^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Sn(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)$$

İndirgenler

Demir, antimon, magnezyum, alüminyum gibi metaller kalay(IV) iyonunu kalay(II) iyonuna indirger (Görsel 2.23). Metalik kalaya kadar indirgenme olmaması için ortamın derişik HCl ile asitlendirilmesi gerekir.

$$Sn^{4+}(suda) + Fe(k) \rightarrow Sn^{2+}(suda) + Fe^{2+}(suda)$$

$$Sn^{4+}(suda) + Mg(k) \rightarrow Sn^{2+}(suda) + Mg^{2+}(suda)$$

Sn^{2+} iyonu, metalik çinko ile metalik kalaya indirgenir.

$$Sn^{2+}(suda) + Zn(k) \rightarrow Sn(k) + Zn^{2+}(suda)$$



Görsel 2.23: Sn^{4+} iyonlarının Mg metali ile indirgenmesi

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KALAY(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi
- NH_4S_x çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 0,1 M $BiCl_3$ çözeltisi
- 0,1 M $HgCl_2$ çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	İki ayrı santrifüj tüpüne 1 mL kadar $SnCl_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Birinci santrifüj tüpüne çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 10 damla saf su, 10 damla amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
7	İkinci santrifüj tüpüne 3 M HNO_3 çözeltisinden 3 damla kadar ekleyiniz. Su banyosunda 3 dakika ısıtınız.	☐
8	Hafif bazik olana kadar 3 M NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Daha sonra tekrar asidik oluncaya kadar dikkatlice 3 M HCl çözeltisinden ekleyiniz. Çözeltinin çok fazla asidik olmamasına özen gösteriniz.	☐
9	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
10	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
11	Çökelek üzerine 10 damla saf su ve 5 M NaOH çözeltisinden 10 damla kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
12	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz.	☐
13	Çözelti üzerine hacmi kadar 3 M HCl çözeltisi ekleyip içerisine Mg şerit atınız.	☐
14	Tepkime tamamlandıktan sonra üstteki berrak çözeltiyi alarak iki santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
15	1. tüpe birkaç damla $HgCl_2$ çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
16	2. tüpe birkaç damla NaOH çözeltisi ekleyip bazik yaptıktan sonra $BiCl_3$ çözeltisi ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
17	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $SnCl_2$ ün Na_2S çözeltisi ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. On üçüncü işlem basamağında gerçekleşen Mg şeridin çözünme reaksiyonunu yazınız.
3. Sn^{4+} iyonları da Sn^{2+} iyonları ile aynı şekilde aranır. Sadece en başta HNO_3 ilavesine gerek yoktur. Nedenini açıklayınız.
4. Bir analizde kalay iyonlarının varlığı hangi işlemlerle belirlenir? Açıklayınız.

2.1.6. ANTİMON(III) KATYONU (Sb^{3+})

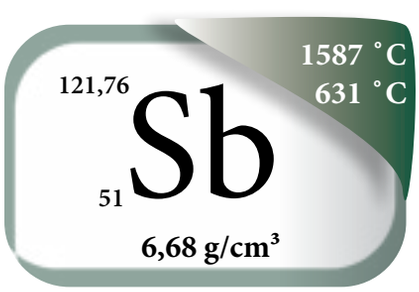
Antimon elementi; sert, kırılgan ve beyaz renkte bir yarı metaldir. Periyodik tablonun VA grubunda (15. grup) yer alır. Bileşiklerinde +3 ve +5 yükseltgenme basamaklarına sahiptir. Doğada genellikle stibrit ve valentinit mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 2.24). $SbCl_3$ katısı saf suda çözülürse



Görsel 2.24: Antimon minerali

$$SbCl_3(k) + H_2O(s) \rightarrow SbOCl(k) + 2H^+(suda) + 2Cl^-(suda)$$

tepkimesine göre SbOCl çökeleği oluşturur ve çözelti bulanıklaşır. Bunu önlemek için Sb^{3+} çözeltisi HCl'lü ortamda $SbCl_3$ katısının çözülmesiyle hazırlanır. $SbCl_3$ bileşiği HCl çözeltisindeki Cl^- iyonları ile



Şekil 2.7: Antimon elementinin özellikleri

$$SbCl_3(k) + 3Cl^-(suda) \rightarrow [SbCl_6]^{3-}(suda)$$

tepkimesine göre hegza kloro antimonat kompleksini oluşturarak çözünür. Antimon(III) iyonu ayrıca $[SbCl_4]^-$ ve $[SbOC_4O_4H_6]^-$ komplekslerini oluşturur.

Şekil 2.7'de antimon elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Eski Mısırlılar kozmetik ürünlerinin üretiminde kullanılan antimonu kurşun tozları ile birlikte gözlerini siyaha boyamak amacıyla kullanmışlardır. Kazılarda bulunan makyaj malzemeleri Kahire Ulusal Müzesi'nde sergilenmektedir.

BİLGİ KUTUSU

Antimon; aleve dayanıklı malzemeler, boya, cam, seramik ve sert alaşımların elde edilmesinde kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

T.C. Sağlık Bakanlığı İlaç ve Tıbbi Cihaz Kurumunun yayımladığı kılavuza göre kozmetik ürünlerde antimon analizi yapmak zorunludur. Kılavuzda antimon üst sınırının kozmetik ürünler için 10 ppm, diş macunları için 0,5 ppm olması gerektiği belirtilmiştir.

Antimon Klorür Çözeltisinin Hazırlanması

22,8 g $SbCl_3$ katısının 100 mL derişik HCl çözeltisinde çözülüp saf suyla 1 litreye tamamlanması ile hazırlanır.

2.1.6.1. Antimon(III) Katyonunun Analitik Özellikleri

Sb^{3+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

$[SbCl_6]^{3-}$ çözeltisi üzerine S^{2-} iyonu içeren çözelti eklenince portakal renkli Sb_2S_3 çökeleği oluşur (Görsel 2.25).

$$2[SbCl_6]^{3-}(suda) + 3S^{2-}(suda) \rightarrow Sb_2S_3(k) + 12Cl^-(suda)$$

Çökelek sıcak ve derişik HCl çözeltisi ile kompleks vererek çözünür.

$$Sb_2S_3(k) + 6H^+(suda) + 8Cl^-(suda) \rightarrow 2[SbCl_4]^-(suda) + 3H_2S(g)$$

Antimon(III) sülfür çökeleği alkali metal hidroksitlerinde ve amonyum polisülfürde çözünür. Bu özelliği ile IIA grubu katyonlarından ayrılır.

$$2Sb_2S_3(k) + 4OH^-(suda) \rightarrow SbO_2^-(suda) + 3SbS_2^-(suda) + 2H_2O(s)$$



Görsel 2.25: Sb_2S_3 çökeleği

Bazlarla

$[SbCl_6]^{3-}$ içeren çözeltiye birkaç damla alkali metal hidroksit veya NH_3 çözeltisi eklenirse metaantimonoz asidi (antimonil hidroksit) çökeleği oluşur (Görsel 2.26).

$$[SbCl_6]^{3-}(suda) + 3OH^-(suda) \rightarrow HSbO_2(k) + 6Cl^-(suda) + H_2O(s)$$



Görsel 2.26: $HSbO_2$ çökeleği

Metaantimonoz asit amfoter karakterlidir. Asitlerle ve alkali metal hidroksitleri ile tepkime vererek çözünür.

Asitlerle: $HSbO_2(k) + 6Cl^-(suda) + 3H^+(suda) \rightarrow [SbCl_6]^{3-}(suda) + 2H_2O(s)$

Bazlarla: $HSbO_2(k) + OH^-(suda) \rightarrow SbO_2^-(suda) + H_2O(s)$

Metalik Demir

$[SbCl_6]^{3-}$ içeren çözeltiye 2-3 damla HCl çözeltisi ilave edilip bir demir parçası daldırılırsa siyah renkli metalik antimon çöker (Görsel 2.27).

$$2[SbCl_6]^{3-}(suda) + 3Fe(k) \rightarrow 2Sb(k) + 3Fe^{2+}(suda) + 12Cl^-(suda)$$



Görsel 2.27: Metalik antimon

6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
ANTİMON(III) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $SbCl_3$ çözeltisi
- ▶ NH_4S_x çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ 5 M NaOH çözeltisi
- ▶ Demir metali
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $SbCl_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltinin üzerine çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 1 mL saf su ekleyip bagetle karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz.	☐
7	Elde edilen süspansiyonun yarısını ikinci bir santrifüj tüpüne alınız.	☐
8	Birinci tüpe 10 damla kadar amonyum polisülfür çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 5 M NaOH çözeltisinden 10 damla kadar ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
10	Birinci ya da ikinci santrifüj tüpünden analize devam ediniz. Çözeltiye asidik oluncaya kadar 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
11	Çözeltiyi üç ayrı santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
12	Birinci tüpe Na_2S çözeltisinden ekleyip değişimi gözlemleyiniz.	☐
13	İkinci tüpe birkaç damla HCl çözeltisi ekleyip demir (Fe) parçası atınız. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
14	Üçüncü tüpe NH_3 çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

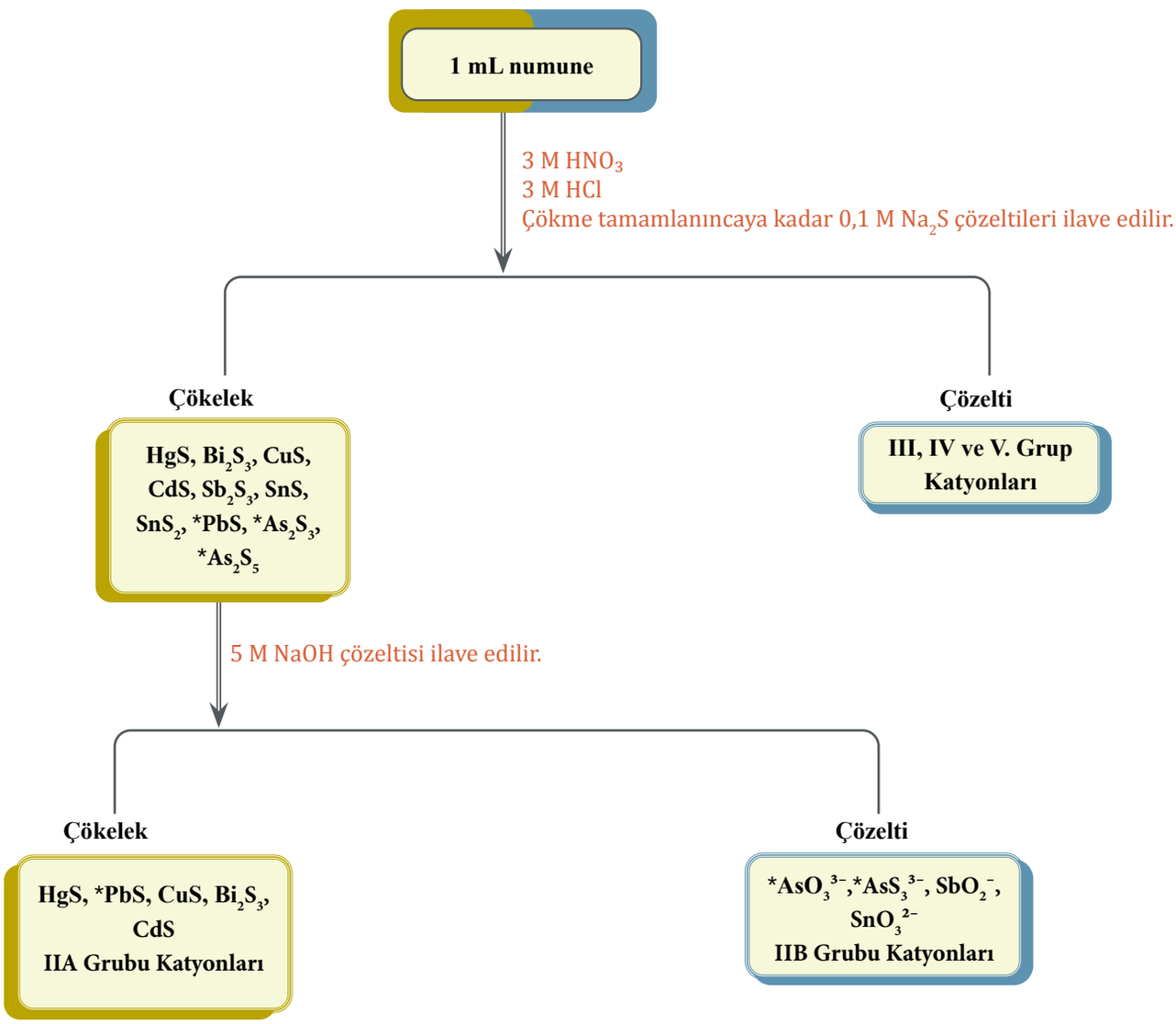
Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $SbCl_3$ çözeltisinin HCl çözeltisinde çözünmesiyle oluşturduğu yapı nasıldır? Yazınız.
2. $SbCl_3$ çözeltisinin Na_2S çözeltisi ile verdiği tepkimeyi yazınız.
3. Bir analizde antimon iyonlarının varlığı hangi işlemlerle belirlenir? Açıklayınız.

2.2. II. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

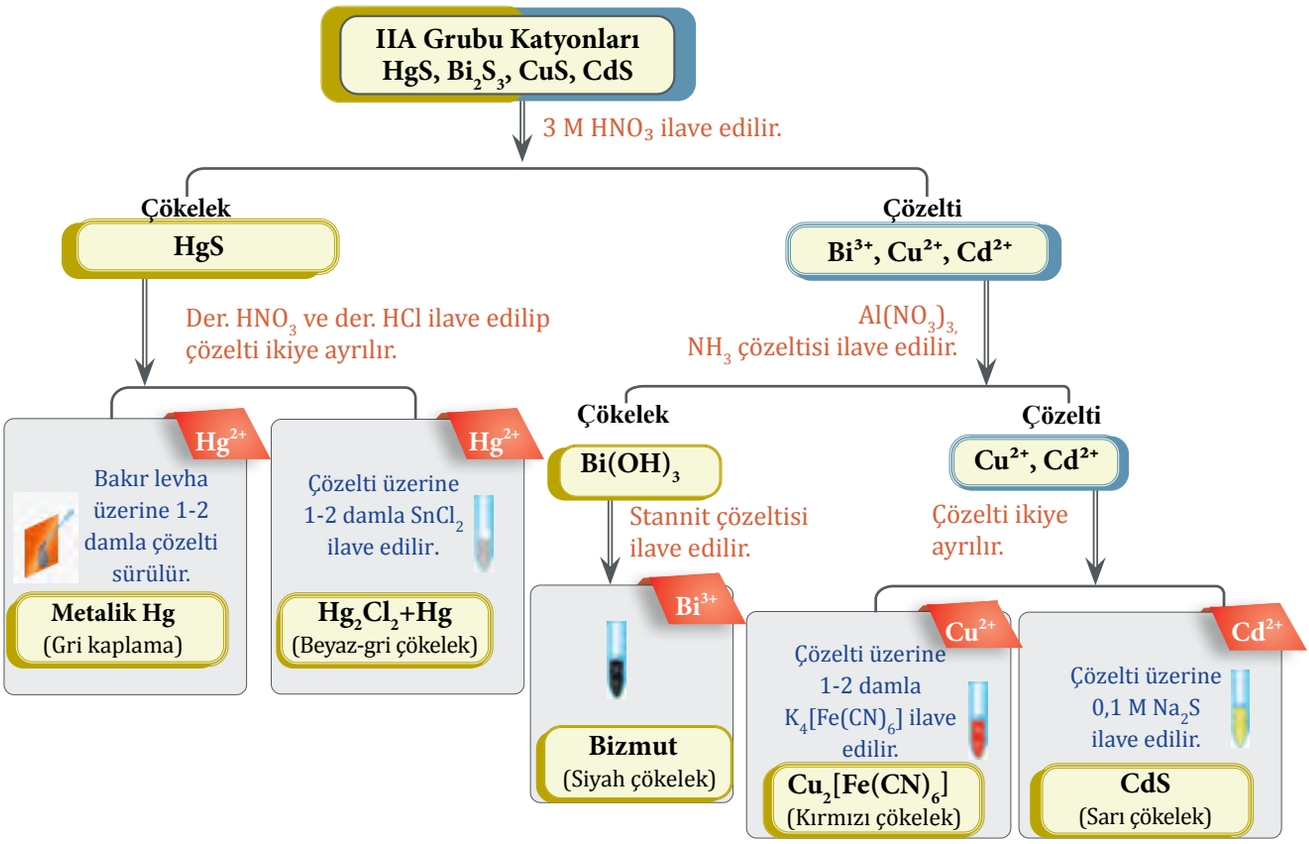
Grup katyonlarının çöktürülmesi aşamasında ortamın pH'ı yaklaşık 1 olmalıdır. Asitlik daha az olursa III. grup katyonlarından bazıları da çöker. Asitlik fazla büyük olursa da kalay(IV) ve kadmiyum iyonlarının çökmemesi ihtimali vardır. Sn^{2+} iyonları, Hg^{2+} iyonlarını metalik Hg'ya indirgeyeceği için doğal numunelerde bir arada bulunmaz. Bu nedenle laboratuvarda hazırlanan analiz numunelerinde Sn^{2+} ve Hg^{2+} iyonları birarada verilmemelidir. Sn^{4+} iyonları ile Hg^{2+} iyonlarının bir arada bulunmasında bir sakınca yoktur.

II. grup katyonlar, sülfürlerinin KOH veya NaOH çözeltisinde çözünüp çözünmemesine göre iki alt gruba ayrılarak analiz edilir. Alt gruplar, **IIA ve IIB grupları** olarak adlandırılır. NaOH çözeltisinde çözünmeyen PbS, HgS, Bi_2S_3, CuS, CdS grup **IIA veya bakır grupları** olarak adlandırılır. NaOH çözeltisinde kompleks oluşturarak çözünen As_2S_3, As_2S_5, Sb_2S_3, Sb_2S_5, SnS, SnS_2 ise grup **IIB veya kalay grubu** olarak adlandırılır. II. grup katyonlarının toplu analizi şema takip edilerek aşağıdaki işlem numaralarına göre yapılmalıdır. II. grup katyonlarının toplu analizi Şema 2.1, Şema 2.2 ve Şema 2.3 takip edilerek yapılmalıdır.

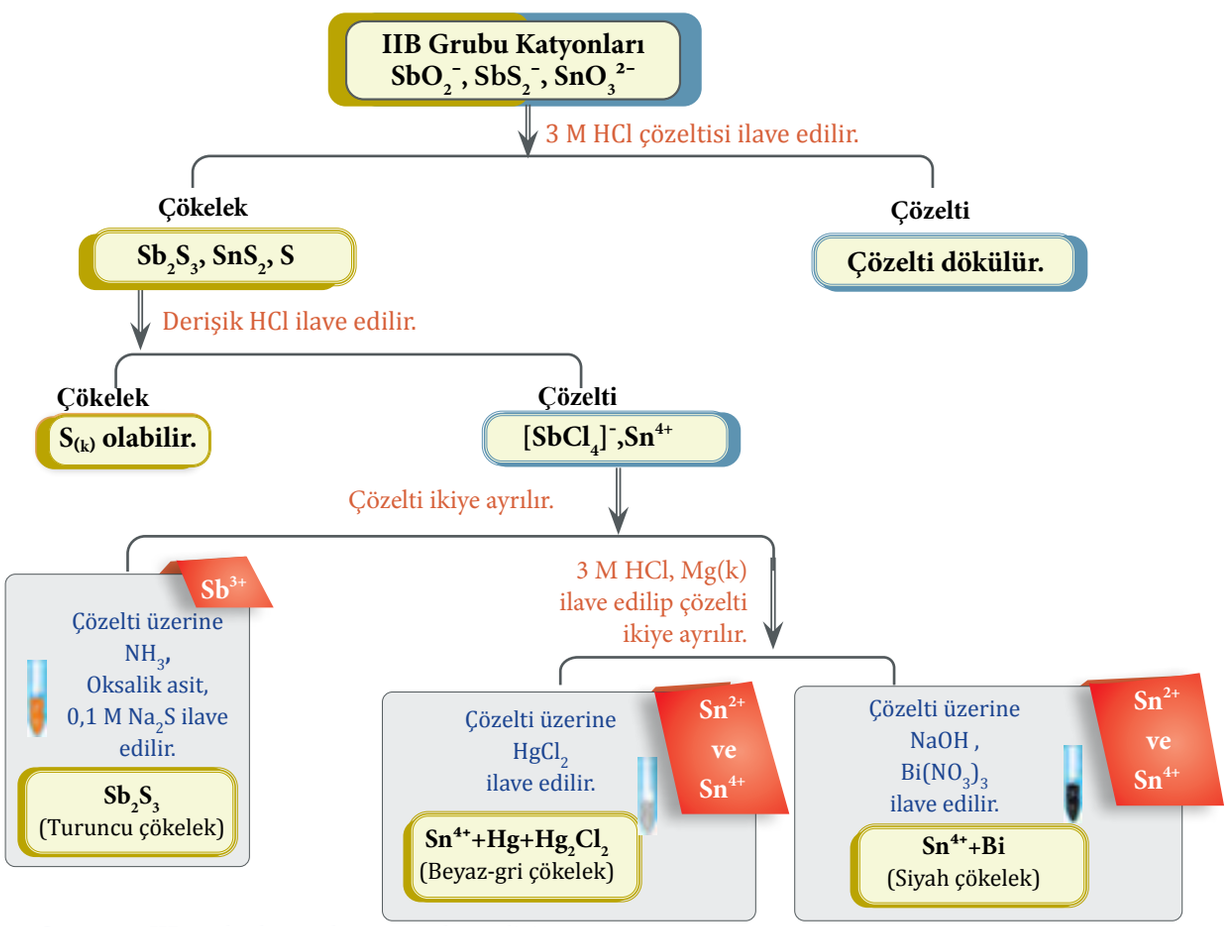


!* Analizde yer almayacak katyonları gösterir.

Şema 2.2: II. grup katyonlarının toplu analizi



Şema 2.3: IIA grubu katyonlarının toplu analizi



Şema 2.4: IIB grubu katyonlarının toplu analizi

7. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
II. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $HgCl_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Bi(NO_3)_3$ çözeltisi
- 0,1 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $SnCl_2$ çözeltisi
- 0,1 M $SbCl_3$ çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- Doymuş NH_4Cl çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- Cu levha
- 0,1 M $Al(NO_3)_3$ çözeltisi
- Derişik NH_3 çözeltisi
- Sodyum stannit çözeltisi
- 6 M CH_3COOH çözeltisi
- Mg şerit
- Katı oksalik asit

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Sıcak su banyosu
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	II. grup katyonlarını içeren çözeltiden 1 mL alarak üzerine 3 M HNO_3 çözeltisinden 10 damla ekleyip su banyosunda 3 dakika ısıtınız.	☐
4	Hafif bazik olana kadar derişik NH_3 çözeltisi ilave ediniz. Daha sonra 3 M HCl çözeltisinden damla damla ilave ederek ortamı asidikleştiriniz.	☐
5	Çökme tamamlanıncaya kadar 0,1 M Na_2S çözeltisi ekleyerek santrifüjleyiniz. Çökelek II. grup katyonlarının sülfürleridir. Çözeltiyi dökünüz. **! II. grup katyonlarının grup çöktürücüsü ile verdiği reaksiyonları yazınız.**	☐

6	Çökeleği 1 damla NH_4Cl ve 1 damla 0,1 M Na_2S çözeltisi içeren 10 damla su ile yıkayınız. Karışımı santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
7	10 damla 5 M NaOH çözeltisi ilave edip sıcak su banyosunda 3 dakika karıştırarak ısıtınız.	☐
8	Karışımı santrifüjleyerek çözelti ve çökeleği ayırınız. Çözelti, IIB grubu katyonlarını içerdiği için saklayınız.	☐
9	Çökelek üzerine 5 damla daha 5 M NaOH çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda karıştırarak ısıtınız. Karışımı santrifüjleyiniz. Çözeltiyi 8. işlem basamağında saklamak üzere ayırdığınız çözelti ile birleştiriniz. **! NaOH ilavesi ile çökelekte kalan ve çözeltiye geçen iyonlar hangileridir?**	☐

IIA Grubu Katyonlarının Aranması

10	Çökelek IIA grubu katyonlarını içerir. Çökelekteki fazla NaOH'i ortamdan uzaklaştırmak için 10 damla saf su ile yıkayınız. Karışımı santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
11	Çökelek üzerine 10 damla 3 M HNO_3 çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 4 dakika karıştırarak ısıtınız. Santrifüj edip çözelti ile çökeleği ayırınız. Çözelti ve çökelekte farklı maddeler aranacağı için hiçbirini **dökmeyiniz.**	☐
12	11. işlem basmağındaki işlemi tekrarlayarak elde ettiğiniz çözeltileri birleştiriniz. Kalan çökelek miktarı fazla ise aynı işlemi bir kez daha yapınız. Her işlemde çözelti üzerinde biriken serbest kükürdü baget yardımıyla alıp atınız. **! Bu işlemde çözeltide ve çökelekte bulunan iyonlar hangileridir? Yazınız.**	☐
13	Çökelekte Hg^{2+} iyonları aranacaktır. Çökelek üzerine 3 damla derişik HNO_3 ve 9 damla derişik HCl çözeltilerinden ekleyip sıcak su banyosunda 3 dakika karıştırarak ısıtınız.	☐

14	Çözeltiden bir damla alıp bakır levha üzerine sürünüz. Birkaç dakika beklediğinizde bakırın üzerinde görülen gri tabaka Hg^{2+} nın varlığını gösterir.	☐
15	Tüpteki çözeltinin üzerine 1 damla 0,1 M Sn^{2+} çözeltisi ekleyiniz. Beyaz-gri bir çökelek oluşması yine Hg^{2+} nın varlığını gösterir. **! 14 ve 15. işlem basamaklarında Hg^{2+} iyonunun tanınmasında kullanılan tepkimeleri yazınız.**	☐
16	On birinci ve on ikinci işlem basamağındaki çözeltide Cu^{2+}, Cd^{2+} ve Bi^{3+} iyonları bulunabilir. Çözelti üzerine 1 damla 0,1 M $Al(NO_3)_3$ çözeltisi ve bazik oluncaya kadar derişik NH_3 çözeltisinden ekleyiniz. Çökme olduktan sonra 1 mL daha NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Karışımı santrifüjleyerek çözelti ve çökeleği ayırınız. Hem çözeltide hem çökelekte farklı katyonlar aranacağı için ikisini de **atmayınız.** **! Çözeltideki iyonların bulunabilecek olan NH_3 ile verdiği reaksiyonları yazınız.** ..... **! NH_3 çözeltisinin aşırısının eklenme nedenini yazınız.**	☐
17	Çökelekte Bi^{3+} iyonları aranacaktır. $Al(OH)_3$ ile birlikte $Bi(OH)_3$ çökeleği bulunabilir. Çökeleği 5-6 damla saf su ile yıkayınız. Karışımı santrifüjleyerek yıkama suyunu dökünüz.	☐
18	Çökelek üzerine 10 damla kadar yeni hazırlanmış sodyum stannit çözeltisi ekleyiniz. Çökelekte hemen siyahlaşma olması Bi^{3+} iyonunun varlığını gösterir. **! Bi^{3+} iyonlarının sodyum stannit ile tanınma reaksiyonunu yazınız. Reaksiyon sonucu oluşan siyah rengin sebebi olan maddeyi belirtiniz.**	☐
19	Çözeltide Cd^{2+} ve Cu^{2+} iyonları aranacaktır. Bu iyonlar tetraamin kompleksleri hâlinde bulunmaktadır. Çözeltinin mavi renkli olması Cu^{2+} iyonlarının varlığını kanıtlar ancak derişim çok az ise mavi renk belirsiz olabilir.	☐

20	Çözeltiyi ikiye bölünüz. Birinci kısım üzerine 1 mL 6 M CH_3COOH çözeltisi ve birkaç damla $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi ekleyiniz. Oluşan koyu kırmızı renkli çökelek Cu^{2+} varlığını doğrular. Üzerine birkaç damla Na_2S çözeltisi eklenip bir süre beklenince kırmızı çökelek üzerinde oluşan sarı tabaka Cd^{2+} varlığını gösterir.	☐
21	İkinci kısım 3 M HCl çözeltisi ile asitlendirildikten sonra 0,1 M Na_2S çözeltisi eklenip su banyosunda ısıtılınca oluşan sarı renkli çökelek Cd^{2+} varlığını gösterir. ! **Cd^{2+} ve Cu^{2+} iyonlarının tetraamin komplekslerinin formüllerini yazınız.**	☐

IIB Grubu Katyonlarının Aranması

!**NOT: Bu grupta As^{3+}, As^{5+}, Sn^{2+}, Sn^{4+}, Sb^{3+} iyonları bulunur ancak arsenik elementi ve bileşikleri tehlikeli olduğu için burada aranmayacaktır.**

22	Sekizinci ve dokuzuncu işlem basamaklarında elde edilen çözeltide Sn^{4+} ve Sb^{3+} iyonlarının kompleksleri bulunmaktadır. Çözeltiye hafif asidik oluncaya kadar damla damla 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Bu işlem komplekslerin parçalanıp iyonların sülfürleri hâlinde çökmesini sağlar. Elde edilen çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
23	Çökelek üzerine 1 mL kadar derişik HCl çözeltisi ekleyip su banyosunda karıştırarak ısıtınız. Karışımda elementel kükürt katısı bulunabilir. Karışımı santrifüjleyerek çözeltiyi alınız. Çökelek büyük olasılıkla kükürttür. Çökeleği atınız.	☐
24	Çözeltiyi ikiye ayırınız. Birinci kısımda Sb^{3+}, ikinci kısımda Sn^{4+} aranacaktır.	☐
25	Çözeltinin birinci kısmına bazik oluncaya kadar derişik NH_3 çözeltisi ekleyiniz. 0,2 g kadar oksalik asit ekledikten sonra 0,1 M Na_2S çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Turuncu renkli çökelek, Sb^{3+} varlığını gösterir.	☐

26	Çözeltinin ikinci kısmına kendi hacmi kadar 3 M HCl çözeltisi ekleyerek içine bir parça Mg şerit atınız. Çözünme tamamlandıktan sonra üstteki berrak çözeltiyi alıp ikiye ayırınız. **! Asitli ortamda Mg metali ile çözeltide bulunması muhtemel hangi IIB katyonunun tepkimeye girmesini beklersiniz? Tepkime denklemini yazınız**	☐
27	Birinci kısım çözelti üzerine birkaç damla $HgCl_2$ ekleyiniz. Beyaz-gri çökelek, numunede Sn^{2+} iyonunun varlığını gösterir. **! Beyaz-gri çökelek hangi maddelerden oluşur? Yazınız.**	☐
28	İkinci kısım üzerine NaOH çözeltisi ekleyip bazikleştiriniz. Üzerine birkaç damla $Bi(NO_3)_3$ çözeltisi ekleyiniz. Siyah çökelek, numunede Sn^{2+} iyonlarının varlığını gösterir. **! Bi^{3+} iyonları ile tepkimeye giren kalay iyonu hangisidir? Tepkime denklemini yazınız.**	☐
29	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Üçüncü işlem basamağında 3 M HNO_3 çözeltisi eklenmesinin sebebi nedir? Açıklayınız.

.....

2. Yedinci işlem basamağında 5 M NaOH çözeltisi ne için eklenmektedir? Bu çözeltinin yerine başka hangi çözeltiler kullanılabilir? Açıklayınız.

.....

3. On altıncı işlem basamağında NH_3 çözeltisi eklenmesinden önce ortama neden Al^{3+} iyonları içeren çözelti eklenmektedir? Açıklayınız.

.....

4. Yirmi ikinci işlem basamağında ortama HCl çözeltisi eklenmesine rağmen iyonlar neden sülfürleri şeklinde çökmektedir? Açıklayınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

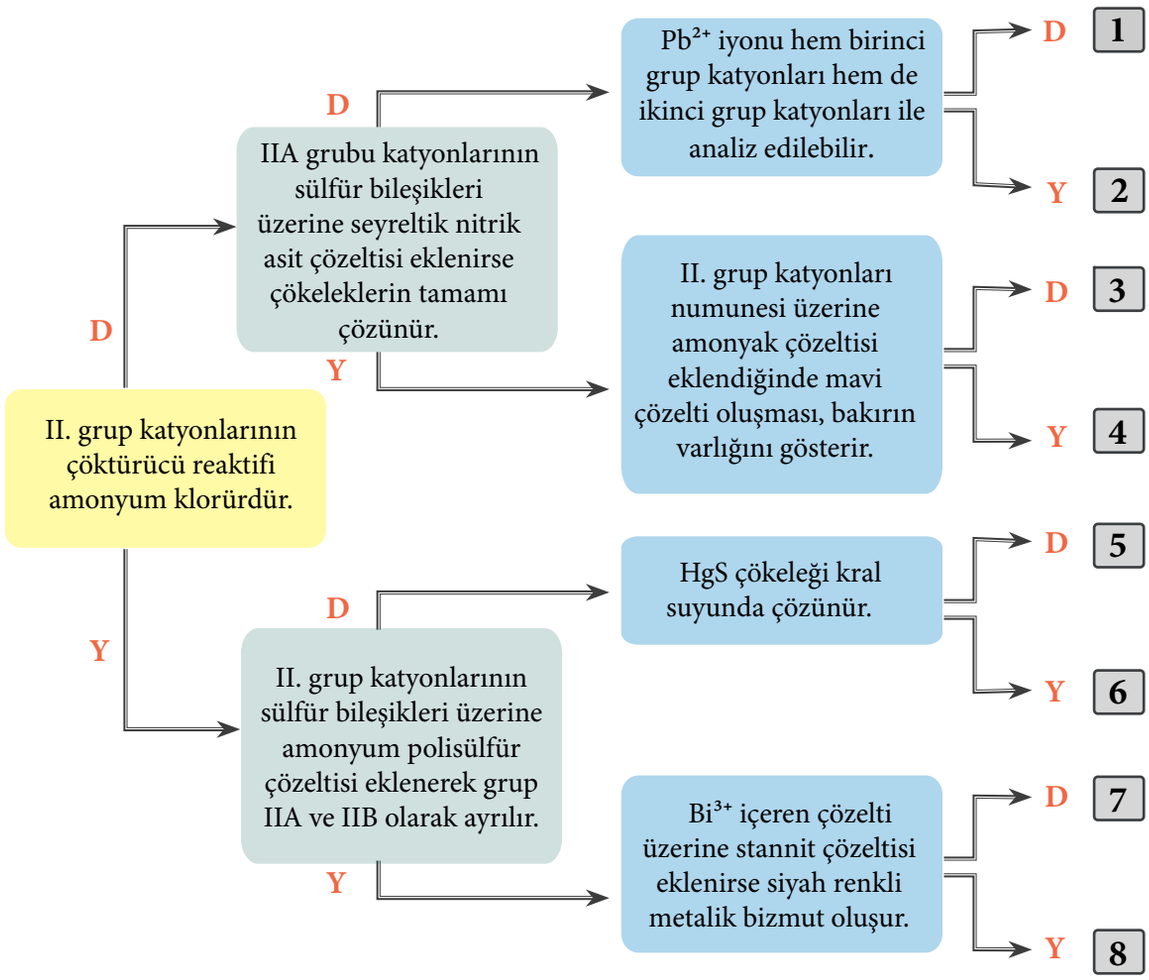
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **5 puan** (**5x4=20 puan**),
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir katyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. II. grup katyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. II. grup katyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Grup çöktürücüsü, asidik ortamda H_2S veya tiyoasetamittir.

.....

b. ( ) II. grup katyonları asidik ortamda S^{2-} iyonları ile çöktürülür.

.....

c. ( ) CdS çökeleği kırmızı renklidir.

.....

ç. ( ) Çözeltinin mavi renkli olması, Cu^{2+} iyonlarının varlığını gösterir.

.....

d. ( ) Sn^{4+} ve Sb^{3+} katyonları IIA (bakır grubu) grubu katyonlarındandır.

.....

e. ( ) Kral suyu üç hacim nitrik asit ve bir hacim hidroklorik asit karışımıdır.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

Hg^{2+}	Cd^{2+}	Fe^{2+}	Hg_2^{2+}
Cu^{2+}	Pb^{2+}	Sr^{2+}	Sn^{2+}
Ag^{+}	Na^{+}	Bi^{3+}	Ca^{2+}
Sb^{3+}	Ba^{2+}	As^{3+}	K^{+}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri ikinci grup katyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Sb^{3+} + S^{2-} \rightarrow$.....

b. $Cu^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

c. $Bi^{3+} + S^{2-} \rightarrow$.....

ç. $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

d. $Sn^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

3. II ve III. grup katyonlarını bir arada bulunduran bir çözeltiye sülfür çözeltisi eklenmeden önce ortamın asidik hâle getirilmesinin nedeni nedir?

4. İkinci grup katyonlarının toplu analizine başlanmadan önce numuneye HNO_3 çözeltisi eklenip su banyosunda ısıtılmaktadır. **Bu işlem hangi katyonlar için yapılır? Nedenini açıklayınız.**

5. CdS, PbS, Sb_2S_3, CuS, HgS, SnS_2, Bi_2S_3 çökeleklerinden hangileri KOH ilavesi ile çözünür?

6. "IIA grubu sülfürleri, üzerlerine seyreltik HNO_3 çözeltisi eklenip su banyosunda ısıtıldığında S^{2-} iyonlarının elementel kükürde yükseltgenmesi sonucunda çözünür." bilgisine sahip olan Ezel, IIA grubu sülfürlerini içeren numunesine HNO_3 çözeltisi ilave ettiğinde çökeleğin bir kısmının çözünmediğini görmüştür.

a. Ezel'in sahip olduğu bilgideki eksiklik nedir?

b. Ezel'in yaptığı işleme göre numunede hangi katyon kesinlikle vardır?

7. 0,1 M 100 mL Na_2S çözeltisi hazırlamak için kaç gram $Na_2S.7H_2O$ tartılmalıdır?
(Na_2S: 78 g/mol, H_2O:18 g/mol)

8. Yoğunluğu 0,9 g/mL olan %25'lik NH_3 tan 3 M 250 mL NH_3 çözeltisi nasıl hazırlanır?
(NH_3: 17 g/mol)

9. 3 M 500 mL HCl çözeltisi elde etmek için 12 M HCl çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Hg^{2+} iyonunun analizi ile ilgili aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Sülfür çözeltisi ile siyah renkli HgS şeklinde çöker.

B) HgS bileşiği derişik HNO_3 çözeltisi ve kral suyunda çözünür.

C) Derişik $SnCl_2$ eklenmesi ile metalik Hg'ya indirgenir.

D) HgS çökeleği 5 M NaOH veya amonyum polisülfür ile çözünür.

E) Metalik bakır ile indirgenerek metalik cıvaya dönüşür.

2. **Cd^{2+} katyonu için aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Sülfürle verdiği çökelek sarı renklidir.

B) Sülfürle verdiği çökelek seyreltik nitrik asitte çözünür.

C) Birinci grup katyonlarla birlikte çöker.

D) Sülfür iyonu ile CdS çökeleğini oluşturur.

E) Derişik NH_3 ile $[Cd(NH_3)_4]^{2+}$ kompleksi oluşturur.

3. **Cu^{2+} katyonu ve oluşturduğu bileşikler için aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Sülfür ile oluşturduğu çökelek siyah renktedir.

B) CuS çökeleği seyreltik nitrik asitte çözünmez.

C) Derişik amonyak ile koyu mavi renkli tetraamin kompleksi oluşturur.

D) Ferrosiyanür ile kırmızı-kahve renkli bir çökelek oluşturur.

E) Alev renginin yeşil olmasına yol açar.

4. **II. grup katyonlarının sülfür bileşiklerini A ve B grubu şeklinde ayırmak için aşağıdaki çözeltilerden hangisi kullanılabilir?**

A) NaOH B) HNO_3 C) HCl

D) Na_2S E) KCN

5. Sadece II. grup katyonlarının analizini yapan Ayhan, numunede tek bir katyonun olduğunu bilmektedir. Ayhan numuneye Na_2S çözeltisi eklediğinde turuncu çökelek oluştuğunu gözlemliyor.
Buna göre numunede aşağıdaki katyonlardan hangisi olabilir?

A) Cu^{2+} B) Hg^{2+} C) Pb^{2+}

D) Bi^{3+} E) Sb^{3+}

6. $BiCl_3$ çözeltisine birkaç damla 6 M NH_3 çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli çökelek oluşmaktadır.
Oluşan çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) Bi_2S_3 B) $Bi(NO)_3$ C) BiOCl

D) $Bi(OH)_3$ E) $Bi_2(SO_4)_3$

7. Cu^{2+} iyonları içeren çözeltiye $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi eklendiğinde kırmızı-kahve renkli bir çökelek oluşmaktadır.
Oluşan çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) CuC_2O_4 B) $[Cu(NH_3)_4]^{2+}$

C) $Cu_2[Fe(CN)_6]$ D) $Cu(OH)_2$

E) $Cu(NO_3)_2$

8. **Çözelti içinde askıda kalmış çökelekler en iyi hangi yöntem ile ayrılır?**

A) Dekantasyon B) Ekstraksiyon

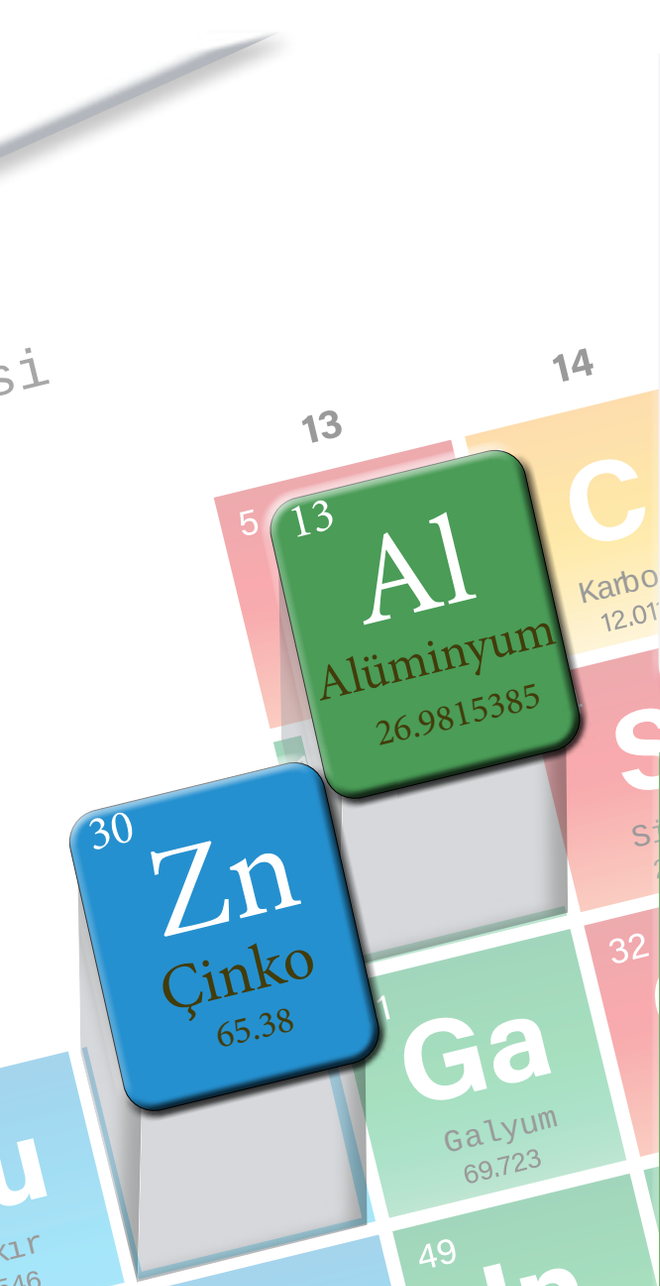
C) Flotasyon D) Santrifüjleme

E) Süzme

3. ÖĞRENME BİRİMİ



III. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 3.1. III. GRUP KATYONLARI
- 3.2. III. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- III. grup katyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan III. grup katyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Kayaların ve toprakların doğada farklı renklerde olmasının sebebi ne olabilir? Tartışınız.
- Demir, kobalt, nikel, alüminyum, çinko, mangan ve krom elementlerinin kullanım alanlarından bildiklerinizi yazarak arkadaşlarınızın cevaplarıyla karşılaştırınız.
- Latince "chroma" kelimesi renk anlamına gelmektedir. Bunun krom elementinin adı ile bir ilişkisi var mıdır? Farklı krom bileşiklerinin görsellerini araştırarak yorumlayınız.

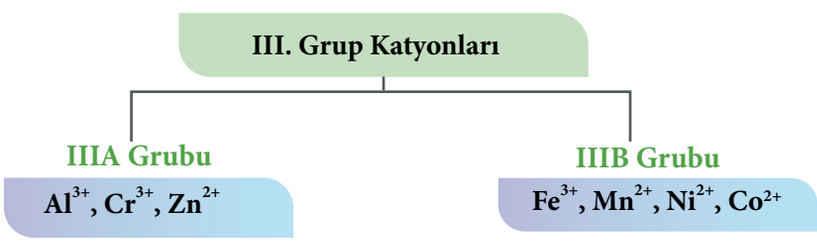
3.1. III. GRUP KATYONLARI

I ve II. grup katyon tuzlarının çöktüğü ortamlarda çözünebilen tuzlar oluşturan Fe^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Co^{2+}, Mn^{2+}, Al^{3+}, Cr^{3+} ve Zn^{2+} katyonları **III. grup katyonları** olarak adlandırılır. III. grup katyonlarının analizinde grup çöktürücüsü NH_4^+/NH_3 tamponunda S^{2-} iyonudur. Çöktürücü reaktif olarak H_2S, Na_2S, tiyoasetamid veya $(NH_4)_2S$ bileşiklerinin çözeltileri kullanılabilir.

II ve III. grup katyonlarının her ikisi de S^{2-} iyonları ile çökelek verir. III. grup katyonlarının sülfürlerinin çözünürlükleri II. grup katyonlarından daha büyüktür. III. grup katyonlarının çökmesi için S^{2-} iyonlarının derişiminin yüksek olması gerekir. Düşük pH'lı ortamda H_2S ve HS^- şeklinde bulunan sülfür, yüksek pH'ta daha çok S^{2-} hâlindedir. Bu sayede ortam pH'ına göre II ve III. grup katyonları birbirinden ayrılabilir. NH_4^+/NH_3 tamponunda pH 8-9 civarında dengelenir. Bu ortamda Al ve Cr, hidroksitleri hâlinde; sülfür ilavesi ile de grubun diğer katyonları sülfürleri hâlinde çöker.

I-V. grup katyonlarının analizi yapılan numunede III. grup katyon analizi yapılırken ortam fazla bazikleştirilirse Mg iyonunun çökme ihtimali bulunduğu için pH'a dikkat edilmesi gerekir.

Bazik ortamda Na_2O_2 ilavesi ile Al^{3+}, Cr^{3+} ve Zn^{2+} iyonları sırasıyla AlO_2^-, CrO_4^{2-}, ZnO_2^{2-} anyonlarına dönüşerek çözünür. Bu iyonlar **IIIA grubu katyonları** olarak sınıflandırılır. Fe^{3+}, Mn^{2+}, Ni^{2+} ve Co^{2+} iyonları ise hidroksitleri hâlinde çöker. Bu iyonlar ise **IIIB grubu katyonları** olarak sınıflandırılır (Şema 3.1).



Şema 3.1: III. grup katyonlarının sınıflandırılması

Tablo 3.1: III. Grup Katyonlarının Sülfür Bileşiklerinin Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
ZnS	Beyaz	$3{,}46.10^{-12}$	$3{,}36.10^{-10}$
CoS	Siyah	$2{,}24.10^{-11}$	$2{,}03.10^{-9}$
NiS	Siyah	2.10^{-10}	$1{,}80.10^{-8}$
FeS	Siyah	$8{,}90.10^{-10}$	$7{,}80.10^{-9}$
MnS	Açık pembe	$1{,}73.10^{-7}$	$1{,}50.10^{-6}$
$Al(OH)_3$	Beyaz	$1{,}83.10^{-9}$	$1{,}43.10^{-7}$
$Cr(OH)_3$	Yeşil	$1{,}25.10^{-8}$	$1{,}29.10^{-6}$

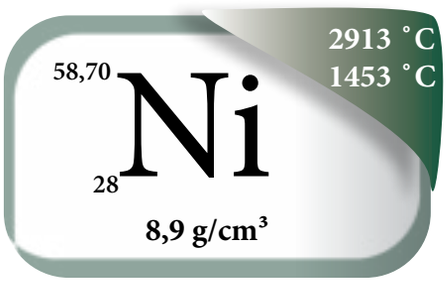
3.1.1. NİKEL(II) KATYONU (Ni^{2+})



Görsel 3.1: Nikel metali

Nikel; gri-beyaz renkte, sert fakat kolay işlenebilen bir geçiş metalidir (Görsel 3.1). Doğada pentlandit, garnierit mineralleri şeklinde bulunur. Periyodik tablonun VIIIB grubunda (10. grup) yer alan nikel elementi, bileşiklerinde +2, +3 ve +4 yükseltgenme basamağına sahiptir. Ni^{2+} katyonu nötr, asidik ve bazik ortamlarda kararlıdır, Ni^{3+} ve Ni^{4+} ise sadece bazik ortamda bulunabilir.

Ni^{2+} çözeltileri ve tuzlarının çoğu yeşil renklidir. $Ni(NO_3)_2$, $NiCl_2$, $NiSO_4$ gibi bileşikleri suda çözünürken NiS, $Ni(OH)_2$, $NiCO_3$, $Ni(CN)_2$ gibi bileşikleri çözünmez.



Şekil 3.1: Nikel elementinin özellikleri

Ni^{2+} analizinde nikelin suda çözünen bileşiklerinden herhangi birinin çözeltisi kullanılabilir. Ni^{2+} iyonu farklı ligandlarla farklı renklerde kompleksler oluşturur. Dimetilglioksimle oluşturduğu kompleksin pembe rengi nikelin tanınmasında kullanılır.

Şekil 3.1'de nikel elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ?

Meteoritler nikel ve demir içerir. Dünya'da bulunan nikelin bir kısmı bu göktaşları ile gelmiştir.

BİLGİ KUTUSU

Nikel korozyona karşı dayanıklı bir element olduğu için kaplama, pil, para kasası yapımı, makine parçası, zırh plakları vb. sanayi üretimlerinde kullanılmaktadır.

3.1.1.1. Nikel(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Ni^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

Ni^{2+} çözeltisine S^{2-} iyonları içeren çözelti eklenirse siyah renkli NiS çöker (Görsel 3.2).



Görsel 3.2: NiS çökeleği

$$Ni^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow NiS(k)$$

NiS, suda kolayca kolloid hâline dönüşür. Kahverengi bir sol (sıvı kolloid) elde edilir. Bu kolloidden NiS'ün katı hâlde çöktürülebilmesi için amonyum tuzları veya asetik asit-asetat tamponu ilave edilerek kaynatılması gerekir. NiS, HCl çözeltisi ilavesi ile oldukça yavaş çözünür ancak sıcak derişik HNO_3 veya kral suyu ile kolayca çözünebilir.

$$NiS(k) + 4HNO_3(suda) \rightarrow Ni(NO_3)_2(suda) + 2NO_2(g) + S(k) + 2H_2O(s)$$

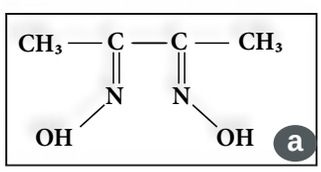
$$3NiS(k) + 12Cl^-(suda) + 2NO_3^-(suda) + 8H^+(suda) \rightarrow 3NiCl_4^{2-}(suda) + 3S(k) + 2NO(g) + 4H_2O(s)$$

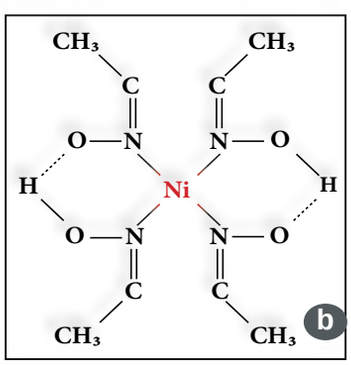


Görsel 3.3: $Ni(OH)_2$ çökeleği



Görsel 3.4: $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ çözeltisi







Görsel 3.5: a) Dimetilglioksim bileşiği
b) Nikel dimetil glioksimat
c) $[Ni(DMG)_2]$ çökeleği

NaOH ve KOH

Ni^{2+} katyonu içeren çözelti üzerine birkaç damla NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse açık yeşil renkli $Ni(OH)_2$ çökeleği oluşur (Görsel 3.3).

$$Ni^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Ni(OH)_2(k)$$

Bu çökelek, alkali metal hidroksitlerin fazlasında çözünmez ancak seyreltik asitlerde kolayca çözünebilir.

$$Ni(OH)_2(k) + 2HCl(suda) \rightarrow Ni^{2+}(suda) + 2Cl^-(suda) + 2H_2O(s)$$

NH_3

Ni^{2+} katyonu içeren çözelti üzerine NH_3 çözeltisi ilave edilirse açık yeşil renkli $Ni(OH)_2$ çöker.

$$Ni^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Ni(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)$$

Çökelek üzerine NH_3 çözeltisinin aşırısı ilave edilirse mavi renkli $[Ni(NH_3)_6]^{2+}$ kompleksi oluşur (Görsel 3.4).

$$Ni(OH)_2(k) + 6NH_3(suda) \rightarrow [Ni(NH_3)_6]^{2+}(suda) + 2OH^-(suda)$$

Dimetilglioksim (DMG)

Dimetilglioksim, zayıf bazik çözeltide sadece Ni^{2+} iyonları ile çökelek oluşturan organik bir liganddır. Formülü $C_4H_8N_2O_2$ (Görsel 3.5.a) şeklindedir.

Ni^{2+} iyonları içeren çözeltiye hafif bazik olana kadar 3 M NH_3 çözeltisi ve 1-2 damla DMG çözeltisi eklenirse pembe renkli nikel dimetil glioksimat kompleksi (Görsel 3.5.b ve Görsel 3.5.c) çöker.

$$Ni^{2+}(suda) + 2C_4H_8N_2O_2(suda) \rightarrow (C_4H_7N_2O_2)_2Ni(k) + 2H^+(suda)$$

tepkimesine göre oluşan çökeleğin mol kütlesi çok büyük olduğu için çok az miktardaki Ni^{2+} iyonları varlığında dahi hem nitel hem nicel analizde kullanılabilir. Eser miktarda (aşırı küçük derişimde) Ni^{2+} katyonu bulunan çözeltiden 1 damla alınarak süzgeç kâğıdına damlatılır. Ardından bir damla da DMG çözeltisi eklenirse kırmızı bir leke veya halka meydana gelir.

DMG Çözeltisinin Hazırlanması

1 g dimetil glioksim katısının 100 mL %96'lık etil alkolde çözülmesi ile hazırlanır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
NİKEL(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Ni(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 4 M NH_4Cl çözeltisi
- ▶ Derişik HCl çözeltisi
- ▶ 5 M NaOH çözeltisi
- ▶ DMG çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ Derişik HNO_3 çözeltisi
- ▶ 3 M CH_3COOH çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Baget
- ▶ Spatül
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Tüplük

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Ni(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözelti üzerine 1-2 damla 3 M NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Tüpte çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe damla damla NH_3 çözeltisinin aşırısını ilave ederek meydana gelen değişimi gözlemleyiniz.	☐
6	Tüpe birkaç damla NH_4Cl çözeltisi ilave ediniz. Ardından Na_2S çözeltisi ilave ederek çöktürme yapınız. Çökeleğin rengini kontrol ediniz. Eğer çökelek yerine kahverengi bir kolloid oluştuysa su banyosunda birkaç dakika ısıtınız.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltisinden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine birkaç damla saf su ekleyip karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz. Elde ettiğiniz süspansiyonu ikiye bölünüz.	☐
9	Birinci kısım üzerine birkaç damla derişik HCl çözeltisi ekleyip çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
10	İkinci kısım üzerine çeker ocakta birkaç damla derişik HNO_3 çözeltisi ekleyiniz, çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
11	Onuncu işlem basamağında elde ettiğimiz karışıma birkaç damla HCl çözeltisi ekleyip santrifüjleyiniz. Çökelek büyük olasılıkla kükürttür. Çökeleği atınız.	☐
12	Elde ettiğiniz çözelti üzerine çökme oluncaya kadar 5 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. Daha sonra damla damla 3 M CH_3COOH çözeltisi ekleyerek çökeleğin çözünmesini sağlayınız.	☐
13	Çözelti üzerine damla damla NH_3 çözeltisi ekleyip ortamı hafif bazik yapınız.	☐
14	Çözeltiye dimetilglioksim çözeltisinden bir damla ekleyip rengi gözlemleyiniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Ni(NO_3)_2$ çözeltisine NH_3 çözeltisi ilave edildiği zaman meydana gelen tepkimenin denklemini yazınız. NH_3 çözeltisinin aşırısının ilave edilmesi ile çökelek neden çözünmektedir? Açıklayınız.
2. Altıncı işlem basamağında Na_2S çözeltisi eklenmesi ile gerçekleşen tepkimenin denklemini ve oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
3. Onuncu işlem basamağında HNO_3 çözeltisi ilavesi neden çeker ocakta yapılmalıdır? Reaksiyon denklemini yazarak açıklayınız.
4. On birinci işlem basamağında oluşan kükürt katısının kaynağı nedir? Açıklayınız.
5. On dördüncü işlem basamağında dimetilglioksim ilavesi ile meydana gelen rengin oluşum sebebini açıklayınız.
6. Bir analizde Ni^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılır? Açıklayınız.

3.1.2. KOBALT(II) KATYONU (Co^{2+})

Kobalt, parlak gri renkte bir geçiş metalidir. Periyodik tablonun VIIIB grubunda (9. grup) yer alan kobalt, bileşiklerinde +2 ve +3 yükseltgenme basamağına sahiptir. +3 yükseltgenme basamağına sahip iyonu serbest hâlde bulunmaz. Kobalt elementi doğada mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 3.6).

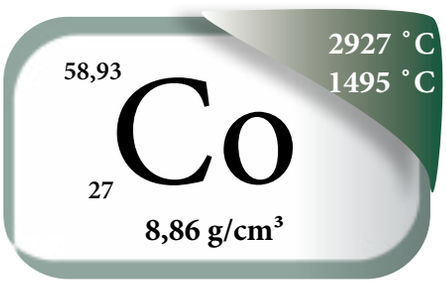


Görsel 3.6: Kobalt minerali

Kobalt katyonu kolayca kompleks iyonlar oluşturur. $[CoCl_4]^{2-}$, $[Co(CN)_4]^{2-}$, $[Co(SCN)_4]^{2-}$, $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ önemli komplekslerdir.

Kobalt, seyreltik sülfürik asit ve hidroklorik asitte yavaş, nitrik asitte ise hızla çözünerek kobalt iyonu oluşturur. Kobalt(II) bileşikleri genellikle suda çözünür. CoS, $CoCO_3$, $Co(OH)_2$, CoC_2O_4 suda çözünmeyen başlıca kobalt bileşikleridir.

Şekil 3.2'de kobalt elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 3.2: Kobalt elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Kobalt cevherleri işlenirken yapısındaki arsenik oksitlenir ve ölümcül dumanlar çıkarır. Maden işçileri bu zararlı dumanların etkilerinden dolayı metale Almanca "kötü ruh, cin" anlamına gelen kobold kelimesinden türetilen kobalt adını vermişlerdir.

BİLGİ KUTUSU

Kobalt korozyona ve yüksek sıcaklığa dayanıklı olduğu için uçak parçası, jet türbinleri, lityum-iyon bataryaları ve yapay mıknatıs yapımında kullanılır. Ayrıca B12 vitamininin vücutta depolanmasında ve çeşitli kanserlerin tedavisinde rolü büyüktür.

BİLGİ KUTUSU

$CoCl_2$, yapısındaki hidrat suyu sayısına göre renk değiştiren bir bileşiktir. Bu özelliğinden dolayı atmosferdeki nem miktarının ölçülmesinde ve görünmez mürekkep yapımında kullanılmaktadır.

Kobalt tuzlarını Pers ve Mısır uygarlıkları boya yapımında kullanmıştır. Bu uygulama günümüzde de devam etmektedir.

3.1.2.1. Kobalt(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Co^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

Kobalt(II) katyonu çözeltisine birkaç damla S^{2-} iyonları içeren çözelti ilave edilirse siyah renkli CoS çökeleği oluşur (Görsel 3.7).

$$Co^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow CoS(k)$$

Bu çökelek, HCl çözeltisinde çözünmez ancak derişik HNO_3 çözeltisinde çözünür.

$$3CoS(k) + 8HNO_3(suda) \rightarrow 3Co(NO_3)_2(suda) + 2NO(g) + 3S(k) + 4H_2O(s)$$



Görsel 3.7: CoS çökeleği

NaOH ve KOH

Kobalt(II) nitrat çözeltisine birkaç damla 5 M NaOH veya KOH çözeltisi ilave edildiğinde mavi renkli kobalt hidroksi nitrat ($Co(OH)NO_3$) çöker (Görsel 3.8.a).

$$Co^{2+}(suda) + NO_3^-(suda) + OH^-(suda) \rightarrow Co(OH)NO_3(k)$$

Çökelek üzerine birkaç damla daha baz ilave edilip ısıtılırsa pembe renkli kobalt(II) hidroksit ($Co(OH)_2$) katısı oluşur (Görsel 3.8.b).

$$Co(OH)NO_3(k) + OH^-(suda) \rightarrow Co(OH)_2(k) + NO_3^-(suda)$$

$Co(OH)_2$ havadaki oksijen ile yükseltgenerek kahverengi $Co(OH)_3$ çökeleğini oluşturur (Görsel 3.8.c). Üzerine spatül ucuyla Na_2O_2 ilave edilip ısıtılırsa yükseltgenme hızlanır.

$$2Co(OH)_2(k) + Na_2O_2(k) + 2H_2O(s) \rightarrow 2Co(OH)_3(k) + 2Na^+(suda) + 2OH^-(suda)$$



Görsel 3.8: **a)** $Co(OH)NO_3$
b) $Co(OH)_2$
c) $Co(OH)_3$ çökelekleri

NH_3

$Co(NO_3)_2$ çözeltisine 3 M NH_3 çözeltisi ilave edilirse mavi renkli $Co(OH)NO_3$ çöker.

$$Co^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) + NO_3^-(suda) \rightarrow Co(OH)NO_3(k) + 2NH_4^+(suda) + OH^-(suda)$$



Görsel 3.9: $[Co(NH_3)_6]^{2+}$ çözeltisi

$Co(OH)_2$ çökeleği üzerine NH_3 çözeltisinin aşırısı ilave edilirse yeşil renkli hekzaamin kobalt(II) kompleksi oluşturarak çözünür (Görsel 3.9).

$$\mathbf{Co(OH)_2(k) + 6NH_3(suda) \rightarrow [Co(NH_3)_6]^{2+}(suda) + 2OH^-(suda)}$$

NH_4SCN

Co^{2+} iyonları içeren çözeltiye birkaç parça NH_4SCN kristali atılırsa koyu mavi renkli $[Co(SCN)_4]^{2-}$ kompleksi oluşur (Görsel 3.10).

$$\mathbf{Co^{2+}(suda) + 4NH_4SCN(k) \rightarrow [Co(SCN)_4]^{2-}(suda) + 4NH_4^+(suda)}$$

Bu analiz, Co^{2+} çözeltisine alkolde veya eterde çözünmüş NH_4SCN'ın iki sıvı birbirine karışmayacak şekilde tüpün kenarından yavaşça ilavesi ile de yapılır. Alkol veya eter fazında görülecek mavi renk $[Co(SCN)_4]^{2-}$ kompleksinden kaynaklanır ve Co^{2+} varlığını kanıtlar.



Görsel 3.10: $[Co(SCN)_4]^{2-}$ çözeltisi

Bu reaksiyonda Fe^{3+} iyonları bozucu etki yapacağından çözeltide Fe^{3+} iyonları varsa önce F^- ilave edilerek demir(III) iyonlarının kompleksleşmesi sağlanır. Bu şekilde Fe^{3+} iyonları perdelenmiş olur.

$K_4[Fe(CN)_6]$

Co^{2+} iyonları içeren çözeltiye 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisinden birkaç damla ilave edilirse yeşil renkli bir çökelek oluşur. Oluşan çökelek $Co_2[Fe(CN)_6]$ bileşiğidir (Görsel 3.11).



Görsel 3.11: $Co_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

$$\mathbf{2Co^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Co_2[Fe(CN)_6](k)}$$

α-Nitroso-β-Naftol

Co^{2+} iyonları içeren çözeltiye zayıf asidik ortamda (0,1 M CH_3COOH) α-Nitroso-β-Naftol ($C_{10}H_7O_2N$) çözeltisinden birkaç damla eklenirse kırmızı-kahve renkli bir çökelek elde edilir. Bu çökelek, CCl_4 çözeltisinde çözünerek morumsu kırmızı bir çözelti oluşturur (Görsel 3.12).



Görsel 3.12: $Co(C_{10}H_6O_2N)_2$ çökeleği

$$\mathbf{Co^{2+}(suda) + 2C_{10}H_7O_2N(suda) \rightarrow Co(C_{10}H_6O_2N)_2(k) + 2H^+(suda)}$$

α-Nitrozo-β-Naftol Çözeltisinin Hazırlanması

1 g α-nitrozo-β-naftol'ün 100 mL alkolde veya 100 mL %50'lik CH_3COOH çözeltisinde çözülmesi ile hazırlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KOBALT(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Co(NO_3)_2$ çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- α-Nitroso-β-Naftol çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- DMG çözeltisi
- Katı NH_4SCN
- 3 M NH_3 çözeltisi
- Dietil eter
- CCl_4

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Co(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözelti üzerine 1-2 damla NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Tüpte çökelme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
5	Tüpe damla damla NH_3 çözeltisinin aşırısını ilave ederek meydana gelen değişimi gözlemleyiniz. Tüp içindeki çözeltiyi havayla karışacak şekilde çalkalayıp çözelti renginde bir değişme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
6	Tüpe birkaç damla NH_4Cl çözeltisi ekleyip Na_2S çözeltisi ile çöktürünüz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine birkaç damla su ekleyip baget yardımıyla karıştırarak süspansiyon hâline getiriniz. Elde ettiğiniz süspansiyonu ikiye ayırınız.	☐
9	Birinci kısım üzerine derişik HCl çözeltisi ekleyip çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
10	İkinci kısım üzerine çeker ocakta birkaç damla derişik HNO_3 çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
11	Onuncu işlem basamağında elde ettiğimiz karışıma birkaç damla HCl çözeltisi ekleyip santrifüjleyiniz. Çökelek büyük olasılıkla kükürttür. Çökeleği atınız.	☐
12	Elde ettiğiniz çözelti üzerine çökme oluncaya kadar 5 M NaOH çözeltisi ilave ediniz. Daha sonra damla damla 3 M CH_3COOH ekleyip çökeleğin çözünmesini sağlayınız. Elde ettiğiniz çözeltiyi ikiye ayırınız.	☐
13	Birinci kısım üzerine tüpün kenarından sıvılar karışmayacak şekilde eterde çözünmüş NH_4SCN çözeltisi ekleyiniz. Eter fazında oluşacak mavi renge dikkat ediniz (Çözeltiye NH_4SCN kristali atarak da bu değişimi gözlemleyebilirsiniz.).	☐
14	İkinci kısım üzerine α-nitroso-β-naftol çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Oluşan kırmızı-kahverengi çökeleği gözlemleyiniz. Çökelek üzerine 1 mL kadar CCl_4 ekleyip oluşan çözelti rengini gözlemleyiniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Onuncu işlem basamağında HNO_3 çözeltisi ilavesi neden çeker ocakta yapılmaktadır? Reaksiyon denklemi ile açıklayınız.
2. On birinci işlem basamağında ortama kükürt ilave edilmediği hâlde kükürdün oluşmasının nedeni nedir? Açıklayınız.
3. Bir kimyasal analizde Co^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılabilir? Açıklayınız.

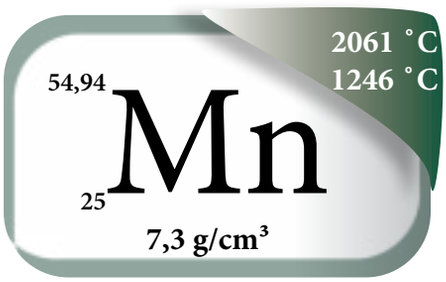
3.1.3. MANGAN(II) KATYONU (Mn^{2+})

Mangan; metalik gri renkte, sert, kırılgan bir geçiş metalidir (Görsel 3.13). Periyodik tablonun VIIB grubunda (7. grup) yer alır ve bileşiklerinde +2, +3, +4, +6 ve +7 yükseltgenme basamaklarına sahiptir. Doğada genellikle piroluzit, psilomelan mineralleri şeklinde bulunur. Sulu ortamda sadece Mn^{2+} iyonu serbest hâldedir. Ayrıca +6 ve +7 yükseltgenme basamaklarında MnO_4^{2-} (manganat) ve MnO_4^- (permanganat) iyonları da sulu ortamda bulunabilir. Bu iyonlardan permanganat iyonu yaygın kullanılan yükseltgenlerdendir. Mangan(II) iyonu asitli ortamda $NaBiO_3$, PbO_2, IO_4^- gibi güçlü yükseltgeyicilerle permanganata dönüşebilir. Manganın $Mn(OH)_2$, MnS, $MnCO_3$ bileşikleri suda çözünmez. Bunların dışındaki birçok bileşiği ise suda çözünür.



Görsel 3.13: Mangan minerali

Şekil 3.3'te mangan elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 3.3: Mangan elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Kan şekerini düzenleyici bir etkiye sahip olan mangan tuzları bağışıklık sistemi için çok önemlidir. Tuzların fazlası sinir sistemine zarar vereceğinden içme sularına sık sık mangan analizi yapılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Çelik içindeki istenmeyen oksijeni ve kükürdü gidermekte kullanılan mangan; oto boyası, çimento, petrokimya, ilaç, cam, seramik endüstrisi vb. alanlarda kullanılmaktadır.

3.1.3.1. Mangan(II) Katyonunun Analitik Özellikleri

Mn^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 3.14: MnS çökeleği

Na_2S

Mn^{2+} katyonu çözeltisine S^{2-} iyonları içeren çözelti eklenirse açık pembe renkli MnS çöker (Görsel 3.14). Çökelek üzerine asit ilave edilirse çökeleğin çözündüğü görülür.

$$Mn^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow MnS(k)$$

$$MnS(k) + 2HCl(suda) \rightleftarrows Mn^{2+}(suda) + 2Cl^-(suda) + H_2S(suda)$$

BİLGİ KUTUSU

Bazı tepkimeler aynı koşullarda hem yazıldığı yönde hem de tersi yönde gerçekleşebilir. Bu tip tepkimelere **tersinir tepkimeler** denir. Tersinir tepkimeler kapalı sistemde dinamik bir denge oluşturur. Bu nedenle tepkime oku iki yönlü (⇄) olacak şekilde gösterilir.

NaOH ve KOH

Mn^{2+} iyonları, NaOH veya KOH çözeltisi ile beyaz renkli jelatinimsi bir çökelek olan $Mn(OH)_2$ şeklinde çöker (Görsel 3.15.a). Bu çökelek OH^- iyonlarının aşırısında dahi kompleks oluşturamadığı için çözünmez.

$$\mathbf{Mn^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Mn(OH)_2(k)}$$

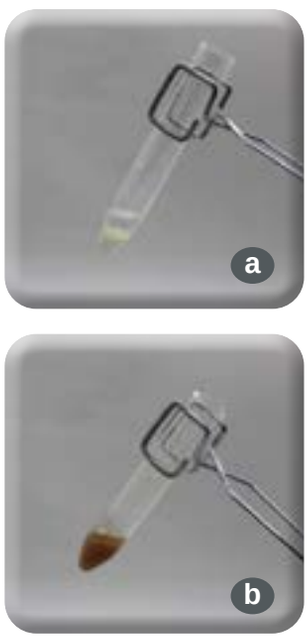
$Mn(OH)_2$, hava oksijeni ile yükseltgenip mangan(III) ve mangan(IV) hidroksitlerine dönüşür.

$$\mathbf{4Mn(OH)_2(k) + O_2(g) \rightarrow 4MnO(OH)(k) + 2H_2O(s)}$$

$$\mathbf{2Mn(OH)_2(k) + O_2(g) \rightarrow 2MnO(OH)_2(k)}$$

Yükseltgenme sebebiyle çökeleğin renginin koyulaştığı görülür. $Mn(OH)_2$ üzerine spatül ucu ile çok az Na_2O_2 katısı eklenip ısıtılırsa mangan(II), mangan(IV) iyonuna yükseltgenerek kahverengi $MnO(OH)_2$ çökeleği oluşturur (Görsel 3.15.b).

$$\mathbf{Mn(OH)_2(k) + Na_2O_2(k) + H_2O(s) \rightarrow MnO(OH)_2(k) + 2Na^+(suda) + 2OH^-(suda)}$$



Görsel 3.15: a) $Mn(OH)_2$
b) $MnO(OH)_2$ çökeleği

NH_3

Mn^{2+} iyonları içeren çözeltiye 3 M NH_3 çözeltisi eklenirse $Mn(OH)_2$ çöker. Bu çökme, NaOH veya KOH ilavesinde olduğu gibi tam olmaz çünkü denge reaksiyonunda NH_4^+ çökmeyi kısmen engeller.

$$\mathbf{Mn^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightleftarrows Mn(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)}$$

Eğer NH_3 ilavesinden önce ortamda NH_4^+ iyonları varsa çökme gerçekleşmez.



Görsel 3.16: MnO_4^- çözeltisi

Yükseltgenler

Mn^{2+} iyonları bulunan çözeltiye $NaBiO_3$, PbO_2, IO_4^- gibi kuvvetli bir yükseltgen eklenip sıcak su banyosunda bekletilirse Mn^{2+} iyonları, MnO_4^- iyonuna yükseltgenir. Oluşan MnO_4^- iyonu çözeltide menekşe moru renk oluşturur (Görsel 3.16). Bu reaksiyon çok düşük derişimdeki mangan varlığını bile tanımak için uygundur.

$$\mathbf{2\,Mn^{2+}(suda) + 5NaBiO_3(k) + 14H^+(suda) \rightarrow 2\,MnO_4^-(suda) + 5Bi^{3+}(suda) + 5Na^+(suda) + 7H_2O(s)}$$

$$\mathbf{2\,Mn^{2+}(suda) + 5PbO_2(k) + 4H^+(suda) \rightarrow 2\,MnO_4^-(suda) + 5Pb^{2+}(suda) + 2H_2O(s)}$$

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
MANGAN(II) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Mn(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 4 M NH_4Cl çözeltisi
- ▶ Derişik HCl çözeltisi
- ▶ 5 M NaOH çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ Derişik HNO_3 çözeltisi
- ▶ Katı Na_2O_2
- ▶ Katı PbO_2
- ▶ Katı $NaBiO_3$

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül
- ▶ Bek
- ▶ Üç ayak
- ▶ Amyant tel
- ▶ Porselen kapsül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Mn(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Tüpe birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe birkaç damla 4 M NH_4Cl çözeltisi ekleyiniz. Değişim olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
6	Çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine birkaç damla derişik HCl çözeltisi ekleyerek su banyosunda 2-3 dakika ısıtınız. Çözünme olup olmadığını tespit ediniz.	☐
9	Çözeltiye 5 M NaOH çözeltisi ilave ederek bazik hâle getiriniz. Spatülün ucu ile çok az miktarda katı Na_2O_2 ilave ediniz. Su banyosunda 2-3 dakika ısıtınız. Değişimi gözlemleyiniz.	☐
10	Elde edilen çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
11	Çökelek üzerine 3 damla su ve tamamen çözününceye kadar HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
12	Çözeltiyi kapsüle alıp asidi uçuncaya kadar bek alevi ile ısıtınız.	☐
13	Kapsül soğuduktan sonra yaklaşık 1 mL su ile oluşan çökeleği çözünüz.	☐
14	Çözeltiye 9-10 damla derişik HNO_3 çözeltisi ilave ediniz. Çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne alınız.	☐
15	Spatülün ucu ile birinci tüpe PbO_2, ikinci tüpe $NaBiO_3$ katısı ilave ediniz. Yarım dakika kadar karıştırınız. Tüplerin dibinde katı kalmamışsa çok az daha ilave ediniz.	☐
16	Sıcak su banyosunda 2-3 dakika ısıtıp çözeltilerdeki mor-pembe rengi gözlemleyiniz.	☐
17	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Mn(NO_3)_2$ çözeltisine NH_3 çözeltisi eklendiğinde oluşan çökme denklemini yazınız.
2. Altıncı işlem basamağında Na_2S çözeltisi ilavesi ile gerçekleşen tepkime denklemini yazınız.
3. Dokuzuncu işlem basamağında Na_2O_2 katısı ilavesi ile gerçekleşen tepkimenin denklemini yazınız.
4. PbO_2 ve $NaBiO_3$ katılarının ilavesi ile oluşan mor-pembe rengin sebebi hangi bileşiktir? Yazınız.
5. Bir analizde Mn^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılır? Açıklayınız.

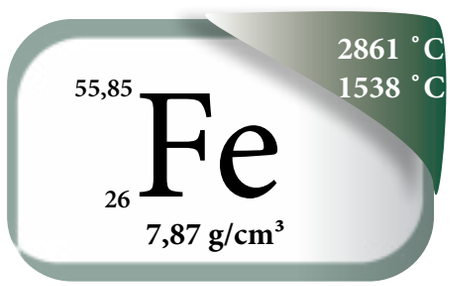
3.1.4. DEMİR(II) VE DEMİR(III) KATYONLARI (Fe^{2+} ve Fe^{3+})

Demir; gri renkli bir geçiş metalidir. Periyodik tabloda VIIIB grubunda (8. grup) yer alır. Doğada mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 3.17). Yer kabuğunda en bol bulunan 4. elementtir. Bileşiklerinde +2 ve +3 yükseltgenme basamağına sahiptir. Bu iki iyon da sulu çözeltisinde serbest hâldedir. Elementel hâldeki demir, seyreltik asitlerle demir(II) iyonunu, derişik asitlerle demir(III) iyonunu oluşturur.



Görsel 3.17: Demir minerali

Demir(II) iyonunun FeC_2O_4, $FeCO_3$, FeS, $Fe(OH)_2$ bileşikleri; demir(III) iyonunun ise $Fe(OH)_3$, $FePO_4$, Fe_2S_3 bileşikleri suda çözünmez. Her iki iyon da kompleks oluşturmaya yatkındır. CN^- iyonu ile oluşturdukları $[Fe(CN)_6]^{4-}$ (ferrosiyanür) ve $[Fe(CN)_6]^{3-}$ (ferrisiyanür) kompleksleri laboratuvarda yaygın olarak kullanılan komplekslerdir. Ayrıca Fe^{3+} iyonu F^-, PO_4^{3-}, AsO_3^{3-} iyonları ile çok kararlı kompleksler oluşturur. Bu iyonların varlığı demir aranması sırasında soruna yol açar. Demir bulunan ortamda Ni^{2+}, Co^{2+} gibi iyonlar aranırken demir(III) iyonlarının bozucu etkisinden kurtulmak için F^- ile verdiği kompleksleşme reaksiyonundan yararlanılır.



Şekil 3.4: Demir elementinin özellikleri

Şekil 3.4'te demir elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Hemoglobin, demir(II) içeren "hem" grubu ve "globin" proteinlerinden oluşan kompleks proteindir. Kırmızı kan hücrelerinde bulunur. Oksijenin taşınmasında görev alır.

Demir alımının dengede tutulması sağlık açısından önemlidir, yetersiz alımlarda anemi meydana gelirken fazlası ise organ yetmezliğine sebep olur. Bu nedenle kozmetik ürünlerine, ham maddelere, gıdalara, yağmur, deniz ve içme sularına yapılan demir analizinin kana da yapılması rutin bir uygulamadır.

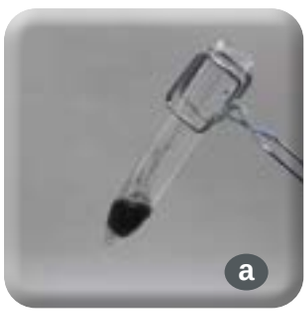
BİLGİ KUTUSU

Ana bileşeni demir olan çelik; bütün inşaatların yapı malzemesidir ve mıknatıstan mutfak araç ve gereçlerine, otomotivden iş makinelerine kadar çok geniş bir kullanım alanına sahiptir.

3.1.4.1. Demir Katyonlarının Analitik Özellikleri

Fe^{2+} ve Fe^{3+} katyonları aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S





Görsel 3.18: a) FeS çökeleği
b) FeS-Fe_2S_3 çökeleği

Fe^{2+} iyonları S^{2-} ile sadece çökelme tepkimesi vererek siyah renkli FeS çökeleği oluşturur (Görsel 3.18.a).

$$Fe^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow FeS(k)$$
siyah

Fe^{3+} iyonları ise S^{2-} ile kısmen çökme, kısmen indirgenme reaksiyonu verir. Tepkime sonucunda FeS ve Fe_2S_3'den oluşan siyah çökelek elde edilir (Görsel 3.18.b).

$$2Fe^{3+}(suda) + 3S^{2-}(suda) \rightarrow Fe_2S_3(k)$$
siyah

$$2Fe^{3+}(suda) + 3S^{2-}(suda) \rightarrow 2FeS(k) + S(k)$$

Demir sülfürleri asidik ortamda tamamen çözünür.

$$FeS(k) + H^{+}(suda) \rightarrow Fe^{2+}(suda) + HS^{-}(suda)$$

$$Fe_2S_3(k) + 3H^{+}(suda) \rightarrow 2Fe^{3+}(suda) + 3HS^{-}(suda)$$

NaOH ve KOH



Görsel 3.19: $Fe(OH)_3$ çökeleği

Fe^{3+} iyonları içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse kırmızı-kahverengi $Fe(OH)_3$ çöker (Görsel 3.19).

$$Fe^{3+}(suda) + 3OH^{-}(suda) \rightarrow Fe(OH)_3(k)$$
kırmızı - kahverengi

Fe^{2+} iyonları da NaOH veya KOH çözeltisi ile yeşil renkli çökelek oluşturur. Çökelek $Fe(OH)_2$ bileşiğidir (Görsel 3.20).



Görsel 3.20: $Fe(OH)_2$ çökeleği

$$Fe^{2+}(suda) + 2OH^{-}(suda) \rightarrow Fe(OH)_2(k)$$
yeşil

Fe^{2+} iyonları içeren çözelti NaOH veya KOH ile bazik hâle getirildikten sonra spatülün ucu ile Na_2O_2 katısı ilave edilirse Fe^{3+} iyonlarına yükseltgenir. Bu durum, çözeltinin renginin yeşilden kırmızıya dönmesine sebep olur.

$$2Fe^{2+}(suda) + Na_2O_2(k) + 2H_2O(s) \rightarrow 2Fe^{3+}(suda) + 2Na^{+}(suda) + 4OH^{-}(suda)$$

$K_4[Fe(CN)_6]$

Fe^{2+} iyonları içeren çözeltiye $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi eklenirse beyaz-açık mavi renkli $K_2Fe[Fe(CN)_6]$ veya $Fe_2[Fe(CN)_6]$ oluşur. Oluşan çökeleğin bileşimi ferrosiyanür derişimine bağlıdır.

$$Fe^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) + 2K^+(suda) \rightarrow K_2Fe[Fe(CN)_6](k)$$
(derişik)

$$2Fe^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Fe_2[Fe(CN)_6](k)$$
(seyreltik)

Fe^{3+} iyonları içeren çözeltiye potasyum ferrosiyanür çözeltisi eklenirse koyu mavi renkli (Berlin mavisi ya da Prusya mavisi) çökelek oluşur (Görsel 3.21).

$$Fe^{3+}(suda) + K^+(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow KFe[Fe(CN)_6](k)$$

Bu tepkime, demirin tanınma reaksiyonlarından biridir.



Görsel 3.21: $KFe[Fe(CN)_6]$ çökeleği

NH_4SCN - KSCN

Fe^{2+} iyonları, SCN^- iyonları ile reaksiyon vermez. Fe^{3+} iyonları bulunan çözeltiye NH_4SCN veya KSCN çözeltisi eklenirse koyu kırmızı renkli çözelti oluşur. Çözeltinin kırmızı rengi Fe^{3+} iyonlarının SCN^- ile oluşturduğu farklı komplekslerden kaynaklanır (Görsel 3.22).

$$Fe^{3+}(suda) + SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)]^{2+}(suda)$$

$$Fe^{3+}(suda) + 2SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)_2]^+(suda)$$

$$Fe^{3+}(suda) + 4SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)_4]^-(suda)$$

$$Fe^{3+}(suda) + 6SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)_6]^{3-}(suda)$$

Ortamda florür iyonu bulunması hâlinde Fe^{3+} iyonları florür ile kompleks oluşturacağı için bu reaksiyonlar gözlenemez.



Görsel 3.22: Fe^{3+} iyonunun SCN^- ile oluşturduğu kompleks

Na_2CO_3

Fe^{2+} iyonları içeren bir çözeltiye 2-3 damla karbonat iyonu çözeltisi eklendiğinde yeşil renkli $FeCO_3$ çökeleği oluşur (Görsel 3.23.a).

$$Fe^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow FeCO_3(k)$$

Çökelek hava oksijeni ile yükseltgenerek kırmızı-kahverengi $Fe(OH)_3$ çökeleğine dönüşür (Görsel 3.23.b).

$$4FeCO_3(k) + O_2(g) + 6H_2O(s) \rightarrow 4Fe(OH)_3(k) + 4CO_2(g)$$



Görsel 3.23: **a)** $FeCO_3$ çökeleği
b) $FeCO_3$-$Fe(OH)_3$ karışımı

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
DEMİR(II) VE DEMİR(III) KATYONLARININ SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Fe(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Fe(NO_3)_3$ çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- Katı Na_2O_2
- 3 M NH_4SCN çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Üç ayak
- Amyant tel
- Bek
- Porselen kapsül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne Fe^{2+} ve Fe^{3+} iyonları karışımını içeren çözeltiden 1 mL kadar alınız.	☐
4	Tüpe birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe birkaç damla 4 M NH_4Cl çözeltisi ekleyiniz. Değişim olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
6	Çökme tamamlanıncaya kadar Na_2S çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökeleğin üzerine birkaç damla derişik HCl çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Çözelti üzerine 5 M NaOH çözeltisinden damla damla ilave ederek bazik hâle getiriniz.	☐
10	Bazik hâle getirilmiş çözelti üzerine hemen spatül ucu ile Na_2O_2 katısından çok az ekleyiniz. Sıcak su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız.	☐
11	Elde ettiğiniz çökeleği santrüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine 3-4 damla derişik HCl çözeltisi ekleyip çözünüz. Çözeltiyi porselen kapsüle alıp bek alevinde ısıtarak asidi uçurunuz. Asidi sıçratmamaya dikkat ediniz.	☐
13	Kapsülü soğuttuktan sonra kalan katıyı saf suda çözünüz. Çözeltiyi yaklaşık 2 mL oluncaya kadar seyreltiniz.	☐
14	3 M NH_4SCN çözeltisinden birkaç damla ilave ediniz. Oluşan kırmızı rengi gözlemleyiniz.	☐
15	İki ayrı santrifüj tüpünden birine 0,5 mL Fe^{2+} çözeltisi, diğerine 0,5 mL Fe^{3+} çözeltisi alınız. Her iki tüpe de $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisinden ikişer damla ekleyiniz. Çözeltilerin renklerini kontrol ediniz.	☐
16	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Fe^{2+} ve Fe^{3+} iyonlarının S^{2-} iyonu ile verdiği çökelme reaksiyonunun denklemlerini yazınız.
2. Onuncu işlem basamağında Na_2O_2 ilavesinden sonra ortamda demir metalinin hangi iyonları bulunmaktadır? Yazınız.
3. Demir iyonlarından hangisi Na_2O_2 ile tepkime vermektedir. Tepkime denklemini yazınız.
4. Bir analizde demir iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılır? Açıklayınız.

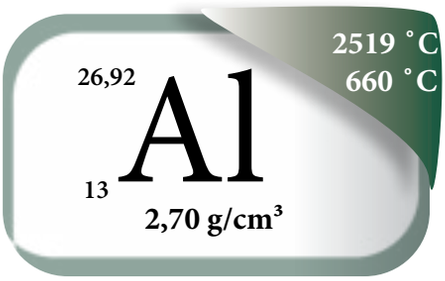
3.1.5. ALÜMİNYUM KATYONU (Al^{3+})

Alüminyum, gümüşümsü gri renkte bir metaldir (Görsel 3.24). Yer kabuğunda en bol bulunan üçüncü elementtir. Periyodik tabloda IIIA grubunda (13. grup) yer alır. Bileşiklerinde +3 yükseltgenme basamağına sahiptir. Doğada en çok boksit cevheri şeklinde bulunur. Boksit cevherinde alüminyum, Al_2O_3 (alümina) bileşiği hâlindedir.



Görsel 3.24: Alüminyum metali

Alüminyum, amfoter bir metal olduğu için asitlerde ve bazlarda çözünür. HCl veya NaOH ile tepkimeye girerek H_2 gazı açığa çıkarır. Alüminyum, hava oksijeni ile tepkimeye girerek Al_2O_3 oluşturur. Al_2O_3, metalin yüzeyinde ince bir tabaka meydana getirir. Bu tabaka reaktiflerin metale ulaşmasını engelleyerek metali tepkimelere karşı pasifleştirir. Cu^{2+} iyonları içeren çözelti ile Zn metali çok hızlı bir şekilde reaksiyon verirken Al metali neredeyse hiç tepkime vermez. Bu durum, yüzeyinde oluşan koruyucu Al_2O_3 tabakasından kaynaklanır.



Şekil 3.5: Alüminyum elementinin özellikleri

$Al(NO_3)_3$ ve $Al_2(SO_4)_3$ bileşikleri suda iyi çözünürken $Al(OH)_3$, $AlPO_4$ ve $Na_3[AlF_6]$ bileşikleri çözünmez. $Al(OH)_3$, pH>11 olan çözeltide AlO_2^- kompleksi oluşturarak çözünür. Al^{3+} iyonları florür, klorür, sitrat ve tartarat gibi iyonlarla kompleksler oluşturabilir.

Şekil 3.5'te alüminyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Yapılan araştırmalara göre alüminyumun vücutta birikmesi ciddi rahatsızlıklara neden olmaktadır. Alzheimer, Parkinson gibi ciddi nörolojik hastalıklar bunlardan bazılarıdır.

BİLİYOR MUSUNUZ

12 yaşındaki bir çocuğa, halsizlik, yorgunluk ve mide bulantısı şikayetleri ile gittiği hastanede aplastik anemi teşhisi konulur ve kemoterapi ile kortizon tedavisi uygulanır. Tedaviye rağmen çocuğun durumu gittikçe ağırlaşınca doktorlar detaylı bir araştırma yaparlar. Bir süre sonra ulaştıkları gerçek şaşkınlık vericidir çünkü çocuktaki rahatsızlıkların nedeni, çocuğun alüminyum folyoyla kaplanmış tost makinasında yapılan tostları yemesidir. Alüminyum vücutta birikerek zehirlenmeye yol açmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Alüminyum, yüzlerce ürünün ham maddesidir. Hafif bir element olduğu için havacılıkta yaygın olarak kullanılmaktadır.

Alüminyum günlük hayatta mutfak eşyası yapımında, ilaç ambalajlarında, meşrubat kutularında, bisikletlerde ve elektrikli araçlarda kullanılmaktadır. %100 oranında geri dönüşümü olması nedeniyle çok tercih edilen bir metaldir.

3.1.5.1. Alüminyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Al^{3+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 3.25: $Al(OH)_3$ çökeleği

NH_3

Al^{3+} iyonları içeren çözeltiye 3 M NH_3 çözeltisinden birkaç damla eklenirse beyaz renkli $Al(OH)_3$ çöker (Görsel 3.25).

$$\mathbf{Al^{3+}(suda) + 3NH_3(suda) + 3H_2O(s) \rightarrow Al(OH)_3(k) + 3NH_4^+(suda)}$$

Bu çökelek, NH_3 ın aşırısında bile çözünmez, seyreltik asitlerde çözünür.

NaOH - KOH

Al^{3+} çözeltisine birkaç damla NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $Al(OH)_3$ çöker.

$$\mathbf{Al^{3+}(suda) + 3OH^-(suda) \rightarrow Al(OH)_3(k)}$$

Çökelek üzerine bazın aşırısı ilave edilirse önce çökelek kompleksleşerek çözünür daha sonra kompleks alüminat iyonuna dönüşür.

$$\mathbf{Al(OH)_3(k) + OH^-(suda) \rightarrow [Al(OH)_4]^-(suda) \rightarrow AlO_2^-(suda) + 2H_2O(s)}$$

Alüminat iyonları bulunan çözelti nötralleştirildikten sonra hafif bazik oluncaya kadar NH_3 çözeltisi eklenirse $Al(OH)_3$ yeniden çöker.



Görsel 3.26: $Co(AlO_2)_2$ çökeleği

Na_2S

Al^{3+} iyonları içeren çözeltiye S^{2-} iyonları ilave edilirse $Al(OH)_3$ çöker.

$$\mathbf{2Al^{3+}(suda) + 3S^{2-}(suda) + 6H_2O(s) \rightarrow 2Al(OH)_3(k) + 3H_2S(suda)}$$

Al_2S_3 yerine $Al(OH)_3$'in çökmesinin nedeni S^{2-} iyonunun bazik olması ve $Al(OH)_3$ in çözünürlüğünün Al_2S_3 den daha küçük olmasıdır.

$Co(NO_3)_2$

$Al(OH)_3$ çökeleği içeren karışıma 2-3 damla $Co(NO_3)_2$ çözeltisi eklenip su banyosunda karıştırılarak ısıtılırsa mavi renkli $Co(AlO_2)_2$ oluşur (Görsel 3.26). Bu reaksiyon, süzgeç kâğıdına alınan $Al(OH)_3$ çökeleği üzerine 1-2 damla $Co(NO_3)_2$ çözeltisi eklenip ısıtılması ile de gözlenebilir.

$$\mathbf{4Al(OH)_3(k) + 2Co(NO_3)_2(suda) + ısı \rightarrow 2Co(AlO_2)_2(k) + 4NO_2(g) + O_2(g) + 6H_2O(g)}$$

Bu reaksiyon, alüminyumun tanınmasında kullanılabilir.



Görsel 3.27: $Al(OH)_3$ + alüminon

Alüminon

Al^{3+} iyonları içeren çözeltiye 1 mL 3 M HCl ve 1 mL 3 M NH_3 çözeltisi eklendikten sonra alüminonun %0,1'lik çözeltisinden eklenirse parlak kırmızı renkli bir çökelek oluşur (Görsel 3.27). Burada eklenen alüminonun fazlasının bolca NH_3 lı $(NH_4)_2CO_3$ ile renksiz hâle getirilmesi gerekir. Aksi takdirde alüminondan kaynaklanan koyu kırmızı renk, alüminyumun görülmesini zorlaştırır. Parlak kırmızı rengin sebebi, alüminonun kolloidal $Al(OH)_3$ tanecikleri üzerine adsorblanmasıdır (adhezyon kuvvetleri ile fiziksel olarak tutunma).

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
ALÜMİNYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Al(NO_3)_3$ çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 6 M CH_3COONH_4 çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- %0,1'lik alüminon çözeltisi
- 0,1 M $Co(NO_3)_2$ çözeltisi
- $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL $Al(NO_3)_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisinden ekleyiniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe NH_3 çözeltisinden birkaç damla daha ilave ediniz. Değişim olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
6	Üzerine birkaç damla 4 M NH_4Cl çözeltisinden ilave ediniz. Değişim olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Temiz bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Al(NO_3)_3$ çözeltisi alınız.	☐
8	Üzerine birkaç damla Na_2S çözeltisi ilave ediniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
9	Temiz bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Al(NO_3)_3$ çözeltisi alınız.	☐
10	Üzerine birkaç damla 5 M NaOH çözeltisinden ilave ediniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
11	Çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
12	Çökelek üzerine derişik HCl çözeltisinden birkaç damla ilave ediniz. Çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
13	Elde ettiğiniz çözeltiyi, 5 M NaOH çözeltisi ilave ederek bazik hâle getiriniz.	☐
14	Oluşan çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
15	Çökeleği süspansiyon hâline getirip iki ayrı santrifüj tüpüne bölünüz.	☐

16	Birinci tüpteki çökelek üzerine 5 damla 0,1 M $Co(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda 2 dakika ısıtınız. Oluşan mavi rengi gözlemleyiniz.	☐
17	İkinci tüpteki çökelek üzerine 3 damla kadar 6 M CH_3COONH_4 çözeltisinden ekleyip 1-2 damla alüminon çözeltisi ilave ediniz.	☐
18	Elde edilen karışım üzerine 5 damla kadar NH_3-$(NH_4)_2CO_3$ içeren çözeltiden ilave ediniz. Parlak kırmızı renkli karışımı gözlemleyiniz.	☐
19	Temiz bir santrifüj tüpüne birkaç damla 3 M CH_3COOH çözeltisi, 3 damla CH_3COONH_4 ve 1-2 damla alüminon çözeltisi ilave ediniz.	☐
20	Üzerine 1 mL kadar NH_3-$(NH_4)_2CO_3$ içeren çözeltiden ilave ediniz. Karışımın rengini gözlemleyiniz.	☐
21	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Dördüncü, sekizinci ve onuncu işlem basamaklarında elde edilen çökeleklerin görsel olarak bir farkı var mıdır? Açıklayınız.
2. Al^{3+} katyonunun NH_3, NaOH ve Na_2S çözeltileri ile verdiği tepkimelerin denklemini yazınız.
3. On sekizinci ve yirminci işlem basamaklarında elde edilen karışımların farklı olmasının sebebi nedir? Açıklayınız.
4. On altıncı işlem basamağında $Co(NO_3)_2$ ile gerçekleşen reaksiyonun denklemini yazınız.
5. Bir analizde Al^{3+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılabilir? Açıklayınız.

3.1.6. KROM(III) KATYONU (Cr^{3+})

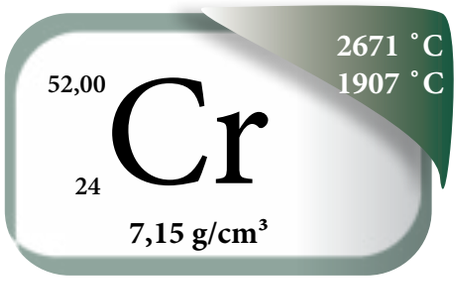
Krom, parlak gri renkte bir geçiş metalidir (Görsel 3.28). Periyodik tablonun VIB grubunda (6. grup) yer alan krom, bileşiklerinde +2, +3, +6 yükseltgenme basamağına sahiptir. Doğada genellikle kromit cevheri şeklinde bulunur. Krom(II) tuzları hava ile kolayca yükseltgenip krom(III) tuzlarına dönüştüğü için nitel analizi yapılamaz. Krom(VI) ise serbest iyon olarak bulunmaz.



Görsel 3.28: Krom metali

Krom(III) bileşikleri, suda $[Cr(H_2O)_6]^{3+}$ kompleksini oluşturarak çözünür. Bu çözelti mor renklidir. Ortamda klor iyonu bulunursa yeşil renkli $[Cr(H_2O)_5Cl]^{2+}$ ve $[Cr(H_2O)_4Cl_2]^{+}$ kompleksleri oluşur.

Na_2CrO_4, K_2CrO_4, $K_2Cr_2O_7$, $Cr(NO_3)_3$, $CrCl_3$, $Cr_2(SO_4)_3$ gibi bileşikleri suda çözünürken Ag_2CrO_4, $BaCrO_4$, $PbCrO_4$, $Cr(OH)_3$ gibi bileşikleri suda çözünmez.



Şekil 3.6: Krom elementinin özellikleri

Şekil 3.6'da krom elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ?

İçme sularına, oyuncak, tekstil ve kozmetik ürünlerine krom analizi yapılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Metalik krom, parlak ve paslanmaya karşı çok dirençli bir elementtir. Bu özelliklerinden dolayı araba jantlarının kaplanmasında kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Krom, adını Yunanca renk anlamındaki 'chroma' kelimesinden alır. Oluşturduğu bileşik ve mineraller, yükseltgenme basamaklarına göre farklı renklerde bulunur. +2 değerlikli bileşikleri mavi, +3 değerlikli bileşikleri yeşil, +6 değerliklileri ise sarı, turuncu veya kırmızı renktedir.

Krom, bileşiklerinin bu renkli dünyası sayesinde boya pigmenti sektöründe yıllardır kullanılmaktadır.

3.1.6.1. Krom(III) Katyonunun Analitik Özellikleri

Cr^{3+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

NH_3

Cr^{3+} iyonları içeren çözeltiye birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisi eklenirse gri-yeşil renkli $Cr(OH)_3$ çökeleği oluşur (Görsel 3.29).

$$Cr^{3+}(suda) + 3NH_3(suda) + 3H_2O(s) \rightarrow Cr(OH)_3(k) + 3NH_4^+(suda)$$

gri-yeşil

Bu çökelek, NH_3 çözeltisinin aşırısında pembe-mor renkli kompleks oluşturarak kısmen çözünür. Seyreltik asit ilave edilmesiyle ise tamamen çözünür.

$$Cr(OH)_3(k) + 6NH_3(suda) \rightarrow [Cr(NH_3)_6]^{3+}(suda) + 3OH^-(suda)$$

pembe-mor



Görsel 3.29: $Cr(OH)_3$ çökeleği

NaOH-KOH

Cr^{3+} iyonları içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisi ilave edilirse gri-yeşil renkli $Cr(OH)_3$ çöker.

$$Cr^{3+}(suda) + 3OH^-(suda) \rightarrow Cr(OH)_3(k)$$

Alkali hidroksitin aşırısında krom(III) iyonları yeşil renkli CrO_2^- iyonuna (kromit) dönüşür (Görsel 3.30).

$$Cr(OH)_3(k) + OH^-(suda) \rightarrow CrO_2^-(suda) + 2H_2O(s)$$

Kromit iyonlarına Na_2O_2 katısı ilave edilirse krom +3'ten +6'ya yükseltgenerek kromata dönüşür. Renk yeşilden sarıya döner.

$$2CrO_2^-(suda) + 3Na_2O_2(k) + 2H_2O(s) \rightarrow 2CrO_4^{2-}(suda) + 6Na^+(suda) + 4OH^-(suda)$$

Oluşan CrO_4^{2-} iyonlarına Ba^{2+} iyonları ilave edilirse sarı renkli $BaCrO_4$ çökeleği oluşur.

$$Ba^{2+}(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaCrO_4(k)$$



Görsel 3.30: CrO_2^- çözeltisi

Na_2S

Cr^{3+} iyonları içeren çözeltiye S^{2-} iyonları ilave edilirse Al^{3+} katyonunda olduğu gibi hidroksit hâlinde çöker. Çökelek gri-yeşil renklidir.

$$2Cr^{3+}(suda) + 3S^{2-}(suda) + 6H_2O(s) \rightarrow 2Cr(OH)_3(k) + 3H_2S(suda)$$

Peroksit (O_2^{2-})

Peroksit iyonu, kromiti kromata yükseltgediği gibi kromat iyonlarının da krom(III)'e indirgenmesini sağlar. Bu durum eter veya alkol fazında mavi renk oluşması ile görünür (Görsel 3.31).

Bu reaksiyon, krom(III) iyonunun tanınma reaksiyonudur. Bunun için HNO_3 eklenmiş çözeltiye H_2O_2 ilave edilmesiyle aşağıdaki reaksiyonlar gerçekleşir.

$$CrO_4^{2-}(suda) + 2H_3O^+(suda) + 2H_2O_2(suda) \rightarrow CrO_5(k) + 5H_2O(s)$$

$$2CrO_5(k) + 7H_2O_2(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 2Cr^{3+}(suda) + 10H_2O(s) + 7O_2(g)$$

Eter fazında oluşan mavi rengin sebebi, birinci reaksiyonda oluşan CrO_5 [krom(VI) oksit peroksit] bileşiğidir. Bu bileşik, ikinci reaksiyona göre krom(III) iyonuna dönüşeceği için eter fazındaki mavi renk geçicidir.



Görsel 3.31: Eter fazında CrO_5 oluşumu

6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KROM(III) KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Cr(NO_3)_3$ çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Katı CH_3COONa
- Katı Na_2O_2
- %3'lük H_2O_2 çözeltisi
- Dietil eter
- 0,5 M $BaCl_2$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Süzgeç kâğıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Cr(NO_3)_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Tüpe birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisinden ekleyiniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe NH_3 çözeltisinden birkaç damla daha ilave ediniz. Değişim olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
6	Üzerine birkaç damla 4 M NH_4Cl çözeltisinden ilave ediniz. Değişim olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Temiz bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Cr(NO_3)_3$ çözeltisi alarak üzerine birkaç damla Na_2S çözeltisi ilave ediniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
8	Temiz bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Cr(NO_3)_3$ çözeltisi alarak üzerine birkaç damla 5 M NaOH çözeltisinden ilave ediniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
9	Çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
10	Çökelek üzerine birkaç damla 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını konrol ediniz.	☐
11	Çözelti bazik oluncaya kadar üzerine 5 M NaOH çözeltisinden ilave ediniz.	☐
12	Çökelek kalmayıncaya kadar NaOH'in aşırısını damla damla ilave ediniz. Oluşan çözeltinin rengini gözlemleyiniz.	☐
13	Çözeltinin üzerine spatülün ucu ile bir miktar katı Na_2O_2 ekleyiniz. Oluşan çözeltinin rengini gözlemleyiniz.	☐
14	Çözeltiye 3 M CH_3COOH çözeltisi ve spatülün ucuyla katı CH_3COONa ekleyip karıştırınız. Üzerine 0,5 M $BaCl_2$ çözeltisi ekleyip oluşan çökelek rengini kontrol ediniz.	☐
15	Çökelek üzerine 10 damla kadar 3 M HNO_3 çözeltisi ekleyip su banyosunda 1-2 dakika ısıtınız. Çökeleğin tamamen çözünmesini sağlayınız.	☐
16	Bir pastör pipeti yardımı ile çözeltiden iki damla kadar alıp bir süzgeç kâğıdına damlatınız. Üzerine 3 damla kadar %3'lük H_2O_2 çözeltisi ilave ediniz. Mavi rengi gözlemleyiniz.	☐
17	Santrifüj tüpünde kalan çözeltiye 0,5 mL kadar dietil eter ekleyip tüpü soğutunuz.	☐
18	Üzerine 5-6 damla kadar %3'lük H_2O_2 çözeltisinden ekleyip karıştırınız. Eter fazında oluşan mavi renge dikkat ediniz.	☐
19	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Dördüncü, yedinci ve sekizinci işlem basamaklarında elde edilen çökeleklerin görsel olarak bir farkı var mıdır? Açıklayınız.
2. Cr^{3+} iyonlarının NH_3, NaOH ve Na_2S çözeltileri ile verdiği reaksiyonları yazınız.
3. On üçüncü işlem basamağında Na_2O_2 ilavesi ile çözeltinin rengi neden değişmektedir? Açıklayınız.
4. On altıncı ve on sekizinci işlem basamaklarında mavi renk oluşumunun nedenini açıklayınız.
5. Bir analizde Cr^{3+} iyonlarının varlığı hangi işlemlerle anlaşılır? Açıklayınız.

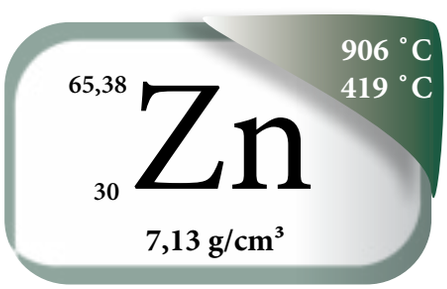
3.1.7. ÇİNKO KATYONU (Zn^{2+})

Çinko, mavimsi gri renkli ve 100-150 ˚C sıcaklıkta dövülerek şekillendirilebilecek yumuşaklıkta bir geçiş metalidir. Periyodik tablonun IIB grubunda (12. grup) yer alan çinko, bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağına sahiptir. Amfoter metal olduğu için asit ve bazlarda çözünerek H_2 gazı açığa çıkarır ancak derişik sülfürik asitte SO_2 gazı, nitrik asitte ise NO, N_2O gazı veya NH_4^+ oluşturarak çözünür. Tepkime sonucu hangi ürünün oluşacağı nitrik asidin derişimine bağlıdır. Doğada safalerit cevherinde olduğu gibi mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 3.32). Kuru havadan etkilenmez ancak nemli havada üzeri bazik bir karbonat tabakasıyla kaplanarak koruyucu tabaka oluşturur.



Görsel 3.32: Çinko minerali

Çinkonun $ZnCl_2$, $ZnBr_2$, $ZnSO_4$, $Zn(NO_3)_2$ bileşikleri suda çözünürken ZnS, $Zn(OH)_2$, ZnC_2O_4 ve $ZnCO_3$ bileşikleri çözünmez. $[ZnCl_4]^{2-}$, $[Zn(NH_3)_4]^{2+}$, $[Zn(CN)_4]^{2-}$, $[Zn(C_2O_4)_3]^{4-}$ önemli komplexleridir. Yüksek pH'lı çözeltilerde (pH =13 civarı) Zn^{2+} iyonu ZnO_2^{2-} (çinkat) iyonuna dönüşür.



Şekil 3.7: Çinko elementinin özellikleri

Çinko, metalürjide elektroliz yolu ile elde edilir.

Şekil 3.7'de çinko elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Dünyada bir milyardan fazla insan, yetersiz beslenme nedeniyle sağlık için gereken çinko miktarını alamamaktadır. Gelişmekte olan ülkelerdeki küçük çocuklarda çinko eksikliğine bağlı ishal, zatürre, sıtma gibi rahatsızlıkların ağır seyrettiği görülmektedir. Çinkonun yeterli alımı çocuklarda hayati önem taşıdığı için Birleşmiş Milletler Komisyonu 2012 yılında çinkoyu "hayat kurtaran ürün" olarak adlandırmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Çinko, yükseltgenlerle kolay tepkime veren bir metaldir. Bu özelliği ile metallerin korozyondan korunması için kurban elektrot olarak kullanılır. Ayrıca çeşitli alaşımların ve boyaların üretiminde, kuru pil yapımında, ilaç ve kozmetik sanayisinde kullanılmaktadır.

3.1.7.1. Çinko Katyonunun Analitik Özellikleri

Zn^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Na_2S

Zn^{2+} iyonları içeren çözeltiye zayıf asidik ortamda (CH_3COOH-CH_3COO^- tamponu veya NH_4^+ iyonu içeren çözeltide) S^{2-} iyonları içeren çözeltiden birkaç damla ilave edilirse beyaz renkli ZnS çökeleği oluşur (Görsel 3.33). Reaksiyon soğukta gerçekleştirilirse oluşan ZnS kolloidal hâlde kalır. Karışım, sülfür ilavesinden sonra sıcak su banyosunda birkaç dakika ısıtıldığında çökme tam gerçekleşir. ZnS çökeleği seyreltik asitlerde çözünür.



Görsel 3.33: ZnS çökeleği

$$\mathbf{Zn^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow ZnS(k)}$$

NaOH-KOH

Zn^{2+} iyonları içeren çözelti üzerine birkaç damla NaOH veya KOH çözeltisi eklenirse beyaz renkli $Zn(OH)_2$ çöker (Görsel 3.34).



Görsel 3.34: $Zn(OH)_2$ çökeleği

$$\mathbf{Zn^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Zn(OH)_2(k)}$$

Oluşan çökelek üzerine bazın aşırısı ilave edilirse ZnO_2^{2-} (çinkat) iyonu oluşturarak çözünür.

$$\mathbf{Zn(OH)_2(k) + 2OH^-(suda) \rightarrow [Zn(OH)_4]^{2-}(suda) \rightarrow ZnO_2^{2-}(suda) + 2H_2O(s)}$$

NH_3

Zn^{2+} iyonları içeren çözeltiye birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisi eklenirse beyaz renkli $Zn(OH)_2$ çöker.



Görsel 3.35: $Zn_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

$$\mathbf{Zn^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Zn(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)}$$

Çökelek, üzerine NH_3 ın aşırısı ilave edilirse kompleksleşerek çözünür.

$$\mathbf{Zn(OH)_2(k) + 4NH_3(suda) \rightarrow [Zn(NH_3)_4]^{2+}(suda) + 2OH^-(suda)}$$

$K_4[Fe(CN)_6]$

Zn^{2+} iyonları içeren çözeltiye birkaç damla 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli çökelek oluşur (Görsel 3.35).

$$\mathbf{2Zn^{2+}(suda) + K_4[Fe(CN)_6](suda) \rightarrow Zn_2[Fe(CN)_6](k) + 4K^+(suda)}$$



Görsel 3.36: $CoZnO_2$ çözeltisi

$Co(NO_3)_2$

$Zn(OH)_2$ çökeleği içeren karışıma 2-3 damla $Co(NO_3)_2$ çözeltisi eklenip su banyosunda karıştırılarak ısıtılırsa yeşil renkli (Rinmann yeşili) $CoZnO_2$ oluşur (Görsel 3.36). Bu reaksiyon, süzgeç kâğıdına alınan $Zn(OH)_2$ çökeleği üzerine 1-2 damla $Co(NO_3)_2$ çözeltisi eklenip ısıtılması ile de gözlenebilir.

$$\mathbf{2Zn(OH)_2(k) + 2Co(NO_3)_2(suda) + ısı \rightarrow 2CoZnO_2(suda) + 4NO_2(g) + O_2(g) + 2H_2O(s)}$$

7. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
ÇİNKO KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 0,1 M $Co(NO_3)_2$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Tüpe birkaç damla 3 M NH_3 çözeltisinden ekleyiniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpe NH_3 çözeltisinden birkaç damla daha ilave ediniz. Değişim olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
6	Tüpteki çözeltiye 0,1 M Na_2S çözeltisinden birkaç damla ilave edip sıcak su banyosunda 5 dakika ısıtınız. Oluşan çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyip çözelti ile çökeleği birbirinden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine 3 M HCl çözeltisinden birkaç damla ilave ediniz. Çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Çözeltiye 5 M NaOH çözeltisinden damla damla ilave ediniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
10	Süspansiyon hâlindeki çökeleği iki ayrı santrifüj tüpüne bölünüz. Birinci tüpe 5 damla 0,1 M $Co(NO_3)_2$ ilave edip sıcak su banyosunda 2 dakika ısıtınız. Çökeleğin yeşil rengini gözlemleyiniz.	☐
11	İkinci tüpteki çökelek üzerine NaOH'in aşırısını ilave edip çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
12	Çözelti üzerine 3 M CH_3COOH çözeltisi ekleyerek asidik hâle getiriniz. Elde edilen çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
13	Birinci tüpün üzerine 3 damla $K_4[Fe(CN)_6]$ ilave ediniz. Beyaz çökelek oluşumuna dikkat ediniz.	☐
14	İkinci tüpe bazik oluncaya kadar NH_3 çözeltisi ilave ediniz. Üzerine 5 damla Na_2S çözeltisinden ekleyip sıcak su banyosunda 5 dakika ısıtınız. Beyaz çökelek oluşumuna dikkat ediniz.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

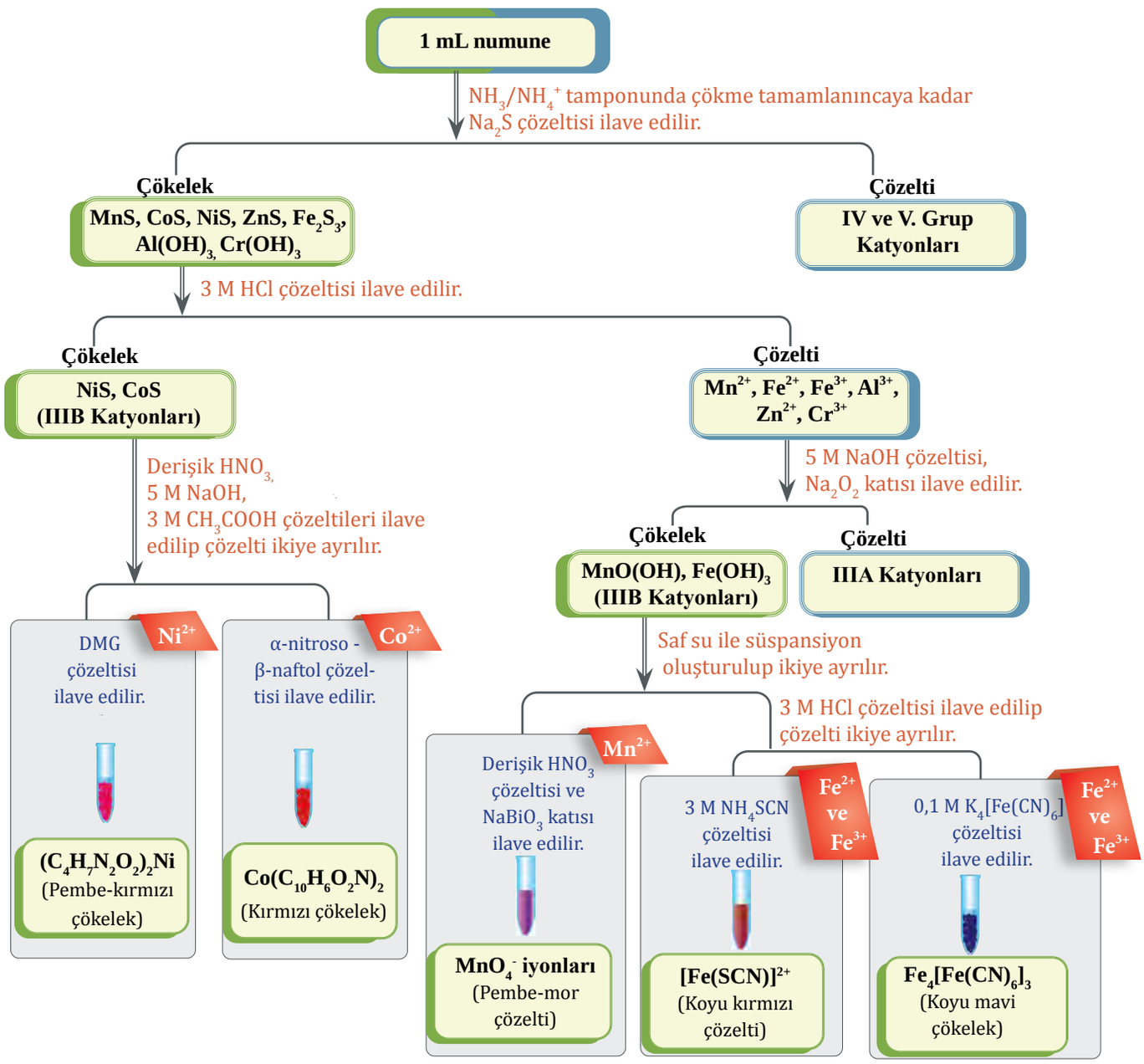
Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Zn^{2+} iyonlarının NH_3, NaOH ve Na_2S çözeltileri ile verdiği tepkimeleri yazınız.
2. Bir analizde Zn^{2+} iyonlarının varlığı hangi işlemler ile anlaşılabilir? Açıklayınız.

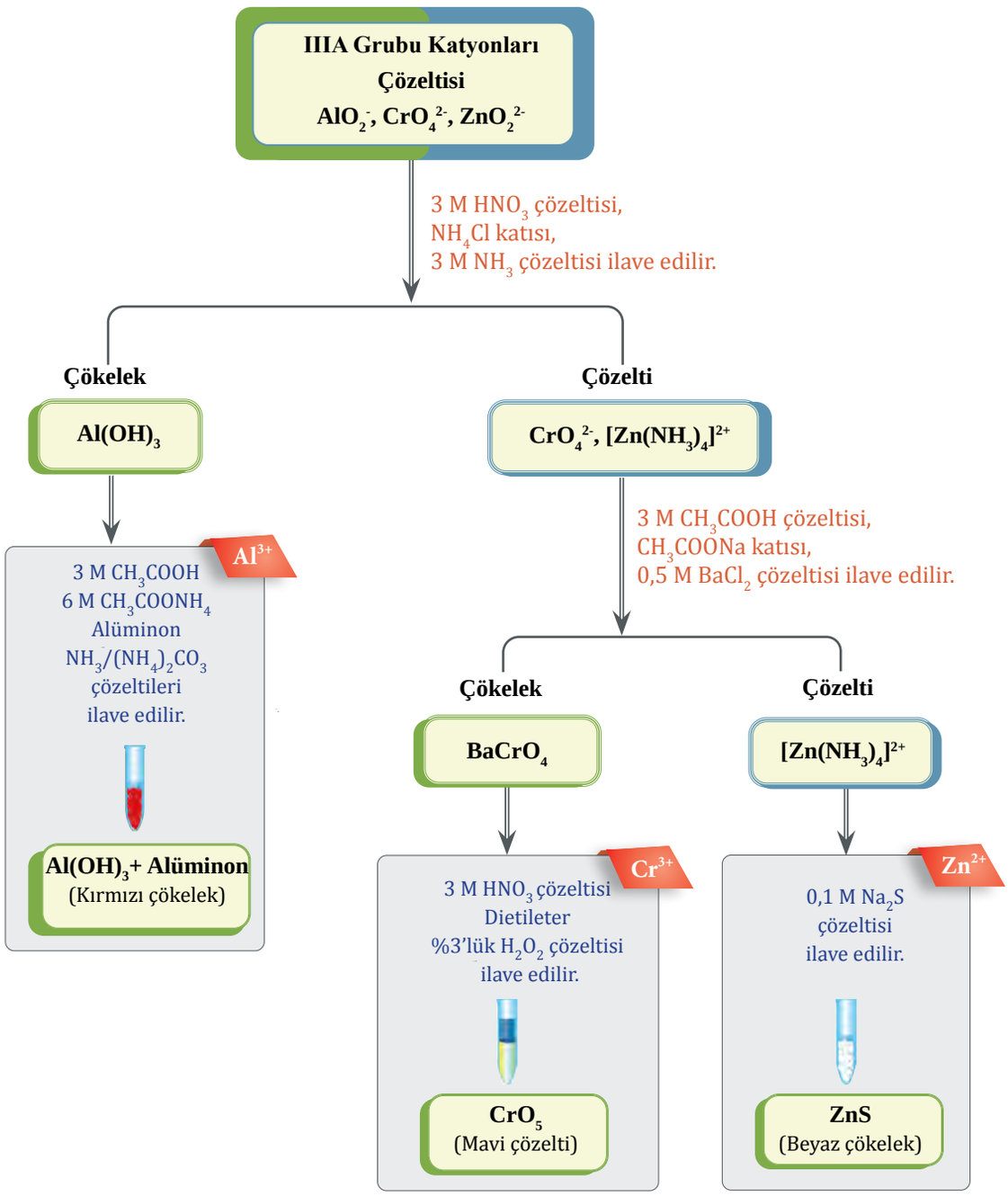
3.2. III. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

Bu grupta zayıf bazik çözeltide sülfür iyonu ile çökelek veren Ni^{+2}, Co^{+2}, Mn^{+2}, Fe^{+3}, Zn^{+2}, Al^{+3}, Cr^{+3} katyonları analiz edilir. Grup çöktürücüsü olarak NH_3/NH_4^+ tamponunda H_2S, $(NH_4)_2S$ veya tiyoasetamid kullanılabilir. Sadece III. grup katyonları aranacaksa Na_2S de çöktürücü olarak kullanılabilir. Bu grubun ayıracı; nikel, kobalt, demir, mangan ve çinkoyu sülfürleri hâlinde çöktürürken ortam zayıf bazik olduğu için krom ve alüminyumu hidroksitleri hâlinde çöktürür. Manganın bir kısmı ise mangan oksit şeklinde çöker.

Grup analizinde çökelek üzerine seyreltik HCl eklendiğinde NiS ve CoS çözünmezken diğer katyonların bileşikleri çözünür. Süzüntüye sodyum hidroksit ve sodyum peroksit eklendiğinde demir ve mangan iyonları hidroksitler hâlinde çöker. Diğer katyonlar çözeltide kalır. Süzüntüde alüminyum, krom ve çinko iyonları analiz edilir. III. grup katyonlarının toplu analizi Şema 3.2 ve Şema 3.3 takip edilerek yapılmalıdır.

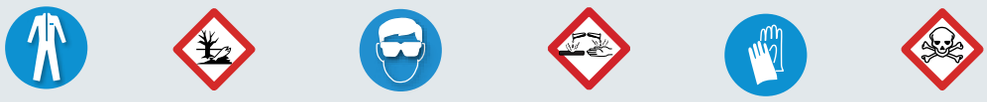


Şema 3.2: III. grup katyonlarının toplu analizi



Şema 3.3: IIIA grubu katyonlarının toplu analizi

8. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
III. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Ni(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Co(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Mn(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $Fe(NO_3)_3$ çözeltisi
- 0,1 M $Al(NO_3)_3$ çözeltisi
- 0,1 M $Cr(NO_3)_3$ çözeltisi
- 0,1 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- Derişik NH_3 çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- 5 M NaOH çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 6 M CH_3COONa çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 3 M NH_4SCN çözeltisi
- DMG çözeltisi
- α-nitroso-β-naftol çözeltisi
- Dietil eter
- %3'lük H_2O_2 çözeltisi
- 0,1 M NaF çözeltisi
- Katı Na_2O_2
- Katı $NaBiO_3$
- Katı CH_3COONH_4
- Katı NH_4Cl
- Saf su

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Santrifüj cihazı
- Baget
- Spatül
- Sıcak su banyosu
- Tüplük
- Süzgeç kâğıdı
- Amyant tel
- Üç ayak
- Porselen kapsül
- Bek

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	1 mL kadar analiz numunesini santrifüj tüpüne alınız. Numunenin üzerine 5 damla kadar 4 M NH_4Cl çözeltisi ve bazik oluncaya kadar damla damla derişik NH_3 çözeltisi ilave ediniz.	☐
4	Çözeltiyi su banyosunda 5 dakika kadar ısıttıktan sonra 0,1 M Na_2S çözeltisi ekleyip tekrar su banyosuna koyunuz. 2 dakika kadar ısıtınız. **!Bu aşamada oluşan çökelekte III. grup katyonlarından hangilerinin bileşiklerinin bulunabileceğini yazınız.**	☐
5	Su banyosundan aldığınız tüpü santrifüjleyiniz. Sülfür çözeltisi ile kontrol denemesi yapmayı unutmayınız. Çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐

6	Çökeleği 4 M NH_4Cl çözeltisi ile 2 kez yıkayınız. Santrifüjleyerek çözelti ve çökeleği ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine 2 mL 3 M HCl çözeltisi ekleyip iyice karıştırınız. Çalkaladıktan sonra santrifüj ediniz. Çökelek ve çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi ve çökeleği aranacak katyonlar için **saklayınız.** Elde ettiğiniz çökeleğin rengine dikkat ediniz. **!HCl ilavesi ile çökelekteki hangi bileşikler çözünür?**	☐
8	Çökelekte nikel(II) sülfür ve kobalt(II) sülfür bulunuyor olabilir. Çökelek üzerine çeker ocakta derişik HNO_3 çözeltisi ilave ederek çözünmesini sağlayınız. Çözünmenin tam olmasını sağlamak için sıcak su banyosunda ısıtınız.	☐
9	Çözeltiyi soğuttuktan sonra 1 mL 3 M HCl çözeltisi ekleyip santrifüjleyiniz. Çökelek büyük olasılıkla kükürttür, atınız.	☐
10	Çözelti üzerine çökelek oluşuncaya kadar 5 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. Daha sonra 3 M CH_3COOH çözeltisinden ekleyerek çözünmesini sağlayınız. Çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne bölünüz.	☐
11	Birinci tüpe 3 M NH_3 çözeltisinden damla damla ilave ederek ortamı bazikleştiriniz. Üzerine birkaç damla DMG çözeltisi ekleyiniz. Pembe-kırmızı renk Ni^{2+} iyonlarının varlığını gösterir. **!Dimetilglioksimin kapalı formülü nedir? Nikelin dimetilglioksim ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.**	☐
12	İkinci tüpe 3 M HCl çözeltisinden birkaç damla ekleyip su banyosunda ısıtınız.	☐
13	Üzerine birkaç damla α-nitroso-β-naftol çözeltisi ilave ediniz. Kırmızı renkli çökelek Co^{2+} iyonlarının varlığını gösterir.	☐
14	Co^{2+} iyonları SCN^- ile de tespit edilebilir. Bunun için çözeltiye önce 1 mL NaF ve NH_4SCN çözeltisi ilave ediniz. Mavi renk Co^{2+} katyonunun varlığını gösterir.	☐
15	Yedinci işlem basamağında elde ettiğiniz çözeltinin üzerine 5 M NaOH çözeltisi ilave edip bazik hâle getirdikten sonra spatül ucu ile bir miktar Na_2O_2 katısından dikkatlice ekleyiniz. **!Bu basamakta Na_2O_2 katısının ilave edilme nedenini açıklayınız.**	☐

16	Su banyosunda 3 dakika kadar ısıtınız. Santrifüj edip çözelti ve çökeleği ayırınız. Çözeltiyi aranacak katyonlar için **saklayınız.**	☐
17	Çökeleği 10 damla kadar saf su ile yıkayıp santrifüjledikten sonra yıkama suyunu, sakladığınız çözelti ile birleştiriniz.	☐
18	Elde edilen çökelekte $MnO(OH)_2$ ve $Fe(OH)_3$ bulunabilir. Bu çökelek üzerine birkaç damla saf su ekleyip süspansiyon hâline getiriniz. Süspansiyonu ikiye bölünüz.	☐
19	Birinci kısma birkaç damla derişik HNO_3 çözeltisi sonra spatülün ucuyla bir miktar $NaBiO_3$ ekleyiniz. Kuvvetlice çalkalayınız. Dipte katı kalmazsa çok az daha ekleyiniz. Sıcak su banyosunda bekletiniz. Birkaç dakika içinde oluşacak pembe-mor renk, numunede Mn^{2+} iyonlarının varlığını gösterir. **!Çözeltinin pembe-mor renk alması mangan iyonlarının hangi iyona dönüşmesinden kaynaklanır? Reaksiyonu yazarak açıklayınız.**	☐
20	İkinci kısım süspansiyona 3 M HCl çözeltisi ekleyerek çözünmesini sağlayınız. Elde ettiğiniz çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne ayırınız.	
21	Birinci tüpe 3 M NH_4SCN çözeltisinden birkaç damla damlatınız. Oluşan kan kırmızı renk, numunede demir iyonlarının varlığını gösterir. İkinci tüpe 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisinden birkaç damla damlatınız. Oluşan koyu mavi renk, numunede demir iyonları varlığını gösterir. **!Bu basamakta gerçekleşen reaksiyonları ve oluşan kan kırmızısı ve koyu mavi renkli çökeleklerin formüllerini yazınız.**	☐
22	On altıncı işlem basamağında elde edilen çözelti içinde alüminat (AlO_2^-), kromat (CrO_4^{2-}) ve çinkat (ZnO_2^{2-}) iyonları bulunabilir. Çözeltide ayrıca NaOH'in aşırısı da bulunmaktadır. Çözeltiyi 3 M HNO_3 ile nötrleştiriniz. Bu şekilde alüminat Al^{3+} ya, çinkat Zn^{2+} ya dönüşür.	☐
23	Çözeltiye spatülün ucuyla katı NH_4Cl ve tam bazik oluncaya kadar 3 M NH_3 çözeltisi ekleyiniz. Bu şekilde Al^{3+}, $Al(OH)_3$ şeklinde çöktürülürken kromat iyonu ve tetraamin çinko kompleksi çözeltide kalır. Karışımı santrifüjleyerek çözelti ve çökeleği ayırınız.	☐

24	Çökelekte Al^{3+} iyonları aranacaktır. Çökelek çözünene kadar CH_3COOH çözeltisi ilave ediniz. Çözündükten sonra 3 damla CH_3COONH_4 çözeltisi ve 1-2 damla alüminon çözeltisi ekleyiniz.	☐
25	Karışıma $NH_3/(NH_4)_2CO_3$ içeren çözeltiden 5 damla kadar ekleyip 1 dakika bekleyiniz. Kırmızı renkli çökelek, Al^{3+} varlığını gösterir. **! Alüminon ilave edilmiş karışıma neden $NH_3/(NH_4)_2CO_3$ içeren çözelti eklenmektedir? Açıklayınız.**	☐
26	Yirmi ikinci işlem basamağında elde edilen çözelti sarı renkli ise çözeltide kromat iyonu vardır. Çözeltiye damla damla 3 M CH_3COOH çözeltisi eklenerek ortamı asidik yapınız. Spatül yardımı ile 0,5 g kadar CH_3COONa katısı ekleyip su banyosunda ısıtınız. Sıcak çözelti üzerine 0,5 M $BaCl_2$ çözeltisi ekleyiniz. Oluşan çökelek sarı renkli ise kesinlikle $BaCrO_4$ içermektedir. Çökeleği santrifüjleyip çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi Zn^{2+} katyonunu aramak için **saklayınız.** **! $BaCl_2$ ilavesi ile meydana gelen çökelme denklemini yazınız.**	☐
27	Çökelekte krom iyonları aranacaktır. Elde edilen çökelek üzerine 3 M HNO_3 (veya 3 M HCl) çözeltisinden yaklaşık 1 mL ekleyiniz. Su banyosunda ısıtarak çözünmesini sağlayınız.	☐
28	Elde edilen çözelti üzerine yaklaşık 0,5 cm yüksekliğinde olacak şekilde dietil eter ekleyip 5-6 damla %3'lük H_2O_2 çözeltisi ilave ediniz. Eter fazında kısa süreli görülen mavi renk, numunede Cr^{3+} iyonlarının varlığını kanıtlar. **! Bu basamakta meydana gelen tepkimenin denklemini yazarak eter fazında oluşan mavi rengin kaynağını açıklayınız.**	☐
29	Yirmi altıncı işlem basamağında elde edilen çözeltide Zn^{2+} iyonu aranacaktır. Bunun için çözeltiye Na_2S çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Oluşan beyaz çökelek, ZnS'dür ve Zn^{2+} iyonunun varlığını kanıtlar. Çökeleğin renginin siyah olması yukarıdaki işlemlerde Fe^{2+}, Co^{2+} ve Ni^{2+} iyonlarının tam ayrılamadığını ve çökelekte bu katyonların sülfürlerinin bulunduğunu gösterir. Bu durumda bu iyonları uzaklaştırmak gerekir. Bunun için aşağıdaki işlemler yapılır.	☐

30	Çökeleğe az miktarda HCl çözeltisi eklenip ZnS ve FeS çözülür. CoS ve NiS ayrılır. Karışım santrifüj edilir.	☐
31	Santrifüjle ayrılan çözelti üzerine spatülün ucuyla Na_2O_2 ilave edilip Fe^{2+} iyonlarının yükseltgenmesi sağlanarak $Fe(OH)_3$ hâlinde çöktürülür. Karışım santrifüjlenerek çökelek ile çözelti ayrılır.	☐
32	Çözeltide Zn^{2+} aranır. Bunun için çözeltiye önce 3 M HNO_3 çözeltisi damla damla eklenip çözelti nötrleştirilir. CH_3COOH çözeltisi ve CH_3COONa katısından çok az eklenip pH yaklaşık 5 yapılır. Bu çözeltiye Na_2S çözeltisi ilave edilir. Beyaz çökeleğin oluşması Zn^{2+} iyonlarının varlığını gösterir. Zn^{2+} iyonlarının varlığı, son çözeltiye $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi ilave edildiğinde oluşan beyaz çökelekten de anlaşılabilir. **! Zn^{2+} iyonlarının S^{2-} iyonları ve $K_4[Fe(CN)_6]$ ile verdiği çökelme tepkimelerini yazınız.**	☐
33	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Numuneye sülfür çözeltisi eklemeden önce NH_3/NH_4^+ çözeltisi ile bazik hâle getirilmesinin, grup çöktürücüsü eklendikten sonra sıcak su banyosunda ısıtılmasının sebebi nedir? Açıklayınız.

.....

2. Dokuzuncu işlem basamağında kükürt katısı nasıl oluşmuştur? Açıklayınız.

.....

3. On beşinci işlem basamağında Na_2O_2 eklenmesi ile gerçekleşen değişimleri açıklayınız.

.....

4. Yirmi sekizinci işlem basamağında neden eter eklenmektedir? Eter fazında görülen mavi rengin sebebi nedir?

.....

5. Yirmi dokuzuncu işlem basamağında elde edilen çökelek beyaz renkli ise sonraki işlemleri yapmak gerekli midir? Açıklayınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

***! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.**

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

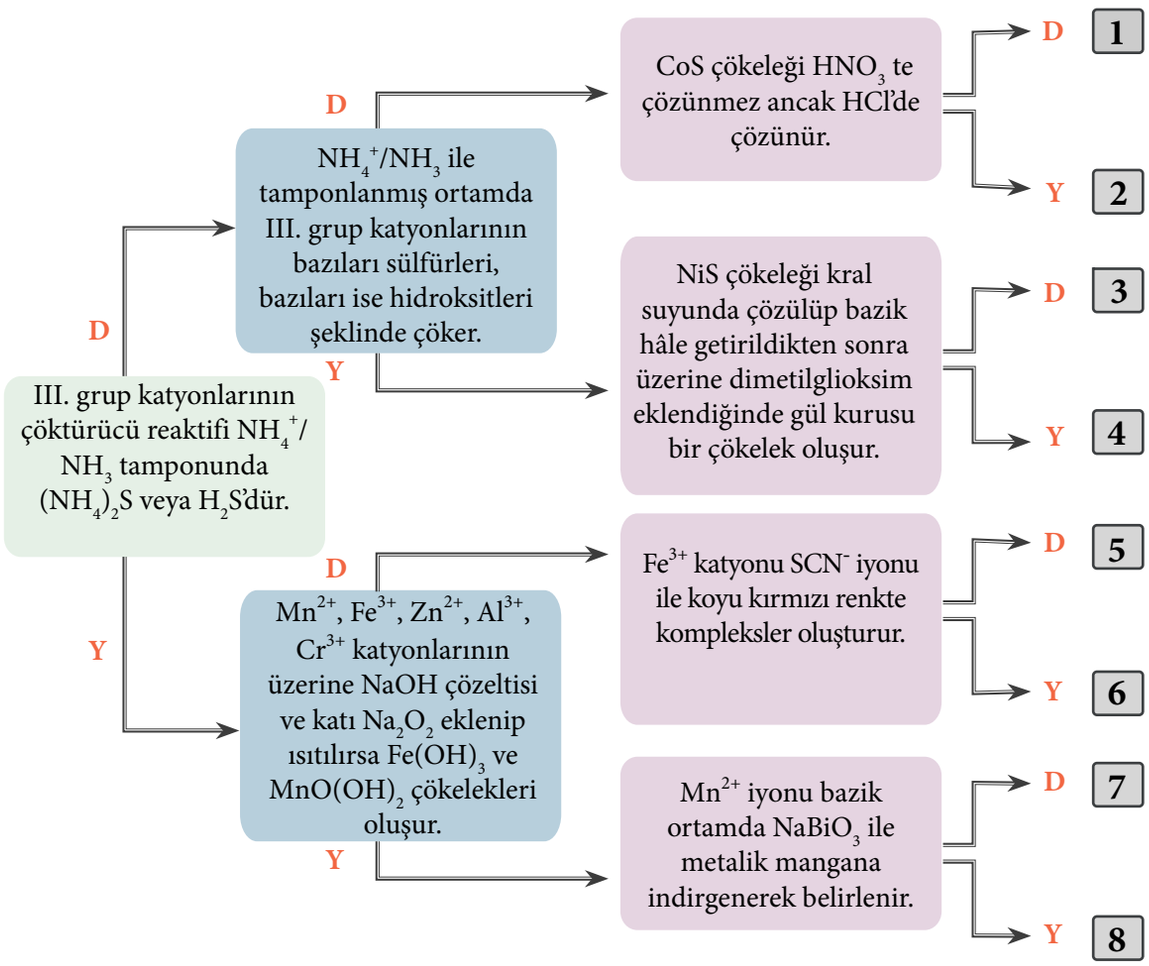
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **4 puan** (**4x5=20 puan**),
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir katyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. III. grup katyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. III. grup katyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Grup çöktürücüsü, zayıf asidik ortamda amonyum karbonattır.

.....

b. ( ) Üçüncü grup katyonlarının sülfürlü çökelekleri üzerine HCl eklendiğinde katyonların tamamı çözünür.

.....

c. ( ) CoS ve NiS çökelekleri derişik nitrik asit veya kral suyunda çözünür.

.....

ç. ( ) Ni^{2+} katyonunun varlığı bazik ortamda dimetilglioksim ile belirlenir.

.....

d. ( ) Al^{3+} iyonu, NH_4^+/NH_3 tamponu oluşturularak $Al(OH)_3$ hâlinde çöktürülür.

.....

e. ( ) Cr^{3+} iyonu, bazik ortamda sodyum peroksit ile kromat iyonuna yükseltgenir.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

Zn^{2+}	Cd^{2+}	Fe^{3+}	Hg_2^{2+}
Ni^{2+}	Cr^{3+}	Sr^{2+}	Sn^{2+}
Ag^{+}	Na^{+}	Al^{3+}	Co^{2+}
Mn^{2+}	Ba^{2+}	As^{3+}	K^{+}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri üçüncü grup katyonlar arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Zn^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

b. $Cr^{3+} + OH^{-} \rightarrow$.....

c. $Al^{3+} + OH^{-} \rightarrow$.....

ç. $Co^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

d. $Fe^{3+} + OH^{-} \rightarrow$.....

e. $Ni^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

f. $Mn^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

3. III. grup katyonları pH 8-9 aralığında çöktürülür. Bunun için NH_4^{+}/NH_3 tamponundan yararlanılır.

Ortamın pH değeri niçin önemlidir? Açıklayınız.

4. III. grup katyonlarından bazılarının bulunduğu numuneye bazik ortamda bir damla DMG çözeltisi ekleniyor. Çözeltide herhangi bir çökelek oluşumu gözlenmiyor.
Bu işlem sonucunda çözeltide hangi katyon veya katyonların <u>olmadığı</u> kesinlik kazanır? Nedenini açıklayınız.

5. Demir iyonlarının bulunduğu bir çözeltiye hangi kimyasallar eklenirse demir iyonlarının Fe^{2+} veya Fe^{3+} olduğu anlaşılabilir? Açıklayınız.

6. Ahmet, III. grup katyonlarının **tamamının** bulunduğu çözeltiye bazik ortamda Na_2S ekliyor. Çökelek ve çözeltiyi ayırıyor. Çökelek üzerine bir miktar HCl çözeltisi eklediğinde çökelek miktarında azalma gözlemliyor.

Ahmet'in yaptığı işlemler sonucunda çökelekte .....katyonları, çözeltide ise ..... katyonları bulunur.

Yukarıda boş bırakılan yerleri uygun katyonları yazarak doldurunuz.

7. Nitel analiz laboratuvarında öğretmen organize sanayi bölgesinden alınan atık su numunesindeki III. grup katyonlarının analiz edilmesi için Yusuf, Turgut, Sevil, Demet ve Süheyla'dan oluşan öğrenci grubunu görevlendirmiştir. Öğrencilerin her biri numune üzerine sırası ile NH_3, NH_4Cl ve $(NH_4)_2S$ ilave edip ısıttığında bir miktar çökelek oluşmuştur. Karışımı santrifüjleyip çökeleği ayırdıktan sonra üzerine seyreltik HCl ekleyerek çökeleğin bir kısmının çözündüğünü gözlemlemişlerdir. Karışımı santrifüjleyip çökeleği çözeltiden ayırmışlardır. (çökelek 1-çözelti 1)

Elde ettikleri **çökelek 1** üzerine çeker ocakta kral suyu ekleyip amonyak çözeltisi ile ortamı bazik hâle getirdikten sonra dimetil glioksim eklediklerinde pembe renkli bir çökelek oluşmuştur.

Çözelti 1 üzerine yeterince sodyum hidroksit çözeltisi ve katı sodyum peroksit ekleyip ısıttıklarında kahverengi bir çökelek oluşmuştur. Karışımı santrifüjleyip çökeleği çözeltiden ayırmışlardır. Çökeleği alıp çözeltiyi atmışlardır. Kahverengi çökelek üzerine yeterince seyreltik HCl çözeltisi ve KSCN çözeltisi eklediklerinde kan kırmızı renkte bir çözelti oluşmuştur. Bu sonuçlara göre öğrencilerin hazırladığı rapor aşağıda verilmiştir.

Yusuf: Numunede Mn^{2+}, Cr^{3+} katyonları vardır.
Turgut: Numunede Fe^{3+}, Mn^{2+} katyonları vardır.
Sevil: Numunede Fe^{3+}, Ni^{2+} katyonları vardır.
Demet: Numunede Fe^{3+}, Cr^{3+} katyonları vardır.
Süheyla: Numunede Ni^{2+}, Al^{3+} katyonları vardır.

Buna göre yukarıdaki öğrencilerden hangisinin analiz sonucu doğrudur?

8. **0,1 M 100 mL $NiSO_4$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $NiSO_4.4H_2O$ tartılmalıdır?**
($NiSO_4$: 154,7 g/mol, H_2O: 18 g/mol)

9. **0,1 M 250 mL Na_2S çözeltisi elde etmek için 2 M Na_2S çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?**

10. **Yoğunluğu 1,05 g/mL olan %100'lük CH_3COOH çözeltisinden 2 M 500 mL CH_3COOH çözeltisi nasıl hazırlanır?**
(CH_3COOH: 60 g/mol)

11. **0,1 M 250 mL NaOH çözeltisi hazırlamak için kaç gram NaOH tartılmalıdır?**
(NaOH: 40 g/mol)

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Co^{2+}, Ni^{2+} , Fe^{3+} iyonları için aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Kobalt(II) , nikel(II) ve demir(III) III. grup katyonudur.

B) Her üçü de sülfürle siyah renkli çökelek oluşturur.

C) Zayıf bazik ortamda $(NH_4)_2S$ ile üçü de hidroksitli bileşikleri hâlinde çöker.

D) HCl içinde NiS ve CoS çözünmezken FeS kolayca çözünür.

E) Her üçünün de birden fazla yükseltgenme basamağı vardır.

2. **Al^{3+} , Mn^{2+} , Cr^{3+} iyonları için**

I. Mn^{2+} iyonu varlığı asitli ortamda $NaBiO_3$ ile belirlenir.
II. Cr^{3+} iyonu bazik ortamda Na_2O_2 ile kromat iyonuna yükseltgendikten sonra $BaCrO_4$ hâlinde çöktürülerek ayrılır.
III. Al^{3+} iyonu zayıf bazik ortamda NH_3 ile $Al(OH)_3$ bileşiği hâlinde çöktürülerek ayrılır.
ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

3. **Aşağıdakilerden hangisi üçüncü grup katyonlarından değildir?**

A) Ni^{2+} B) Al^{3+} C) Co^{2+}

D) Cu^{2+} E) Mn^{2+}

4. **Zn^{2+} iyonu için aşağıdaki ifadelerden hangisi doğrudur?**

A) II. grup katyonları arasında yer alır.

B) Zayıf bazik ortamda sülfür iyonu ile beyaz renkli ZnS çökeleğini oluşturur.

C) Grup çöktürücüsü ile derişik hidroklorik asitli ortamda çökelek oluşturur.

D) Sodyum hidroksit çözeltisi ile tepkime vermez.

E) Hidroksit iyonu ile oluşturduğu çökeleğin formülü ZnOH'tir.

5. **III. grup katyonlarının çöktürücüsü olarak aşağıdakilerden hangisinin çözeltisi kullanılamaz?**

A) Na_2S B) Tiyoasetamid C) H_2S

D) HCl E) $(NH_4)_2S$

6. Elindeki numunede III. grup katyonlarından sadece bir tanesinin olduğunu bilen Cemal, numuneye birkaç damla Na_2S ekleyince pembe çökelek gözlemlemiştir.

Cemal'in numunesinde hangi katyon vardır?

A) Fe^{2+} B) Mn^{2+} C) Zn^{2+}

D) Ni^{2+} E) Co^{2+}

7. **Ni^{2+} katyonu içeren çözelti içine birkaç damla NaOH eklendiğinde oluşan açık yeşil renkli çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?**

A) NiO B) $Ni(OH)_3$ C) Ni_2O_3

D) NiS E) $Ni(OH)_2$

8. **Al^{3+} iyonları içeren bir çözeltiye Na_2S çözeltisi eklendiğinde oluşan beyaz çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?**

A) Al_2S_3 B) $Al(OH)_3$

C) Al_2O_3 D) $AlCl_3$

E) $Al_2(SO_4)_3$

9. **I.** CoS

II. ZnS

III. MnS

Yukarıdaki bileşiklerden hangileri seyreltik HCl çözeltisinde çözünmez?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

10. Bir çözelti üzerine Na_2CO_3 çözeltisi eklendiğinde yeşil renkli bir çökelek oluşmaktadır. Bir süre beklenildiğinde çökeleğin kırmızı-kahve rengine dönüştüğü görülmektedir.

Buna göre çözeltide aşağıdaki iyonlardan hangisi bulunabilir?

A) Fe^{2+} B) Fe^{3+} C) Al^{3+}

D) Zn^{2+} E) Ca^{2+}

11. **Al^{3+} katyonunu**

I. NH_3

II. NaOH

III. Na_2S

bileşiklerinden hangileri ile $Al(OH)_3$ çökeleğini oluşturur?

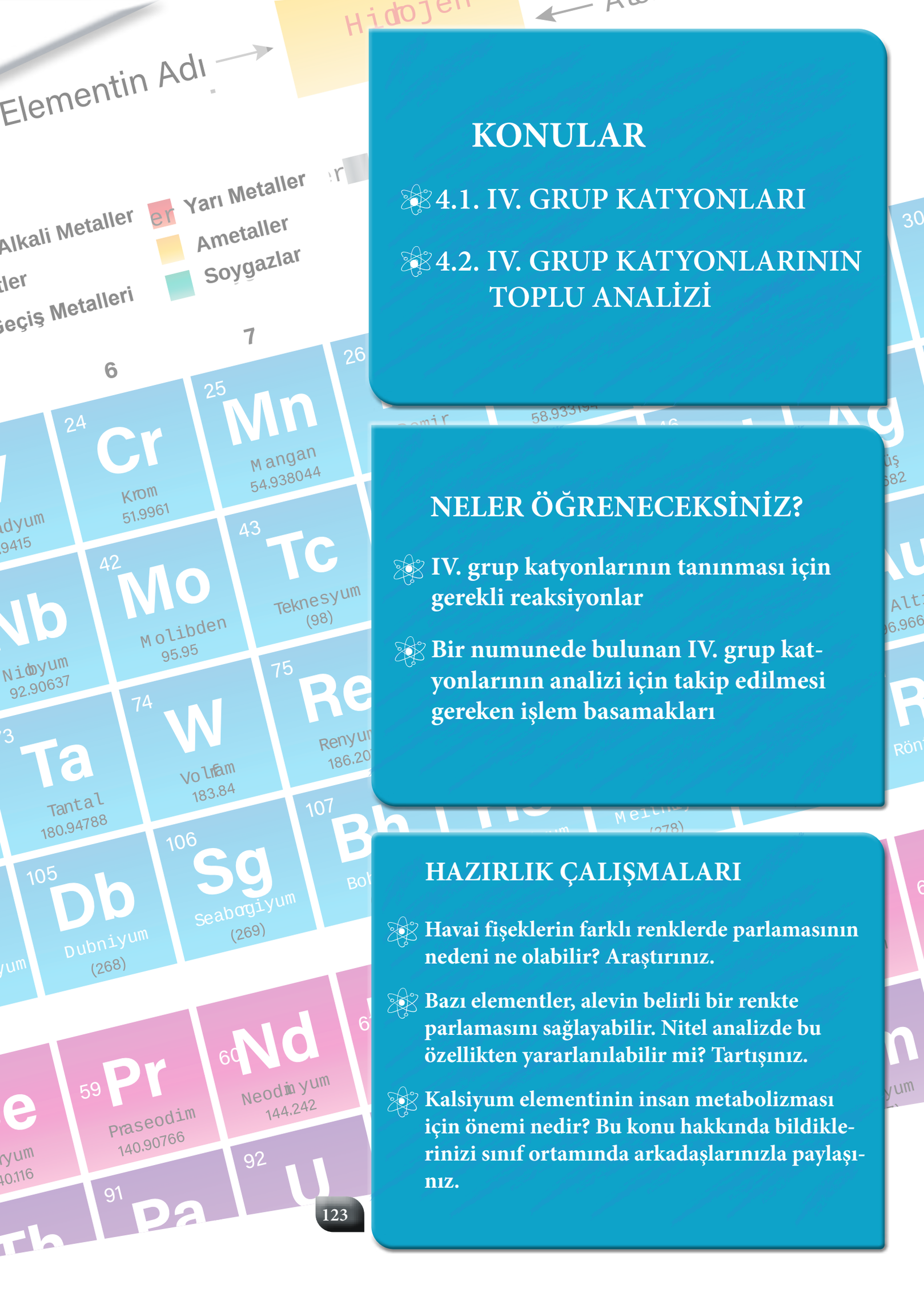
A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

4. ÖĞRENME BİRİMİ

IV. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ





KONULAR

- 4.1. IV. GRUP KATYONLARI
- 4.2. IV. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- IV. grup katyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan IV. grup katyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

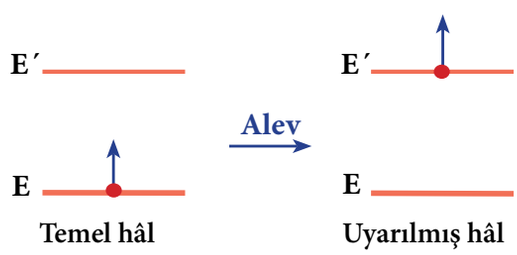
- Havai fişeklerin farklı renklerde parlamasının nedeni ne olabilir? Araştırınız.
- Bazı elementler, alevin belirli bir renkte parlamasını sağlayabilir. Nitel analizde bu özellikten yararlanılabilir mi? Tartışınız.
- Kalsiyum elementinin insan metabolizması için önemi nedir? Bu konu hakkında bildiklerinizi sınıf ortamında arkadaşlarınızla paylaşınız.

4.1. IV. GRUP KATYONLARI

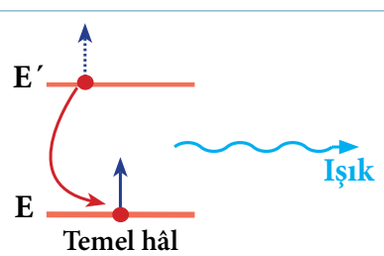
IV. grup katyonları Sr^{2+}, Ba^{2+} ve Ca^{2+} iyonlarından oluşmaktadır. Grubun çöktürücü reaktifi olarak NH_3/NH_4^+ tamponunda CO_3^{2-} ($(NH_4)_2CO_3$) veya HPO_4^{2-} ($(NH_4)_2HPO_4$) kullanılır. Bifosfat tuzlarının dezavantajları; alev testini bozucu etki göstermeleri, asidik ortamda zor çözünmeleri ve Mg^{2+} iyonlarının IV. grup katyonları ile birlikte çökmesine sebep olmalarıdır. IV. grup katyonları, CO_3^{2-} iyonları ile suda az çözünen beyaz renkli $CaCO_3$, $SrCO_3$ ve $BaCO_3$ bileşiklerini oluşturur. IV. grup katyonlarının kompleks oluşturma eğilimleri oldukça azdır. Karakteristik alev rengine sahip oldukları için analizleri alev denemesi ile yapılmaktadır.

Tablo 4.1: IV. Grup Katyonlarının Karbonatlarının Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
$CaCO_3$	Beyaz	$6{,}7.10^{-5}$	$6{,}7.10^{-3}$
$SrCO_3$	Beyaz	$3{,}04.10^{-5}$	$4{,}48.10^{-3}$
$BaCO_3$	Beyaz	$7{,}07.10^{-5}$	$1{,}395.10^{-2}$



Şekil 4.1: Temel hâldeki elektronun uyarılmış hâle geçmesi



Şekil 4.2: Uyarılmış hâldeki elektronun temel hâle geçmesi

Alev Denemesi

Bir atom temel hâlde iken elektronlar mümkün olan en düşük enerjili durumlarda (enerji seviyelerinde) bulunur. Bir etki olmadığı sürece de elektronlar bu durumlarını korur. Bir elektronun bulunduğu enerji seviyesinden daha yüksek bir seviyeye geçebilmesi için aradaki fark kadar enerjiyi dışarıdan alması gerekir.

Bir element aleve tutulduğu zaman alevin yüksek sıcaklığı, atomun son katmanında bulunan elektronun daha üst enerji seviyesine aktarılmasına sebep olur. Bu duruma **uyarılma (eksitasyon)** adı verilir.

Şekil 4.1'de E düşük enerjili seviyeyi, E´ ise yüksek enerjili seviyeyi göstermektedir. Temel hâlde E seviyesinde bulunan elektron alevde önce E´ seviyesine uyarılır. Uyarılmış hâldeki atom bu şekilde uzun süre kalamaz. Elektron en kısa sürede temel hâle dönmek ister ve bunun için alevden aldığı enerjiyi elektromanyetik dalgalar şeklinde yayar (Şekil 4.2). İnsan gözünün duyarlı olduğu elektromanyetik dalgalara **ışık** denir. Işığın rengi, elektromanyetik dalganın frekansı, dolayısıyla enerjisi ile ilgilidir. Görünür ışığın en yüksek enerjili olanı mor ışık, en düşük enerjili olanı ise kırmızı ışıktır.

Her elementin uyarılmış hâl enerji seviyesi ile temel hâl enerji seviyesi arasındaki fark kendine özgüdür. Bu nedenle her element kendine özgü dalga boyunda ışıma yapar. Bir element atomunun ışıma sırasında yaydığı enerji elektromanyetik spektrumun görünür bölgesine aitse (görünür ışık) element alev denemesi ile tespit edilebilir.

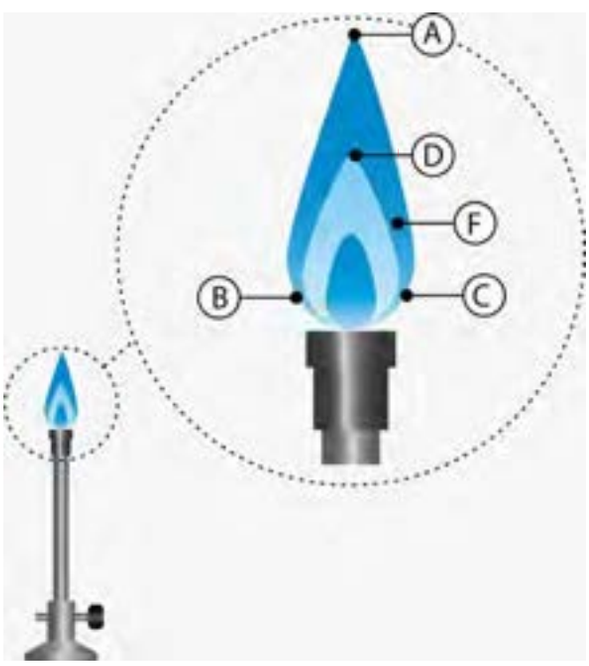
IV. grup katyonları uyarıldıkları zaman temel hâle dönerken görünür bölgede ışıma yaptıkları için analizleri alev denemesi ile yapılır.

Laboratuvarda alev denemeleri bek alevinde yapılır. Bir alevin her bölgesi aynı özellikte ve sıcaklıkta değildir.

Şekil 4.3'te gösterilen bek alevinde yer alan bölgeler şunlardır:

- ABCD yükseltgen bölge
- CBD indirgen bölge
- F sıcaklığı en düşük bölge

Metallerin klorür bileşiklerinin uçuculuğu, sülfat ve fosfat gibi iyonlarla yaptığı bileşiklerin uçuculuğundan daha fazladır. Bu nedenle alev testi ile analizi yapılacak metal önce metal klorür hâline dönüştürülmelidir. Alev denemesi ile bir katyonun analizi yapılırken katyonun uçuculuğunun arttırılması için derişik HCl çözeltisi kullanılır. Platin tel HCl çözeltisinden etkilenmeyen bir metal olduğu için önce HCl çözeltisine ardından analizi yapılacak çözeltiye batırılır. Bu işlemde metalin klorürü oluşur. Daha sonra platin tel bek alevindeki F bölgesine tutulur. Isının etkisiyle metal klorür buharlaşarak kurur ve platin tel üzerinde önce katı sonra gaz hâline dönüşür. Klorür bileşiği ısı ile atomlaşır ve temel enerji seviyesindeki atom uyarılarak üst enerji seviyesine geçer. Son olarak uyarılmış atom ışıma yaparak tekrar temel enerji seviyesine döner ve alevin renklenmesini sağlar. Bu sayede metal tanınmış olur.



Şekil 4.3: Bunsen beki alevinin bölgeleri

Ca^{2+} katyonu örnek olarak ele alınırsa alev denemesinde sırasıyla aşağıdaki reaksiyonlar meydana gelir.

$$Ca^{2+}(suda) + 2HCl(suda) \rightarrow CaCl_2(suda) + 2H^+(suda)$$ **(platin telin HCl ve numuneye batırılması)**

$$CaCl_2(suda) + ısı \rightarrow CaCl_2(g)$$ **(buharlaşma)**

$$CaCl_2(g) + ısı \rightarrow Ca(g) + 2Cl(g)$$ **(atomlaşma)**

$$Ca(g) + ısı \rightarrow Ca(g)^*$$ **(uyarılma)**

$$Ca(g)^* \rightarrow Ca(g) + h\nu$$ **(ışıma-tuğla kırmızısı alev rengi)**

(**hν:** Fotonun enerjisi)

Tablo 4.2: IV. Grup Katyonlarının Alev Renkleri

KATYON	ALEV RENGİ	ALEV GÖRÜNÜMÜ
KALSİYUM	Tuğla kırmızısı (turuncu-kırmızı)	
STRONSİYUM	Karmen kırmızısı (koyu kırmızı)	
BARYUM	Sarı-yeşil	

4.1.1. BARYUM KATYONU (Ba^{2+})

Baryum; gümüşümsü beyaz renkte, yumuşak, hafifçe dövülebilir, metalik bir elementtir. Periyodik tabloda IIA grubunda (2. grup) yer alır. Bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağında bulunur. Doğada genellikle barit (Görsel 4.1) ve viterit mineralleri şeklinde görülür. Sadece suda çözünen bileşikleri zehirlidir. Baryumun $BaCl_2$, $Ba(NO_3)_2$, $Ba(CH_3COO)_2$ bileşikleri suda çözünürken $BaSO_4$, $BaCO_3$, $BaCrO_4$, $Ba_3(PO_4)_2$, BaC_2O_4, BaF_2 bileşikleri çözünmez.

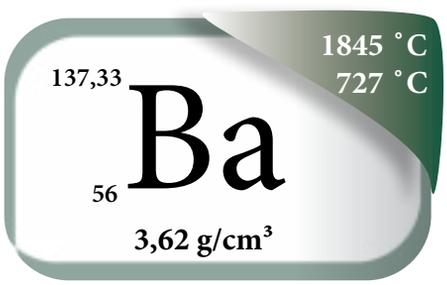


Görsel 4.1: Baryum minerali

Şekil 4.4'te baryum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Yunancada "ağır (barys)" anlamına gelen baryum, tıpta ve sindirim sisteminin radyolojik görüntülenmesinde (röntgen) kullanılmaktadır. Sindirim kanalına verilen baryum sülfat solüsyonu röntgende kullanılan X ışınları ile etkileşerek görüntüde kontrast (zıtlık) oluşturmakta ve görüntü kalitesini artırmaktadır.



Şekil 4.4: Baryum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

1600'lü yıllarda İtalya'nın Bologna bölgesinde ışıkta parlayan bazı taşlar keşfedildi. Simyacıların büyülü olduklarına inandıkları bu taşlara "Bologna Taşları" deniliyordu. 1700'lü yıllarda bu taşların bilinmeyen bir elementin sülfatları olduğu anlaşıldı. 1808 yılında Bologna Taşları'nın (barit mineralinin) ayrıştırılması ile baryum elde edildi.

BİLGİ KUTUSU

Tıpta radyolojik görüntülemede kullanılan baryum; kauçuk, cam, plastik, reçine, havai fişek üretimi vb. sanayi alanlarında da kullanılmaktadır.

4.1.1.1. Baryum Katyonunun Analitik Özellikleri

Ba^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$(NH_4)_2CO_3$ veya Na_2CO_3

$Ba(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla amonyum karbonat veya sodyum karbonat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $BaCO_3$ çökeleği oluşur (Görsel 4.2).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow BaCO_3(k)}$$

Kuvvetli asitlerin amonyum tuzlarında bir miktar çözünebilen $BaCO_3$, asetik asitte kolayca çözünür.



Görsel 4.2: $BaCO_3$ çökeleği

H_2SO_4

$Ba(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla seyreltik sülfürik asit veya sülfat tuzu çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $BaSO_4$ çökeleği oluşur (Görsel 4.3).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaSO_4(k)}$$

$BaSO_4$ seyreltik asitlerde çözünmez, derişik sülfürik asitte çözünür.



Görsel 4.3: $BaSO_4$ çökeleği

K_2CrO_4 veya Na_2CrO_4

$Ba(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla sodyum kromat veya potasyum kromat çözeltisi ilave edilirse sarı renkli $BaCrO_4$ çökeleği oluşur (Görsel 4.4).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaCrO_4(k)}$$

$BaCrO_4$ çökeleği, HCl ve HNO_3 çözeltilerinde çözünürken asetik asit çözeltisinde çözünmez.



Görsel 4.4: $BaCrO_4$ çökeleği

$Na_2C_2O_4$ veya $(NH_4)_2C_2O_4$

$Ba(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla sodyum oksalat veya amonyum oksalat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli BaC_2O_4 çökeleği oluşur (Görsel 4.5).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + C_2O_4^{2-}(suda) \rightarrow BaC_2O_4(k)}$$

BaC_2O_4, kuvvetli asitlerde çözünürken asetik asit çözeltisinde çözünmez.



Görsel 4.5: BaC_2O_4 çökeleği

Alev Denemesi

Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin tel, Ba^{2+} çözeltisine daldırılarak alevin yükseltgen bölgesine tutulduğunda sarı-yeşil renkli alev oluşturur (Görsel 4.6).



Görsel 4.6: Baryumun alev denemesi

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
BARYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi
- 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- 6 M CH_3COOH çözeltisi
- 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Bek
- Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Santrifüj tüpüne çökme tamamlanıncaya kadar 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 7-8 damla 6 M CH_3COOH çözeltisinden ilave ederek su banyosunda birkaç dakika ısıtınız.	☐
7	Üzerine 2-3 damla 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisinden ekleyerek çökelek oluşup oluşmadığını gözlemleyiniz.	☐
8	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
9	Üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
10	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
11	Üzerine 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
12	Bir santrifüj tüpüne 10 damla $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
13	Üzerine 5 damla derişik HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
14	Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli $Ba(NO_3)_2$ çözeltisine batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutunuz.	☐
15	Bek alevinde meydana gelen sarı-yeşil renk, baryum katyonunun varlığını gösterir.	☐
16	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Ba(NO_3)_2$ ın $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ile girdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Yedinci işlem basamağında K_2CrO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
3. Dokuzuncu işlem basamağında H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
4. On birinci işlem basamağında $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.

4.1.2. STRONSİYUM KATYONU (Sr^{2+})

Stronsiyum; gümüşümsü sarı renkte, yumuşak ve dövülebilir, metalik bir elementtir. Periyodik tablonun IIA grubunda (2. grup) yer alır. Bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağında bulunur. Doğada sülfatlı ve karbonatlı mineralleri şeklindedir (Görsel 4.7). Stronsiyum oldukça aktif bir metal olduğu için laboratuvarlarda gaz yağı içinde saklanmalıdır. $SrCl_2$, $Sr(NO_3)_2$ bileşikleri suda çözünürken $SrCO_3$, SrC_2O_4, $Sr_3(PO_4)_2$, $SrSO_4$, $SrCrO_4$, SrF_2 bileşikleri çözünmez.

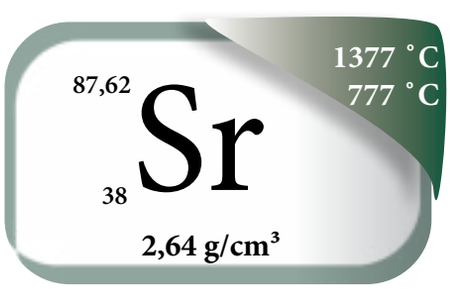
Şekil 4.5'te stronsiyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Görsel 4.7: Stronsiyum minerali

BİLİYOR MUSUNUZ

20. yüzyılın en büyük nükleer kazası Çernobil'de yaşanmıştır. 25 Nisan 1986'da tesisin dördüncü reaktörünü rutin bakıma sokan teknisyenler, ilerde bir güç kesintisi olması ihtimaline karşı bir emniyet deneyi yapmaya karar verirler. Deney için güvenlik sistemi 25 saniyeliğine devre dışı bırakılır ancak reaktörde önlenemeyen çekirdek tepkimeleri gerçekleşir, ısı ve enerji bir anda kat kat yükselir. ^{235}U'in (uranyum 235) fisyon reaksiyonları sonucu nükleer reaktörler aşırı ısınır ve tesislerde patlama meydana gelir. Nükleer reaksiyonlar sonucunda ^{90}Sr (stronsiyum 90) ve birçok farklı izotop çevreye yayılır. Radyasyona maruz kalan insanların kemiklerinde ve dişlerinde insan vücudu stronsiyumun radyoaktif izotopu olan ^{90}Sr ve kalsiyumu birbirinden ayırt edemediği için kalsiyum yerine bol miktarda stronsiyum toplanır. Biriken ^{90}Sr, β radyasyonu yayarak kemikte ve kemik iliğinde tümörlere, lösemiye, sakat doğumlara ve ölümlere neden olur.



Şekil 4.5: Stronsiyum elementinin özellikleri

BİLGİ KUTUSU

Stronsiyum; havai fişek yapımı, boya üretimi, ilaç endüstrisi gibi çeşitli alanlarda kullanılmaktadır.

4.1.2.1. Stronsiyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Sr^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 4.8: $SrCO_3$ çökeleği

$(NH_4)_2CO_3$ veya Na_2CO_3

$Sr(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla amonyum karbonat veya sodyum karbonat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $SrCO_3$ çökeleği oluşur (Görsel 4.8).

$$\mathbf{Sr^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow SrCO_3(k)}$$

Kuvvetli asitlerin amonyum tuzlarında bir miktar çözünebilen $SrCO_3$, asetik asitte kolayca çözünür.



Görsel 4.9: $SrSO_4$ çökeleği

H_2SO_4

$Sr(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla seyreltik sülfürik asit veya sülfat tuzu çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $SrSO_4$ çökeleği oluşur (Görsel 4.9).

$$\mathbf{Sr^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow SrSO_4(k)}$$

$SrSO_4$, seyreltik sıcak kuvvetli asitlerde bir miktar çözünür.



Görsel 4.10: $SrCrO_4$ çökeleği

K_2CrO_4 veya Na_2CrO_4

$Sr(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla **derişik** sodyum kromat veya potasyum kromat çözeltisi ilave edilirse sarı renkli $SrCrO_4$ çökeleği oluşur (Görsel 4.10). Sr^{2+} çözeltisine **seyreltik** kromat çözeltisi ilave edildiğinde Ba^{2+} dan farklı olarak çökme meydana gelmez.

$$\mathbf{Sr^{2+}(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \rightarrow SrCrO_4(k)}$$

$SrCrO_4$ çökeleği $BaCrO_4$ ın aksine asetik asitte çözünür.



Görsel 4.11: SrC_2O_4 çökeleği

$Na_2C_2O_4$ veya $(NH_4)_2C_2O_4$

$Sr(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla sodyum oksalat veya amonyum oksalat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli SrC_2O_4 çökeleği oluşur (Görsel 4.11).

$$\mathbf{Sr^{2+}(suda) + C_2O_4^{2-}(suda) \rightarrow SrC_2O_4(k)}$$

SrC_2O_4, kuvvetli asitlerde çözünürken asetik asitte çözünmez.



Görsel 4.12: Stronsiyumun alev denemesi

Alev Denemesi

Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin tel Sr^{2+} çözeltisine daldırılarak alevin yükseltgen bölgesine tutulduğunda karmen kırmızısı (koyu kırmızı) renkli alev oluşturur (Görsel 4.12).

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
STRONSİYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi
- 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- 6 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik K_2CrO_4 çözeltisi
- Doygun $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Bek alevi
- Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Santrifüj tüpüne çökme tamamlanıncaya kadar 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 7-8 damla 6 M CH_3COOH çözeltisinden ilave ederek su banyosunda birkaç dakika ısıtınız.	☐
7	Çözelti üzerine derişik K_2CrO_4 çözeltisi ekleyerek çökelek oluşup oluşmadığını gözlemleyiniz.	☐
8	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
9	Üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
10	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
11	Üzerine doygun $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
12	Bir santrifüj tüpüne 10 damla $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi alıp üzerine 5 damla derişik HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
13	Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli $Sr(NO_3)_2$ çözeltisine batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutunuz.	☐
14	Bek alevinde oluşan koyu kırmızı renk, stronsiyum katyonunun varlığını gösterir.	☐
15	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Sr(NO_3)_2$ ın $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ile girdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Yedinci işlem basamağında derişik K_2CrO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
3. Dokuzuncu işlem basamağında H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
4. On birinci işlem basamağında $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.

4.1.3. KALSİYUM KATYONU (Ca^{2+})

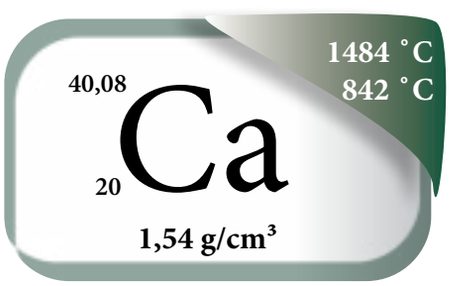
Kalsiyum; gümüşümsü beyaz renkli, parlak, metalik bir elementtir. Periyodik tablonun IIA grubunda (2. grup) yer alır. Bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağına sahiptir.



Görsel 4.13: Kalsiyum minerali

Doğada genellikle karbonatlı bileşikleri şeklinde bulunur (Görsel 4.13). $CaCl_2$, $Ca(NO_3)_2$ gibi bileşikleri suda çözünürken $CaCO_3$, CaC_2O_4, $CaSO_4$, $Ca_3(PO_4)_2$, CaF_2 gibi bileşikleri çözünmez.

Şekil 4.6'da kalsiyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 4.6: Kalsiyum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

1988 yılında UNESCO Dünya Miras Listesi'ne alınan Pamukkale Travertenleri'nin ana maddesi $CaCO_3$ tır.

Denizli'nin Pamukkale ilçesi, birçok termal kaynağa sahip turistik bir yerleşim yeridir. Bu kaynak sularına çeşitli şekillerde karışan CO_2, su ile reaksiyona girerek H_2CO_3 (karbonik asit) oluşturur. Asitli suyun, kayaçlardan geçerek bol miktarda $CaCO_3$ çözmesi sonucunda $Ca(HCO_3)_2$ meydana gelir. Kalsiyum bikarbonat açısından zenginleşmiş olan su yüzeye ulaştığında basınç ve sıcaklık değişimi ile $CaCO_3$ bileşiği çöker. Travertenin eşsiz görüntüsü bu olayın tekrarlanması ve katman katman $CaCO_3$ birikmesiyle oluşmuştur.

BİLİYOR MUSUNUZ

Kemik ve dişlerin yapısında bulunan kalsiyum, kasların kasılması ve kanın pıhtılaşmasında önemli rol oynar.

BİLGİ KUTUSU

İnsan sağlığı açısından çok önemli bir element olan kalsiyum; ilaç, çelik, havai fişek, kâğıt, çimento ve şeker üretiminde kullanılmaktadır.

4.1.3.1. Kalsiyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Ca^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$(NH_4)_2CO_3$ veya Na_2CO_3

$Ca(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla amonyum karbonat veya sodyum karbonat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $CaCO_3$ çökeleği oluşur (Görsel 4.14).

$$Ca^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow CaCO_3(k)$$

$CaCO_3$, asetik asitte çözünür.

$$CaCO_3(k) + H^+(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + HCO_3^-(suda)$$



Görsel 4.14: $CaCO_3$ çökeleği

H_2SO_4

$Ca(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla seyreltik sülfürik asit veya sülfat tuzu çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $CaSO_4$ çökeleği oluşur (Görsel 4.15).

$$Ca^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow CaSO_4(k)$$

$CaSO_4$, amonyum sülfatla kompleks oluşturarak çözünür.

$$CaSO_4(k) + (NH_4)_2SO_4(suda) \rightarrow [Ca(SO_4)_2]^{2-}(suda) + 2\,NH_4^+(suda)$$



Görsel 4.15: $CaSO_4$ çökeleği

$Na_2C_2O_4$ veya $(NH_4)_2C_2O_4$

$Ca(NO_3)_2$ çözeltisine 1-2 damla sodyum oksalat veya amonyum oksalat çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli CaC_2O_4 çökeleği oluşur (Görsel 4.16).

$$Ca^{2+}(suda) + C_2O_4^{2-}(suda) \rightarrow CaC_2O_4(k)$$

CaC_2O_4, kuvvetli asitlerde çözünürken asetik asitte çözünmez.



Görsel 4.16: CaC_2O_4 çökeleği

BİLGİ KUTUSU

Ca^{2+} katyonu sodyum kromat veya potasyum kromat çözeltileri ile çökelme reaksiyonu vermez.

Alev Denemesi

Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin tel, Ca^{2+} çözeltisine daldırılıp alevin yükseltgen bölgesine tutulduğunda tuğla kırmızısı renkli alev oluşturur (Görsel 4.17).



Görsel 4.17: Kalsiyumun alev denemesi

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KALSİYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- ▶ 6 M CH_3COOH çözeltisi
- ▶ 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- ▶ 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- ▶ 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi
- ▶ Derişik HCl çözeltisi
- ▶ 1 M $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül
- ▶ Bek
- ▶ Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
4	Santrifüj tüpüne çökme tamamlanıncaya kadar 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisinden damla damla ekleyiniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız.	☐
6	Çökelek üzerine 7-8 damla 6 M CH_3COOH çözeltisinden ilave ederek su banyosunda birkaç dakika ısıtınız.	☐
7	Üzerine 2-3 damla 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisinden ekleyerek çökelek oluşup oluşmadığını gözlemleyiniz.	☐
8	Üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
9	Bir santrüfüj tüpüne 1 mL kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi alınız. Üzerine 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi ilave ederek oluşan çökelek rengini gözlemleyiniz.	☐
10	Dokuzuncu işlem basamağında elde edilen karışımı ikiye ayırınız.	☐
11	Karışımlardan birincisine 8-10 damla 6 M CH_3COOH ekleyip çökeleğin çözünüp çözünmediğini kontrol ediniz.	☐

12	İkinci karışıma 3 M HCl çözeltisinden 7-8 damla ekleyip çökeleğin çözünüp çözünmediğini kontrol ediniz.	☐
13	Temiz bir santrifüj tüpüne 1 mL $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi alınız.	☐
14	Üzerine doygun $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisinden 6-7 damla ekleyip çökelek oluşup oluşmadığını gözlemleyiniz.	☐
15	Bir santrifüj tüpüne 10 damla $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi alıp üzerine 5 damla derişik HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
16	Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli $Ca(NO_3)_2$ çözeltisine batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutunuz.	☐
17	Bek alevinde oluşan kiremit kırmızısı renk, kalsiyum katyonunun varlığını gösterir.	☐
18	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

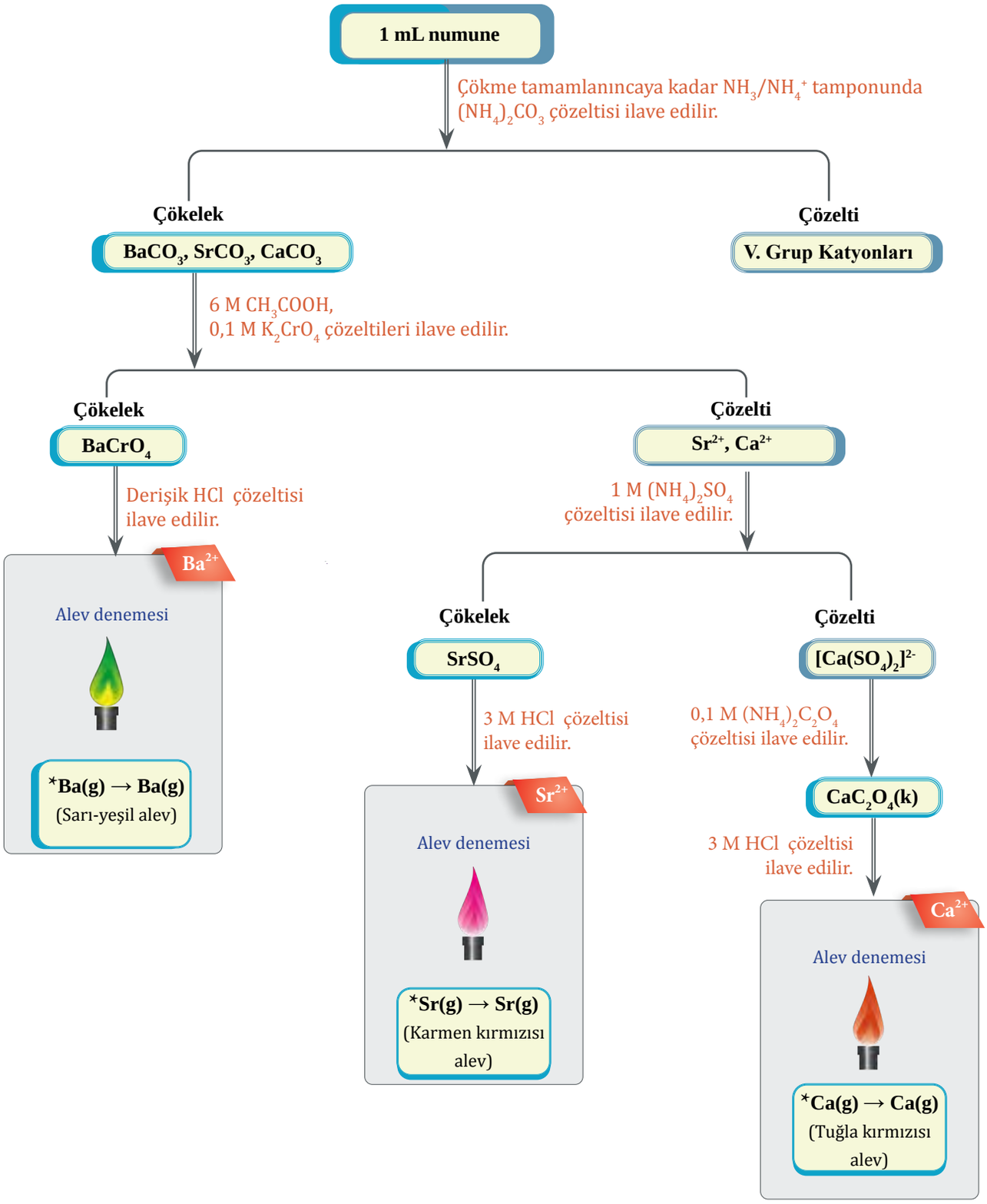
1. $Ca(NO_3)_2$ ın $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ile girdiği reaksiyonun denklemini yazınız.
2. Altıncı işlem basamağında çökeleğin asetik asit ile çözünme tepkimesini yazınız.
3. Sekizinci işlem basamağında H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.
4. Dokuzuncu işlem basamağında $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi eklenmesi ile oluşan çökeleğin formülünü yazınız.

4.2. IV. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

IV. grup katyonlarının çökelekleri arasında sudaki çözünürlüğü en düşük olanlar karbonatlı bileşikleridir. Bu nedenle bu grup katyonları karbonatları hâlinde çöktürülerek analiz edilir. Numuneye NH_4Cl ve NH_3 çözeltisi eklenip tampon ortam oluşturulduktan sonra $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi eklenerek karbonatlı çökelekleri çöktürülüp ayrılır. Bu sırada Mg^{2+} katyonunun, $Mg(OH)_2$ veya $MgCO_3$ hâlinde çökmesini NH_4^+/NH_3 tamponu önler.

$CaCO_3$, $SrCO_3$ ve $BaCO_3$ olarak çöken grup katyonlarına asetik asit ilave edilerek çökelekler çözülür. Ortama yeterince sodyum asetat ve seyreltik potasyum kromat eklenirse baryum kromat çökeleği oluşur. Sr^{2+} ve Ca^{2+} katyonları ise çözeltide kalır. Böylece baryum katyonu diğer iki katyondan ayrılmış olur. Çözeltiye amonyum sülfat çözeltisi eklenerek Sr^{2+} katyonu $SrSO_4$ çökeleği şeklinde ayrılır ve kalan çözeltide Ca^{2+} katyonu aranır.

IV. grup katyonlarının toplu analizi Şema 4.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 4.1: IV. grup katyonlarının toplu analizi

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
IV. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Sr(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 1 M $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi
- ▶ 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- ▶ 6 M CH_3COOH çözeltisi
- ▶ 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- ▶ 4 M NH_4Cl çözeltisi
- ▶ 6 M NH_3 çözeltisi
- ▶ Derişik HCl çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Baget
- ▶ Spatül
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Tüplük
- ▶ Platin tel
- ▶ Bek

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne 1 mL kadar IV. grup katyonlarını içeren çözeltiden alınız. Üzerine 7-8 damla 4 M NH_4Cl çözeltisi, 7-8 damla 6 M NH_3 çözeltisi ilave ediniz.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökeleği çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz. **!IV. grup katyonlarının grup çöktürücüsü ile verdiği reaksiyonları aşağıya yazınız.**	☐
5	Çökelek üzerine 8-9 damla 6 M CH_3COOH çözeltisi ekleyerek su banyosunda karıştırarak ısıtınız. Çökeleğin çözünmesini sağlayınız.	☐
6	Üzerine çökme tamamlanana kadar 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi ekleyiniz. Santrifüjleyerek çökelek ve çözeltiyi ayırınız. Her ikisini de saklayınız. **!Bu basamakta meydana gelen kimyasal tepkimenin denklemini aşağıya yazınız.**	☐
7	Çökeleği saf su ile birkaç kez yıkayınız. Santrifüjleyip yıkama suyundan ayırınız. Sarı çökelek, Ba^{2+} katyonunun varlığını gösterir.	☐
8	Çökelek üzerine 9-10 damla derişik HCl çözeltisi ilave ederek rengi sarıdan yeşile dönünceye kadar su banyosunda ısıtınız.	☐
9	Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırarak alevin yükseltgen bölgesine tutunuz. Oluşan sarı-yeşil alev, Ba^{2+} katyonunun varlığını gösterir.	☐
10	Altıncı işlem basamağında elde ettiğiniz çözeltiye 3-4 damla 1 M $(NH_4)_2SO_4$ çözeltisi ekleyiniz. Oluşan beyaz çökelek, $SrSO_4$ bileşiğidir. **!Bu basamakta meydana gelen kimyasal tepkimenin denklemini aşağıya yazınız.**	☐

11	Tüpü hafif çalkalayıp santrifüjleyerek çökeleği çözeltiden ayırınız. Her ikisini de **saklayınız.**	☐
12	Çökelek üzerine 3 M HCl çözeltisinden 5-6 damla ekleyerek çökeleği çözünüz.	☐
13	Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırıp alevin yükseltgen bölgesine tutunuz. Oluşan karmen kırmızısı alev, Sr^{2+} iyonu varlığını gösterir.	☐
14	On birinci işlem basamağında elde edilen çözeltinin üzerine 0,1 M $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisinden 5-6 damla ekleyiniz. Oluşan beyaz çökelek, Ca^{2+} varlığını gösterir. **!Bu basamakta meydana gelen kimyasal tepkimenin denklemini aşağıya yazınız.**	☐
15	Karışımı santrifüjleyerek çökeleği çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
16	Çökelek üzerine 3 M HCl çözeltisinden 5-6 damla ekleyerek çökeleği çözünüz.	☐
17	Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırıp alevin yükseltgen bölgesine tutunuz. Oluşan tuğla kırmızısı alev, Ca^{2+} iyonu varlığını gösterir.	☐
18	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. IV. grup katyonlarının çöktürücü reaktifi olarak CO_3^{2-} çözeltisinin tercih edilme nedenini açıklayınız.

   .....

2. Alev denemesi yaparken platin telin HCl ile temizlenmesinin nedenini açıklayınız.

   .....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

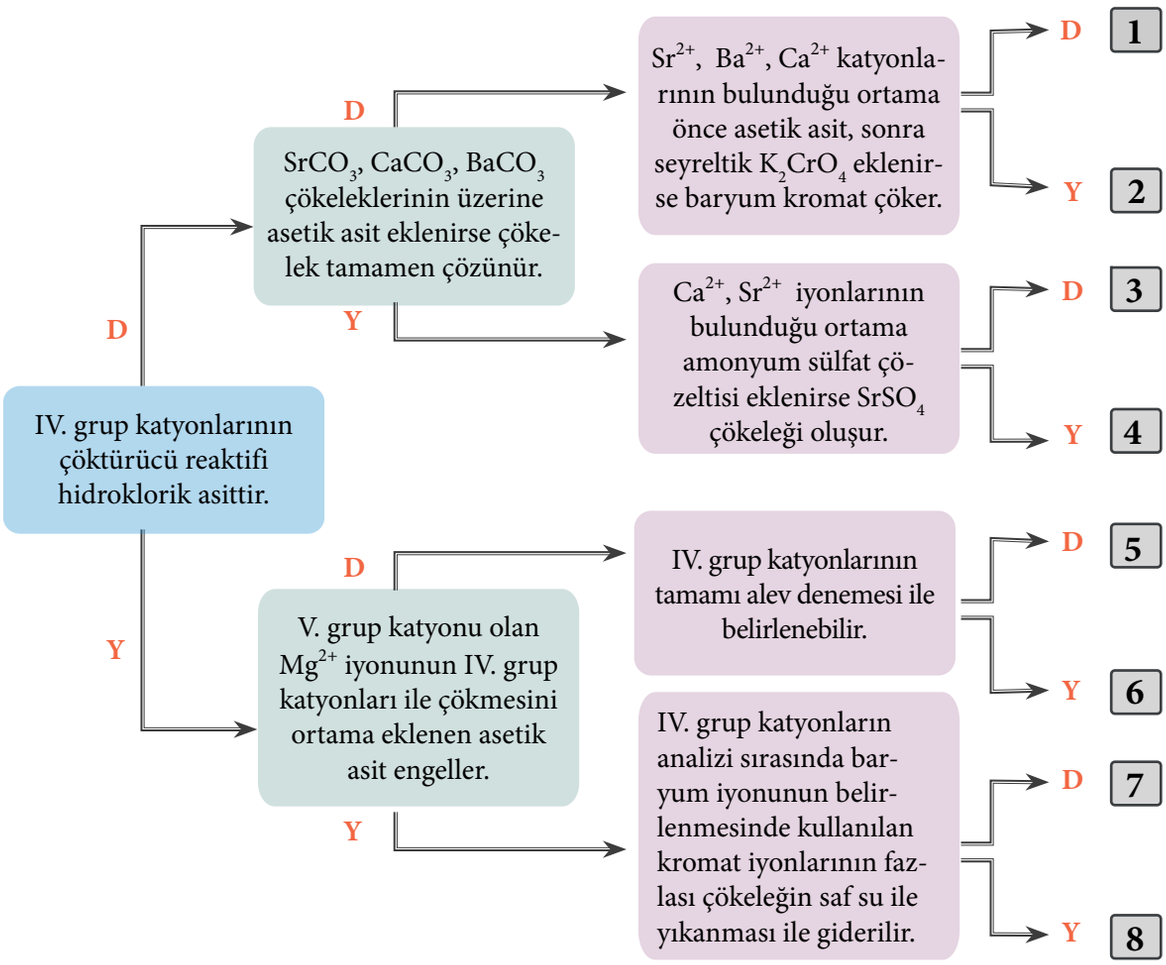
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **10 puan (10x2=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir katyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. IV. grup katyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. IV. grup katyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) IV. grup katyonlarının çöktücüsü, NH_4^+/NH_3 tamponunun bulunduğu ortamda $(NH_4)_2S$'dür.

.....

b. ( ) $SrCO_3$, $CaCO_3$ ve $BaCO_3$ çökelekleri asitlerde çözünmez.

.....

c. ( ) Sr^{2+} , Ba^{2+}, Ca^{2+} katyonlarının bir numunede varlığı alev denemesi ile belirlenebilir.

.....

ç. ( ) IV. grup katyonlarının grup çöktürücüsü olan karbonat ile oluşturduğu çökeleklerin rengi sarıdır.

.....

d. ( ) Ca^{2+} ve Sr^{2+} katyonlarının birbirinden ayrılmasında amonyum sülfat çözeltisi kullanılır.

.....

e. ( ) Sr^{2+}, Ba^{2+},Ca^{2+} katyonlarının bulunduğu çözeltiye seyreltik potasyum kromat eklenirse sadece kalsiyum kromat çöker.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

Ag^{+}	Sn^{2+}	Hg_2^{2+}	Sr^{2+}
Cd^{2+}	Na^{+}	Ca^{2+}	Fe^{3+}
Ba^{2+}	K^{+}	As^{3+}	Al^{3+}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri dördüncü grup katyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Sr^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow$.....

b. $Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow$.....

c. $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow$.....

3. "IV. grup katyonlarının tamamı HPO_4^{2-} anyonu ile çökelek oluşturur."
Grup çöktürücüsü olarak HPO_4^{2-} yerine CO_3^{2-} iyonu kullanılmasının nedeni nedir? Açıklayınız.

4. Neşe, analiz ettiği numuneye NH_3/NH_4^{+} tamponunda $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi eklediğinde beyaz çökelek oluşmuştur. Elde ettiği çökeleği CH_3COOH ilave ederek çözdükten sonra seyreltik K_2CrO_4 çözeltisi eklediğinde sarı renkli bir katı çökmüştür.

Buna göre Neşe'nin analiz ettiği numunede hangi katyon <u>kesinlikle</u> vardır? Açıklayınız.

5. Ferhat, IV. grup katyonlarından en az birinin bulunduğu bilinen numuneden aldığı 1 mL'lik kısma önce seyreltik HCl çözeltisi sonra $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ilave etmiştir. Numunede çökme olmamıştır.

Numunede çökme olmamasının sebebi nedir? Yapılması gereken doğru işlem nedir? Açıklayınız.

6. 6 M 250 mL CH_3COOH çözeltisi hazırlamak için 8 M CH_3COOH çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?

7. 2 M 500 mL $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $(NH_4)_2CO_3$ tartılmalıdır?
($(NH_4)_2CO_3$: 96 g/mol)

8. Yoğunluğu 1,84 g/mL olan %98'lik H_2SO_4 ten 2 M 100 mL H_2SO_4 çözeltisi nasıl hazırlanır?
(H_2SO_4: 98 g/mol)

9. **0,1 M 100 mL $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $Ca(NO_3)_2.6H_2O$ tartılmalıdır?**
($Ca(NO_3)_2$: 164 g/mol, H_2O: 18 g/mol)

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Kalsiyum iyonunun aleve verdiği renk aşağıdakilerden hangisidir?**

A) Kiremit kırmızısı B) Karmen kırmızısı
C) Menekşe D) Sarı
E) Sarı-yeşil

2. **Sr^{2+}, Ba^{2+} katyonlarının alev denemesi renkleri aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?**

	Sr^{2+}	Ba^{2+}
A)	Karmen kırmızısı	Mavi
B)	Yeşil	Sarı
C)	Karmen kırmızısı	Menekşe
D)	Tuğla kırmızısı	Sarı-yeşil
E)	Karmen kırmızısı	Sarı-yeşil

3. **Dördüncü grup katyonların grup çöktürücüsü aşağıdaki bileşiklerden hangisidir?**

A) $(NH_4)_2SO_4$ B) $(NH_4)_2S$
C) $(NH_4)_2CO_3$ D) NaOH
E) NH_4Cl

4. "Baryum tuzu çözeltilerine ister kromat çözeltisi ister dikromat çözeltisi eklensin her iki durumda da baryum kromat çöker."

Ba^{2+} çözeltisine $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ilave edildiğinde oluşan sarı renkli çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) $Ba(OH)_2$ B) $BaCr_2O_7$
C) $BaCrO_4$ D) $BaCO_3$
E) BaC_2O_4

5. **Ba^{2+}, Sr^{2+} ve Ca^{2+} iyonları ile ilgili**

I. IV. grup katyonudur.
II. Karbonat tuzu beyaz renklidir.
III. Alev rengi kırmızıdır.

yargılarından hangileri her üç katyon için de doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III
D) II ve III E) I, II ve III

6. Ca^{2+} içeren çözeltiye $(NH_4)_2C_2O_4$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli bir çökelek oluşur.

Buna göre oluşan çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) $CaCO_3$ B) CaO C) CaC_2O_4
D) $Ca(OH)_2$ E) CaO_2

5. ÖĞRENME BİRİMİ



V. GRUP KATYONLARININ ANALİZİ

KONULAR

- 5.1. V. GRUP KATYONLARI
- 5.2. V. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- V. grup katyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan V. grup katyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Hiçbir ortak çöktürücüsü olmayan katyonların tanınması için ne yapılabilir? Tartışınız.
- Sodyum, potasyum ve magnezyumun insan metabolizması açısından önemi nedir? Biyoloji dersinde bu konuda neler öğrendiğinizi sınıfta tartışınız.
- Amonyum (NH_4^+) iyonunun kullanım alanları nelerdir? Araştırınız.

5.1. V. GRUP KATYONLARI

İlk dört grubun çöktürücü reaktifleri ile çökelek oluşturmayan katyonlar **V. grup katyonlar** olarak adlandırılır. Bu katyonların birkaç bileşiği dışında tümü suda iyi çözünür.

V. grup katyonları Mg^{2+}, NH_4^+, Na^+ ve K^+ iyonlarıdır. Bu katyonlardan Mg^{2+} iyonunun karbonat bileşiği suda çok az çözünür ancak ortamda NH_4^+ iyonlarının bulunması magnezyum iyonunun çökmesini engellediği için IV. grupta ayrılamaz. Bu nedenle magnezyum V. grup katyonları arasında aranır. Bu katyonlar, kompleks oluşturma eğilimi göstermez ve grubun ortak bir çöktürücü reaktifi yoktur.

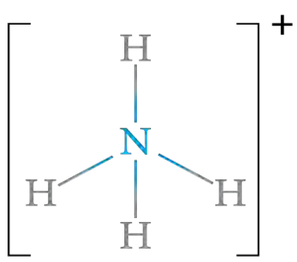
5.1.1. AMONYUM KATYONU (NH_4^+)

Amonyağın asitle girdiği reaksiyon sonucu amonyum iyonu oluşur ve canlı metabolizmasında proteinlerin solunumda yakılması sonucu ortaya çıkar.



Görsel 5.1: NH_4NO_3 katısı

Bitkilerin gelişebilmek için azota ihtiyacı vardır. Bu azotun bir kısmı amonyum bir kısmı da nitrat şeklinde karşılanır. Bitkiler azot ihtiyacını hava azotundan karşılayamaz bu nedenle azot bakterilerine ihtiyaç duyar. Azot bakterileri hava azotunu amonyum veya nitrata dönüştürerek bitkinin kullanabileceği hâle getirir. Topraktaki azot içeriği yeterli seviyede değilse toprak azotlu gübrelerle desteklenir. Hayvansal gübrelerin tarımda binlerce yıldır kullanılmasına rağmen azot bileşiklerinin verim üzerindeki etkisi son 200 yılda ortaya çıkmıştır. Bu keşiften sonra amonyum ve nitrat içeren birçok bileşik (amonyum nitrat, amonyum bifosfat vb.) yapay gübre üretiminde kullanılmıştır (Görsel 5.1).



Şekil 5.1: Amonyum katyonunun bağ yapısı

Amonyum, renksiz bir iyondur. Renksiz anyonlarla beyaz renkli bileşikler oluşturur. Bazik ortamda

$$NH_4^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow NH_3(suda) + H_2O(s)$$

denklemine göre ayrışacağı için ancak asidik ortamlarda bulunabilir.

Sulu çözeltide yükseltgenlerle kolayca N_2 veya NO_3^- a dönüşen amonyum iyonu, katı hâldeki bileşiklerinden ısıyla kolayca ayrışarak NH_3 oluşturur. Bakırın kalayla kaplanması sırasında nişadır olarak bilinen NH_4Cl kullanılır. Bu bileşik

$$NH_4Cl(k) + ısı \rightarrow NH_3(g) + HCl(g)$$

reaksiyonuna göre parçalanır. Ortamda yoğun bir amonyak kokusu oluşmasının sebebi bu reaksiyondur. I-V grup analizi yapılan bir numunede ilk olarak NH_4^+ aranmalıdır çünkü üçüncü ve dördüncü grup katyonları çöktürülürken ortama NH_4^+ iyonları ilave edilmektedir.

Şekil 5.1'de amonyum katyonunun bağ yapısı verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Vücuttan atılan azotlu bileşiklerin miktarı metabolizmanın sağlıklı olup olmadığı hakkında fikir verir. Bu nedenle amonyak analizi canlı biyokimyası açısından çok önemlidir.

BİLGİ KUTUSU

Amonyumun en fazla bilinen bileşiklerinden biri amonyum nitrattır. Tarımda gübre olarak kullanılan NH_4NO_3, yüksek sıcaklığa maruz kaldığında patlar. 1921 Oppau, 1947 Texas City, 2015 Tianjin ve 2020 Beyrut patlamaları bu tepkimenin en trajik örnekleridir.

5.1.1.1. Amonyum Katyonunun Analitik Özellikleri

NH_4^+ katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

NaOH-KOH

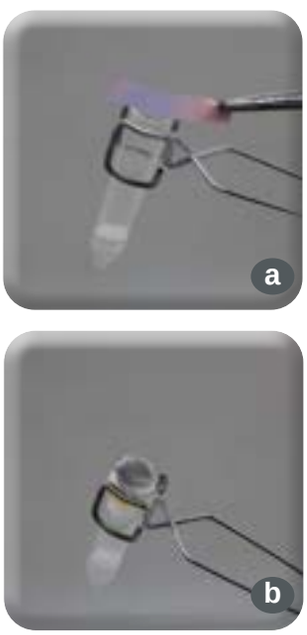
NH_4^+ iyonları içeren çözeltiye birkaç damla 3 M NaOH çözeltisi ilave edilip sıcak su banyosunda ısıtılırsa NH_3 gazı açığa çıkar.

$$\mathbf{NH_4^+(suda) + OH^-(suda) \rightarrow NH_3(g) + H_2O(s)}$$

Bu reaksiyon, ortamda oluşan amonyak kokusundan anlaşılabilir. NH_3 çıkışı aşağıdaki metotlarla da tayin edilebilir.

- Saf suyla ıslatılmış turnusol kâğıdı tüpün ağzına yaklaştırıldığında turnusolun renginin maviye dönmesi NH_3 gazının çıktığının göstergesidir (Görsel 5.2.a).
- Tüpün ağzı $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi ile ıslatılmış bir süzgeç kâğıdı ile kapatıldığında süzgeç kâğıdında oluşan siyahlaşma NH_3 gazının varlığının ispatıdır (Görsel 5.2.b).

$$\mathbf{2NH_3(g) + Hg_2(NO_3)_2(suda) \rightarrow Hg(NH_2)NO_3(k) + Hg(k) + NH_4NO_3(suda)}$$



Görsel 5.2: NH_3 gazı çıkışının tespiti
a) Kırmızı turnusola etkisi
b) $Hg_2(NO_3)_2$ a etkisi

$Na_3[Co(NO_2)_6]$

NH_4^+ iyonları içeren çözeltiye 0,5 M $Na_3[Co(NO_2)_6]$ çözeltisinden birkaç damla ilave edildiğinde sarı renkli $(NH_4)_3[Co(NO_2)_6]$ bileşiği çöker (Görsel 5.3).

$$\mathbf{3NH_4^+(suda) + [Co(NO_2)_6]^{3-}(suda) \rightarrow (NH_4)_3[Co(NO_2)_6](k)}$$



Görsel 5.3: $(NH_4)_3[Co(NO_2)_6]$ çökeleği

Sodyum Kobalt Hekza Nitrit Çözeltisinin ($Na_3[Co(NO_2)_6]$) Hazırlanması

Bu çözelti iki ayrı yöntemle hazırlanabilir.

1. $Na_3[Co(NO_2)_6]$ bileşiğinin 4 gramı suda çözülerek çözelti 1 litreye tamamlanır.
2. %30'luk $NaNO_2$ çözeltisi ile %10'luk $Co(NO_3)_2$ çözeltisi eşit hacimde karıştırılıp üzerine az miktarda asetik asit eklenir.



Görsel 5.4: $HgO.Hg(NH_2)I$ çökeleği

Nessler Ayıracı

Bazik ortamda bulunan $[HgI_4]^{2-}$ kompleksine **Nessler ayıracı** denir. Nessler ayıracı, amonyum iyonunun nitel ve nicel analizinde kullanılan bir reaktiftir. Eser oranda NH_4^+ içeren çözeltilerin analizinde dahi Nessler ayıracı kullanılabilir.

NH_4^+ iyonları içeren çözeltiye birkaç damla derişik NaOH çözeltisi sonra Nessler reaktifi eklenirse turuncu renkli bir çökelek oluşur (Görsel 5.4). Çözeltideki NH_4^+ derişimi arttıkça rengin koyuluğu artar. Nessler testi; süzgeç kâğıdına iki damla amonyum çözeltisi, 2-3 damla derişik NaOH çözeltisi ve Nessler reaktifinin eklenmesiyle de yapılabilir. Süzgeç kâğıdı üzerinde turuncu bir renk oluşur.

$$\mathbf{NH_4^+(suda) + 2[HgI_4]^{2-}(suda) + 4OH^-(suda) \rightarrow HgO.Hg(NH_2)I(k) + 7I^-(suda) + 3H_2O(s)}$$

Nessler Ayıracının Hazırlanması

6 g HgI_2 katısı üzerine tamamen çözününceye kadar kütlece %50'lik KI çözeltisi eklenir. Karışıma 80 mL 9 M KOH veya NaOH çözeltisi ilave edilip saf su ile hacim 200 mL'ye tamamlanır. Karışım bir gece dinlendirildikten sonra analizde kullanılır.

$H_2(PtCl_6)$

NH_4^+ iyonu çözeltisine 2-3 damla $H_2(PtCl_6)$ (kloroplatinik asit) çözeltisi eklendiğinde sarı renkli amonyum kloroplatinat çökeleği oluşur.

$$\mathbf{2NH_4^+(suda) + [PtCl_6]^{2-}(suda) \rightarrow (NH_4)_2[PtCl_6](k)}$$

Çökelek üzerine sodyum hidroksit ilave edilip ısıtıldığında amonyak gazı çıkışı ile çökelek çözünür.

$$\mathbf{(NH_4)_2[PtCl_6](k) + 2OH^-(suda) \rightarrow [PtCl_6]^{2-}(suda) + 2NH_3(g) + 2H_2O(s)}$$

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
AMONYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M NH_4Cl çözeltisi
- ▶ 3 M NaOH çözeltisi
- ▶ Nessler ayıracı
- ▶ 0,1 M $Na_3[Co(NO_2)_6]$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- ▶ Saf su

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül
- ▶ Turnusol kâğıdı
- ▶ Süzgeç kâğıdı
- ▶ Baget

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NH_4Cl çözeltisi alınız. Üzerine 4-5 damla NaOH çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda ısıtınız. Isıtma sırasında tüpün ağzına saf su ile ıslatılmış kırmızı turnusol kâğıdı yaklaştırıp renk değişimi olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
4	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NH_4Cl çözeltisi alınız. Üzerine 4-5 damla NaOH çözeltisi ekleyiniz. Tüpün ağzını, bir süzgeç kâğıdı ile kapatınız. Süzgeç kâğıdını birkaç damla $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi ile ıslatıp sıcak su banyosunda 1-2 dakika ısıtınız. Süzgeç kâğıdında oluşan rengi kontrol ediniz.	☐
5	Bir santrifüj tüpüne 1 damla NH_4Cl çözeltisi ekleyip 1 mL su ile seyreltiniz. Tüpe 2-3 damla NaOH çözeltisi ve 1-2 damla Nessler reaktifi ekleyiniz. Oluşan çökeleğin rengini kontrol ediniz. Aynı denemeyi 0,5 mL su ve 2 mL su ile seyrelttiğiniz NH_4Cl çözeltileri ile de yapınız. Çökelek renklerini ilk deneme ile kıyaslayınız.	☐
6	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NH_4Cl çözeltisi alınız. Üzerine birkaç damla 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NH_4Cl çözeltisi alınız. Üzerine birkaç damla 0,1 M Na_2S çözeltisi ekleyiniz. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
8	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NH_4Cl çözeltisi alınız. Üzerine birkaç damla 2 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ekleyiniz. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. NaOH ilavesi ile oluşan koku hangi maddenin çözeltisine benzemektedir? Turnusol kâğıdının rengi neden mavi olmaktadır? Açıklayınız.
2. Altıncı, yedinci ve sekizinci işlem basamaklarında çökme olmamasını nasıl yorumlarsınız? Yazınız.

5.1.2. MAGNEZYUM KATYONU (Mg^{2+})

Magnezyum elementi, periyodik cetvelin IIA grubunda (2. grup) yer alan gri-beyaz renkli bir metaldir. Bileşiklerinde +2 yükseltgenme basamağına sahiptir. Doğada genellikle magnezit, dolomit ve karnalit mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 5.5). Isıtıldığında da havadaki oksijen gazı ile parlak bir alevle yanar. Kaynama sıcaklığına yakın suda H_2 gazı çıkararak çözünür.

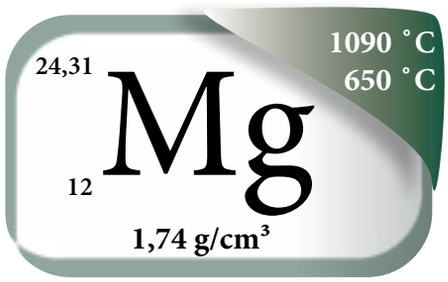


Görsel 5.5: Magnezyum minerali

$$Mg(k) + 2H_2O(s) \rightarrow Mg(OH)_2(suda) + H_2(g)$$

Magnezyumun renksiz anyonlarla oluşturduğu tüm bileşikleri beyaz renklidir. MgF_2, $Mg(OH)_2$, $MgCO_3$, $MgHPO_4$, MgC_2O_4 bileşikleri suda çözünmez. Diğer toprak alkali metallerinin aksine karakteristik alev rengi yoktur.

Şekil 5.2'de magnezyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 5.2: Magnezyum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Hücre bölünmelerinde görev alan magnezyum, hormonların dengelenmesinde ve enerji üretiminde önemli bir rol oynar. Fotosentez olayında etkin olan klorofilin yapısında bulunur.

BİLGİ KUTUSU

Hafif bir metal olan magnezyum; otomotiv, uçak ve roket sanayisinde kullanılmaktadır. Bu metalin en ilginç özelliği oksijen ile verdiği yanma tepkimesidir. Reaksiyon sonucu çıkan kuvvetli ışık, elektrikli flaşlar üretilmeden önce fotoğraf çekimlerinde kullanılmıştır. Günümüzde mağara fotoğrafçılığında hâlâ bu yöntem kullanılmaktadır.

5.1.2.1. Magnezyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Mg^{2+} katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

NaOH-KOH

Mg^{2+} iyonları içeren çözeltiye NaOH veya KOH çözeltisinden birkaç damla ilave edilirse beyaz renkli jel kıvamında $Mg(OH)_2$ çökeleği oluşur (Görsel 5.6).



Görsel 5.6: $Mg(OH)_2$ çökeleği

$$Mg^{2+}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Mg(OH)_2(k)$$

Bu çökelek, asit veya NH_4^+ ilavesi ile kolayca çözünür.

$$Mg(OH)_2(k) + 2H^+(suda) \rightarrow Mg^{2+}(suda) + 2H_2O(s)$$

$$Mg(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda) \rightarrow Mg^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s)$$

NH_3

Mg^{2+} iyonları içeren çözeltiye birkaç damla NH_3 çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $Mg(OH)_2$ çöker.

$$Mg^{2+}(suda) + 2NH_3(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow Mg(OH)_2(k) + 2NH_4^+(suda)$$

Na_2CO_3

Mg^{2+} iyonları içeren çözeltiye Na_2CO_3 çözeltisinden birkaç damla ilave edilirse beyaz renkli bazik magnezyum karbonat bileşiği çöker (Görsel 5.7).

$$2Mg^{2+}(suda) + 2CO_3^{2-}(suda) + H_2O(s) \rightarrow MgCO_3.Mg(OH)_2(k) + CO_2(g)$$

Magnezyum karbonat bileşiği NH_4^+ içeren ortamda çözünür. Bunun sebebi, amonyum iyonlarının karbonat iyonlarını bikarbonata dönüştürmesidir.

$$NH_4^+(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow NH_3(suda) + HCO_3^-(suda)$$

Amonyum iyonları, Mg^{2+} katyonunun karbonatla çökmesini engeller. Bu nedenle Mg^{2+} diğer toprak alkali metaller gibi IV. grupta değil, V. grupta aranmaktadır.



Görsel 5.7: $MgCO_3.Mg(OH)_2$ çökeleği

$Na_2HPO_4 + NH_3$

Mg^{2+} iyonları içeren çözeltiye Na_2HPO_4 çözeltisinden birkaç damla eklenip NH_3 çözeltisi ile bazik hâle getirildiğinde beyaz renkli $MgNH_4PO_4$ çöker (Görsel 5.8).

$$Mg^{2+}(suda) + HPO_4^{2-}(suda) + NH_3(suda) \rightarrow MgNH_4PO_4(k)$$

Çökelek, asit ilavesi ile çözünür.



Görsel 5.8: $Mg(NH_4)PO_4$ çökeleği

p-Nitrobenzenazorezorsinol (Magnezon-1)

Eser miktarda Mg^{2+} iyonunu tespit etmek için p-nitrobenzenazorezorsinol kullanılır. Su ile seyreltilmiş Mg^{2+} çözeltisine 1 damla NaOH çözeltisi ve 1-2 damla p-nitrobenzenazorezorsinol çözeltisi ilave edilirse mavi renk oluşur. Mavi renk, oluşan $Mg(OH)_2$ kristallerinin yüzeyinde ayıracın adsorblanmasından kaynaklanır. $MgHPO_4$ çökeleği magnezon-1 boya maddesini adsorblamadığı için mavi çökelek oluşturmaz. Bu nedenle analiz yapılırken NaOH çözeltisinin fazlası ilave edilerek $Mg(OH)_2$ in çökmesi sağlanmalıdır. Boya çözeltisinin fazla kullanılması, Mg^{2+} çözeltisini boyayacağından analizin görülmesini zorlaştırır.

p-Nitrobenzenazorezorsinol (Magnezon-1) Çözeltisinin Hazırlanması

25 mg p-nitrobenzenazorezorsinol boyasının 50 mL 3 M NaOH çözeltisinde çözülüp saf su ile 100 mL'ye seyreltilmesi ile hazırlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
MAGNEZYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M NaOH çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ Derişik CH_3COOH çözeltisi
- ▶ p-nitrobenzenazorezorsinol (magnezon-1)
- ▶ 3 M NH_4Cl çözeltisi
- ▶ 1 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- ▶ 0,5 M Na_2HPO_4 çözelisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Sıcak su banyosu
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Kırmızı turnosol kâğıdı
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Baget
- ▶ Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi alınız. Bu çözeltiye 3 M HCl çözeltisinden birkaç damla ilave ediniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
4	Tüpe birkaç damla Na_2S çözeltisi ilave ediniz. Çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Tüpün içine bir parça kırmızı turnusol kâğıdı atıp NH_3 çözeltisi ile nötralleştiriniz.	☐
6	Nötralleştirdikten sonra birkaç damla daha NH_3 çözeltisi ilave edip çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Tüpe birkaç damla NH_4Cl çözeltisi ilave edip çökeleğin çözünmesini sağlayınız.	☐
8	Tüpe birkaç damla $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi ilave edip çökelme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Tüpe birkaç damla 0,5 M Na_2HPO_4 çözeltisi ilave ediniz. Çökelmenin tam olmasını sağlayınız. Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
10	Çökelek üzerine 10 damla su ekleyip derişik CH_3COOH çözeltisinden damla damla ekleyerek çözünmesini sağlayınız.	☐
11	Çözelti üzerine eşit hacimde 3 M NaOH ve magnezon-1 çözeltisinden 2 damla ilave ederek 5 dakika su banyosunda ısıtınız. Çökeleğin rengini gözlemleyiniz. Magnezon-1'in aşırı miktarda ilavesinden kaçınınız.	☐
12	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Üçüncü, dördüncü ve sekizinci işlem basamaklarında çökme olmamasının nedeni nedir? Açıklayınız.
2. Altıncı işlem basamağında nötr çözeltiye NH_3 çözeltisi ilave edilmesiyle meydana gelen çökme reaksiyonunu yazınız.
3. Yedinci işlem basamağında NH_4Cl çözeltisi ilavesi ile çökeleğin çözünmesi nasıl gerçekleşmektedir? Açıklayınız.

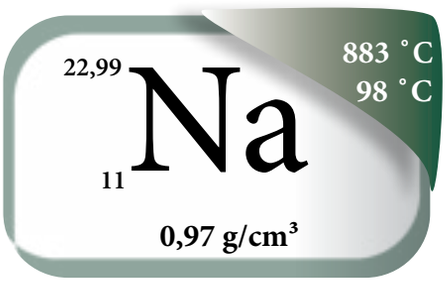
5.1.3. SODYUM KATYONU (Na^+)

Sodyum; parlak beyaz renkli, bıçakla kesilebilecek kadar yumuşak bir alkali metaldir. Periyodik tablonun IA grubunda (1. grup) yer alır. Çok aktif bir metal olduğu için hava oksijeni ile kolaylıkla yükseltgenir (Görsel 5.9). Bu nedenle petrol eteri veya gaz yağı içinde muhafaza edilir. Su ile şiddetle reaksiyon vererek H_2 gazı çıkarır. Tepkime ekzotermik olduğu için çıkan H_2 gazı sıcaktır ve havadaki oksijen ile patlamaya sebep olabilir. Doğada kaya tuzu, Şili güherçilesi, silikatlar, soda külü, kriolit, zeolit gibi mineralleri vardır. Sodyum bileşiklerinin çok azı suda çözünmez. Sodyum tuzları aleve parlak sarı renk kazandırır.

Şekil 5.3'te sodyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Görsel 5.9: Sodyum metali



Şekil 5.3: Sodyum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ?

Sodyum insan vücudu için hayati önem taşıyan maddelerden biridir. Vücudun sıvı ve asit-baz dengelerini düzenler.

BİLGİ KUTUSU

Sodyum tuzları ve mineralleri birçok alanda karşımıza çıkmaktadır. En çok kullanılan sodyum bileşiği, sofra tuzu olarak bilinen NaCl' dür. Hastanelerde ve sağlık merkezlerinde kullanılan serumların içerisinde %0,9 oranında NaCl ve %99,1 oranında distile su bulunur. $NaHCO_3$ kabartma tozu, Na_2CO_3 çamaşır sodası, NaClO çamaşır suyu, NaOH lavabo açıcı olarak kullanılan sodyum bileşikleridir.

5.1.3.1. Sodyum Katyonunun Analitik Özellikleri

Na^+ katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Çinko Uranil Asetat

Na^+ iyonları içeren çözelti üzerine 2-3 damla çinko uranil asetat çözeltisi eklenirse sarı renkli bir çökelek oluşur.

$$Na^+(suda) + 3UO_2^{2+}(suda) + Zn^{2+}(suda) + 9CH_3COO^-(suda) + 9H_2O(s) \rightarrow NaZn(UO_2)_3(CH_3COO)_9.9H_2O(k)$$

Bu reaksiyonu Ba^{2+} iyonu dışındaki iyonlar bozmaz.

Alev Testi

Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin tel, Na^+ iyonları içeren çözeltiye batırılıp alevin yükseltgen bölgesine tutulursa alevin parlak sarı renkli olmasını sağlar (Görsel 5.10). Kobalt gözlüğü ile bu renk gözlenemez.



Görsel 5.10: Sodyumun alev testi

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
SODYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,5 M NaCl çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 1 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- Saf su
- 0,1 M Na_2S çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Bek alevi
- Kobalt gözlüğü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Spatül
- Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL NaCl çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltiye birkaç damla 3 M HCl çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Çözeltiye birkaç damla Na_2S çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
6	Çözeltiye birkaç damla NH_3 çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Çözeltiye birkaç damla $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
8	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar NaCl çözeltisi alınız. Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutunuz. Alevin aldığı rengi gözlemleyiniz. Aleve kobalt gözlüğü kullanarak bakınız. Renk görünüp görünmediğini kontrol ediniz.	☐
9	Bir santrifüj tüpüne 1 damla NaCl çözeltisi alınız. Yaklaşık 1 mL su ile seyreltiniz. Elde ettiğiniz çözeltiye alev testi yapınız. Alev rengini kontrol ediniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Dördüncü, beşinci ve yedinci işlem basamaklarında çökme olmamasının nedenini açıklayınız.
2. Na^+ çözeltisine batırılan platin tel bek alevine tutulduğunda alev ne renk olur? Kobalt gözlüğünden bakarken alevde herhangi bir renk tespit edebildiniz mi? Açıklayınız.
3. Sekizinci ve dokuzuncu işlem basamaklarında görülen alev parlaklıklarını kıyaslayınız. Farkın nedenini yorumlayınız.

5.1.4. POTASYUM KATYONU (K^+)

Potasyum; gümüşümsü beyaz renkte, kırılgan bir metaldir. Periyodik cetvelin IA grubunda (1. grup) sodyumun hemen altında yer alır.

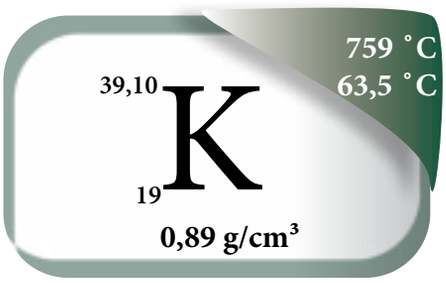
Sodyumdan daha hafif ve yumuşaktır. Sodyum gibi oldukça aktif bir metaldir ve hava oksijeni ile kolayca yükseltgenir. Su ile tepkime vererek H_2 gazı oluşturur. Bu nedenle petrol eteri veya gaz yağı içinde saklanır.

Bileşikleri genellikle suda çözünür. Aleve soluk viyole (eflatun) rengini verir. Doğada karnilit, silvit, langbeinit ve polihalit gibi mineralleri vardır (Görsel 5.11).



Görsel 5.11: Potasyum minerali

Şekil 5.4'te potasyum elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 5.4: Potasyum elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Potasyum, 1807 yılında Humphry Davy (Hamfiri Deyvi) tarafından elektroliz ile elde edilen ilk metaldir. Vücutta hayati fonksiyonlar için önemli bir rol oynayan potasyumun fazlası idrar yolu ile dışarı atılır. Potasyumun kandaki derişiminin fazla olması kalp kaslarına zarar vererek kalbin durmasına sebep olabilir. Potasyum miktarının fazlası uygun tedavi ve hemodiyaliz yöntemi ile azaltılabilir.

BİLGİ KUTUSU

Potasyum; sabun, deterjan, gübre, cam, patlayıcı madde, havai fişek üretimi gibi birçok farklı alanda yaygın olarak kullanılmaktadır.

5.1.4.1. Potasyum Katyonunun Analitik Özellikleri

K^+ katyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$Na_3[Co(NO_2)_6]$

K^+ iyonları içeren çözeltiye 0,5 M $Na_3[Co(NO_2)_6]$ çözeltisinden birkaç damla ilave edildiğinde sarı renkli $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ bileşiği çöker (Görsel 5.12).

$$[Co(NO_3)_6]^{3-}(suda) + Na^+(suda) + 2K^+(suda) \rightarrow K_2Na[Co(NO_2)_6](k)$$

Ortamda Ag^+ iyonlarının bulunması reaksiyon hassasiyetini artırır. Ag^+ iyonları varlığında $K_2Ag[Co(NO_2)_6]$ bileşiği çöker ve bu bileşiğin çözünürlüğü daha azdır.



Görsel 5.12: $K_2Na[Co(NO_2)_6]$ çökeleği

$H_2C_4H_4O_6$ (Tartarik asit)

K^+ iyonları içeren çözeltiye birkaç damla tartarik asit çözeltisi eklenirse beyaz renkli potasyum tartarat çöker.

$$2K^+(suda) + H_2C_4H_4O_6(suda) \rightarrow K_2C_4H_4O_6(k) + 2H^+(suda)$$

$HClO_4$

K^+ iyonları içeren çözeltiye birkaç damla $HClO_4$ (perklorat asidi) çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli $KClO_4$ çöker.

$$K^+(suda) + HClO_4(suda) \rightarrow KClO_4(k) + H^+(suda)$$

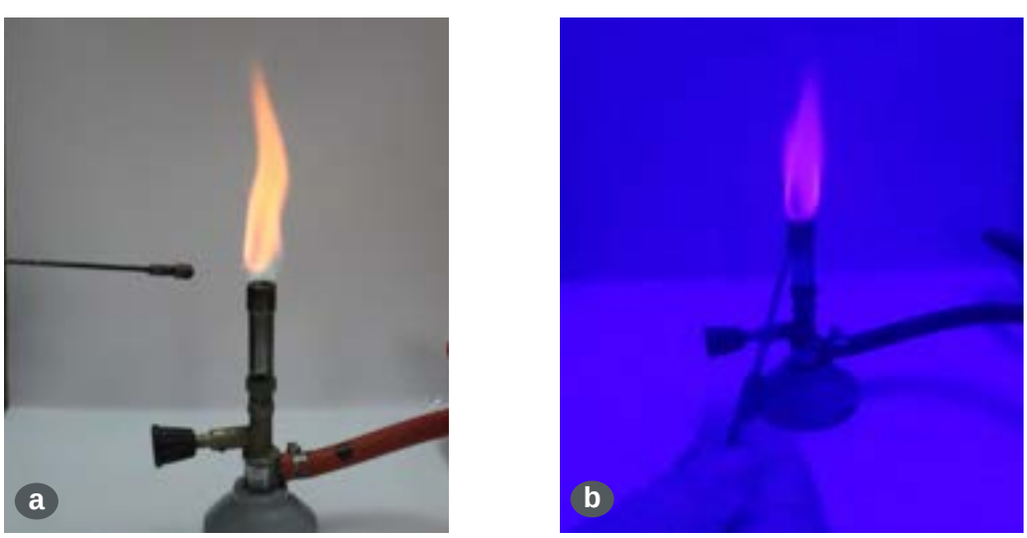
$H_2[PtCl_6]$

K^+ iyonları içeren çözeltiye $H_2[PtCl_6]$ (kloroplatinik asit) çözeltisi eklenirse sarı renkli $K_2[PtCl_6]$ bileşiği çöker.

$$2K^+(suda) + H_2[PtCl_6](suda) \rightarrow K_2[PtCl_6](k) + 2H^+(suda)$$

Alev Denemesi

Derişik HCl çözeltisi ile alevde temizlenmiş platin tel, K^+ iyonları içeren çözeltiye batırılıp alevin yükseltgen bölgesine tutulursa alevin soluk eflatun (viyole) renkte olmasını sağlar (Görsel 5.13.a.). Bu renk kobalt gözlüğü ile bakıldığı zaman belirgin biçimde görülür (Görsel 5.13.b.).



Görsel 5.13: a) Potasyumun alev renginin çıplak gözle görünümü
b) Potasyumun renginin kobalt gözlüğü ile görünümü

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
POTASYUM KATYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,5 M KCl çözeltisi
- 0,5 M NaCl çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- Derişik HCl çözeltisi
- 1 M $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi
- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Bek alevi
- Kobalt gözlüğü
- Damlalıklı şişe
- Platin tel

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

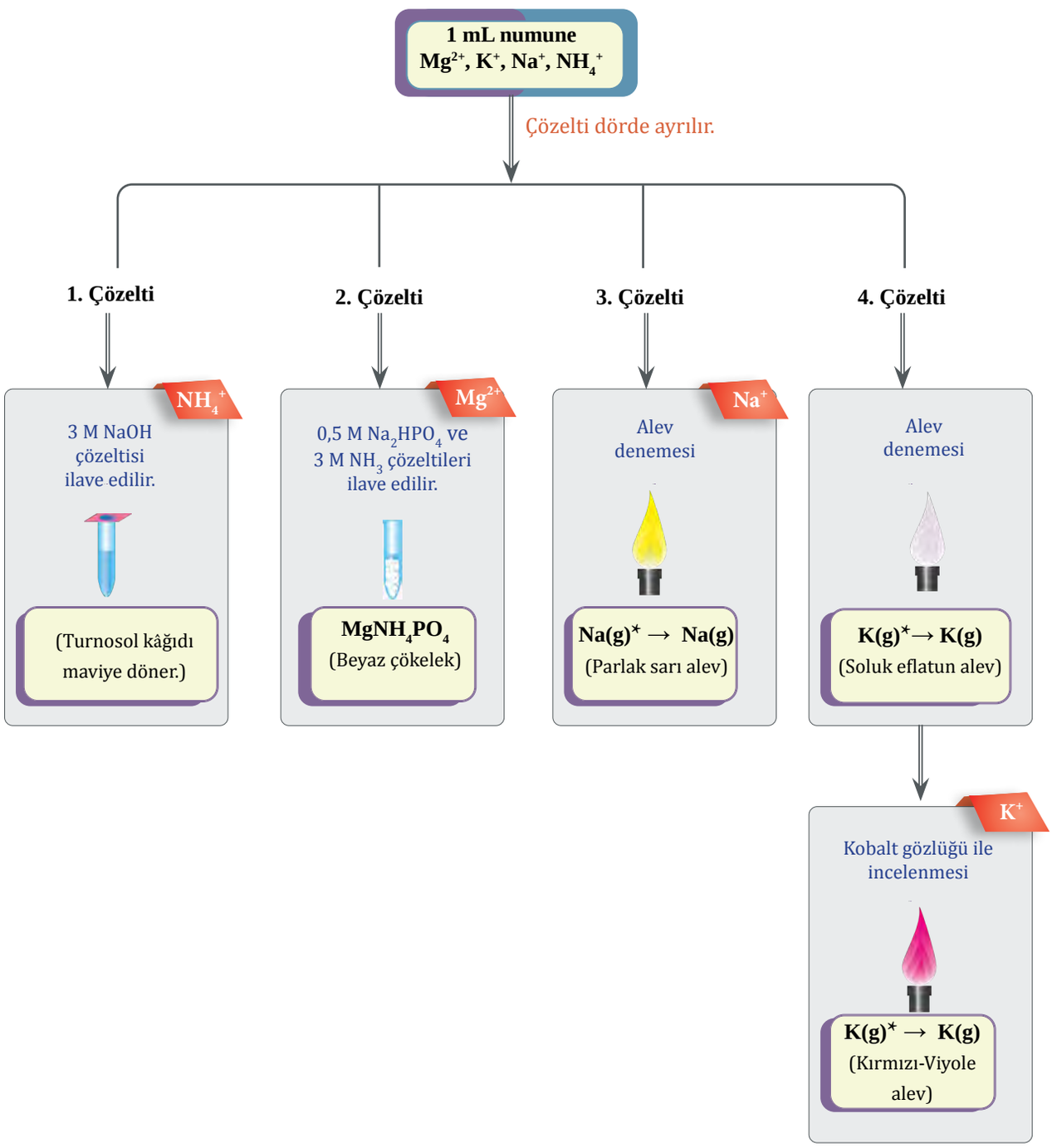
1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL KCl çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltiye birkaç damla 3 M HCl çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
5	Çözeltiye birkaç damla Na_2S çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
6	Çözeltiye birkaç damla NH_3 çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
7	Çözeltiye birkaç damla $(NH_4)_2CO_3$ çözeltisi damlatınız. Çökme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
8	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar KCl çözeltisi alınız. Derişik HCl çözeltisine batırılarak bek alevinde temizlenmiş platin teli çözeltiye batırınız. Teli alevin yükseltgen bölgesine tutarak alev testi yapınız. Alevin aldığı rengi gözlemleyiniz. Aleve kobalt gözlüğü ile bakarak alev rengini kontrol ediniz.	☐
9	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar KCl çözeltisi alınız. Üzerine 2 damla kadar NaCl çözeltisinden ekleyip alev testi yapınız. Gördüğünüz rengi 8. işlemdeki ile kıyaslayınız. Aleve kobalt gözlüğü ile bakınız. Gördüğünüz rengi 8. işlemdeki ile kıyaslayınız.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Dördüncü, beşinci ve yedinci işlemlerde çökme olmamasının nedenini açıklayınız.
2. Sekizinci işlem basamağında görülen alev ne renktir? Kobalt gözlüğü ile görülen alev rengi ile farkı var mıdır? Açıklayınız.
3. Dokuzuncu işlem basamağında ortama Na^+ iyonlarından çok az miktarda ilave ettiğinizde K^+ iyonlarının alev rengini çıplak gözle tespit edebildiniz mi? Kobalt gözlüğü kullanılması K^+ alev renginin tespit edilmesini nasıl sağlamaktadır? Açıklayınız.

5.2. V. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ

Bu grupta yer alan katyonların grup çöktürücüleri yoktur. Bu nedenle bir numunenin içindeki tüm gruplar çöktürüldükten sonra geriye kalan çözelti içinde bu katyonlar aranır. Ancak NH_4^+ katyonu, III. ve IV. grup katyonlarının çöktürülmesi sırasında ortama ilave edildiği için son çözeltinin içindeki varlığı kesindir. Bu sebeple bu iyon orijinal numune çözeltisinde aranmalıdır. Na^+ ve K^+ iyonları için alev testi yapılır. NH_3 lı ortamda Na_2HPO_4 veya $(NH_4)_2HPO_4$ ile çökelek oluşması Mg^{2+} iyonlarının varlığını anlamak için yeterlidir ancak çözeltide Mg^{2+} iyonları çok seyreltikse magnezon-1 çözeltisi ile test yapılarak magnezyumun varlığı anlaşılabilir. V. grup katyonlarının toplu analizi Şema 5.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 5.1: V. grup katyonlarının toplu analizi

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
V. GRUP KATYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M NH_4Cl çözeltisi
- 0,1 M $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M NaCl çözeltisi
- 0,1 M KCl çözeltisi
- 0,1 M $Hg_2(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,5 M Na_2HPO_4 çözeltisi
- p-nitrobenzenazorezorsinol (magnezon-1)
- Derişik HCl çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Platin tel
- Süzgeç kâğıdı
- Sıcak su banyosu
- Bek alevi
- Kobalt gözlüğü
- Kırmızı turnusol kâğıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Sadece V. grup katyonlarını içeren çözeltide analiz yaparken numune her katyonu ayrı ayrı aramak için 4 kısma bölünür (I-V katyon analizi yapılıyorsa NH_4^+ en başta arandığı için üçe bölmek yeterlidir.).	☐
4	Birinci kısımda NH_4^+ aranacaktır. Numunenin olduğu tüpe 3 M NaOH çözeltisinden 5-6 damla ilave edip sıcak su banyosunda 1 dakika ısıtınız. Sıcak çözeltiden gelen amonyak kokusu numunede NH_4^+ katyonunun varlığını gösterir. Tüpün ağzına ıslatılmış kırmızı turnusol kâğıdı yaklaştırıldığında mavi renk alması ya da tüpün ağzına gerilen süzgeç kâğıdında $Hg_2(NO_3)_2$ damlatılmış bölgenin siyahlaşması çözeltide NH_4^+ katyonunun varlığını kanıtlar. **!NaOH ilavesi ile NH_3 oluşumunun reaksiyon denklemini yazınız.** ..... **!Süzgeç kâğıdında $Hg_2(NO_3)_2$ damlatılmış bölgedeki siyahlaşmanın nedeni nedir?**	☐
5	İkinci kısımda Mg^{2+} iyonları aranacaktır. Çözeltiye 0,5 M Na_2HPO_4 çözeltisinden birkaç damla ekleyip ortamı 3 M NH_3 çözeltisi ile bazik hâle getiriniz. Oluşan beyaz çökelek Mg^{2+} iyonlarının varlığını kanıtlar. Mg^{2+} iyonları p-nitrobenzenazorezorsinol ile de aranabilir. Bunun için çözeltiye 2 damla 3 M NaOH çözeltisi ve 1-2 damla p-nitrobenzenazorezorsinol ekleyiniz. Karışımı su banyosunda 3 dakika ısıtınız. Oluşan mavi çökelek $Mg(OH)_2$ in boya maddesini adsorblamasından kaynaklanır. **!Mg^{2+} iyonlarının Na_2HPO_4 çözeltisi ile verdiği çökelek nedir? Reaksiyon denklemi ile gösteriniz.**	☐

6	Üçüncü kısımda Na^+ iyonları, alev denemesi ile aranacaktır. Platin teli derişik HCl çözeltisine batırıp bek alevine tutunuz. Alevde renk değişimi olmayıncaya kadar birkaç kez bu işlemi tekrarlayınız. İyice temizlenmiş platin teli numune çözeltisine daldırıp bek alevinin yükseltgen kısmına tutunuz. Alevin parlak sarı renkli olması Na^+ iyonlarının varlığını kanıtlar.	☐
7	Dördüncü kısımda K^+ iyonları alev denemesi ile aranacaktır. Platin teli derişik HCl çözeltisine batırıp bek alevine tutunuz. Alevde renk değişimi olmayıncaya kadar birkaç kez bu işlemi tekrarlayınız. İyice temizlenmiş platin teli numune çözeltisine daldırıp bek alevinin yükseltgen kısmına tutunuz. Alevin soluk eflatun renkli olması K^+ iyonlarının varlığını kanıtlar. Bu rengi net görebilmek için kobalt gözlüğü ile aleve bakınız. **!Na^+ iyonları alev renginden çıplak gözle tespit edilebilirken K^+ iyonları varlığını net görebilmek için neden kobalt gözlüğü ile bakmak gerekmektedir? Açıklayınız.**	☐
8	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Mg^{2+} iyonları nötral ortamda Na_2CO_3 çözeltisi ile çökelek oluşturmaktadır. Buna rağmen IV. grup katyonları arasında değil de V. grup katyonları arasına aranmasının sebebi nedir?

   .....

2. Na^+ ve K^+ katyonlarının bir arada bulunduğu çözeltide, bu iyonları ayrı ayrı tespit edebilmek için gerekli tüm reaktiflerin bulunduğu bir laboratuvarda çalışılıyorsa alev denemesinden başka hangi yöntemler kullanılabilir?

   .....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....
Sınıfı : .....
Numarası : .....

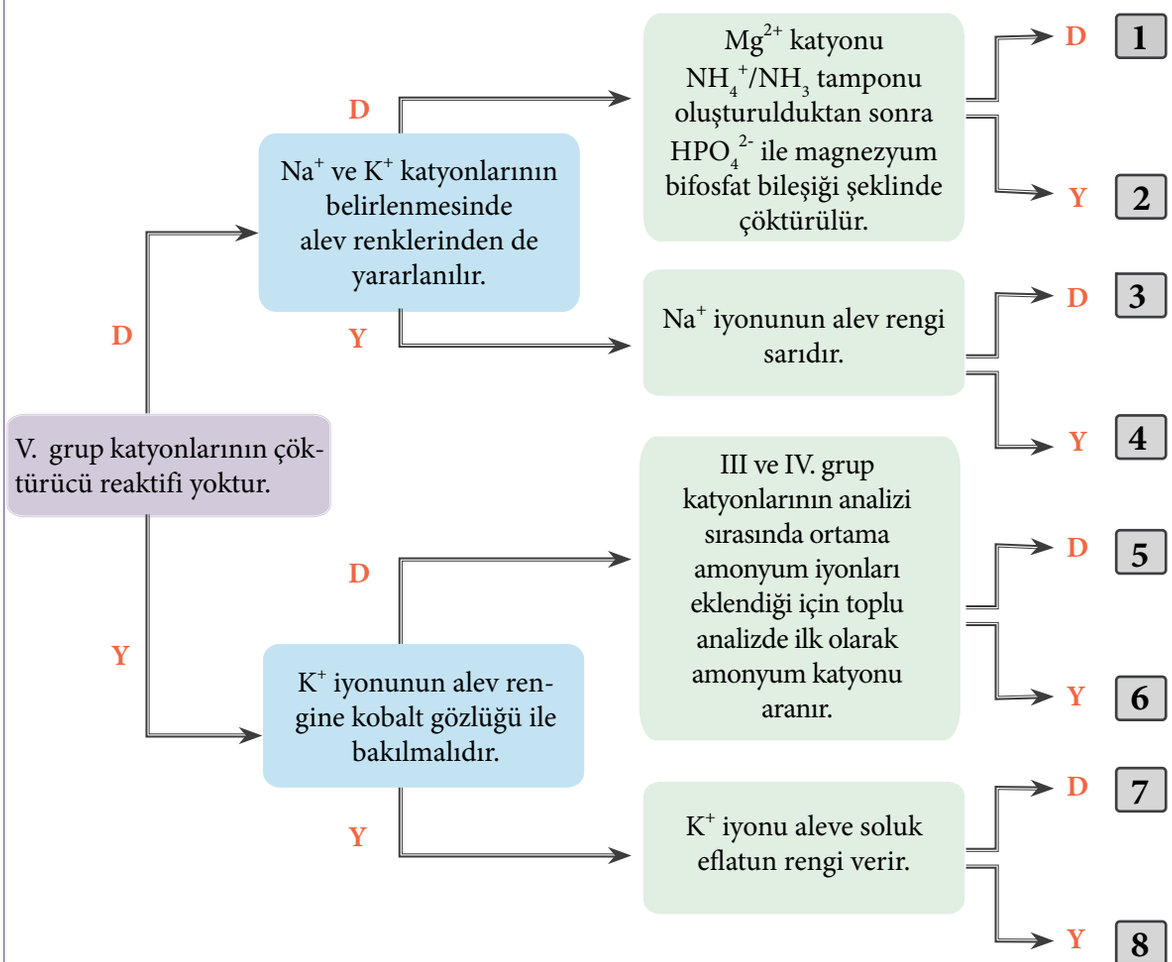
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **10 puan (10x2=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir katyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. V. grup katyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. V. grup katyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Beşinci grup katyonlarının çöktürücüsü, amonyum nitrattır.

.....

b. ( ) Beşinci grup katyonlarının bileşikleri genellikle suda çözünür.

.....

c. ( ) Mg^{2+} iyonunun varlığı, alev denemesi ile belirlenebilir.

.....

ç. ( ) Beşinci grup katyonları analiz edilirken NH_4^+/NH_3 tamponu oluşturulduktan sonra Na_2HPO_4 eklendiğinde sadece Mg^{2+} iyonu çöker.

.....

d. ( ) NH_4^+ iyonunun varlığı, numune üzerine derişik NaOH eklenip ısıtıldığında oluşan NH_3 gazının kırmızı turnusol kâğıdını mavi renge çevirmesinden anlaşılır.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

K^+	Cd^{2+}	Fe^{3+}	As^{3+}
NH_4^+	Ba^{2+}	Mg^{2+}	Ag^+
Sr^{2+}	Na^+	Sb^{3+}	Ca^{2+}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri beşinci grup katyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Mg^{2+} + HPO_4^{2-} + NH_3 \rightarrow$ .....

b. $NH_4^+ + [Co(NO_2)_6]^{3-} \rightarrow$ .....

c. $K^+ + HClO_4 \rightarrow$ .....

3. V. grup katyonları arasında yer alan NH_4^+ un toplu katyon analizlerinde ilk aranacak katyon olmasının sebebi nedir? Açıklayınız.

4. Cihan, kaynatılmış içme suyuna Mg^{2+} analizi yapmak istiyor.

Mg^{2+} iyonunun tanınma reaksiyonu için Cihan'ın kullanması gereken en uygun reaktif hangisidir?

5. İrem, sofra tuzunu ateşe attığı zaman alevin bir süre parlak sarı renkte yandığını gözlemlemiştir.

Buna göre İrem, sofra tuzunun içinde hangi katyonun olduğunu söyleyebilir?

6. Bir kaynak suyuna V. grup katyonlarının analizini yapmak isteyen Deniz ilk olarak numuneyi 3 ayrı tüpe bölmüştür.

- **1.tüp** → Numuneye NaOH ekleyerek su banyosunda ısıtmıştır. Islatılmış kırmızı turnusol kâğıdını tüpün ağzına tuttuğunda renk değişimi gözlemlememiştir.
- **2.tüp** → Numuneye Na_2HPO_4 ve NH_3 eklediğinde beyaz çökelek oluştuğunu gözlemlemiştir.
- **3.tüp** → Platin teli sıvıya daldırıp aleve tuttuğunda parlak sarı bir renk oluştuğunu gözlemlemiştir. Aleve kobalt gözlüğü ile baktığında mor renk oluştuğunu farketmiştir.

Deniz'in analizini yaptığı kaynak suyunda V. grup katyonlarından hangileri mevcuttur?

7. Yoğunluğu 0,88 g/mL olan %34'lük NH_3 tan 3 M 250 mL NH_3 çözeltisi nasıl hazırlanır? (NH_3: 17 g/mol)

8. 0,5 M 500 mL $(NH_4)_2HPO_4$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $(NH_4)_2HPO_4$ tartılmalıdır? ($(NH_4)_2HPO_4$: 132 g/mol)

9. 0,1 M 100 mL $Mg(NO_3)_2$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $Mg(NO_3)_2.6H_2O$ tartılmalıdır? ($Mg(NO_3)_2$: 148 g/mol, H_2O: 18 g/mol)

10. 3 M 250 mL NaOH çözeltisi elde etmek için 12 M NaOH çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?

D. Aşağıda verilençoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Na^+ ve K^+ katyonlarının alev denemesi renkleri aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru olarak verilmiştir?**

	Na^+	K^+
A)	Yeşil	Mavi
B)	Parlak sarı	Eflatun
C)	Karmen kırmızı	Eflatun
D)	Sarı-yeşil	Kırmızı
E)	Karmen kırmızı	Sarı-yeşil

2. "Katyon analizlerinde ..... grup katyonlarının çöktürücü reaktifi yoktur."

Yukarıdaki cümlede boş bırakılan yere aşağıdakilerden hangisi gelmelidir?

A) V. B) IV.
C) III. D) II.
E) I.

3. Barış, elindeki çözeltiyi NaOH ile bazikleştirdikten sonra Nessler reaktifi eklediğinde turuncu renkli bir çökelek oluştuğunu görmüştür.

Buna göre çözeltide aşağıda verilen iyonlardan hangisi <u>kesinlikle</u> bulunmaktadır?

A) Ag^+ B) K^+
C) Na^+ D) Mg^{2+}
E) NH_4^+

4. **Na^+, K^+ ve Mg^{2+} iyonları ile ilgili**

I. V. grup katyonudur.
II. Karakteristik alev rengi vardır.
III. Renksiz anyonlarla beyaz çökelek oluşturur.

ifadelerinden hangileri ortaktır?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III
D) II ve III E) I, II ve III

5. **V. grup katyon analizleri ile ilgili aşağıdaki bilgilerden hangisi <u>yanlıştır?</u>**

A) Ortak bir çöktürücü reaktifleri yoktur.
B) NH_4^+ hariç ilk 4 gruptan ayrılan çözeltide aranır.
C) Tümü alev denemesi ile tespit edilir.
D) Mg^{2+} dışında bazlarla çökelek oluşturmaz.
E) Na^+ iyonları, K^+ iyonlarının alev rengini baskılar.

6. **$Na_3[Co(NO_2)_6]$ çözeltisi ile sarı renkli çökelek oluşturan bir numunede**

I. NH_4^+
II. Mg^{2+}
III. Na^+
IV. K^+

iyonlarından hangileri bulunabilir?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve IV
D) II ve IV E) II, III ve IV

6-ÖĞRENME BİRİMİ

I. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 6.1. I. GRUP ANYONLARI
- 6.2. I. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- I. grup anyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan I. grup anyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Ca^{2+} iyonunun oluşturduğu bileşiklerden bildiklerinizi yazınız. Bu bileşiklerden hangileri suda çözünmemektedir? Açıklayınız.
- Kemiklerin yapısında ve böbrek taşlarında bulunan iyonik bileşikler hangileridir? Araştırınız.

6.1. I. GRUP ANYONLARI

CO_3^{2-}, SO_3^{2-}, AsO_2^-, AsO_4^{3-}, PO_4^{3-}, $C_2O_4^{2-}$, F^-, BO_2^- ve $C_4H_4O_6^{2-}$ anyonları hafif bazik ortamda Ca^{2+} iyonu ile suda çözünmeyen bileşikler oluşturur. Bu anyonlar **I. grup anyonlar** olarak sınıflandırılır. Grup anyonlarını çöktürmek için kalsiyum nitrat $Ca(NO_3)_2$ veya kalsiyum asetat $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi kullanılır.

Çözeltide bulunan katyonlar ortamı asidik hâle getirebilir. Bu durumda bu anyonların bazıları hidrojenlenebilir. HCO_3^-, HSO_3^- gibi hidrojenlenmiş iyonlar suda iyi çözünen bileşikler oluşturur. Bu nedenle grup anyonları çözeltide olmasına rağmen tespit edilemeyebilir. Bunu önlemek için analizden önce çözeltiye birkaç damla baz çözeltisi ilave edilmelidir.

I. grup anyonları asetik asitteki çözünürlüklerine göre IA ve IB anyonları olarak sınıflandırılır. Kalsiyumlu bileşikleri asetik asitte çözünen CO_3^{2-}, SO_3^{2-}, AsO_2^-, AsO_4^{3-}, PO_4^{3-}, BO_2^-, $C_4H_4O_6^{2-}$ iyonları **IA grubu anyonları**; çözünmeyen $C_2O_4^{2-}$ ve F^- iyonları **IB grubu anyonları** olarak sınıflandırılır.

I. grup anyonlarının bulunduğu çözeltide Na^+, K^+ ve NH_4^+ iyonlarından başka katyonların bulunması analizde güçlüklere sebep olabilir. Bu nedenle çözeltide bu katyonlar dışındaki katyonların varlığından şüpheleniliyorsa karbonat iyonları tespit edildikten sonra Na_2CO_3 çözeltisinden fazla miktarda eklenmelidir. Karışım sıcak su banyosunda ısıtılarak bu katyonlar karbonatları ve hidroksitleri hâlinde çöktürülmeli ve santrifüjlenerek çözeltiden uzaklaştırılmalıdır. Bu işleme **soda ekstraktı** denilmektedir.

Bu gruptaki anyonlardan arsenit (AsO_2^-) ve arsenat (AsO_4^{3-}) ileri derecede toksik oldukları için bu iyonların analizi yapılmayacaktır.

Tablo 6.1: I. Grup Anyonlarının Kalsiyum Tuzlarının Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
$CaCO_3$	Beyaz	$6{,}9.10^{-5}$	$6{,}9.10^{-3}$
$CaSO_3$	Beyaz	$1{,}14.10^{-4}$	$1{,}368.10^{-2}$
$Ca_3(PO_4)_2$	Beyaz	$3{,}92.10^{-6}$	$1{,}216.10^{-3}$
CaC_2O_4	Beyaz	$4{,}80.10^{-5}$	$6{,}144.10^{-3}$
CaF_2	Beyaz	$2{,}14.10^{-4}$	$1{,}670.10^{-2}$
C	Beyaz	-	-
C	Beyaz	$5{,}32.10^{-5}$	$8{,}30.10^{-3}$

6.1.1. KARBONAT ANYONU (CO_3^{2-})

Karbonik asidin (H_2CO_3) anyonu olan karbonat iyonu zayıf bazik bir iyondur. Karbonat bileşikleri ısı ile kolayca CO_2 gazı oluşturacak şekilde parçalanır.



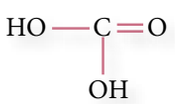
Görsel 6.1: Kalsit minerali

Karbonik asit saf kristal hâlde bulunmaz, CO_2 in suda çözünmesiyle oluşur.

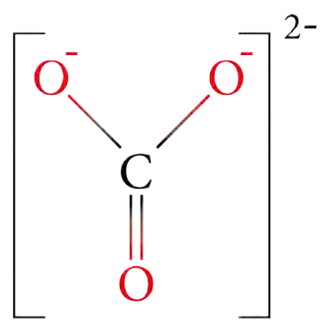
$$CO_2(g) + H_2O(s) \rightarrow H_2CO_3(suda)$$

Bu olay çözünme olarak ifade edilse de gerçekleşen olayın sadece fiziksel çözünme olmadığı görülmektedir.

Karbonik asidin yapı formülü



şeklindedir. Karbonat iyonu karbonik asidin yapısındaki -OH gruplarının birer H^+ kaybetmesiyle oluşur (Şekil 6.1).



Şekil 6.1: Karbonat anyonunun bağ yapısı

Karbonat iyonu bazik ortamda kararlıdır. Nötral ve hafif asidik ortamda bikarbonat (HCO_3^-) iyonuna dönüşür.

$$CO_3^{2-}(suda) + H_2O(s) \rightarrow HCO_3^-(suda) + OH^-(suda)$$

Düşük pH'larda ise CO_2 oluşturmak üzere parçalanır.

$$CO_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow H_2O(s) + CO_2(g)$$

Doğada kalsit (Görsel 6.1), dolomit, siderit gibi mineralleri şeklinde bulunur. Karbonat iyonunun $ZnCO_3$, $CaCO_3$, $BaCO_3$, $CaCO_3$, $FeCO_3$ gibi bileşikleri suda çözünmezken Na_2CO_3, K_2CO_3 ve $(NH_4)_2CO_3$ bileşikleri iyi çözünür.

BİLİYOR MUSUNUZ

Kullanıldığı cihazlarda ve kaplarda kireç tortusu oluşturan sulara **sert su** denir. Ca^{2+}, Mg^{2+} gibi katyonlar ile CO_3^{2-}, $C_2O_4^{2-}$ gibi anyonlar suda sertliğe sebep olur. Kaynatılarak giderilen sertliğe **geçici sertlik** denir. Geçici sertlik karbonat ve bikarbonat iyonlarından kaynaklanır. Su sertliği, içme sularının kimyasal özelliklerinden biri olduğu için sularda karbonat tayininin yapılması önemlidir.

BİLGİ KUTUSU

Karbonat iyonunun oluşturduğu Na_2CO_3 bileşiği, **çamaşır sodası** olarak bilinen doğal bir temizlik maddesidir. Diş macunlarında (köpük ajanı olarak), kek, kurabiye gibi atıştırmalıklarda, cam üretimi vb. alanlarda kullanılmaktadır. $CaCO_3$ ise **kalsit ya da kireç taşı** olarak bilinir. Doğada en fazla kayaçlarda ve deniz kabuklarında bulunan bu bileşikten cam, çimento ve kireç üretiminde faydalanılmaktadır.

6.1.1.1. Karbonat Anyonunun Analitik Özellikleri

CO_3^{2-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir. Denemelere başlanmadan önce çözeltiye 2-3 damla NaOH çözeltisi eklenerek ortam bazik hâle getirilmelidir.



Görsel 6.2: $CaCO_3$ çökeleği

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

CO_3^{2-} iyonları içeren çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $CaCO_3$ katısı çöker (Görsel 6.2). Bu çökelme tepkimelerinde NO_3^- ve CH_3COO^- iyonları seyirci iyonlardır.

$$\mathbf{Ca^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow CaCO_3(k)}$$

$CaCO_3$, asetik asit ilavesi ile CO_2 oluşturarak çözünür.

$$\mathbf{CaCO_3(k) + 2CH_3COOH(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + CO_2(g) + H_2O(s) + 2CH_3COO^-(suda)}$$



Görsel 6.3: $BaCO_3$ çökeleği

$BaCl_2$

CO_3^{2-} iyonları içeren çözeltiye $BaCl_2$ çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli baryum karbonat çökeleği oluşur (Görsel 6.3).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + CO_3^{2-}(suda) \rightarrow BaCO_3(k)}$$

Oluşan çökelek asitlerde çözünür. Sülfürik asitle baryum sülfat çökeleği oluşturur.

$$\mathbf{BaCO_3(k) + 2H^+(suda) \rightarrow Ba^{2+}(suda) + CO_2(g) + H_2O(s)}$$

$$\mathbf{BaCO_3(k) + H_2SO_4(suda) \rightarrow BaSO_4(k) + CO_2(g) + H_2O(s)}$$

Asitler

Karbonat iyonları içeren bir çözeltiye HCl, HBr, HNO_3, CH_3COOH gibi bir asit çözeltisi eklenirse CO_2 gazı açığa çıkar.

$$\mathbf{CO_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow CO_2(g) + H_2O(s)}$$

Bu reaksiyonda çıkan CO_2 gazı $Ba(OH)_2$ veya $Ca(OH)_2$ çözeltisinden geçirilirse yeniden karbonat oluşması ve bu karbonat bileşiklerinin çökmesi sonucu çözelti bulanıklaşır.

$$\mathbf{CO_2(g) + Ba(OH)_2(suda) \rightarrow BaCO_3(k) + H_2O(s)}$$

Bu test, çözeltide karbonat iyonunun varlığını tespit etmek için kullanılır. Ortamda sülfit (SO_3^{2-}) veya tiyosülfat ($S_2O_3^{2-}$) iyonları varsa karbonatın verdiği reaksiyonlara benzer tepkimeler vererek analizi bozar. Bunu önlemek için sülfit ve tiyosülfat iyonlarının sülfata (SO_4^{2-}) yükseltgenmesi gerekir. Yükseltgenme, işleme başlamadan önce ortama $KClO_3$, H_2O_2 gibi bir yükseltgenin ilave edilip çözeltinin ısıtılmasıyla gerçekleştirilir.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KARBONAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2CO_3 çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- Doymuş $Ba(OH)_2$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Mavi turnusol kâğıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir deney tüpüne 0,5 mL Na_2CO_3 çözeltisi alınız. Üzerine 3 M HCl çözeltisinden 10 damla kadar ekleyiniz. Gaz çıkışını gözlemleyiniz.	☐
4	Temiz bir bageti $Ba(OH)_2$ çözeltisine batırıp tüpün ağzına yaklaştırınız. Bagetin ucundaki $Ba(OH)_2$ damlasında meydana gelen bulanıklığa dikkat ediniz.	☐
5	Temiz bir deney tüpüne 0,5 mL Na_2CO_3 çözeltisi alınız. Üzerine 2 damla NaOH çözeltisi ekleyiniz	☐
6	Çözelti üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
7	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız, çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine damla damla CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Saf su ile ıslatılmış mavi turnusol kâğıdını tüpün ağzına yaklaştırınız. Renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Na_2CO_3 çözeltisine $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi eklenmesi ile meydana gelen çökelme tepkimesini yazınız.

2. Dördüncü işlem basamağında $Ba(OH)_2$ damlasında oluşan bulanıklığın nedenini açıklayınız.

3. Sekizinci işlem basamağında çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi eklenmesi ile çözünme nasıl gerçekleşmektedir? Açıklayınız.

6.1.2. SÜLFİT ANYONU (SO_3^{2-})

Sülfit iyonu, sülfüröz asidin (H_2SO_3) anyonudur. Sülfüröz asit, karbonik asit gibi saf hâlde elde edilemez, SO_2 gazının suda çözünmesi ile oluşur.

$$SO_2(g) + H_2O(s) \rightarrow H_2SO_3(suda)$$

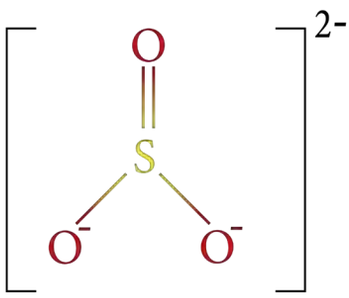
Sülfüroz asit de karbonik asit gibi iki değerli bir asit olduğu için iki farklı anyon oluşturur. Nötral ya da nötre yakın ortamlarda bisülfit (HSO_3^-) iyonu, yüksek pH'lı ortamlarda sülfit (SO_3^{2-}) iyonu oluşturur.

Sodyum sülfit (Görsel 6.4) gibi alkali metallerin ve amonyumun sülfit tuzları suda diğer sülfit tuzlarından daha iyi çözünür. Bisülfit tuzları ise genellikle suda iyi çözünür.

Şekil 6.2'de sülfit anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Görsel 6.4: Sodyum sülfit (Na_2SO_3)



Şekil 6.2: Sülfit anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ ?

Gıdaların lezzetini ve rengini korumak, mikroorganizmaların faaliyetlerini azaltmak, bakteri oluşumunu engellemek, pH'ı dengelemek ve raf ömrünü uzatmak için gıda koruyucusu olarak sülfit ve bisülfitler kullanılır. Avrupa Birliği tarafından belirlenen gıda katkı maddesi kodları "E kodu" olarak bilinir. Koruyucular E200-E299 arasında yer almaktadır. Sülfitler, E220 ve E228 aralığında bulunur.

6.1.2.1. Sülfit Anyonunun Analitik Özellikleri

SO_3^{2-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir. Denemelere başlanmadan önce çözeltiye 2-3 damla NaOH çözeltisi eklenerek ortam **bazik hâle getirilmelidir.**



Görsel 6.5: $CaSO_3$ çökeleği

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

SO_3^{2-} iyonları içeren çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $CaSO_3$ bileşiği çöker (Görsel 6.5). Oluşan çökelek asitlerde çözünür.

$$Ca^{2+}(suda) + SO_3^{2-}(suda) \rightarrow CaSO_3(k)$$



Görsel 6.6: $BaSO_3$ çökeleği

$BaCl_2$

SO_3^{2-} iyonları içeren çözeltiye $BaCl_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $BaSO_3$ çöker (Görsel 6.6). Asidik ortamda ise SO_3^{2-}, HSO_3^- iyonuna dönüşeceği için çökme olmaz.

$$Ba^{2+}(suda) + SO_3^{2-}(suda) \rightarrow BaSO_3(k)$$

Asitler

Karbonat iyonu gibi sülfit iyonu da asitlerle parçalanır. Reaksiyon sonucunda SO_2 gazı açığa çıkar.

$$SO_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow H_2O(s) + SO_2(g)$$

Tüpün ağzına asitli $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ile ıslatılmış bir süzgeç kâğıdı tutulursa SO_2 gazı $Cr_2O_7^{2-}$ anyonunu Cr^{3+} iyonuna indirger ve süzgeç kâğıdında yeşil renk oluşturur (Görsel 6.7).

$$3SO_2(g) + Cr_2O_7^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow 3SO_4^{2-}(suda) + 2Cr^{3+}(suda) + H_2O(s)$$

Tüpün ağzına nişastalı KIO_3 çözeltisi ile ıslatılmış süzgeç kâğıdı tutulursa IO_3^-, I_2 a indirgenir. I_2 nişasta ile adsorbisyon kompleksi oluşturarak mavi renk alır.

$$5SO_2(g) + 2IO_3^-(suda) + 4H_2O(s) \rightarrow 5SO_4^{2-}(suda) + I_2(suda) + 8H^+(suda)$$



Görsel 6.7: SO_2 nin $Cr_2O_7^{2-}$ ile tepkimesi



Görsel 6.8: SO_3^{2-} ile $Cr_2O_7^{2-}$ tepkimesi

Yükseltgenler

SO_3^{2-} iyonu yükseltgenlerle tepkimeye girerek sülfat (SO_4^{2-}) iyonu oluşturur. Tepkimede I_2, IO_3^-, ClO_3^-, MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, H_2O_2 gibi yükseltgenler kullanılabilir. Aşağıda denklemi verilen reaksiyonlar renk değişimi ile gözlenebilir (Görsel 6.8).

$$SO_3^{2-}(suda) + I_2(suda) + H_2O(s) \rightarrow SO_4^{2-}(suda) + 2I^-(suda) + 2H^+(suda)$$
kahverengi — renksiz

$$5SO_3^{2-}(suda) + 2MnO_4^-(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 5SO_4^{2-}(suda) + 2Mn^{2+}(suda) + 3H_2O(s)$$
mor — renksiz

$$3SO_3^{2-}(suda) + Cr_2O_7^{2-}(suda) + 8H^+(suda) \rightarrow 3SO_4^{2-}(suda) + 2Cr^{3+}(suda) + 4H_2O(s)$$
turuncu — yeşil

S^{2-}

Sülfit iyonu, sülfür ile indirgenerek sarı renkli elementel kükürt oluşturur (Görsel 6.9).

$$SO_3^{2-}(suda) + 2S^{2-}(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 3S(k) + 3H_2O(s)$$



Görsel 6.9: Kükürtlü su

Nitrozo prussiyat ($[Fe(CN)_5NO]^{2-}$)

Birkaç damla doymuş çinko sülfat çözeltisi üzerine 2 damla %1'lik sodyum nitrozo prussiyat eklendikten sonra oluşan karışıma SO_3^{2-} iyonları içeren çözeltiden 1 damla eklenirse koyu kırmızı renk oluşur (Görsel 6.10). Bu kırmızı rengi oluşturan maddenin yapısı bilinmemektedir.



Görsel 6.10: SO_3^{2-} ile nitrozo prussiyat tepkimesi

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
SÜLFİT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2SO_3 çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Sodyumnitrozoprussiyat çözeltisi
- Doymuş $ZnSO_4$ çözeltisi
- 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisi
- 0,1 M $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi
- Nişasta
- Katı I_2
- Katı KIO_3

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Süzgeç kâğıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir deney tüpüne 0,5 mL Na_2SO_3 çözeltisi alınız. Üzerine 3 M HCl çözeltisinden 10 damla kadar ekleyiniz. Gaz çıkışını gözlemleyiniz.	☐
4	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2SO_3 çözeltisi alınız. 2 damla NaOH çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
6	Karışımı santrifüjleyip çözelti ile çökeleği ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine birkaç damla saf su ekleyip süspansiyon hâline getiriniz. Elde ettiğiniz süspansiyonu iki ayrı tüpe bölünüz.	☐
8	Birinci tüpe derişik H_2SO_4 çözeltisi ekleyip tüpün ağzına $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ile ıslatılmış süzgeç kâğıdı yerleştiriniz. Kâğıtta meydana gelen renk değişimini kontrol ediniz.	☐
9	İkinci tüpe derişik H_2SO_4 çözeltisi ekleyip tüpün ağzına nişastalı KIO_3 çözeltisi ile ıslatılmış süzgeç kâğıdı yerleştiriniz. Kâğıtta meydana gelen renk değişimini kontrol ediniz.	☐
10	3 ayrı deney tüpünün herbirine 0,5 mL Na_2SO_3 çözeltisi alınız.	☐
11	Birinci tüpe spatülün ucuyla I_2 katısı, ikinci tüpe birkaç damla H_2SO_4 ve birkaç damla $KMnO_4$ çözeltisi, üçüncü tüpe birkaç damla H_2SO_4 ve birkaç damla $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ekleyip her birindeki renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
12	Bir deney tüpüne 2 damla doymuş çinko sülfat çözeltisi ve 2 damla sodyum nitrozoprussiyat çözeltisi ekleyip üzerine 1 damla kadar Na_2SO_3 çözeltisi damlatınız. Oluşan rengi gözlemleyiniz.	☐
13	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Na_2SO_3 çözeltisinin $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesinin denklemini yazınız.
2. $CaSO_3$ çökeleği üzerine H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile açığa çıkan gazın adı nedir? Bu reaksiyonlarda tüpün ağzına gerilen süzgeç kâğıtlarında meydana gelen renk değişiminin sebebi nedir? Açıklayınız.
3. On birinci işlem basamağında tüplerde meydana gelen renk değişimlerinin sebebini açıklayınız.
4. Bir analizde SO_3^{2-} iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

6.1.3. FOSFAT ANYONU (PO_4^{3-})

Fosfat iyonu orto fosforik asidin (H_3PO_4) anyonudur. Orto fosforik aside sadece "fosforik asit" de denilmektedir. Fosforik asit, zayıf bir asit olduğu için bir fosfat tuzu suda çözündüğü zaman

$$\mathbf{PO_4^{3-}(suda) + H_2O(s) \rightleftarrows HPO_4^{2-}(suda) + OH^-(suda)}$$

$$\mathbf{HPO_4^{2-}(suda) + H_2O(s) \rightleftarrows H_2PO_4^-(suda) + OH^-(suda)}$$

$$\mathbf{H_2PO_4^-(suda) + H_2O(s) \rightleftarrows H_3PO_4(suda) + OH^-(suda)}$$

dengeleri kurulur. Tepkimelerden görüldüğü gibi bu iyonlar bazik iyonlardır. Bu tepkimelerde oluşan iyonlardan PO_4^{3-} iyonuna **tersiyer fosfat** veya **fosfat**, HPO_4^{2-} iyonuna **sekonder fosfat** veya **bifosfat**, $H_2PO_4^-$ iyonuna ise **primer fosfat** denilmektedir. Doğada bu üç iyonun da bileşikleri bulunur. Nötr ortamda hazırlanan çözeltide fosfat iyonları çoğunlukla sekonder fosfat hâlindedir. Ortam kuvvetli bir bazla bazik yapılırsa tersiyer fosfat baskın hâle gelir.

İki fosforik asit molekülünün bir su kaybederek birleşmesiyle pirofosforik asit ($H_4P_2O_7$) oluşur. Benzer şekilde üçüncü, dördüncü fosforik asit molekülleri de bağlanarak zincir oluşturabilir.

$$\mathbf{2H_3PO_4(suda) \rightarrow H_4P_2O_7(suda) + H_2O(s)}$$

$$\mathbf{H_3PO_4(suda) + H_4P_2O_7(suda) \rightarrow H_5P_3O_{10}(suda) + H_2O(s)}$$

trifosforik asit

Primer fosfat tuzları, yüksek sıcaklıklara kadar ısıtıldığı zaman metafosfatlara dönüşür.

$$\mathbf{nNaH_2PO_4 \rightarrow (NaPO_3)n + nH_2O}$$

Metafosfatlar, polimer maddelerdir. Bir diğer ifadeyle çok sayıda aynı birimin birbirine bağlanması ile oluşan büyük yapılardır. Metafosfatlar, sulu ortamda kararsız oldukları için su eklenmesi ile tekrar primer fosfat tuzuna dönüşür.

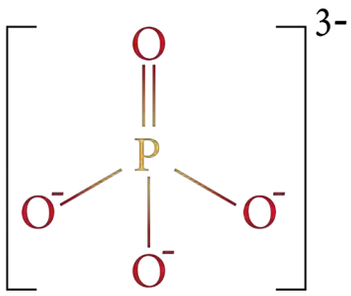
$$\mathbf{(NaPO_3)n + nH_2O \rightarrow nNaH_2PO_4}$$

Fosfat iyonu doğada autinit, torbernit (Görsel 6.11), vivianit mineralleri şeklinde bulunur. Na_3PO_4, NaH_2PO_4, Na_2HPO_4, K_3PO_4, KH_2PO_4, K_2HPO_4, $(NH_4)_3PO_4$, $Ca(H_2PO_4)_2$, $Ba(H_2PO_4)_2$, $Sr(H_2PO_4)_2$ gibi bileşikleri suda çözünürken diğer metallerle oluşturduğu bileşikleri çözünmez. Suda çözünmeyen fosfat bileşikleri ise bazik karakterleri sebebiyle kuvvetli asidik ortamda çözünür.



Görsel 6.11: Torbernit minerali

Şekil 6.3'te fosfat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 6.3: Fosfat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Fosfat iyonu, kemiklerin sertlik ve dayanıklılığını sağlar. Günlük beslenmelerinde yeterince fosfor alamayan kişilere diyet takviyesi olarak verilmektedir. Metabolizmada oluşan enerji, adenozin trifosfat (ATP) molekülleri hâlinde saklanır. Adenozin trifosfat molekülü, trifosforik asit zincirinin adenozine bağlanması ile oluşur. DNA ve RNA'yı oluşturan nükleotitlerde de yapıya bağlanmış bir fosforik asit bulunmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

$(NH_4)_2HPO_4$ bileşiği bitkilerin fosfor ihtiyacını karşılamak için gübre olarak kullanılmaktadır.

6.1.3.1. Fosfat Anyonunun Analitik Özellikleri

PO_4^{3-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir. Denemelerde 0,1 M Na_2HPO_4 çözeltisi kullanılabilir.



Görsel 6.12: $CaHPO_4$ çökeleği

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

HPO_4^{2-} iyonları bulunan çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli kalsiyum bifosfat çöker (Görsel 6.12).

$$Ca^{2+}(suda) + HPO_4^{2-}(suda) \rightarrow CaHPO_4(k)$$

Ca^{2+} iyonları eklenmeden önce ortama NaOH veya KOH çözeltisi eklenirse $Ca_3(PO_4)_2$ çöker.

$$3Ca^{2+}(suda) + 2HPO_4^{2-}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Ca_3(PO_4)_2(k) + 2H_2O(s)$$

Her iki çökelek de asit ilavesi ile çözünür.

$$CaHPO_4(k) + CH_3COOH(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + H_2PO_4^-(suda) + CH_3COO^-(suda)$$

$$Ca_3(PO_4)_2(k) + 4CH_3COOH\ (suda) \rightarrow 3Ca^{2+}(suda) + 2H_2PO_4^-(suda) + 4CH_3COO^-(suda)$$

$BaCl_2$

HPO_4^{2-} iyonları bulunan çözeltiye $BaCl_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $BaHPO_4$ çöker (Görsel 6.13).

$$Ba^{2+}(suda) + HPO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaHPO_4(k)$$

Bu tepkime kuvvetli bazik ortamda gerçekleştirilirse fosfat bileşiği oluşur.

$$3Ba^{2+}(suda) + 2HPO_4^{2-}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow Ba_3(PO_4)_2(k) + 2H_2O(s)$$

Oluşan çökelek asitlerde çözünür.

$$BaHPO_4(suda) + H^+(suda) \rightarrow Ba^{2+}(suda) + H_2PO_4^-(suda)$$

$$Ba_3(PO_4)_2(suda) + 4H^+(suda) \rightarrow 3Ba^{2+}(suda) + 2H_2PO_4^-(suda)$$



Görsel 6.13: $BaHPO_4$ çökeleği



Görsel 6.14: $(NH_4)_3PMo_{12}O_{40}.12H_2O$ çökeleği

$(NH_4)_2MoO_4$

HPO_4^{2-} iyonları içeren çözeltiye 2-3 damla derişik HNO_3 çözeltisi ve $(NH_4)_2MoO_4$ katısı eklenip su banyosunda ısıtılırsa sarı renkli amonyum fosfomolibdat çökeleği oluşur (Görsel 6.14).

$$3NH_4^+(suda) + HPO_4^{2-}(suda) + 12\ MoO_4^{2-}(suda) + 23H^+(suda) \rightarrow (NH_4)_3PMo_{12}O_{40}.12H_2O(k)$$

Oluşan çökelek baz ilavesiyle kolaylıkla çözünür. Sülfit ve tartarat iyonları bu reaksiyonu bozar.

Magnezya Karışımı

NH_3/NH_4^+ tampon çözeltisinde $MgCl_2$ çözülmesiyle hazırlanan karışıma **magnezya karışımı** adı verilir. HPO_4^{2-} iyonları bulunan çözeltiye magnezya karışımı ilave edilirse beyaz renkli $Mg(NH_4)PO_4$ kristalleri oluşur (Görsel 6.15).

$$HPO_4^{2-}(suda) + Mg^{2+}(suda) + NH_3(suda) \rightarrow Mg(NH_4)PO_4(k)$$



Görsel 6.15: $Mg(NH_4)PO_4$ çökeleği

$AgNO_3$

HPO_4^{2-} iyonları içeren çözeltiye $AgNO_3$ çözeltisi eklendiğinde sarı-kahverengi renkli Ag_3PO_4 çökeleği oluşur (Görsel 6.16).

$$3AgNO_3(suda) + 2HPO_4^{2-}(suda) \rightarrow Ag_3PO_4(k) + H_2PO_4^-(suda) + 3NO_3^-(suda)$$

Ag_3PO_4 çökeleği, HNO_3 ve NH_3 çözeltisinde çözünür.



Görsel 6.16: Ag_3PO_4 çökeleği

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
FOSFAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2HPO_4 çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik HNO_3 çözeltisi
- Katı $(NH_4)_2MoO_4$
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 4 M NH_4Cl çözeltisi
- Katı $MgCl_2$

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2HPO_4 çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
7	Çözeltiyi iki ayrı tüpe bölünüz.	☐
8	Birinci tüpe birkaç damla derişik HNO_3 çözeltisi ekleyiniz. Üzerine spatül ucuyla $(NH_4)_2MoO_4$ ekleyip sıcak su banyosunda ısıtınız. Çökelme reaksiyonunu gözlemleyiniz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz.	☐
9	İkinci tüp üzerine 5 damla NH_3, 5 damla NH_4Cl çözelti ekledikten sonra spatül ucuyla $MgCl_2$ ekleyip karıştırınız. Çökelme reaksiyonunu gözlemleyiniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Na_2HPO_4 ın $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.

2. Bir analizde PO_4^{3-} iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

6.1.4. OKSALAT ANYONU ($C_2O_4^{2-}$)

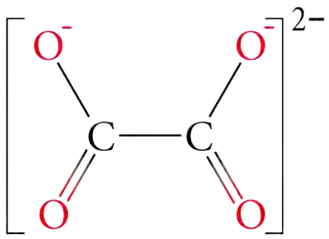
Oksalat iyonu iki değerli bir organik asit olan oksalik asidin ($H_2C_2O_4$) iyonudur. Oksalik asit suda iyi çözünen beyaz renkli bir katıdır. $H_2C_2O_4$ zayıf bir asit olduğu için oksalat iyonu bazik özellik gösterir.



Görsel 6.17: Böbrek taşı

$$C_2O_4^{2-}(suda) + H_2O(s) \rightarrow HC_2O_4^{-}(suda) + OH^{-}(suda)$$

Oksalat, canlı metabolizması açısından önemli bir iyondur. $Na_2C_2O_4$, $K_2C_2O_4$, MgC_2O_4, $Fe_2(C_2O_4)_3$ gibi bileşikleri suda çözünürken CaC_2O_4, BaC_2O_4, $Ag_2C_2O_4$ gibi bileşikleri çözünmez.



Şekil 6.4: Oksalat anyonunun bağ yapısı

Özellikle +3 yüklü metallerle kompleks oluşturur. Örneğin Fe^{3+} ile yeşil renkli $[Fe(C_2O_4)_3]^{3-}$ kompleksini meydana getirir.

Oksalat iyonları ile kalsiyum iyonları birleşerek CaC_2O_4 bileşiğini oluşturur. CaC_2O_4 böbrek taşını oluşturan bileşiklerden biridir (Görsel 6.17). Fazla susuz kalınması gibi sebeplerle Ca^{2+} ve $C_2O_4^{2-}$ derişiminin artması sonucu CaC_2O_4 kristalleri çökerek böbrekte taş oluşumuna neden olur.

Şekil 6.4'te oksalat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.

BİLGİ KUTUSU

Doğada oksalat; kuzukulağı, ıspanak, domates, buğday, çay, pazı, pancar, fındık, çilek, maydanoz gibi birçok bitkide bulunmaktadır.

6.1.4.1. Oksalat Anyonunun Analitik Özellikleri

$C_2O_4^{2-}$ anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

$C_2O_4^{2-}$ iyonları içeren çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli CaC_2O_4 bileşiği çöker (Görsel 6.18).

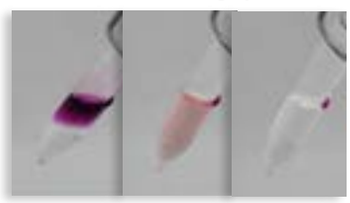


Görsel 6.18: CaC_2O_4 çökeleği

$$Ca^{2+}(suda) + C_2O_4^{2-}(suda) \rightarrow CaC_2O_4(k)$$

Bu çökelek, asetik asitte çözünmezken seyreltik kuvvetli asitlerde çözünür.

$$CaC_2O_4(k) + H^{+}(suda) \rightarrow Ca^{2+}(suda) + HC_2O_4^{-}(suda)$$



Görsel 6.19: $C_2O_4^{2-}$ ile MnO_4^{-} tepkimesi

$KMnO_4$

Oksalat iyonunda karbon +3 yükseltgenme basamağına sahiptir. İyi bir yükseltgen olan $KMnO_4$ bileşiği karbonu +4'e yükseltgeyerek oksalatı CO_2 bileşiğine dönüştürür. Bu sırada çözeltideki $KMnO_4$ tan kaynaklanan mor-pembe renk kaybolur (Görsel 6.19). Bu tepkime asidik ortamda gerçekleşir.

$$2MnO_4^{-}(suda) + 5C_2O_4^{2-}(suda) + 16H^{+}(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 10CO_2(g) + 8H_2O(s)$$

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
OKSALAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Na_2C_2O_4$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M CH_3COOH çözeltisi
- ▶ 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- ▶ 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Na_2C_2O_4$ çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Çökelek üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisinden 10 damla kadar ekleyerek çözünmesini sağlayınız. Üzerine 2-3 damla $KMnO_4$ çözeltisinden damlatınız. Karışımın rengindeki değişimi kontrol ediniz.	☐
9	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Na_2C_2O_4$ ın $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.

2. Bir analizde $C_2O_4^{2-}$ iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

6.1.5. FLORÜR ANYONU (F^-)

Florür iyonu hidroflorik asidin (HF) anyonudur. Hidroflorik asit 19,5 °C'de kaynayan zehirli ve camı aşındıran bir asittir.

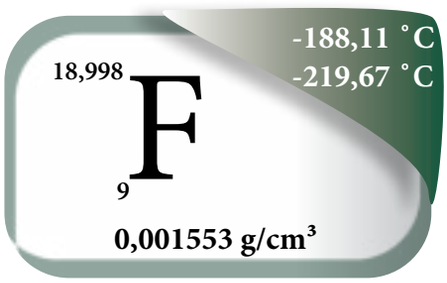
Hidroflorik asit, diğer halojen asitlerinden farklı olarak oldukça zayıf bir asittir. Bu nedenle florür iyonu bazik özellik gösterir. Bazik bir anyon olduğu için asidik ortamda kolayca HF molekülleri oluşturur ve ortama gaz hâlinde yayılır. HF zehirli bir gaz olduğu için florür anyonu ile yapılacak denemelerde dikkatli olunmalı, çeker ocakta çalışılmalı ve çıkan buhar solunmamalıdır.



Görsel 6.20: Fluorit minerali

Florür anyonu doğada fluorit mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 6.20).

NaF, KF, NiF_2, Hg_2F_2, HgF_2 ve AgF suda çözünen bileşikleridir. Bunun dışındaki bileşikleri suda çözünmez.



Şekil 6.5: Flor elementinin özellikleri

F^- anyonu renksiz bir iyondur. Renksiz katyonlar ile yaptığı bileşikler beyaz renktedir.

Florür anyonu oldukça kararlı kompleksler de oluşturabilmektedir. Örneğin Fe^{3+} iyonu ile oluşturduğu $[FeF_6]^{3-}$ çok kararlı bir komplekstir. III. grup katyon analizlerinde demir katyonunun analizi bozmaması için bu oluşumdan yararlanılır.

Şekil 6.5'te flor elementinin bazı özellikleri verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ?

Kemik ve dişlerin güçlü yapısının oluşmasını sağlayan florür iyonu insan vücudu için yaşamsal değeri olan yedi eser elementten biridir. 0-4 yaş aralığında uygun miktarda alınan florür diş sağlığı için önemlidir. Diş minesinin kristal yapısında meydana gelebilecek bozulmaları önler, dişlerin yeniden onarılmasını kolaylaştırır.

Florür alınımının yetersiz olduğu bölgelerde şehir şebeke suyuna florür iyonu eklenmektedir. Bunların yanı sıra deodorantlar ve teflonlarda da organik flor bileşikleri kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Florun yüksek miktarlarda alınımı sinir sistemi, böbrek, karaciğer gibi yumuşak dokularda ve kemiklerde birikerek zararlı etki gösterir.

BİLGİ KUTUSU

Havada, bitkilerde, toprakta, kayalarda, tatlı ve tuzlu sularda doğal olarak oluşan florun en önemli minerali fluorittir. Fluorit; Eski Yunanlılar, Romalılar, Çinliler, Kızıldereliler tarafından süs eşyası olarak kullanılmıştır.

6.1.5.1. Florür Anyonunun Analitik Özellikleri

F^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 6.21: CaF_2 çökeleği

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

F^- iyonları bulunan çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli CaF_2 bileşiği çöker (Görsel 6.21).

$$Ca^{2+}(suda) + 2F^-(suda) \rightarrow CaF_2(k)$$

Bu çökelek derişik H_2SO_4 çözeltisinde HF gazı oluşturarak çözünür ancak seyreltik asitlerde ve asetik asitte çözünmez.

$$CaF_2(k) + H_2SO_4(suda) \rightarrow CaSO_4(k) + 2HF(g)$$

Çıkan HF buharı cam ile etkileşirse camın aşındığı görülür. Bu olay camın yapısındaki SiO_2 in uçucu bir bileşik olan SiF_4 e dönüşmesi sonucunda gerçekleşir.

$$SiO_2(k) + 4HF(g) \rightarrow SiF_4(g) + 2H_2O(s)$$

Asitler

F^- iyonları içeren bir çözelti üzerine derişik kuvvetli asit ilave edilirse HF gazı oluşur. Bu reaksiyon çeker ocakta gerçekleştirilmelidir.

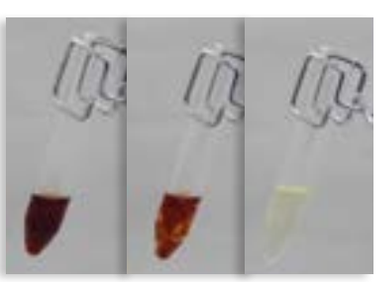
$$H^+(suda) + F^-(suda) \rightarrow HF(g)$$

$Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$

F^- iyonları içeren çözeltiye derişik $Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$ çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli BaF_2 bileşiği çöker.

$$Ba^{2+}(suda) + 2F^-(suda) \rightarrow BaF_2(k)$$

CaF_2 katısının çözünürlüğü 25 °C'de 0,004/100 g sudur. BaF_2 ün aynı sıcaklıktaki çözünürlüğü ise 0,121/100 g sudur. Yani BaF_2 katısı CaF_2 katısına göre suda yaklaşık 30 kat daha iyi çözünür. Bu nedenle F^- anyonunun analizi yapılırken çöktürücü olarak Ca^{2+} iyonlarının kullanılması analiz sonuçlarının doğruluğu açısından daha sağlıklıdır.



Görsel 6.22: Fe^{3+} ve SCN^- kompleklerinin F^- ile bozunması

$FeCl_3$

F^- iyonları içeren çözeltiye Fe^{3+} iyonları çözeltisi eklenip hafifçe ısıtılırsa $[FeF_6]^{3-}$ kompleksi oluşur.

$$Fe^{3+}(suda) + 6F^-(suda) \rightarrow [FeF_6]^{3-}(suda)$$

Bu kompleks çok kararlıdır. Demir(III) iyonları bu kompleks oluştuğu zaman serbest hâldeki reaksiyonlarını vermez. Örneğin demir(III) iyonları SCN^- ile koyu kırmızı kompleks oluşturur. Bu çözeltiye F^- çözeltisi eklenirse $[FeF_6]^{3-}$ oluşumundan dolayı koyu kırmızı renk kaybolur (Görsel 6.22).

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
FLORÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M NaF çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Parafin

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Cam parçası

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar NaF çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyerek çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
8	Bir cam parçasını, tüpün ağzına uyacak kadar bir kısmını temiz bırakarak parafinle kaplayınız.	☐
9	Çökeleğin üzerine birkaç damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ekleyip camın temiz yüzeyi tüpün ağzına gelecek şekilde kapatınız. Bu şekilde yarım saat kadar bekledikten sonra camın yüzeyinde aşınma olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. NaF'ün $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.

2. Bir analizde F^- iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

6.1.6. BORAT ANYONLARI (BO_2^-, BO_3^{3-}, $B_4O_7^{2-}$)

Bor elementi üç farklı asit oluşturur. Bunlar; metaborik asit (HBO_2), ortoborik asit (H_3BO_3) ve tetraborik asittir ($H_2B_4O_7$). Bu asitlerin tümü B_2O_3 bileşiğinin su ile tepkimesinden oluşur.

Doğada tinkel, kolemanit, üleksit (Görsel 6.23), probertit, pandermit, kernit gibi ticari değere sahip birçok minerali bulunmaktadır. Ortoborik asit çok zayıf bir asit olduğu için doğada ortoborat tuzu ile çok fazla karşılaşılmaz. Daha çok metaborat ve tetraborat tuzlarına rastlanır. Borat iyonları su ile tepkimeye girerek OH^- iyonu oluşturdukları için bazik karakterlidir.



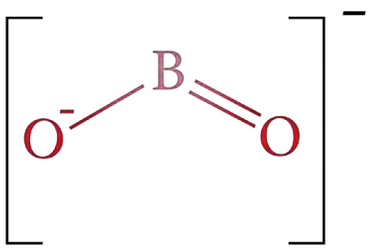
Görsel 6.23: Üleksit minerali

$$B_4O_7^{2-}(suda) + 3H_2O(s) \rightleftarrows 2H_3BO_3(k) + 2BO_2^-(suda)$$

$$BO_2^-(suda) + 2H_2O(s) \rightleftarrows H_3BO_3(k) + OH^-(suda)$$

Alkali metallerin boratları dışındaki borik asit tuzları suda çözünmez ancak bu bileşikler zayıf asitlerle çözünür.

Şekil 6.6'da metaborat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 6.6: Metaborat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ?

Bor elementinin mikrop öldürücü ve böcek uzaklaştırıcı özelliklerinden dolayı mumyalama işlemlerinde kullanıldığı bilinmektedir. Mısır'da bulunan mumyalarda bor elementine rastlanmıştır.

Çağın madeni olarak tanımlanan borun dünyadaki rezervinin yaklaşık yüzde 70'i Türkiye'de, bunun yüzde 70'i de Kütahya'da yer almaktadır. 2010 yılında Seyitömer Höyüğü'nde yapılan kazılarda bulunan altı insan iskeletinden ikisinin kafatasında, çürümeye uğramadan karbonlaşmış beyin kalıntıları keşfedilmiştir. Bu kalıntılarda beyin lopları, kıvrımları ve omurilik soğanı dahi görülmektedir. Dünyada bir ilk olan bu keşifte, beyinlerin kendi sıvılarında kaynayarak kömürleştiği ve günümüze kadar bor minerali tarafından korunarak geldiği düşünülmektedir.

BİLGİ KUTUSU

Borat; cam, seramik, temizlik maddesi, yangın söndürücü madde ve ilaç üretiminde yaygın olarak kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Laboratuvarda sıkça kullanılan cam malzemeler **pyrex** de denilen ısıya dayanıklı camlardan yapılmaktadır. Camın ısıya dayanıklı olmasını sağlamak için SiO_2 e boraks ($Na_2B_4O_7.10H_2O$) ve borik asit katılır. Bu yüzden ısıya dayanıklı camlar **borosilikat cam** olarak adlandırılır.

6.1.6.1. Borat Anyonunun Analitik Özellikleri

BO_2^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir. Denemelerde $B_4O_7^{2-}$ çözeltisi de kullanılabilir.

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

BO_2^- iyonları içeren çözeltiye $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $Ca(BO_2)_2$ bileşiği çöker (Görsel 6.24).

$$Ca^{2+}(suda) + 2BO_2^-(suda) \rightarrow Ca(BO_2)_2(k)$$

Bu çökelek, asetik asit ilavesi ile çözünür.



Görsel 6.24: $Ca(BO_2)_2$ çökeleği

Asitler

Borat anyonu içeren çözelti, porselen kapsüle alınıp kuruluğa kadar ısıtılır. Isıtılan çözelti üzerine derişik sülfürik asit eklenmesiyle iyonun ortoborik aside dönüşmesi sağlanır.

$$BO_2^-(suda) + H^+(suda) + H_2O(s) \rightarrow H_3BO_3(k)$$

H_3BO_3 katısı üzerine etil alkol (C_2H_5OH) ya da metil alkol (CH_3OH) eklenirse etil borat ya da metil borat oluşur.

!Metil alkol ve buharı, tehlikeli olduğu için tercih edilmemeli, etil alkol ile çalışılmalıdır.

$$H_3BO_3(k) + 3R\text{-}OH(s) \rightarrow R_3BO_3(s) + 3H_2O(s)$$

(R: CH_3- veya C_2H_5-)

Elde edilen karışım yakılırsa alevin yeşil renkli olduğu görülür (Görsel 6.25).



Görsel 6.25: R_3BO_3 bileşiğinin alev denemesi

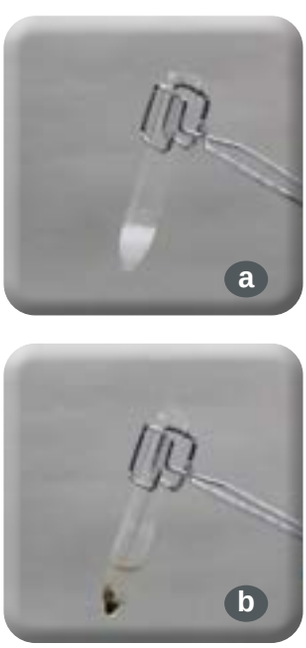
$AgNO_3$

Borat iyonları içeren çözeltiye 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave edilirse $AgBO_2$ katısı ve H_3BO_3 içeren çözelti oluşur (Görsel 6.26.a).

$$B_4O_7^{2-}(suda) + 2AgNO_3(suda) + 3H_2O(s) \rightarrow 2AgBO_2(k) + 2H_3BO_3(suda) + 2NO_3^-(suda)$$

Oluşan süspansiyon su banyosunda ısıtılırsa kahverengi Ag_2O çökeleği oluşur (Görsel 6.26.b).

$$2AgBO_2(k) + 3H_2O(s) \rightarrow Ag_2O(k) + 2H_3BO_3(suda)$$



Görsel 6.26: a) $AgBO_2$ çökeleği **b)** Ag_2O çökeleği

6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
BORAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Borat ($NaBO_2$ veya $Na_2B_4O_7$) çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Etil alkol

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Çakmak
- Bek alevi
- Porselen kapsül
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar borat çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
7	Çözeltiyi bir porselen kapsüle alıp bek alevinde kuruluğa kadar ısıtınız.	☐
8	Üzerine 4-5 damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ve 10 damla kadar etil alkol ilave ediniz.	☐
9	Alkolü çakmakla yakınız. Alevin rengine dikkat ediniz.	☐
10	Temiz bir kapsüle 10 damla kadar etil alkol koyup yakınız. Alev rengini borat iyonu içeren karışımın alev rengi ile kıyaslayınız.	☐
11	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Na_2B_4O_7$ nin $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.

2. Bir analizde BO_2^- iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

3. Borat örneği ile yapılan alev testinde alevin renginin etil alkolün alev renginden farklı olmasının sebebini açıklayınız.

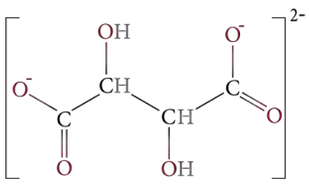
6.1.7. TARTARAT ANYONU ($C_4H_4O_6^{2-}$)

Tartarat iyonu, iki değerli bir organik asit olan tartarik asidin ($H_2C_4H_4O_6$) anyonudur. Tartarik asit, tüm organik asitler gibi zayıf bir asittir. Suda çok iyi çözünür. Birçok katyonla kararlı kompleksler oluşturur. Bu durum, katyonların analizini olumsuz etkiler. Bu nedenle doğal numunede analizi yapılırken tartarat iyonunun varlığı kontrol edilmeli, varlığı tespit edildiğinde ortamdan uzaklaştırılmalıdır.



Görsel 6.27: Potasyum tartarat minerali

Tartarat iyonunun kalsiyum, potasyum ve amonyum tuzları suda çok az çözünür. Potasyum tartarat, doğada yaygın olarak bulunan tartarat cevherlerinden biridir (Görsel 6.27).



Şekil 6.7: Tartarat anyonunun bağ yapısı

Şekil 6.7'de tartarat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.

6.1.7.1. Tartarat Anyonunun Analitik Özellikleri

$C_4H_4O_6^{2-}$ anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

BİLİYOR MUSUNUZ?

Tartarat anyonu, üzümde tartarik asit olarak bulunur. Üzümün cinsine ve yetişme şekline bağlı olarak toplam asitliğin %40-80'ini oluşturur.

$Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$

$C_4H_4O_6^{2-}$ iyonları içeren çözeltiye hafif bazik ortamda $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli $CaC_4H_4O_6$ bileşiği çöker (Görsel 6.28).

$$Ca^{2+}(suda) + C_4H_4O_6^{2-}(suda) \rightarrow CaC_4H_4O_6(k)$$

Tartaratın aşırı olması durumunda kompleks oluşacağı için çökme olmaz.

$$Ca^{2+}(suda) + 2C_4H_4O_6^{2-}(suda) \rightarrow [Ca(C_4H_4O_6)_2]^{2-}(suda)$$

$CaC_4H_4O_6$ çökeleği, asetik asit ilavesi ile çözünür.



Görsel 6.28: $CaC_4H_4O_6$ çökeleği

$Cu(NO_3)_2$

Tartarat iyonu içeren çözelti NaOH'li $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi ile karıştırılırsa koyu mavi renkli bir kompleks oluşturur. Bu karışıma **fehling çözeltisi** adı verilir (Görsel 6.29). Kompleks çok dayanıklı ve belirgin renkli olduğu için az miktardaki tartarat iyonunun varlığı bile anlaşılabilir.

$$Cu^{2+}(suda) + 2C_4H_4O_6^{2-}(suda) \rightarrow [Cu(C_4H_4O_6)_2]^{2-}(suda)$$



Görsel 6.29: $[Cu(C_4H_4O_6)_2]^{2-}$ (fehling) çözeltisi

Derişik H_2SO_4

Tartarik asit ve tartarat, 4 karbonlu şeker türevidir. Üzerine derişik H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi durumunda tartarattan su çekilirken ortamda şeker yanığına benzeyen bir koku oluşur. Oluşan buhar içinde H_2SO_4 de bulunduğu için zararlıdır, solunmaması gerekir.

7. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
TARTARAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Na_2C_4H_4O_6$ çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- 0,1 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Bek alevi
- Porselen kapsül
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $Na_2C_4H_4O_6$ çözeltisi alınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz.	☐
5	Karışımı santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz.	☐
7	Çözeltiyi ikiye bölünüz.	☐
8	Birinci kısmı bir santrifüj tüpüne alıp üzerine NaOH çözeltisi ilave ederek bazik hâle getiriniz.	☐
9	Üzerine $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz. Oluşan rengi gözlemleyiniz.	☐
10	İkinci kısmı bir porselen kapsüle alıp bek alevinde tamamen buharlaştırınız.	☐
11	Elde ettiğiniz kalıntı üzerine 3-4 damla derişik H_2SO_4 ilave ediniz. Siyahlaşma ile birlikte hafif yanık şeker kokusuna dikkat ediniz.	☐
12	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

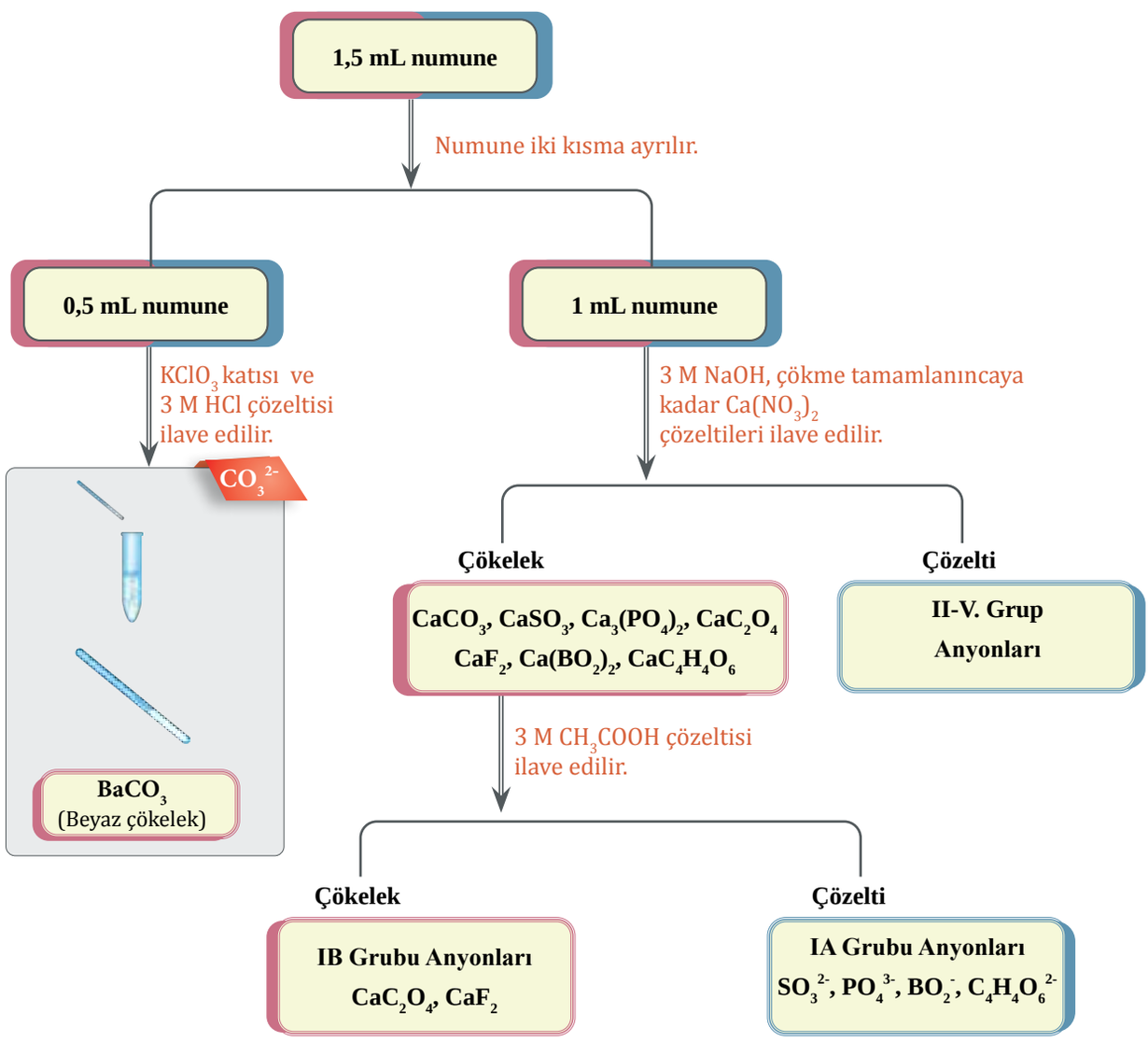
1. $Na_2C_4H_4O_6$ ın $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.

2. Bir analizde $C_4H_4O_6^{2-}$ iyonunun tanınması için hangi işlemler yapılır? Açıklayınız.

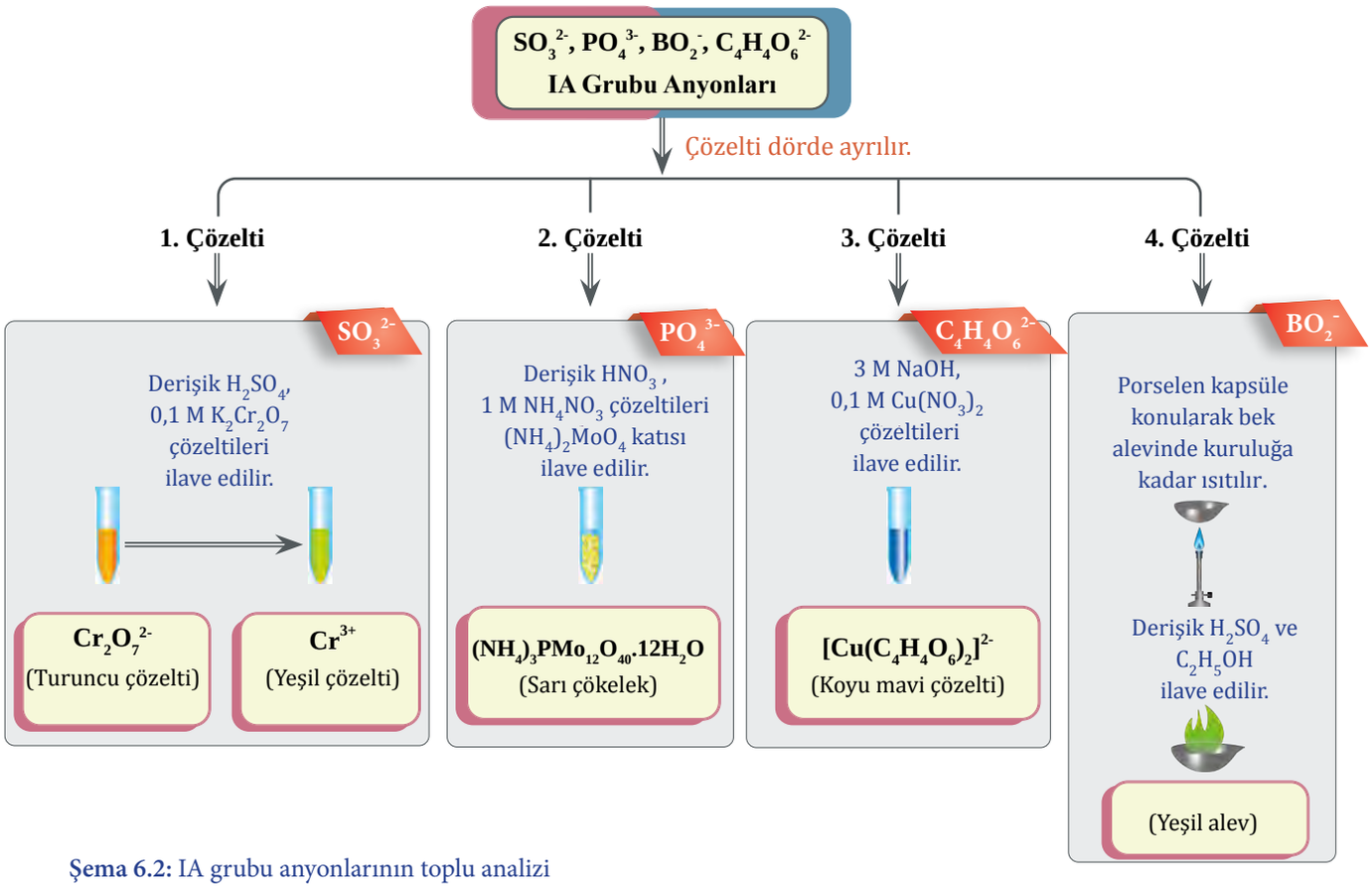
6.2. I. GRUP ANYONLARIN TOPLU ANALİZİ

Grup anyonları, Ca^{2+} ile çöktürüldükten sonra asetik asitte çözünenler (IA grubu) ve çözünmeyenler (IB grubu) olarak ayrılır. Ortamda Na^+, K^+ ve NH_4^+ dışında katyonlar varsa analize başlanmadan önce soda ekstraktı yapılmalıdır. Bu durumda çözeltiye bolca CO_3^{2-} iyonu ilave edileceği için önce ayrı bir örnekte CO_3^{2-} aranmalıdır. Soda ekstraktı yapılan örnekten Ca^{2+} ile anyonlar çöktürülüp analiz edilmelidir. Başka katyonların olmaması durumunda soda ekstraktı uygulanmasına gerek yoktur. Çözeltide karbonat aranırken ortama asit eklenip CO_2 gazı çıkışına bakılır. Eklenen asit ortamda SO_3^{2-} bulunması hâlinde onun da SO_2 gazı oluşturmasına sebep olur. SO_2 oluşumunu önlemek için karbonat aranacak çözeltiye asitle birlikte $KClO_3$ gibi bir yükseltgen ilave edilip sıcak su banyosunda ısıtılarak sülfit iyonları sülfata yükseltgenmelidir.

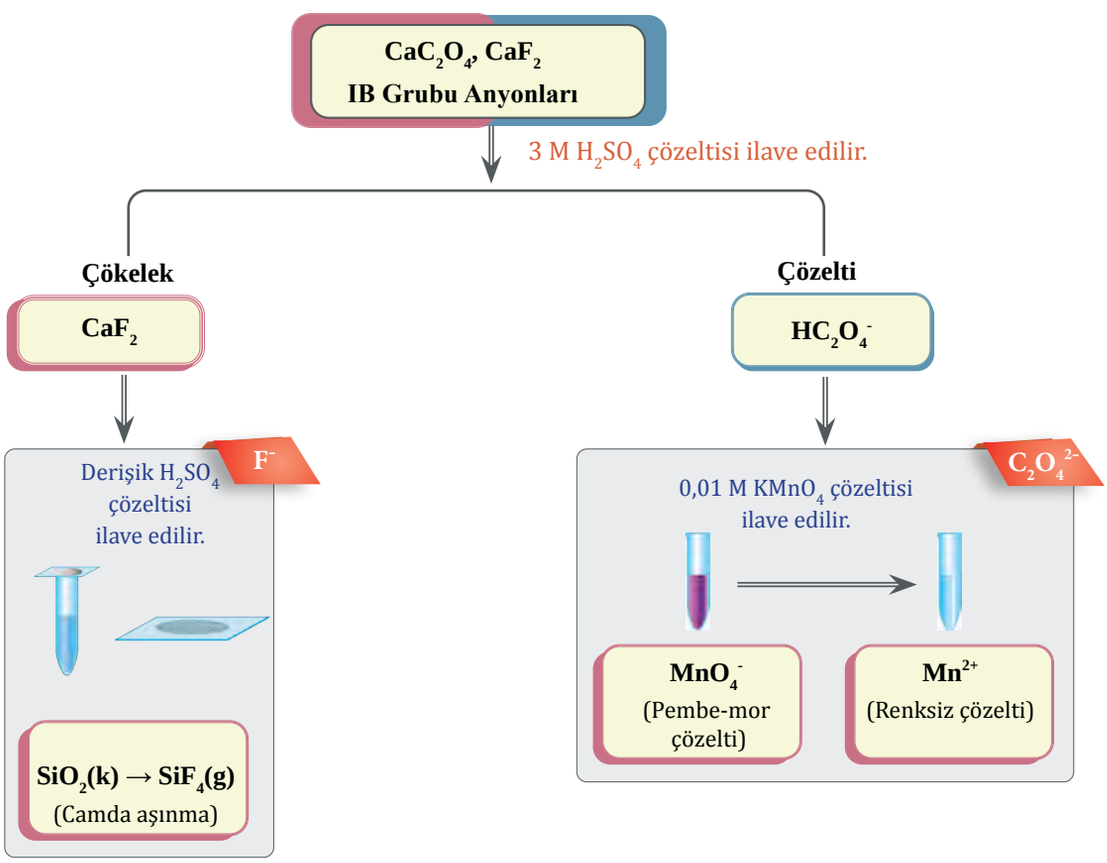
Grup anyonlarından bazıları nötr ve asidik ortamda hidrojenlenerek suda çözünür. Bunu engellemek için birkaç damla NaOH çözeltisi eklenerek ortam bazik hâle getirilmelidir. IV. grup katyonlarının toplu analizi Şema 6.1, Şema 6.2 ve Şema 6.3 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 6.1: I. grup anyonlarının toplu analizi



Şema 6.2: IA grubu anyonlarının toplu analizi



Şema 6.3: IB grubu anyonlarının toplu analizi

8. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
I. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2CO_3 çözeltisi
- 0,1 M Na_2SO_3 çözeltisi
- 0,1 M $Na_2C_2O_4$ çözeltisi
- 0,1 M $Na_2C_4H_4O_6$ çözeltisi
- 0,1 M $NaBO_2$ çözeltisi
- 0,1 M NaF çözeltisi
- 0,1 M Na_2HPO_4 çözeltisi
- 0,1 M $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Doygun $Ba(OH)_2$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 3 M NH_3 çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Katı $(NH_4)_2MoO_4$
- 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- 0,1 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,1 M $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi
- C_2H_5OH
- Parafin
- Saf su
- Katı $KClO_3$

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Damlalıklı şişe
- Pastör pipeti
- Baget
- Amyant tel
- Santrifüj cihazı
- Sıcak su banyosu
- Bek alevi
- Üç ayak
- Çakmak
- Spatül
- Cam parçası
- Porselen kapsül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir deney tüpüne 10 damla 3 M HCl çözeltisi, 10 damla saf su ve spatül ucuyla $KClO_3$ katısı ekleyiniz.	☐
4	Bu karışıma, örnek çözeltisinden 0,5 mL kadar ilave ediniz. Belirgin ve yavaş bir gaz çıkışı örnekte CO_3^{2-} varlığını gösterir. Doygun $Ba(OH)_2$ çözeltisine batırdığınız bir bageti deney tüpünün ağzına tutunuz. $Ba(OH)_2$ damlasında oluşan bulanıklık CO_3^{2-} varlığını kanıtlar. **! Örnek çözeltisinin HCl çözeltisi ile verdiği tepkimeyi yazınız. $Ba(OH)_2$ çözeltisindeki bulanıklık neden kaynaklanır? Açıklayınız.**	☐

5	Bir santrifüj tüpüne örnek çözeltisinden 1 mL kadar alınız. Üzerine 3-4 damla 3 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. Çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz. Karışımı santrifüjleyiniz. Kontrol denemesi yapıp çözelti ile çökeleği ayırınız. Çökelekte I. grup anyonlarının kalsiyum tuzları bulunmaktadır. Çözeltiyi dökünüz. **! I. grup anyonlarının Ca^{2+} ile verdiği çökelme tepkimelerini yazınız.**	☐
6	Çökeleği 7-8 damla saf su ile yıkayıp santrifüjleyiniz. Çökelek ile çözeltiyi ayırıp çözeltiyi dökünüz.	☐
7	Çökelek üzerine 1 mL kadar 3 M CH_3COOH çözeltisi ekleyip bagetle iyice karıştırınız. 2 dakika kadar sıcak su banyosunda ısıtınız. Gerekirse birkaç damla daha CH_3COOH çözeltisi ekleyip çökeleğin daha fazla çözünmediğinden emin olunuz. **! Asetik asit ilavesi ile çözünen ve çözünmeyen kalsiyum bileşikleri hangileridir? Yazınız.** **Çözünenler:**..... **Çözünmeyenler:**.....	☐
8	Karışımı santrifüjleyerek çözeltiyi ve çökeleği ayırınız. Çözeltide IA grubu anyonları, çökelekte IB grubu anyonları aranacaktır.	☐
9	IB grubunu içeren çökeleğin üzerine 3 M H_2SO_4 çözeltisinden 5-6 damla ilave edip bagetle iyice karıştırınız. Su banyosunda ısıttıktan sonra çözelti ve çökeleği santrifüjleyerek birbirinden ayırınız. İkisini de **saklayınız.**	☐
10	Çözeltide oksalat iyonları aranacaktır. Su banyosunda ısıttığınız çözelti üzerine 0,01 M $KMnO_4$ çözeltisinden 2-3 damla ekleyiniz. Pembe-mor rengin kaybolması $C_2O_4^{2-}$ iyonları varlığını gösterir. **! Oksalat iyonunun $KMnO_4$ ile verdiği reaksiyonun denklemini yazınız.**	☐
11	Çökelekte florür iyonları aranacaktır. Temiz bir cam parçasının üzerini tüpün ağzı sığacak kadar boşluk bırakarak parafin ile kaplayınız. Çökeleğin olduğu tüpe derişik H_2SO_4 çözeltisi ekleyip üzerini parafin kapladığınız camın temiz kısmı tüpün ağzına gelecek şekilde kapatınız. 1 saat kadar bekledikten sonra camın üzerindeki parafini temizleyiniz. Parafinsiz kısımdaki aşınma flor varlığını gösterir. **!Camın aşınması sırasında meydana gelen tepkimeleri yazınız.**	☐

12	IA grubu anyonlarını içeren çözeltide SO_3^{2-}, PO_4^{3-}, $C_4H_4O_6^{2-}$, BO_2^- iyonları aranacaktır. Çözeltiyi dörde ayırınız.	☐
13	Birinci kısımda sülfit iyonu aranacaktır. Çözeltiye 2-3 damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ve 5 damla $KMnO_4$ veya $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ekleyiniz. Çözeltide $KMnO_4$ eklenmesi ile mor rengin kaybolması ya da $K_2Cr_2O_7$ eklenmesi ile turuncu rengin yeşile dönmesi sülfit varlığını gösterir. **! Sülfit iyonunun yükseltgenlerle verdiği tepkimeleri yazınız.**	☐
14	İkinci kısımda fosfat iyonu aranacaktır. Çözeltiye 7-8 damla HNO_3 çözeltisi ekleyiniz. Üzerine spatül ucuyla $(NH_4)_2MoO_4$ katısı ekleyip su banyosunda ısıtınız. Sarı çökelek PO_4^{3-} varlığını gösterir. **! $(NH_4)_2MoO_4$ katısı ile meydana gelen çökelme reaksiyonunu yazınız.**	☐
15	Üçüncü kısımda tartarat iyonu aranacaktır. Çözeltiye 3 M NaOH çözeltisinden birkaç damla ekleyerek bazik hâle getiriniz. Üzerine 0,1 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Koyu mavi renk tartarat iyonu varlığını gösterir. **! Tartarat ile Cu^{2+} iyonlarının oluşturduğu kompleksleşme reaksiyonunu yazınız.**	☐
16	Dördüncü kısımda borat iyonu aranacaktır. Çözeltiyi bir porselen kapsüle alıp kuruluğa kadar bek alevinde ısıtınız. Üzerine 4-5 damla derişik H_2SO_4 ve 10 damla kadar etil alkol ilave ediniz. Etil alkolü yakınız. Alevin yeşil rengi BO_2^- iyonu varlığını gösterir. Toplu analizde çalışılan numunede borat iyonu derişimi az olacağı için yeşil renk kısa süreli ve zayıf görülecektir. Bu nedenle deneyi karanlık ortamda yapıp dikkatlice bakınız. **! Boratın H_2SO_4 ve etil alkol ile vereceği reaksiyonları yazınız.**	☐
17	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Üçüncü işlem basamağında karbonat aranacak çözeltiye neden $KClO_3$ eklenmektedir? Açıklayınız.

.....

2. Beşinci işlem basamağında örnek çözelti üzerine 3 M NaOH çözeltisi eklenmesinin sebebi nedir? Eklenmemesi durumunda ne gibi problemler yaşanır? Açıklayınız.

.....

3. Dokuzuncu işlem basamağında 3 M H_2SO_4 çözeltisi eklenmesi ile hangi madde tepkimeye girmektedir? Çözünme tepkimesini yazınız.

.....

4. On birinci işlem basamağında meydana gelen tepkimeyi düşünerek HF çözeltisinin hangi maddeden yapılmış kaplarda saklanamayacağını açıklayınız.

.....

5. On altıncı işlem basamağında alevin renginin yeşil olmasını IV ve V. grup katyonları ile yaptığınız alev denemelerini göz önüne alarak açıklayınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

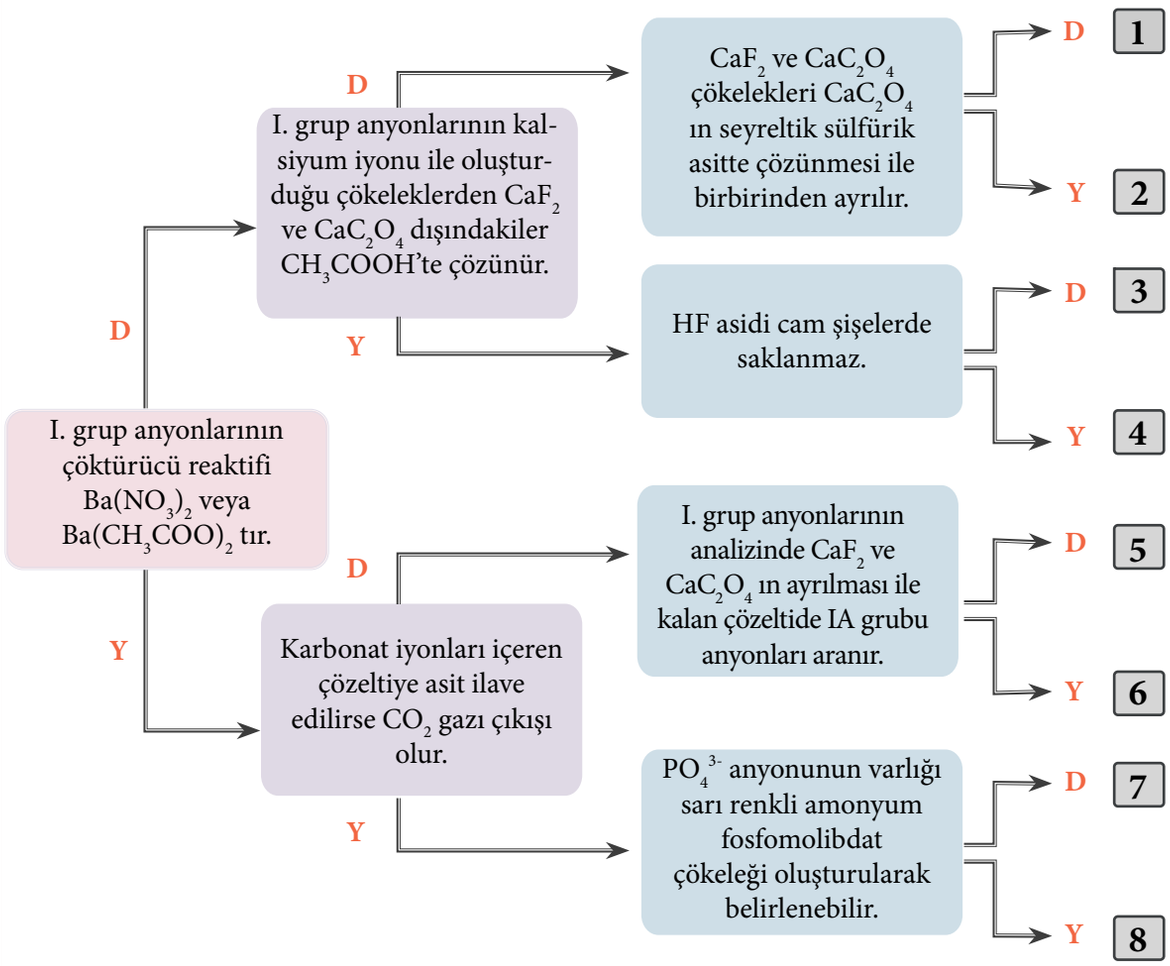
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **4 puan** (**4x5=20 puan**),
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir anyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. I. grup anyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. I. grup anyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Grup çöktürücüsü, zayıf bazik ortamda $(NH_4)_2C_2O_4$ tır.

.....

b. ( ) CaF_2 katısı, üzerine CH_3COOH çözeltisi eklenirse HF oluşturarak çözünür.

.....

c. ( ) CaF_2 seyreltik sülfürik asitte, CaC_2O_4 ise derişik sülfürik asitte çözünür.

.....

ç. ( ) Birinci grup anyonlarının kalsiyum iyonu ile oluşturdukları çökeleklerin her biri farklı renktedir.

.....

d. ( ) Tartarat anyonu Fehling çözeltisi oluşturmasıyla tanınır.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

F^-	$C_2O_4^{2-}$	$S_2O_3^{2-}$	$C_4H_4O_6^{2-}$
NO_3^-	SO_3^{2-}	Br^-	CO_3^{2-}
SO_4^{2-}	S^{2-}	BO_2^-	SCN^-
CrO_4^{2-}	PO_4^{3-}	CH_3COO^-	NO_2^-

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri birinci grup anyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow$ .....

b. $Ca^{2+} + PO_4^{3-} \rightarrow$ .....

c. $Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} \rightarrow$ .....

ç. $Ca^{2+} + BO_2^- \rightarrow$ .....

d. $Ca^{2+} + SO_3^{2-} \rightarrow$ .....

e. $Ca^{2+} + C_4H_4O_6^{2-} \rightarrow$ .....

f. $Ca^{2+} + F^- \rightarrow$ .....

3. I. grup anyonların analizi yapılırken ilk olarak karbonat anyonunun aranma sebebi nedir? Açıklayınız.

4. I. grup anyonların analizinde ortamda Na^+, K^+ ve NH_4^+ dışında katyonlar var ise analize başlanmadan önce soda ekstraktı yapılmalıdır.

Soda ekstratının yapılma sebebi nedir? Açıklayınız.

5. Nitel analiz dersinde kimya öğretmeni; Ayşe, Mehmet, Tamer, Yasemin ve Müge isimli öğrencilerden bir grup oluşturmuştur. Daha sonra bu gruptan, bir içme suyu numunesine I. grup anyonları analizi yapmalarını istemiştir.

Öğrenciler numuneden santrifüj tüpüne bir miktar alıp önce $KClO_3$ çözeltisi sonra 3 M HCl çözeltisi ilave etmişlerdir. Gaz çıkışı olan tüpün ağzına $Ba(OH)_2$ çözeltisine batırılmış bir baget yaklaştırdıklarında bagetteki çözeltinin bulanıklaştığını gözlemlemişlerdir.

Farklı bir santrifüj tüpüne bir miktar numune alıp üzerine 3-4 damla NaOH çözeltisi ve çökme tamamlanıncaya kadar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi eklemişler, oluşan beyaz çökeleği santrifüjleyip ayırmışlardır. Çökeleği CH_3COOH'te tamamen çözdükten sonra sırası ile HNO_3, $(NH_4)_2MoO_4$ çözeltilerini ekleyip su banyosunda ısıttıklarında sarı bir çökelek oluştuğunu görmüşlerdir. Her bir öğrenci analiz sonrası aşağıdaki sonuçlara ulaşmıştır.

Mehmet: Numunede SO_3^{2-} ve $C_2O_4^{2-}$ anyonları olduğunu söylemiştir.

Ayşe : Numunede CO_3^{2-} ve PO_4^{3-} anyonları olduğunu söylemiştir.

Yasemin: Numunede kesinlikle F^- ve $C_2O_4^{2-}$ bulunmadığını söylemiştir.

Tamer : Numunede PO_4^{3-} ve $C_4H_4O_6^{2-}$ anyonları olduğunu söylemiştir.

Müge : Numunede F^- bulunduğunu, BO_2^- bulunmadığını söylemiştir.

Buna göre öğrencilerden hangilerinin analiz ile ilgili ulaştıkları sonuç kesinlikle doğrudur?

6. **0,1 M 500 mL $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $Ca(NO_3)_2$ tartılmalıdır?**
($Ca(NO_3)_2$: 164 g/mol)

7. **Yoğunluğu 1,39 g/mL olan %65'lik HNO_3 ten 2 M 250 mL HNO_3 çözeltisi nasıl hazırlanır?**
(HNO_3 : 63 g/mol)

8. **2 M 500 mL H_2SO_4 çözeltisi elde etmek için 12 M H_2SO_4 çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?**

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. Sülfit iyonları içeren çözeltiye bazik ortamda bir miktar $Ca(NO_3)_2$ çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli çökelek oluşur.

Oluşan çökeleğin formülü aşağıdakilerden hangisidir?

A) $CaSO_4$ B) $CaSO_3$ C) CaS_2O_3

D) $Ca(HSO_3)_2$ E) $Ca(HSO_4)_2$

2. **Aşağıdaki anyonlardan hangisinin karakteristik tanınma özelliği yanlış verilmiştir?**

A) Borat anyonu, etil alkol ile oluşturduğu bileşiğinin yeşil alev renginden tanınır.

B) Fosfat anyonu, nitrik asitli ortamda amonyum molibdat ile oluşturduğu sarı renkli çökelekten tanınır.

C) Tartarat anyonu, sudkostikli ortamda bakır(II) hidroksit iyonu ile oluşturduğu mavi kompleksten tanınır.

D) Florür anyonu, derişik sülfürik asitli ortamda camı aşındırmasından tanınır.

E) Karbonat anyonu, oluşturulan kalsiyum karbonat çökeleğinin asetik asitte çözünmemesinden tanınır.

3. **HPO_4^{2-} anyonu içeren çözeltiye Ca^{2+} iyonları eklendiğinde sadece $Ca_3(PO_4)_2$ çökeleğinin oluşması için ortama aşağıda verilenlerden hangisi eklenmelidir?**

A) HCl B) HNO_3 C) H_2SO_4

D) KOH E) CH_3COOH

4. **I. grup anyonlarının tamamının Ca^{2+} tuzları için**

I. Beyaz renklidir.

II. Asetik asitte çözünür.

III. Suda çözünmez.

ifadelerinden hangileri ortaktır?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

7. ÖĞRENME BİRİMİ

II. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ

KONULAR

- 7.1. II. GRUP ANYONLARI
- 7.2. II. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- **II. grup anyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar**
- **Bir numunede bulunan II. grup anyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları**

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- **Sülfat anyonu endüstride nerelerde kullanılır? Araştırınız.**

7.1. II. GRUP ANYONLARI

Çöktürücü iyonu Ba^{2+} olan anyonlar **II. grup anyonlar** olarak adlandırılır. Sülfat (SO_4^{2-}) ve kromat (CrO_4^{2-}) anyonlarından oluşan grup anyonları hafif bazik ortamda çökelek oluşturur. Bu iyonları içeren çözeltiye $Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$ çözeltisi ilave edilirse grup anyonları baryum tuzları hâlinde çöker. Bu gruptaki anyonların kalsiyum tuzlarının çözünürlüğü az olmasına rağmen analiz edilmelerine yetecek kadar çökmez. Grup anyonlarının baryum tuzları ise suda neredeyse hiç çözünmez. Bu nedenle II. grup anyonlarının analizinde Ba^{2+} iyonu kullanılır.

Tablo 7.1: II. Grup Anyonlarının Baryum Tuzlarının Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
$BaSO_4$	Beyaz	$1{,}05.10^{-5}$	$2{,}45.10^{-3}$
$BaCrO_4$	Sarı	$1{,}45.10^{-5}$	$3{,}67.10^{-3}$

7.1.1. SÜLFAT ANYONU (SO_4^{2-})

Sülfat anyonu sülfürik asidin suda tamamen iyonlaşması ile oluşur.

$$H_2SO_4(suda) \rightarrow 2H^+(suda) + SO_4^{2-}(suda)$$

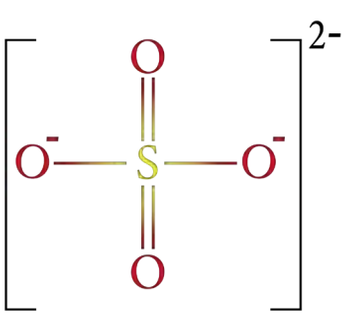
Sülfat tuzlarının çoğu suda çözünür. K_2SO_4, $NiSO_4$, Na_2SO_4, $CuSO_4$, $MgSO_4$ ve $FeSO_4$ gibi tuzlar suda çözünürken $BaSO_4$, $CaSO_4$, Hg_2SO_4, $PbSO_4$ vb. tuzların çözünürlüğü daha azdır. Sülfürik asidin bir H^+ kaybetmesiyle oluşan bisülfat (HSO_4^-) iyonu suda çözünen tuzlar oluşturur. Sülfat anyonu, $KAl(SO_4)_2.12H_2O$ (şap) ve $(NH_4)_2Fe(SO_4)_2.6H_2O$ (Mohr tuzu) gibi çift tuzları oluşturabilir.

Doğada mirabillit, tenardit, glaserit, globerit (Görsel 7.1) gibi ticari değeri olan mineralleri şeklinde bulunmaktadır. Sülfat anyonu; denizlerden, göllerden ve maden yataklarından elde edilmektedir.

Şekil 7.1'de sülfat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Görsel 7.1: Globerit minerali



Şekil 7.1: Sülfat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Sodyum lauril sülfat (SLS) ve sodyum lauret sülfat (SLES) bileşikleri yüzey aktif maddeler oldukları için sulu ortamda yağları çözer ve köpük oluşturur. Bu özelliklerinden dolayı deterjan ve şampuan, diş macunu, duş jeli vb. kişisel temizlik ürünlerinin içeriğinde kullanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Sülfat bileşikleri; gübre, tarım ilacı, cam üretimi, tekstil sanayi ve inşaat sektörü gibi çeşitli alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır.

7.1.1.1. Sülfat Anyonunun Analitik Özellikleri

SO_4^{2-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$ çözeltisi

Sülfat iyonu içeren çözeltiye birkaç damla Ba^{2+} iyonları içeren çözelti ilave edildiğinde beyaz renkli $BaSO_4$ katısı çöker (Görsel 7.2).

$$Ba^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaSO_4(k)$$

$BaSO_4$ sudaki çözünürlüğü en az olan bileşiklerden birisidir. 25 °C'de yaklaşık 410 L suda 1 g baryum sülfat çözünür. $BaSO_4$ seyreltik asitlerde çözünmez, derişik sülfürik asitte çözünür.



Görsel 7.2: $BaSO_4$ çökeleği

$Pb(NO_3)_2$

Sülfat iyonu içeren çözeltiye Pb^{2+} çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli $PbSO_4$ katısı çöker (Görsel 7.3).

$$Pb^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow PbSO_4(k)$$

$PbSO_4$ katısı derişik sülfürik asit ve derişik nitrik asitte bisülfat tuzu oluşturarak, amonyum asetat ve NaOH ile de kompleks oluşturarak çözünür.

$$PbSO_4(k) + H^+(suda) \leftrightarrows Pb^{2+}(suda) + HSO_4^-(suda)$$

$$PbSO_4(k) + 4OH^-(suda) \leftrightarrows PbO_2^{2-}(suda) + SO_4^{2-}(suda) + 2H_2O(s)$$

$$PbSO_4(k) + 4CH_3COO^-(suda) \leftrightarrows [Pb(CH_3COO)_4]^{2-}(suda) + SO_4^{2-}(suda)$$



Görsel 7.3: $PbSO_4$ çökeleği

$Hg(NO_3)_2$

Sülfat iyonu içeren çözeltiye 1 damla NaOH çözeltisi ve $Hg(NO_3)_2$ kristalleri veya çözeltisi eklenirse sarı renkli bazik cıva(II) sülfat oluşur (Görsel 7.4).

$$4Hg^{2+}(suda) + 2SO_4^{2-}(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow 2HgO.HgSO_4(k) + 4H^+(suda)$$



Görsel 7.4: $HgO.HgSO_4$ çökeleği

$SrCl_2$

Sülfat iyonu içeren çözeltiye birkaç damla $SrCl_2$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli stronsiyum sülfat çökeleği oluşur (Görsel 7.5).

$$Sr^{2+}(suda) + SO_4^{2-}(suda) \rightarrow SrSO_4(k)$$



Görsel 7.5: $SrSO_4$ çökeleği

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
SÜLFAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2SO_4 çözeltisi
- 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 0,1 M $PbCl_2$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 0,1 M $Hg(NO_3)_2$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Damlalıklı şişe

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2SO_4 çözeltisi alınız. Bu çözeltiye çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
4	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
5	Çökelek üzerine 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
6	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2SO_4 çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $PbCl_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
7	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız.	☐
8	Çökelek üzerine 3 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
9	Elde ettiğiniz çözelti üzerine birkaç damla 0,1 M $Hg(NO_3)_2$ ekleyiniz. Oluşan çökeleği gözlemleyiniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. SO_4^{2-} iyonları ile $Ba(NO_3)_2$ çözeltisinin verdiği tepkimenin denklemini yazınız.

2. Sekizinci işlem basamağında çözelti içinde hangi anyonlar olabilir? Açıklayınız.

7.1.2. KROMAT ANYONU (CrO_4^{2-})

Kromik asidin (H_2CrO_4) anyonu olan CrO_4^{2-} iyonunun bileşikleri çoğunlukla sarı renklidir.

Kromat anyonu asidik ortamda turuncu renkli dikromat ($Cr_2O_7^{2-}$) iyonuna dönüşür. K_2CrO_4, Na_2CrO_4, $(NH_4)_2CrO_4$, $MgCrO_4$ gibi tuzları suda iyi çözünürken $BaCrO_4$, Hg_2CrO_4, Ag_2CrO_4, $PbCrO_4$ gibi tuzlarının çözünürlüğü yok denecek kadar azdır.

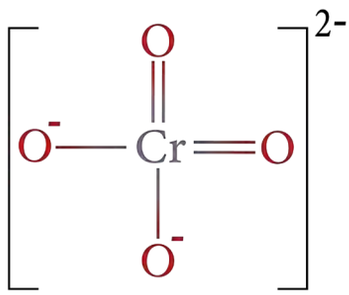
$BaCrO_4$ çökeleği sarı renklidir. Analizde $Ba(NO_3)_2$ ile oluşan çökeleğin sarı renkli olması CrO_4^{2-} varlığını gösterir. Çökelek beyaz renkli ise çökelekte CrO_4^{2-} anyonunun olmadığı anlaşılır.

Kromat doğada krokoit minerali şeklinde bulunur (Görsel 7.6).

Şekil 7.2'de kromat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Görsel 7.6: Krokoit minerali



Şekil 7.2: Kromat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Kromat anyonu genellikle renkli tuzlar oluşturmaktadır. Geçmişte boya olarak kullanılan bu tuzlar günümüzde de boya sektörünün vazgeçilmez pigmentlerindendir. Ünlü ressam Claude Monet (Klaud Mone) "Nilüferler" adını verdiği 250'den fazla resimden oluşan tablolarında sarı renk için baryum kromat bileşiğini kullanmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Kromat kuvvetli bir yükseltgendir. Asidik ortamda S^{2-}, SO_3^{2-}, Sn^{2+}, Fe^{2+}, I^- gibi indirgen maddeleri yükseltger.

7.1.2.1. Kromat Anyonunun Analitik Özellikleri

CrO_4^{2-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Asitler

Kromat (CrO_4^{2-}) iyonları, kuvvetli asitlerle dikromat ($Cr_2O_7^{2-}$) iyonlarına dönüşür. Bu durum çözeltinin sarı renginin turuncuya dönmesi ile anlaşılır (Görsel 7.7).

$$\mathbf{2CrO_4^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow Cr_2O_7^{2-}(suda) + H_2O(s)}$$

Bu tepkime, redoks tepkimesi değildir.



Görsel 7.7: $Cr_2O_7^{2-}$ çözeltisi

$Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$



Görsel 7.8: $BaCrO_4$ çökeleği

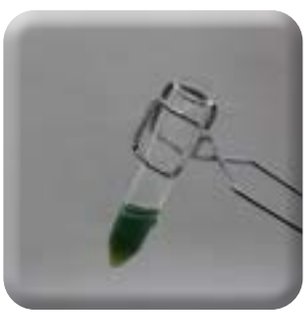
Kromat iyonu içeren çözeltiye damla damla $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi ilave edildiğinde sarı renkli $BaCrO_4$ katısı çöker (Görsel 7.8).

$$\mathbf{Ba^{2+}(suda) + CrO_4^{2-}(suda) \rightarrow BaCrO_4(k)}$$

$BaCrO_4$, HCl ve HNO_3 gibi mineral asit çözeltilerinde çözünürken asetik asitte çözünmez.

$$\mathbf{2BaCrO_4(k) + 4HCl(suda) \rightarrow 2BaCl_2(suda) + H_2Cr_2O_7(suda) + H_2O(s)}$$

Na_2S



Görsel 7.9: Cr^{3+} çözeltisi

Kromat çözeltisine asitlendirdikten sonra Na_2S çözeltisi eklenirse krom +6'dan +3'e indirgeneceği için çözelti yeşil renge dönüşür (Görsel 7.9). Çözeltinin yüzeyinde çok ince kükürt tabakası oluşur.

$$\mathbf{2CrO_4^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow Cr_2O_7^{2-}(suda) + H_2O(s)}$$

$$\mathbf{Cr_2O_7^{2-}(suda) + 3S^{2-}(suda) + 14H^+(suda) \rightarrow 2Cr^{3+}(suda) + 3S(k) + 7H_2O(s)}$$

Turuncu — Yeşil

H_2O_2



Görsel 7.10: Eter veya amil alkolde CrO_5 çözeltisi

Kromat iyonu içeren çözeltiye önce H_2SO_4 çözeltisi sonra dietil eter veya amil alkol, birkaç damla da %3'lük H_2O_2 eklendiğinde eter fazında mavi renk gözlenir (Görsel 7.9). Mavi renk CrO_5 bileşiğinden kaynaklanır.

$$\mathbf{CrO_4^{2-}(suda) + 2H_2O_2(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow CrO_5(eterde) + 3H_2O(s)}$$

CrO_5 bileşiği kararsız olduğu için bozunarak Cr^{3+} iyonuna dönüşür. Bu yüzden mavi renk kısa sürede kaybolur.

C_2H_5OH

İyi bir yükseltgen olan CrO_4^{2-} iyonu, etil alkolü yükseltgeyerek CH_3COOH (sirke asidi) oluşmasını sağlar.

$$\mathbf{4CrO_4^{2-}(suda) + 3C_2H_5OH(suda) + 20H^+(suda) \rightarrow 4Cr^{3+}(suda) + 3CH_3COOH(suda) + 13H_2O(s)}$$

sirke asidi

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KROMAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- ▶ 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Tüplük
- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Pastör pipeti

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar K_2CrO_4 çözeltisi alınız. Bu çözeltiye çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
4	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
5	Çökeleğin üzerine çözününceye kadar, damla damla 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz.	☐
6	1-2 damla daha HCl çözeltisi ilave ediniz. Renk değişimini kontrol ediniz.	☐
7	Çözelti üzerine 0,1 M Na_2S çözeltisi ekleyiniz. Çözeltinin rengini kontrol ediniz.	☐
8	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

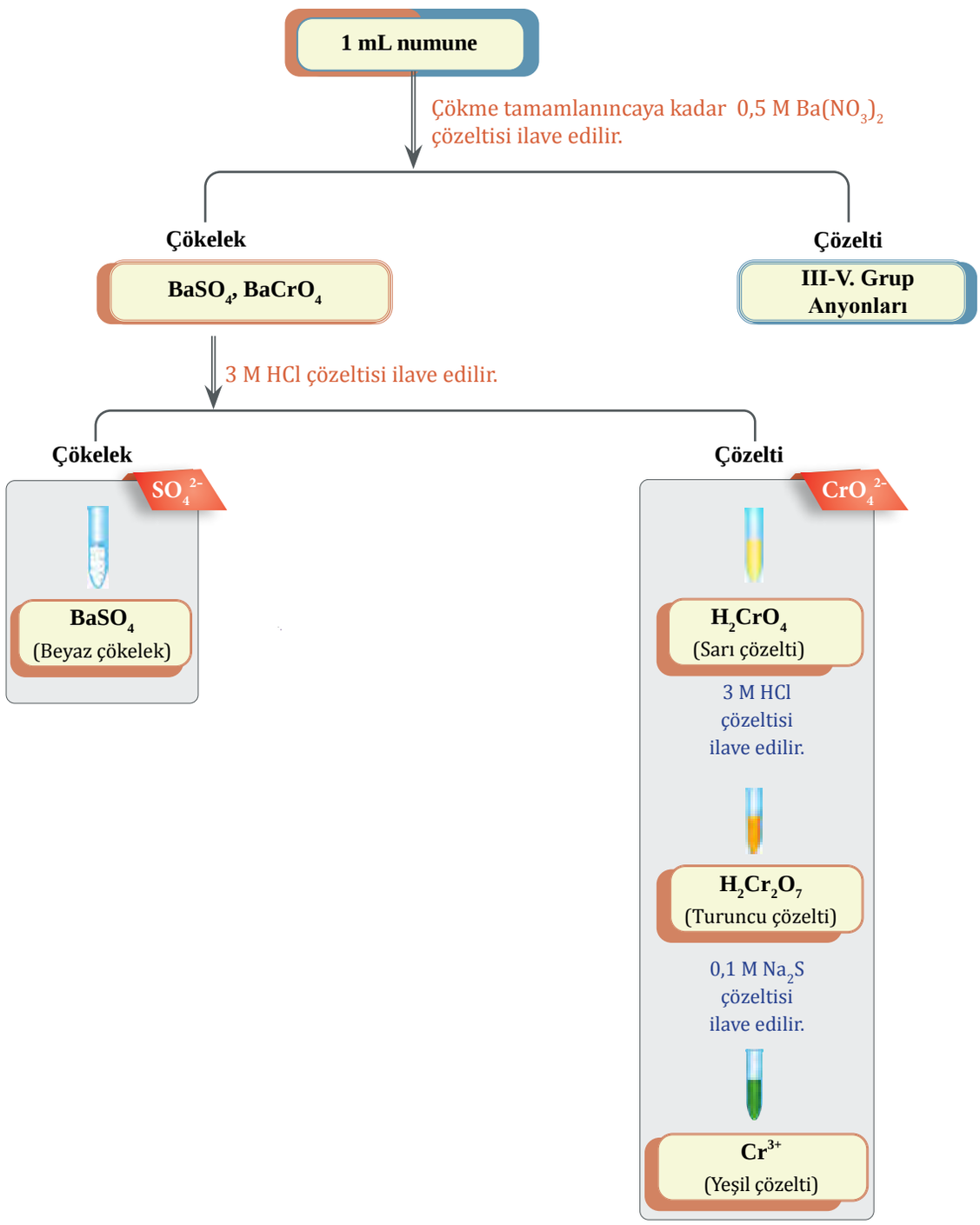
Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. CrO_4^{2-} iyonlarının $Ba(NO_3)_2$ ile verdiği tepkimenin denklemini yazınız.
2. Altıncı işlem basamağında HCl çözeltisinin aşırısının ilave edilmesi ile çözelti renginin değişmesinin sebebini açıklayınız.
3. Yedinci işlem basamağında Na_2S çözeltisi eklenmesi ile çözeltide meydana gelen renk değişiminin sebebi nedir? Açıklayınız.

7.2. II. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

II. grup anyonlarını oluşturan sülfat ve kromat iyonlarının çöktürücüsü olarak $Ba(NO_3)_2$ kullanılır. Asıl çöktürücü Ba^{2+} katyonudur. Baryum nitrat yerine $Ba(CH_3COO)_2$ çözeltisi de kullanılabilir.

Kromat ve sülfat anyonlarının baryum tuzlarından oluşan çökeleğe seyreltik HCl çözeltisi eklendiğinde $BaCrO_4$ çökeleği çözünürken $BaSO_4$ çökeleği çözünmez. Böylece iki anyon birbirinden ayrılmış olur. II. grup anyonlarının toplu analizi Şema 7.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 7.1: II. grup anyonlarının toplu analizi

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
II. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M Na_2SO_4 çözeltisi
- ▶ 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M Na_2S çözeltisi
- ▶ 0,1 M K_2CrO_4 çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Baget
- ▶ Pastör pipeti
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Tüplük

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne analiz numunesinden 1 mL kadar alınız. Üzerine damla damla 0,5 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökme tamamlandıktan sonra karışımı santrifüjleyerek çökelek ve çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz. Çökeleğin rengini kontrol ediniz. **! Ba^{2+} ile II. grup anyonları arasında oluşan çökelme tepkimelerini yazınız.**	☐
4	Çökelek üzerine 3 M HCl çözeltisinden 10 damla kadar ekleyiniz. Bagetle iyice karıştırıp santrifüjleyiniz. Çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çökeleğin renginde sarılık varsa birkaç damla daha HCl çözeltisi ekleyip karıştırınız.	☐
5	Santrifüjleyerek çökelek ve çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi saklayınız. Beyaz çökelek $BaSO_4$ tır. SO_4^{2-} iyonlarının varlığını kanıtlar.	☐
6	Çözeltinin renginin sarı olması CrO_4^{2-} varlığını gösterir. Üzerine 1-2 damla daha 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Çözeltinin rengindeki değişimi kontrol ediniz. **! Çözeltinin renginin turuncuya dönmesi CrO_4^{2-} iyonlarının $Cr_2O_7^{2-}$ a dönüşmesinden kaynaklanır. Bu tepkimenin denklemini yazınız.**	☐
7	Çözeltiye 0,1 M Na_2S çözeltisi ekleyiniz. Çözeltinin renginin turuncudan yeşile dönüşmesi Cr^{3+} iyonları oluştuğunu gösterir. Bu değişim CrO_4^{2-} iyonlarının varlığını kanıtlar. **! Bu basamakta S^{2-} ilavesi ile Cr^{3+} oluşumunun denklemini yazınız.**	☐
8	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Ba^{2+} iyonları ilavesi ile oluşan çökeleğin beyaz renkli olmasını nasıl yorumlarsınız?

.....

2. Yedinci işlem basamağında çözeltinin yeşil renkte olması CrO_4^{2-} varlığına nasıl kanıt oluşturur? Açıklayınız.

.....

3. Ba^{2+} eklenmesi ile oluşan sarı renkli çökelek üzerine seyreltik HCl çözeltisi eklendiğinde çökeleğin tamamen çözünmesini nasıl yorumlarsınız?

.....

4. CrO_4^{2-} iyonlarının tanınması için kullanılabilecek farklı bir yöntem var mıdır? Açıklayınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

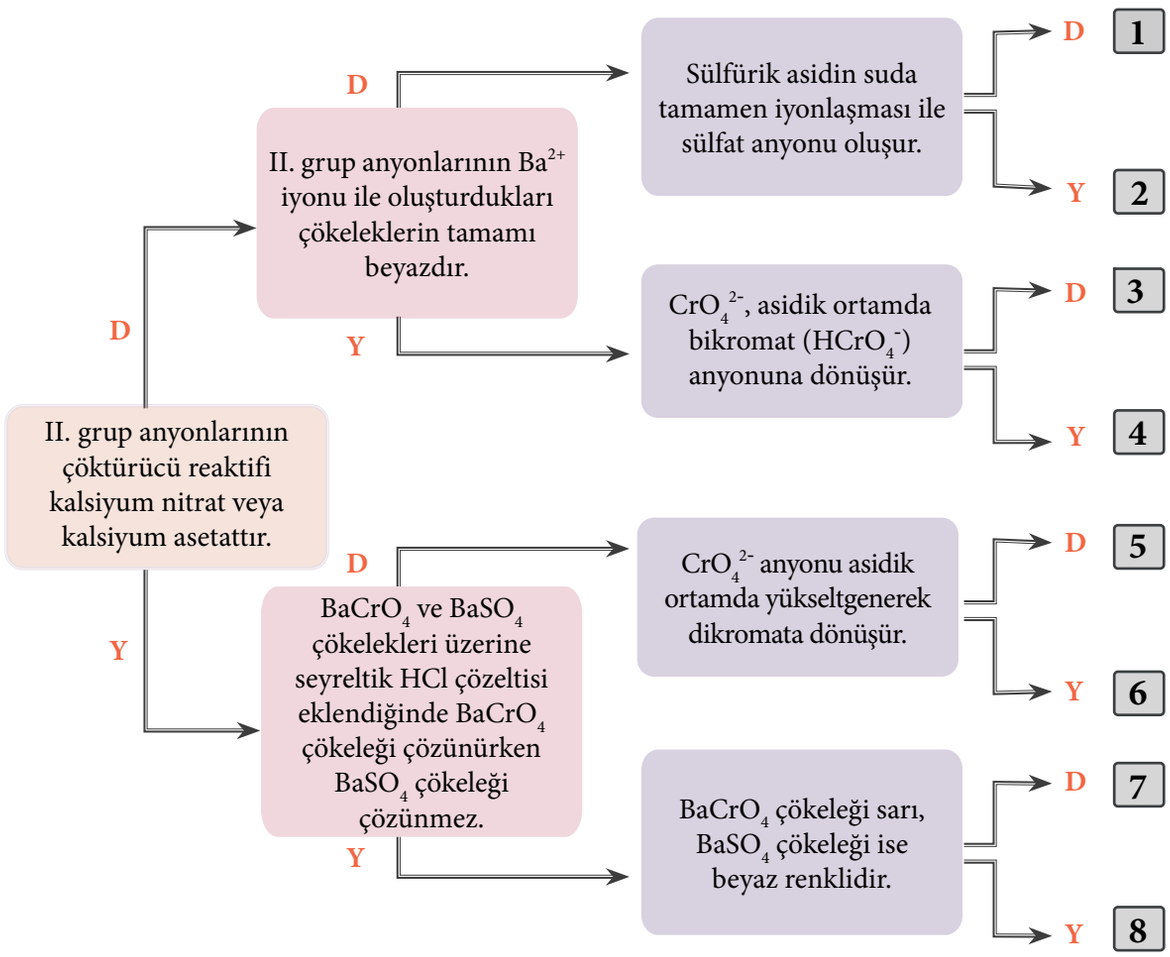
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **5 puan (5x4=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir anyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. II. grup anyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. II. grup anyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) Grup çöktürücüsü baryum nitrattır.

.....

b. ( ) Ba^{2+} iyonu ile oluşturdukları çökelekler seyreltik HCl çözeltisinde çözünür.

.....

c. ( ) $BaSO_4$ çökeleği seyreltik asitlerde çözünmez.

.....

ç. ( ) $BaCrO_4$ çökeleği sarı renkli, $BaSO_4$ çökeleği ise beyaz renklidir.

.....

d. ( ) CrO_4^{2-} anyonu kuvvetli bir indirgendir.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

$C_2O_4^{2-}$	CrO_4^{2-}	SO_3^{2-}
SCN^-	ClO_3^-	CH_3COO^-
SO_4^{2-}	Br^-	NO_3^-

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri ikinci grup anyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow$.....

b. $Ba^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow$.....

3. II. grup anyonlarının çöktürücüsü olarak Ca^{2+} iyonu yerine Ba^{2+} iyonu kullanılmasının nedeni nedir? Açıklayınız.

4. Kromat anyonu içeren çözelti sarı renkli iken asitli ortamda neden turuncuya dönüşür? Açıklayınız.

5. II. grup anyonları analizi yapan bir öğrenci numuneye $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi eklediğinde beyaz renkli bir çökelek elde ediyor.

Numunesinde I. grup anyonlarından herhangi birinin bulunmadığından emin olan öğrenci, gözlediği çökelme reaksiyonunu nasıl değerlendirmelidir?

6. Ali ve Ayfer II. grup anyonlarının toplu analizini yapmaktadır. Numunelerindeki anyonları $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi ile çöktürmüş, karışımı santrifüjleyerek çökeleği ayırmışlardır.

Ali ve Ayfer, elde ettikleri çökeleklere HCl çözeltisi eklemiştir. Ali, çökeleğinin tamamen çözünmesiyle turuncu renkli bir çözelti elde etmiştir. Ayfer'in çökeleğinin bir kısmı çözünmüş, turuncu renkli bir çözelti ile beyaz renkli bir çökelek oluşmuştur.

Yukarıdaki işlem basamaklarına göre Ali ve Ayfer'in numunelerinde hangi II. grup anyonları vardır?

7. Yoğunluğu 1,19 g/mL olan %37'lik HCl çözeltisinden 2 M 250 mL HCl çözeltisi nasıl hazırlanır?
(HCl: 36,5 g/mol)

8. 0,1 M 100 mL K_2CrO_4 çözeltisi hazırlamak için kaç gram K_2CrO_4 tartılmalıdır?
(K_2CrO_4: 194 g/mol)

9. 0,5 M 100 mL $Ba(NO_3)_2$ çözeltisi elde etmek için 2 M $Ba(NO_3)_2$ çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?

D. Aşağıda verilençoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. Kromat anyonları içeren bir çözeltiye $Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi ilave edildiğinde sarı renkli çökelek oluşur.

Oluşan bileşiğin formülü aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?

A) $PbCr_2O_7$ B) $Pb(Cr_2O_7)_2$

C) $PbCrO_4$ D) $Pb(CrO_4)_2$

E) Pb_2CrO_4

2. SO_4^{2-} anyonunun varlığını tespit etmek için bir çözeltiye $Ba(NO_3)_2$ kristalleri eklenir ve beyaz çökelek oluşması beklenir.

Buna göre oluşan çökeleğin formülü aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?

A) $BaSO_3$ B) $BaSO_4$ C) Ba_2SO_4

D) $Ba(SO_4)_2$ E) $Ba(SO_3)_2$

3. II. grup anyonlarının Ba^{2+} ile oluşturduğu çökelekler için

I. Mineral asitlerde çözünür.

II. Sarı renklidir.

III. Suda çözünmez.

ifadelerinden hangileri her iki bileşik için de doğrudur?

A) Yalnız I B) Yalnız III C) I ve II

D) I ve III E) II ve III

4. Kromat anyonu için aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?

A) Yapısındaki krom +6 değerliklidir.

B) Asidik ortamda dikromata dönüşür.

C) II. grup anyonlarındandır.

D) Bileşikleri ve çözeltileri beyaz renklidir.

E) Kuvvetli bir yükseltgendir.

5. II. grup anyonların çöktürücü reaktifi olan iyon, aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?

A) Na^+ B) NH_4^+ C) Ca^{2+}

D) Ba^{2+} E) Ag^+

6. II. grup anyonlar ile ilgili verilen aşağıdaki bilgilerden hangisi yanlıştır?

A) Sülfat tuzlarının tamamı suda çok iyi çözünür.

B) Grup çöktürücüsü olarak $Ba(NO_3)_2$ veya $Ba(CH_3COO)_2$ kullanılabilir.

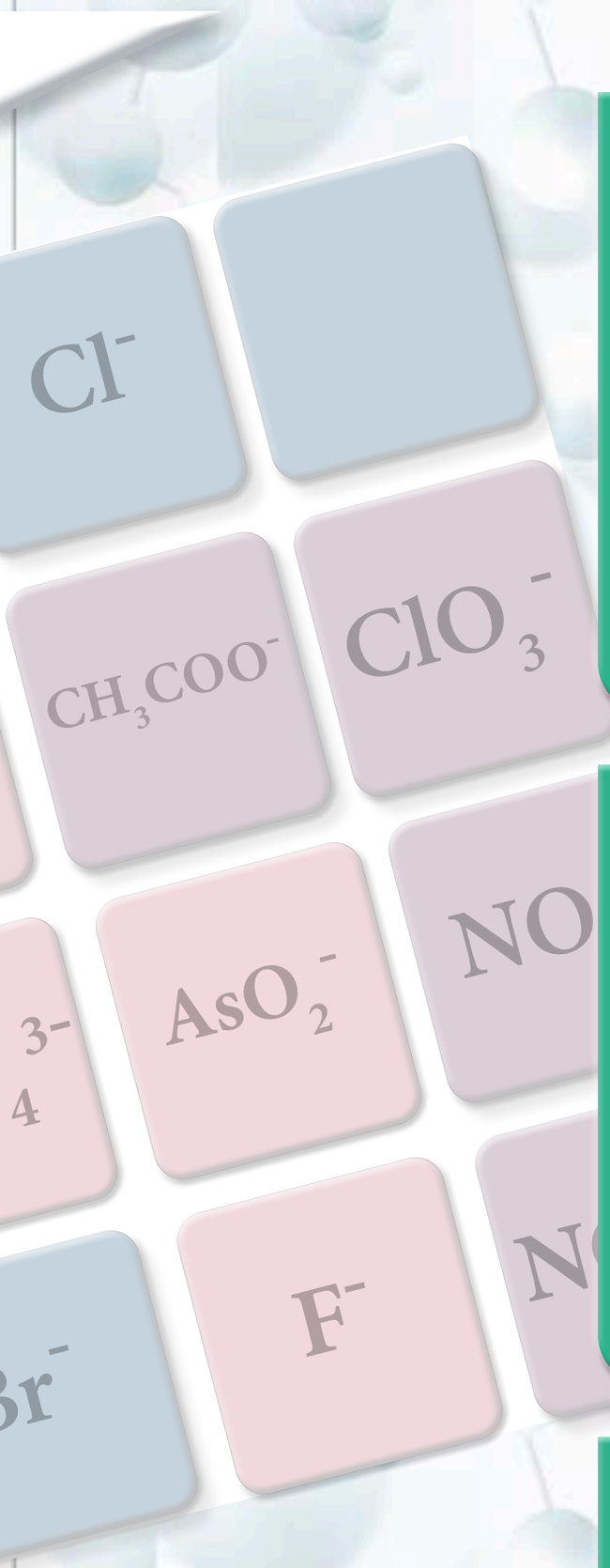
C) Kromat (CrO_4^{2-}) iyonu, kuvvetli asitlerle dikromat ($Cr_2O_7^{2-}$) iyonuna dönüşür.

D) $BaCrO_4$ çökeleği sarı, $BaSO_4$ çökeleği ise beyaz renklidir.

E) $BaSO_4$ bileşiği seyreltik asitlerle çözünmez.

8. ÖĞRENME BİRİMİ

III. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 8.1. III. GRUP ANYONLARI
- 8.2. III. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- III. grup anyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan III. grup anyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Bazı kaplıcalardaki çürük yumurta kokusu hangi maddeden kaynaklanmaktadır? Araştırınız.
- Altın ve gümüş üretiminde kullanılan ve çevre kirliliğine yol açtığı belirtilen anyon hangisidir? Bu iyonun yarattığı kirliliğin insan sağlığına etkileri neler olabilir?

8.1. III. GRUP ANYONLARI

S^{2-}, CN^-, $[Fe(CN)_6]^{3-}$ ve $[Fe(CN)_6]^{4-}$ anyonları Zn^{2+} veya Cd^{2+} katyonları ile çöktürülerek aranır. Bu grup, **III. grup anyonlar** olarak adlandırılır. Çöktürücü reaktif olarak $Zn(NO_3)_2$ veya $Cd(NO_3)_2$ kullanılır. Bu gruptaki anyonlar Ca^{2+} ve Ba^{2+} ile çökelek oluşturmaz.

III. grup anyonlar bazik ortamda çöktürülmelidir. Asidik ortamda CN^- ve S^{2-} iyonları hidrojenlenerek HCN ve H_2S bileşiklerini oluşturur.

Bu grupta yer alan CN^- (siyanür) iyonu oldukça güçlü bir zehirdir. Siyanür bileşikleri sulu ortamda kolayca HCN gazı oluşturur ve gaz buharlaştığında solunum yoluyla vücuda girer. Bu da siyanürle çalışmayı çok tehlikeli hâle getirir. Bu nedenle CN^- anyonunun analizine yer verilmeyecektir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Siyanür bileşikleri; kayısı, badem, şeftali gibi meyvelerin çekirdeklerinde bulunmaktadır. Ayrıca bazı bitkiler, siyanürü otçul canlılara karşı doğal bir koruma olarak üretmektedir.

Tablo 8.1: III. Grup Anyonlarının Kadmiyum Tuzlarının Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
CdS	Sarı	1.10^{-13}	$1{,}44.10^{-11}$
$Cd_2[Fe(CN)_6]$	Krem rengi	$1{,}36.10^{-6}$	$5{,}9.10^{-4}$
$Cd_3[Fe(CN)_6]_2$	Turuncu	$6{,}2.10^{-5}$	$4{,}72.10^{-2}$

8.1.1. SÜLFÜR ANYONU (S^{2-})

Sülfür, hidrojen sülfürün bir anyonudur. H_2S çok zayıf bir asit olduğu için S^{2-} iyonu bazik özellik gösterir. Amonyum ve alkali metallerin sülfürleri suda kolayca çözünürken diğer sülfür bileşikleri çok az çözünür.

S^{2-} iyonları, nötral ortamda HS^- iyonu, asidik ortamda H_2S gazı oluşturur. H_2S, zehirli bir gazdır. Ortamda çürük yumurta kokusunun oluşması H_2S gazının varlığını gösterir.

$$S^{2-}(suda) + H_2O(s) \rightleftarrows HS^-(suda) + OH^-(suda)$$

$$HS^-(suda) + H_2O(s) \rightleftarrows H_2S(suda) + OH^-(suda)$$

$$H_2S(suda) \rightarrow H_2S(g)$$

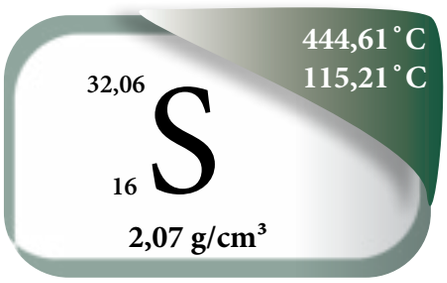
Sülfür (S^{2-}) iyonu kuvvetli bir indirgendir. Sülfür analizleri sülfürün indirgen özelliğinden dolayı renkli maddelerin renklerinin değişmesinden yararlanılarak yapılabilir.

Doğada pirit (FeS_2) (Görsel 8.1), galen (PbS), sfalerit (ZnS) gibi mineralleri şeklinde bulunur.

Şekil 8.1'de kükürt elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Görsel 8.1: Pirit minerali



Şekil 8.1: Kükürt elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ?

Kükürtlü sular; kireçleme, idrar yolu rahatsızlıkları, sinüzit, cilt hastalıkları ve böbrek taşına iyi gelen sulardır. Bu faydalarından dolayı kükürtlü kaplıcalara büyük ilgi vardır. Sağlık turizminde ülkemiz kaplıcalar sayesinde ilk sıralarda yer almaktadır.

Kükürdün jeolojik kaynağı volkanik bölgelerdir. Yanardağ faaliyetleri sonucunda kükürt ve bileşikleri yer yüzeyine yaklaşır. Bu bölgelerde önemli kükürt madenleri bulunur.

BİLGİ KUTUSU

Çok eski zamanlarda sülfürün dini törenlerde, böcek ilacı ve barut yapımında kullanıldığı bilinmektedir. Günümüzde de kimya, tarım, gıda, tıp gibi birçok alanda kükürt ve bileşiklerinden faydalanılmaktadır.

BİLGİ KUTUSU

Kükürt, meyvelerin kararmadan kurutulmalarını sağlamak için kullanılır. Kokusuz bir gaz olan doğal gazın olası sızıntılarının farkedilmesi için kokulandırılmasında kükürtlü organik bileşiklerden yararlanılır.

8.1.1.1. Sülfür Anyonunun Analitik Özellikleri

S^{2-} anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$Zn(NO_3)_2$

Sülfür iyonları çinko katyonu ile beyaz renkli çökelek verir (Görsel 8.2).

$$Zn^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow ZnS(k)$$

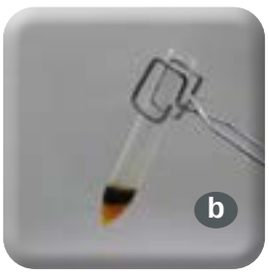
Çökelek asitlerle H_2S gazı oluşturarak çözünür.

$$ZnS(k) + 2H^{+}(suda) \rightarrow Zn^{2+}(suda) + H_2S(g)$$



Görsel 8.2: ZnS çökeleği





Görsel 8.3: a) CdS çökeleği
b) CdS'ün Cu^{2+} ile tepkimesi

$Cd(NO_3)_2$

Sülfür iyonları kadmiyum katyonu ile sarı renkli çökelek oluşturur (Görsel 8.3.a). Çökelek asitlerle H_2S oluşturarak çözünür.

$$Cd^{2+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow CdS(k)$$

CdS çökeleği üzerine bakır(II) çözeltisi ilave edilirse siyah renkli CuS katısı oluşur (Görsel 8.3.b).

$$CdS(k) + Cu^{2+}(suda) \rightarrow CuS(k) + Cd^{2+}(suda)$$



Görsel 8.4: PbS çökeleği

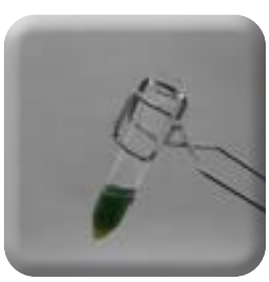
Asitler

Na_2S çözeltisi veya bir sülfür çökeleği üzerine kuvvetli asit çözeltisi ilave edildiğinde çürük yumurta kokusunu andıran H_2S gazı oluşur.

$$Na_2S(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow H_2S(g) + 2Na^+(suda)$$

$Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi ile nemlendirilmiş süzgeç kâğıdı, tepkimenin gerçekleştiği tüpün ağzına tutulduğunda süzgeç kâğıdında meydana gelen siyahlaşma sülfürün varlığını kanıtlar (Görsel 8.4). H_2S zehirli bir gaz olduğu için işlem mutlaka çeker ocakta yapılmalıdır.

$$Pb(CH_3COO)_2(suda) + H_2S(g) \rightarrow PbS(k) + 2CH_3COOH(suda)$$



Görsel 8.5: Cr^{3+} çözeltisi

Yükseltgenler

Sülfür iyonu kuvvetli bir indirgendir. Kolaylıkla elementel kükürde yükseltgenir. Tepkimelerde MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$, I_2, Fe^{3+} gibi birçok yükseltgen kullanılır. Sülfürün varlığı tepkimelerdeki renk değişimi ile gözlenir (Görsel 8.5).

$$2MnO_4^-(suda) + 5S^{2-}(suda) + 16H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 5S(k) + 8H_2O(s)$$
mor → renksiz

$$Cr_2O_7^{2-}(suda) + 3S^{2-}(suda) + 14H^+(suda) \rightarrow 2Cr^{3+}(suda) + 3S(k) + 7H_2O(s)$$
turuncu → yeşil

$$I_2(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow 2I^-(suda) + S(k)$$
kahverengi → renksiz

$$2Fe^{3+}(suda) + S^{2-}(suda) \rightarrow 2Fe^{2+}(suda) + S(k)$$
kırmızı-kahverengi → açık yeşil

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
SÜLFÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 0,5 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 4 M $Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi
- 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- 0,5 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Süzgeç kağıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2S çözeltisi alınız. Üzerine $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
4	Başka bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2S çözeltisi alınız. Üzerine $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
6	Çökeleğin üzerine 3 M HCl çözeltisi ekleyiniz. Tüpün ağzına 4 M $Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi ile ıslatılmış süzgeç kâğıdını tutunuz. Bu esnada çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz. Süzgeç kâğıdındaki renk değişimine dikkat ediniz.	☐
7	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar Na_2S çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ilave ediniz.	☐
8	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız.	☐
9	Çökeleğin üzerine 0,5 M $Cu(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökelekteki renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Na_2S'ün $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği tepkime denklemini yazınız.

2. Altıncı işlem basamağında süzgeç kâğıdındaki renk değişimi hangi tepkime sonucu gerçekleşmiştir? Açıklayınız.

3. Dokuzuncu işlem basamağında çökelekteki renk değişiminin nedenini açıklayınız.

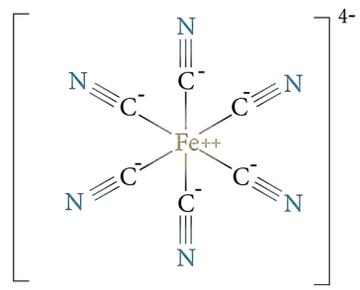
8.1.2. FERROSİYANÜR ANYONU ($[Fe(CN)_6]^{4-}$)



Görsel 8.6: Sodyum ferrosiyanür minerali

Ferrosiyanür [hekzasiyanoferrat(II)] iyonu, kuvvetli bir asit olan ferrosiyanik asidin ($H_4[Fe(CN)_6]$) anyonudur. $H_4[Fe(CN)_6]$ suda çözünebilen bir katıdır.

Alkali metallerin ve amonyumun ferrosiyanürleri suda tamamen çözünürken toprak alkali metallerin ferrosiyanürleri kısmen çözünür. Derişik H_2SO_4 veya derişik HCl ile kaynatılınca parçalanır ve HCN oluşturur. Diğer ferrosiyanür tuzları suda ve seyreltik asitlerde çözünmez. Alkali metal hidroksitlerinde ise ferrosiyanür iyonu ile hidroksit iyonunun yer değiştirmesi sonucu ayrışır.



Şekil 8.2: Ferrosiyanür anyonunun bağ yapısı

$$Cu_2[Fe(CN)_6](k) + 4NaOH(suda) \rightarrow 2Cu(OH)_2(k) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) + 4Na^+(suda)$$

Ferrosiyanürler zayıf indirgendir. Yükseltgen maddeler ile tepkimeye girerek ferrisiyanüre dönüşür.

$$MnO_4^-(suda) + 5[Fe(CN)_6]^{4-}(suda) + 8H^+(suda) \rightarrow Mn^{2+}(suda) + 5[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) + 4H_2O(s)$$

Doğada sodyum ferrosiyanür minerali şeklinde bulunabilir (Görsel 8.6).

Şekil 8.2'de ferrosiyanür anyonunun bağ yapısı verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Geçmişte $K_4[Fe(CN)_6]$ üretimi için organik kaynaklı azot ve karbon (kurumuş kan, deri ve boynuz parçaları), demir tozu ve potasyum karbonat kullanılmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Ferrosiyanürün alkali metal tuzları; sofra tuzu üretimi, gıda katkı maddesi, hayvan yemi vb. alanlarda kullanılmaktadır. Ferrosiyanürlerden boya ve mürekkep yapımında, yangın söndürücü içeriğinde ve madencilik alanında faydalanılmaktadır.

8.1.2.1. Ferrosiyanür Anyonunun Analitik Özellikleri

$[Fe(CN)_6]^{4-}$ anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 8.7: $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği

$Zn(NO_3)_2$

Potasyum ferrosiyanür çözeltisine Zn^{2+} iyonları içeren bir çözelti eklenirse beyaz renkli $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği oluşur (Görsel 8.7).

$$3Zn^{2+}(suda) + 2K^+(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2(k)$$

Potasyum-çinko ferrosiyanür katısı, bazlarda çözünür.

$$K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2(k) + 12OH^-(suda) \rightarrow 2K^+(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{4-}(suda) + 3ZnO_2^{2-}(suda) + 6H_2O(s)$$

$Cd(NO_3)_2$

Ferrosiyanür iyonları içeren çözeltiye Cd^{2+} çözeltisi eklenirse krem rengin-de $Cd_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği oluşur (Görsel 8.8).

$$\mathbf{2Cd^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Cd_2[Fe(CN)_6](k)}$$

Çökelek NaOH gibi kuvvetli bir baz ilavesi ile bozunur ve ferrosiyanür an-yonu serbest hâlde çözeltiye geçer.

$$\mathbf{Cd_2[Fe(CN)_6](k) + 4OH^-(suda) \rightarrow 2Cd(OH)_2(k) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda)}$$



Görsel 8.8: $Cd_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

$CuSO_4$

Nötr veya asetik asitli ortamda ferrosiyanür anyonu Cu^{2+} ile kırmızı-kahve renkli $Cu_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği oluşturur (Görsel 8.9).

$$\mathbf{2Cu^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Cu_2[Fe(CN)_6](k)}$$

Bu çökelek NaOH ilavesi ile bozunur. Bozunma ferrosiyanürün kadmiyum çökeleğinde olduğu gibi gerçekleşir.

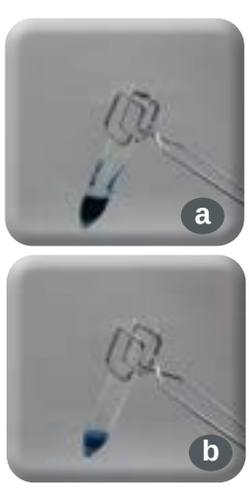


Görsel 8.9: $Cu_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

Fe^{2+} ve Fe^{3+}

Potasyum ferrosiyanür çözeltisine nötr veya zayıf asidik ortamda Fe^{3+} iyonları içeren çözelti ilave edilirse koyu mavi renkli (Prusya mavisi) $KFe[Fe(CN)_6]$ bileşiği çöker (Görsel 8.10.a). Çökelek seyreltik asitlerde çözünmezken derişik HCl çözeltisinde çözünür.

$$\mathbf{Fe^{3+}(suda) + K^+(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow KFe[Fe(CN)_6](k)}$$
Mavi



Görsel 8.10: a) $KFe[Fe(CN)_6]$ çökeleği
b) $KFe[Fe(CN)_6]$-$K_2Fe[Fe(CN)_6]$ karışımı

Fe^{2+} iyonları ise ferrosiyanür ile beyaz renkli $K_2Fe[Fe(CN)_6]$ çökeleği oluşturur. Çökelekteki Fe^{2+} iyonları hava oksijeni ile hızlıca yükseltgenerek Fe^{3+} oluşturmaya başlar. Bu nedenle çökelek mavi-beyaz karışık hâlde görülür (Görsel 8.10.b).

$$\mathbf{4K_2Fe[Fe(CN)_6](k) + O_2(g) + 4H^+(suda) \rightarrow 4K^+(suda) + 2H_2O(s) + 4KFe[Fe(CN)_6](k)}$$
Beyaz **Mavi**

$Co(NO_3)_2$

Ferrosiyanür anyonu Co^{2+} ile yeşil renkli $Co_2[Fe(CN)_6]$ katısını oluşturur (Görsel 8.11).

$$\mathbf{2Co^{2+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{4-}(suda) \rightarrow Co_2[Fe(CN)_6](k)}$$



Görsel 8.11: $Co_2[Fe(CN)_6]$ çökeleği

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
FERROSİYANÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 3 M $FeSO_4$ çözeltisi
- 0,5 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 0,5 M $CuSO_4$ çözeltisi
- 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- 3 M $FeCl_3$ çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj cihazı
- Damlalıklı şişe
- Santrifüj tüpü
- Pastör pipeti

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine 0,5 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
4	Başka bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
6	Çökeleğin üzerine 3 M NaOH ekleyiniz. Çökeleğin çözünmesini sağlayınız. Çözeltiyi 3 M HCl ile asidik hâle getirip ikiye bölünüz.	☐
7	Birinci tüpe 3 M $FeCl_3$ çözeltisinden 2 damla ekleyiniz. Oluşan çökeleğin rengini gözlemleyiniz.	☐
8	İkinci tüpe 3 M $FeSO_4$ çözeltisinden 2 damla ekleyiniz. Oluşan çökeleğin rengini gözlemleyiniz.	☐
9	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $CuSO_4$ çözeltisi ilave ediniz. Renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisinin $Zn(NO_3)_2$ ile verdiği tepkime denklemini yazınız.

2. Altıncı işlem basamağında NaOH eklenmesiyle ne gibi değişimler olmuştur? Açıklayınız.

8.1.3. FERRİSİYANÜR ANYONU ($[Fe(CN)_6]^{3-}$)

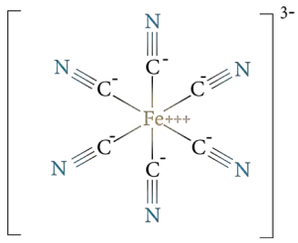
Ferrisiyanür iyonu, kuvvetli bir asit olan ferrisiyanik asidin ($H_3[Fe(CN)_6]$) anyonudur. $H_3[Fe(CN)_6]$ katıdır ve suda çözünür.

Alkali, toprak alkali ve amonyumun ferrisiyanürlü bileşikleri suda ve asitlerde çözünürken diğer metal ferrisiyanürler alkali bazlarda ve karbonatlarda çözünür. Ferrisiyanür tuzları seyreltik H_2SO_4 ile ısıtılınca HCN, derişik H_2SO_4 ile ısıtılınca CO gazları açığa çıkar.

Ferrisiyanür anyonu çok kuvvetli bir yükseltgendir. Fe^{3+} iyonu kolaylıkla Fe^{2+} iyonuna indirgenir. $Mn(OH)_2$, S^{2-}, SO_3^{2-}, I^- gibi maddelerin yanı sıra şeker, selüloz gibi organik bileşikleri de yükseltger. Az da olsa süzgeç kâğıdı ile de indirgenip ferrosiyanüre dönüşür.



Görsel 8.12: Potasyum ferrisiyanür minerali



Şekil 8.3: Ferrisiyanür anyonunun bağ yapısı

$$\mathbf{Mn(OH)_2(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) + 2OH^-(suda) \rightarrow MnO(OH)_2(k) + 2[Fe(CN)_6]^{4-}(suda) + H_2O(s)}$$

Doğada potasyum ferrisiyanür mineralleri şeklinde bulunur (Görsel 8.12).

Şekil 8.3'te ferrisiyanür anyonunun bağ yapısı verilmiştir.

BİLİYOR MUSUNUZ

Potasyum ferrisiyanür özellikle histoloji ve hemotolojide demir ve hemoglobin analizinde kullanılır. Bunun nedeni, ferrisiyanürün demir(II) ile verdiği tepkime sonucu oluşan karakteristik mavi renktir.

BİLGİ KUTUSU

Ferrisiyanürler genellikle boya pigmenti olarak kullanılır. Ferrosiyanürler gibi düşük toksitededir.

8.1.2.1. Ferrisiyanür Anyonunun Analitik Özellikleri

$[Fe(CN)_6]^{3-}$ anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$Zn(NO_3)_2$

Ferrisiyanür çözeltisine Zn^{2+} iyonları içeren bir çözelti ilave edilirse sarı-turuncu renkli $Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği oluşur (Görsel 8.13).

$$\mathbf{3Zn^{2+}(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow Zn_3[Fe(CN)_6]_2(k)}$$



Görsel 8.13: $Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği



Görsel 8.14: $Cd_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği

$Cd(NO_3)_2$

Ferrisiyanür çözeltisine Cd^{2+} iyonları içeren bir çözelti ilave edilirse sarı-turuncu renkli $Cd_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği oluşur (Görsel 8.14).

$$\mathbf{3Cd^{2+}(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow Cd_3[Fe(CN)_6]_2(k)}$$



Görsel 8.15: $Cu_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği

$CuSO_4$

Ferrisiyanür çözeltisine Cu^{2+} iyonları içeren bir çözelti ilave edilirse yeşil renkli $Cu_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği oluşur (Görsel 8.15).

$$\mathbf{3Cu^{2+}(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow Cu_3[Fe(CN)_6]_2(k)}$$

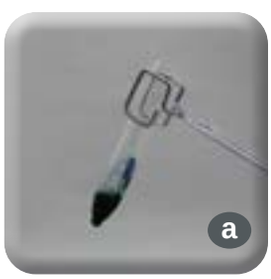
Fe^{2+} ve Fe^{3+}

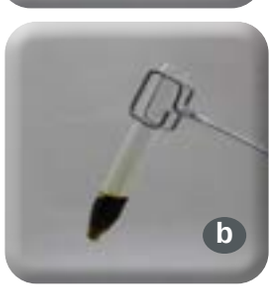
Nötr veya asidik ortamda ferrisiyanür çözeltisine Fe^{2+} katyonu içeren çözelti ilave edilirse Prusya mavisi olarak adlandırılan $KFe[Fe(CN)_6]$ katısı oluşur (Görsel 8.16.a).

$$\mathbf{Fe^{2+}(suda) + K^{+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow KFe[Fe(CN)_6](k)}$$

Fe^{3+} ise ferrisiyanür ile çökelek vermez. Gerçekleşen tepkime sonucu kahverengi çözelti oluşur (Görsel 8.16.b).

$$\mathbf{Fe^{3+}(suda) + [Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow Fe[Fe(CN)_6](suda)}$$





Görsel 8.16: a) $KFe[Fe(CN)_6]$ çökeleği **b)** $Fe[Fe(CN)_6]$ çözeltisi

BİLGİ KUTUSU

Bu tepkimede oluşan mavi bileşik, demir(III) iyonunun ferrosiyanür ile oluşturduğu bileşikle aynı kapalı formüle sahiptir. Ancak ferrosiyanür çökeleğinde komplekstek Fe, +2 yüklü iken ferrisiyanür çökeleğinde komplekstek Fe, +3 yüklüdür.

Yapılan analizler bu çökeleklerin kendi içindeki +2 ve +3 yüklü demir iyonları arasında devamlı bir elektron alışverişi olduğunu, dolayısıyla hangisinin +2 hangisinin +3 yüklü olduğunun bilinemeyeceğini düşündürmektedir. Bu durumda her iki bileşiğin de aslında aynı bileşik olduğunu söylemek mümkündür.



Görsel 8.17: $Co_3[Fe(CN)_6]_2$ çökeleği

$Co(NO_3)_2$

Ferrisiyanür anyonu Co^{2+} ile kırmızı renkli $Co_3[Fe(CN)_6]_2$ katısını oluşturur (Görsel 8.17). Çökelek, seyreltik HCl çözeltisinde çözünmez, seyreltik NH_3 çözeltisinde çözünür.

$$\mathbf{3Co^{2+}(suda) + 2[Fe(CN)_6]^{3-}(suda) \rightarrow Co_3[Fe(CN)_6]_2(k)}$$

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
FERRİSİYANÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- ▶ 0,5 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- ▶ 3 M NaOH çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ Katı $FeSO_4$
- ▶ 3 M $FeCl_3$ çözeltisi
- ▶ 0,5 M $CuSO_4$ çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Pastör pipet
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Spatül
- ▶ Tüplük
- ▶ Damlalıklı şişe

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine 0,5 M $Zn(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
4	Başka bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin rengine dikkat ediniz.	☐
5	Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız.	☐
6	Çökeleğin üzerine 3 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. Çökeleğin çözünüp çözünmediğini gözlemleyiniz.	☐
7	Çözeltinin üzerine ortam asidik olana kadar 3 M HCl çözeltisi ilave ediniz.	☐
8	Asitlendirilmiş çözeltiye spatülün ucu ile $FeSO_4$ katısından ekleyiniz. Renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
9	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine 3 M $FeCl_3$ çözeltisinden birkaç damla ekleyiniz. Çözeltinin rengini gözlemleyiniz.	☐
10	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $CuSO_4$ çözeltisi ilave ediniz. Renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
11	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

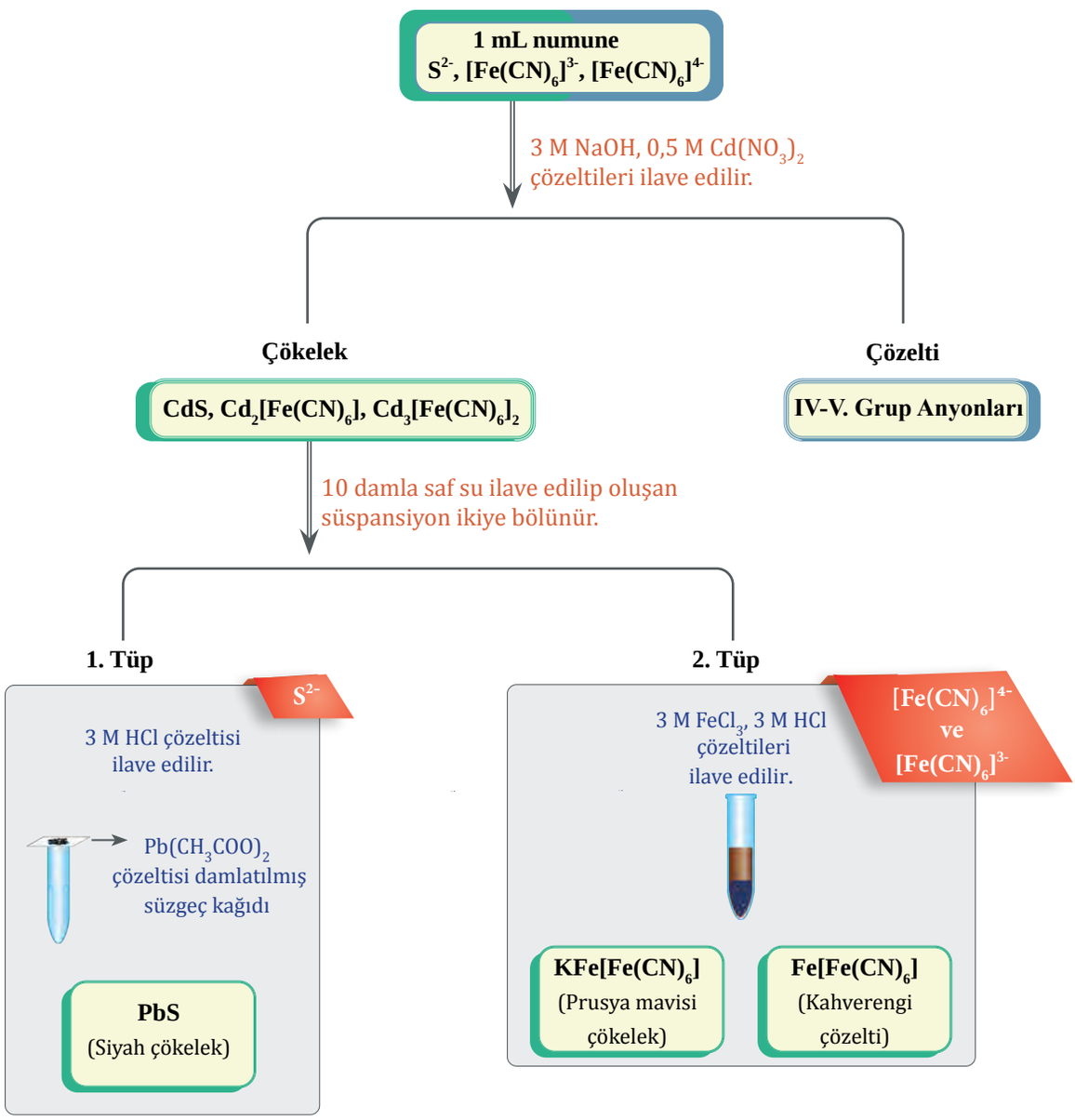
1. $K_3[Fe(CN)_6]$'ün $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ile verdiği tepkime denklemini yazınız.

2. Altıncı işlem basamağında NaOH çözeltisinin eklenmesiyle ne gibi değişimler olmuştur? Açıklayınız.

3. Sekizinci işlem basamağında çökelek renginin değişimini tepkime denklemi yazarak açıklayınız.

8.2. III. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

III. grup anyonlarının Zn^{2+} ve Cd^{2+} iyonları ile oluşturduğu bileşiklerin suda çözünürlüğü ihmal edilecek kadar azdır. Bu nedenle bu grubun çöktürücüsü olarak $Zn(NO_3)_2$ veya $Cd(NO_3)_2$ çözeltileri kullanılabilir. Çökme tamamlandıktan sonra çökelek saf su ile süspansiyon hâline getirilir ve iki farklı tüpe ayrılır. Birinci tüpte S^{2-} iyonları, ikinci tüpte $[Fe(CN)_6]^{4-}$ ve $[Fe(CN)_6]^{3-}$ iyonları analizi yapılır. III. grup anyonlarının toplu analizi Şema 8.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 8.1: III. grup anyonlarının toplu analizi

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
III. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M Na_2S çözeltisi
- 0,1 M $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 0,1 M $K_3[Fe(CN)_6]$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi
- 4 M $Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- 3 M $FeCl_3$ çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Pastör pipeti
- Santrifüj cihazı
- Spatül
- Damlalıklı şişe
- Süzgeç kâğıdı
- Tüplük

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Santrifüj tüpüne numuneden 1 mL kadar alınız. 3 M NaOH çözeltisinden damla damla ekleyerek ortamı bazik yapınız.	☐
4	Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar 0,5 M $Cd(NO_3)_2$ çözeltisi ekleyiniz. Karışımı santrifüjleyerek çökeleği ayırınız. Kontrol denemesi yapmayı unutmayınız. **!Grup anyonlarının Cd^{2+} iyonları ile vereceği çökelme reaksiyonlarını yazınız.**	☐
5	Çözelti içinde IV ve V. grup anyonları bulunabilir. Analizi yapılmayacağı için çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine 2 mL saf su ekleyerek çalkalayınız. Oluşan süspansiyonu 2 santrifüj tüpüne eşit şekilde paylaştırınız.	☐
7	1. tüpte S^{2-} anyonu aranacaktır. 1. tüpe 1 mL kadar 3 M HCl ilave ediniz. $Pb(CH_3COO)_2$ çözeltisi damlatılmış süzgeç kâğıdını tüpün ağzına yaklaştırınız. Süzgeç kâğıdında oluşan siyahlaşma S^{2-} varlığını gösterir. **!Ortama HCl eklenmesinin sebebi ne olabilir? Açıklayınız.**	☐
8	2. tüpte $[Fe(CN)_6]^{4-}$ ve $[Fe(CN)_6]^{3-}$ iyonları aranacaktır. Tüpe birkaç damla 3 M HCl çözeltisi ekleyerek ortamı asitlendirip 5 damla $FeCl_3$ çözeltisi ekleyiniz. Mavi çökelek oluşursa $[Fe(CN)_6]^{4-}$ iyonları vardır. Kahverengi çözelti oluşmuşsa $[Fe(CN)_6]^{3-}$ bulunmaktadır. **!Ortamın asitlendirilmesinin nedeni ne olabilir? Açıklayınız.**	☐

9	$[Fe(CN)_6]^{4-}$ iyonları varsa oluşan mavi renk, çözeltinin rengini görmeyi engelleyecek kadar koyudur. Bu durumda birkaç damla daha $FeCl_3$ çözeltisi ekleyip karışımı santrifüjleyiniz. Mavi çökelek ayrıldıktan sonra kalan çözelti kahverengi ise numunede $[Fe(CN)_6]^{3-}$ anyonunun varlığı anlaşılır. Çözelti renksizse numunede $[Fe(CN)_6]^{3-}$ iyonları bulunmamaktadır. **!Fe^{3+} iyonlarının $[Fe(CN)_6]^{4-}$ ve $[Fe(CN)_6]^{3-}$ iyonları ile verdiği tepkimeyi yazınız.**	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Sorusu

1. Grup anyonlarının Cd^{2+} yerine hangi iyonla çöktürülebileceklerini belirtiniz. Bu katyonla verecekleri çökelme tepkimelerini yazınız.

   .....

2. III. grup katyonlarının asidik yerine bazik ortamda çöktürülme sebebi nedir? Açıklayınız.

   .....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

***! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.**

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....
Sınıfı : .....
Numarası : .....

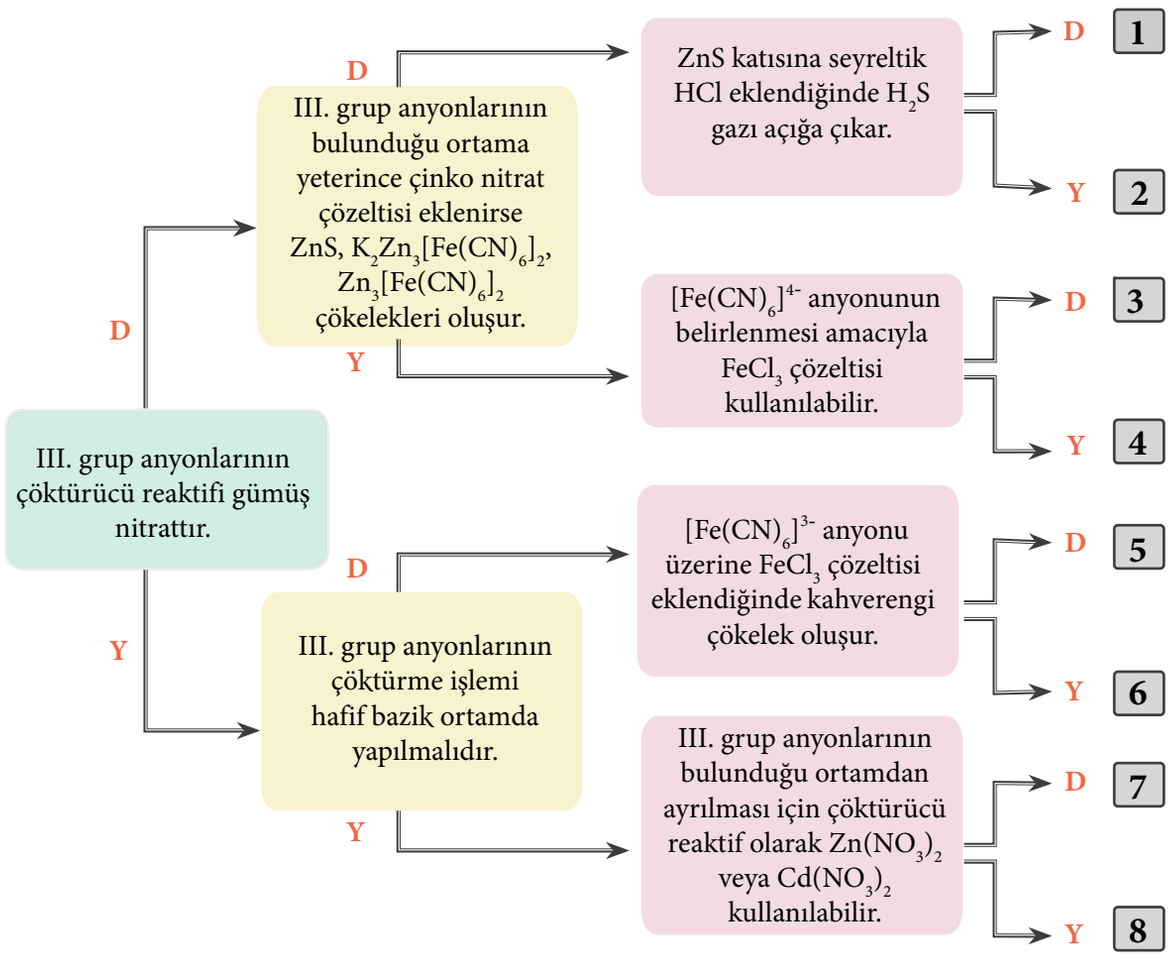
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **10 puan (10x2=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir anyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. III. grup anyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. III. grup anyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) III. grup anyonlarının çöktürücüsü, baryum asetattır.

.....

b. ( ) III. grup anyonlar; S^{2-}, CN^-, $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $[Fe(CN)_6]^{3-}$ iyonlarından oluşur.

.....

c. ( ) ZnS çökeleği asitlerde çözünmez.

.....

ç. ( ) $[Fe(CN)_6]^{3-}$ çözeltisine $FeSO_4$ çözeltisi eklenirse mavi bir çökelek oluşur.

.....

d. ( ) $[Fe(CN)_6]^{4-}$ çözeltisi üzerine asidik ortamda yeterince Cu^{2+} çözeltisi eklenirse kırmızı-kahverengi bir çökelek oluşur.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

NO_3^-	CrO_4^{2-}	SO_3^{2-}
CN^-	S^{2-}	$[Fe(CN)_6]^{4-}$
$[Fe(CN)_6]^{3-}$	Br^-	SCN^-

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri üçüncü grup anyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow$.....

b. $Cd^{2+} + [Fe(CN)_6]^{4-} \rightarrow$.....

c. $Cd^{2+} + [Fe(CN)_6]^{3-} \rightarrow$.....

3. Laboratuvarda, ferrisiyanür tuzlarını H_2SO_4 çözeltisi ile ısıtmaktan kaçınılmalıdır.

Bunun sebebi nedir? Açıklayınız.

4. Ferrosiyanür iyonları içeren çözeltiye $FeSO_4$ çözeltisi ilave edildiğinde oluşan beyaz çökeleğin zamanla mavi renge dönmesinin nedeni nedir? Açıklayınız.

5. Mor renkli MnO_4^- çözeltisine sülfür çözeltisi ilave edilmesi ile ortam renksizleşir.

Bu değişiklik, sülfürün hangi özelliği ile açıklanır?

6. Damla ve Emrah bir numunede üçüncü grup anyonların analizini yapmaktadır. Emrah, numune üzerine bazik olana kadar NaOH çözeltisi ekledikten sonra çinko nitrat çözeltisi ile grup anyonlarını çöktürmüştür. Damla ise numuneye asidik olana dek HCl çözeltisi ekledikten sonra çinko nitrat çözeltisi ilave etmiştir.

Yukarıdaki öğrencilerden hangisi yanlış yol izlemiştir? Nedenini açıklayınız.

7. 2 M 250 mL NaOH çözeltisi hazırlamak için kaç gram NaOH tartılmalıdır?
(NaOH: 40 g/mol)

8. Yoğunluğu 1,19 g/mL olan %37'lik HCl çözeltisinden 3 M 250 mL HCl çözeltisi nasıl hazırlanır? (HCl: 36,5 g/mol)

9. 0,1 M 100 mL $K_4[Fe(CN)_6]$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $K_4[Fe(CN)_6].3H_2O$ tartılmalıdır?
($K_4[Fe(CN)_6]$: 368,4 g/mol, H_2O: 18 g/mol)

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. Sülfür anyonu ile ilgili olarak aşağıda verilen bilgilerden hangisi doğrudur?

A) Zn^{2+} ile kırmızı-kahve renkli çökelek oluşturur.

B) Zn^{2+} ile oluşturduğu ZnS çökeleği HCl çözeltisinde çözünmez.

C) Oluşturduğu bileşikler genellikle güzel kokuludur.

D) $Cr_2O_7^{2-}$ iyonu ile tepkime vermez.

E) Cd^{2+} iyonu ile sarı renkli bir çökelek oluşturur.

2. Ferrosiyanür anyonu için aşağıdaki bilgilerden hangisi yanlıştır?

A) Zn^{2+} ile oluşturduğu çökelek beyaz renklidir.

B) $FeCl_3$ çözeltisi eklenirse koyu mavi renkli bir çökelek oluşur.

C) Sülfür anyonu ile çökelme tepkimesi verir.

D) Yükseltgenmesiyle ferrisiyanür oluşur.

E) Cu^{2+} iyonu ile kırmızı-kahve renkli bir çökelek oluşturur.

3. Ferrisiyanür anyonu ile ilgili olarak aşağıdaki bilgilerden hangisi doğrudur?

A) Cd^{2+} ile oluşturduğu çökelek yeşil renklidir.

B) $FeCl_3$ çözeltisi eklenirse koyu mavi renkli bir çökelek oluşur.

C) Asidik ortamda Fe^{2+} ile koyu mavi çökelek oluşturur.

D) Kuvvetli indirgen özelliğe sahiptir.

E) Yapısında bulunan demir +2 değerliklidir.

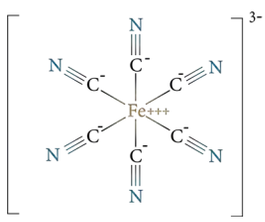
4. III. grup anyonlar Zn^{2+} iyonu ile nötr veya bazik ortamda ……(I)……, ……(II)……, ……(III)……, ……(IV)…… bileşiklerini oluşturarak çökelir.

Yukarıdaki cümlede boş bırakılan yerlere hangi bileşik gelemez?

A) $Zn_3[Fe(CN)_6]_2$ B) $ZnSO_4$

C) ZnS D) $Zn(CN)_2$

E) $K_2Zn_3[Fe(CN)_6]_2$

5. 

Açık yapısı verilen anyonun aşağıdaki katyonlar ile oluşturduğu bileşiklerden hangisinin formülü yanlış yazılmıştır?

Katyon	Bileşik Formülü
A) Zn^{2+}	$Zn_3[Fe(CN)_6]_2$
B) Cu^{2+}	$Cu_3[Fe(CN)_6]_2$
C) Cd^{2+}	$Cd_3[Fe(CN)_6]_2$
D) Fe^{2+}	$Fe[Fe(CN)_6]$
E) Co^{2+}	$Co_3[Fe(CN)_6]_2$

6. III. grup anyonlar için

I. Grup çöktürücüsü olarak $ZnCl_2$ kullanılabilir.

II. Çöktürme bazik ortamda yapılmalıdır.

III. Ca^{2+} katyonu ile çökelek vermez.

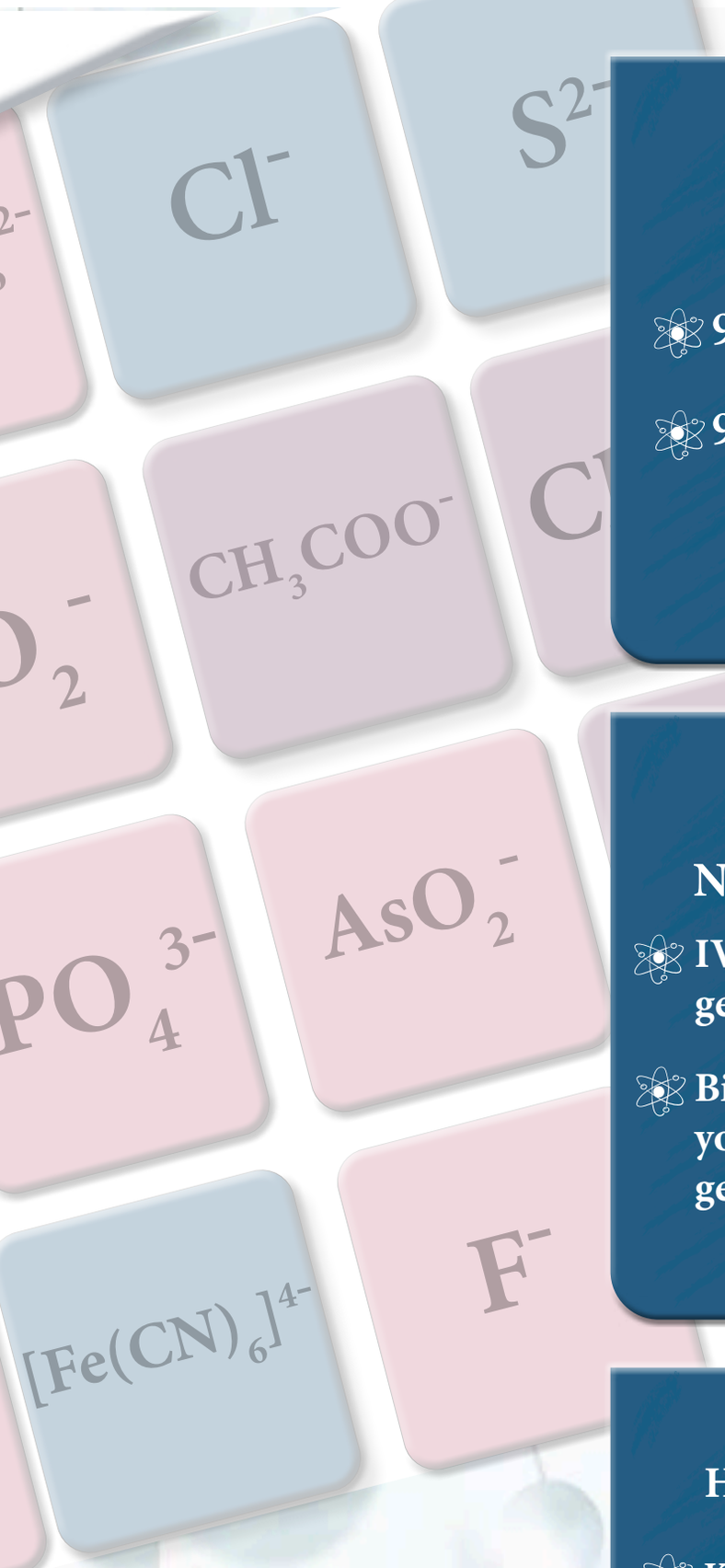
ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

9. ÖĞRENME BİRİMİ

IV. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ



KONULAR

- 9.1. IV. GRUP ANYONLARI
- 9.2. IV. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- IV. grup anyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan IV. grup anyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Kullanılan sofra tuzlarının iyotlu olması tavsiye edilmektedir. Bunun sağlık açısından önemi nedir? Araştırınız.
- Klorür ve tiyosiyanür iyonlarının katyon analizlerinde kullanılma şekillerini düşünerek bu iyonların çözeltide nasıl tanınabileceklerini tartışınız.

9.1. IV. GRUP ANYONLARI

Ag^+ iyonu ile suda çözünmeyen bileşikler oluşturan tiyosülfat ($S_2O_3^{2-}$), tiyosiyanür (SCN^-), klorür (Cl^-), bromür (Br^-) ve iyodür (I^-) iyonları **IV. grup anyonlarıdır**. Çöktürücü reaktif olarak $AgNO_3$ veya CH_3COOAg kullanılabilir. Tiyosülfatın Ag^+ ile oluşturduğu $Ag_2S_2O_3$ bileşiği su ile etkileştiği zaman Ag_2S oluşturarak bozunduğu için çözünürlük değeri yoktur.

Tablo 9.1: IV. Grup Anyonlarının Gümüş Tuzlarının Renkleri ve 25 °C'deki Çözünürlükleri

BİLEŞİK	ÇÖKELEK RENGİ	ÇÖZÜNÜRLÜK (mol/L)	ÇÖZÜNÜRLÜK (g/L)
$Ag_2S_2O_3$	Beyaz	-	-
AgSCN	Beyaz	$1{,}05.10^{-6}$	$1{,}74.10^{-4}$
AgCl	Beyaz	$1{,}35.10^{-5}$	$1{,}93.10^{-3}$
AgBr	Soluk sarı-beyaz	$7{,}07.10^{-7}$	$1{,}33.10^{-4}$
AgI	Sarı	$9{,}11.10^{-9}$	$2{,}14.10^{-6}$

9.1.1. TİYOSÜLFAT ANYONU ($S_2O_3^{2-}$)

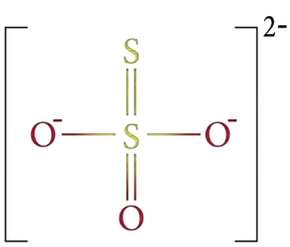
Tiyosülfat, oldukça kuvvetli bir asit olan tiyosülfürik asidin ($H_2S_2O_3$) anyonudur. Sülfat anyonundaki oksijenlerden birinin yerine S bağlanmış hâlidir. Kapalı formülüne göre hesaplama yapıldığında iyondaki kükürt atomları +2 yükseltgenme basamağına sahip gibi görünse de merkezdeki S +6, oksijenin yerine bağlanmış olan S ise -2 yükseltgenme basamağındadır. Tiyosülfat iyonu nispeten kararsız bir iyondur. Bileşikleri kolayca sülfür veya sülfat bileşiklerine dönüşebilir.



Görsel 9.1: $Na_2S_2O_3$ katısı

$Na_2S_2O_3$ (Görsel 9.1), $K_2S_2O_3$ gibi bileşikleri suda çok iyi çözünür.

Şekil 9.1'de tiyosülfat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 9.1: Tiyosülfat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Altın, gümüş gibi değerli madenlerin cevherinden istenmeyen maddelerin uzaklaştırılmasına **"liç"** denilmektedir. Altın liçinde yıllardır kullanılan siyanürün insan sağlığına ve çevreye zarar verdiği tespit edilince farklı liç kaynaklarına yönelinmiştir. Tiyosülfat da bunlardan biridir. Siyanüre göre daha fazla safsızlık giderir ve çevreye verdiği zarar daha azdır.

BİLGİ KUTUSU

Fotoğrafçılık, tekstil, kâğıt ve deri sanayisinde kullanılan tiyosülfat tuzları, kükürt eksikliği bulunan topraklarda gübre takviyesi olarak da kullanılır.

9.1.1.1. Tiyosülfat Anyonunun Analitik Özellikleri

$S_2O_3^{2-}$ anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$AgNO_3$ veya CH_3COOAg

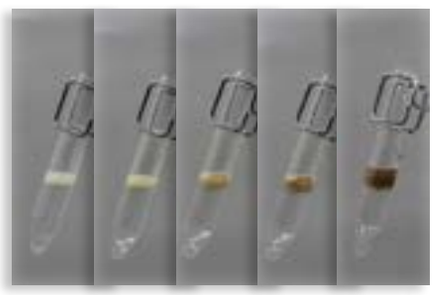
Tiyosülfat iyonları içeren çözeltiye az miktarda Ag^+ iyonları içeren çözelti eklenirse hemen çökelme meydana gelmez. Önce Ag^+ ile $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ kompleksi oluşturur.

$$Ag^+(suda) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow [Ag(S_2O_3)_2]^{3-}(suda)$$

Ag^+ iyonları ilave etmeye devam edilirse kompleks bozunur ve beyaz renkli $Ag_2S_2O_3$ çöker ancak bu bileşik kararsızdır. Sırasıyla sarı, turuncu, kahverengi, ve siyah renk alır. Renk değişimi Ag_2S oluşumundan kaynaklanır. (Görsel 9.2).

$$2Ag^+(suda) + S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow Ag_2S_2O_3(k)$$

$$Ag_2S_2O_3(k) + H_2O(s) \rightarrow Ag_2S(k) + 2H^+(suda) + SO_4^{2-}(suda)$$



Görsel 9.2: $S_2O_3^{2-}$ ın Ag^+ ile çökelmesi ve bozunarak Ag_2S oluşturması

Asitler

$S_2O_3^{2-}$ iyonları içeren çözeltiye seyreltik asit çözeltisi eklenirse önce tiyosülfürik asit çözeltisi oluşur. Bu asit kararsızdır ve dismutasyona uğrayarak SO_2 gazı ile sarı renkli elementel kükürt oluşturur (Görsel 9.3).

$$S_2O_3^{2-}(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow H_2S_2O_3(suda)$$

$$H_2S_2O_3(suda) \rightarrow SO_2(g) + S(k) + H_2O(s)$$

SO_2 gazı çıkışı 6. öğrenme biriminde sülfit iyonunun verdiği reaksiyonlarda olduğu gibi tespit edilebilir.



Görsel 9.3: $S_2O_3^{2-}$'ın asitlerle tepkimesi

Yükseltgenler

$S_2O_3^{2-}$ iyonları yükseltgenlerle tetratiyonat ($S_4O_6^{2-}$) veya kuvvetli yükseltgenlerle (MnO_4^-, $Cr_2O_7^{2-}$ gibi) sülfat (SO_4^{2-}) iyonu oluşturur. Tepkime, çözeltilerdeki renk değişimi ile takip edilir (Görsel 9.4).

$$2S_2O_3^{2-}(suda) + I_2(suda) \rightarrow 2I^-(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$
kahverengi renksiz

$$2S_2O_3^{2-}(suda) + 2Cu^{2+}(suda) \rightarrow 2Cu^+(suda) + S_4O_6^{2-}(suda)$$
mavi renksiz

$$5S_2O_3^{2-}(suda) + 8MnO_4^-(suda) + 14H^+(suda) \rightarrow 8Mn^{2+}(suda) + 10SO_4^{2-}(suda) + 7H_2O(s)$$
menekşe renksiz

$$3S_2O_3^{2-}(suda) + 4Cr_2O_7^{2-}(suda) + 26H^+(suda) \rightarrow 8Cr^{3+}(suda) + 6SO_4^{2-}(suda) + 13H_2O(s)$$
turuncu yeşil



Görsel 9.4: $S_2O_3^{2-}$ ın $Cr_2O_7^{2-}$ ile tepkimesi

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
TİYOSÜLFAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $Na_2S_2O_3$ çözeltisi
- 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 0,1 M $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi
- Nişastalı KIO_3 çözeltisi
- Saf su
- Derişik HCl çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Spatül
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Süzgeç kâğıdı
- Pastör pipeti

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 0,5 mL kadar $Na_2S_2O_3$ çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltiye çökme tamamlanıncaya kadar damla damla 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi ekleyiniz. Çökelek oluşumunu ve oluşan çökeleğin renk değişimini kontrol ediniz.	☐
5	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 0,5 mL $Na_2S_2O_3$ çözeltisi alınız. Üzerine birkaç damla derişik HCl çözeltisi damlatınız. Tüpün ağzına $K_2Cr_2O_7$ çözeltisi ile veya nişastalı KIO_3 çözeltisi ile ıslatılmış süzgeç kâğıdını yerleştirip kâğıttaki renk değişimini kontrol ediniz.	☐
6	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. $Na_2S_2O_3$ çözeltisinin $AgNO_3$ çözeltisi ile verdiği çökelme tepkimesini yazınız.
2. Tiyosülfat çözeltisine asit eklenmesi ile meydana gelen reaksiyonu yazınız.
3. $K_2Cr_2O_7$ veya nişastalı KIO_3 çözeltileri ile ıslatılmış süzgeç kâğıtlarında meydana gelen renk değişiminin nedenini açıklayınız.

9.1.2. TİYOSİYANAT (RODANÜR) ANYONU (SCN^-)

Tiyosiyanat, tiyosiyanik asidin (HSCN) anyonudur. Tiyosiyanat (SCN^-) iyonuna **rodanür** de denilmektedir. KSCN ve NH_4SCN, yaygın olarak bulunan bileşikleridir (Görsel 9.5).

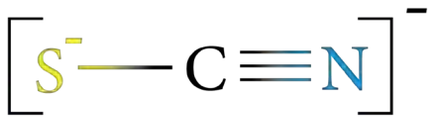
SCN^- kompleks oluşturmaya yatkın bir anyondur. Birçok madde ile kompleks oluşturarak bu maddelerin suda çözünmesini sağlar. Tiyosiyanat iyonunun Co^{2+} ile verdiği mavi renkli ($[Co(SCN)_4]^{2-}$) ve Fe^{3+} ile verdiği kırmızı renkli ($[Fe(SCN)]^{2+}$, $[Fe(SCN)_2]^+$ vb.) kompleksleri yaygın olarak bilinir.



Görsel 9.5: NH_4SCN katısı

Tiyosiyanat iyonunun birçok bileşiği suda çözünür. Suda çok az çözünen bazı bileşikleri AgSCN, $Cu(SCN)_2$, $Hg(SCN)_2$ tır. Tiyosiyanat çökelekleri asit ilave edildiğinde çözünmez.

Şekil 9.2'de tiyosiyanat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 9.2: Tiyosiyanat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Tiyosiyanat, insan vücudundaki kanda, tükürükte ve idrarda eser miktarda bulunabilir. İyot tutucu özelliğinden dolayı tiroit bezlerinde iyot toplanmasını engeller. Bu da guatr ve hipotiroit hastalıklarına neden olur.

BİLGİ KUTUSU

Tiyosiyanat, tiyosülfat gibi altın ve gümüş liçinde kullanılmaktadır. Ayrıca cıva cevherinin kantitatif tayininde tiyosiyanat bileşiklerinden yararlanılmaktadır.

9.1.2.1. Tiyosiyanat Anyonunun Analitik Özellikleri

SCN^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$AgNO_3$ veya CH_3COOAg

Tiyosiyanat içeren çözeltiye Ag^+ iyonları çözeltisi ilave edilirse beyaz renkli AgSCN bileşiği çöker (Görsel 9.6).

$$Ag^+(suda) + SCN^-(suda) \rightarrow AgSCN(k)$$

Bu çökelek, asitlerde çözünmez. Derişik NH_3 çözeltisi ilave edilirse diamin gümüş kompleksi oluşturarak çözünür. Miller ayıracı eklenirse çökelek çözünmez.

$$AgSCN(k) + 2NH_3(suda) \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+(suda) + SCN^-(suda)$$



Görsel 9.6: AgSCN çökeleği

Miller Ayıracının Hazırlanması

1,7 gram $AgNO_3$, 25,3 gram KNO_3 ve 17 mL derişik amonyak çözeltisi bir miktar saf suda çözülür ve saf su ile 1 L'ye tamamlanır.

$FeCl_3$

Tiyosiyanat iyonu asidik ortamda Fe^{3+} iyonları ile koyu kırmızı (kan kırmızısı) renkli bir çözelti oluşturur. Bu çözelti, Fe^{3+} ile rodanürün oluşturduğu komplekslerin karışımını içerir (Görsel 9.7).

$$Fe^{3+}(suda) + SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)]^{2+}(suda)$$

$$Fe^{3+}(suda) + 2SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)_2]^+(suda)$$

$$Fe^{3+}(suda) + 4SCN^-(suda) \rightarrow [Fe(SCN)_4]^-(suda)$$



Görsel 9.7: Demir ile rodanürün oluşturduğu kompleks karışımı

Ortamda F^- iyonunun aşırı bulunması hâlinde demir ile F^- kompleksleşeceği için bu renk görülmez. Elde edilen kırmızı çözelti üzerine yeterince NaF katısı ilave edilirse çözeltinin kırmızı rengi kaybolur.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
TİYOSİYANAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M KSCN çözeltisi
- 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Miller ayıracı
- 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi
- Saf su
- Derişik NH_3 çözeltisi

Araç gereç

- Tüplük
- Santrifüj tüpü
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Sıcak su banyosu
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL KSCN çözeltisi alınız.	☐
4	Çözeltiye çökme tamamlanıncaya kadar $AgNO_3$ çözeltisi ekleyiniz. Çökme tamamlandıktan sonra santrifüjleyip çökelek ve çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
5	Çökeleği birkaç kez saf su ile yıkayınız. Santrifüjle ayırdığınız yıkama suyuna HCl çözeltisi damlattığınızda bulanıklaşma oluyorsa yıkamaya devam ediniz.	☐
6	İyice yıkanmış olan çökeleği 3-4 damla su ile süspansiyon hâline getirip ikiye bölünüz.	☐
7	Birinci kısma derişik NH_3 çözeltisi, ikincisi kısma ise Miller ayıracı ilave edip çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
8	Miller ayıracı eklediğiniz karışımı santrifüjleyip çökeleği ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
9	Çökeleğin üzerine birkaç damla HCl çözeltisi ekleyip karıştırınız. 1 damla $FeCl_3$ çözeltisi ekleyiniz. Karışımın rengini kontrol ediniz.	☐
10	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. SCN^- iyonunun Ag^+ iyonları ile verdiği çökelme reaksiyonunu yazınız.
2. Beşinci işlem basamağında çökelek hangi iyonların uzaklaştırılması için yıkanmaktadır? HCl çözeltisinin eklenmesi ile meydana gelen bulanıklaşma hangi kimyasal tepkime sonucu gerçekleşmektedir? Açıklayınız.
3. Bir analizde SCN^- iyonlarının varlığını kanıtlamak için hangi işlemler yapılmalıdır? Açıklayınız.

9.1.3. KLORÜR ANYONU (Cl^-)

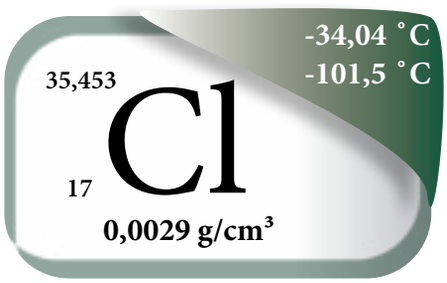
Klorür, kuvvetli bir asit olan HCl'ün anyonudur. Hg_2Cl_2, CuCl, AgCl, $PbCl_2$, SbOCl, BiOCl, Hg_2OCl_2 dışındaki birçok bileşiği suda iyi çözünür. I. grup katyonları ile oluşturduğu bileşikler suda çok az çözündüğü için bu grubun çöktürücü reaktifi olarak Cl^- iyonları kullanılmaktadır.



Görsel 9.8: Sofra tuzu

Klorür anyonu doğada çeşitli mineralleri şeklinde bulunur. En çok bulunan minerallerinden biri de sofra tuzu olarak kullanılan sodyum klorürdür (Görsel 9.8). Sodyum klorür kaya, göl ve deniz gibi kaynaklardan elde edilmektedir.

Şekil 9.3'te klor elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 9.3: Klor elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ?

Klorür iyonu, biyolojik sistemler için çok önemlidir. Bütün canlı hücrelerde bulunan klorür, hücre içi osmotik basıncı dengeler. Kanda %0,36 oranında bulunur. Mide öz suyunda HCl, KCl ve NaCl mevcuttur.

BİLGİ KUTUSU

Klorür bileşiklerinin birçok kullanım alanı vardır. Dezenfektan, kuru pil, PVC üretimi, gıda, tıp, kozmetik, kaplamacılık, ilaç, kâğıt, boya, kimya, tekstil vb. alanlarda klorür bileşiklerinden faydalanılmaktadır.

9.1.3.1. Klorür Anyonunun Analitik Özellikleri

Cl^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

$AgNO_3$ veya CH_3COOAg

Cl^- iyonları içeren çözeltiye Ag^+ iyonları içeren çözelti eklenirse beyaz renkli AgCl çöker (Görsel 9.9).

$$Ag^+(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k)$$

Bu çökelek, üzerine derişik $S_2O_3^{2-}$ çözeltisi ilave edilirse ditiyosülfato gümüş kompleksi, NH_3 çözeltisi ilave edilirse diamin gümüş kompleksi oluşturarak çözünür. Miller ayıracı eklenmesi ile tamamen olmasa da diğer grup anyonlarından ayrılarak tanınmasına yetecek kadar çözünür.

$$AgCl(k) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow [Ag(S_2O_3)_2]^{3-}(suda) + Cl^-(suda)$$

$$AgCl(k) + 2NH_3(suda) \rightarrow [Ag(NH_3)_2]^+(suda) + Cl^-(suda)$$

Diamin gümüş kompleksi içeren çözeltiye HNO_3 çözeltisi eklenirse kompleks parçalanır ve AgCl tekrar çöker.

$$[Ag(NH_3)_2]^+(suda) + 2H^+(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k) + 2NH_4^+(suda)$$



Görsel 9.9: AgCl çökeleği



Görsel 9.10: HCl buharının turnusol kâğıdına etkisi

H_2SO_4

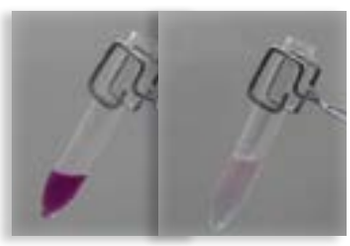
Cl^- iyonları içeren çözeltiye derişik H_2SO_4 çözeltisi eklenirse HCl buharı oluşur. Bu reaksiyonun gerçekleştiği tüpün ağzına saf su ile ıslatılmış mavi turnusol kâğıdı yaklaştırılırsa turnusolun rengi kırmızıya döner (Görsel 9.10).

$$Cl^-(suda) + H_2SO_4(suda) \rightarrow HCl(g) + HSO_4^-(suda)$$

Tüpün ağzına, açık bir amonyak şişesi yaklaştırılırsa NH_4Cl'den meydana gelen beyaz bir duman oluşur.

$$NH_3(g) + HCl(g) \rightarrow NH_4Cl(k)$$

!Uyarı: Derişik H_2SO_4 ilavesi aşırı ısınmaya sebep olacağı için işlemin dikkatli yapılması gerekmektedir.



Görsel 9.11: MnO_4^- ve Cl^- tepkimesi

Yükseltgenler

Asitli ortamda MnO_4^-, ClO_3^-, PbO_2, ClO^- gibi yükseltgenler Cl^- anyonunu klor gazına yükseltger (Görsel 9.11).

$$Cl^-(suda) + ClO^-(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow Cl_2(g) + 2H_2O(s)$$

$$10Cl^-(suda) + 2MnO_4^-(suda) + 16H^+(suda) \rightarrow 5Cl_2(g) + 2Mn^{2+}(suda) + 8H_2O(s)$$

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KLORÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M NaCl çözeltisi
- 0,1 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 3 M HNO_3 çözeltisi
- Derişik NH_3 çözeltisi
- Miller ayıracı
- 3 M HCl çözeltisi
- Saf su

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne yaklaşık 1 mL NaCl çözeltisi alınız.	☐

4	Çözeltiye çökme tamamlanıncaya kadar damla damla $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
5	Çökeleği birkaç kez saf su ile yıkayınız. Santrifüjle ayırdığınız yıkama suyuna HCl çözeltisi damlattığınızda bulanıklaşma oluyorsa yıkamaya devam ediniz.	☐
6	Çökeleği süspansiyon hâline getirip ikiye ayırınız.	☐
7	Birinci kısma derişik NH_3 çözeltisi, ikincisi kısma ise Miller ayıracı ilave edip çözünme olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
8	Miller ayıracı ilave edilen tüpte katı kalmışsa bunu santrifüj ile ayırınız. Çözeltiye hafif asidik oluncaya kadar 3 M HNO_3 çözeltisinden ilave ediniz. Bulanıklaşma olup olmadığını kontrol ediniz.	☐
9	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Cl^- iyonunun Ag^+ iyonu ile verdiği çökelme reaksiyonunu yazınız.
2. Cl^- analizini I. grup katyonlarındaki Ag^+ analizi ile kıyaslayarak farklarını ve benzerliklerini açıklayınız.

9.1.4. BROMÜR ANYONU (Br^-)

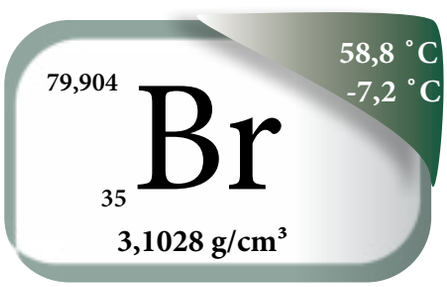
Bromür iyonu, hidrobromik asidin (HBr) anyonudur. HBr çok kuvvetli bir asit olduğu için Br^- iyonu hidroliz olmaz. Bromür iyonu da klorür gibi I. grup katyonlarla suda çözünmeyen bileşikler (Hg_2Br_2, AgBr, $PbBr_2$) oluşturur. Ayrıca CuBr, TlBr bileşikleri de suda az çözünen bileşikleridir.



Görsel 9.12: Brom sıvısı ve buharı

Brom, oda koşullarında sıvı olarak bulunan kolayca buharlaşabilen bir ametaldir (Görsel 9.12). Doğada çoğunlukla gümüş ve cıvalı mineralleri şeklinde bulunur. Deniz sularının da bromür içerdiği bilinmektedir.

Şekil 9.4'te brom elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 9.4: Brom elementinin özellikleri

BİLİYOR MUSUNUZ

Bromür, brom elementinin anyonudur. Doğadaki bromür kaynakları; deniz suyu, sıcak su kaynakları ve Lut Gölü'dür. Brom elementi oda koşullarında sıvı olan tehlikeli bir ametaldir. Adını, kötü kokusu nedeni ile, Yunancada pis kokulu anlamına gelen 'bromos' kelimesinden almıştır.

BİLGİ KUTUSU

Bromür bileşikleri; tarım kimyasallarında, böcek öldürücülerde, bazı ilaçlarda kullanılır. AgBr ışığa duyarlı olduğu için eski tip fotoğraf makinelerinin filmlerinde kullanılırdı.

9.1.4.1. Bromür Anyonunun Analitik Özellikleri

Br^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 9.13: AgBr çökeleği

$AgNO_3$ veya CH_3COOAg

Br^- iyonları içeren çözeltiye Ag^+ iyonları çözeltisi ilave edilirse soluk sarı renkli AgBr katısı çöker (Görsel 9.13).

$$Ag^+(suda) + Br^-(suda) \rightarrow AgBr(k)$$

Çökelek, üzerine tiyosülfat çözeltisi ilave edildiğinde $[Ag(S_2O_3)_2]^{3-}$ kompleksi oluşturarak suda çözünür. AgBr 'ün NH_3 ile kompleks oluşturma eğilimi az olduğu için NH_3 ve Miller ayıracında çözünmez.

$$AgBr(k) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow [Ag(S_2O_3)_2]^{3-}(suda) + Br^-(suda)$$

$$AgBr(k) + NH_3(suda) \rightarrow Kompleks\ oluşmaz$$

Çökelek, üzerine CH_3COOH çözeltisi yanında ve toz hâlinde çinko metali eklenirse Ag^+ indirgenerek metalik Ag oluşturur. Ayrıca suda çözünen çinko bromür bileşiği meydana gelir.

$$2AgBr(k) + Zn(k) \xrightarrow{CH_3COOH} 2Ag(k) + Zn^{2+}(suda) + 2Br^-(suda)$$

H_2SO_4

Br^- iyonları içeren çözeltiye 3 M H_2SO_4 çözeltisi eklenirse HBr buharı oluşur.

$$Br^-(suda) + H_2SO_4(suda) \rightarrow HBr(g) + HSO_4^-(suda)$$

Katı hâldeki bromür tuzu (NaBr, KBr vb.) üzerine derişik sülfürik asit ilave edilirse redoks reaksiyonu gerçekleşir. Elementel brom ile SO_2 gazı açığa çıkar.

$$2Br^-(suda) + H_2SO_4(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow Br_2(s) + SO_2(g) + 2H_2O(s)$$



Görsel 9.14: Br_2 un siklohekzan ile ekstraksiyonu

NaClO

Br^- iyonları içeren çözeltiye asidik ortamda hipoklorit çözeltisi ilave edilirse elementel Br_2 oluşur (Görsel 9.14). Br^- çözeltisine önce siklohekzan veya CCl_4 sonra hipoklorit çözeltisi eklenirse oluşan Br_2, siklohekzan veya CCl_4 fazına ekstrakte olur ve bu fazı sarı-turuncu renge boyar.

$$2Br^-(suda) + ClO^-(suda) + H_2O(s) \rightarrow Br_2(CCl_4'te) + Cl^-(suda) + 2OH^-(suda)$$

sarı-turuncu

Hipokloritin fazlasında BrCl veya BrO_3^- oluşacağından hipoklorit çözeltisi yavaş ve dikkatli ilave edilmelidir.

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
BROMÜR ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M NaBr çözeltisi
- 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- 0,1 M NaClO çözeltisi
- Miller ayıracı
- Zn tozu
- 3 M HCl çözeltisi
- Saf su
- Siklohekzan

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Pastör pipeti
- Spatül
- Mavi turnusol kâğıdı

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar NaBr çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar damla damla $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelekle çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
4	Çökeleği birkaç kez saf su ile yıkayınız. Santrifüjle ayırdığınız yıkama suyuna HCl çözeltisi damlattığınızda bulanıklaşma oluyorsa yıkamaya devam ediniz.	☐
5	Çökelek üzerine Miller ayıracından birkaç damla ekleyiniz. Çözünme olup olmadığını gözlemleyiniz. Değişimi Cl^- iyonunun ön denemesi ile kıyaslayınız. Çökeleği santrifüjleyerek ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
6	Çökelek üzerine 10 damla su damlatınız. Ortam asidik oluncaya kadar 3 M CH_3COOH çözeltisi ilave ediniz.	☐
7	Turnusol kâğıdı ile asitliğini kontrol ettiğiniz karışımın üzerine Zn tozu ekleyip birkaç dakika iyice karıştırınız.	☐
8	Karışımı santrifüjleyiniz. Çözelti ile çalışılacağı için çökeleği atınız.	☐
9	Çözelti üzerine 0,5 cm yüksekliğinde olacak kadar siklohekzan ekleyiniz. Siklohekzan suda çözünmeyeceği için ayrı bir faz olarak kalacaktır. Karışıma 2-3 damla 3 M HCl çözeltisi ve 2 damla kadar NaClO çözeltisi ekleyip çalkalayınız. Siklohekzan fazında oluşan rengi kontrol ediniz.	☐
10	Karışıma NaClO çözeltisinin aşırısını ilave ediniz. Siklohekzan fazında renk değişimini kontrol ediniz.	☐
11	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Sekizinci işlem basamağında Zn eklendikten sonra santrifüjle ayrılıp atılan katıda hangi maddelerin bulunabileceğini belirtiniz.

2. Bir analizde Br^- iyonlarının varlığı hangi işlemlerle belirlenir? Açıklayınız.

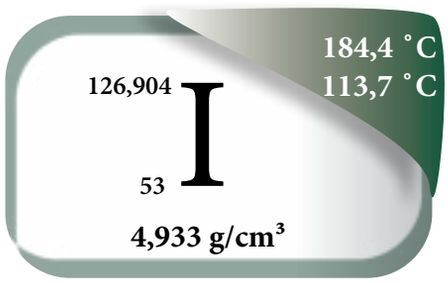
9.1.5. İYODÜR ANYONU (I^-)

I^- anyonu bilinen en kuvvetli asitlerden biri olan HI asidinin anyonudur. İyodürün birçok bileşiği suda iyi çözünürken AgI, PbI_2, Hg_2I_2, CuI, HgI_2 gibi birkaç bileşiği suda az çözünür. Tuzları sarı renklidir. İyodür kuvvetli indirgen özelliğe sahip bir iyondur. İyot, oda koşullarında katı hâlde bulunan bir ametaldir (Görsel 9.15).



Görsel 9.15: İyot katısı

Şekil 9.5'te iyot elementinin bazı özellikleri verilmiştir.



Şekil 9.5: İyot elementinin özellikleri

BİLGİ KUTUSU

İyodür, sofra tuzlarının iyot bakımından zenginleştirilmesi amacıyla kullanılmaktadır.

9.1.5.1. İyodür Anyonunun Analitik Özellikleri

I^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 9.16: AgI çökeleği

$AgNO_3$ veya CH_3COOAg

İyodür iyonları içeren çözeltiye Ag^+ iyonları ilave edilirse sarı renkli AgI katısı çöker (Görsel 9.16).

$$Ag^+(suda) + I^-(suda) \rightarrow AgI(k)$$

Çökelek NH_3 çözeltisinde çözünmez. Tiyosülfat ile kompleks oluşturarak çözünür.

$$AgI(k) + 2S_2O_3^{2-}(suda) \rightarrow [Ag(S_2O_3)_2]^{3-}(suda) + I^-(suda)$$

$$AgI(k) + NH_3(suda) \rightarrow \text{Kompleks oluşmaz}$$

Çökelek üzerine CH_3COOH çözeltisi ile birlikte toz hâlinde çinko metali eklenirse Ag^+ indirgenir, metalik Ag katısı ve suda çözünen çinko iyodür bileşiği oluşur.

$$2AgI(k) + Zn(k) \xrightarrow{CH_3COOH} 2Ag(k) + Zn^{2+}(suda) + 2I^-(suda)$$



Görsel 9.17: I_2 un siklohekzan ile ekstraksiyonu

Yükseltgenler

I^- iyonları, H_2SO_4, ClO^- gibi yükseltgenlerle elementel I_2 a dönüşür. Oluşan I_2; siklohekzan, CCl_4, kloroform gibi organik bir çözücü ile ekstrakte edilirse organik fazı mora boyar (Görsel 9.17). I_2 üzerine nişasta çözeltisi eklenirse I_2 un nişasta tarafından adsorbe edilmesi ile rengi maviye dönüşür (Görsel 9.18). I_2 üzerine ClO^- in aşırısı eklenirse yükseltgenmeye devam ederek renksiz IO_3^- oluşturur.



Görsel 9.18: I_2 un nişastada adsorblanması

$$2I^-(suda) + ClO^-(suda) + H_2O(s) \rightarrow \underset{\text{mor}}{I_2(CCl_4\text{'te})} + Cl^-(suda) + 2OH^-(suda)$$

$$2H_2SO_4(suda) + 2I^-(suda) \rightarrow I_2(suda) + SO_2(g) + 2H_2O(s) + SO_4^{2-}(suda)$$

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
İYOT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M NaI çözeltisi
- 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 3 M CH_3COOH çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Zn tozu
- Siklohekzan
- 0,1 M NaClO çözeltisi
- 3 M HCl çözeltisi
- Nişasta çözeltisi

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Damlalıklı şişe
- Baget
- Santrifüj cihazı
- Mavi turnosol kâğıdı
- Pastör pipeti

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar NaI çözeltisi alınız. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar damla damla $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Karışımı santrifüjleyerek çökelekle çözeltiyi ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐
4	Çökeleği birkaç kez saf su ile yıkayınız. Santrifüjle ayırdığınız yıkama suyuna HCl çözeltisi damlattığınızda bulanıklaşma oluyorsa yıkamaya devam ediniz.	☐
5	Çökelek üzerine 10 damla su damlatınız ve ortam asidik olana kadar 3 M CH_3COOH çözeltisi ilave ediniz.	☐
6	Turnusol kâğıdı ile asitliğini kontrol ettiğiniz karışım üzerine Zn tozu ekleyip birkaç dakika iyice karıştırınız.	☐
7	Karışımı santrifüjleyiniz. Çözelti ile çalışılacağı için çökeleği atınız. Çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne bölünüz.	☐
8	Birinci tüpe 5-6 damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ilave ediniz. Üzerine 2-3 damla nişasta çözeltisi ilave ederek renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
9	İkinci tüpe 0,5 cm yüksekliğinde siklohekzan ekleyiniz. Siklohekzan suda çözünmeyeceği için ayrı bir faz olarak kalacaktır. Karışıma 2 damla kadar NaClO çözeltisi ekleyip çalkalayınız. Siklohekzan fazında oluşan rengi kontrol ediniz.	☐
10	Karışıma NaClO çözeltisinin aşırısını ilave ediniz. Renk değişimini kontrol ediniz.	☐
11	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

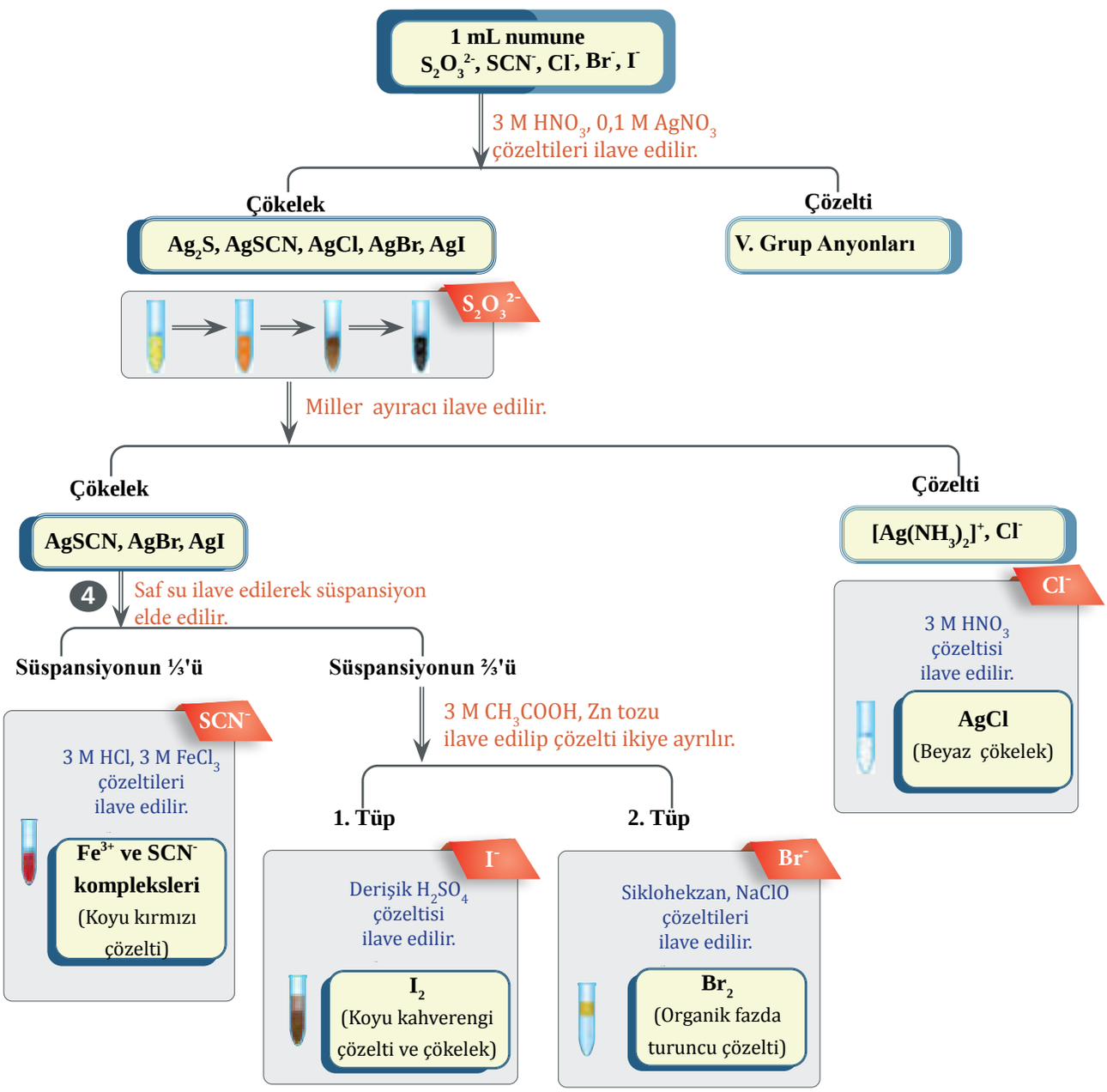
Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Onuncu işlem basamağında NaClO çözeltisinin aşırısının eklenmesi ile çözeltinin renginin değişme nedenini açıklayınız.
2. Bir analizde I^- iyonlarının varlığının hangi işlemle anlaşılabileceğini belirtiniz.

9.2. IV. GRUP ANYONLARIN TOPLU ANALİZİ

Bu gruptaki anyonları çöktürmek için $AgNO_3$ veya CH_3COOAg çözeltisi kullanılabilir. Ag^+ iyonları ilavesiyle grup anyonlarının gümüş tuzları çöker. Çöken tuzların hepsi açık renklidir (beyaz veya sarı). Çözeltide tiyosülfat iyonu varsa çökelekteki $Ag_2S_2O_3$ hemen Ag_2S oluşturarak bozunup siyahlaşır. Çökelekte siyahlaşma olması numunede $S_2O_3^{2-}$ iyonlarının varlığını kanıtlar. Bu aşamada oluşan Ag_2S'ün diğer anyonların tespit edilmesine bir etkisi yoktur.

Miller ayıracındaki Ag^+ iyonlarının varlığı, AgSCN ve AgBr'ün NH_3 ile kompleksleşerek çözünmesine engel olur. AgCl ise Miller ayıracı ile karışımdan analize yetecek kadar ayrılabilir. Ancak ortamda serbest Ag^+ iyonlarının fazla olması AgCl'ün çözünmesini de zorlaştıracağı için çökelek önce iyice yıkanmalıdır. Bu şekilde elde edilen çözeltide Cl^- iyonu, çökelekte ise geriye kalan iyonlar (SCN^-, Br^- ve I^-) aranır. II. grup anyonlarının toplu analizi Şema 9.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 9.1: IV. grup anyonlarının toplu analizi

6. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
IV. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- ▶ 0,1 M $Na_2S_2O_3$ çözeltisi
- ▶ 0,1 M NaSCN çözeltisi
- ▶ 0,1 M NaCl çözeltisi
- ▶ 0,1 M NaBr çözeltisi
- ▶ 0,1 M NaI çözeltisi
- ▶ 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- ▶ 3 M HNO_3 çözeltisi
- ▶ 3 M HCl çözeltisi
- ▶ 3 M NH_3 çözeltisi
- ▶ Miller ayıracı
- ▶ 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi
- ▶ 3 M CH_3COOH çözeltisi
- ▶ Çinko tozu
- ▶ 0,1 M NaClO çözeltisi
- ▶ Siklohekzan
- ▶ Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- ▶ Saf su
- ▶ Nişasta çözeltisi

Araç gereç

- ▶ Santrifüj tüpü
- ▶ Tüplük
- ▶ Damlalıklı şişe
- ▶ Baget
- ▶ Santrifüj cihazı
- ▶ Spatül
- ▶ Pastör pipeti

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Numune çözeltisinden 1 mL kadar santrifüj tüpüne alınız. Çözeltiyi 2-3 damla NH_3 çözeltisi ile bazik hâle getiriniz. Üzerine çökme tamamlanıncaya kadar $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Çökme sırasında ve sonrasında çökeleğin rengini kontrol ediniz. Beyaz çökeleğin sarıdan siyaha kadar renk değiştirmesi $S_2O_3^{2-}$ iyonunun varlığını gösterir. **! IV. grup anyonlarının Ag^+ ile verdikleri çökelme reaksiyonlarını yazınız.**	☐
4	Elde edilen çökeleği santrifüjleyerek çökeleği çözeltiden ayırınız. Çözeltiyi dökünüz.	☐

5	Çökeleği 3 M HNO_3 eklenmiş saf su ile birkaç kez yıkayınız. Her defasında yıkama suyunu ayırdıktan sonra yıkama suyuna 1-2 damla 3 M HCl çözeltisi ekleyerek kontrol ediniz. Bulanıklaşma varsa çökeleği yıkamaya devam ediniz. Bulanıklaşma olmuyorsa çökeleği saf su ile yıkayarak HNO_3 çözeltisini de uzaklaştırınız. **!Yıkama suyunun HCl ile bulanıklaşması hangi istenmeyen iyonun varlığını gösterir? Açıklayınız.**	☐
6	Çökelek üzerine Miller ayıracından 10 damla ekleyip iyice karıştırınız. Karışımı santrifüjleyiniz. Çökelek ile çözeltiyi ayırınız. İkisinde de farklı maddeler aranacağı için çözeltiyi de çökeleği de **saklayınız.**	☐
7	Santrifüj ile elde edilen çözelti üzerine asidik oluncaya kadar HNO_3 çözeltisinden damla damla ilave ediniz. Beyaz çökelek oluşması Cl^- iyonu varlığını gösterir. **!HNO_3 eklenmesi ile oluşan beyaz çökeleğin formülünü tepkime denklemi ile gösteriniz. Bu tepkimeden daha önce hangi iyonun bulunmasında yararlanılmıştır? Açıklayınız.**	☐
8	Altıncı işlem basamağında elde edilen çökeleği birkaç damla saf su ile süspansiyon hâline getirip ⅓ ve ⅔ oranında olacak şekilde ikiye ayırınız.	☐
9	⅓'lük kısımda SCN^- iyonu aranacaktır. Bunun için karışıma 3 M HCl çözeltisi ve 1 damla $FeCl_3$ çözeltisi damlatınız. Oluşan koyu kırmızı renk SCN^- iyonlarının varlığını kanıtlar. **!Koyu kırmızı renk hangi maddelerden kaynaklanmaktadır? Yazınız.**	☐

10	Çökeleğin ⅔'lük kısmında I^- ve Br^- iyonları aranacaktır. Bunun için karışım üzerine 5-6 damla daha saf su ekleyiniz. Asidik oluncaya kadar 3 M CH_3COOH çözeltisi ekleyip spatül ucu ile bir miktar Zn tozu ilave ediniz. Santrifüjleyip çökelek ile çözeltiyi ayırınız. Çökelek, eklenen Zn'un fazlası ve metalik gümüşten oluşmaktadır. Kullanılmayacağı için çökeleği atınız. **!Metalik Ag'ün çökelekteki tuzlardan oluşum reaksiyonlarını yazınız.**	☐
11	Elde edilen çözeltiyi ikiye ayırınız. Birinci kısma 2-3 damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ilave ediniz. Çözeltinin kahverengiye dönüşmesi ve dibinde kahverengi I_2 katısının oluşması I^- iyonlarının varlığını gösterir. Emin olmak için karışıma nişasta çözeltisi ekleyiniz. Karışımın koyu mavi renk alması numunede I^- varlığını kanıtlar. **!H_2SO_4 eklenmesi ile gerçekleşen tepkimenin denklemini yazınız.**	☐
12	Çözeltinin ikinci kısmına yaklaşık 0,5 cm yüksekliğinde siklohekzan ekleyiniz. Daha sonra 1-2 damla NaClO çözeltisi ekleyerek çalkalayınız. Siklohekzan fazının mor renkli olması I^- iyonlarının varlığını gösterir. Üzerine mor renk kayboluncaya kadar damla damla NaClO çözeltisi ekleyip çalkalayınız. Mor renk kaybolduktan sonra 3 M HCl çözeltisi ile ortamı asidik hâle getiriniz. Üzerine 1-2 damla daha NaClO çözeltisi ilave ediniz. Siklohekzan fazının turuncu renkli olması Br^- iyonlarının varlığını kanıtlar. Hipokloritin aşırısı Br^- iyonunu BrO_3^-'a kadar yükseltgeyeceği için turuncu rengin görünmesine engel olur. Bu nedenle tek seferde fazla miktarda hipoklorit ilavesinden kaçınınız. **!I^- ve Br^- iyonlarının hipoklorit ile verdikleri reaksiyonları yazınız.**	☐
13	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. $AgNO_3$ ile grup anyonları çöktürüldükten sonra renkte yavaş yavaş siyaha kadar giden koyulaşmanın olması hangi bileşiğin oluştuğunu gösterir? Açıklayınız.

.....

2. Beşinci işlem basamağında Miller ayıracı eklemeden önce çökelek neden tekrar yıkanmaktadır? Kısaca açıklayınız.

.....

3. SCN^- iyonunun aranmasında yararlanılan dokuzuncu işlem basamağındaki tepkimeden, daha önce hangi iyonun varlığının belirlenmesinde yararlanılmıştır? Açıklayınız.

.....

4. On birinci işlem basamağında nişasta ile mavi renk veren madde nedir? Yazınız.

.....

5. On ikinci işlem basamağında, siklohekzan fazında mor ve turuncu renk veren maddelerin hangileri olduğunu sırasıyla yazınız.

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....

Sınıfı : .....

Numarası : .....

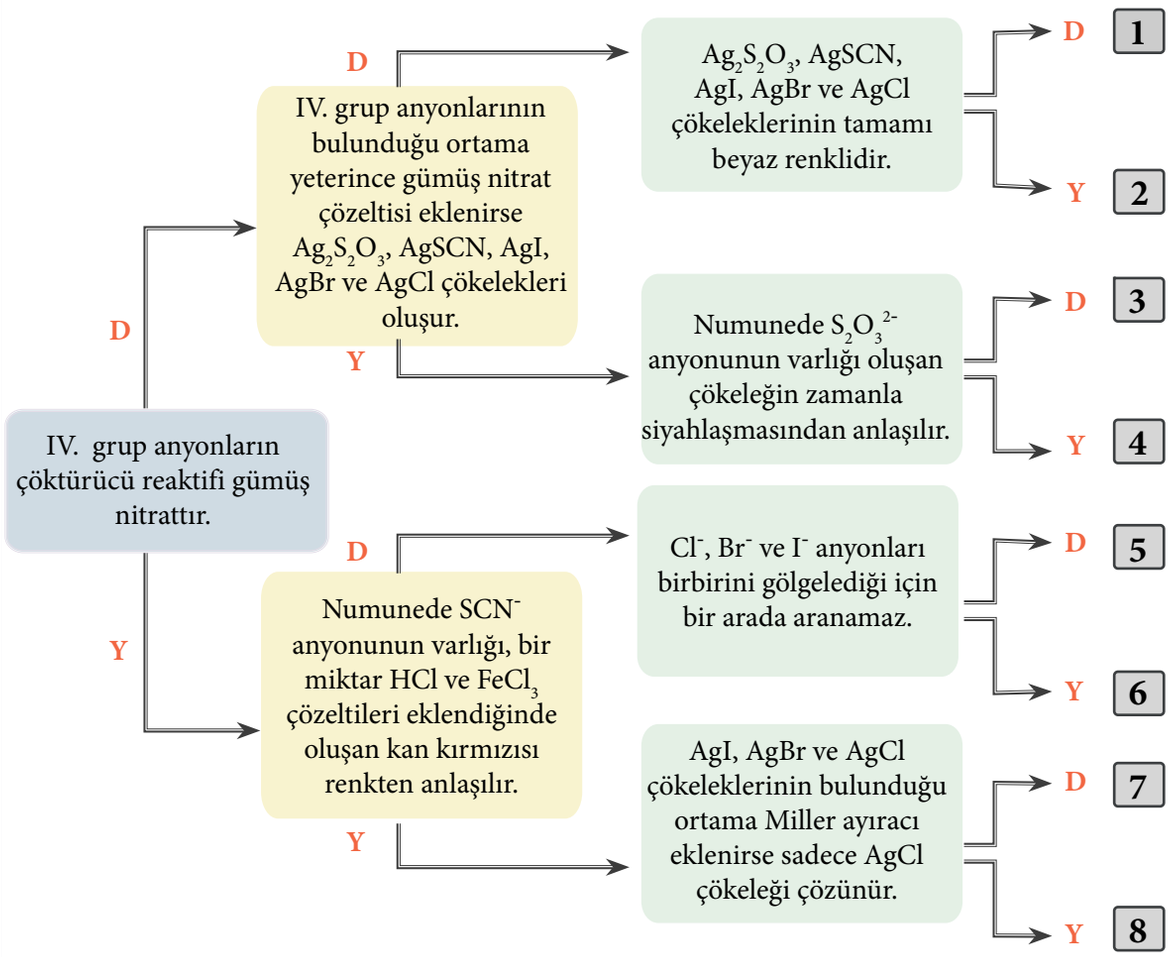
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **4 puan** (**4x5=20 puan**),
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir anyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. IV. grup anyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. IV. grup anyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) IV. grup anyonlarının gümüş bileşikleri suda iyi çözünür.

.....

b. ( ) IV. grup anyonları $S_2O_3^{2-}$, SCN^-, Cl^-, Br^-, I^- iyonlarından oluşur.

.....

c. ( ) $S_2O_3^{2-}$ anyonunun numunede olup olmadığına IV. grup anyonların çöktürülmesi esnasında karar verilebilir.

.....

ç. ( ) Dördüncü grup anyonları çöktürüldükten sonra Cl^- iyonu aramak için çökeleğe asetik asit eklenir.

.....

d. ( ) I^-, Br^- ve Cl^- iyonları hipoklorit çözeltisi ile elementel hâle dönüştürülebilir.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

NO_2^-	Cl^-	SCN^-
Br^-	S^{2-}	I^-
$S_2O_3^{2-}$	ClO_3^-	SO_3^{2-}

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri dördüncü grup anyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki çökelme reaksiyonlarını tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Ag^+ + S_2O_3^{2-} \rightarrow$.....

b. $Ag^+ + SCN^- \rightarrow$.....

c. $Ag^+ + Cl^- \rightarrow$.....

ç. $Ag^+ + Br^- \rightarrow$.....

d. $Ag^+ + I^- \rightarrow$.....

3. IV. grup anyonlarından $S_2O_3^{2-}$ anyonu Ag^+ katyonu ile çökelek oluşturur.
Bu çökeleğin sudaki çözünürlüğünün belirlenememesinin nedenini açıklayınız.

4. SCN^- anyonunun Fe^{3+} ile oluşturduğu kompleks karışımı kırmızı renklidir. Bu karışıma NaF çözeltisi ilave edilmesi ile kırmızı renk kaybolur.

NaF çözeltisi ilave edilmesiyle karışımdaki rengin kaybolmasının sebebi nedir?

5. Musluk suyunda klor olup olmadığını merak eden Efe, musluk suyuna nasıl bir analiz yapmalıdır?

6. IV. grup anyonlarının nitel analiz uygulama çalışmasında kendisine verilen numunede Br^- ve I^- bulan Zeynep, yaptığı analiz ile ilgili aşağıdaki notları alıyor.

Zeynep'in aldığı notların doğru ve yanlış olanlarını ilgili kutucuğu işaretleyerek belirtiniz.

1	Grup belirteci ile AgBr ve AgI bileşiklerini verir.	D	Y
2	Her iki anyonun da grup belirteci ile oluşturdukları çökelekler tiyosülfat çözeltisinde çözünür.	D	Y
3	Her iki anyonun da grup belirteci ile oluşturduğu çökeleklerin rengi sarıdır.	D	Y
4	Toplu analizde her iki anyon da sodyum sülfat çözeltisi ile belirlenir.	D	Y
5	AgBr ve AgI bileşikleri Miller ayıracı ile çözünür.	D	Y

7. Yoğunluğu 1,05 g/mL olan %100'lük CH_3COOH sıvısından 3 M 250 mL CH_3COOH çözeltisi nasıl hazırlanır?
(CH_3COOH: 60 g/mol)

8. 3 M 250 mL NH_3 çözeltisi elde etmek için 6 M NH_3 çözeltisinden kaç mL alınmalıdır?

9. 0,1 M 100 mL NaCl çözeltisi hazırlamak için kaç gram NaCl tartılmalıdır?
(NaCl: 58,5 g/mol)

10. **0,5 M 250 mL $AgNO_3$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $AgNO_3$ tartılmalıdır?**
($AgNO_3$: 170 g/mol)

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Klorür anyonu ile ilgili aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Grup çöktürücüsü ile oluşturduğu AgCl çökeleği beyaz renklidir.

B) Gümüş nitrat ile oluşturduğu çökelek NH_3 çözeltisinde çözünür.

C) Cl^- iyonunu Br^- ve I^- anyonlarından ayırmak için Miller ayıracı kullanılır.

D) $KMnO_4$ ile indirgenme tepkimesi verir.

E) Na^+ iyonu ile oluşturduğu NaCl bileşiği yemek tuzu olarak bilinir.

2. **Tiyosiyanat anyonu ile ilgili aşağıdaki ifadelerden hangisi doğrudur?**

A) Grup çöktürücüsü ile oluşturduğu çökelek mavi renklidir.

B) AgSCN çökeleği üzerine asidik $FeCl_3$ çözeltisi eklenirse kırmızı renkli bir çözelti oluşur.

C) Gümüş nitrat ile oluşturduğu çökelek Miller ayıracında çözünür.

D) Katyonlar ile oluşturduğu bütün çökelekler suda iyi çözünür.

E) Bazik ortamda CN^- iyonuna dönüşür.

3. NaI çözeltisi ile $AgNO_3$ çözeltisi karıştırıldığında açık sarı renkli bir çökelek oluşur.

Bu tepkimede oluşan çökeleğin formülü aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?

A) $NaNO_3$ B) $NaNO_2$

C) AgI D) AgCl

E) $AgNO_2$

4. **Tiyosülfat anyonu ile ilgili aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Ag^+ ile oluşturduğu çökelek beyaz renklidir.

B) $Ag_2S_2O_3$ zamanla Ag_2S çökeleğine dönüşür.

C) Tiyosülfürik asidin iyonlaşması ile oluşur.

D) Krom(III) iyonunu dikromata yükseltger.

E) Asitlerle tepkimesinden elementel kükürt oluşur.

5. **IV. grup anyonları için**

I. Grup çöktürücüsü olarak CH_3COOAg kullanılabilir.

II. Oluşan çökeleklerin tamamı beyaz renklidir.

III. Zn^{2+} katyonu ile çökelek vermez.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III

D) II ve III E) I, II ve III

10. ÖĞRENME BİRİMİ

V. GRUP ANYONLARININ ANALİZİ

KONULAR

- 10.1. V. GRUP ANYONLARI
- 10.2. V. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

NELER ÖĞRENECEKSİNİZ?

- V. grup anyonlarının tanınması için gerekli reaksiyonlar
- Bir numunede bulunan V. grup anyonlarının analizi için takip edilmesi gereken işlem basamakları

HAZIRLIK ÇALIŞMALARI

- Salatalarda, yemeklerde, temizlikte kullanılan sirke, kendine has keskin bir kokuya sahiptir. Bu kokunun kaynağı ne olabilir? Açıklayınız.
- İlk dört grup anyonlarını çöktürmek için kullanılan bileşikler çöktürücü katyonun nitrat veya asetat çözeltileridir. Bunun nedeni ne olabilir? Tartışınız.

10.1. V. GRUP ANYONLARI

I, II, III ve IV. grup anyonlarıyla çökmeyen nitrat, nitrit, asetat ve klorat anyonları **V. grup anyonları** olarak adlandırılır. NO_3^-, NO_2^-, CH_3COO^- ve ClO_3^- anyonları, numuneden ayrı ayrı örnekler alınarak analiz edilir. Diğer anyon gruplarının incelemelerinde nitratlı veya asetatlı bileşikler grup çöktürücüsü olarak kullanılır. Anyonların toplu analizleri nitrat bileşikleri ile yapılmışsa NO_3^-, asetatlı bileşiklerle yapılmışsa CH_3COO^- iyonu, ana örnekten alınan numunede aranmalıdır. V. grup anyonlarının çöktürücü reaktifi yoktur.

10.1.1. NİTRİT ANYONU (NO_2^-)

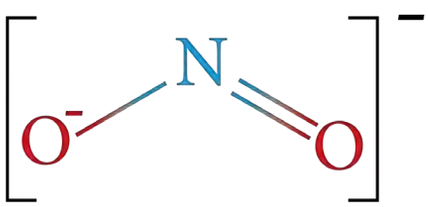
Nitrit, nitröz asidin (HNO_2) anyonudur. Nitröz asit, karbonik asit ve sülfüröz asidi gibi saf hâlde elde edilemez. Bozunmasıyla NO ve NO_2 gazlarını ve NO_3^- anyonunu oluşturur. Nitrit anyonu nitröz asitten daha kararlı bir yapıya sahiptir.



Görsel 10.1: $NaNO_2$ katısı

Nitrit hem indirgen hem de yükseltgen bir iyondur. MnO_4^- iyonunu Mn^{2+} ya indirgerken I^- iyonununu I_2 katısına yükseltger. Nitrit anyonu, $NaNO_2$ (Görsel 10.1), KNO_2, $AgNO_2$, $Ca(NO_2)_2$ gibi metal tuzları oluşturur. Gümüş nitrit hariç bütün nitritler suda kolayca çözünür. Nitrit anyonu hekzanitrito kobaltat(III) kompleksini $[Co(NO_2)_6]^{3-}$ oluşturur.

Şekil 10.1'de nitrit anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 10.1: Nitrit anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Nitrit iyonu, hemoglobine bağlanarak kanın O_2 taşıma kapasitesinin azalmasına sebep olur. Bu durum küçük çocuklarda **mavi bebek sendromu** olarak bilinir. Nitrit, bazı aminlerle tepkimeye girerek kanserojen maddeler oluşturur.

BİLGİ KUTUSU

Nitrit, gübre endüstrisinde ve et ürünlerinde katkı maddesi olarak kullanılmaktadır. Yüksek miktarda alınması durumunda insan sağlığı için zararlıdır. Bu nedenle kullanımı yönetmeliklerle sınırlandırılmıştır.

10.1.1.1. Nitrit Anyonunun Analitik Özellikleri

NO_2^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.



Görsel 10.2: Nitrit anyonunun asitlerle tepkimesi

Asitler

NO_2^- iyonları içeren çözeltiye seyreltik H_2SO_4 veya seyreltik HCl çözeltisi eklenirse çözeltide nitröz asit (HNO_2) meydana gelir. HNO_2 kararsız bir bileşik olduğu için parçalanarak NO ve kahverengi NO_2 gazına dönüşür (Görsel 10.2) .

$$\mathbf{NO_2^-(suda) + H^+(suda) \rightarrow HNO_2(suda)}$$

$$\mathbf{2HNO_2(suda) \rightarrow H_2O(s) + NO(g) + NO_2(g)}$$

Bu reaksiyon soğuk çözelti ile gerçekleştirilirse geçici bir mavi renk meydana gelir. Bu mavi renk soğukta NO ve NO_2 in birleşmesi ile oluşan N_2O_3 ten kaynaklanır.

$$NO(suda) + NO_2(suda) \rightarrow N_2O_3(suda)$$

$FeSO_4$ (Kahverengi Halka Testi)

Nitrit iyonları içeren çözeltiye asitli ortamda $FeSO_4$ çözeltisi eklendiğinde iki fazın birleştiği yerde kahverengi bir halka görünür (Görsel 10.3). Bu halka $[Fe(NO)]^{2+}$ kompleksinden kaynaklanır.

$$Fe^{2+}(suda) + HNO_2(suda) + H^+(suda) \rightarrow Fe^{3+}(suda) + NO(suda) + H_2O(s)$$

$$Fe^{2+}(suda) + NO(suda) \rightarrow [Fe(NO)]^{2+}(suda)$$

Ortamda Fe^{2+} ile renkli bileşikler oluşturan Br^-, I^- gibi iyonlar varsa reaksiyon bozulur.



Görsel 10.3: Kahverengi halka testi

Zn ve Al Metalleri

Metalik çinko ve alüminyum, bazik ortamda nitrit anyonunu amonyağa indirger.

$$3Zn(k) + NO_2^-(suda) + 5OH^-(suda) \rightarrow NH_3(g) + 3ZnO_2^{2-}(suda) + H_2O(s)$$

$$2Al(k) + NO_2^-(suda) + OH^-(suda) + H_2O(s) \rightarrow NH_3(g) + 2AlO_2^-(suda)$$

Amonyak çıkışı, kokusundan ve tüpün ağzına yaklaştırılan ıslak kırmızı turnusol kâğıdının maviye dönüşünden anlaşılabilir (Görsel 10.4).



Görsel 10.4: NH_3 gazının çıkışı

KI

NO_2^-, asidik ortamda iyodürü serbest iyoda (I_2) yükseltger. Çözelti iyodun renginden dolayı kahverengi olur. Reaksiyon ortamına siklohekzan gibi organik bir çözücü eklenip çalkalanırsa serbest iyot organik çözücü fazına ekstrakte olur ve bu fazı mora boyar (Görsel 10.5).

$$2NO_2^-(suda) + 2I^-(suda) + 4H^+(suda) \rightarrow I_2(k) + 2NO(g) + 2H_2O(s)$$



Görsel 10.5: I_2 un siklohekzan fazını mora boyaması

$KMnO_4$

NO_2^- anyonu, asitli ortamda permanganatı mangan (II)'ye indirgerken kendi de nitrata yükseltgenir. İndirgenme sonucu permanganatın karakteristik mor rengi kaybolur (Görsel 10.6).

$$5NO_2^-(suda) + 2MnO_4^-(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow 2Mn^{2+}(suda) + 5NO_3^-(suda) + 3H_2O(s)$$



Görsel 10.6: MnO_4^- ın NO_2^- ile tepkimesi

Amonyum Tuzları

NO_2^- iyonları NH_4^+ iyonları ile yükseltgenme-indirgenme reaksiyonu vererek N_2 gazı oluşturur. Nitrit ve nitratın aynı numunede aranacağı analizlerde nitriti ortamdan uzaklaştırmak için bu yöntem kullanılır.

$$NH_4^+(suda) + NO_2^-(suda) \rightarrow N_2(g) + 2H_2O(s)$$



Görsel 10.7: NO_2^- ile üre tepkimesi

Üre

Nitrit iyonları içeren çözeltiye spatül ucuyla biraz üre eklenip asitlendirilirse belirgin bir gaz çıkışı olur. Oluşan gaz, CO_2 ve N_2 karışımıdır (Görsel 10.7).

$$2NO_2^-(suda) + 2H^+(suda) + CO(NH_2)_2(k) \rightarrow CO_2(g) + 2N_2(g) + 3H_2O(s)$$

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
NİTRİT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $NaNO_2$ çözeltisi
- 0,1 M $FeSO_4$ çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- Zn metali
- Üre

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Pastör pipet
- Damlalıklı şişe
- Santrifüj cihazı
- Kırmızı turnusol kâğıdı
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL $NaNO_2$ çözeltisi alıp 1-2 damla H_2SO_4 çözeltisi ile asitlendiriniz. Üzerine 1 mL $FeSO_4$ çözeltisi ekleyiniz. Çözeltide renk oluşumunu gözlemleyiniz.	☐
4	Bir santrifüj tüpüne 1 mL $NaNO_2$ çözeltisi alarak 2-3 damla 3 M NaOH çözeltisi ekleyiniz. İçine bir parça Zn metali atınız. Tüpün ağzına ıslatılmış turnusol kâğıdını tutarak turnusoldaki renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
5	Bir santrifüj tüpüne 1 mL $NaNO_2$ çözeltisi alarak 2-3 damla H_2SO_4 çözeltisi ile asitlendiriniz. Üzerine bir spatül üre ekleyerek gaz çıkışını gözlemleyiniz.	☐
6	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Üçüncü işlem basamağında meydana gelen renk oluşumunun nedenini açıklayınız.
2. Beşinci işlem basamağında oluşan gaz çıkışının sebebini açıklayınız.

10.1.2. NİTRAT ANYONU (NO_3^-)

Nitrat iyonu, nitrik asidin (HNO_3) anyonudur. Nitrik asit çok kuvvetli bir asit olduğu için nitrat tuzları asitlerle hidroliz olmaz. Üre nitrat, $BiONO_3$ ve $HgO.Hg(NO_3)_2$ dışındaki nitrat bileşikleri suda çözünür.

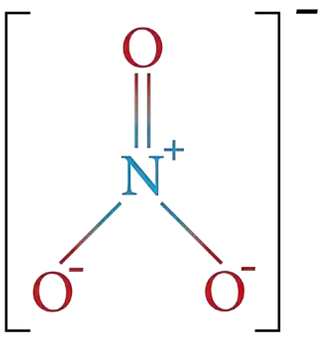
Nitrat bileşikleri ısıtıldıkları zaman çoğunlukla oksijen ve azot oksitlerini oluşturarak parçalanır.

Doğada güherçile adı verilen potasyum nitrat minerali şeklinde bulunur (Görsel 10.8). Nitrat bileşikleri sentetik olarak da elde edilebilmektedir.

Şekil 10.2'de nitrat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Görsel 10.8: Potasyum nitrat minerali



Şekil 10.2: Nitrat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Azot, yaşam için önemli elementlerden biridir. Proteinlerin, DNA ve RNA'nın, besinlerden elde edilen enerjinin kimyasal olarak depolandığı ATP molekülünün yapısında azot elementi bulunur. Atmosferin %78'i azot olmasına rağmen bitkiler bu azotu kullanılamaz çünkü N_2 molekülündeki üçlü bağın kırılması oldukça zordur. Bitkiler, azotu kullanabilmek için topraktan amonyum (NH_4^+) ve nitrat (NO_3^-) şeklinde almalıdır. Azotu bu formlara dönüştürme işini kısmen yıldırımlar, daha büyük oranda ise mikroorganizmalar gerçekleştirir. Mikroorganizmalar açısından zengin olan topraklarda yetişen bitkiler azot ihtiyaçlarını kolayca karşılar. Toprağın nitrat ve amonyumca fakir olması durumunda bu iyonları içeren gübrelerle desteklenmesi gerekir.

BİLGİ KUTUSU

Asidik ortamda nitrat iyonu, özellikle organik maddeler için iyi bir yükseltgendir. Bu yüzden patlayıcı üretiminde nitrik asit yaygın biçimde kullanılmaktadır.

10.1.2.1. Nitrat Anyonunun Analitik Özellikleri

NO_3^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Derişik H_2SO_4

Seyreltik asitler ile reaksiyon vermeyen nitrat, derişik H_2SO_4 ile ısıtıldığında oluşan HNO_3 kısmen parçalanır. Parçalanma sonucu O_2 ve NO_2 gazları oluşur. NO_2 gazı kırmızı-kahverengi rengi ile kolayca tanınır.

$$NO_3^-(suda) + H_2SO_4(suda) \rightarrow HSO_4^-(suda) + HNO_3(suda)$$

$$4HNO_3(suda) \rightarrow 2H_2O(s) + 4NO_2(g) + O_2(g)$$



Görsel 10.9: Kahverengi halka testi

$FeSO_4$ (Kahverengi Halka Testi)

Nitrat çözeltisi üzerine 2 damla 0,1 M $FeSO_4$ çözeltisi ilave edilip tüpün kenarından dikkatlice derişik H_2SO_4 eklenirse H_2SO_4 ayrı bir faz oluşturur. İki fazın sınırında zamanla kahverengi bir halka oluşur (Görsel 10.9). Oluşan kahverengilik demir(II) iyonunun azot monoksit ile oluşturduğu kompleksten kaynaklanır. Bu reaksiyon derişik H_2SO_4 ile ıslatılmış $FeSO_4$ katısı üzerine NO_3^- çözeltisi eklenerek kahverengilik oluşması ile de gözlenir.

$$\mathbf{3Fe^{2+}(suda) + 4H^+(suda) + NO_3^-(suda) \rightarrow 3Fe^{3+}(suda) + NO(suda) + 2H_2O(s)}$$

$$\mathbf{Fe^{2+}(suda) + NO(suda) \rightarrow [Fe(NO)]^{2+}(suda)}$$

NO_2^-, ClO_3^-, I^-, Br^-, CrO_4^{2-}, MnO_4^-, $[Fe(CN)_6]^{3-}$, $[Fe(CN)_6]^{4-}$, $S_2O_3^{2-}$, SCN^-, SO_3^{2-} iyonları bu reaksiyonu bozar. NO_2^-, NH_4^+ veya üre ile; ClO_3^-, H_2SO_4 li ortamda Na_2SO_3 ile; diğer anyonlar ise Ag_2SO_4 ile uzaklaştırılmalıdır.



Görsel 10.10: NH_3 gazının çıkışı

Zn ve Al Metalleri

Metalik Zn veya metalik Al, nitratı sıcak ve bazik ortamda amonyağa indirger. Tepkime asidik ortamda gerçekleşirse amonyak yerine nitrit oluşur.

$$\mathbf{4Zn(k) + NO_3^-(suda) + 7OH^-(suda) \rightarrow NH_3(g) + 4ZnO_2^{2-}(suda) + 2H_2O(s)}$$

$$\mathbf{8Al(k) + 3NO_3^-(suda) + 5OH^-(suda) + 2H_2O(s) \rightarrow 3NH_3(g) + 8AlO_2^-(suda)}$$

Amonyak çıkışı, kokusundan ve tüpün ağzına yaklaştırılan ıslak kırmızı turnusol kâğıdının maviye dönmesinden anlaşılır (Görsel 10.10).

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
NİTRAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $NaNO_3$ çözeltisi
- 0,1 M $FeSO_4$ çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- 3 M NaOH
- Zn metali

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Tüplük
- Pastör pipet
- Damlalıklı şişe
- Kırmızı turnusol kâğıdı
- Sıcak su banyosu
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐

3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL $NaNO_3$ çözeltisi alarak üzerine 1 mL $FeSO_4$ çözeltisi ilave ediniz. Santrifüj tüpünü 45 derecelik açıyla tutarak yavaşça 6-7 damla H_2SO_4 çözeltisi ekleyiniz. İki fazın birleştiği yerde renk değişimini gözlemleyiniz.	
4	Bir saat camına 1 spatül kadar $FeSO_4$ katısı koyunuz. Üzerine birkaç damla derişik H_2SO_4 ekleyip ıslanmış kısımdaki renk değişimini gözleyiniz. H_2SO_4 ile ıslatılmış kısmının üzerine 2-3 damla NO_3^- çözeltisinden damlatınız. Renk değişimini gözleyiniz.	
5	Bir santrifüj tüpüne 1 mL $NaNO_3$ çözeltisi alarak üzerine ortam nazikleşinceye kadar NaOH çözeltisi ilave ediniz. İçine bir parça Zn metali atarak tüpün ağzına turnusol kâğıdı tutunuz. Renk değişimini gözlemleyiniz.	
6	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	

Aşağıdaki soruyu yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

Üçüncü işlem basamağında H_2SO_4 kullanılmasının nedenini açıklayınız.

10.1.3. ASETAT ANYONU (CH_3COO^-)

Asetat, asetik asidin (CH_3COOH) anyonudur. CH_3COOH keskin kokusu ile bilinen zayıf bir asittir. Sirkede bulunduğu için sirke asidi de denilmektedir. Asetat iyonu CH_3COONa, CH_3COOK, $Cu(CH_3COO)_2$ (Görsel 10.11), CH_3COOAg gibi tuzlar oluşturur.

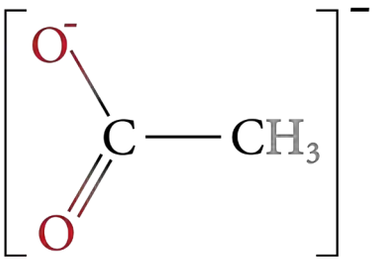


Görsel 10.11: Bakır(II) asetat ($Cu(CH_3COO)_2$)

Asetat anyonunun tuzlarının çoğu suda kolaylıkla çözünür ve renksiz katyonlarla oluşturduğu tuzların çözeltileri renksizdir. Asetik asit zayıf bir asit olduğu için asetat iyonu baz özelliği gösterir.

$$CH_3COO^-(suda) + H_2O(s) \rightarrow CH_3COOH(suda) + OH^-(suda)$$

Şekil 10.3'te asetat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Şekil 10.3: Asetat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ

Metal asetatların üretimi için ham madde olarak asetik asit kullanılır. Asetik asit, sirkeye keskin kokusunu ve hafif ekşi tadını veren maddedir. Sirke içinde en az %4-5 oranında asetik asit bulunur. Asitli ortam birçok mikroorganizmanın çoğalmasını engellediği için ev temizliğinde asetik asitten faydalanılır.

Sirke, birçok kültürde tanınan, eski zamanlarda sulandırılmış bir içecek olarak kullanılan gıda ürünüdür. Tarih boyunca gıda, dezenfektan ve ilaç olarak kullanılmıştır.

BİLGİ KUTUSU

Polivinil asetat, tahta tutkalı; etilen vinil asetat, EVA kâğıdı; Bakır(II) asetat, Paris yeşili adlı pigment yapımında kullanılır.

10.1.3.1. Asetat Anyonunun Analitik Özellikleri

CH_3COO^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Asitler

Asetat iyonu içeren çözeltiye kuvvetli bir asit ilave edilirse CH_3COOH oluşur. Bu durum çözeltideki sirke kokusu ile anlaşılabilir.

$$H^+(suda) + CH_3COO^-(suda) \rightarrow CH_3COOH(suda)$$



Görsel 10.12: Fe^{3+} ile asetat iyonu tepkimesi

$FeCl_3$

Asetat çözeltilerine nötr ortamda Fe^{3+} çözeltisi ilave edildiğinde $Fe(CH_3COO)_3$ oluşumu ile kırmızı çözelti meydana gelir (Görsel 10.12). Bu çözelti seyreltilip ısıtılırsa kahverengi $FeOH(CH_3COO)_2$ çökeleği oluşur.

$$Fe^{3+}(suda) + CH_3COO^-(suda) \rightarrow Fe(CH_3COO)_3(suda)$$

$$Fe(CH_3COO)_3(suda) + H_2O(s) \xrightarrow{ISI} FeOH(CH_3COO)_2(k) + CH_3COOH(suda)$$

$AgNO_3$

Asetat anyonu Ag^+ ile tepkimeye girerek beyaz renkli CH_3COOAg çökeleği oluşturur. CH_3COOAg katısı seyreltik HNO_3 ve NH_3 ta çözünür.

$$Ag^+(suda) + CH_3COO^-(suda) \rightarrow CH_3COOAg(k)$$

Alkoller

Sülfürik asit ile asitlendirilmiş asetat çözeltisi alkollerle ısıtılırsa esterleşme tepkimesi verir. Esterleşme tepkimesinde etil alkol kullanılırsa çürük elma gibi kokan etil asetat bileşiği oluşur.

$$CH_3COOH(suda) + C_2H_5OH(suda) \rightarrow CH_3COOC_2H_5(suda) + H_2O(s)$$

Asetat çözeltisine etil alkol yerine amil alkol ($C_5H_{11}OH$) ilave edilip ısıtılırsa muz gibi kokan amil asetat oluşur.

$$CH_3COOH(suda) + C_5H_{11}OH(suda) \rightarrow CH_3COOC_5H_{11}(suda) + H_2O(s)$$

BİLGİ KUTUSU

Kuru asetatlar yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılırsa aseton oluşur. Aseton oluşumu ortamdaki kokudan anlaşılır.

$$2CH_3COONa(k) + ısı \rightarrow CH_3COCH_3(g) + Na_2CO_3(k)$$

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
ASETAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M CH_3COONa çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Etil alkol
- 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Pastör pipeti
- Sıcak su banyosu
- Damlalıklı şişe
- Tüplük

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar 0,1 M CH_3COONa çözeltisi alınız. Bu çözeltiye birkaç damla 3 M H_2SO_4 çözeltisinden ilave ediniz.	☐
4	Tüpe 1 mL kadar etil alkol çözeltisi ekleyip sıcak su banyosunda birkaç dakika ısıtınız. Oluşan kokuya dikkat ediniz.	☐
5	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar 0,1 M CH_3COONa çözeltisi alınız. Üzerine 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi ilave ediniz. Çözeltideki renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
6	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

1. Dördüncü işlem basamağındaki koku değişimi hangi tepkime sonucu oluşmuştur? Tepkime denklemini yazınız.
2. Beşinci işlem basamağında hangi iyonların tepkimesi sonucu renk değişimi gözlemlenmiştir? Tepkime denklemini yazınız.

10.1.4. KLORAT ANYONU (ClO_3^-)

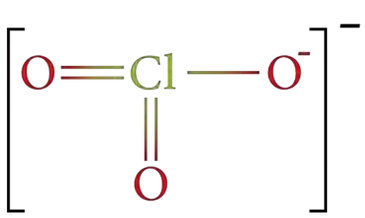
Klorat, klorik asidin ($HClO_3$) anyonudur. Klorik asit saf hâlde bulunmaz. Sulu çözelti hâlindedir. Çözeltide klorat derişimi fazla olursa patlayıcı özellik gösterir. Klorat anyonu asitli ortamda iyi bir yükseltgendir ve tuzları suda kolayca çözünür.

$NaClO_3$, $KClO_3$ (Görsel 10.13) ve $Mg(ClO_3)_2$ en bilinen tuzlarındandır.

Şekil 10.4'te klorat anyonunun bağ yapısı verilmiştir.



Görsel 10.13: $KClO_3$ katısı



Şekil 10.4: Klorat anyonunun bağ yapısı

BİLİYOR MUSUNUZ?

1930'lu yıllarda Yeni Zelandalı çiftçiler arazilerini kaplayan kanarya otu ile mücadele etmek için sodyum klorat kullanmıştır. İlaçlamadan sonra birçok çiftçi, üzerlerindeki pantolonların patlaması sonucu yaralanmıştır. Bu olay patlayan pantolon vakası olarak bilinmektedir. Yapılan incelemeler sonunda çiftçilerin kıyafetlerine sıçrayan sodyum kloratın pamuk, selüloz gibi organik maddeler ile reaksiyona girerek patlamalara sebep olduğu tespit edilmiştir.

BİLGİ KUTUSU

Kloratlar patlayıcı özelliğe sahip oldukları için havai fişek yapımında, sodyum klorat da yabani otların kontrolünde kullanılıyordu. İnsan sağlığına ve çevreye olumsuz etkileri nedeniyle Avrupa Birliği tarafından 2009 yılından itibaren kloratların kullanımı kısıtlanmıştır.

10.1.4.1. Klorat Anyonunun Analitik Özellikleri

ClO_3^- anyonu aşağıdaki reaktiflerle verilen tepkimeleri gerçekleştirir.

Derişik H_2SO_4 veya Derişik HCl

Kloratlar, derişik sülfürik asitte veya derişik hidroklorik asitte sarı-yeşil renkli ClO_2 gazı çıkararak parçalanır. ClO_2, tehlikeli bir gazdır. İşlem yapılırken mutlaka çeker ocakta çalışılmalıdır. Tepkime sırasında ClO_2 gazı çok ısınırsa şiddetli bir şekilde patlar. Bu nedenle reaksiyon, soğuk su banyosu kullanılarak tecrübeli kişiler tarafından gerçekleştirilmelidir.

$$3ClO_3^-(suda) + 3H_2SO_4(suda) \rightarrow 2ClO_2(g) + HClO_4(suda) + 3HSO_4^-(suda) + H_2O(s)$$

$$2ClO_3^-(suda) + 2HCl(suda) + 2H^+(suda) \rightarrow 2ClO_2(g) + Cl_2(g) + 2H_2O(s)$$

$NaNO_2$

Seyreltik asidik ortamda nitritler, kloratları klorüre indirger. Seyreltik asidik ortamda klorat içeren çözeltiye bir miktar $NaNO_2$ eklendiğinde klorür iyonları oluşur. Tepkime ortamına $AgNO_3$ çözeltisi eklenirse beyaz renkli AgCl çöker (Görsel 10.14).

$$ClO_3^-(suda) + 3NO_2^-(suda) \rightarrow 3NO_3^-(suda) + Cl^-(suda)$$

$$Ag^+(suda) + Cl^-(suda) \rightarrow AgCl(k)$$



Görsel 10.14: AgCl çökeleği

İndirgenler

Klorat iyonu; iyodür, demir(II), sülfüroz asit, nitröz asit, Al metali, Zn metali, formaldehit gibi indirgenler ile klorür anyonuna indirgenir (Görsel 10.15).

$$ClO_3^-(suda) + 6Fe^{2+}(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow Cl^-(suda) + 6Fe^{3+}(suda) + 3H_2O(s)$$

$$ClO_3^-(suda) + 3Zn(k) + 6OH^-(suda) \rightarrow Cl^-(suda) + 3ZnO_2^{2-}(suda) + 3H_2O(s)$$

$$ClO_3^-(suda) + 6I^-(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow Cl^-(suda) + 3I_2(k) + 3H_2O(s)$$

$$ClO_3^-(suda) + 3H_2SO_3(suda) \rightarrow Cl^-(suda) + 3H_2SO_4(suda)$$



Görsel 10.15: ClO_3^- ile I^- ün elementel I_2 oluşturması

BİLGİ KUTUSU

Kloratlar ısıtıldıklarında O_2 ve klorür tuzu oluşturmak üzere parçalanır. Laboratuvarda oksijen gazı elde etmek için genellikle $KClO_3$ kullanılır.

$$2KClO_3(k) + ısı \rightarrow 2KCl(k) + 3O_2(g)$$



Görsel 10.16: $Mn^{2+} + ClO_3^-$ tepkimesi

$MnSO_4$

Klorat iyonları içeren çözelti önce H_3PO_4 ile asitlendirilip sonra $MnSO_4$ ilavesi ile karıştırılır. Su banyosunda bir süre ısıtıldığında mor-kırmızı renkli $[Mn(PO_4)_2]^{3-}$ kompleksi oluşur (Görsel 10.16).

$$ClO_3^-(suda) + 6Mn^{2+}(suda) + 12PO_4^{3-}(suda) + 6H^+(suda) \rightarrow Cl^-(suda) + 6[Mn(PO_4)_2]^{3-}(suda) + 3H_2O(s)$$

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
KLORAT ANYONUNUN SİSTEMATİK ÖN DENEMESİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $KClO_3$ çözeltisi
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Katı $NaNO_2$
- Katı $NaSO_3$
- Derişik HNO_3
- 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi
- 3 M H_3PO_4 çözeltisi
- Doymuş $MnSO_4$ çözeltisi

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Pastör pipeti
- Sıcak su banyosu
- Damlalıklı şişe
- Spatül
- Tüplük

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Bir santrifüj tüpüne 2 mL kadar 0,1 M $KClO_3$ çözeltisi alınız. Bu çözeltiye 3 M H_2SO_4 çözeltisinden ortam asidik oluncaya kadar ilave ediniz. Çözeltiyi iki ayrı santrifüj tüpüne ayırınız.	☐
4	Tüplerden birine 0,1 gram kadar $NaNO_2$ katısı, ikincisine 0,1 g kadar $NaSO_3$ katısı ekleyiniz ve su banyosunda bir süre ısıtınız.	☐
5	Su banyosundan aldığınız çözeltilere 3-4 damla 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Oluşan çökeleği gözlemleyiniz.	☐
6	Farklı bir santrifüj tüpüne 1 mL kadar 0,1 M $KClO_3$ çözeltisi alınız. Üzerine 5 damla doygun $MnSO_4$ çözeltisi ve 5 damla 3 M H_3PO_4 çözeltisi ilave ediniz.	☐
7	Oluşan karışımı su banyosunda ısıtınız. Renk değişimini gözlemleyiniz.	☐
8	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

Aşağıdaki soruları yaptığınız analize uygun olarak arkadaşlarınızla tartışarak cevaplayınız.

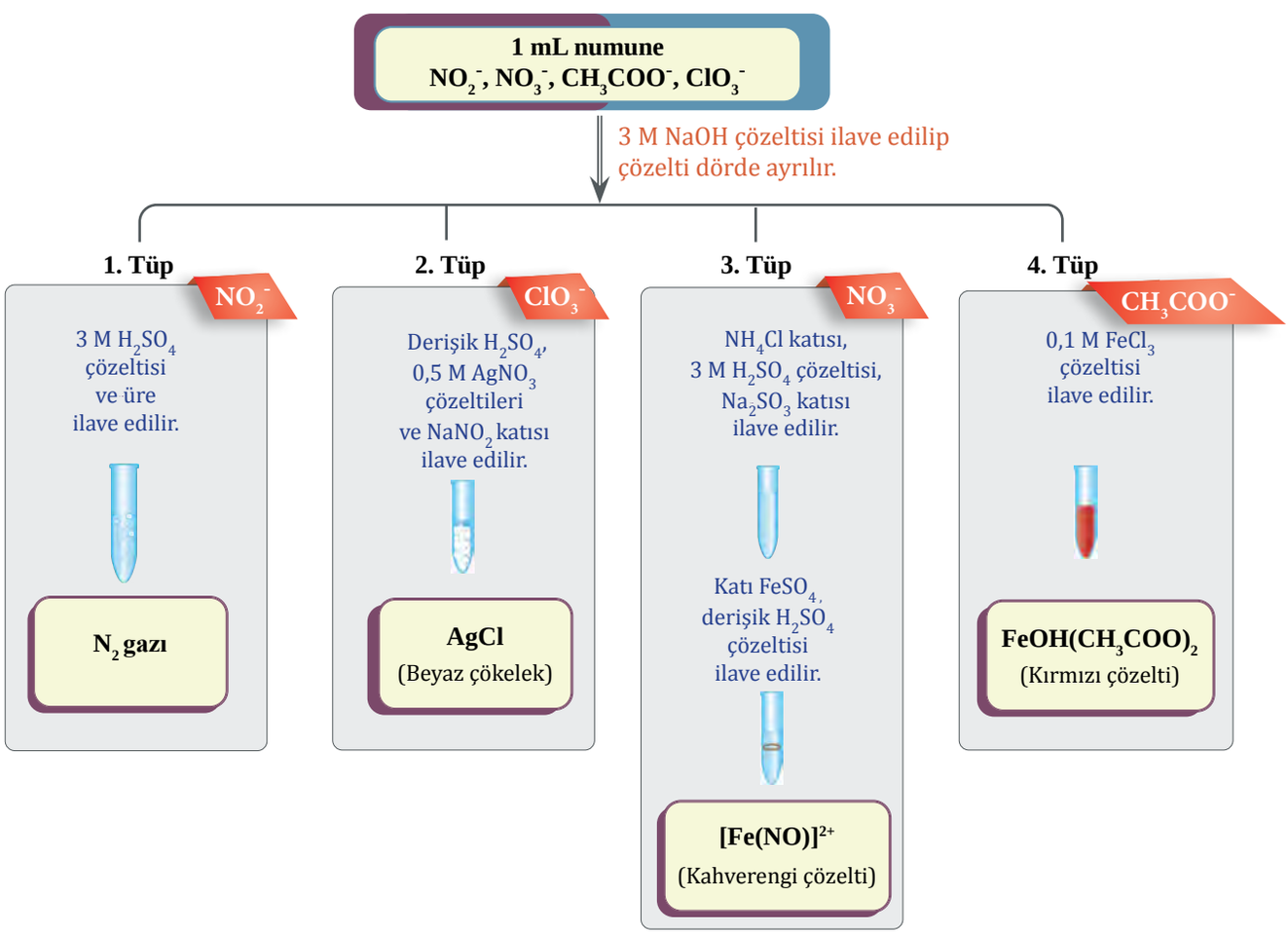
1. Dördüncü işlem basamağında gerçekleşen tepkimelerin denklemlerini yazınız.
2. Beşinci işlem basamağında oluşan çökeleğin formülünü yazınız.

10.2. V. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ

V. grup anyonları nitrat, nitrit, asetat ve klorat iyonlarıdır. Bu anyonların tuzlarının çoğu suda kolayca çözünür. Diğer grup anyonlarının çöktürücüleri ile çökelek oluşturmaz. Bu nedenle V. grup anyonlarının belirli bir grup çöktürücüsü yoktur. Anyonlar ilk 4 grubun analizinden ayrılan çözelti içinde tek tek aranır. İlk 4 grup anyonları ise çöktürücü iyonlarının nitrat veya asetat tuzları yardımı ile çöktürülür. Bu durumda son kalan çözeltinin içinde bu iyon mutlaka olacaktır. Eğer ilk 4 grup anyonu nitratlı bileşikler ile çöktürülmüşse nitrat iyonu; asetatlı bileşikler ile çöktürülmüşse asetat iyonu ana örnekten alınan çözeltide aranmalıdır.

ClO_3^- iyonları ile NO_2^- iyonları reaksiyona girerek NO_3^- ve Cl^- oluşturacakları için doğal numunelerde bir arada bulunmazlar. Bu nedenle laboratuvarda hazırlanan analiz numunelerinde bu iyonlar birlikte verilmemelidir.

Orijinal numunede nitrat iyonu aranmadan önce grup anyonlarından nitrit ve kloratın, diğer grup anyonlarından I^-, Br^-, $[Fe(CN)_6]^{4-}$, SCN^- gibi iyonların mutlaka uzaklaştırılması gerekir. Sadece V. grup anyon analizi yapılıyorsa önce nitrit ve klorat iyonları kontrol edilmeli, numunede hangisi varsa uygun yöntemle uzaklaştırılmalıdır. V. grup anyonlarının toplu analizi Şema 10.1 takip edilerek yapılmalıdır.



Şema 10.1: V. grup anyonlarının toplu analizi

5. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
V. GRUP ANYONLARININ TOPLU ANALİZİ



Kimyasal maddeler

- 0,1 M $NaNO_3$ çözeltisi
- 0,1 M $NaNO_2$ çözeltisi
- 0,1 M CH_3COONa çözeltisi
- 0,1 M $NaClO_3$ çözeltisi
- 3 M NaOH çözeltisi
- Katı NH_4Cl
- 3 M H_2SO_4 çözeltisi
- Derişik H_2SO_4 çözeltisi
- Katı Na_2SO_3
- Katı $FeSO_4$
- Üre
- 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi
- Katı $NaNO_2$
- 0,5 M $AgNO_3$
- Saf su

Araç gereç

- Santrifüj tüpü
- Pastör pipeti
- Santrifüj cihazı
- Damlalıklı şişe
- Sıcak su banyosu
- Bek düzeneği
- Tüplük
- Spatül

Aşağıdaki işlem basamaklarını dikkatlice takip ediniz. Gerçekleştirdiğiniz her işlem basamağının sonuna "☑" işaretini koyunuz.

İşlem Basamakları

1	Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.	☐
2	Analizde kullanacağınız çözeltileri hazırlayınız.	☐
3	Numune çözeltisinden 1 mL kadar santrifüj tüpüne alınız. 3 M NaOH çözeltisinden damla damla ekleyerek ortamı bazik yapınız. 1 mL saf su ekleyerek seyreltiniz.	☐
4	Oluşan çözeltiyi 4 santrifüj tüpüne eşit şekilde paylaştırınız.	☐
5	1. tüpte NO_2^- anyonu aranacaktır. Numune üzerine 5-6 damla 3 M H_2SO_4 çözeltisi ilave ederek hafifçe çalkalayınız. Ardından bir spatül üre ekleyerek gaz çıkışını gözlemleyiniz. **!Gaz çıkışına neden olan tepkimeyi yazınız.**	☐
6	2.tüpte ClO_3^- anyonu aranacaktır. 2. tüpe derişik H_2SO_4 çözeltisinden damla damla ekleyiniz ve ortamı asidik yapınız. Çözeltiye 0,1 gram $NaNO_2$ katısı ekleyiniz. Kaynama noktasına kadar su banyosunda ısıtınız. **!Nitrit tuzu ile ısıtma esnasında tüpte ne tür reaksiyonlar gerçekleşir?**	☐
7	Isıtılan çözeltiye birkaç damla 0,5 M $AgNO_3$ çözeltisi ilave ediniz. Oluşan beyaz renkli çökelek ClO_3^- varlığını gösterir. **!$AgClO_3$ katısı suda iyi çözünmektedir. Bu durumda oluşan beyaz çökeleğin formülünü yazınız.**	☐
8	3. tüpte NO_3^- anyonu aranacaktır. Ortamda varsa NO_2^- ve ClO_3^- anyonları uzaklaştırılmalıdır. Nitrit veya klorat tespit edilmemişse doğrudan nitrat aramaya geçilebilir.	☐
9	V. grup analizinde nitrit iyonu bulunmuşsa 3. tüpe 1 gram NH_4Cl katısı ekleyiniz. Kuruluğa kadar buharlaştırınız. 2 mL saf su ekleyerek tekrar kuruluğa kadar buharlaştırınız. Üzerine tekrar 2 mL su ekleyiniz. Bulanıklık var ise santrifüjleyiniz.	☐

10	V. grup analizinde klorat anyonu bulunmuşsa çözeltiye 1 mL kadar 3 M H_2SO_4 çözeltisi ekleyerek ortamı asitlendiriniz. Üzerine 0,1 gram kadar Na_2SO_3 katısı ekleyiniz. Kaynatınız ve soğumasını bekleyiniz. Bulanıklık var ise santrifüjleyerek uzaklaştırınız. **!Nitrit ve klorat anyonları ortamdan nasıl uzaklaşmıştır? Tepkime denklemlerini yazınız.**	☐
11	Saat camına yaklaşık 1 spatül $FeSO_4$ katısı koyunuz. Üzerine 4-5 damla derişik H_2SO_4 çözeltisi ekleyip katının ıslanmasını sağlayınız. H_2SO_4 ile ıslatılmış $FeSO_4$ katısına elde ettiğiniz berrak çözeltiden 2 damla ekleyiniz. Katının kahverengiye dönmesi nitrat varlığını gösterir. **!Nitrit ve klorat anyonları nitrat iyonu tespitini nasıl etkiler? Açıklayınız**	☐
12	4.tüpte CH_3COO^- anyonu aranacaktır. 4.tüpe damla damla 0,1 M $FeCl_3$ çözeltisi ilave ediniz. Kırmızı renkli çözelti CH_3COO^- varlığını gösterir. Çözeltiyi hacmi kadar su ile seyreltilip ısıtınız. Oluşan kahverengi çökeleği gözlemleyiniz. **!Bu basamakta meydana gelen tepkimenin denklemini yazınız.**	☐
13	Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.	☐

LABORATUVAR ÇALIŞMASI DEĞERLENDİRME

Değerlendirme Soruları

1. Nitrat iyonu aranmadan önce neden klorat ve nitrit iyonu varlığı kontrol edilmelidir?

.....

2. ClO_3^- iyonu olan çözeltiye NO_2^- tuzu eklenmesi ile meydana gelen olay nedir?

.....

Analiz Sonucunun Değerlendirilmesi

	Analizde Bulunan Sonuçlar	Çalışmadan Sorumlu Öğretmenin Onayı
1. Deneme		
2. Deneme*		

*! 1. denemenin başarısız olması durumunda 2. deneme yapılabilir.

Çalışmayı Yapan Öğrencinin

Adı-Soyadı : .....
Sınıfı : .....
Numarası : .....

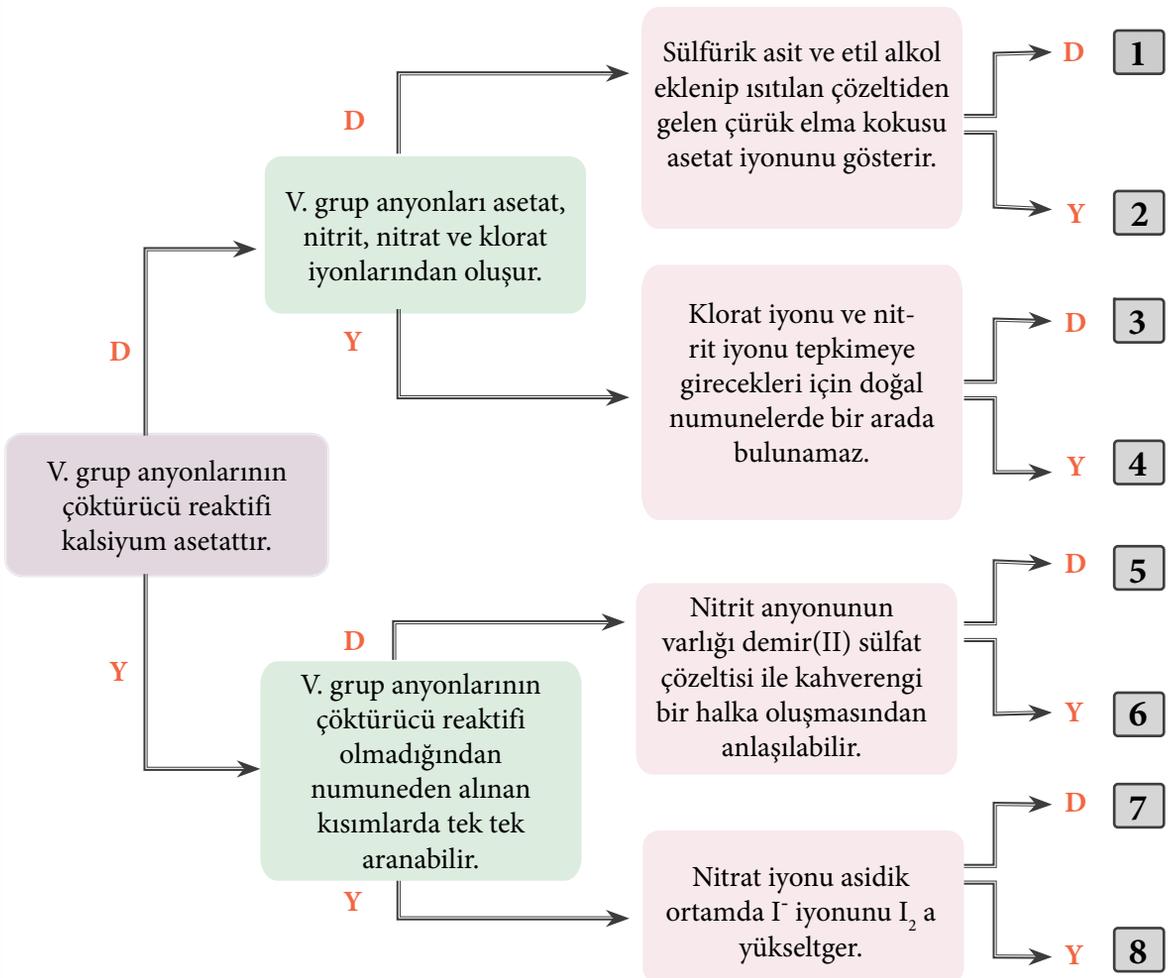
Değerlendirme

- Değerlendirme **100 puan** üzerinden yapılacaktır.
- Analiz içindeki işlem basamaklarına ait sorular **30 puan**,
- Değerlendirme sorularının her biri **4 puan (4x5=20 puan)**,
- Doğru bulunan katyonlar toplam **50 puan** üzerinden değerlendirilecektir.

* Yanlış bulunan her bir anyon için toplam puandan **15 puan** düşülecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A. Aşağıda verilen birbiriyle bağlantılı ifadeler arasındaki D "Doğru", Y "Yanlış" anlamındadır. V. grup anyonları hakkında yeterli bilgiye sahip olan bir öğrenci kaçıncı çıkışa ulaşır?



B. V. grup anyonları için aşağıda verilen cümlelerin doğru ya da yanlış olduğunu parantez içine D/Y yazarak belirtiniz. Yanlış olarak değerlendirdiğiniz ifadenin doğrusunu altındaki boşluğa yazınız.

a. ( ) V. grup anyonlarının ortak bir çöktürücüsü yoktur.

.....

b. ( ) İlk 4 grup anyonlarının nitrat tuzları ile çöktürüldüğü toplu anyon analizlerinde nitrat anyonu orijinal örnekten aranmalıdır.

.....

c. ( ) Nitrit iyonu hem yükseltgen hem de indirgen olarak etki edebilir.

.....

ç. ( ) Asetat anyonunun kuvvetli bazlarla tepkimesinden keskin kokulu sirke asidi oluşur.

.....

d. ( ) Klorat anyonu asidik ortamda bir çok maddeyi indirger.

.....

C. Aşağıda verilen açık uçlu soruları cevaplandırınız.

1.

NO_3^-	CrO_4^{2-}	SCN^-
$C_2O_4^{2-}$	NO_2^-	I^-
$S_2O_3^{2-}$	ClO_3^-	CH_3COO^-

Yukarıda verilen iyonlardan hangileri beşinci grup anyonları arasındadır? Yazınız.

2. Aşağıdaki reaksiyonları tamamlayarak tepkimeleri denkleştiriniz.

a. $Zn + NO_3^- + OH^- \rightarrow$.....

b. $NH_4^+ + NO_2^- \rightarrow$.....

c. $Fe^{3+} + CH_3COO^- \rightarrow$.....

ç. $ClO_3^- + H_2SO_3 \rightarrow$.....

3. I-V grup anyon analizi yapılırken NO_3^- iyonunun orijinal numunede aranmasının sebebi nedir? Açıklayınız

4. $FeSO_4$ ile yapılan kahverengi halka analizi hem nitrat hem de nitrit çözeltilerinde gerçekleşir.

Aynı çözeltide bulunan nitrit ve nitrat anyonları için kahverengi halka analizinin ayırt edici olabilmesi için neler yapılmalıdır?

5. Klorat çözeltisine derişik H_2SO_4 ilavesi soğuk su banyosunda yapılmalıdır.

Soğutma işleminin yapılma nedenini klorat anyonunun özellikleri ile açıklayınız.

6. Toprak analizi için alınan numune çözünür hâle getirilip bir çözelti oluşturulmuştur. Bu çözeltinin beşinci grup anyonlar açısından analizinin yapılması için öğretmen nitel analiz laboratuvarında Arda, Fulya, Nesrin, Oğulcan ve Neslihan'dan oluşan öğrenci grubunu görevlendirmiştir. Öğrenciler numuneyi iki kısıma ayırmıştır.

Birinci kısım üzerine seyreltik HNO_3 çözeltisi eklenerek asidik hâle getirildikten sonra $AgNO_3$ çözeltisi ve çok az katı $NaNO_2$ eklendiğinde beyaz çökelek oluşmuştur.

İkinci kısım üzerine gerekli ön işlemler yapıldıktan sonra 2-3 damla $FeSO_4$ çözeltisi eklenip karıştırılmıştır. Tüp eğik tutularak yavaşça 1 mL kadar derişik H_2SO_4 çözeltisi eklendiğinden fazların birleştiği yerde kahverengi halka oluşmuştur.

Yapılan analize göre öğrencilerin rapor sonuçları aşağıda verilmiştir.

Nesrin : Numunede klorat ve sülfat anyonları vardır.
Fulya : Numunede nitrat ve asetat anyonları vardır.
Arda : Numunede sülfat ve klorat anyonları vardır.
Neslihan: Numunede asetat ve borat anyonları vardır.
Oğulcan : Numunede klorat ve nitrat anyonları vardır.

Yukarıdaki öğrenci rapor sonuçlarından hangisi doğrudur?

7. **Yoğunluğu 1,84 g/mL olan %98'lik H_2SO_4 ten 2 M 250 mL H_2SO_4 çözeltisi nasıl hazırlanır?** (H_2SO_4: 98 g/mol)

8. **0,1 M 100 mL $NaNO_3$ çözeltisi hazırlamak için kaç gram $NaNO_3$ tartılmalıdır?** ($NaNO_3$: 85 g/mol)

9. **0,1 M 250 mL CH_3COONa çözeltisi hazırlamak için kaç gram CH_3COONa tartılmalıdır?** (CH_3COONa: 82 g/mol)

D. Aşağıda verilen çoktan seçmeli soruları cevaplandırınız.

1. **Aşağıda verilen bilgilerden hangisi hem nitrat hem de nitrit anyonu için doğrudur?**

A) Üre ve NH_4^+ ile N_2 gazı oluşturur.

B) Alkali metaller ile oluşturduğu bileşikler suda çözünmez.

C) Demir(II) sülfat ile kahverengi kompleks oluşturur.

D) Yükseltgenme tepkimesi verir.

E) Permanganat çözeltisinin rengini giderir.

1. **Klorat anyonu için aşağıda verilen bilgilerden hangisi <u>yanlıştır?</u>**

A) Beşinci grup anyonudur.

B) Esterleşme tepkimesi ile belirlenir.

C) Tuzları suda kolay çözünür.

D) Nitrat analizi yapılırken ortamdan uzaklaştırılmalıdır.

E) Yükseltgen özellik gösterir.

2. **Aşağıdaki iyonlardan hangisi V. grup anyonudur?**

A) NO_3^- B) SO_4^{2-} C) SO_3^{2-}

D) PO_4^{3-} E) SCN^-

3. V. grup anyonların çöktürücü reaktifi yoktur. Bu grupta, ……(I)……, ……(II)……, ……(III)…… ve ……(IV)…… anyonları bulunur.

Yukarıdaki bilgiye göre boş bırakılan yerlere hangi anyon <u>gelemez?</u>

A) ClO_3^- B) NO_3^- C) CH_3COO^-

D) CrO_4^{2-} E) NO_2^-

4. Klorat çözeltisi, üzerine asidik ortamda $NaNO_2$ katısı eklenerek indirgeniyor. Çözeltiye derişik HNO_3 ve $AgNO_3$ eklendiğinde beyaz çökelek oluşumu gözleniyor.

Buna göre oluşan çökeleğin formülü aşağıdaki seçeneklerden hangisinde doğru verilmiştir?

A) $AgClO_4$ B) $AgClO_3$ C) $AgClO_2$

D) AgClO E) AgCl

KAYNAKÇA

Kaynakça Apa 6 kriterlerine göre hazırlanmıştır.

- Afşar, H. (2010). Temel Analitik Kimya. İstanbul: Beta.
- Ahlatçı, F., Yazıcı, E. Y., Celep, O., Deveci, H. (2017). Tiyosülfat ile Altın ve Gümüş Liçinin Temelleri. Madencilik, 56(3), 117-130
- Alpaydın, S. Şimşek, A. (2013). Genel Kimya. Konya: Nobel.
- Altunbağ, E., Zencir, E., (2018). Türk ve Akdeniz Yemekerinde Sirke Kulanımı, Journal of Gastronomy, Hospitality and Travel, 1(2), 45-54
- Atkins, P. W. (2005). Fizikokimya. (S. Yıldız, H. Yılmaz, E. Kılıç, Çev.). Ankara: Bilim.
- Bilgen, N. A., (2015). Seyitömer Höyük 1, İstanbul: Arkeoloji ve Sanat Yayınları
- Christian, D. G., Dasgupta, P. K., Schug, K. A. (2021). Analitik Kimya. (R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Çelebi, M. N. (2018). Kobalt: Enerji Sektörünün Siyah İncisi, Doğal Kaynaklar ve Ekonomi Bülteni, 26, 15-20
- Dabbağ, E. (2014). Çorum Osmancık Mangan Cevherinin Çeşitli İndirgeyiciler Kullanılarak Sülfürik Asit Çözeltisinde Özütlenmesi. (Yayımlanmamış yüksek lisans tezi). Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Ankara
- Gümüş, G. (2001). Siyanür Tayini İçin Yeni Bir Spektrofotometrik Yöntem. (Yayınlanmamış Doktora Tezi). İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Ana Bilim Dalı, İstanbul.
- Gündüz, T. (2013). Yarı-Mikro Kalitatif Analiz. Ankara: Gazi Kitabevi.
- Güneş, F.E. (2014). Sülfitler ve Gıda Katkı Maddesi Olarak Kullaılması, Akademik Gıda, 12(2), 114-119
- Harris, D. C. (1994). Analitik Kimya. (G. Somer, Çev.). Ankara: Gazi Büro Kitabevi.
- Maraşlı, N., (1992). Antitiroid Maddeler, Y.Y.Ü. Veterinerlik Fakültesi Dergisi. 3(1-2), 185-195
- Özdestan Ö., Üren, A., (2010). Gıdalarda Nitrat ve Nitrit, Akademik Gıda, 8(6), 35-43
- Petrucci, R. H., Herring, F. G., Madura, J. D., Bissonette, C. (2012). Genel Kimya. İlkeler ve Modern Uygulamalar (1. Cilt). (T. Uyar, S. Aksoy, R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Petrucci, R. H., Herring, F. G., Madura, J. D., Bissonette, C. (2012). Genel Kimya. İlkeler ve Modern Uygulamalar (2. Cilt). (T. Uyar, S. Aksoy, R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Polat, S. (2010). Türkiye'de Traverten Oluşumu, Yayılış Alanı ve Korunması. Marmara Coğrafya Dergisi, 23, 389-428
- Roy, A. (2007). Monet's Palette in the Twentieth Century: Water-Lillies and İrises. National, Gallery Technical Bulletin, 28, 58-68
- Skoog, A. D., West, D. M., Holler, F. J. (1999). Analitik Kimya Temelleri (1. Cilt). (E. Kılıç, F. Köseoğlu, Çev.) Ankara: Bilim.
- Smoydzin, L., Glasow, R., (2009). Modelling Chemistry Over the Dead Sea: Bromine and Ozon Chemistry, Atmospheric Chemistry and Physics, 9, 5057-5072
- Somer, G., Türker, A. R., Hasdemir, E., Şendil, O., Şansal Ü., Karacan, M. S., Arslan, H., Tunçeli, A.,

(1997). Kalitatif Analiz. Ankara: Bizim Büro

- T.C. Milli Eğitim Bakanlığı, Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi, Anadolu Meslek ve Anadolu Teknik Programı, Kimya Teknolojisi Alanı, Çerçeve Öğretim Programı. Ankara, (2020).
- TDK. (2012). Yazım Kılavuzu. Ankara: Türk Dil Kurumu Yayınları.
- Türk Gıda Koteksi Yönetmeliği, (1997). T.C. Resmi Gazete (23172, 16 Kasım 1997).
- Türk Gıda Koteksi Sofra ve Gıda Sanayii Tuz Tebliği Tebliğ No 2004/44, (2005). T.C. Resmi Gazete (25699, 13 Ocak 2005).
- Yüksel, B., Eroğlu A., Kayaaltı Z., Söylemezoğlu T. (2014). Arsenik Toksitisesi ve Biyolojik Örneklerden Analizi, Adli Tıp Dergisi, 29(3), 179-185

GENEL AĞ KAYNAKÇASI

- https://sozluk.gov.tr (26.10.2020 13:00)
- https://www.bilimgenc.tubitak.gov.tr (13.12.2020 03:27)
- https://www.haliccevre.com/kadmiyum/ (26.10.2020 16:00)
- https://www.labtestsonline.org.tr/tests/bakir (26.10.2020 16:17)
- https://www.britannica.com/science/bismuth (26.10.2020 16:38)
- https://www.laboratuar.com/sektorel/maden/co-kobalt-cevher-mineral-analizi/ (04.11.2020 22:00)
- https://www.mta.gov.tr (04.11.2020 22:28)
- https://www.titck.gov.tr/faaliyetalanlari/kozmetik/kozmetik-mevzuati (04.11.2020 22:30)
- https://www.medicalpark.com.tr/ferritin/hg-2182 (04.11.2020 22:37)
- https://www.institut-seltene-erden.de/seltene-erden-und-metalle/strategische-metalle-2/strontium/ (27.12.2020 00:05)
- https://whc.unesco.org/en/list/485/ (30.11.2020 23:27)
- https://www.darphane.gov.tr/cumhuriyet-donemi-tedavul-paralari# (11.11.2020 23:00)
- https://www.umitaktas.com/agir-metal-zehirlenmesi/agir-metal-tehdidi/ (21.10.2020 23:00)
- http://tip.baskent.edu.tr/kw/upload/464/dosyalar/cg/sempozyum/ogrsmpzsnm13/13.P1.pdf (21.10.2020 22:00)
- https://www.medicalpark.com.tr/magnezyum-eksikligi/hg-2019 (18.11.2020 23:45)
- https://www.turkpedo.org/wp-content/uploads/2017/12/durum_raporu.pdf (07.12.2020 01:29)
- https://www.topraktema.org/toprak-azot-dongusu (29.12.20 22:30)

GÖRSEL KAYNAKÇASI

Karekodu okutarak ya da **http://kitap.eba.gov.tr/karekod/Kaynak.php?KOD=1525** adresinden görsel kaynakçaya ulaşabilirsiniz.

CEVAP ANAHTARI

1. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. **a.** D
b. Y (AgCl çökeleği nitrik asitte çözünmez, aşırı Cl^- ilavesi ile kompleks oluşturarak çözünür.)
c. D
ç. D
d. Y (Pb^{2+} iyonları çözeltisine KI çözeltisi eklendiğinde sarı bir çökelek oluşur.)

C. **1.** Hg_2^{2+}, Pb^{2+}, Ag^+

2. **a.** $Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$
b. $Pb^{2+} + 2Cl^- \rightarrow PbCl_2$
c. $Hg_2^{2+} + 2Cl^- \rightarrow Hg_2Cl_2$

3. Hg_2^{2+}

4. Ag^+ iyonlarının oluşturduğu AgCl bileşiği daha önce çöker çünkü AgCl'nin çözünürlüğü $PbCl_2$ ye göre çok daha küçüktür.

5. Hg_2Cl_2

6. 124,35 mL HCl alınır. 500 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 124,35 mL HCl yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

7. 125 mL HNO_3

8. 3,31 gram $Pb(NO_3)_2$

D. **1.** A **2.** D **3.** B **4.** D **5.** B **6.** B **7.** B

2. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 5.çıkış

B. **a.** D
b. D
c. Y (CdS çökeleği sarı renklidir.)
ç. D
d. Y (Sn^{4+} ve Sb^{3+} katyonları IIB (kalay grubu) grubu katyonlarındandır.)
e. Y (Kral suyu üç hacim hidroklorik asit ve bir hacim nitrik asit karışımıdır.)

C. **1.** Hg^{2+}, Cd^{2+}, Cu^{2+}, Pb^{2+}, Sn^{2+}, Bi^{3+}, Sb^{3+}, As^{3+}

2. **a.** $2Sb^{3+} + 3S^{2-} \rightarrow Sb_2S_3$
b. $Cu^{2+} + S^{2-} \rightarrow CuS$
c. $2Bi^{3+} + 3S^{2-} \rightarrow Bi_2S_3$
ç. $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS$
d. $Sn^{2+} + S^{2-} \rightarrow SnS$

3. Derişik sülfür çözeltileri ile II. ve III. grup katyonlar bir arada çöker ve grupları ayırmak mümkün olmaz. Bu yüzden II. grup katyonlarda ortama HCl eklenerek pH düşürülür ve sülfür iyonlarının bir kısmının H_2S'e dönüşmesi sağlanır.

4. Nitrik asit eklenmesi ile Sn^{2+} iyonları Sn^{4+} iyonlarına yükseltgenir. Analizleri, Sn^{4+} iyonları ile yapmak için nitrik asit eklenir.

5. Sb_2S_3, SnS_2

6. a. HgS bileşiği nitrik asitte çözünmez, kral suyunda çözünür.
b. Hg^{2+}

7. 2,04 gram $Na_2S.7H_2O$

8. 56,67 mL NH_3 alınarak 250 mL'lik balon jojede saf su ile menisküs çizgisine kadar tamamlanır.

9.125 ML HCl

D. 1. D **13.** C **14.** B **15.** A **16.** E **17.** D **18.** C **19.** D

3. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. a. Y (Grup belirteci NH_4^+/NH_3 tamponunda H_2S veya $(NH_4)_2S$'dür.)
b. Y(Üçüncü grup katyonların sülfürlü çökelekleri üzerine HCl eklendiğindeNiS ve CoS çözünmez),
c. D
ç. D
d. D
e. D

C. 1. Zn^{2+}, Fe^{3+}, Ni^{2+}, Cr^{3+}, Al^{3+}, Co^{2+}, Mn^{2+}

2. a. $Zn^{2+} + S^{2-} \rightarrow ZnS$
b. $Cr^{3+} + 3OH^- \rightarrow Cr(OH)_3$
c. $Al^{3+} + 3OH^- \rightarrow Al(OH)_3$
ç. $Co^{2+} + S^{2-} \rightarrow CoS$
d. $Fe^{3+} + 3OH^- \rightarrow Fe(OH)_3$
e. $Ni^{2+} + S^{2-} \rightarrow NiS$
f. $Mn^{2+} + S^{2-} \rightarrow MnS$

3. Ortamın pH'ı yüksek olduğunda H^+ iyonları derişimi azalır, S^{2-} iyonları derişimi artar. S^{2-} iyonları derişimi yüksek olan ortamlarda III. grup katyonları çökelek oluşturur.

4. Ni^{2+} katyonu yoktur çünkü DMG, Ni^{2+} için spesifik bir ayıraçtır.

5. NaOH veya KOH ilavesi ile Fe^{2+} yeşil çökelek verirken Fe^{3+} kırmızı çökelek verir. Ayrıca Fe^{2+}, SCN^- ile tepkime vermezken Fe^{3+} katyonu SCN^- ile kırmızı kompleks oluşturur.

6. Çökelekte Ni^{2+} ve Co^{2+} katyonları, çözeltide ise Fe^{3+}, Mn^{2+}, Cr^{3+}, Al^{3+}, Zn^{2+} katyonları bulunur.

7. Sevil: Numunede Fe^{3+}, Ni^{2+} katyonları vardır.

8. 2,267 gram $NiSO_4.4H_2O$

9. 12,5 mL Na_2S

10. 57,14 mL CH_3COOH alınır. 500 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 57,14 mL CH_3COOH yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

11. 1 gram NaOH

D. 1.C **2.** E **3.** D **4.** B **5.** D **6.** B **7.** E **8.** B **9.** A **10.** A **11.** E

4. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 7.çıkış

B. **a.** Y (IV. grup katyonların belirteci NH_4^+/NH_3 tamponunun bulunduğu ortamda $(NH_4)_2CO_3$'tır.)
b. Y ($SrCO_3$, $CaCO_3$ ve $BaCO_3$ çökelekleri asetik asitte çözünürler.)
c. D
ç. Y (IV. grup katyonlarının grup belirteci olan karbonat ile oluşturduğu çökeleklerin rengi beyazdır.)
d. D
e. Y (Sr^{2+}, Ba^{2+}, Ca^{2+} katyonlarının bulunduğu çözeltiye seyreltik potasyum kromat eklenirse sadece baryum kromat çökelir.)

C. **1.** Sr^{2+}, Ca^{2+}, Ba^{2+}

2. **a.** $Sr^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow SrCO_3$
b. $Ba^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow BaCO_3$
c. $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3$

3. IV. grup katyonlarında çöktürücü olarak kullanılan fosfat tuzları alev bozucu etki gösterir, asidik ortamda zor çözünür ve Mg^{2+} iyonunun da çökmesine neden olur.

4. Ba^{2+}

5. Asidik ortamda CO_3^{2-} iyonu H_2CO_3 ve HCO_3^- iyonuna dönüşür. HCO_3^- anyonu bileşiklerinin suda çözünürlükleri fazladır. IV. grup katyonları çöktürülürken NH_4^+/NH_3 tamponunda çöktürme yapılmalıdır.

6. 187,5 mL CH_3COOH

7. 96 gram $(NH_4)_2CO_3$

8. 10,87 mL H_2SO_4 alınır. 100 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 10,87 mL H_2SO_4 yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

9. 2,72 gram $Ca(NO_3)_2.6H_2O$

D. **1.**A **2.** E **3.** C **4.** C **5.** B **6.** C

5. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 1.çıkış

B. **a.** Y (Beşinci grup katyonlarının çöktürücüsü yoktur.)
b. D
c. Y (Mg^{2+} iyonunun varlığı, alev denemesi ile belirlenemez, HPO_4^{2-} iyonları ile oluşturduğu beyaz çökelek ile belirlenir.)
ç. D
d. D

C. **1.** K^+, NH_4^+, Mg^{2+}, Na^+

2. **a.** $Mg^{2+} + HPO_4^{2-} + NH_3 \rightarrow MgNH_4PO_4$
b. $3NH_4^+ + [Co(NO_2)_6]^{3-} \rightarrow (NH_4)_3[Co(NO_2)_6]$
c. $K^+ + HClO_4 \rightarrow KClO_4 + H^+$

3. NH_4^+ iyonu III. ve IV. grup katyonlarının aranmasında kullanıldığı için ortamda mutlaka bulunur. Numunede NH_4^+ varlığını tespit edebilmek için toplu analizde ilk aranacak katyon NH_4^+ olmalıdır.

4. Mg^{2+} iyonları içeren çözeltiye Na_2HPO_4 çözeltisinden birkaç damla eklenip NH_3 çözeltisi ile bazik hâle getirildiğinde beyaz renkli $MgNH_4PO_4$ çöker. Bu tepkime Mg^{2+} için en uygun tanınma tepkimesidir. Ayrıca magnezon-1 çözeltisi de Mg^{2+} için tanınma tepkimesinde kullanılabilir.

5. Na^+

6. Mg^{2+} , Na^+ , K^+

7. 42,6 mL NH_3 alınarak 250 mL'lik balon jojede saf su ile menisküs çizgisine kadar tamamlanır.

8. 33 gram $(NH_4)_2HPO_4$

9. 2,56 gram $Mg(NO_3)_2.6H_2O$

10. 62,5 mL NaOH

D. 1.B **2.** A **3.** E **4.** C **5.** C **6.** C

6. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 5.çıkış

B. **a.** Y (Grup belirteci zayıf bazik ortamda $Ca(NO_3)_2$ veya $Ca(CH_3COO)_2$'tır.)
b. Y (CaF_2 katısı, üzerine derişik H_2SO_4 çözeltisi eklenirse HF oluşturarak çözünür.
c. Y (CaF_2 derişik sülfürik asitte, CaC_2O_4 ise seyreltik sülfürik asitte çözünür.)
ç. Y (Birinci grup anyonların kalsiyum iyonu ile oluşturdukları çökeleklerin tamamı beyaz renktedir.)
d. D

C. **1.** F^-, $C_2O_4^{2-}$, $C_4H_4O_6^{2-}$, SO_3^{2-}, CO_3^{2-}, BO_2^-, PO_4^{3-}

2. **a.** $Ca^{2+} + CO_3^{2-} \rightarrow CaCO_3$

b. $3Ca^{2+} + 2PO_4^{3-} \rightarrow Ca_3(PO_4)_2$

c. $Ca^{2+} + C_2O_4^{2-} \rightarrow CaC_2O_4$

ç. $Ca^{2+} + 2BO_2^- \rightarrow Ca(BO_2)_2$

d. $Ca^{2+} + SO_3^{2-} \rightarrow CaSO_3$

e. $Ca^{2+} + C_4H_4O_6^{2-} \rightarrow CaC_4H_4O_6$

f. $Ca^{2+} + 2F^- \rightarrow CaF_2$

3. Numune içerisinde K^+, Na^+ ve NH_4^+ katyonlarından başka katyon bulunuyorsa soda ekstratı yapılmalıdır. Bu da ortama bolca CO_3^{2-} eklenmesini gerektirir. Bu yüzden numunede ilk önce CO_3^{2-} aranmalı sonrasında soda ekstratı yapılmalıdır.

4. Numunede K^+, Na^+ ve NH_4^+ katyonlarından başka katyonların bulunması anyon analizlerinde güçlüklere neden olmakta, bu da analiz sonuçlarını olumsuz etkilemektedir. Bu katyonları ortamdan uzaklaştırmak için soda ekstratı yapılır.

5. Ayşe: numunede CO_3^{2-} ve PO_4^{3-} anyonları olduğunu söylemiştir.
Yasemin: numunede kesinlikle F^- ve $C_2O_4^{2-}$ anyonları bulunmadığını söylemiştir.

6. 8,2 gram $Ca(NO_3)_2$

7. 34,86 mL HNO_3 alınır. 250 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 34,86 mL HNO_3 yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

8. 83,33 mL H_2SO_4

D. **1.**B **2.** E **3.** D **4.** C

7.ÖĞRENME BİRİMİ

A. 6.çıkış

B. **a.** D
b. Y (Ba^{2+} iyonu ile oluşturdukları çökeleklerden $BaCrO_4$ katısı seyreltik HCl'te çözünürken $BaSO_4$ katısı çözünmez.)
c. D
ç. D
d. Y (CrO_4^{2-} anyonu kuvvetli bir yükseltgendir.)

C. **1.** CrO_4^{2-} , SO_4^{2-}

2. **a.** $Ba^{2+} + SO_4^{2-} \rightarrow BaSO4$
b. $Ba^{2+} + CrO_4^{2-} \rightarrow BaCrO4$

3. İkinci grup anyonlarının baryum tuzlarının çözünürlüğü kalsiyum tuzlarının çözünürlüğünden daha azdır. Bu yüzden çöktürücü olarak Ba^{2+} iyonları kullanılır.

4. Kromat iyonları asidik ortamda dikromat iyonuna dönüşür. Kromat iyonları sarı renkli iken dikromat iyonları turuncu renklidir.

5. Çökeleğin beyaz renkli olması numunede CrO_4^{2-} iyonu bulunmadığını, SO_4^{2-} iyonu bulunduğunu gösterir

6. Ali:CrO_4^{2-}, Ayfer:SO_4^{2-} ve CrO_4^{2-}

7. 41,45 mL HCl alınır. 250 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 41,45 mL HCl yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

8. 1,94 gram K_2CrO_4

9. 25 mL $Ba(NO_3)_2$

D. **1.**C **2.** B **3.** B **4.** D **5.** D **6.** A

8.ÖĞRENME BİRİMİ

A. 6.çıkış

B. **a.** Y (Üçüncü grup anyonların çöktürücü reaktifi Zn^{2+} veya Cd^{2+} katyonlarıdır.)
b. D
c. Y (ZnS çökeleği asitlerde H_2S oluşturarak çözünür.)
ç. D
d. D

C. **1.** S^{2-}, $Fe(CN)_6^{4-}$, $Fe(CN)_6^{3-}$

2. **a.** $Cd^{2+} + S^{2-} \rightarrow CdS$

b. $2Cd^{2+} + Fe(CN)_6^{4-} \rightarrow Cd_2[Fe(CN)_6]$

c. $3Cd^{2+} + 2Fe(CN)_6^{3-} \rightarrow Cd_3[Fe(CN)_6]_2$

3. Ferrisiyanür tuzları derişik H_2SO_4 ile CO, seyreltik H_2SO_4 ile HCN gazlarını oluşturarak parçalanır. Bu gazlar çok zehirli oldukları için tehlikelidir. Bu nedenle H_2SO_4 çözeltisi ile ferrisiyanür tuzları ısıtılmamalıdır.

4. $FeSO_4$ çözeltisi ferrosiyanür ile beyaz renkli $K_2Fe[Fe(CN)_6]$ çökeleği oluşturur. Çökelek bekletilirse, Fe^{2+} katyonu havanın oksijeni ile Fe^{3+}'e yükseltgenir ve renk Prusya mavisine döner.

5. Sülfür iyonu kuvvetli bir indirgendir. Mor renkli MnO_4^- iyonlarını renksiz Mn^{2+} iyonuna indirger.

6. Damla yanlış yol izlemiştir. III. grup anyonlar asidik ortamda zehirli H_2S ve HCN gazlarını oluşturur. Bu durum hem sağlık açısından hem de analiz açısından olumsuz sonuçlar doğurur.

7. 20 gram NaOH

8. 62,17 mL HCl alınır. 250 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 62,17 mL HCl yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

9. 4,224 gram $K_4[Fe(CN)_6].3H_2O$

D. **1.**E **2.** C **3.** C **4.** B **5.** D **6.** E

9. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 2.çıkış

B. **a.** Y (IV. grup anyonlarının gümüş bileşikleri suda çözünmez.),

b. D

c. D

ç. Y (Dördüncü grup anyonları çöktürüldükten sonra Cl^- iyonu aramak için çökeleğe miller ayıracı eklenir.)

d. D

C. **1.** Cl^-, SCN^-, Br^-, I^-, $S_2O_3^{2-}$

2. **a.** $2Ag^+ + S_2O_3^{2-} \rightarrow Ag_2S_2O_3$

b. $Ag^+ + SCN^- \rightarrow AgSCN$

c. $Ag^+ + Cl^- \rightarrow AgCl$

ç. $Ag^+ + Br^- \rightarrow AgBr$

d. $Ag^+ + I^- \rightarrow AgI$

3. $Ag_2S_2O_3$ bileşiğinin sudaki çözünürlüğü hesaplanamaz çünkü $Ag_2S_2O_3$ bileşiği oluşur oluşmaz bozunur ve Ag_2S bileşiğine dönüşür.

4. F^- iyonları Fe^{3+} katyonunun tiyosiyanat ile olan komplekslerini bozarak $[FeF_4]^-$ kompleksi oluşturur. Bu kompleks renksizdir.

5. Musluk suyuna bir miktar $AgNO_3$ çözelti ekleyerek bulanıklaşma olup olmadığına bakılır. Bulanıklaşma var ise beyaz renkli AgCl bileşiği oluşmuştur.

6. **1.** D **2.** D **3.** D **4.** Y **5.** Y

7. 42,86 mL CH_3COOH alınır. 250 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 42,86 mL CH_3COOH yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

8. 125 mL NH_3

9. 0,585 gram NaCl

10. 21,25 gram $AgNO_3$

D. **1.**D **2.** B **3.** C **4.** D **5.** C

10. ÖĞRENME BİRİMİ

A. 5.çıkış

B. **a.** D
b. D
c. D
ç. Y (Asetat anyonunun kuvvetli asitlerle tepkimesinden keskin kokulu sirke asidi oluşur)
d. Y (Klorat anyonu asidik ortamda Cl^- iyonuna indirgenir. Karşısındaki maddeyi yükseltger.)

C. **1.** NO_3^-, NO_2^-, ClO_3^-, CH_3COO^-

2. **a.** $4Zn + NO_3^- + 7OH^- \rightarrow NH_3 + 4ZnO_2^{2-} + 2H_2O$
b. $NH_4^+ + NO_2^- \rightarrow N_2 + 2H_2O$
c. $Fe^{3+} + 3CH_3COO^- \rightarrow Fe(CH_3COO)_3$
ç. $ClO_3^- + 3H_2SO_3 \rightarrow Cl^- + 3H_2SO_4$

3. Toplu anyon analizlerinde diğer grupların çöktürücüleri nitrat tuzları olduğu için nitrat analizi orijinal numuneden yapılmalıdır.

4. Aynı çözeltide hem nitrat hem de nitrit var ise nitrit uygun şekilde ortamdan uzaklaştırılır ve kahverengi halka denemesi sadece nitrat anyonuna yapılır.

5. Klorat analizlerinde derişik asitler kullanılırsa ClO_2 gazı açığa çıkar. ClO_2, tehlikeli bir gazdır, aşırı ısınırsa patlar. Bu yüzden analiz sırasında ortam ısınırsa soğuk su banyosu ile soğutulması gerekir.

6. Oğulcan: Numunede klorat ve nitrat anyonları vardır.

7. 27,17 mL H_2SO_4 alınır. 250 mL'lik balon jojeye bir miktar saf su koyulur. 27,17 mL H_2SO_4 yavaş yavaş su üzerine eklenir. Isınma olmaması için balon joje soğuk su banyosunda soğutulur. Menisküs çizgisine kadar saf su ile tamamlanır.

8. 0,85 gram $NaNO_3$

9. 2,05 gram CH_3COONa

D. **1.** C **2.** B **3.** A **4.** D **5.** E