



T.C.  
FIRAT ÜNİVERSİTESİ  
FEN FAKÜLTESİ KİMYA BÖLÜMÜ

# GENEL KİMYA LABORATUVAR DENEYLERİ

(MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ)

Prof. Dr. Sinan SAYDAM

Abdurrahman ÖKSÜZ

ELAZIĞ-2014

ÖĞRENCİNİN ADI SOYADI :  
NUMARASI :  
DÖNEMİ / GRUP NO :  
DERS ÖĞRETİM ÜYESİ :  
SORUMLU ASİSTANLAR :

HAFTA	DENEY ADI	DENEY TARİHİ
1	GENEL BİLGİLER VE LABORATUVARDA GÜVENLİK	...../...../201..
2	HACİM VE AĞIRLIK ÖLÇÜMÜ	...../...../201..
3	ÇÖZELTİLER (KATI ÇÖZELTİLER)	...../...../201..
4	ÇÖZELTİLER (SIVI ÇÖZELTİLER)	...../...../201..
5	AYIRMA YÖNTEMLERİ	...../...../201..
6	KRİSTALLENDİRME İLE SAFLAŞTIRMA	...../...../201..
7	İNDİRGENME YÜKSELTGENME REAKSİYONLARI	...../...../201..
8	GAZLARDA DİFÜZYON OLAYININ İNCELENMESİ	...../...../201..
9	HİDRAT SUYU TAYİNİ	...../...../201..
10	SİRKEDE ASİT TAYİNİ	...../...../201..
11	ASİT-BAZ ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI	...../...../201..
12	SAF BİR MADDENİN ERİME VE DONMA NOKTASI TAYİNİ	...../...../201..
13	DONMA NOKTASI ALÇALMASI İLE MOLEKÜL AĞIRLIĞI TAYİNİ (KRİYOSKOPİ)	...../...../201..
14	TERMOKİMYA	...../...../201..

# BÖLÜM 1. GENEL BİLGİLER

## DENEY 1. GENEL BİLGİLER VE LABORATUVARDA GÜVENLİK

Bir kimyacının laboratuvarında çalışırken yapması gereken en önemli işlerden birincisi, yapacağı deneyi ve deneyde kullanacağı maddeleri tanıması, bunların sağlık üzerinde kısa ve uzun vadede yapabileceği etkileri öğrenmesi, daha sonra beklenmedik bir olay sonucu deneyin yapılışı veya maddelerin taşınması sırasında çıkabilecek kazalara karşı tedbirlerin alınması gerekir. Bundan sonra deney düzeneğini dikkatlice kurup aynı titizliği deneyin yürüyüşü esnasında da göstermelidir. Deneyin sonunda yapılması gereken diğer bir işlem de reaksiyon ürününün ve artık maddelerin güvenli bir şekilde yok edilmesidir. Bu, içinde yaşadığımız çevreyi koruma, kirliliği önlemede en önemli adımlardan birisidir ve dikkatle yapılmalıdır.

Deneylere başlamadan önce laboratuvara uygun kıyafetle gelinmeli, bu kimya laboratuvarı için uzun beyaz önlük olup, laboratuvar süresince önlüğün düğmeleri kapalı olmalıdır. Bu önlük laboratuvar koridorlarında diğer öğrencilere hava atmak için giydirilmiyor. Unutulmamalıdır ki, giydiğiniz bu önlükle, olası herhangi bir kazaya karşı kendinizi ve elbiselerinizi korumuş olacaksınız. Ayrıca deneylerde kullanılacak olan maddenin istenmeyen etkilerini ortadan kaldırmak amacıyla gerektiğinde uygun koruyucu kıyafetler de (eldiven, gözlük, maske gibi) kullanılmalıdır.

Kontakt lensi olanlar, laboratuvara girmeden önce lenslerini çıkarıp, gözlüklerini kullanmalıdırlar. Kesinlikle laboratuvara lensle girilmemelidir. Bu sizin göz sağlığınız için oldukça önemli olup etkileri ömür boyu kalıcı sonuçlar doğurabilir. İleride olabilecek herhangi bir kalıcı rahatsızlığa meydan vermemek için bu kurala uyulması sizin yararınıza olacaktır.

Laboratuvarında çıkabilecek herhangi bir yangına karşı, müdahale edebilmek için, kendi hayatını tehlikeye atmamak kaydıyla, yangın söndürücülerin yerini ve kullanma şeklini öğreniniz. Laboratuvarında çalışırken sadece kendi hayatınızdan değil aynı zamanda da aynı yerde çalışan arkadaşlarınızın ve diğer elemanların da hayatlarından sorumlu olduğunuzu unutmamalısınız. Bu nedenle herhangi bir deneye başlamadan önce risk ve tehlikelerini iyice araştırdıktan sonra gerekli bütün tedbirleri alıp dikkatlice deney yapılmalıdır.

### 1.2. Laboratuvarında Meydana Gelebilecek Kazalar ve Bunlara Müdahale

Yukarıda verilen bilgiler dikkatle uygulandığında, laboratuvarında meydana gelebilecek kazalar minimuma indirilmiş olacaktır. Fakat elde olmayan sebeplerden dolayı, herhangi bir kaza meydana gelecek olursa, meydana gelebilecek zararları en aza indirmek için kendi hayatınızı tehlikeye atmamak kaydıyla müdahale edilmelidir. Olması muhtemel kazalar ve bunlara karşı müdahale şekilleri aşağıda verilmiştir.

#### a) Yangınlar

Muhtemel bir yangında, yapılması gereken ilk iş, yangının kaynağını tespit edip, yapılabilirse yangın kaynağı kesilmeye çalışılır, yangın türüne uygun bir söndürücü kullanılarak yangın büyümeden müdahale edilip kontrol altına alınıp söndürülmelidir. Şayet yangın kontrol edilemiyorsa kendi hayatını tehlikeye atmadan yangın mahallini güvenli bir şekilde terk edip, yangın alarmı verilmelidir. Yangının nerede olduğunu ve biliniyorsa kaynağını ilgililere açık ve net olarak rapor etmelisiniz.

#### b) Kesik ve yaralanmalar

Laboratuvarlarda bol miktarda cam malzeme olduğu için, bunların kazara kırılmaları sonucu kesik ve yaralanmalar meydana gelebilir. Bu durumda, kanama çok değil ve kesilen kısım az ise laboratuvarında bulunan ilk yardım dolabına gidilerek oksijenli su uygulandıktan sonra plaster veya steril sargı bezi ile sarılmalıdır. Kanamanın fazla olduğu durumda yara ile kalp arasında yaralanan kısma en yakın yerden boğularak kanama durdurulup hemen doktora gidilmelidir. Benzer şekilde kesilen kısmın büyük olduğu durumlarda da doktora gidilmelidir. Hiçbir şekilde yara musluk suyu ile yıkanmamalıdır.

#### c) Asit Dökülmeleri

Laboratuarda kullanılan asitlerin birçoğu çok kuvvetli olup, vücudun herhangi bir yeri ile temas ettiğinde hemen gerekli tedbirler alınmadığı takdirde kalıcı izler bırakabilir. Böyle bir durumla karşılaşıldığında hiç zaman geçirilmeden asit ile temas eden bölge bol su ile yıkanmalıdır. Daha sonra bu bölgeye % 3-5'lik  $\text{NaHCO}_3$  çözeltisi sürülmelidir (**eğer sülfürik asit dökülmüşse su ile yıkanmadan asit silinerek kurutulur ve % 3-5'lik  $\text{NaHCO}_3$  çözeltisi sürülmelidir**).

Asidin göze sıçraması durumunda hemen bir musluğa gidilip avucunuzu yanağa dayayıp eğilerek musluktan göze suyun gelmesi sağlandıktan sonra akan su altında göz kapağı açılıp kapatılmak suretiyle gözün yıkanması sağlanır ve bu işleme bir müddet devam edildikten sonra %1'lik  $\text{NaHCO}_3$  çözeltisi ile de yıkama yapılmalı ve gecikmeden bir doktora gidilmelidir.

Laboratuarda çalışırken sizin bilmediğiniz bir sebeple vücudunuzun herhangi bir yerinde aniden bir yanma hissederseniz, ilk önlem olarak bunun dikkatsiz birinin sebep olduğu asit sıçramasından olabileceğini düşünerek hemen bu bölge bol su ile yıkanmalıdır.

Asitlerin yere veya çalışılan alanlara dökülmesi durumunda, bu bölgenin üzerine odun talaşı veya kum dökülerek dökülen asit emdirilip temizlendikten sonra bu bölgeye biraz ticari sodyum karbonat serpilip bol su ile yıkanır.

Vücudun herhangi bir bölgesinin bazılarla yanması durumunda da yapılacak işlem benzer şekilde o bölgenin bol su ile yıkanması ve ardından da % 1'lik borik asit ( $\text{H}_3\text{BO}_3$ ) veya asetik asit ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) çözeltisi sürülmelidir.

#### **d) Zehirli Gazlar**

Kimyasal maddelerin birçoğu sağlık için tehlikeli olup, kısa ve uzun vadede kalıcı kötü sonuçlar verebilecek durumlar olabilir. Bu gibi durumlar sadece sizin değil sizden sonraki nesillerin hayatını da etkileyebilir. Bu sebeple, laboratuarda kimyasal maddeler ile çalışılırken çok dikkat edilmeli, mümkün olduğu kadar kimyasal maddelerin buharları teneffüs edilmemeli, çabuk buharlaşan maddeler ile çalışılırken çeker ocaklar kullanılmalıdır. Laboratuvar esnasında normalin dışında bir koku hissedildiğinde laboratuvarın kapı ve pencereleri açılmak suretiyle havalandırılması sağlanıp, laboratuarda görevli öğretim elemanlarına durum bildirilmelidir.

### **1.3. Laboratuvar Malzemeleri**

Laboratuarda deneyler yapılırken birçok değişik laboratuvar malzemeleri kullanılır. İlk defa kimya laboratuvarına giren kişi bu malzemelere yabancı olabilir, fakat sizler bir kimyager adayı olarak bu malzemeleri tanımak ve kullanmak zorundasınız. Burada, laboratuarda genel olarak kullanılan malzemeler tanıtılıp kısa bilgiler verilecektir.

Laboratuvar malzemelerinin birçoğu camdan yapılmış olup bunlardan bir kısmı içinde kimyasal madde ve çözelti saklamak için kullanılırken, bir kısmı ise ölçü kabı olarak kullanılırlar. Cam ölçü kapları genelde sıvıların hacimlerinin ölçülmesinde kullanılırlar. Bunlar;




#### **1.3.1. Huniler**

İki fazın birbirinden ayrılması için kullanılan malzemeler olup, sadece camdan değil aynı zamanda plastik veya metalden yapılmış olanları da vardır. Normal süzme işleminde, akış borusu kesik cam veya plastikten yapılmış huniler kullanılır. Bunlar katı bir maddeyi bir sıvıdan süzgeç kağıdı yardımıyla ayırmada kullanılırlar.

Vakumda yapılan süzme işleminde Nuçe hunisi kullanılır. Bu porselenden yapılmış olup tabanı deliklidir ve süzgeç kağıdı ile beraber kullanılırlar.

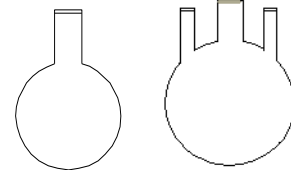
Cam süzgeçli huniler ise süzgeç kağıdı ile reaksiyon veren veya verebilecek çözeltilerin süzülmesinde kullanılırlar.

Ayırma ve damlatma hunileri ise ekstraksiyon işleminde iki sıvı fazın birbirinden ayrılmasında ve bir sıvının reaksiyon kabına kontrollü bir şekilde ilave edilmesi işlemlerinde kullanılırlar.

		
Huni	Ayırma hunisi	Damlatma hunisi

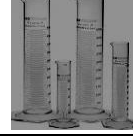
### 1.3.2. Balonlar

Laboratuvarlarda en fazla kullanılan cam malzemelerden olup çok değişik amaçlar için kullanılırlar. Bunlar, ısıtma, soğutma, damıtma, destilasyon, reaksiyon kabı, maddeleri muhafaza etme gibi amaçlar için kullanılırlar. Çok değişik ebatları olduğu gibi, kullanılacak amaca göre iki, üç, dört, beş boyunluları da vardır.



### 1.3.3. Mezürler

Belirli hacimde sıvı veya çözelti alınmasında kullanılırlar, bunların hacimleri 5 ile 1000 ml arasında değişmektedir. Hassas ölçümler için kullanılmaz.



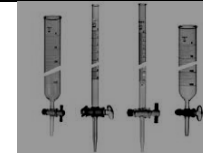
### 1.3.4. Balon Jojeler

Belirli hacimde çözelti hazırlamada kullanılırlar, hacimleri üzerinde belirtilen sıcaklıkta sabit olup hacimleri 1-2000 ml arasında değişir.



### 1.3.5. Büretler

Kantitatif analizde bir reaksiyonun dönüm noktasını belirlemek için kullanılan ölçülü malzemelerdir. Değişik hacimde ve şekilde olabilirler.



### 1.3.6. Erlen

Titrasyon, buharlaştırma, süzme gibi değişik amaçlar için kullanılırlar ve 10-2000 ml hacimlerinde olabilirler.



### 1.3.7. Soğutucular

Buhar fazındaki maddeleri yoğunlaştırmak için kullanılan cam malzemelerden olup, değişik ebat ve tipte olabilirler. Genellikle iç içe geçmiş iki cam borudan meydana gelirler. Bu borulardan bir tanesinden soğutma suyu geçerken, diğer boruda ise maddenin yoğunlaşması gerçekleşmektedir. Soğutuculara su bağlantısı yapılırken soğuk su girişi soğutucunun alt ucundaki kısma, su çıkış borusu da üstteki kısma bağlanır.



### 1.3.8. Pipetler

Bunlar mezürlerin daha küçük hacimde olanlarıdır ve mezürlerde olduğu gibi belirli hacimde sıvı aktarılmasında kullanılan malzemeler olup, camdan yapılmış olanlarının yanında plastikten yapılmış otomatik pipetlerde mevcuttur ve değişik hacimde olabilirler. Pipetlere madde alınması genelde, ağızla hava emmek suretiyle yapılır. Fakat zehirli ve aşındırıcı özelliği olan kuvvetli asitler gibi maddeler alınırken puar yardımıyla yapılır. Kimyasal maddelerin hemen hepsi sağlık açısından zararlı olduğu düşünüldüğünde, mümkün olduğu kadar pipete madde alınması için puar kullanılmalıdır.



### 1.3.9. Beherler

Çöktürme, buharlaştırma, süzme gibi işlerde kullanılan hacimleri 50 ile 2000 ml arasında değişen ısıya dayanıklı cam malzemelerdir.



### 1.3.10. Deney Tüpleri

Yaklaşık 1 cm çapında ve 10 cm boyunda olup, kalitatif analizde içinde kimyasal reaksiyonların oluşturulduğu ve gözlemlendiği cam malzemelerdir. Reaksiyon sonucu bir çökmenin olduğu durumlarda çökeleği çözültiden ayırmak için tabanı sivri santrifuj tüpleri kullanılır. Kaynatma işlemi gerektiren durumlarda, taşma ve sıçramayı önlemek için çapları 2-2.5 cm olan boyları 10-15 cm olan daha geniş tüpler kullanılır.



### 1.3.11. Desikatörler

Sabit tartıma getirilecek maddelerin nem almadan soğutulması ve kuru maddelerin nem çekmeden saklanması için kullanılan camdan yapılmış laboratuvar malzemeleridir. İki kısımdan meydana gelirler ve alt kısmına nem çekici bir madde konulur ve üst kısmına ise nem çekmemesi istenen madde konulur. Desikatörlerin kapakları özel olup, açılırken veya kapatılırken kapak yavaşça yana doğru kaydırılarak yapılır. Kapağın kolay kaydırılabilmesi ve hava sızıntısını önlenmesi için kapağa ince tabaka halinde vazelin sürülmelidir.



### 1.3.12. Cam Bagetler

Çözültüleri karıştırma ve süzme işlemlerinde kullanılan camdan yapılmış 15-20 cm boyunda olan malzemelerdir.



### 1.3.13. Saat camı

Dairesel olarak kesilmiş ince çukur ısıya dayanıklı camlardır ve buharlaştırma ve kristalleştirme işleminde çözeltiyi tozlardan korumak için kullanılırlar.



#### 1.3.14. Havan

Katı maddeleri ezip inceltmede kullanılan genelde porselenden yapılmış malzemelerdir.



#### 1.3.15. Kapsüller

İçinde buharlaştırma, ekzotermik reaksiyonların yapıldığı ısıya dayanıklı porselenden yapılmış laboratuvar malzemeleridir.



#### 1.3.16. Krozeler

İçersinde maddelerin yakıldığı, sabit tartıma getirildiği, eritiş yapılan yüksek ısıya dayanıklı porselen kaplardır ve genellikle küçük hacimlidirler. 1200 °C ye kadar sıcaklıklara kadar kullanılabilirler. Ayrıca krozelerin değişik metalden olanları da vardır platin, nikel, demir gibi.



#### 1.3.17. Kroze Maşası

Krozeleri fırına koymak, çıkarmak ve teraziye götürmek için kullanılan metalden yapılmış, makas şeklinde orta kısmı geniş aletlerdir.



#### 1.3.18. Spatüller

Katı kimyasal maddelerin kaplarından başka bir kaba alınması veya tartım esnasında kullanılan değişik şekillerde olabilen paslanmaz çelik, porselen, cam gibi maddelerden yapılmış malzemelerdir.



#### 1.3.19. Pensler

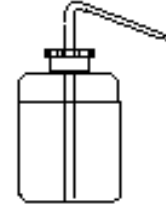
Elle tutulamayacak kadar küçük ve elle tutulmaması gereken maddeleri tutmak ve taşımak için kullanılırlar.

#### 1.3.20. Damlatıklar

Kullanılacağı amaca göre değişik şekillerde olabilen genelde bir çözeltiyi başka bir kaba damla damla kontrollü bir şekilde ilave etmeye yarayan camdan veya plastikten yapılmış laboratuvar malzemelerindendir.

### 1.3.21. Pisetler

Genelde polietilenden yapılmış, hacimleri 250-500 ml arasında olabilen içersinde saf su veya diğer sıvılarında konulduğu, yıkama işlemi için kullanılan malzemelerdir. Gövde kısmının elle sıkılması ile içindeki suyu dışarı fişkırtmak suretiyle kullanılırlar ve az miktarda madde sarfiyatı ile cam kapları durulamada kullanılırlar.



### 1.3.21. Laboratuarda Kullanılan deęiş malzemeler



Bek



Petri kabı



Gaz yıkama şişesi



Kıskaçlar



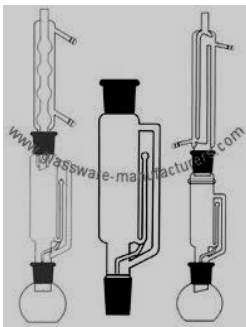
Kriko



Nivolu



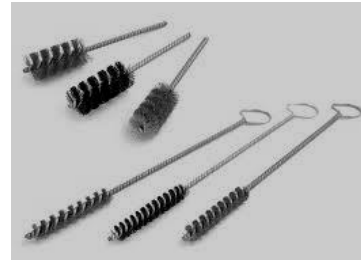
Nuçe Erlenı



Soxlet



Spor



Tüp Fırçası





## BÖLÜM 2 : DENEYLER

### DENEY 1. LABARATUVARDA YAPILAN TEMEL İŞLEMLER

#### Ölçme ve Tartım İşlemleri

##### a) Kütle ölçümü

Bir maddenin kütlesi, o maddenin standart bir kütle ile karşılaştırılması ile ölçülür ve bu işleme tartma işlemi denir. Kütle ve ağırlık terimleri fiziki anlamda birbirlerinden farklı da olsa biz laboratuarda bu terimleri kullanırken aynı anlamda kullanacağız. Yani; kütlesi 1 gram madde demekle, 1 gram ağırlığındaki madde demek aynı anlama gelmektedir. Buna rağmen herhangi bir karışıklığa sebebiyet vermemek için burada kütle ve ağırlığı kısaca açıklamada fayda vardır. Ağırlık: bir maddenin kütlesine etki eden yerçekimi kuvvetidir ve bir maddenin kütlesi evrenin her yerinde aynıdır. Kütle ve ağırlık arasında  $A = mg$  bağıntısı vardır. Burada, A: ağırlık, m: kütle ve g: yerçekimi kuvvetini ifade etmektedir. CGS Sisteminde ağırlık birimi Newton ve kütle birimi ise kg'dır.

Tartım yapmak için eskiden iki kefeli veya tek kefeli elektrikli teraziler kullanılmaktaydı, fakat iki kefeli terazileri bakkallar bile çoktan rafa kaldırdılar. Günümüzde bunların yerini elektronik, dijital göstergeli teraziler almıştır. Laboratuarlarda kullanılan terazilerin duyarlılıkları genellikle 0.01gram ile 0.00001 gram arasında değişmektedir. Kullanılacak terazinin duyarlılığı, yapılacak tartıma göre değişmektedir. Genelde 0.01 gram hassasiyetindeki bir terazi genel kimya laboratuarı deneyleri için yeterli olurken, analitik amaçlı tartımlar için 0.0001 gram hassasiyetindeki teraziler kullanılmalıdır.

##### b) Tartım kuralları

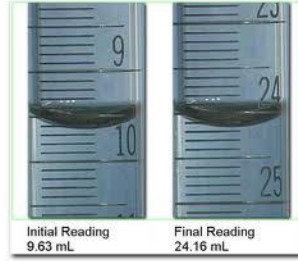
1. Teraziler nemsiz ve hava akımının ve büyük sıcaklık farkının olmadığı veya en az olduğu bir yerde, düz ve sallanmayan bir zemin üzerinde olmalıdır. Doğru bir tartım için bu şartların yerine getirilmesi şarttır.
2. Teraziler kesinlikle yerlerinden oynatılmamalıdır. Teraziler herhangi bir nedenden dolayı yerinden oynamış ise bu, üzerinde bulunan su terazisinin vidalı ayakları yardımıyla düzeltilmelidir. Su terazisi doğru olmayan bir terazi ile doğru bir tartım yapılamaz.
3. Islak, yağlı ve sıcak maddeler doğrudan terazi üzerine konulmamalı, tartılacak madde terazinin kefesinden taşmayacak şekilde kesilmiş, temiz bir kağıt üzerinde veya tartım kabında tartılmalıdır. Terazi kullanıldıktan sonra temiz ve düzgün bir şekilde bırakılmalıdır. Tartım esnasında terazi üzerine herhangi bir madde dökülecek olursa hemen terazi kapatılıp temizlenmeli ve tartım işlemine bundan sonra devam edilmelidir. Tartım işleminden sonra terazinin kapağı da kapatılmalıdır.
4. Terazide herhangi bir bozukluk olduğu fark edildiğinde, hemen laboratuarda görevli elemana haber verilmelidir. Kendiniz tamir etmeye kalkışmamalısınız.

##### c) Hacim ölçüleri

Sıvı ve gazların miktarlarının tayininde, hacimlerini ölçmek suretiyle yapılır. Bu amaçla çeşitli şekillerde ve farklı amaçlar için kullanılan mezür, büret, balon joje, ve pipet gibi cam malzemeler kullanılır. Bunlarda hata sınırları hacimlerine bağlı olarak değişir ve büyük hacimli ölçüm kaplarında

hatalar daha fazladır. Büret ve pipetlerin duyarlılığı mezüre göre daha fazladır yani hata sınırları çok daha azdır. Ayrıca ölçüm yapılan malzemelerin temizliği de yapılan ölçümlerin duyarlılığını büyük ölçüde etkiler, bu yüzden ölçüm yapılan kaplar çok temiz olmalıdır. Bunların temizliği, yıkandıkları zaman üzerlerinde sıvı damlacıkları bırakıp bırakmadıklarına bakılarak anlaşılabilir. Eğer sıvı damlacıkları görünüyorsa temiz olmadığına işarettir. Temiz bir cam malzeme üzerinde sıvı damlacıkları oluşturmaz ve sıvı cam üzerinde gözle görülemeyecek ince bir film tabakası oluşturur. Cam malzemelerin temiz olmadığı durumlarda önceden de belirtildiği gibi bir çözeltisi ile yıkamak suretiyle kirlilik giderildikten sonra kullanılmalıdır.

Cam malzemelerde ölçüm yapılırken, sıvının camın iç çeperini ıslatması nedeniyle eğri bir görünüm oluşturur, buna menüsküs adı verilir. Okuma yapılırken menüsküs ile göz aynı hizada olmalı ve saydam sıvılarda menüsküsün alt kısmına karşı gelen ölçek çizgisi çok koyu renkli çözeltilerde menüsküsün alt çizgisinin görülmediği durumlarda ise menüsküsün üst çizgisi ölçek çizgisi olarak alınır.



Büretler, bir ucunda musluk bulunan ölçüm kapları olup, genellikle titrasyon işleminde kullanılıp, bu esnada harcanan çözelti hacmini ölçmeye yarar. Büretlerin muslukları teflon veya camdan yapılmış olabilirler. Büret eğer musluk kısmından akıyorsa, bunun giderilmesi için teflon musluklarda musluğun ucundaki vida hafifçe sıkılır, cam musluklarda ise bu durum musluğun gövdesinin çıkarılıp temizlendikten sonra üzerine musluğun deliği kapatmayacak şekilde ince bir film şeklinde vazelin sürülür ve tekrar yerine takılır.

Büret çözelti ile doldurulmadan önce kuru ve temiz olmalıdır. Şayet büret ıslak ise doldurulacak çözelti ile büret iki üç defa az bir miktar çözelti kullanılarak birkaç defa çalkalanmalıdır. Büret doldurulduktan sonra musluk ile büretin alt ucu arasında hava boşluğunun kalmamasına da dikkat edilmelidir. Titrasyon işlemi sırasında yapılacak okumalar yukarıda açıklandığı gibi yapılmalıdır.

#### d) Ölçme ve Anlamlı Sayılar

Bu deneyde ve bundan sonraki, laboratuvar da derslerinde bir takım ölçme ve tartma işlemleri yapacaksınız. Ölçme ve tartma işlemleri sonucu bazı sayılar ve bunları tanımlayan bazı birimler kullanacaksınız. Yapılacak ölçümler; herhangi bir maddenin, boyunu, ağırlığını hacmini ölçme şeklinde olabilir. Yapmış olduğunuz ölçüm sonuçlarını yazarken, ölçülen büyüklüğün birimini yazmayı unutmayınız. Mesela, yapmış olduğunuz bir ölçüm sonucunu 10 şeklinde yazmak hiç bir şey ifade etmemektedir, zira bu değer 10 kg, 10 g veya 10 tane mi belli olmadığı için bu anlamsız bir sayıdır.

Laboratuvar da çalışılırken unutulmaması gereken diğer bir konu da, ölçülen büyüklüğün sahip olduğu belirsizliktir. Belirsizliğin kaynağı, hem ölçüm yapılan aletin ve hem de ölçüm yapan kişinin mükemmel olmamasından ileri gelmektedir. Bilimsel çalışmalarda, bilim adamları yaptıkları ölçümün hangi derecede güvenilir olduğunu, yaptıkları ölçümü kaydederken hangi ondalık basamağa kadar güvenilir olduğunu belirtirler

Bu laboratuvar dersinde, ölçüm yaparken, hangi aracı kullanacaksanız, bu aletin en küçük ölçüm aralığını kullanmanız gerektiğini dikkat ediniz. Ölçüm sırasında cihazı doğru kullanınız ve ölçüm sırasında sonucu olabildiğince en doğru ondalıklı basamakta vermeye gayret ediniz.

#### e) Uzunluk Ölçümünden Hacim Hesaplama

1. Bir cetvel kullanarak, dikdörtgen prizma şeklindeki size gösterilen bir cismin enini, boyunu ve genişliğini ölçerek bir tablo halinde, olabildiğince hassas bir şekilde cm cinsinden kaydedin.
2. Cismin hacmini hesaplayıp, tabloya kaydediniz.

3. Birinci ve ikinci basamakta yapmış olduğunuz işlemleri cm yerine inch uzunluk birimini kullanarak yapıp, tabloya ekleyiniz. (1 inch = 2.54 cm, bazı cetvel ve metreler üzerinde inch birimleri de gösterilmektedir)
4.  $\text{In}^3$  şeklinde hesaplamış olduğunuz hacmi  $1 \text{ in}^3 = 16.39$  eşitliğini kullanarak  $\text{cm}^3$ ' e çevir ve  $\text{cm}^3$  olarak ölçmüş olduğun değer ile karşılaştır. Sonuçlar aynı mı? Farklı ise sebebini açıklayınız.

## DENEY 2. ÇÖZELTİLER

İki veya daha fazla maddenin tek bir faz oluşturmak üzere birbirleri içinde homojen olarak karışmaları sonucu meydana getirdikleri homojen karışıma çözelti denir. Çözeltiyi meydana getiren bileşenden genellikle miktarca fazla olana çözücü, diğerine çözünen adı verilir. Çözücü ve çözüneni katı, sıvı veya gaz oluşuna göre oluşabilecek çözeltiler aşağıda çizelgede verilmiştir.

Çözelti Tipi	Çözelti tipleri		Örnek Çözelti	
	Çözücü	Çözünen	Çözücü	Çözünen
Sıvı çözelti	Sıvı	Katı	Su	Sodyum klorür
	Sıvı	Sıvı	Su	Etil alkol
	Sıvı	Gaz	Su	Karbondioksit
Katı çözelti	Katı	Katı	Bakır	Çinko
	Katı	Sıvı	Gümüş	Cıva
	Katı	Gaz	Palladyum	Hidrojen
Gaz çözelti	Gaz	Gaz	Azot	Oksijen

Çözeltiler, oluşturdukları homojen fazlara göre sıvı, katı ve gaz çözeltiler olarak adlandırılırlar fakat gaz çözeltiler yerine gaz karışımı terimini kullanmak daha uygundur. Çözeltiyi oluşturan maddelerden biri katı diğeri sıvı ise, katı sıvıda çözünmüş denir ve katıya çözünen sıvıya çözücü denir. Çözeltiyi oluşturan bileşenlerden her ikisinin de sıvı olması durumunda, çözünen ve çözücü terimleri keyfi olarak seçilir

Bir çözeltideki çözünen maddenin bağıl miktarına konsantrasyon denir. Konsantrasyon birimlerinin çok çeşitli olmasına rağmen en fazla kullanılan konsantrasyon birimleri, molarite, normalite, molalite, % de çözelti olup bunlar burada kısaca açıklanacak ve hesaplama metodu gösterilecektir.

### 2.1. Ağırlıkça % çözeltiler

100 birim çözeltide çözünen madde miktarını ifade eder ve genellikle katılar için kullanılır. % 10'luk NaCl çözeltisi demek 100 birim çözeltinin 10 birimi NaCl ve 90 birimi çözücü demektir. Sıvılar için yoğunluk ve yüzde dikkate alınarak hesaplama yapılmalıdır. Genel olarak a; gram madde, b; gram çözücüde çözünmüş ise, çözünenin yüzdesi X,

$$X_a = \% a = \left( \frac{a}{a + b} \right) 100 \quad \text{yazılabilir.}$$

### 2.2. Hacimce % çözeltiler

100 birim çözeltide çözünen madde miktarını ifade eder ve genellikle bir sıvının başka bir sıvı için çözüldüğü durumlarda kullanılır. % 20 lik alkol çözeltisi demek 100 hacim birimi çözeltinin 20 hacim birimi alkol ve 80 birimi çözücü demektir (Alkolün % 96'lık ve yoğunluğunun 0.8 gr/cm<sup>3</sup> olduğu dikkate alınarak içerisindeki su da hesaba katılmalıdır). Genel olarak a hacim birimi madde b hacim birimi çözücüde çözünmüş ise, çözünenin hacimce yüzdesi X<sub>a</sub>,

$$X_a = \% a = \left( \frac{a}{a + b} \right) 100 \quad \text{yazılabilir.}$$

### 2.3. Molar çözeltiler

Bir litre çözeltide çözünmüş olan maddenin mol sayısına **molarite** denir ve genellikle **M** ile gösterilir. Çözelti birden fazla madde ihtiva ediyorsa her bir madde için molarite ayrı ayrı verilir.

Aşağıdaki formül sıvı maddeden çözelti hazırlamak için kullanılır. Katı maddeden çözelti hazırlamak için % (yüzde) ve d (yoğunluk) kaldırılır.

$$M = \frac{\% \cdot d \cdot V \cdot 1000}{M_A \cdot V_T}$$

veya  $M = \frac{n}{V}$  burada n çözünen maddenin mol sayısı, V çözeltinin hacmi (lt cinsinden).

#### 2.4. Molal çözeltiler

1000 gram çözücüde çözünmüş olan maddenin mol sayısına **molalite** denir ve genellikle **m** ile gösterilir. Kristal suyu ihtiva eden maddelerin sudaki çözeltilerinin molalitesi hesaplanırken kristal suyu da hesaba katılmalıdır. Örneğin 1 molal demir sülfat çözeltisi hazırlamak için 152 gr değil 242 gr  $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  alınır ve 910 gr suda çözülür. Çünkü, 90 gr su kristal suyu olarak  $\text{FeSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  içinde vardır.

$$m = \frac{n}{S}$$

n, çözünen maddenin mol sayısı ve S çözücünün kilogram olarak ağırlığı.

#### 2.5. Normal çözeltiler

Bir litre çözeltide çözünmüş olan maddenin eşdeğer gram sayısına **normalite** denir ve **N** ile gösterilir. Bir maddenin eşdeğer gram sayısı o maddenin molekül ağırlığının tesir değerliğine oranına denir. Tesir değerliği asitler için çözeltiliye verilen  $\text{H}^+$  sayısı, bazlarda  $\text{OH}^-$  sayısı, tuzlar için bir iyonun toplam yükü, redoksa katılan maddeler için ise mol başına alınan veya verilen elektron sayısıdır. Buna göre normalite N,

Aşağıdaki formül sıvı maddeden çözelti hazırlamak için kullanılır. Katı maddeden çözelti hazırlamak için % (yüzde) ve d (yoğunluk) kaldırılır.

$$N = \frac{\% \cdot d \cdot V \cdot 1000}{\frac{M_A}{TD} \cdot V_T}$$

veya  $N = \frac{egs}{V}$

Burada egs, eşdeğer gram sayısını, V ise litre cinsinden çözeltinin hacmi göstermektedir.

$$egs = \frac{g}{M_A/t}$$

t; maddenin tesir değerliğini, M; çözünen maddenin molekül ağırlığını, g; çözünen maddenin gram cinsinden miktarını ifade etmektedir.

#### 2.6. Mol kesri

Bir çözeltide bulunan maddelerden herhangi birinin mol kesri, o maddenin çözeltideki mol sayısının toplam mol sayısına oranına o maddenin **mol kesri** denir. A, B, ve C maddelerinden meydana gelmiş bir çözeltide mol sayıları  $n_A$ ,  $n_B$  ve  $n_C$  ise A maddesinin mol kesri için  $X_A$ ,

$$X_A = \frac{n_A}{n_A + n_B + n_C}$$

Bir çözeltideki maddelerin mol kesirleri toplamı bire eşittir.

$$X_A + X_B + X_C = 1$$

#### Gerekli madde ve malzemeler

5 ml'lik pipet	Puar	Balon joje	Mezür
----------------	------	------------	-------

**NOT:** Sülfürük asit çözeltileri hazırlarken asla derişik asit üzerine su ilave etmeyiniz, sülfürük asidin su ile reaksiyonu ekzotermiktir ve patlamaya sebebiyet verebilir.

### Deneyin yapılışı

#### a) % 5'lik NaCl çözeltilerinin hazırlanması

1. Ağırlıkça % 5'lik 20 g NaCl çözeltileri hazırlamak için gerekli olan NaCl ve su miktarını hesaplayınız ve sonucu laboratuvar sorumlusuna kontrol ettiriniz.
2. Hesaplanan NaCl miktarını 0.01 hassasiyette tartınız.
3. Tartılan NaCl'ü 100 ml lik balon jojeye boşaltınız.
4. Çözelti için hesaplanan saf su miktarını alıp, balon jodede azar azar su ile çalkalayarak maddeyi çözünüz ve çözeltiyi ağız kapalı bir etiketli şişeye aktarınız
5. Hazırlanan çözeltinin molaritesini, molalitesini, normalitesini ve mol kesrini hesaplayınız.

#### b) 0.1 M ve 0.1 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltilerinin hazırlanması

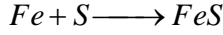
1. 250 ml 0.1 M ve 250 ml 0.5 N H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltileri hazırlamak için gerekli derişik sülfürük asit miktarlarını hesaplayınız ve hesap sonucunu laboratuvar sorumlusuna kontrol ettiriniz.
2. 250 ml'lik bir balon jojeyi yarısına kadar saf su ile doldurun.
4. Hesapladığınız H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltilerini puarlı bir pipet ile asit şişesinden alarak yavaş yavaş balon jodedeki su üzerine boşaltıp, balon jojeyi dairesel olarak çalkalayın.
5. Aynı işlemi 0.5 N 250 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltileri içinde tekrarlayınız.
6. Hazırlanan çözeltilerin yoğunluğunu hesaplayınız.

## DENEY 3. AYIRMA YÖNTEMLERİ

### 3.1. Karışım ve bileşik

Birden fazla maddenin kimyasal bir değişmeye uğramadan meydana getirdikleri madde topluluklarına **karışım** denir. Karışımı oluşturan maddeler, kendi özelliklerini korurlar, istenilen oranda karışabilirler ve karışımı oluşturan bileşenlerine kolaylıkla ayrılabilirler. Örneğin, demir tozları ile kükürt karıştırıldıktan sonra bu karışıma mıknatıs yaklaştırıldığında karışımdaki demirin mıknatıs ile çekilmesi sayesinde bu karışımı tekrar ilk maddelerine dönüştürmek mümkündür. Karışımlar, Homojen ve Heterojen olmak üzere iki kısma ayrılırlar.

İki veya daha fazla elementin bileşiminden meydana gelen homojen maddelere Kimyasal Bileşik denir. Bileşiği oluşturan elementler; belirli oranda birleşirler ve kendi özelliklerini tamamen kaybedip yeni ve ortak bir özelliğe sahip olurlar. Bileşikleri, kendilerini oluşturan bileşenlerine basit şekilde ayırmak mümkün değildir. Eğer yukarıdaki demir ve kükürt karışımı ısıtılırsa, kimyasal bir değişim sonucu demir, demir özelliğini, kükürt de kükürt özelliğini kaybederek yeni bir madde olan demir sülfürü oluştururlar.



Elektron alış-verişiyle oluşan bu yeni maddeyi mıknatısla veya diğer fiziksel yöntemlerle tekrar demir'e ve kükürt'e ayırmak mümkün değildir. Kimyasal değişim sonucu oluşan bu madde artık bir karışım değil bileşiktir ve kendine has erime noktası, kaynama noktası, kristal yapısı vardır.

**Homojen Karışım:** Her noktasının özellikleri aynı olan ve dışarıya karşı tek bir madde gibi görünen karışımlara denir. Örneğin, tuzlu su, şekerli su, hava v.b. maddeler homojen karışımlardandır ve bunlar tek fazlı olup, gözle ve mikroskopla ayırt edilemezler.

**Heterojen Karışım:** Her noktasının özellikleri aynı olmayan ve dışarıya karşı tek bir madde gibi görünmeyen maddelere heterojen karışımlar denir. Diğer bir ifadeyle, gözle ve mikroskopla ayırt edilebilen karışımlardır. Bir heterojen karışımın gözle veya mikroskopla ayırt edilebilen kısımlarına faz denir. Bazen göze homojen görünen karışımlar mikroskop altında heterojen olduğu görülür, süt örneğinde olduğu gibi.

### 3.2. Ayırma Yöntemleri

Karışımları oluşturan maddeleri ayrı ayrı geri kazanma işlemlerine Ayırma veya Saflaştırma metotları denir. Karışımlar homojen ve heterojen olarak ikiye ayrıldıklarına göre ayırma işlemlerini de iki grupta incelemek gerekir.

#### 3.2.1. Heterojen karışımları ayırma

Bu tip karışımları ayırmak için genellikle mekanik işlemlerden faydalanılır.

#### 3.2.2. Manyetik Ayırma

Katı-katı karışımlarında karışımı oluşturan maddelerden biri manyetik özellik gösteriyor ise, bir mıknatıs yardımı ile bu maddeyi karışımdan ayırmak mümkündür. Demir tozu ile kükürt karışımından demirin mıknatısla ayrılması iyi bir örnek teşkil etmektedir.

#### 3.2.3. Yüze Çıkma veya Dibe Çökme

Karışımı oluşturan maddelerin yoğunluk farkından faydalanılarak kendilerini çözmeyen bir sıvı yardımı ile ayırma işlemidir. Örneğin, çok ince öğütülmüş mantar ve demir tozlarından ibaret bir karışım suya atıldığında demir dibe çöker, mantar ise yüzer.

### 3.2.4. Sedimentasyon, Dekantasyon ve Süzme

Heterojen sistem, değişik yoğunluktaki sıvı-katı karışımından oluşmuş ise çökeltme işlemi uygulanır buna Sedimentasyon denir. Katı kısım iyice çökeldikten sonra, üstteki sıvı kısmın aktarma suretiyle alınmasına Dekantasyon adı verilir. Katı partiküllerin yeteri kadar büyük çaplı olması veya yoğunluk farkının çok fazla olmaması dekantasyon işlemi zorlaştıracağından bu durumda süzme işlemine başvurulur. Süzme işlemi kolaylaştırmak ve zamandan tasarruf için laboratuvarlarda vakumda süzme işlemi uygulanır. Endüstride ise, baskı ile süzme ve santrifüj ile süzme daha yaygın olarak kullanılan süzme işlemleridir.

### 3.2.5. Santrifüjleme

Sıvı içerisindeki katı parçacıkları çok küçük ise bu durumda süzme ile ayırma yeterli olmayabilir. Bu durumda katı parçacıkları çökeltmek için santrifüj aletinden yararlanılır. Bu işlem normal ayırmalarda da kullanılır. Bu suretle zamandan büyük tasarruf sağlanır. Mikro düzeydeki ayırmalarda da kullanılabilmesi, diğer normal süzme işlemlerine oranla daha yaygın kullanılmasını sağlar.

### 3.2.6. Ayırma Hunisi

Heterojen bir sistemden oluşan sıvı-sıvı karışımlarını ayırmak için kullanılır. Örneğin, su-yağ karışımları, kendi haline bırakıldığında bir müddet sonra, yoğunluk farkı nedeniyle her iki faz birbirinden ayrılır. Böyle bir sistem ayırma hunisi yardımıyla birbirinden kolaylıkla ayrılabilir.

### 3.2.7. Flotasyon (Yüzdürme)

Endüstride özellikle metalurjide maden cevherlerini taş, kum ve topraktan ayırmak için uygulanan bir işlemdir. Köpük yapıcı maddelerle oluşturulan köpüklere yüzdürülmesi istenen cevherin özel maddelerle bağlanmasını sağlayarak cevherin su yüzeyinde yüzdürülebilir hale getirilmesidir. Bu durumda taş, toprak dibe çökeceğinden cevherden ayrılır.

### 3.2.8. Dializ

Santrifüjle bile bir sonuç alınmayacak kadar küçük parçacıkları içeren sıvı-katı karışımları (Kolloitler) ayırmada kullanılan bir işlemdir. Dializ zarı için parşömen, hayvan derisi, selofon gibi gözenekleri çok küçük olan (0.01 $\mu$ ), (süzgeç kağıdının gözeneği 3  $\mu$ ) süzgeçler kullanılır.

## 3.3. Homojen Karışımların Ayrılması

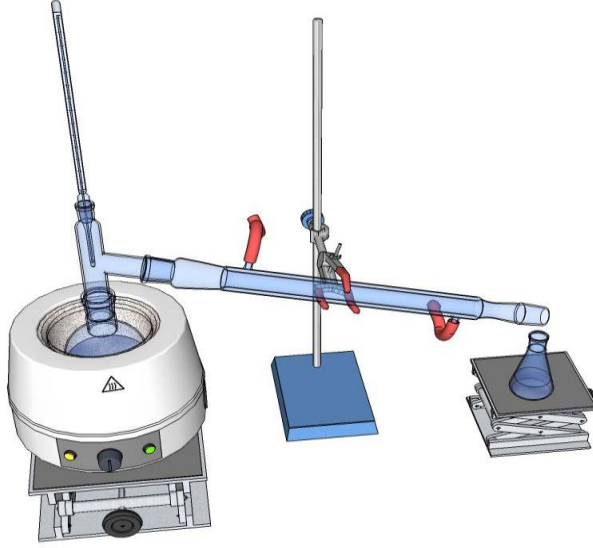
### 3.3.1. Distilasyon

Genellikle her madde farklı bir kaynama noktasına sahiptir. Karışımları teşkil eden maddeleri bu özellikten faydalanarak gaz fazına geçirip yoğunlaştırmak sureti ile teker teker geri kazanma işlemine Distilasyon denir. Distilasyon işlemi maddelerin tabiatına göre iki gruba ayrılabiliriz:

- a) Kaynama noktası çok yüksek olmayan ve bozunmaya uğramayan maddelerin distilasyonu; bu işlem genellikle iki yöntemle yapılır.
  - **Normal Distilasyon**
  - **Fraksiyonlu Distilasyon**

Karışımı oluşturan maddelerin kaynama noktaları çok farklı ise **normal** distilasyon yeterli olabilir.





Şekil 2. Normal distilasyonun şematik gösterilişi

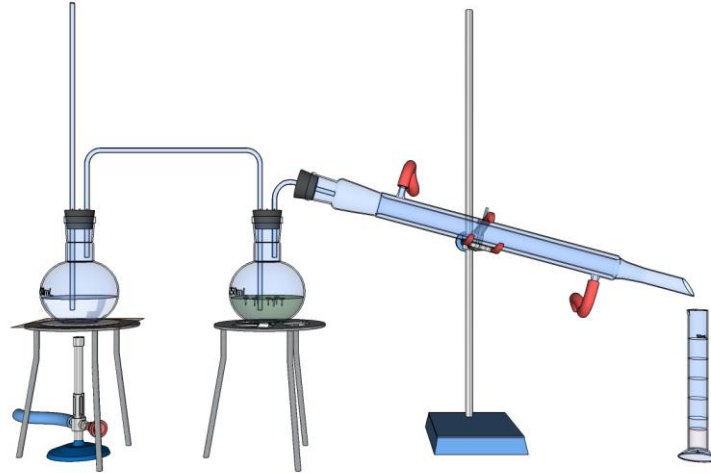
Kaynama noktaları çok yakın maddeleri içeren karışımları saflaştırmak için (fraksiyon başlığı) denilen ek bir aygıtı içeren **fraksiyonlu** distilasyon sistemi kullanılmalıdır.

Kaynama noktası çok yüksek olan veya kaynama noktalarına ulaşmadan bozunan maddelerin distilasyonunda ise **vakum** distilasyonu ve **su buharı** distilasyonları uygulanmaktadır.

**Vakum distilasyonu** (düşük basınç) normal veya fraksiyonlu distilasyon aygıtlarının kapalı bir sistem haline getirilerek vakum pompasına bağlanmasından ibarettir. Böylece karışımı oluşturan maddelerin daha düşük sıcaklıkta kaynamaları sağlanmış olur.

**Su buharı distilasyonu**, adından da anlaşılacağı gibi distilleme işlemini  $100^{\circ}\text{C}$ 'de gerçekleştiren ve su buharı ile sürüklenme esasına dayanan bir sistemdir.

Yan yana bulunan ve birbirinde çözünmeyen iki uçucu maddenin buharlaşma basınçları toplamı dış basınca eşit olduğu sıcaklıkta her iki madde beraberce distillenirler ilkesinden hareketle su ile homojen bir karışım oluşturmayan bu tür maddelerin distilasyonu için bir yöntem uygulanır. Özellikle parfüm sanayinde çeşitli bitki ve çiçeklerden esansların kazanılmasında bu yöntem uygulanmaktadır. Örneğin, limon çiçeğinden limon esansı bu yöntemle elde edilebilir.



Şekil 3. Su buharı destilasyonun şematik görünüşü.

### 3.3.2. Kondenzasyon

Distilasyon işleminin tersi olarak yorumlanabilir. Bir gaz soğutularak sıkıştırıldığı zaman sıvılaşır. Havada bulunan gazların bu yöntemle birbirinden ayrılması mümkündür.

### 3.3.3. Ekstraksiyon

Bir maddeyi bir ortamdan başka bir ortama alma metoduna ekstraksiyon denir. Çeşitli ekstraksiyon metotları vardır fakat bunlardan en fazla kullanılanı sıvı-sıvılardır. Sıvı-sıvı ekstraksiyonunda bir çözücüde çözülmüş olan bir madde, bu çözücü ile karışmayan başka bir çözücüye alınır. Katı-sıvı ekstraksiyonunda ise katı içinde bulunan bir maddenin bu maddeyi çözebilen bir çözücü içine alınması olayıdır. Ekstraksiyonlarda genellikle organik çözücüler kullanılır.

En basit olarak bu işlem bir ayırma hunisi ile gerçekleştirilebilir. Sürekli bir ekstraksiyon için **Soxhlet** aygıtı kullanılır. Ekstraksiyon homojen karışımlara uygulandığı gibi heterojen karışımlara da uygulanabilir.



Şekil 4. Kurulmuş bir Soxhlet aygıtının şematik görünüşü

### 3.3.4. Kromatografi

Modern bir ayırma yöntemidir. Kağıt, İnce tabaka, kolon, gaz gibi çeşitli tipleri vardır.

### 3.3.5. Süblimleşme

Bazı katıların sıvı hale geçmeden gaz fazına geçme özelliğine denir. Bu tip maddeleri içeren bu karışım ısıtıldığında süblimleşebilen madde soğuk bir yüzeyde yoğunlaştırılarak tekrar katı hale dönüştürülebilir.

### 3.3.6. Kristallendirme

Çözünürlüğü sıcaklıkla birlikte artan bir maddenin sıcakta doymuş çözeltisi soğutulmaya bırakılacak olursa, soğukta doymunluk sınırı aşılabacağından doymunluk sınırına ulaşıncaya kadar çözülmüş bulunan maddenin bir kısmı katı halde ayrılır. Aynı olay doymuş bir çözeltinin bir miktar buharlaştırılması durumunda da ortaya çıkar. Bu olaya **kristallenme** denir.

Kristalizasyon olayı, kristal çekirdeğinin teşekkülü ve büyümesinden ibarettir. Çok sayıda büyük kristal elde etmek için çekirdekleşme hızı düşük tutulmalıdır. Bunu sağlamanın yolu da aşırı doymuşluğu düşük tutmaktır. Zira bu değer büyük olursa çekirdekleşme hızı kristal büyütme hızından daha büyük olur. Sonuç olarak, aynı anda birçok yerde büyüme olacağından kristaller küçük olur.

### 3.3.7. Difüzyon

Maddenin yayılma özelliğidir. Daha çok gazlar için uygulanır. Difüzyon hızı yayılma ortamına ve yayılan maddeye göre değişir. Örneğin, hidrojen bromdan daha hızlı yayıldığı için böyle bir karışımdan bu yöntemle hidrojen ayrılabilir. Detaylı bilgi için ilgili deneye bakınız.

## DENEY 4. KRİSTALLENDİRME İLE SAFLAŞTIRMA

### Madde ve Malzemeler:

Erlen	Huni	Süzgeç Kağıdı	Aktif Kömür
Saf Su	KNO <sub>3</sub> (potasyum nitrat)	NaCl (sodyum klorür)	Benzoik Asit

### Teori:

Kristallendirme katı karışımlardaki bileşenleri birbirinden ayırmakta ve bu bileşenleri saflaştırmada kullanılan bir yöntemdir. Kristallenme ile ayırmaya **ayrimsal kristallendirme** ve saflaştırmaya ise **kristallendirme** denir ve temelde aynı işlemleri içerir. Kristallendirme, oda sıcaklığında katı olan maddelerin saflaştırılmasında yaygınca kullanılan bir yöntemdir. Yöntem temel olarak, sıcaklığın düşürülmesi ile çözünürlüğün azalması prensibine dayanır. Sıcaklık artırıldığında kristallenmesi istenen katının çözünmesi ancak uzaklaştırılmak istenen safsızlıkların çözünmemesi beklenir. İdeal bir kristallendirmede safsızlık yaratan maddeler sıvıda kalırken katı madde temiz kristaller halinde çöker. Kristallendirme ile saflaştırmada izlenen yol genel olarak şöyledir.

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

**DİKKAT : Benzoik asit birçok saf kimyasal gibi zehirlidir, tozları solunmamalıdır. Gözleri tahriş edebilir. Eldivensiz çalışılmamalıdır. Çevreye zararlıdır, lavaboya dökülemez.**

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

- Çözelti soğutulur.
- Çözelti aşırı doymuş hale getirilir.
- Çözünenin çözünmediği ikinci bir çözücü eklenir.
- Çözünenin buharlaşmayacağı durumlarda çözücünün bir kısmı buharlaştırılır.

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

### Deneyin Yapılışı:

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

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

### **Ayrımsal Kristallendirme:**

Sodyum klorür (NaCl) ile potasyum nitrat ( $KNO_3$ ) tuz karışımının ayrılması ayrımsal kristallendirme işlemi ile gerçekleştirilir. Bunun için tuz karışımı suda çözülür, ısıtılır ve süzülür. Çözelti soğutulurken önce daha az çözünen NaCl çöker,  $KNO_3$  suda çözülmüş olarak kalır. Kalan bu çözelti daha da soğutularak  $KNO_3$ 'ün kristallenmesi sağlanır. Böylelikle NaCl ile  $KNO_3$  tuzları ayrılmış olur.



**Benzoik Asit Kristalleri**

## DENEY 5. İNDİRGENME YÜKSELTGENME REAKSİYONLARI

### Teori:

Çok sayıda tepkime indirgenme yükseltgenme tepkimeleri olarak sınıflandırılabilir. Bu tepkimeler genelde oksitlenme basamağında değişikliklerin olduğu elektron aktarım tepkimeleridir. Bu tepkimeler sırasında bazen gözle görünür bir değişiklik olmaz. Bu durumda uygun bir test kullanmak gerekir. Bilinen bazı testler aşağıda verilmiştir.

Yükseltgenme basamağı	İndirgenme basamağı	Gözlem veya Test
MnO <sub>4</sub> <sup>-</sup>	Mn <sup>+2</sup>	Renk değişimi: mordan renksiz
Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub> <sup>-2</sup>	Cr <sup>+3</sup>	Renk değişimi: portakaldan yeşile
I <sub>2</sub>	I <sup>-</sup>	Renk değişimi: kahverengiden renksiz
Fe <sup>+3</sup>	Fe <sup>+2</sup>	Renk değişimi soluk sarıdan soluk yeşiledir. Bu değişim kolayca gözlenemez. Bu nedenle çözeltiliye KSCN ilave edilir. Bu madde Fe <sup>3+</sup> ile kırmızı renkli bir kompleks oluşturur. Yöntem: test çözeltilisine 1 damla KSCN ve 2 damla 2.5M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ilave edilir.
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	SO <sub>3</sub> <sup>-2</sup>	Renk değişimi yoktur. Çözeltiliye BaCl <sub>2</sub> çözeltisi ilave edilirse BaSO <sub>4</sub> çöker. BaSO <sub>4</sub> asidik ortamda çözünmez ama BaSO <sub>3</sub> çözünür. Yöntem: test çözeltilisine 2 damla 0.1M BaCl <sub>2</sub> ilave edilir. Çözünürlük testinde 5M HCl kullanılır.

### Madde ve Malzemeler

Deneysel Tüpü	H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	0.1M FeSO <sub>4</sub>
2.5M H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	0.5M KI	0.1M KSCN
0.1M Na <sub>2</sub> SO <sub>3</sub>	0.1M K <sub>2</sub> Cr <sub>2</sub> O <sub>7</sub>	0.1M KMnO <sub>4</sub>

### Deneyin Yapılışı

#### Permanganat – Mangan(II)

Üç tane temiz test tüpüne 5 damla 0.1M KMnO<sub>4</sub> çözeltisi koyulur. Bu test tüpleri 2'şer damla derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile asidik hale getirilir. Bu çözeltilerden birine 5 damla 0.1M FeSO<sub>4</sub> damlatılır. Diğer çözeltiliye 5 damla H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi ilave edilir. Son tüpe ise 5 damla 0.1M Na<sub>2</sub>SO<sub>3</sub> eklenir. Değişiklikler gözlenir ve tepkime denklemi yazılır.

KMnO<sub>4</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sup>+</sup> / .....  
KMnO<sub>4</sub>, FeSO<sub>4</sub>, H<sup>+</sup> / .....

#### Demir(II) – Hidrojen peroksit

İki tane temiz test tüpüne 5 damla 0,1M FeSO<sub>4</sub> ve 2 damla 2.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> koyulur. Bu test tüplerinden birine 5 damla H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi diğerine ise 5 damla saf su damlatılır. Çözeltiler su banyosunda ısıtılır ve değişiklikler gözlenir, tepkime denklemi yazılır.

Fe<sup>+2</sup>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sup>+</sup> / .....  
Fe<sup>+2</sup>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sup>+</sup> / .....

### **İyot – Hidrojen peroksit**

İki tane temiz test tüpüne 2 damla 2.5M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 5 damla 0.5M KI koyulur. Bu test tüplerinden birine 5 damla H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi diğerine ise 5 damla saf su damlatılır. Çözeltiler su banyosunda ısıtılır ve değişiklikler gözlenir, tepkime denklemi yazılır.

I<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sup>+</sup> / .....

I<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, H<sup>+</sup> / .....

### **Dikromat – Krom(III)**

İki tane temiz test tüpüne 5 damla 0,1M K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub> çözeltisi koyulur. Bu test tüpleri derişik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile asidik hale getirilir. Tüplerin birine 5 damla 0,1M FeSO<sub>4</sub>, diğerine 0,5M KI çözeltisinden 2 damla damlatılır. Değişiklikler gözlenir, tepkime denklemi yazılır.

FeSO<sub>4</sub>, K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, H<sup>+</sup> / .....

K<sub>2</sub>Cr<sub>2</sub>O<sub>7</sub>, KI, H<sup>+</sup> / .....

## DENEY 6. GAZLARDA DİFÜZYON OLAYININ İNCELENMESİ

Bir maddenin belirli bir faz içinde yayılması olayına **Difüzyon** adı verilir. Kelime anlamı olarak difüzyon yayılma demektir. Bir çözültide çözünen taneciklerin çözücü içinde her yere yayılması olayı bir difüzyon olayıdır. Burada çözünen moleküllerin ve çözücü moleküllerinin fiziksel halleri önemli değildir. Taneciklerin belli bir ortamdaki difüzyon yetenekleri, bu taneciklerin kinetik göç hızlarına bağlıdır. Kinetik göç hızları da tanecik büyüdükçe azalır. Yani küçük taneciklerin (örneğin moleküller) büyük taneciklere göre difüzyon yetenekleri daha fazladır.

Gazların difüzyon hızları ( $v$ ) molekül ağırlıklarının ( $M$ ) karekökü ile ters orantılıdır. Bu ifade **Graham Difüzyon Olayı** olarak bilinir. Matematiksel olarak,

$$v \propto \frac{1}{\sqrt{M}}$$

ifade edilebilir. Aynı sıcaklık ve basınç şartlarında iki ayrı gazın difüzyon hızları ( $v_1, v_2$ ), molekül ağırlıkları ( $M_1, M_2$ ) ve yoğunlukları ( $d_1, d_2$ ) arasında şu ilişki yazılabilir:

$$\frac{v_1}{v_2} = \sqrt{\frac{M_2}{M_1}} = \sqrt{\frac{d_2}{d_1}}$$

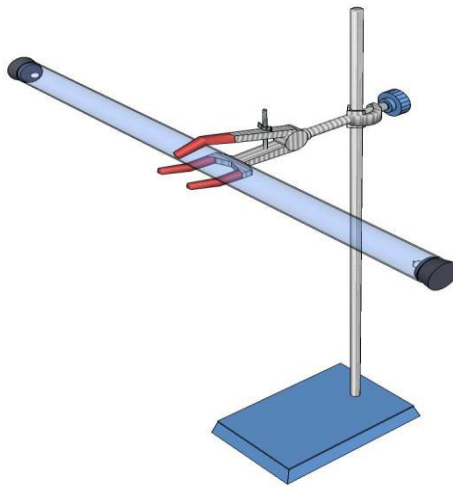
Yukarıdaki eşitliği aynı zamanda gazların aldığı yol cinsinden ifade edersek,

$$\frac{J_1}{J_2} = \frac{M_2}{M_1} \text{ eşitliği yazılabilir. Burada } J_1 \text{ ve } J_2 \text{ gazların aynı zamanda aldıkları yoldur.}$$

Günlük hayatımızda gazların difüzyonu ile ilgili pek çok olayla karşılaşırız. Örneğin, odanın bir köşesine birkaç damla esans döküldüğünde odanın her tarafına kokunun yayılması olayı esansı oluşturan moleküllerin havadaki difüzyonundan ileri gelir. Laboratuvarın bir tarafında amonyak şişesinin ağzı açık bırakılmışsa laboratuvarın her yerinden kısa sürede amonyak kokusunun gelmesi yine amonyak moleküllerinin havada difüzyonunu gösterir.

### Deneyin Yapılışı

Yaklaşık 1 m boyunda iki ucu açık cam doru alınız. Mantara takılı cam boruların açık uçlarına birer parça cam pamuğu koyunuz. Bu cam pamuklardan birinin üzerine 3-5 damla derişik amonyak diğlerinin üzerine 3-5 damla derişik hidroklorik asit damlatınız. Kısa sürede bu tıpaları, daha önce iki ucu açık ve bir spora yatay olarak tutturulmuş cam borunun uçlarına aynı anda takınız. Bir süre sonra cam borunun belli bir yerinde beyaz dumanlar göreceksiniz. Bu gözleminize **Graham Difüzyon Kanunu**'nu uygulayınız.



Şekil 5. Difüzyon deneyinde kullanılan deney düzeneği

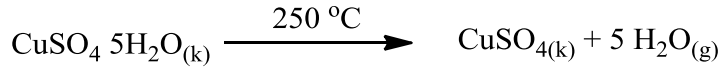
## DENEY 7. HİDRAT SUYU TAYİNİ

### Genel Bilgi

Bazı maddeler ısıtıldıkları zaman erimeden bozunurlar. Bu bozunma işlemi, geri dönüşümlü olabildiği gibi geri dönmeyecek (bu durumda, eski yapısına geri gelemez) şekilde de olabilir. Bozunma sırasında madde iki veya daha fazla maddeye dönüşür. Eğer bu bozunma geri dönüşümlü ise, bozunma sırasında ayrılan maddelerin bir araya gelmeleri sonucu madde eski halini alabilir. Hidratlar, bu tür bileşiklere örnek olarak verilebilir. Bu maddeler ısıtıldıkları zaman, erimez ve bileşiğin yapısından su ayrılarak susuz tuza dönüşürler (bunlara anhidrit denir). Bu maddelere (anhidritler) su ile birleştiğinde, başlangıçtaki orijinal hallerine dönerler.

Su molekülü bu maddelerde kristal yapının bir parçası olarak yer alırlar. Bir metal tuzu suda kristallendiğinde, belli sayıda su molekülü metal iyonuna bağlanır. Metal iyonuna bağlanan su moleküllerinin sayısı metal atomuna göre değişim gösterir, fakat bir metal bileşiği için bu sayı sabit bir sayıdır. Bakır sülfatın sudan kristallenmesi sırasında, mavi renkli bakır(II)sülfat penta hidrat ( $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) bileşiği oluşur. Molekül formülünde de anlaşılacağı üzere, 5 molekül su bakır(II) iyonuna bağlanmıştır. Bakır sülfatın molekül formülünün yazılışına dikkat ediniz, burada 5 mol su bakır sülfat kısmında bir nokta ile ayrılmıştır.

Bu ve benzeri maddeler ısıtıldığında, verilen ısı maddeyi susuz tuza (anhidrit'e) dönüştürür ve suyun buhar halinden ortamdaki uzaklaştığı bazı durumlarda gözle de görülebilir. Mesela, mavi renkli bakır(II)sülfat pentahidrat,  $250^\circ\text{C}$ 'ye kadar ısıtıldığında susuz hali olan beyaz renkli bakır(II)sülfat'a dönüşür.



Bu işlem geri dönüşümlü olup, şayet susuz bakır(II)sülfat üzerine tekrar su ilave edilecek olursa, tuz hidratlaşarak mavi renkli bakır(II)sülfat pentahidrata dönüşür. Bazen bu havadaki su buharı ile kendiliğinden meydana gelir. Bu tür maddelere hidroskopik maddeler denir ve kurutucu madde (desikant) olarak kullanılırlar. Bazı maddeler çok iyi hidroskopik özellik gösterirler, bunun neticesi olarak çevresindeki suyu absorbe ederek içinde çözünürler. Bunlara kalsiyum klorür örnek olarak verilebilir.

Bu tür hidroskopik maddeler ticari olarak kullanılmaktadır. Mesela, bazı ilaçların içindeki nem oranını belli bir seviyenin altında tutmak suretiyle ilaçların daha uzun süre kullanılabilmesi için ilaç kutusu içine bu tür nem çekici maddeler konulmaktadır ve ilaç ile karıştırılarak kullanılmaması için üzerinde yazılı uyarılar bulunmaktadır.

Birçok hidrat bileşiği stokiyometrik oranda su bulundurduğu için, bu maddelerdeki su moleküllerinin tuz molekülü oranını deneysel olarak hesaplamak mümkündür. Bu işlem için, öncelikle hidrat bileşiği tartıldıktan sonra ısıtılır ve buharlaştırılan su miktarı hesaplanır. Buradan da uçurulan su molekülü sayısı ve buna bağlı olarak da tuz –su mol oranı hesaplanabilir.

### Örnek

Magnezyum sülfat hepta hidrat Epsom tuzu olarak bilinir. 5.320 g Epsom tuzu ısıtıldığında, 2.598 g susuz magnezyum sülfat kaldığı görülmüştür.

#### a. Uçurulan su miktarı

Hidrat Epsom tuzunun ağırlığı (g)

Susuz tuz ağırlığı (g)

Buharlaştıran su miktarı (g)

Suyun yüzde miktarı

$$(\text{Uçan su miktarı (g)}/\text{Hidrat Epsom tuzu miktarı(g)}) \times 100 = (2.722 \text{ g} / 5.320 \text{ g}) \times 100 = \% 51.17$$



### b. Suyun mol sayısı

Uçan su miktarı (g) / Suyun molekül ağırlığı (g/mol) = 2.722 g / 18.02 g/mol = 0.1511 mol

### c. MgSO<sub>4</sub>'ın mol sayısı

Susuz MgSO<sub>4</sub> miktarı (g) / MgSO<sub>4</sub> molekül ağırlığı(g) = 2.598 g / 120.40g/mol = 0.02158 mol

### d. Suyun mol sayısının MgSO<sub>4</sub>'ın mol sayısına oranı

Suyun mol sayısı / MgSO<sub>4</sub>'ın mol sayısı = 0.1511 mol / 0.02158 mol = 7 mol

Suyun mol oranının magnezyum sülfatın mol oranının 7 olması, bir mol magnezyum sülfat içinde 7 mol su varlığını göstermektedir (MgSO<sub>4</sub>·7H<sub>2</sub>O).

### Deneyin Amacı

1. Hidratlar hakkında genel bilgi sahibi olmak
2. Bakır(II)sülfat içindeki hidrat suyunun tayini
3. Bakır(II)sülfatta mevcut olan hidrat suyunun sabit olduğunun gösterilmesi

### Deneyin Yapılışı

1. Bir porselen kroze alıp, iyice temizleyin, gerekirse deterjanlı su ile iyice yıkayıp, bol su ile duruladıktan sonra bir kaç defa da saf su ile durulayıp, kağıt mendil ile kurulayıp iyice kurutunuz.
2. Porselen krozeyi kül fırınına koyup, 500°C'de 10 dakika tutunuz. On dakika sonunda krozeyi fırından çıkarıp, emin bir yerde oda sıcaklığına gelmesini sağlayınız.
3. Krozeyi 0.001 g hassasiyette tartınız.
4. Üçüncü basamaktaki işlemi son iki tartım arasındaki ağırlık farkı kalmayıncaya kadar devam edin.
5. 1-2 gram civarında bakır(II)sülfat penta hidrat bileşiğinden hassas bir şekilde alıp krozeyle dışarı dökmeden dikkatlice koyup, kroze ile beraber hassas bir şekilde tartıp kaydedin.
6. Dolu krozeyi tekrar kül fırınına koyup 10 dakika 500°C'de bekletin. Daha sonra, krozeyi fırından çıkarıp, oda sıcaklığına geldikten sonra tartıp kaydedip, aynı işlemi son iki tartım arasında fark kalmayıncaya kadar tekrarlayın.
7. Kroze sabit tartıma geldikten sonra, krozenin ağırlığını son tartımdan çıkararak susuz bakır(II)sülfat miktarını ve buharlaşan su miktarını hesaplayınız.
8. Örnekte gösterildiği gibi bakır(II)sülfatın molekül formülünü hesaplayın.
9. Krozedeki susuz bakır(II)sülfat üzerine birkaç damla su ilave edin ve gözlediğiniz değişikliği kaydediniz?

### Gerekli Madde ve Malzeme

Porselen Kroze	Tel maşa	Bakır(II)sülfat penta hidrat (CuSO <sub>4</sub> ·5H <sub>2</sub> O)
----------------	----------	---

### Deney Öncesi Sorular

1. Hidratlar erir mi?
2. Hidratların sabit oranlar kanununa uyduğunu gösteriniz.
3. Jips, kalsiyum sülfat'ın hidratıdır (CaSO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O)
  - a. Jips içinde toplam kaç atom vardır?
  - b. Isıtıldığında, jips molekülünden kaç tane atom uzaklaştırılır?
  - c. Jips içindeki suyun yüzde bileşimini hesaplayıp, işleminizi aşağıda gösteriniz.
  - d. 15.00 g jips'i ısıtacak olursanız, ne kadar su uzaklaşır ve ne kadar susuz tuz kalır hesaplayınız. Yaptığınız işlemi aşağıda gösteriniz.

## DENEY 8. SİRKEDE ASİT TAYİNİ

Bir çözeltideki asit miktarını ölçmek için genellikle *titrasyon* denilen bir metod kullanırız. Eğer çözelti bir asit çözeltisi ise, çözelti nötral olana kadar ölçülü bir şekilde çözeltiye baz çözeltisi ilave edilir. Bunu yapabilmek için iki şeye ihtiyaç duyulur; birincisi, ne kadar baz çözeltisi ilave ettiğimizi gösterecek bir araç, ikincisi ise, çözeltinin tamamen nötral olduğunu belirtecek bir araç.

Ne kadar baz ilave edileceği, bazın kaç mol ilavesi ile ilgi olup, bu ise bazın mol sayısı ve hacmi ile aşağıdaki eşitlikte gösterildiği şekildedir.

$$\text{Bazın mol sayısı} = V \cdot M$$

Bazın mol sayısının asidin mol sayısına eşit olduğu zaman titrasyon işlemi tamamlanmış olur.

$$\text{Bazın mol sayısı} = \text{Asidin mol sayısı}$$

$$V_{\text{asit}} \cdot N_{\text{asit}} = V_{\text{baz}} \cdot N_{\text{baz}}$$

Bu işleme titrasyon denilmektedir. Titrasyonun tamamlandığını göstermek için indicator kullanılır. İndikatör, organik bir madde olup, çözeltinin pH değişimine göre renk değiştiren maddelere denir. Titrasyon sırasında çözeltinin pH'ının aniden değişmesi ile dönüm noktasına ulaşıldığı anlaşılır. Titrasyon sırasında pH değişimi gözleyebilmek için titre edilen çözeltiye bir kaç damla indikatör çözeltisi damlatılır. pH değişimi sırasında çözeltinin rengi de indikatör renk değiştireceği için indikatörün rengini alır. Çözeltinin renk değişimine bakarak çözeltinin pH'ının değiştiğini aynı zamanda asidin ilave edilen baz ile nötralize olduğu anlaşılır. Renk değişimin olduğu bu ana titrasyonun dönüm noktası denir.

Piyasada satılan sirke, yaklaşık %5-6 oranında asetik asit içerir. Asetik asit ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) monoprotik bir asit olduğu için konsantrasyonu ister molarite ister normalite kullanılsın, her ikisi de birbirine eşittir ve hesaplamalarda fark etmez. Zayıf bir asidin kuvvetli bir bazla titrasyonunda, dönüm noktasında çözeltinin pH'ı yaklaşık 6'dan 9'a ani bir değişim gösterir. pH'daki bu değişimi gösterebilecek en iyi indikatör fenolftaleyn olup, rengi asidik ortamda renksiz ve bazik ortamda ise pembe renklidir. Yani çözelti dönüm noktasında önce renksiz iken, dönüm noktasına ulaşıldığında pembe renge alır.

Titrasyon denklemi yardımı ile, sirke içindeki asetik asit miktarını ve buradan da asetik asit yüzdesini hesaplayabiliriz. Bu hesaplamaları yapabilmemiz için, sirkeden alınan numune miktarını, bazın normalitesini (veya molaritesini) ve dönüm noktasına ulaşıncaya kadar ilave edilen baz miktarını bilmemiz gerekir. Konsantrasyonu tam olarak bilinen baz çözeltisi, büret içine dikkatlice doldurulur ve bületin sıfır ayarı yapılır (veya titrasyon işlemine başlamadan önce çözelti hacmi tam olarak okunup kaydedilir). Sirke örneğinden alınan belirli bir hacim (yaklaşık 5 ml) 250 mL'lik bir erlen içine ilave edildikten sonra yaklaşık 50 mL saf su ile seyreltilir ve üzerine iki üç damla fenolftaleyn indikatör çözeltisinden damlatılıp erlen el ile dikkatlice çalkalanarak iyice karışması sağlanır. Bir el ile bületin musluğu tutulup, erlen içindeki çözeltiye damla damla baz çözeltisi ilave edilir, bu arada diğer el ile de erlen sürekli çalkalanır ve renk değişimine dikkat edilir. Dönüm noktasına yaklaşıldığında bületten damlanın düştüğü yerde renklenme görülür ve kısa bir süre sonra rengin kaybolduğu görülür. Bu durumda dönüm noktasına yaklaşılmış demektir, bületten baz ilave edildikten sonra bir kaç saniye beklenerek rengin kaybolmadığı ana kadar bu işleme devam edilir. Rengin kaybolmadığı çözeltinin pembe renk aldığı anda dönüm noktasına ulaşılmış demektir ve titrasyon işlemi tamamlanmış olur. Bu durumda bületteki çözelti hacmi okunup kaydedilir. Titrasyonda harcanan hacmi bulmak için titrasyon sonunda bülette kalan çözelti hacminden başlangıçtaki hacim çıkarılır ve harcanan baz çözeltisinin hacmi bulunmuş olur.

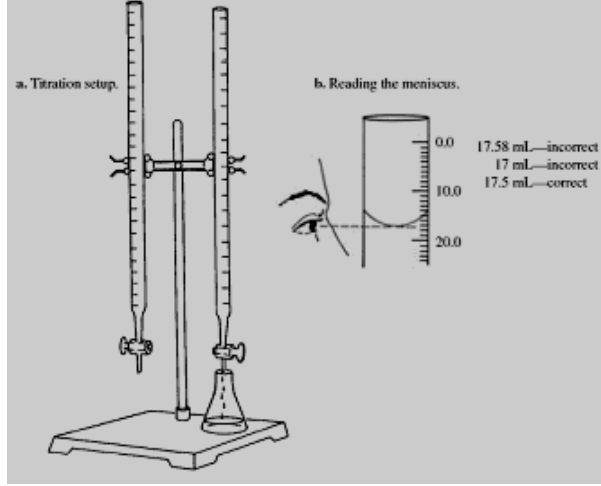
### Deneyin Amacı

1. Titrasyon tekniğini öğrenmek
2. Sirke içindeki asetik asit miktarının titrasyon ile tayin edilmesi

### Deneyin Yapılışı

- 1.50 ml'lik bir büret alıp, öncelikle temiz değilse iyi temizleyiniz (Bu işlem için daha önce öğrenmiş olduğunuz cam malzemelerin temizlenmesi konusunda verilen bilgileri kullanın). Temizleme işleminden sonra büret içine titrasyonda kullanacağınız baz çözeltisinden yaklaşık 5 ml'lik bir çözelti koyup bületin her tarafına dokunacak şekilde bületi çevirerek iyice bu çözelti

ile durulanmasını sağlayınız. Bu çözeltiyi buretin musluğunu açarak boşaltınız. Büreti bir huni yardımı ile baz çözeltisi ile sıfır çizgisinin üzerine geçecek şekilde doldurup, büreti bir spor ve kısıkaç ile sabitleyiniz. Bu arada buretin musluğu ile ucu arasında hava kabarcığının kalmadığından emin olunuz, değilse hava kabarcığını çıkarabilmek için musluğu aniden birkaç defa açıp kapayınız, bu işlemi hava kabarcığı tamamen buretin alt ucundan çıkana kadar devam ediniz. Bu işlem sırasında buretteki çözelti hacmi sıfır çizgisinin altına inmiş ise, büreti baz çözeltisi ile sıfır çizgisini geçecek şekilde tekrar doldurup, sıfır çizgisine gelinceye kadar musluktan baz çözeltisini boş bir behere boşaltın.



2. Bir pipet vasıtası ile sirke numunesinden 5.0 ml'lik bir hacim alıp, 250 ml'lik bir erlen içine aktarınız ve bu hacmi örnek 1 şeklinde kaydediniz. Erlen içine yaklaşık 50 mL saf su ve iki üç damla da fenolftaleyn çözeltisinden ilave edip iyice çalkalayınız.
3. Sol eliniz ile düzgün bir şekilde erleni çalkalarken, sağ eliniz ile de buretin musluğunu tutup damla damla akacak şekilde dikkatli bir şekilde açınız, bu arada da erlendeki çözeltiyi çalkalamaya devam ediniz. Baz çözeltisinin erlendeki çözelti üzerine düştüğü yerde kısa süreli bir renklenme gözlenebilir, bu noktadan sonra titrasyona daha yavaş baz çözeltisi ilave ederek açık pembe rengin kaybolmadığı zamana kadar titrasyona devam ediniz. Titrasyonda dönüm noktasına ulaştıktan sonra baz ilavesine devam etmeyiniz. Şayet dönüm noktasından sonra fazladan baz ilave ederseniz, hatalı sonuç elde eder, asetik asit miktarını fazla bulursunuz. Harcanan baz miktarını buretten doğru şekilde okuyup, kaydediniz.
4. 2 ve 3. İşlemleri 6.0 ml'lik bir sirke örneği olarak tekrarlayınız. Almış olduğunuz sirke hacmini ve harcanan baz miktarını ikinci örnek diye kaydedin.
5. Titrasyon eşitliğini kullanarak, sirkedeki asetik asit konsantrasyonunu birinci ve ikinci örnek için ayrı ayrı hesaplayınız.
6. Bulduğunuz değerler farklı ise, ortalamasını alarak sirkedeki asetik asit konsantrasyonu ve asetik asit yüzdesini (ağırlık/hacim) hesaplayınız.

<b>Titrasyon</b>	<b>Deney 1</b>	<b>Deney 2</b>
Sirke numunesi hacmi		
NaOH çözeltisinin normalitesi		
Başlangıçta bürette okunan NaOH hacmi		
Deney sonunda bürette okunan NaOH hacmi		
Titrasyonda kullanılan NaOH hacmi		
Sirkede tayin edilen asetik asit normalitesi		
Asetik asidin ortalama normalitesi		

Asetik asidin (ağırlık/hacim) yüzdesi : ?

#### **Gerekli Madde ve Malzemeler**

250 ml'lik erlen	Pipet (5.0 veya 10.0 ml hacimli)	Küçük huni
0.2 N NaOH çözeltisi	Fenolftaleyn indikatör çözeltisi	50 ml'lik büret

### Labaratuvar Öncesi Sorular

1. Asetik asit gibi tek değerli asitlerde hidrojenlerden bir tanesi iyonlaşmaktadır. Asetik asidin yapısına bakıldığında ( $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) yapısında dört tane hidrojen atomu bulundurduğu görülmektedir, hangi hidrojen atomunun iyonlaşacağını gösteriniz.
2. 2.5 M  $\text{HCOOH}$  çözeltisinin normalitesini hesaplayınız.
3. 20 ml 0.35 M  $\text{HSO}$  çözeltisinin eşdeğer gram sayısını hesaplayınız.
4. 15 ml 0.25 N  $\text{NaOH}$  çözeltisi ile titre edilen bilinmeyen bir asidin normalitesini hesaplayınız.

### Deney Sonunda Yapılacak Sorular

1. Deney sırasında, büretin ucunun tamamen  $\text{NaOH}$  çözeltisi ile dolmadığı ve bir miktar hava kabarcığı kaldığını farz edin. Titrasyon sırasında bu hava kabarcığının çıktığını gördünüz. Deney sonucu bulduğunuz asetik asidin konsantrasyonu olması gerekenden doğru değerden büyü mü, küçük mü yoksa aynı mı çıkar? Sebebini açıklayınız.
2. Deney sırasında erlendeki sirke üzerine 50 ml çivarında saf su ilave etmemize rağmen hesaplamalarda bunu niçin dikkate almadık, sebebini açıklayınız.
3. Yapmış olduğunuz deney sonucuna göre, 250 ml hacmindeki bir sirke şişesi içindeki asetik asidin miktarını gram olarak hesaplayınız.
4. 10 ml'lik bir formik asit çözeltisi, 0.20 N  $\text{NaOH}$  çözeltisi ile titre ediliyor ve 17.7 ml  $\text{NaOH}$  çözeltisi harcandığı görüldüğüne göre, çözeltideki formik asit konsantrasyonu ve ağırlıkça yüzdesini hesaplayınız. Hesaplarınızı aşağıya yapınız.

## DENEY 9. ASİT-BAZ ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI VE AYARLANMASI

### ASİT - BAZ

Asit ve bazlar konusu kimyanın en önemli konularından biridir. Çünkü, kimyasal reaksiyonların çoğunluğu asit ve baz reaksiyonlarıdır. Asit ve bazların başlıca özellikleri şunlardır:

1. Asit ve bazlar katalizör etkisi gösterirler.
2. Asit ve bazlar reaksiyona girerek tuzları verirler.
3. Asit ve baz ortamında indikatörler farklı renk verirler.
4. Asit ve bazlar kendilerinden daha zayıf olan asit ve bazları tuzlarından molekül halinde açığa çıkarırlar.

Asit ve bazların çok çeşitli tanımları yapılmış olmasına rağmen bugün Arrhenius, Lowery-Bronsted ve Lewis tarafından yapılan tanımlar kullanılmaktadır.

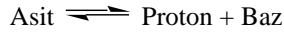
#### Arrhenius'un Asit-Baz Tanımı

**Asit:** Mavi turnusolü kırmızı yapan, bazı metallerle hidrojen çıkaran, tadı ekşi, su ortamında hidrojen iyonu veren maddedir.

**Baz:** Kırmızı turnusolü mavi yapan, asitleri nötrleştiren ve su ortamına OH<sup>-</sup> veren maddedir. Bu tanımın turnusolle ilgili kısmı zamanımızda çok kullanılmaktadır.

#### Lowery-Bronsted'in Asit-Baz Tanımı

Asitler proton veren, bazlar ise proton alan maddelerdir. Diğer bir deyimle asit ve bazlar sırasıyla proton verici ve proton alıcı maddelerdir. Yine bu bilim adamlarına göre bir asit proton verdiği zaman kendisinin konjüge çifti veya konjüge bazı, bir baz proton aldığı zaman kendisinin konjüge asidi meydana gelir. Bu durum şöyle ifade edilebilir:



#### Lewis'in Asit-Baz Tanımı

Asit elektron alabilen, veya elektron çiftine katılabilen, baz ise elektron verebilen veya elektron çifti taşıyabilen maddedir.

Bu tanımlar her ne kadar asit ve baz özelliklerini ortaya koyuyorsa da bir maddenin asit ve baz özelliği karşısında bulunan maddeye bağlıdır. Bilim adamları kavram kargaşalığına meydan vermemek için, saf suyu kıyas maddesi olarak almışlar ve saf suda çözüldükleri zaman hidrojen iyonunu artıran maddelere asit, azaltan maddeler de baz demişlerdir. Asit ve bazlar molekül başına verdikleri veya aldıkları protonların sayısına göre sınıflandırılabilirler. Eğer bir asit sadece bir proton verebilirse monoproitik, mono fonksiyonel, mono bazik veya mono ekivalent olarak çeşitli şekillerde tanınır. Eğer iki, üç, dört v.s. proton verebilirlerse di, tri, tetra örnekleri mono yerine kullanılabilir.

Birden fazla fakat sayısı belli olmayan miktarda proton verebilen veya alabilen asit ve bazlar için poli örnekleri kullanılabilirler. Asitler ve bazların sulu çözeltilerinde (0.1-0.01 M) iyonlarına ayrılma derecesine göre:

- a. Kuvvetli
- b. Zayıf
- c. Çok zayıf diye üçe ayrılırlar.

#### Asit-Baz Çözeltilerinin Hazırlanması ve Ayarlanması

Çözelti, iki veya daha çok maddenin birbiri içerisinde homojen bir şekilde dağılmasıyla oluşan sistemlerdir. Çözünme oldukça karışık bir olaydır. Her madde her çözücüde çözünmediği gibi, aynı madde bazı çözücülerde çok, bazılarında ise az çözünür. Maddenin katı, sıvı, gaz olmak üzere üç temel hali olduğuna göre, çeşitli tipleri de mümkündür. Ancak burada daha çok katı-sıvı ve sıvı-sıvı çözeltileri üzerinde durulacaktır. Çözeltilerde bir çözünen, bir de çözen madde vardır. Genel olarak miktarca çok olana çözücü, az olana ise çözünen madde denir. Çözünen maddenin çözücü içerisindeki miktarı (konsantrasyonu) değişik terimlerle ifade edilir.

Belli bir konsantrasyonda hazırlanan çözeltiler çoğu kez doğrudan değil, ayarlanarak kullanılır. Ayarlayıcı olarak da primer standart maddelerden, ya da ayarlı çözeltilerden faydalanılır. Asit çözeltileri bazlara karşı, baz çözeltileri de asitlere karşı ayarlanabilirler. Çözelti ayarlanmanın prensibi nötrleşmeye dayanır. Bunun için belli konsantrasyonda hazırlanan çözeltilerden, belli hacimde alınır ve üzerine indikatör ilave edilerek ayarlı

çözeltiden renk dönünceye kadar, bir büretten ilave edilir. Hazırlanan çözeltinin konsantrasyonu bilinmediği kabul edilerek aşağıdaki formülden hesaplanır.

$$N_1 \cdot V_1 = N_2 \cdot V_2$$

Burada;

$N_1$  : Ayarlı çözeltinin normalitesi

$V_1$  : Ayarlı çözeltinin harcanan hacmi (ml)

$V_2$  : Hazırlanan çözeltinin hacmi (ml)

$N_2$  : Hazırlanan çözeltinin bulunan normalitesidir.

### Madde ve Malzemeler

Balon Joje 100 ml	Erlen	Büret	
NaOH	Na <sub>2</sub> CO <sub>3</sub>	HCl	Metil Oranj (İndikatör)

### Deneyin Yapılışı

#### 1. Ağırlıkça % 5'lik NaCl Çözeltisinin Hazırlanması

100 ml'lik bir balon jöjeye 5 gr NaCl hassa bir şekilde tartılarak alınır. 100 ml'lik bir mezüre de tam 95 ml saf su ( $d_{su} = 1$  olduğundan ml = gr'dır) alınır. Sudan bir miktar NaCl üzerine ilave edilerek, tuzun çözünmesi sağlanır. Sonra suyun kalanı aktarılır. Böylece %5'lik NaCl çözeltisi hazırlanmış olur.

#### 2. 0.2 N HCl Çözeltisinin Hazırlanması

10 ml'lik bir mezür veya küçük pipet yardımıyla derişik hidroklorik asitten (yoğunluğu 1.15 gr/cm<sup>3</sup> ve % 33'lık) 1.92 ml ölçülür ve 100 ml'lik balon jöjeye aktarılır. Mezür saf su ile birkaç kez çalkalanarak balon jöjeye eklenir. Balona biraz daha su ilave edilerek iyice çalkalanır. Daha sonra balon jöje ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur ve çalkalanır. Böylece 0.2 N HCl çözeltisi hazırlanmış olur. Bu çözeltinin kapağı kapatılıp, ayarlanmak için saklanır.

#### 3. Ayarlı Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> Çözeltisinin Hazırlanması

110°C'lik bir etüvde sabit tartıma getirilmiş saf Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>'dan 1 gr kadar duyarlı bir şekilde tartılır. 100 ml'lik balon jöjeye aktarılır. Üzerine az bir miktar saf su ilave edilerek çözülür. Sonra balon jöjenin ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur. Tartılan Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> yardımıyla hazırlanan çözeltinin normalitesi bulunur.

#### 4. Hazırlanan HCl Çözeltisinin Ayarlanması

Hazırlanan ayarlı Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> çözeltisinden erlene 20 ml alınır. İçine metil oranj indikatöründen iki damla damlatılır. Bürete de daha önce hazırlanan HCl çözeltisi doldurulur. Renk kırmızıya dönünceye kadar titre edilir. Daha sonra çözelti 10 dakika kaynatılır ve soğutulur. Tekrar renk kırmızıya dönünceye kadar titre işlemine devam edilir. Harcanan HCl miktarı büretten okunur ve aşağıdaki formülden HCl'in normalitesi hesaplanır.

$$N_a \cdot V_a = N_b \cdot V_b$$

**Not : Asit çözeltisinin primer standarda göre ayarlanması daha uygundur.**

### Sorular

- (a)'daki balon jöjeye 5 gr NaCl konduktan sonra çizgisine kadar saf su ile doldurulsaydı, çözelti % 5'lik olur muydu (Saf NaCl'ün özgül ağırlığı 2.16 gr/cm<sup>3</sup>'dür)?
- 0.2 N ve 100 ml HCl çözeltisi hazırlarken, derişik HCl asitten kullanılan 1.7 ml'yi nasıl buldunuz?
- 0.1 N ve 500 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> çözeltisini hazırlamak için yoğunluğu 1.84 gr/cm<sup>3</sup> olan % 98'lik derişik asitten kaç ml gerekir (d = 1.84, % 98)?
- Çözeltiler neden ayarlanır?
- HCl in ayarlanması sırasında titre edilirken niçin kaynatıldı ve kaynatıldıktan sonra niçin renk kayboldu?

## DENEY 10. SAF BİR MADDENİN ERİME VE DONMA NOKTASI TAYİNİ

### Madde ve Malzemeler

Asit Tabancası (Tie Aparatı)	Saat Camı	Spatül	Erime ve Donma noktası tayin edilecek madde
Kapiler Tüp	Mantar	Termometre	Atık Toplama Beheri

### Teorik Bilgi:

**Erime**, bir maddenin katı halden sıvı hale dönüşümü olarak bilinir ve katı bir maddenin erime noktası (e.n.) bir atmosfer basınç altında katının sıvı hale dönüşmeye başladığı sıcaklık olarak tanımlanır. Saf maddeler için katı halden sıvı hale geçiş oldukça kesin bir sıcaklıkta ve genellikle 0.5°C'lik bir aralık içinde olur. Maddenin saf olmaması erime noktasında önemli düşmelere neden olur. Bu bakımdan erime noktası katı maddelerin saflık kontrolünde ve tanınmasında kullanılan önemli bir fiziksel özelliktir. Bazıları dışında, genellikle, her katı organik bileşiğin karakteristik bir erime noktası vardır.

Erime olayının tersi, yani bir sıvının katı hale dönüşümü **Donma** olarak bilinir. Donma noktası (d.n.) ise bir atmosfer basınç altında sıvı ve katının bir arada bulunan bileceği sıcaklık olarak tanımlanabilir. Saf maddeler için erime donma noktaları birbirinin aynıdır.

### Deneyin Yapılışı:

Erime noktası tayini, yandaki şekilde gösterilen erime noktası tayin cihazı ile (Asit Tabancası veya Tie Aparatı) yapılır, içindeki sıvı parafin veya yüksek kaynayan bir petrol ürünü bulunan erime noktası tayin cihazına bir mantar yardımıyla ayarlı bir termometre konur. Termometre seviyesini görmek için mantar bir parça kesilir. Erime noktası tayini 80-100mm uzunluğunda ve 1-1,5mm çapında kapiler tüplerle yapılır. Bu tüplerin bir ucu kapalı olmalıdır. Erime noktasına bakılacak madde kuru ve toz olmalıdır. Hatta toz halinde değil ise bir saat camı üzerinde spatülle toz haline getirilmelidir. Erime noktası tayini tüpü (ince kapiler) açık tarafı maddeye batırılarak madde alınır ve tüp kapalı tarafına çevrilip bir cam boru içinde zıplatılarak maddenin tüpün dibinde toplanması sağlanır. Tüpteki madde yüksekliği yaklaşık 5mm olmalıdır.

Elastik bir kauçuk hortumdan kesilen halka ile kapiler tüpün ucu cıva haznesinin ortasına gelecek şekilde termometreye bağlanır. Hiçbir şekilde lastik halka banyoya değmemelidir. Eğer maddenin erime noktası yaklaşık olarak biliniyorsa, erime noktasının 15-20°C aşağısına kadar banyo hızlıca ısıtılabilir. Bundan sonra yavaşça ısıtma devam edilir. Maddenin yumuşamaya başladığı ve tam eridiği sıcaklıklar kaydedilir.

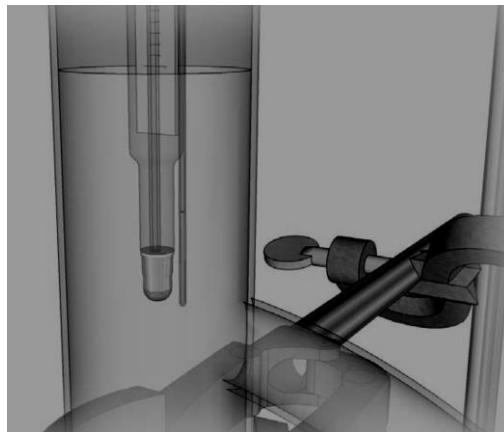
Bazı organik katı maddelerin erime noktaları aşağıda verilmiştir.

Naftalin : 80°C

Benzoik Asit : 122°C

Amonyum Nitrat : 169°C

Difenik Karbazid : 172°C



## DENEY 11. DONMA NOKTASI ALÇALMASI İLE MOLEKÜL AĞIRLIĞI TAYİNİ (KRİYOSKOPI)

### Madde ve Malzemeler

Behar	Baget	Kronometre	Kükürt
Deney Tüpü	Termometre	Grafik Kağıdı	Naftalin

### Teori

Bilindiği gibi saf çözücülere kıyasla, bu çözücülerin uçucu olmayan çözeltilere ilişkin toplam buhar basıncı daha düşük olur. Bu tür çözeltilerdeki buhar basıncı azalması ise, çözeltide kaynama noktası yükselmesi ve donma noktası alçalmasına neden olur. Çözeltilerin bu tür davranabilme özellikleri "kolligatif özellikleri" olarak adlandırılır. Kolligatif özellikler maddenin yapısı ve kimyasal özelliğine bağlı olmayan, sadece molekül yapısına bağlı olan özelliklerdir. Bunlar; buhar basıncı alçalması, donma noktası alçalması, kaynama noktası yükselmesi ve osmotik basınç olmak üzere dört tanedir. Bu kolligatif özelliklerin nedenlerini daha iyi anlayabilmek için Raoult Yasası'nı hatırlayalım.

Raoult Yasası'na göre; bileşenleri uçucu olmayan homojen bir sıvı karışımındaki (çözeltideki) bileşenlerin her birinin kısmi buhar basıncı ( $p_i$ ), o bileşenin saf haldeki buhar basıncı ( $p_1^0$ ) ile çözeltideki mol kesri ( $X_i$ ) çarpımı ile verilir.

$$P_i = p_1^0 X_1 \quad (1)$$

Genellikle seyreltik çözeltiler Raoult Yasası'na uyarlar ve bileşenleri bir sistem için Raoult Yasası;

$$P_i = p_1 + p_2 \quad (2)$$

$$P_i = p_1^0 X_1 + p_2^0 X_2 \quad (3)$$

Burada  $PT$ , toplam buhar basıncı,  $p_1$  çözücünün kısmi buhar basıncı ve  $p_2$  çözeltilinin kısmi buhar basıncıdır. Benzer şekilde çözünenin uçucu olmayan bir sistem için Raoult Yasası;

$$P_i = p_1 + p_2 (\cong 0) = p_1^0 X_1 \quad (4)$$

Böyle bir sistemde çözeltilinin toplam buhar basıncı, yalnızca saf çözücünün kısmi buhar basıncına eşittir.

$$P = p_1 = p_1^0 X_1 = p_1^0 (1 - X_2) \quad (5)$$

$$X_2 = (p_1^0 - p_1) / p_1^0 = \Delta P / p_1^0 \quad (6)$$

$\Delta P$  buhar basıncı düşmesi,  $\Delta P / p_1^0$  bağıl buhar basıncı düşmesini göstermektedir. Kısaca; bu bağıntıya göre böyle bir sistemde saf çözücünün buhar basıncı çözücünün çözeltideki buhar basıncından büyük olmaktadır. Uçucu olmayan çözünen ile hazırlanan bir çözeltilinin buhar basıncının saf çözücünün buhar basıncına göre düşük olması; çözeltilinin kaynama noktası yükselmesine, donma noktası düşmesine ve ozmoz olayına yol açar. İşte çözeltilerin bu özelliklerine, birbirine bağlı anlamına gelen **kolligatif özellikler** denir. Buhar basıncı alçalmasından yola çıkarak çözeltilinin donma noktasının saf çözücünün donma noktasından daha düşük olacağını çıkarabiliriz.

Donma noktası düşmesi;

$$\Delta T_d = T_{dn}(\text{çözeltili}) - T_{dn}(\text{çözücü}) \quad (7)$$

$$\Delta T_d = K_d m \quad (8)$$

şeklinde verilir.  $K_d$ : molal donma noktası düşmesi sabiti ve  $m$  molalite cinsinden konsantrasyondur.  $K_d$  1 molallik bir çözeltilinin donma noktasındaki alçalmaya eşit olup birimi derece molal<sup>-1</sup> dir.

Bazı çözücülerin molal donma noktası düşmesi sabitleri aşağıda verilmiştir,

Çözücü	Donma noktası (°C)	$K_d$ (derece molal <sup>-1</sup> )
H <sub>2</sub> O	0.0	-1.86
Naftalin	80.2	-6.80
Asetik asit	16.5	-3.90



## Deneyin Yapılışı

Deney tüpüne 10g naftalin koyulur, su banyosuna yerleştirilir. Su banyosu naftalinin tümü eriyene kadar (~90°C) ısıtılır. Tüp su banyosundan çıkarılarak naftalin soğumaya bırakılır. Her 30 saniyede bir sıvı haldeki naftalinin içine termometre daldırarak sıcaklık kaydedilir. Bu işlem naftalin katılaşına kadar yapılır. Sonrasında 1g kükürt tartılıp naftaline ilave edilir. Beherdeki su tekrar ısıtılır ve naftalin + kükürt karışımı eritilir. Benzer işlemler karışım için tekrarlanır.

Deney sonunda tüpü temizlemek için katı karışım yeniden eritilip deney atıklarını toplamak amacıyla belirlenen kaba aktarılır (Artıklar kesinlikle lavaboya dökülmez! Bu işlem için ayarlanan bir toplama kabına aktarılır.). Tüpte kalan kalıntılar sıcak su ile temizlenir.

## Hesaplamalar:

$$\text{Naftalin için: } K_d = -6,8/\text{derece Molal-1}$$

$$\text{Naftalinin formül kütlesi} = 128 \text{ g/mol}$$

Kükürdün molekül kütlesi ?

Bu deneyde ilkin **naftalin** ve **naftalin-kükürt** çözeltisi için saptanan donma noktalarının farkı ( $\Delta T_d$ ) bulunur.

Aşağıdaki eşitlikten yararlanarak, kükürdün molal derişimi hesaplanır.

$$\Delta T_d = K_d (\text{naftalin}) \times m_{\text{kükürt}}$$

$$m_{\text{kükürt}} = \frac{\Delta T_d \cdot D(\text{Denel})}{6.80}$$

Daha sonra molalitenin tanımından yararlanarak;

$$\text{Molalite} = \frac{\text{Kütle (g)}}{m \text{ (Kg) (çözücü)}} = \frac{\text{mol çözünen}}{m_1 \text{ (g) (çözücü)}} \cdot 1000$$

kükürdün moleküler kütlesi hesaplanabilir.

## Veriler

Naftalinin Kütlesi :

Kükürt Kütlesi :

Naftaline ait soğuma verileri		Naftalin + Kükürt karışımına ait soğuma verileri	
Zaman (s)	Sıcaklık (°C)	Zaman (s)	Sıcaklık (°C)

## Sonuçlar:

Naftalin ve naftalin-kükürt karışımı için sıcaklık-zaman ve soğuma eğrileri aynı grafik üzerine çizilir.

Naftalin için okunan donma noktası: .....

Naftalin-Kükürt karışımı için okunan donma noktası:.....

Donma noktası alçalması: .....

Kükürdün mol kütlesi:.....

Kükürdün molekül formülü:.....

## DENEY 12. TERMOKİMYA

### Amaç

Kimyasal ve fiziksel olaylara eşlik eden ısı değişimlerini incelemek.

### Teori

Termokimya kimyasal olaylara eşlik eden ısı değişimleri (entalpi değişimi,  $\Delta H$ ) ile ilgilidir. Bir tepkime çevresine ısı veriyorsa ekzotermiktir ve entalpi değişimi,  $\Delta H$  negatiftir. Çevresinden ısı alıyorsa endotermik tepkimedir ve entalpi değişimi,  $\Delta H$  pozitiftir.

Tepkime entalpisi daha detaylı olarak aşağıdaki sınıflara ayrılır:

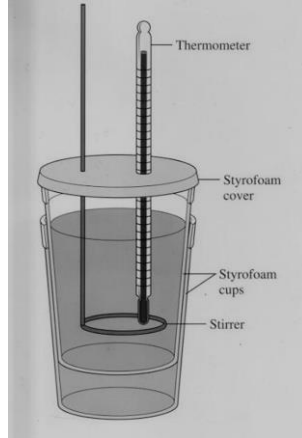
**Oluşum entalpisi**, bir mol maddenin standart koşullarda elementlerinden oluşumu sırasındaki entalpi değişimidir.

**Yanma entalpisi**, bir mol maddenin oksijen ile tepkimesi sırasında açığa çıkan ısı miktarıdır.

**Çözelti, buharlaşma, erime ve süblimleşme entalpisi**, maddenin hallerindeki değişim (sıvıdan gaz haline geçiş gibi) ya da molekül ve iyonların çözünme olayları ile ilgilidir.

**Nötürleşme entalpisi**, asit baz tepkimelerinde bir mol suyun oluşumu sırasında açığa çıkan ısı miktarıdır.

Isı ölçümleri kimyasal bir tepkimenin aşağıdaki şekilde görülen "kahve fincanı kalorimetresi"nde gerçekleşmesi ile yapılabilir. Tepkenler poliüretan köpükten yapılmış bir kap içinde karıştırılır ve sıcaklık değişimi ölçülür. Poliüretan köpük iyi bir ısı yalıtkanı olduğundan, fincan ve içeriği yalıtılmış olarak düşünülebilir.



Kimyasal tepkimelerde verilen ya da alınan ısı miktarı aşağıdaki formülle hesaplanabilir:

$$q = m \cdot c \cdot \Delta T$$

Bu formülde **m**, çözelti kütlesi (gr); **c**, özgül ısı (cal/gr. °C, J/gr. °C);  **$\Delta T$** , çözeltinin sıcaklık değişimidir ( $T_{\text{son}} - T_{\text{ilk}}$ ).

Kalorimetrenin aldığı ısı ise aşağıdaki formül ile hesaplanır:

$$q_{\text{kal}} = \text{kalorimetrenin ısı kapasitesi} \cdot \Delta T$$

Kalorimetrenin ısı kapasitesi daha hassas ölçümlerin yapılabilmesi açısından cal/°C ya da J/°C olarak verilir.

Bu deneyde ilk olarak kalorimetrenin ısı kapasitesi, daha sonra da sırası ile buzun erime entalpisi ve nötürleşme entalpisi belirlenecektir.

### Prosedür:

#### A) Kalorimetrenin ısı kapasitesinin bulunması

1. Kalorimetreye 50 ml. su koyun ve sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3 defa ölçünüz.
2. 60-70 ml suyu behere koyup 50°C civarına kadar ısıtın.
3. 50 ml ısıtılmış suyu dikkatli bir şekilde alınız ve sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3 defa ölçünüz.
4. Sıcak suyun ölçümü biter bitmez hemen kalorimetre içindeki soğuk suya ekleyiniz. Termometre yardımı ile karıştırdıktan sonra sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3 defa ölçünüz.
5. Kalorimetrenin ısı kapasitesini hesaplayınız.

**B) Buzun erime ısısının bulunması**

- 60-70 ml suyu behere koyup 50°C civarına kadar ısıtın.
- 50 ml ısıtılmış suyu dikkatli bir şekilde alınız, kalorimetreye yerleştiriniz ve sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3-4 defa ölçünüz.
- Başlangıç sıcaklığını bildiğiniz (asistanınızdan öğreniniz) bir adet buz küpünü **hemen** kalorimetredeki sıcak suyun içine atınız. Termometre ile karıştırın ve buz tamamı ile eridiğinde Tson'u ölçün.
- Erime tamamlandıktan sonraki su hacmini hassas bir şekilde ölçün.
- Buzun erime ısısını hesaplayın.

**C) Nötralizasyon ısısının bulunması**

- 30 ml 2 M HCl çözeltisini kalorimetreye yerleştiriniz ve sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3 defa ölçünüz. (**Termometre temiz ve kuru olmalıdır**)
- 30 ml 2 M NaOH çözeltisini bir behere alınız ve sıcaklığı 30 sn. aralıklarla 3 defa ölçünüz. (**Termometre temiz ve kuru olmalıdır**)
- NaOH çözeltisini kalorimetredeki HCl çözeltisine ekleyiniz, termometre ile karıştırdıktan sonra her 30 saniyede bir sıcaklık ölçümü yapınız.(4 ölçüm yeterlidir)
- Nötralizasyon ısısını açığa çıkan 1 mol su için hesaplayınız.  
(Nötralizasyon sonucu oluşan çözeltinin yoğunluğu: 1.02 gr/ml, özgül ısısı: 0.95 cal/gr. °C)

**RAPOR****A) Kalorimetrenin ısı kapasitesinin bulunması**

Soğuk suyun sıcaklığı	Sıcak suyun sıcaklığı	Karışımın Sıcaklığı
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
Sıcak suyun kaybettiği ısı:	_____	_____ cal
Soğuk suyun aldığı ısı	_____	_____ cal
Kalorimetrenin aldığı ısı	_____	_____ cal
Kalorimetrenin ısı kapasitesi	_____	_____ cal/°C

**B) Buzun erime ısısının bulunması**

Sıcak suyun hacmi	_____	Buzun kütlesi	_____
Sıcak suyun sıcaklığı	_____	Buzun ilk sıcaklığı	_____
Karıştırma sonrası sıcaklık	_____	Sıcaklık değişimi	_____
Karıştırma sonrası sıcaklık	_____	Sıcaklık değişimi	_____
Suyun kaybettiği ısı	_____	Buzun aldığı ısı	_____
Kalorimetrenin kaybettiği ısı	_____		
Buzu eritmek için kullanılan ısı	_____	_____	_____ cal
Erime ısısı	_____	_____	_____ cal/gr
Molar erime ısısı	_____	_____	_____ cal/mol

**C) Nötralizasyon ısısının bulunması**

NaOH çözeltisinin sıcaklığı	HCl çözeltisinin sıcaklığı	Karışımın sıcaklığı
_____	_____	_____
_____	_____	_____
_____	_____	_____
Çözeltinin aldığı ısı	_____	_____ cal
Kalorimetrenin aldığı ısı	_____	_____ cal
Açığa çıkan toplam ısı	_____	_____ cal
Oluşan suyun molü	_____	_____ mol
Nötralizasyon ısısı	_____	_____ cal/mol

## KAYNAKLAR

1. Laboratory Experiments for Chemistry, John H. Nelson, Kenneth C. Kemp, PrenticeHall Inc, New Jersey, 7<sup>th</sup> edition, 1997.
2. Chemistry in the Laboratory, Julian L. Roberts Jr, J. Leland Hollenberg, James M. Postma, W.H. Freeman and Company, New York, 1<sup>st</sup> edition, 1997.
3. Genel Kimya Laboratuvar Kitabı, Şirin Gülten, Beta Basım Yayım Dağıtım A.Ş., 1. Baskı, 2006.
4. Genel Kimya Laboratuvar Kitabı, Jale Hacaloğlu, Orta Doğu Teknik Üniv. 2006.
5. Laboratuvarı Uygulamaları ve Fen Öğretiminde Güvenlik, Anadolu Üniversitesi Açık öğretim Fakültesi Yayınları, Prof.Dr. D. Lale Zor
6. Genel Kimya Laboratuvarı, Karaelmas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Yrd.Doç. Dr. Yakup Baran, Zonguldak 1995.
7. Anorganik Kimya Laboratuvarı, Karaelmas Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Yrd.Doç. Dr. Yakup Baran, Yrd. Doç. Dr. Ayfer Menteş, Yrd. Doç. Dr. Abdurrahman Şengül, Zonguldak 1996.
8. Bilimde ve Sanayide Kimya Tarihi, Nobel Yayın Dağıtım, Prof. Dr. Zeki Tez, Ankara 2000
9. Elektrokimya, Palme Yayıncılık, Prof.Dr. Hayri Yalçın, Doç.Dr. Timur Koç, Ankara 1999.
10. Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvarları Laboratuvar Güvenlik Kılavuzu, Anadolu Üniversitesi Mühendislik Mimarlık Fakültesi
11. Temel Kimya Laboratuvarı, Hatipoğlu Yayınevi Ankara, Prof.Dr. Mustafa Özcan, 1988.
12. Laboratory Manual, Chemistry, Experimental Foundations, Third Edition, Prentice –Hall Inc, Phyllis Merrill, Robert W.Parry, Robert L. Telefsen, and Herb Bassow, 1982
13. Genel Organik Kimya, A.Ü.E.F. Yayınları Prof.Dr. E. Erdik, Prof.Dr. M. Obalı, Prof.Dr. N. Yükselişik, Prof.Dr. A. Öktemer, Prof.Dr. T. Pekel, Prof.Dr. E. İhsanoğlu, Ankara 1997.
14. Genel Kimya Laboratuvar Kitabı, Alfa Yayınları, A.Bahattin Soydan, Güneş Koza, Nükhet Tan, Ümit Tunca, 2003
15. Laboratory Manual of General Chemistry, Ortadoğu Teknik Üniversitesi Kimya Bölümü.
16. Merck Laboratuvar El Kitabı