

**T.C.
MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI**

KİMYA TEKNOLOJİSİ

GRAVİMETRİK DEMİR VE NİKEL TAYİNİ

524KI0047

Ankara, 2011

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

İÇİNDEKİLER

AÇIKLAMALAR	ii
GİRİŞ	1
1. GRAVİMETRİK DEMİR TAYİNİ	3
1.1. Gravimetrik Demir Tayininde İşlem Basamakları	3
1.1.1. Analizin Yapılışı	3
1.1.2. Gravimetrik Demir Tayininde Dikkat Edilecek Hususlar	5
1.1.3. Gravimetrik Demir Tayininde Kullanılacak Çözeltiler	5
UYGULAMA FAALİYETİ	6
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	10
ÖĞRENME FAALİYETİ-2	11
2. GRAVİMETRİK NİKEL TAYİNİ	11
2.1. Analizin Yapılışı	11
2.2. Analizin Yapılışında Dikkat Edilecek Hususlar	13
2.3. Gravimetrik Nikel Tayininde Kullanılacak Çözeltiler	13
UYGULAMA FAALİYETİ	14
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	19
MODÜL DEĞERLENDİRME	20
CEVAP ANAHTARLARI	21
KAYNAKÇA	22

AÇIKLAMALAR

KOD	524KI0047
ALAN	Kimya Teknolojisi
DAL	Kimya Laboratuvarı
MODÜLÜN ADI	Gravimetrik Demir ve Nikel tayini
MODÜLÜN TANIMI	Bu modül; gravimetrik analiz yöntemi ile numunede gravimetrik demir ve nikel tayini yapabilme ile ilgili bilgilerin verildiği öğrenme materyalidir.
SÜRE	40/32
ÖN KOŞUL	
YETERLİK	Gravimetrik analiz yapmak
MODÜLÜN AMACI	Genel Amaç Gerekli ortam sağlandığında gravimetrik demir ve nikel analizi yapabileceksiniz. Amaçlar 1. Numunede gravimetrik demir tayini yapabileceksiniz. 2. Numunede gravimetrik nikel tayini yapabileceksiniz.
EĞİTİM ÖĞRETİM ORTAMIARI VE DONANIMIARI	Ortam: Sınıf, atölye, laboratuvar, işletme, kütüphane, ev, bilgi teknolojileri ortamı (internet) vb. kendi kendinize veya grupla çalışabileceğiniz tüm ortamlar Donanım: Projeksiyon, bilgisayar, DVD çalar, televizyon, su banyosu, mavi bant süzgeç kâğıdı, siyah bant süzgeç kâğıdı, beyaz bant süzgeç kâğıdı, kroze, kil üçgen, fırın, desikatör, beher, baget, etüv, deney tüpü, spatula, damlalık, saat camı, bek, termometre, kıskaç, huni, destek, mezür, hassas terazi, piset, pipet
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME	Modül içinde yer alan her öğrenme faaliyetinden sonra verilen ölçme araçları ile kendinizi değerlendireceksiniz. Öğretmen modül sonunda ölçme aracı (çoktan seçmeli test, doğru-yanlış testi, boşluk doldurma, eşleştirme vb.) kullanarak modül uygulamaları ile kazandığınız bilgi ve becerileri ölçerek sizi değerlendirecektir.

GİRİŞ

Sevgili Öğrenci,

Gravimetrik demir ve nikel tayini modülünde demir ve nikel iyonlarının nicel analizinin yapılışını öğrenecek, kendiniz de bu analizleri yaparak bilgi ve becerilerinizi artıracaksınız. Bundan önceki Gravimetrik Analiz modülünde öğrendiğiniz bilgileri bu modülde de kullanarak başarıya ulaşacaksınız.

Bu modülde edineceğiniz bilgi, beceri ve kazanacağınız yeterlikleri Kimya Teknolojisi alanında kullanacaksınız. Bu alanda yetişmiş elemana olan ihtiyaç sürekli artmaktadır. Kendinizi iyi yetişmiş eleman olarak geleceğe hazırlamalıyız.

ÖĞRENME FAALİYETİ-1

AMAÇ

Gerekli ortam sağlandığında kuralına uygun olarak demir tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Suda çözünen ve çözünmeyen demir bileşikleri hangileridir? Araştırınız.
- Demir, ekonomik olarak hangi bileşiklerinden elde edilir? Araştırınız.

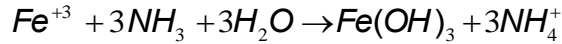
1. GRAVİMETRİK DEMİR TAYİNİ

Gravimetrik yöntemle demir tayini, çözeltideki bütün demir iyonlarının demir (III) e yükseltgenmesinden sonra amonyak çözeltisi ile demir (III) hidroksit hâlinde çöktürülüp Fe₂O₃ hâlinde tartılması temeline dayanır.

1.1. Gravimetrik Demir Tayininde İşlem Basamakları

1.1.1. Analizin Yapılışı

Demir numunesi katı bir madde ise önce toz hâline getirilir, kurutulur, sabit tartıma getirilir ve bu maddeden bir miktar alınarak çözelti hazırlanır. Çözeltiye 1 ml derişik HNO₃ katılarak ısıtılır, çözeltideki Fe⁺² iyonlarının Fe⁺³ e yükseltgenmesi sağlanır. 6 N NH₃ çözeltisi hazırlanarak azar azar numune çözeltisine katılır. Fe⁺³ iyonlarının Fe(OH)₃ hâlinde çökmesi sağlanır.



Su banyosunda kaynamadan bir süre bekletilir. Çökmenin tam olup olmadığı kontrol edilir. Siyah bant süzgeç kâğıdı yardımı ile süzülür. Yıkama çözeltisi ile yıkanır. Süzgeç kâğıdı katlanır ve bir porselen krozeye yerleştirilir. Kurutma, yakma, kül etme ve tartma işlemlerine kroze sabit tartıma gelinceye kadar devam edilir. Hesaplamalar yapılır.

$$\%Fe = \frac{\text{Çökeleğin kütlesi}(g) \cdot G.F}{\text{Örneğin kütlesi}(g)} \cdot 100$$

Örnek: 0,265 g demir örneği çözeltiye alınıyor ve amonyak çözeltisi ile Fe(OH)₃ hâlinde çöktürülüyor. Alev fırınında Fe₂O₃ e dönüştürülüp tartıldığında 0,116 g geldiği görülüyor. Örnekteki demir % sini hesaplayınız (Fe:56, O:16).

Çözüm:

Örneğin kütlesi: 0,265g

Çökeleğin kütlesi: 0,116 g

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{112}{160} = 0,7$$

$$\% \text{Fe} = \frac{\text{Çökeleğin kütlesi(g)} \cdot \text{G.F}}{\text{Örneğin kütlesi(g)}} \cdot 100 = \frac{0,116 \cdot 0,7}{0,265} \cdot 100 = 30,64$$

Örnek: 0,9825g manyetik (Fe_3O_4) filizindeki demir, gravimetrik işlemlerden sonra 0,6804g Fe_2O_3 çökeleği tartılmıştır. Buna göre örnekteki demir % sini bulunuz. Magnetit filizin saflık derecesini hesaplayınız (Fe:56, O:16).

Çözüm:

Örneğin kütlesi: 0,9825g

Çökeleğin kütlesi: 0,6804g

$$\text{Gravimetrik faktör (G.F)} = \frac{2\text{Fe}}{\text{Fe}_2\text{O}_3} = \frac{112}{160} = 0,7$$

$$\% \text{Fe} = \frac{\text{Çökeleğin kütlesi(g)} \cdot \text{G.F}}{\text{Örneğin kütlesi(g)}} \cdot 100 = \frac{0,6804 \cdot 0,7}{0,9825} \cdot 100 = 48,48$$

$$\% \text{Fe} = 48,48$$

100 g manyetik filizinde 48,48g demir var ise
0,9825 g manyetik filizinde X demir vardır.

$$x = \frac{48,48 \cdot 0,9825}{100} = 0,4763 \text{ g demir vardır.}$$

168 g demir 232g Fe_3O_4 bileşiğinde var ise
0,4763g demir X bileşiğinde vardır.

$$x = \frac{232 \cdot 0,4763}{168} = 0,6577 \text{ g } \text{Fe}_3\text{O}_4 \text{ bileşiği vardır.}$$

0,9825 g manyetik filizinin 0,6577 g ı manyetik ise
100 de X g ı manyektir.

$$x = \frac{0,6577 \cdot 100}{0,9825} = 66,94$$

Manyetik filizi %66,94 saflıktadır.

1.1.2. Gravimetrik Demir Tayininde Dikkat Edilecek Hususlar

Demirin çöktürülmesi için bir başka baz kullanılabilirse de en uygunu amonyak çözeltisidir. Alkali bazlar da katyonlar çökelek tarafından kuvvetle tutulduğundan (adsorplandığından) birlikte çöker. Bunlar, yıkama ve kızdırma sırasında kolaylıkla uzaklaştırılmaz. Amonyum tuzları ise kızdırma sırasında kolaylıkla uzaklaştırılır.

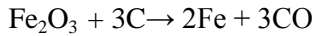
Çökelek peltemsi görünümündedir. Bu, ortamdaki suyu da birlikte sürüklemiş olmasındandır. Bu nedenle çökeleği $Fe(OH)_3$ şeklinde değil $Fe_2O_3 \cdot xH_2O$ şeklinde göstermek daha uygun olur.

Saf su ile yıkamak kolloidleşmeye neden olduğundan çökelek bir elektrolit çözeltisi ile yıkanır. Burada asit çözeltisi uygun değildir, çökeleği çözer. Çoğunlukla NH_4NO_3 çözeltisi, yıkama çözeltisi olarak kullanılır. Amonyum nitrat kızdırma esnasında;



Tepkime gereğince bozunarak uzaklaşır.

- Kızdırma sırasında süzgeç kâğıdının karbonu demiri indirgeyebilir.



Bu indirgenme, süzgeç kâğıdının düşük sıcaklıkta yakılması ile önlenabilir. Kızdırma çok yüksek sıcaklıkta ($1200^\circ C$ dolayında) yapılırsa manyetik demir oksite (Fe_3O_4) dönüşebilir.

- Çözeltide bulunabilecek yabancı iyonlar (Al^{+3} , Cr^{+3} , Ti^{+3} , Co^{+3} , Zn^{+2} , Ni^{+2} , PO_4^{-3} , AsO_4^{-3} , VO_4^{-3} , $C_4H_4O_6^{-2}$, $C_6H_5O_7^{-3}$, SiO_3^{-3}) ile SiO_2 çözüldükten sonra analiz işlemine geçilmelidir.

1.1.3. Gravimetrik Demir Tayininde Kullanılacak Çözeltiler




Aşağıda belirtilen çözeltiler hazırlanmalı, hazırlanan bu çözeltiler renkli ayıraç şişelerine konulmalı ve deney masalarında bulundurulmalıdır.





➤ Çözeltinin adı	➤ Çözeltinin derişimi
➤ $FeSO_4$	➤ 0,1 M
➤ HNO_3	➤ Derişik
➤ Yıkama çözeltisi	➤ %1'lik NH_4NO_3 çözeltisi
➤ NH_3	➤ 6 M




UYGULAMA FAALİYETİ

Demir tayini yapınız.

Kullanılan araç ve gereçler: Beher, demir çözeltisi, 6 M amonyak çözeltisi, su banyosu, siyah bant süzgeç kâğıdı, kroze, fırın, desikatör

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>➤ Behere alınan demir numunesini su banyosunda ısıtınız.</p> 	<p>➤ Laboratuvar çalışma kurallarına uyunuz.</p> <p>➤ Geniş bir beheri su banyosu olarak kullanabilirsiniz.</p> <p>➤ Çözünabilir demir bileşimini numune olarak seçiniz.</p> <p>➤ Behere alınan demir çözeltisine birkaç damla derişik nitrik asit ilave edip ısıtınız.</p> <p>➤ Renk deęişimini gözleyiniz.</p>
<p>➤ 6 M amonyak çözeltisinden damla damla ekleyiniz.</p> 	<p>➤ Amonyak çözeltisini demir iyonları içeren çözeltiliye dikkatlice damla damla ilave edilirken bir baget yardımı ile karıştırınız.</p>
<p>➤ Bütün demir çökünceye kadar amonyak eklemeye devam ediniz.</p> 	<p>➤ Demir iyonlarının tamamının çöktüğü çözeltilinin amonyak kokmasından anlaşılır.</p>
<p>➤ Çökeleđi su banyosunda dinlendiriniz.</p>	<p>➤ Su banyosunda kaynama noktasına yakın bir sıcaklıkta yarım saat bekletiniz.</p>

	
<p>➤ Sıcakken siyah bant süzgeç kâğıdından süzünüz.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Süzme işlemine berrak çözeltiyi aktararak başlayınız. ➤ Çözelti baget yardımı ile huniye aktarınız. ➤ Beherdeki çökeleği yıkama çözeltisi ile bir kaç kez yıkayınız.
<p>➤ Çökeleği yıkama çözeltisi ile yıkayınız. ➤ Süzgeç kâğıdını kıvrınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Yıkama işlemini süzgeç kâğıdının üst kısmından aşağıya doğru çepeçevre yapınız. ➤ Çökeleğin süzgeç kâğıdının ortasında toplanmasını sağlayınız. ➤ Spatül kullanınız. ➤ Süzgeç kâğıdını kıvrırken yırtılmamasına özen gösteriniz.
<p>➤ Süzgeç kâğıdını daha önce sabit tartıma getirilmiş krozeeye yerleştiriniz. ➤ Düşük alevde yakınız.</p> 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Sabit tartıma getirilmiş kroze kullanınız. Sabit tartıma getirilmemiş kroze kullanılmış ise yakma ve kızdırma işleminden sonra sabit tartıma getirilmiş çökeleği boşaltınız boş krozeyi tartınız bu tartımı sabit tartıma getirilmiş krozenin kütlesi olarak kabul ediniz. ➤ Süzgeç kâğıdının konik kısmı üste gelecek şekilde krozeeye yerleştiriniz. ➤ Yakma işlemine düşük alevle başlayınız. Kâğıdın tamamı yandıktan sonra alevi yükselterek kâğıdı kül hâline getiriniz. ➤ Yakma sırasında süzgeç kâğıdının alev almasını önleyiniz.
<p>➤ 800 °C'de alev fırınında kızdırınız.</p>	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Alev fırınının sıcaklık ayarını yapınız. Zaman zaman fırının kapağındaki delikten fırının iç kısmını gözleyiniz.

	
<p>➤ Desikatörde bir süre bekletiniz.</p> 	<p>➤ Desikatörün kapağını zaman zaman hafif açınız.</p>
<p>➤ Oda sıcaklığına kadar soğuyan krozeyi tartınız.</p> 	<p>➤ Krozenin sabit tartımı 16,8259 g olduğuna göre örnek numunedeki Fe % sini bu verilere göre hesaplayınız.</p> <p>➤ Gravimetrik faktörü için Tablo 1.2'den yararlanınız.</p>
<p>➤ Tartım miktarı yardımı ile demir miktarını bulunuz.</p>	<p>➤ Tartımı hassas terazide ve uygun ortamda yapınız ve not alınız.</p>
<p>➤ Analiz raporunu yazınız.</p>	<p>➤ Aldığınız notlardan faydalanarak raporunuzu yazarak teslim ediniz.</p>

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için **Evet**, kazanamadığınız beceriler için **Hayır** kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri	Evet	Hayır
İş önlüğünüzü giyip çalışma masanızı düzenlediniz mi?		
Kullanılacak malzemeleri temin ettiniz mi?		
Size verilen numune çözeltisini 400 ml behere aldınız mı?		
Beherdeki bu çözelti üzerine 150 ml saf su ilave ettiniz mi?		
Beherdeki çözeltiye 1 ml derişik HNO ₃ asit ilave edip ısıttınız mı?		
Çözeltideki Fe ⁺² iyonlarının Fe ⁺³ e yükseltgendiğini renk değişiminden anladınız mı?		
6 M amonyak çözeltisi hazırlayarak yavaş yavaş demir çözeltisine çökme tamamlanıncaya kadar ilave ettiniz mi?		
Beherdeki karışımın ağzını saat camı ile kapatıp yarım saat su banyosunda beklettiniz mi?		
Çökeleği siyah bant süzgeç kâğıdı yardımı ile süzdünüz mü?		
Süzgeç kâğıdını katlayarak daha önce sabit tartıma getirilen krozeyle yerleştirdiniz mi?		
Krozede ki süzgeç kâğıdını düşük alevde dikkatlice yaktınız mı?		
Krozeyi 800 °C sıcaklıktaki alev fırınında bir saat kızdırdınız mı?		
Krozede ki çökeleği desikatörde oda sıcaklığına kadar soğuması için bir süre bekletip sabit tartıma getirdiniz mi?		
Krozede ki kızdırılmış çökeleği bir saat camına alarak gözlemlediniz mi?		
Hesaplamaları yapıp raporunuzu hazırladınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme” ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

- 2,16 g $\text{Fe}(\text{NO}_3)_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile 100 ml çözelti hazırlanıyor. Bu çözeltinin molar derişimi aşağıdakilerden hangisidir? (Fe:56, N:14, O:16)
A) 0,01 B) 0,1 C) 1 D) 10
- Demir (II) iyonları içeren çözelti yükseltgendikten sora amonyak çözeltisi ile çöktürölüp kızdırılarak Fe_2O_3 hâlinde tartıldığına göre, gravimetrik faktör aşağıdakilerden hangisidir?
A) 0,7 B) 0,6 C) 0,5 D) 0,3
- 0,360g demir örneđi çözeltiye alınıyor ve amonyak çözeltisi ile $\text{Fe}(\text{OH})_3$ hâlinde çöktürölüyor. Alev fırınında Fe_2O_3 e dönüştürölüp tartıldığında 0,154 g geldiđi görölüyor. Örnekteki demir % sini hesaplayınız. (Fe:56, O:16)
A) 10 B) 20 C) 30 D) 40
- Demir (II) iyonlarını demir (III) iyonları hâline yükseltgemek için aşağıdaki maddelerden hangisinin çözeltisi kullanılır?
A) CH_3COOH B) HNO_3 C) HCl D) H_2SO_4

Aşağıdaki cümleleri dikkatlice okuyarak boş bırakılan yerlere doğru sözcüğü yazınız.

- Gravimetrik demir analizindebant süzgeç kâđı kullanılır.
- Alev fırınında demir çökeleđinin 800 °C sıcaklıkta kızdırılması ile çökelek hâline dönüřür.
- Demir iyonlarının çöktürölmesi sonucunda renkli peltensi görünümde bir çökelek oluşur.

Aşağıdaki cümlelerin başında boş bırakılan parantezlere, cümlelerde verilen bilgiler doğru ise D, yanlış ise Y yazınız.

- () Demir iyonlarının tamamının çöktüğü artık çözeltinin amonyak kokmasından anlaşılır.
- () Çöktürölülen demir çökeleđini yıkamak için %1'lik amonyum nitrat çözeltisi kullanılır.
- () Çözeltide yabancı iyonların bulunması gravimetrik demir analizin sonucunu etkilemez.

DEĞERLENDİRME

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

ÖĞRENME FAALİYETİ-2

AMAÇ

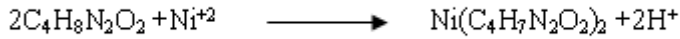
Gerekli ortam sağlandığında kuralına uygun olarak gravimetrik nikel tayini yapabileceksiniz.

ARAŞTIRMA

- Nikelin ekonomik olarak hangi bileşiklerinden elde edilir? Araştırınız.

2. GRAVİMETRİK NİKEL TAYİNİ

Gravimetrik yöntemle nikel tayini, çözeltideki nikel iyonlarının dimetilgliksim ile nikel dimetilgliksim hâlinde çöktürülüp süzme ve kurutma işlemlerinden sonra nikel dimetilgliksim hâlinde tartılması temeline dayanır.



2.1. Analizin Yapılışı

Verilen nikel numunesi çözülür ve hacmi 150-200 ml'ye tamamlanır. 1-2 ml 1/1 hidroklorik asit ve 5 g amonyum klorür konulur (çinkoyu çözeltide tutmak için). Hafif amonyak kokana kadar nötralleştirilen çözeltiye çökme sona erinceye kadar %1'lik dimetilgliksim çözeltisi ilave edilir (birkaç ml fazlası). Bu arada beherden gene hafif amonyak kokusu gelmelidir. 15-20 dk. kendi hâline bırakılan çökeleğin üstündeki berrak çözeltiye birkaç damla daha dimetilgliksim konarak çökmenin tam olup olmadığı kontrol edilir.

Çökme yoksa çökelek bir saat kadar su banyosunda bekletilir ve bir süzgeç krozesinden süzülür. Çökelek, klorür reaksiyonu vermeyinceye kadar sıcak suyla yıkanır ve 110-120 °C'de sabit tartıma geliştirilir. Daha önce süzgeç krozesi de aynı sıcaklıkta sabit tartıma getirilmiş olduğundan aradaki fark nikel-dimetilgliksim miktarını, bunun da 0.2031 ile çarpımı nikel miktarını verir.

Hesaplamalar yapılır.

$$\text{Gravimetrik faktör} = \frac{\text{Aranan maddenin mol kütlesi}}{\text{Tartılan bileşiğin mol kütlesi}}$$

$$\%Ni = \frac{\text{Çökeleğin kütlesi (g)} \cdot G.F.}{\text{Örneğin kütlesi (g)}} \cdot 100$$

Formüllerden faydalanarak örnekteki alüminyum %'si bulunur

Örnek: 0.750 g çelik alaşımı elektroliz sonunda 0.1532 g metalik kobalt ve nikel vermektedir. Bu karışım çözülmüş ve içindeki nikel, dimetilglioksim, $\text{Ni}(\text{HC}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)_2$ hâlinde çöktürülüp tartıldığında tartım 0.3560 g bulunmuştur. Alaşımdaki nikel ve kobalt yüzdeleri nedir?

$$0.75 \text{ g çelik} = 0.1532 \text{ g Co} + \text{Ni}$$

$$\text{Co} = x \quad \text{Ni} = (0.1532 - X)$$

$$\text{Ni}(\text{HC}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)_2 = 289 \text{ g/mol} \quad \text{Ni} = 59 \text{ g/mol}$$

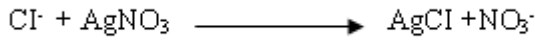
$$\frac{\text{Ni}(\text{HC}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)_2}{\text{Ni}} \cdot x \cdot ((0.1532 - X)) = 0.3560$$

$$\text{Buradan } x = \text{Co} = 0.0803 \text{ g}$$

$$\text{Ni} = 0.1532 - 0.0803 = 0.0722$$

$$\frac{0.0803}{0.750} \cdot 100 = \% 10.7 \text{ veya} \quad \frac{0.0722}{0.750} \cdot 100 = \% 9.69$$

Örnek: Litresinde 60 g gümüş nitrat bulunan bir çözeltinin kaç mililitresinde 5 g NaCl'deki klorürü çöktürür?



$$\frac{35.5 \text{ g Cl için}}{170 \text{ g AgNO}_3 \text{ gerekli ise}} = \frac{5 \text{ g Cl için}}{x \text{ g gereklidir.}}$$

$$X = 14.52 \text{ g AgNO}_3 \text{ gerekli} \quad \frac{60}{100} = \frac{14.52}{X} \text{ ise } X = 242.2 \text{ ml gerekli}$$

2.2. Analizin Yapılışında Dikkat Edilecek Hususlar

- Nikel dimetilgliksim kuvvetli asitli ortamda çözülür. Bu nedenle tam çökme, büyük ölçüde ortamın pH'ına bağlıdır. Çökme, zayıf asidik veya zayıf bazik ortamda oldukça başarılıdır. Örneğin; asetata tamponlanmış ortamlarda ($\text{CH}_3\text{COOH}+\text{CH}_3\text{COONa}$) pH yaklaşık 5 dolayında, amonyumla tamponlanmış ortamlarda ($\text{NH}_4\text{OH}+\text{NH}_4\text{Cl}$) ise pH yaklaşık 9 dolayındadır ve başarılı bir çöktürme yapılabilir. Çöktürme kuvvetli asidik ortamda yapıldığında çözünme olurken kuvvetli bazik ortamlarda stokiometrik olmayan bir çökelek oluştuğunda başarılı çöktürme yapılamaz.
- Nikel dimetilgliksimin sudaki çözünürlüğü oldukça düşüktür. $K_{\text{ç}}=2.3.10^{-25}$ nikel (II) iyonunun derişimi 10^{-9} mol/ l dolayındadır. Oldukça düşük olan bu çözünürlük, çöktürücünün biraz aşırısının eklenmesiyle daha da azaltılabilir.
- Dimetilgliksimin sudaki çözünürlüğü oldukça düşüktür. Bu nedenle alkoldeki veya amonyaktaki çözeltisi kullanılır. Nikel dimetilgliksim alkolde çözüldüğünde çöktürme ortamındaki alkol derişimi % 50'yi geçmemelidir.
- Dimetilgliksim zayıf bir asit olup hidrojen iyonu vererek nikel ile halka yapısında bir molekül oluşturur.
- Çöktürme ortamında demir bulunuyorsa bu, bazik ortamda $\text{Fe}(\text{OH})_3$ çökeleğini verir. Bu nedenle komplekse alınarak etkisiz hâle getirilmesi gerekir. Bunun için yeterli miktarda tartarik asit veya sitrik asit eklenerek demirle kararlı kompleksler vermesi sağlanır.
- Nikeli, nikel dimetilgliksim hâlinde tartma yerine siyah bant süzgeç kâğıdı ile süzüp kızdırma işleminden sonra NiO hâlinde tartmak önerilebilir. Ancak kızdırma işleminin hava akımlı ortamda ve dikkatle yapılması gerektiğinden pek uygulanmaz.

2.3. Gravimetrik Nikel Tayininde Kullanılacak Çözeltiler



Aşağıda belirtilen çözeltiler hazırlanmalı; hazırlanan bu çözeltiler, renkli ayıraç şişelerine konulmalı ve deney masalarında bulundurulmalıdır.





Çözeltilinin adı	Çözeltilinin derişimi
Dimetilgliksimin	0,1 M
HCl	6 M
NH_3	6 M



UYGULAMA FAALİYETİ



Nikel tayini yapınız.

Kullanılan araç ve gereçler: Çözünür nikel tuzu, etüv, beher, HCl, dimetilgliksim, 6M amonyak çözeltisi, su banyosu, su trompu, desikatör

İşlem Basamakları	Öneriler
<p>➤ Analiz edilecek çözünür nikel tuzundan porselen kaba alınır.</p>	<p>➤ Laboratuvar önlüğünüzü giyiniz.</p> <p>➤ İş güvenlik tedbirlerini alınız.</p> <p>➤ Alüminyum örneğini etüvde 105–110 °C’de 1 saat kurutmanız daha doğru sonuç elde etmenizi sağlar.</p> <p>➤ Dikkatli çalışınız.</p>
<p>➤ Etüvde 100–105 °C’de 1 saat kurutunuz.</p> 	<p>➤ Alev fırınındaki sıcaklığı ve zaman ayarını kontrol ediniz.</p>
<p>➤ Kurutulan numuneden 0,5 g dolayında tartım alınız.</p> 	<p>➤ Tartım işleminden sonra terazi ve çevre temizliği yapılmalı, terazi üzeri örtülerek tozlanmaya karşı korunmalıdır.</p> <p>➤ Kuru ve temiz nikel örneği ile çalışmaya özen gösteriniz.</p>
<p>➤ 400 ml behere aktarınız.</p>	<p>➤ Temiz beher kullanmanız, deney sonucunun daha güvenilir ve doğru olmasını sağlar.</p>

	
<p>➤ Üzerine 100 ml saf su ekleyerek çözülmesini sağlayınız.</p> 	<p>➤ Seyreltme işlemini saf su ile yapmanız gerektiğini unutmayınız.</p>
<p>➤ Üzerine 6M HCl'den damla damla ekleyerek ortamı asidik yapınız.</p> 	<p>➤ Hidroklorik asit yakıcıdır, cildinize ve çevreye temas etmiş ise bol su ile temizleyiniz.</p> <p>➤ Asit şişesinin kapağı açık kaldığında çevrede sis oluşabilir, bu nedenle şişenin kapağını hemen kapatınız.</p>
<p>➤ Oluşan çözeltiyi 70–80 °C'ye kadar ısıtınız.</p> 	<p>➤ Su banyosunda karışımı kaynamadan bekletiniz.</p>

<ul style="list-style-type: none"> ➤ Dimetilglioksim sodyum tuzunun suda çözülmesiyle hazırlanan 0,1 M'lik çözeltisinden 15 ml karıştırarak ekleyiniz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çok fazla kullanmamaya dikkat ediniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Ortamın bazik olması için 6M NH₃ çözeltisi ekleyip pembe renkli çökelek oluşumunu sağlayınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Renk değişimini kontrol ediniz. ➤ NH₃ şişesinin kapağını uzun süre açık bırakmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökelek su banyosunda 1 saat dinlendiriniz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Bek alevini orta ayarda tutunuz. Suyun kaynamasını önleyiniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Dimetilglioksim çözeltisinden 1–2 damla ekleyiniz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ 3 – 4 damla indikatör çözeltiyi renklendirmek için yeterlidir, daha fazlasını kullanmayınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Çökelek sabit tartımdaki nordan krozesinde su trompu yardımıyla süzünüz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Su trompunu kontrollü kullanınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Süzüntüyü klor tepkimesi vermeyinceye kadar sıcak su ile yıkayınız. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Yıkama yaparken çökeleğin süzgeç kâğıdının ortasında toplanmasını da sağlayınız. ➤ Durultma ile yıkama yapınız.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Etüvde 120–130 °C'de 1 saat kurutunuz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Alev fırınındaki sıcaklığı ve zaman ayarını kontrol ediniz.
<ul style="list-style-type: none"> ➤ Desikatörde soğutunuz. 	<ul style="list-style-type: none"> ➤ Desikatörü kuralına göre ve dikkatli kullanınız.

	
<p>➤ Sabit tartıma gelinceye kadar tartım işlemini yapınız.</p> 	<p>➤ Dolu tartım yaparak tartımı not ediniz.</p>
<p>➤ Hesaplama yapınız.</p>	<p>➤ Tartım sonucunda elde ettiğiniz sonucu hesaplayıp raporunuzu yazıp teslim ediniz.</p>

KONTROL LİSTESİ

Bu faaliyet kapsamında aşağıda listelenen davranışlardan kazandığınız beceriler için **Evet**, kazanamadığınız beceriler için **Hayır** kutucuğuna (X) işareti koyarak kendinizi değerlendiriniz.

Değerlendirme Ölçütleri	Evet	Hayır
1. Laboratuvar önlüğünüzü giyip çalışma masanızı düzenlediniz mi?		
2. Kullanılacak malzemeleri temin ettiniz mi?		
3. Analiz edilecek çözünür nikel tuzundan porselen kaba adlınız mı?		
4. Etüvde 100–105 °C’de 1 saat kuruttunuz mu?		
5. Kurutulan numuneden 0,5 g dolayında tartım aldınız mı?		
6. 400 ml behere aktardınız mı?		
7. Üzerine 100 ml saf su ekleyerek çözülmesini sağladınız mı?		
8. Üzerine 6M HCl’den damla damla ekleyerek ortamı asidik yaptınız mı?		
9. Oluşan çözeltiyi 70–80 °C’ye kadar ısıttınız mı?		
10. Dimetilglioksim sodyum tuzunun suda çözülmesiyle hazırlanan 0,1 M’lik çözeltisinden 15 ml karıştırarak eklediniz mi?		
11. Ortamın bazik olması için 6M NH ₃ çözeltisi ekleyip pembe renkli çökelek oluşumunu sağladınız mı?		
12. Çökelek su banyosunda 1 saat dinlendirdiniz mi?		
13. Dimetilglioksim çözeltisinden 1–2 damla eklediniz mi?		
14. Çökelek sabit tartımdaki nordan krozesinde su trompu yardımıyla süzdünüz mü?		
15. Süzüntüyü klor tepkimesi vermeyinceye kadar sıcak su ile yıkadınız mı?		
16. Etüvde 120–130 °C’de 1 saat kuruttunuz mu?		
17. Desikatörde soğuttunuz mu?		
18. Sabit tartıma gelinceye kadar tartım işlemini yaptınız mı?		
19. Hesaplamaları yapıp raporunuzu hazırladınız mı?		

DEĞERLENDİRME

Değerlendirme sonunda “Hayır” şeklindeki cevaplarınızı bir daha gözden geçiriniz. Kendinizi yeterli görmüyorsanız öğrenme faaliyetini tekrar ediniz. Bütün cevaplarınız “Evet” ise “Ölçme ve Değerlendirme” ye geçiniz.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

1. 4 M 24 ml NH_3 çözeltisi hazırlamak için 6 M NH_3 çözeltisinden alınan miktar aşağıdakilerden hangisinde doğru olarak yazılmıştır?
A) 16 B) 8 C) 4 D) 2
2. 0.30 g çelik çözünmüş ve içerdiği nikel, nikel dimetilglioksim hâlinde çöktürülmüş; 130°C 'de kurutulduktan sonra $\text{Ni}(\text{HC}_4\text{H}_6\text{N}_2\text{O}_2)_2$ hâlinde tartılmış ve tartım 0.5461 g bulunmuştur. Buna göre çelikteki nikel yüzdesi nedir?
A) %36 B) %37 C) % 34 D) 36.98
3. Daha iri ve saf çökelek elde edilmesi için çöktürülen karışımın su banyosunda kaynama noktasına yakın bir sıcaklıkta bekletilmesi işlemine ne denir?
A) Çöktürme B) Buharlaştırma C) Kurutma D) Özümleme

Aşağıdaki cümlelerde boş bırakılan yerlere doğru sözcükleri yazınız.

4. maddenin ağırlık veya ağırlık farklarının ölçülmesine ve bu verileri kullanarak aranan madde miktarının hesaplanmasına dayanır.
5. Su trompu yardımı ile yapılan süzme işlemine da süzme denir.
6. Bazı durumlarda çökelek saf su ile yıkandığında peptileşir ve hâle geçerek süzgeçten geçer.

DEĞERLENDİRME

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

MODÜL DEĞERLENDİRME

Aşağıdaki soruları dikkatlice okuyunuz ve doğru seçeneği işaretleyiniz.

- 0,1 M 250 ml seyreltik HCl asit çözeltisi hazırlamak için % 30'luk $d=1,15$ g/ml olan derişik HCl'den alınması gereken asidin hacmi aşağıdakilerden hangisidir? (H: 1, Cl: 35,5)
A) 2,6 B) 5,2 C) 26 D) 52
- 1,66 g demir ve alüminyum metalleri karışımı HCl'de çözülüyor, hidroksitleri hâlinde çöktürülüyor ve gravimetrik işlemlerden sonra Fe_2O_3 , Al_2O_3 karışımı şeklinde tartıldığında 2,62 g çökelek elde ediliyor. Karışımdaki alüminyum %'si aşağıdakilerden hangisidir? (Fe: 56, Al: 27, Cl: 35,5, O: 16)
A) 16,25 B) 32,5 C) 54 D) 67,5
- 0,4682 g demir cevheri 0,2047 g Fe_2O_3 vermektedir. Cevherdeki demir yüzdesi nedir?
A) % 30,58 B) % 31 C) % 30 D) % 29
- $FeSO_4 \cdot 7H_2O$ bileşiğindeki demir yüzdesi aşağıdakilerden hangisidir? (Fe: 56, S: 32, O: 16, H: 1)
A) 10,14 B) 20,14 C) 34,5 D) 56
- 0,4682 g demir cevheri gravimetrik işlemlerden sonra 0,2047 g Fe_2O_3 çökeleği vermektedir. Cevherdeki demir yüzdesi kaçtır? (Fe:56, O:16)
A) 10,48 B) 20,85 C) 30,58 D) 60,25
- 1,5 g demir çivi bir süre sonra paslanarak ($Fe_2O_3 \cdot 3H_2O$) kütlesinde 0,1366 g bir artış olmaktadır. Demir çivinin yüzde kaç paslanmışır? (Fe: 56, H: 1, O: 16)
A) 2 B) 5 C) 10 D) 20

DEĞERLENDİRME

Cevaplarınızı cevap anahtarıyla karşılaştırınız. Yanlış cevap verdiğiniz ya da cevap verirken tereddüt ettiğiniz sorularla ilgili konuları faaliyete geri dönerek tekrarlayınız. Cevaplarınızın tümü doğru ise bir sonraki modüle geçmek için öğretmenimize başvurunuz.

CEVAP ANAHTARLARI

ÖĞRENME FAALİYETİ-1'İN CEVAP ANAHTARI

1	B	6	Fe ₂ O ₃
2	A	7	Kahve
3	C	8	Doğru
4	B	9	Doğru
5	Siyah	10	Yanlış

ÖĞRENME FAALİYETİ-2'NİN CEVAP ANAHTARI

1	A
2	D
3	D
4	Garavimetrik analiz
5	Vakumda
6	Koloidal

MODÜL DEĞERLENDİRME CEVAP ANAHTARI

1	A
2	B
3	A
4	B
5	C
6	C

KAYNAKÇA

- DEMİR Mustafa, **Analitik Kimya (Nisel Bölüm)**, S.H.Ç.E.K Basımevi, Ankara, 2001.
- DEMİR Mustafa, Şahinde DEMİRCİ, Ali USANMAZ, **Analitik ve Sınâî Kimya Laboratuvarı**, OSTİM, Mesleki Eğitim Merkezi, Ankara, 2001.