

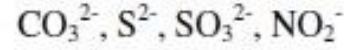
1.Grup Anyonları – Asitte Uçucu Grup

CO_3^{2-} , S^{2-} , SO_3^{2-} , NO_2^-

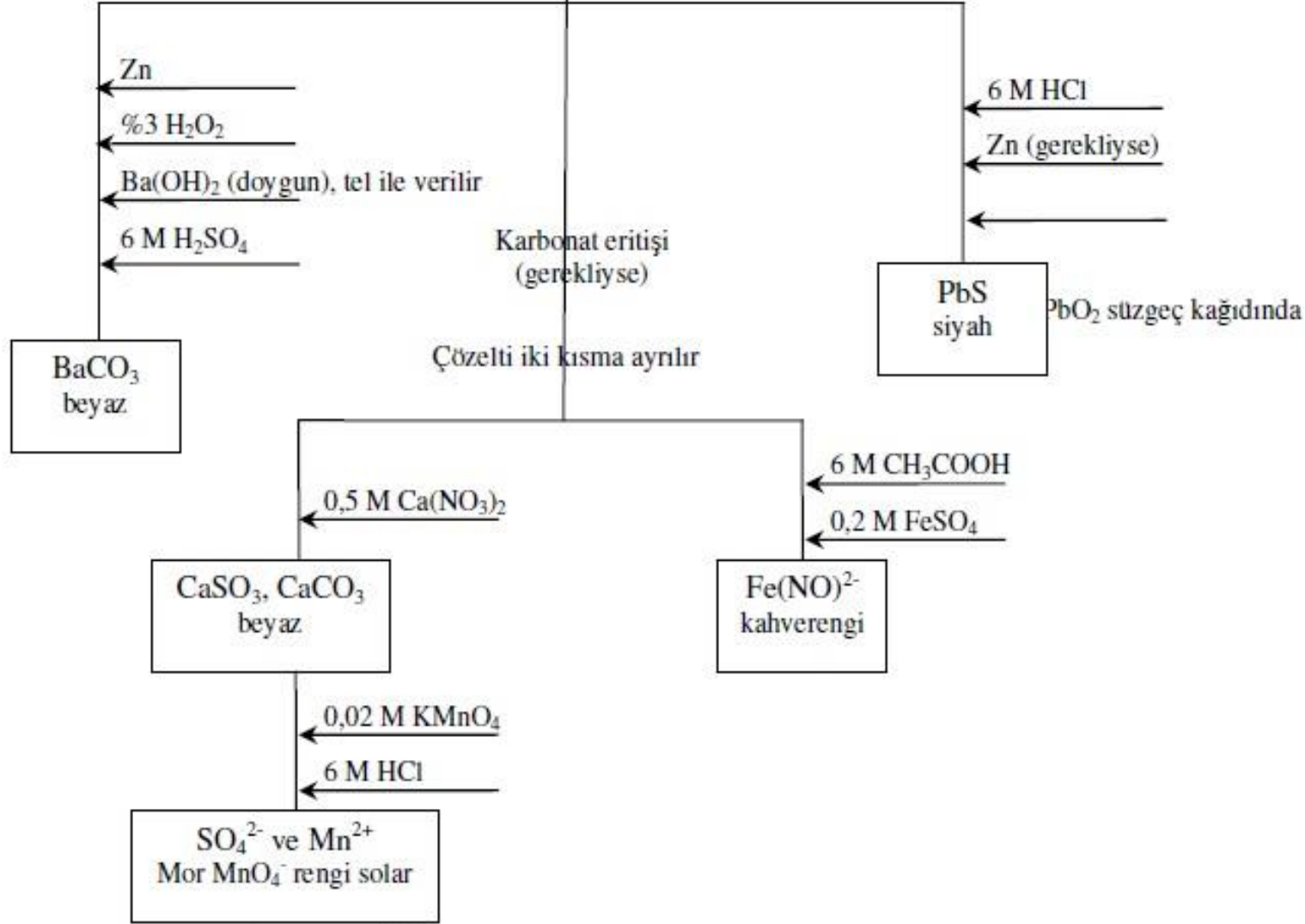
- Asitte uçucu grupta, seyreltik H_2SO_4 katıldığında zaman gaz oluşturan anyonlar bulunur.
- Bu grupta bulunan anyonlar zayıf asit anyonlarıdır; bunlar ya uçucudurlar ya da uçucu oksitlere dönüşürler.

- Asitte uçucu grup anyonlarının analizi aşağıdaki tabloya göre gerçekleştirilmektedir:

Aşağıdaki anyonların bir kısmını bulunduran
katı veya çözelti



Numune üç kısma ayrılır



Anyon	Çıkan gaz	Gazın rengi	Gazın Kokusu	Maskeleyici	Belirleme İşlemleri
CO_3^{2-}	CO_2	renksiz	kokusuz	Gruptaki diğer anyonlar	8-2
SO_3^{2-}	SO_2	Renksiz	Keskin	S^{2-} , NO_2^-	8-3
S^{2-}	H_2S	Renksiz	Çürük yumurta	NO_2^- , SO_3^{2-}	8-4
NO_2^-	NO_2	Kırmızı-kahverengi	tatlı	hiçbiri	8-5

• Karbonat İyonunun Tanınması

1. Numune katı ise, öğütülmüş katının (İşlem 7-1, Basamak 1) 15 mg'ı (küçük bir spatülün ucunu kaplayacak kadar) kuru bir tüpe konur. Suda çözünen iyonların bir çözeltisi de su şeklinde hazırlanır: 15 mg öğütülmüş katı ve 10 damla damıtık su bir tüpe konur. Şiddetli bir şekilde karıştırılır ve tüpte bir miktar katı kalırsa, bu katı atılır. Bu çözelti ve öğütülmüş katı Basamak 2'den başlamak üzere ayrı ayrı analizlenir. (Numune bir çözelti ise, 5 damlalık bir kısmı tüpe alınır).

2. Tüpe az bir miktar granül çinko ilave edilir ve arkasından 10 damla % 3'lük H_2O_2 katılır. 30 s süreyle iyice karıştırılır.

3. Alev deneyinde kullanılan platin telin halka kısmına bir damla doygun ve berrak $Ba(OH)_2$ çözeltisi alınır. Havanın karbon dioksiti $Ba(OH)_2$ çözeltisini bulandırabileceği için, $Ba(OH)_2$ çözeltisi kullanılmadan önce santrifujlenmelidir. Alev deneyi telinin halka kısmınının, tüpteki çözeltiliye değmeyecek kadar kısa olmasına dikkat edilir.

4. 4-6 damla 6 M H_2SO_4 eklenir. Hemen arkasından bir tapa geçirilmiş tel, üzerindeki $\text{Ba}(\text{OH})_2$ damlacığı ile tüpün ağzına çözeltiye değmeyecek şekilde yerleştirilir. (Sekil 8-2). Tapa tüpün ağzına doğru sıkıca bastırılmaz. Böyle yapılırsa çıkan gazlar tapayı fırlatabilir.

5. $\text{Ba}(\text{OH})_2$ damlacığı 1 dakika içerisinde beyazlaşırsa, karbonat iyonlarının varlığı anlaşılır. Sonuç hakkında şüphe varsa, tüp 30 s kadar ısıtılır

Sülfid İyonunun Tanınması

1. Bir tüpe 6 damla kadar çözelti konur.
2. Damla damla 0,5 M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ilave edilir. Çözelti karıştırılır ve her damla ilavesinden sonra çökeltinin çökmesi beklenir. Yeni bir çökelti oluşmadığında, $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ ilavesine son verilir.

3. Karışım santrifüjlenir ve çözelti kısmı atılır. Çökelti, 8 damla damıtık su ile yıkanır ve yıkama suları atılır. Yıkanmış çökeltiye, 5 damla damıtık su ve 1 damla 0,02 M KMnO_4 eklenir.

4. Daha sonra 4 damla 6M HCl ilave edilir ve iyice karıştırılır. Permanganatın mor renginin gitmesi sülfid iyonlarının varlığını gösterir. Bir damla daha 0,02 M KMnO_4 ilave edilmesiyle çözeltinin renginin gitmesi sülfid iyonlarının varlığını kesinleştirir.

Sülfür İyonunun Tanınması

1. Sodyum hidrojen plumbat(II) çözeltisi (NaHPbO_2) şöyle hazırlanır: Bir tüpe 2 damla 0,1M $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ 18 damla damıtık su konur. 6M NaOH çözeltisinden damla damla karıştırarak $\text{Pb}(\text{OH})_2$ çökeltisi oluşuncaya kadar ilave edilir. Oluşan çökelti çözününceye kadar 6 M NaOH eklenmeye devam edilir.
2. 15 mg katı numune (küçük bir spatülün ucunu kaplayacak kadar) veya 6 damla numune çözeltisinden bir tüpe konur.

3. 3 damla 6 M HCl eklenir ve tüpün ağzına NaHPbO₂ çözeltisi ile ıslatılmış bir süzgeç kağıdı tutulur (Sekil 11-6). Süzgeç kağıdında kahverengi veya siyahlaşmanın gözlenmesi sülfür iyonlarının varlığının bir göstergesidir. Metalik kursun oluşumu ile çökeltinin grileşmesi de sülfür iyonlarının varlığını gösterir. Çünkü sülfür iyonlarının indirgen etkisi vardır. H₂S(g) çıkışını kolaylaştırmak için tüp, bir su banyosunda 1 dakika süreyle ısıtılabilir. Siyahlık oluşmazsa ve numune çözelti orijinal sekinde ise, sülfür iyonlarının yokluğu kesindir.

Nitrit İyonu Aranması

1. Bir tüpe 4 damla uygun numune çözeltisi alınır. 6 damla damıtık su ilave edilir.
2. 6 M CH_3COOH çözeltisinden damla damla karıştırılarak çözelti asidik yapılır. Tüp, bir beher içerisinde bulunan soğuk suya daldırılarak soğutulur.
3. Diğer bir tüpte 30 mg (kibrit basınının yarısı kadar) $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 10 damla damıtık suda çözülerek 0,2 M FeSO_4 çözeltisi hazırlanır.
4. Asitlendirilmiş ve soğutulmuş deney çözeltisine, yeni hazırlanmış 0,2 M FeSO_4 çözeltisinden 2-4 damla ilave edilir. Çözeltinin kahverengiye bürünmesinden nitrit iyonunun varlığı anlaşılır.

2.Grup Anyonları – Baryum Grubu

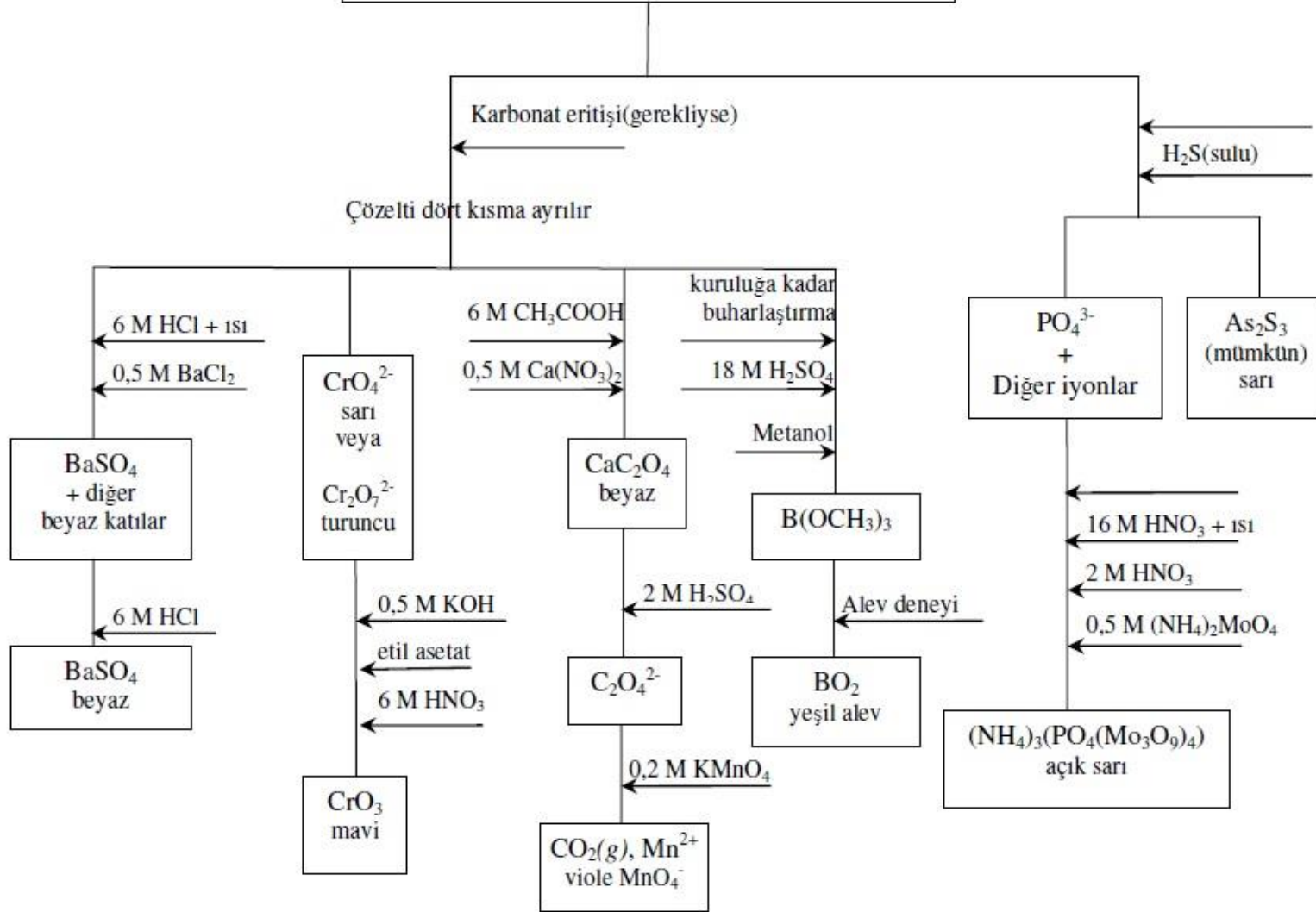
SO_4^{2-} , CrO_4^{2-} , PO_4^{3-} , $\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$, BO_2^-

- Baryum grubu anyonlarının tamamı amonyaklı çözeltilerde orta derecede çözünen kalsiyum ve baryum bileşikleri oluştururlar.
- Çözeltileri asitlendirildiğinde uçucu ürünler oluşturmazlar.

- 2. grup anyon analizlerinin özeti aşağıdaki tabloda özetlenmiştir:

Anyon	Çökelti rengi	3M HCl'de çözünürlüğü	HCl çözeltisindeki rengi
SO_4^{2-}	beyaz	hayır	Çözünmez
CrO_4^{2-}	sarı	evet	Turuncu
PO_4^{3-}	beyaz	evet	renksiz
$\text{C}_2\text{O}_4^{2-}$	beyaz	evet	renksiz
BO_2^-	beyaz	evet	renksiz

Aşağıdaki anyonların bir kısmını bulunduran
katı veya çözelti



Sülfat İyonunun Tanınması

1. Çözeltideki asitte uçucu grup anyonları uzaklaştırılır.
2. Bu asidik çözeltiye damla damla 0,5M BaCl_2 ilave edilir. Çözelti karıştırılır ve her damla ilavesinden sonra çökeltinin dibe çökmesi için beklenir. Artık çökelti oluşmadığı an, BaCl_2 ilavesine son verilir.
3. 3 damla 6M HCl katılır iyice karıştırılır. Beyaz çökelti çözülmezse, sülfat iyonunun varlığı anlaşılmış olur.

Kromat İyonunun Tanınması

1. Kromat iyonlarının varlığını kesinleştirmek için, bir tüpe 6 damla çözelti konur. Çözelti tam bazik oluncaya kadar, damla damla karıştırılarak 0,5 M KOH katılır.

2. 10 damla etil asetat katılır ve iyice karıştırılır. Daha sonra 10 damla % 3' lük H_2O_2 ilave edilir ve çözelti yine iyice karıştırılır. 6 M HNO_3 damla damla eklenir ve çözelti karıştırılır. Her damla ilavesinden sonra çözeltinin mavi renginin hemen kaybolup kaybolmadığına dikkat edilir. Çözelti asidik oluncaya kadar 6M HNO_3 ilave edilir ve gerekirse, 2 damla da fazlası konur.

Fosfat İyonunun Tanınması

1. Numune çözelti ise, bir tüpe 10 damla alınarak üzerine 6M HCl eklenir.
2. Tüpteki çözelti, 1 dakika süreyle su banyosunda ısıtılarak bulunması muhtemel polifosfatlar ortofosfatlara dönüştürülür. Su banyosundan alınarak elle tutulabilir bir sıcaklığa kadar soğutulur.
3. 3 damla amonyum molibdat çözeltisi eklenir ve çözelti ısıtılır. Karıştırıldıktan sonra 5 dakika dinlendirilir. Parlak sarı çökelti oluşumu fosfat iyonlarının varlığını gösterir (Yüksek sıcaklıkta oluşan beyaz bir çökelti, reaktiften gelen MoO_3 tür).

Oksalat İyonunun Tanınması

1. Uygun çözeltilerden (Çizelge 7-2'den yararlanarak) 4 damla alınarak bir tüpe konur ve 6 damla damıtık su ilave edilir. Üzerine 4 damla 3M $\text{NH}_4\text{CH}_3\text{COO}$ konur ve iyice karıştırılır.
2. 3 damla 0,5M $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ konur ve iyice karıştırılır. Karışım 1 dakika bekletilerek çökeltinin tam çökmesi sağlanır. 2 dakika içerisinde çökelti oluşmaması, oksalat iyonunun olmadığını gösterir.
3. Çökelti oluşursa, karışım santrifüjlenir ve çözelti atılır. İki defa 1 mL hacminde taze damıtık su ile yıkanır ve yıkama suları atılır.
4. 5 damla 6M H_2SO_4 ve 10 damla su katılır. Bu karışım, 2 dakika süreyle karıştırılarak su banyosunda ısıtılır ve çökelti çözülür.

6. Bu sıcak çözeltiliye damlalar sayılarak ve karıştırılarak 0,02 M KMnO_4 çözeltisi eklenir. Çözeltinin rengindeki morluk kalıcı olunca, damla sayısı not edilir. İlk damlanın reaksiyona girmesi için 30 saniye beklemek gerekir. İlk damladan sonra reaksiyon çok hızlı yürür.

7. Mor çözeltinin kalıcı hale gelmesi için yalnız 1 damla 0,02M KMnO_4 çözeltisi eklenmişse, çözeltide oksalat iyonu yok demektir. Birkaç damla permanganat harcanması oksalat iyonlarının bulunduğunu kesin olarak vardır.

Borat İyonunun Tanınması

1. Uygun çözültiden (Çizelge 7-2'den yararlanarak) 6 damla küçük bir porselen kurutma kabına konur ve çeker ocakta bir amyant tel üzerinde yavaşça kuruluğa kadar ısıtılır.
2. Porselen kap soğutulur. Bir karıştırma çubuğu ile porselen kap içerisindeki katı kalıntı orta kısma biriktirilir.
3. 3 damla 18 M H_2SO_4 katılır ve iyice karıştırılır.
4. Çeker ocakta dinlendirdikten sonra, 10 damla metil alkol eklenir. Metil alkol, damla damla, yavaş bir şekilde ve karıştırılarak ilave edilmelidir. Her ilave edilen damlanın etrafa sıçramasına karşı dikkatli olunmalıdır.

5. Yine eker ocakta alıřırken porselen kap ierisine konan metil alkol, bunzen alevi ile yakılır. Karıřım alev alır almaz, bek uzaklařtırılır. Alevin bařlangı anlarında yeřil bir alev rengi borat iyonunun varlıđını gsterir.

6. 20 saniye yandıktan sonra gzlenen yeřil renk borat iyonuna ait deđildir. Bu renk, numuneye bulařmıř baryum veya bakırdan dolayı olabilir.