

4. Grup Katyonları – Karbonat Grubu

Ba²⁺, Sr²⁺, Ca²⁺, Mg²⁺

- Baryum(II), stronsiyum(II), kalsiyum(II) ve magnezyum(II) iyonları amonyum karbonat ((NH₄)₂CO₃) ile karbonatları halinde çöktüğünden, (**BaCO₃**, **SrCO₃**, **CaCO₃**, **MgCO₃**), bu katyonlar karbonat grubu adını alır.

- Bu katyonların klorürlerinin, sülfürlerinin ve hidroksitlerinin çözünürlükleri, klorür, hidrojen sülfür ve amonyum sülfür grupları ile çöktürülemez kadar fazladır. Çizelge'den de görüleceği gibi, baryum, stronsiyum, kalsiyum ve magnezyum iyonlarının karbonatları suda oldukça az çözünür.

Formülü	K _{çç}	g/mL
BaCO ₃	5,1×10 ⁻⁹	7,14×10 ⁻⁵
SrCO ₃	1,1×10 ⁻¹⁰	1,05×10 ⁻⁵
CaCO ₃	2,8×10 ⁻⁹	5,29×10 ⁻⁵
MgCO ₃	3,5×10 ⁻⁸	1,87×10 ⁻⁴
Ba ₃ (PO ₄) ₂	4,0×10 ⁻²³	1,30×10 ⁻⁵
Sr ₃ (PO ₄) ₂	4,0×10 ⁻²⁸	1,30×10 ⁻⁶
Ca ₃ (PO ₄) ₂	2,0×10 ⁻²⁹	7,14×10 ⁻⁷
Mg ₃ (PO ₄) ₂	1,0×10 ⁻²⁵	3,92×10 ⁻⁶

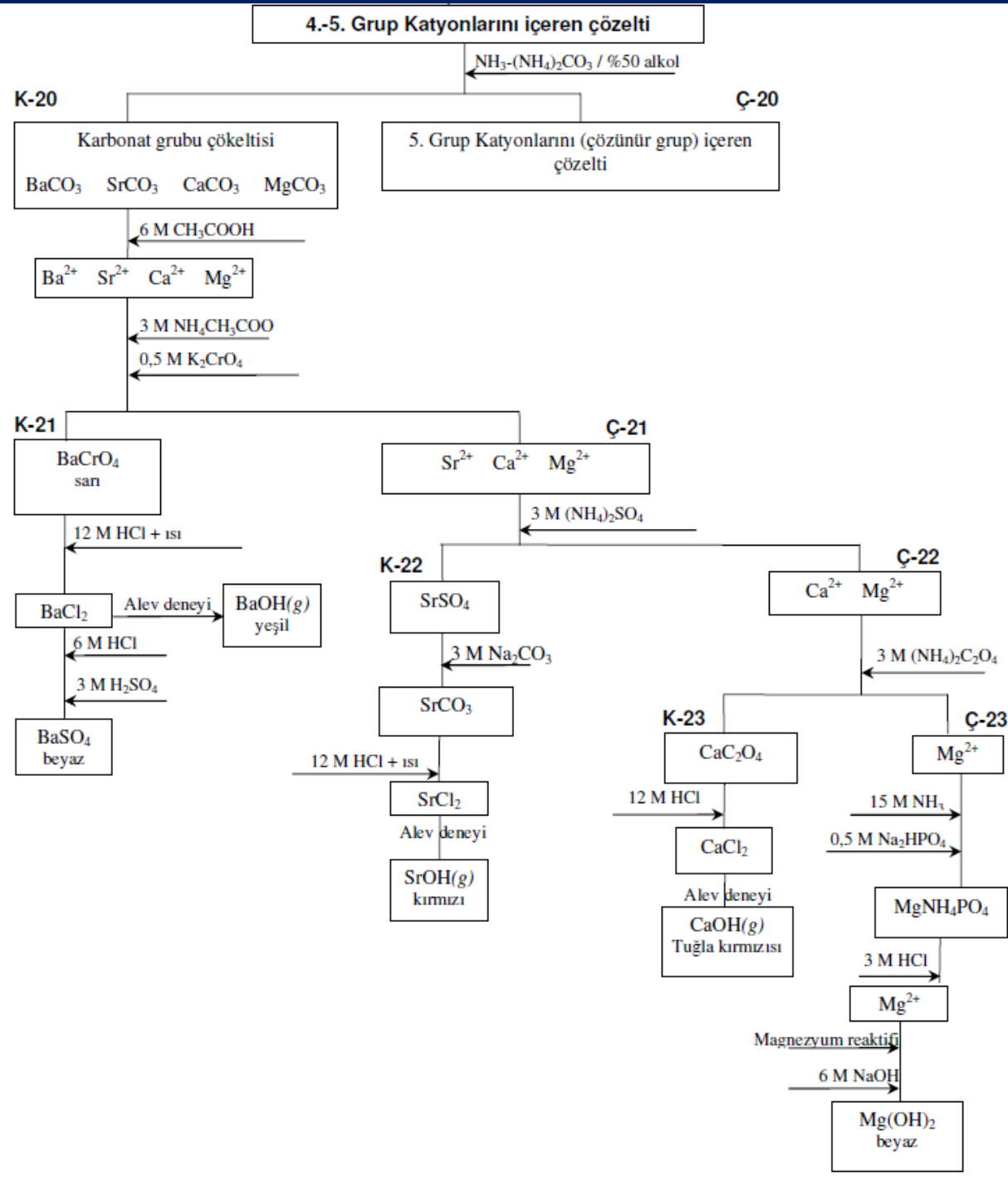
Alev Deneyleri

- Karbonat grubu elementlerinin tamamı, periyodik çizelgedeki toprak alkali elementleri grubundadır ve bu nedenle, bunların fiziksel ve kimyasal özellikleri oldukça benzerdir. Bunların atom veya iyonları bek alevinde karakteristik renkte ışın yayarlar. Alkali ve toprak alkali metallerin çoğunda yayınlanan ışın görünür bölgededir. Alevin rengi, yayınlanan ışının dalga boyu ve ışın yayan tür Çizelge'de verilmiştir. Magnezyum alev emisyonları ultraviyole bölgede olduğundan, magnezyum alev deneyi ile belirlenemez.

Element	Işın yayan tür ^a	Dalga boyu (nm)	Alev rengi
Sodyum	Na	330 589	Ultraviyole turuncu- sarı
Potasyum	K	404 767	viyole kırmızı
Magnezyum	MgOH	370 382	ultraviyole ultraviyole
Kalsiyum	CaOH	554 602 622 644	yeşil turuncu turuncu kırmızı
Stronsiyum	SrOH	605 645 659 666 680	turuncu kırmızı kırmızı kırmızı kırmızı
Baryum	BaOH	488 513	mavi yeşil

^aÇalışılan atomlarda hidrojen ve oksijen alev içinde birleştiğinde hidroksit numuneleri oluşur. Bu numunelerin yükleri çizelgede verilmemiştir.

➤ Karbonat grubu iyonlarının analizi ařađıdaki tabloya gre gerekleřtirilmektedir:



• Karbonat Grubunun Çöktürülmesi

1. Amonyum sülfür grubunun çöktürüp santrifüjlenmesiyle elde edilen çözelti kısmına (Ç-14), damla damla ve karıştırarak bazik oluncaya kadar 15 M NH_3 ilave edilir.
2. Bazik çözeltiye 1 mL 3 M $(\text{NH}_4)_2\text{CO}_3$ ilave edilir. Deney tüpüne herhangi bir çökelti görülmeyecek şekilde etanol veya metanol ilave edilir. Deney tüpleri su-buz banyosuna yerleştirilir ve en az 10 dakika şiddetli bir şekilde karıştırılır.
3. Çökelti (K-20) oluşmuşsa, karışım santrifüjlenir ve üstteki çözelti kısmı (Ç-20) ayrılır. Ç-20 çözünür iyon gruplarının analizi için saklanır.

Baryum(II) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. Elde edilen çökeltiye (K-20), 10 damla 6M CH_3COOH ilave edilir. Katı kısım çözünmezse, karışım bir su banyosunda 3 dakika süreyle karıştırılarak ısıtılır. Ortamda herhangi bir katı kalmışsa, santrüfüjleme ve çözeltinin aktarılması ile katı kısım atılır.
2. Çözeltinin toplam hacmi 2 mL oluncaya kadar damıtık su eklenir. Daha sonra 1 mL 3M amonyum asetat ilave edilir. İyice karıştırılır.
3. 1 damla 0,5 M K_2CrO_4 eklenir. Çökme olmamışsa ortamda baryum yok demektir.
4. Karışım santrifüjlenir, sarı renkli çökeltiden (K-21) ayrılan çözelti kısmı (Ç-21) bir deney tüpüne alınır ve stronsiyum iyonu analizi yapılmak üzere saklanır.

5. Sarı renkli BaCrO_4 çökeltisine (K-21) 1 mL 12 M HCl eklenir ve sıcak su banyosu yardımıyla katının tamamen çözülmesi sağlanır.
6. Turuncu renkli çözelti küçük bir behere alınır. Deney tüpü 12 M HCl ile yıkanır ve yıkama çözeltileri behere ilave edilir. Beher, çeker ocak içindeki üç ayak üzerine yerleştirilir ve kuruluğa yakın buharlaştırmak için bek ile ısıtılır.
7. Alev deneyi telinin halkasına 1 damla BaCl_2 çözeltisinden damlatılır ve çözelti buharlaşmaya kadar bunzen beki alevinin soğuk kısmında tutulur. Daha sonra halka en sıcak bölgeye tutulur ve renk gözlenir. Çabuk kaybolan yeşil renk baryum iyonunu varlığı için kuvvetli bir göstergedir.

Stronsiyum(II) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. BaCrO_4 'ün çöktürülmesinden arda kalan çözelti (Ç-21), su banyosunda 2 dakika süreyle ısıtılır. CaSO_4 'ın çökmesinin önlenmesi ve Ca^{2+} 'nin kompleks oluşturması için 1 mL trietanolamin ilave edilir.
2. 15 damla 3 M $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ ilave edilir ve 5 dakika karıştırılır. Çökelti varsa (K-22), karışım karıştırılarak su-buz banyosunda 5 dakika süreyle çökmenin tamamlanması için soğutulur. Daha sonra santrifüjlenip çözelti kısmı bir tüpe (Ç-22) alınır ve kalsiyum tayini için saklanır.

5. SrSO_4 çökeltisine (K-21) 1 mL 3 M Na_2CO_3 eklenir ve SrSO_4 'ın SrCO_3 'e dönüşmesi için sıcak su banyosunda ısıtılır.
6. Çökeltiye 1 mL 6 M HCl ile ilave edilir ve çözünmesi için iyice karıştırılır.
7. Çözelti küçük bir behere alınır ve kuruluğa kadar buharlaştırılır. Alev deneyi telin üzerine 1 damla çözülden damlatılır. Telin halkası çözelti buharlaşmaya kadar bunzen beki alevinin soğuk kısmında tutulur. Daha sonra halka en sıcak bölgeye tutulur ve renk gözlenir. Koyu kırmızı renk stronsiyum iyonunu varlığının göstergedir.

Kalsiyum(II) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. Kalan çözelti (Ç-22), 2 mL'den az ise damıtık su eklenerek tamamlanır. Çözelti 2mL'den fazlaysa, küçük bir behere aktarılarak buharlaştırılır.
2. Çözelti asidik hale gelinceye kadar karıştırılarak damla damla 6M CH_3COOH ilave edilir. Daha sonra sıcak su banyosuna konur ve karıştırılarak 10 damla 3M $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$ eklenir.
3. 2 mL etanol veya metanol ilave edilir. Deney tüpü içinde su bulunan bir behere daldırılıp 5 dakika süreyle karıştırılarak soğutulur. Ilık çözeltiden CaC_2O_4 oluştuğunda iri kristaller çöker (K-23). Çözelti (Ç-23), magnezyum iyonu için analiz edilmelidir.

5. K-23 çökeltisi 10 damla 12M HCl ile çözülür.
6. Alev deneyi telin üzerine 1 damla çözüldüden damlatılır. Telin halkası çözelti buharlaşınca kadar bunzen beki alevinin soğuk kısmında tutulur. Daha sonra halka en sıcak bölgeye tutulur ve renk gözlenir. tuğla kırmızısı renk kalsiyum iyonunu varlığının göstergedir.

Magnezyum(II) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. Ç-23 çözeltisi üzerine pH kağıdı veya turnusol kağıdıyla bazik olduğu gözleninceye kadar karıştırarak damla damla 15 M NH_3 ilave edilir.
2. 10 damla Na_2HPO_4 ilave edilir. Deney tüpü içinde soğuk su bulunan küçük bir behere daldırılır ve 15 dakika süreyle sık sık karıştırılır.
3. Birlikte çöken amonyum iyonunu uzaklaştırmak için çökelti 1 mL damıtık su ve 3 damla 6M NH_3 ile yıkanır, santrifüjlenir ve yıkama suları atılır.
4. Çökelti, 5 damla 6 M HCl içinde çözülür. Üzerine 1,5 mL damıtık su ve 1 damla magnezyum reaktifi (%0,1 lik para-nitrobenzen azorezorsinol) ilave edilir.
5. Çözeltiye bazik oluncaya kadar, karıştırarak ve damla damla 6M NaOH ilave edilir. Daha sonra 2 damla daha fazlası ilave edilir. 2 dakika içinde açık mavi bir rengin oluşması Mg^{2+} ' nun varlığını gösterir.

5. Grup Katyonları – Çözünür Grup

Na^+ , K^+ , NH_4^+

- Klorürleri, sülfürleri, hidroksitleri veya karbonatları halinde çöktürülemeyen, rubidyum ve sezyum iyonları ile bu bölümde incelenecek olan **sodyum, potasyum ve amonyum** iyonları çözünür grubu oluştururlar.
- Bu katyonların suda çözünmeyen bileşiklerinin sayısı oldukça azdır. Bu nedenle, bu grup katyonlarının tanınmasında çöktürme reaksiyonları çok daha az öneme sahiptir ve tanınmalarında alev deneyleri ve başka tip tanınma reaksiyonları daha büyük önem taşır.

➤ Çözünür grubu iyonlarının analizi aşağıdaki tabloya göre gerçekleştirilmektedir:

Ç-20

Çözünür Grup Katyonları çözeltisi (ve Mg^{2+})

16 M HNO_3 + Yoğun buharlaştırma

0,4 M CH_3COOH

Ç-24

$Na(g)$
Turuncu-sarı

Alev
deneyi

Na^+ K^+ NH_4^+ Mg^{2+} (muhtemelen)

Alev
deneyi

$K(g)$
Kırmızı-viyole

Çözelti üç kısma
ayrılır

Sodyum reaktifi

$NaMg(UO_2)_3(CH_3COO)_9 \cdot 9H_2O$
uçuk sarı

6 M CH_3COOH

0,2 M $Na_3Co(NO_2)_6$

Magnezyum reaktifi

$Mg(OH)_2$
mavi

$K_2NaCo(NO_2)_6$
sarı

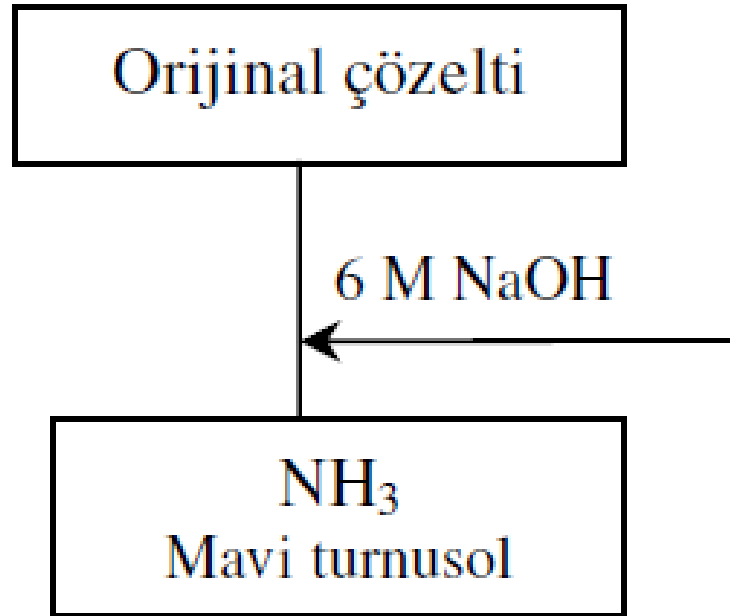
12 M HCl

KCl

Alev
deneyi

$K(g)$
Kırmızı-viyole

Amonyum İyonunun Tayini



• Amonyum İyonunun Uzaklaştırılması

1. Karbonat grubunun çöktürüp santrifüjlenmesiyle elde edilen çözelti (Ç-20) küçük bir behere aktarılır. 1 mL 6M HNO_3 eklenir ve çeker ocak içinde bir bunzen beki üzerine yerleştirilerek kuruluğa kadar buharlaştırılır.
2. Soğuyan çözelti üzerine 10 damla 6 M HNO_3 ilave edilir ve bir baget yardımıyla beher kenarında bulunan tüm katıların HNO_3 ile teması sağlanır. Daha sonra bu karışım da kuruluğa kadar buharlaştırılır ve kalıntı bir bek üzerinde amonyum nitratın parçalanmasıyla oluşan dumanlar kesilinceye kadar iyice kızdırılır.
3. Oda sıcaklığına kadar soğutulan çözelti üzerine 1 mL damıtık su ve 2 damla 6M CH_3COOH eklenir. Tüp içinde her hangi bir çökelti mevcutsa, santrifüjlenerek ayrılır ve katı kısım atılır. Ayrılan çözelti (Ç-24) çözünmüş olan Na^+ ve K^+ iyonlarının (süphe duyulması durumunda Mg^{2+} iyonlarının da) tanınmasında kullanılabilir.

Sodyum(I) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. Elde edilen Ç-24'den 1 damla deney çözeltisi, alev deneyi yapılan platin tel üzerine damlatılır. Alev süresi, alevin yoğunluğu ve renk şiddeti açısından deney çözeltisi (Ç-24) ve içinde sodyum ve potasyum olduğu bilinen çözeltinin alevdeki görünümleri karşılaştırılır. Şiddetli bir turuncu-sarı alev rengi sodyumun varlığını gösterir.
2. Alev deneyinin sonucunu desteklemek için 10 damla deney çözeltisi (Ç-24) bir deney tüpüne aktarılır. Üzerine 10 damla sodyum reaktifi eklenir. En az 15 dakika soğuk su bulunan bir beher içinde bekletilir ve 2 dakika da bir karıştırılır. Açık sarı renkli bir çökelti sodyum iyonunun varlığını gösterir.

Potasyum(I) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. 10 damla deney çözeltisi (Ç-24) bir deney tüpüne konur asidik oluncaya kadar damla damla 6M CH_3COOH çözeltisi eklenir.
2. Ayrı bir deney tüpüne yaklaşık 0,080 g kadar $\text{Na}_3\text{Co}(\text{NO}_2)_6$ ve 1 mL kadar damıtık su konur. Bu çözelti katı maddenin tamamı çözününceye kadar karıştırılır. Daha sonra bu çözeltiye 10 damla asidik deney çözeltisi (Ç-24) eklenip tüp bagetle iyice karıştırılır.
3. Tüp 10 dakika süre ile düzenli olarak karıştırılarak soğuk su banyosunda bekletilir. Çok ince sarı bir çökelti potasyum iyonunun varlığını gösterir.

4. Karışım santrifüjlenir ve üstteki çözelti atılır. Elde edilen çökelti oldukça az miktarda 12M HCl içinde çözülür ve bu çözelti alev deneyi için kullanılır.
5. Kobalt camı kullanılarak kırmızı-mor alev rengi gözlenmesi potasyum iyonunun varlığını gösterir.

Magnezyum(II) İyonunun Ayrılması ve Tanınması

1. Magnezyum iyonu 4. grup katyonlarının tanınması sırasında belirlenmişse burada aranmasına gerek yoktur.
2. Bir deney tüpüne birkaç damla deney çözeltisi (Ç-24) eşit hacimde damıtık su ve bir damla da magnezyum reaktifi konup iyice karıştırılır.
3. Daha sonra çözeltinin bazik olup olmadığı kontrol edilerek damla damla 6M NaOH katılır. Bazik ortamda parlak mavi bir çökelti oluşumu magnezyum iyonunun varlığını gösterir.

Amonyum İyonunun Tanınması

1. Orijinal numuneden 10 damla alınarak küçük bir behere konur.
2. Kırmızı turnusol kağıdı damıtık su ile ıslatılarak bir saat camının dış bükey kısmına iliştilir.
3. Beherdeki çözeltiliye 10 damla 6M NaOH eklenir ve turnusol kağıdının bulunduğu saat camı şekilde gösterildiği gibi derhal beherin üzerine kapatılır.
4. Turnusol kağıdının renginin maviye dönmesi, amonyum iyonunun varlığını gösterir.

