

2. KİMYASAL ANALİZ YÖNTEMLERİ-I

Kimyasal analizler kalitatif (nitel) ve kantitatif (nicel) olmak üzere ikiye ayrılır.

Kalitatif analiz; bir örnek de hangi bileşik, iyon ya da elementlerin olduğunu tespit etmek için kullanılır.

Kantitatif analiz; bileşimi bilinen bir madde ya da çözeltideki bileşik, iyon ya da fonksiyonel grupların miktarını belirlemek için yapılır.

Kimyasal analiz yöntemleri prensiplerine göre 3 grup altında toplanır.

- Gravimetrik yöntem
- Volumetrik yöntem
- Enstrümantal yöntem



Gravimetrik Yöntem

Analizde kimyasal reaksiyonun sonucu, tartım suretiyle bulunuyorsa buna “gravimetrik analiz” denir.

Gravimetrik analizlerde genel olarak yapılan işlemler;

- a. Örnek alma
- b. Çöktürme
- c. Süzme (filtrasyon)
- d. Yıkama
- e. Kurutma ve yakma
- f. Buharlaştırma
- g. Distilasyon
- h. Kristallendirme
- i. Süblimleşme



B. Çöktürme

Gravimetrik analizlerin büyük bir kısmı tayini yapılacak unsurun çöktürülmesine dayanır. İki çözeltinin birbirine katılması sonucunda ortamda çözünmeyen bir maddenin katı olarak ayrılması olayına “çökme” denir.

Katı-sıvı heterojen karışımdan katı olarak ayrılan maddeye “çökelek” yapılan işleme ise “çöktürme” denir.

Oluşan çökeleğin tümünün dibeye çökmesi beklenir ve üstteki sıvı duru sıvı bulandırılmadan başka kaba aktarılır. Bu şekilde üstteki sıvı kısmın ayrılmasına “aktarma” (dekantasyon) denir.



- Sıvı içerisindeki katı tanecikler hafif, ince taneli ve çok az miktarda ise ayrıca süzme ile ayırmak mümkün değilse **santrifüj aletinden** yararlanılır.

Santrifüj, merkezkaç kuvvetinin etkisi ile yoğunlukları farklı maddeleri ayırabiliriz.

- Santrifüj ile ayrılmayan maddeleri (kolloidal 1-100 nm çapında tanecikler) ayırmak için **“dializ”** işlemi kullanılır.

Dializde, delik çapları 1-5 nm olan selofan, hayvan derisi, parşömen gibi süzgeç görevi yapan yarı-geçirgen bir zar kullanılır.

- Heterojen sıvı-sıvı karışımları ayırmak için ise **“ayırma hunileri”** kullanılır. Fazları ayrılan karışım ayırma hunisinin alt musluğundan serbest bırakılarak alınır.



C. Süzme

Tortu ve çökeltiyi ayırmak için en çok uygulanan işlemdir.

Laboratuvarda süzmede kullanılan materyaller;

- Filtre kağıdı
- Gooch süzgeçleri
- Gözenekli (poroz) porselen süzgeçler

Süzme işlemini kolaylaştırmak ve çabuklaştırmak için süzgeç altından vakum uygulanır. Bu işlem için genellikle yatay konuma delikli porselen yüzey içeren Buchner hunisi ve Nuche erleni kullanılır.



Filtre kağıtları

Nicel analizlerde kantitatif süzgeç kağıtları kullanılır.

- **Kantitatif süzgeç kağıtları**, derişik renk ve gözenek büyüklüğündedir. Filtre kağıtları 60 °C ılık koni şeklinde ya da çok katlı olarak katlanarak kullanılır.
- **Gooch süzgeçleri**, filtre kağıdı ile süzme uygun olmadığında asbestli Gooch filtreler kullanılır. Porselen delikli tabla üzerine asbest konularak işlem gerçekleştirilir.
- **Gözenekli poroz süzgeçler**, farklı büyüklük ve çaptaki porselen süzgeçler asbestsiz olarak kullanılır.



4.Yıkama

Çözeltiler yabancı maddelerden temizlemek amacıyla yıkanır. Yıkama sıvısı genellikle saf sudur.

Bazı durumlarda yıkanan madde saf suda çözünebilir bu durumda ortak iyon ilave edilir. Ortak iyon çözünürlüğü azaltır.



5. Kurutma ve Yakma

Süzgeç kağıdı ile birlikte madde alınıp kroze konur. Kroze etüvde 105 C de bekletilerek kurutulur. Daha sonra kroze bir bek alevinde veya bir elektrikli ısıtıcı üzerinde tutularak kağıdın kömürleşmesi sağlanır. Bu esnada kağıt alevde yanmamalıdır.

Kömürleşme işleminden sonra kroze elektrikli fırında 70-1000 °C arasında 2 saat tutularak yakma işlemi tamamlanır.

