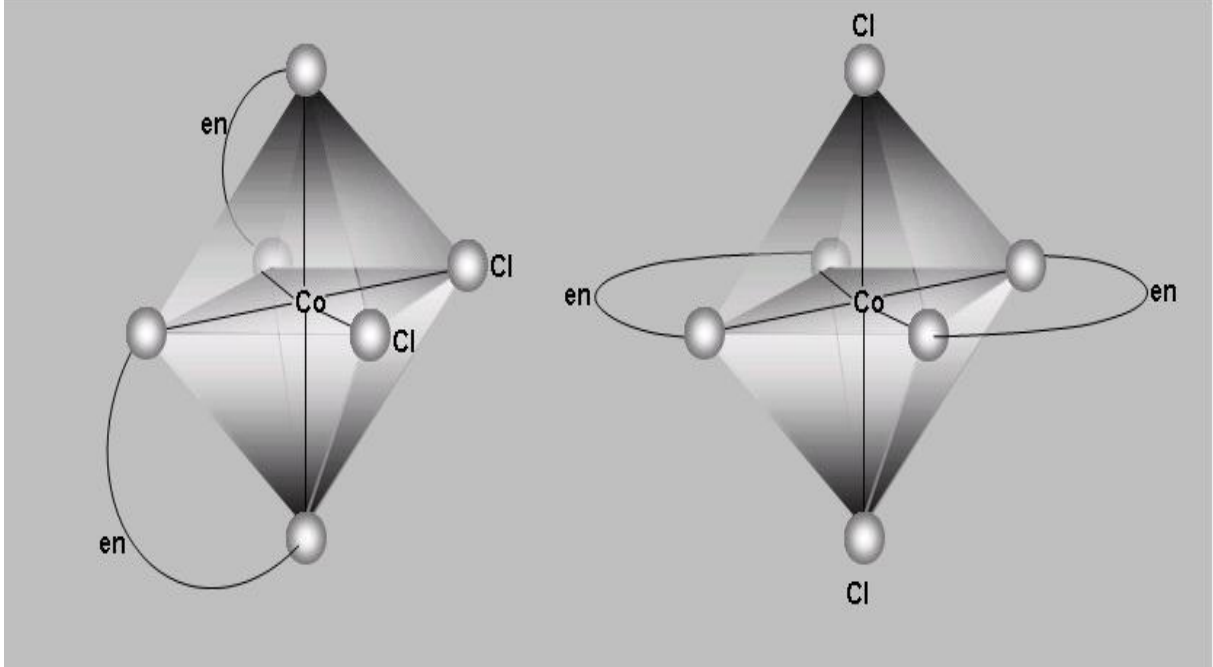


# ANORGANİK KİMYA LABORATUARI DENEY FÖYÜ



**Prof. Dr. SERHAN URUŞ**

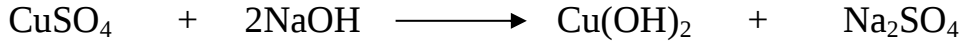


**ANORGANİK KİMYA LABORATUARI-I DENEYLERİ**

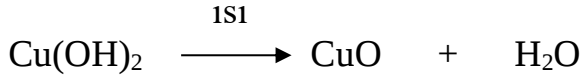
- 1. Bakır(II) oksit, Bakır(I) Oksit ve Krom(III) Oksit, Krom(VI) Oksit Eldesi**
- 2. Laboratuvarda Amonyak Eldesi**
- 3. Potasyum Alüminyum Sülfat Dodekahidrat (Potas Şabı) ve Amonyum Demir(II) Sülfat Hekzahidrat (Mohr tuzu) Çift Tuzlarının Hazırlanması**
- 4. Alüminyum Klorür Sentezi**
- 5. Sodyum Hipokloritin Sentezi ve Aktif Klor Tayini**
- 6. Hidrojen Peroksit Eldesi ve Saflığının Belirlenmesi**
- 7. ARASINAV**
- 8. Tetraammin Bakır(II) Sülfat Hekzahidratın Hazırlanması**
- 9. Potasyum Dioksalato Diaqua Kromat (III) Kompleksinin *Cis-* ve *Trans-* İzomerlerinin Hazırlanması**
- 10. Tris(etilendiamin)krom(III) Klorür Sentezi**
- 11.  $\beta$ -Naftol Oranj (Azo-boyar) Sentezi ve Özelliklerinin İncelenmesi**
- 12. Bidentat ve Tetridentat Schiff Bazları ve Metal Komplekslerinin Sentezi**
- 13. Potasyum Triokzalato Kromat(III) Trihidrat Sentezi**
- 14. Telafi Haftası**
- 15.FİNAL**

**DENEY-1:****BAKIR(II) OKSİT ve BAKIR(I) OKSİT ELDESİ****Yöntem-1:**

1.5 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  20 ml suda çözüldükten sonra, su banyosunda 0.25 g NaOH ile reaksiyona sokulur.



Oluşan çökelek  $\text{Cu(OH)}_2$  rengi siyahlaşınca üstteki berrak çözelti dekante edilir ve geri kalan kısım bir miktar su ile kaynatılır. Çökeleğin üstündeki berrak çözelti yeniden dekante edilir. Böylece birkaç kez yıkanan çökelek filtre edilir ve filtratta sülfat kalmayınca dek bu işlem tekrarlanır. Filtratta sülfat kalıp kalmadığı,  $\text{BaCl}_2$  çözeltisi ile kontrol edilir. Çökelek bir krozede kızdırılarak kuru  $\text{CuO}$  elde edilir.

**Yöntem-2:**

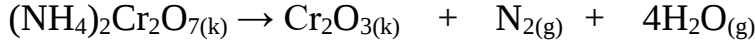
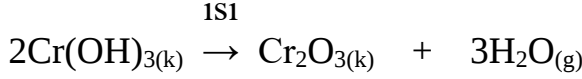
0.5 g  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  ve NaCl, 10 ml kaynar suda çözülür. Çözeltiye 0.4 g  $\text{Na}_2\text{SO}_3$  ilave edilir. İlk anda yeşilimsi bir çökelek oluşur. Bir süre karıştırıldıktan sonra renk kaybolur. Soğutulan karışım NaOH'ın 5 ml sudaki çözeltisine ilave edilir. Sarı bir çökelek oluşur. Oluşan bu çökelek su banyosunda 30 dk karıştırılır. Renk kırmızıya dönecektir. Karışım fitre edildikten sonra sülfat uzaklaşınca kadar su ile yıkanır. Sonra 5 ml 1:1 alkol-eter karışımı ile yıkandıktan sonra havada kurutulur. Elde edilen miktar tartılarak verim hesaplanır.

**Değerlendirme Soruları:**

- S1. Bakır oksitlerinin kullanım alanlarını araştırınız?
- S2. Sanayide kullanılan başlıca bakır alaşımları nelerdir?
- S3. Bakırın başka hangi bileşikleri var araştırarak kullanım alanlarını rapor ediniz.

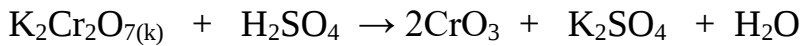
**KROM(III) OKSİT VE KROM(VI) OKSİT ELDESİ**

A: Krom (III) Oksit,  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ; Krom (III) hidroksitin veya amonyum dikromatın ısıtılmasıyla elde edilir.

**Yöntem:**

0.1 mol amonyum klorür ve 0.05 mol potasyum dikromat tartılarak bir havana konur, iyice öğütülerek toz haline getirilir. Bu karışım ağzı geniş bir porselen kaba konup, zayıf bir bek alevinde ısıtılırsa amonyum dikromat oluşur. Eğer bu karışım kuvvetli bek alevinde ısıtılmaya devam edilirse bozunarak krom (III) oksite dönüşür ve karışımın rengide yeşile döner. Sonra kap soğumaya bırakılır. İçerisinde 50 ml saf su bulunan bir behere konarak porselen kroze üzerindeki kalıntı suyla alınır ve sonra filtre edilir. Ürün  $110^\circ\text{C}$  de bir etüvde yarım saat kurutulur. Soğutulup tartılır ve verim hesabı yapılır.

B: Krom (VI) Oksit,  $\text{CrO}_3$ , potasyum dikromatın üzerine derişik sülfürik asit eklemekle elde edilir. Çok güçlü bir yükseltgendir. Kağıt, süzgeç, dokuma ve organik kökenli hiçbir madde ile temas etmemelidir. Yapıyı bozar ve çok büyük zararlar verir.

**Yöntem:**

Toz haline getirilmiş 0.6 g potasyum dikromat 5 ml sıcak suda bir beherde çözülür. Sonra oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakılır. Dikkatlice üzerine 5 ml derişik sülfürik asit azar azar eklenerek karıştırılır. Karışımın yavaşça soğumasına izin verilir. Bir süre sonra iğneye benzer kırmızı kristaller oluşur. Kristallerin üzerindeki sıvı bir başka kaba dekante edilerek aktarılır. Sonra kristaller derişik nitrik asitle yıkanır ve filtrat bir kaba aktarılır. Ürün bir baget yardımıyla darası bilinen bir saat camına alınır ve  $105^\circ\text{C}$  de kurutulup, tartılır ve verimi kaydedilir. Ve teorik verimle karşılaştırılır.

***DIKKAT: Elinizle, kâğıtla veya herhangi organik bir malzeme ile kesinlikle dokunmayın!!!***

Bazı Testler:

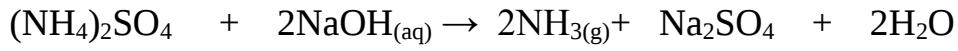
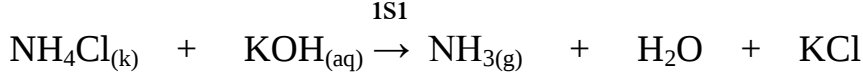
- 1) Üç deney tüpüne ayrı ayrı sentezlediğiniz  $\text{Cr}_2\text{O}_3$  den azar miktarda koyunuz ve birincisine 3-5 mL su, ikincisine 3-5 mL seyreltik  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , üçüncüsüne de seyreltik  $\text{HNO}_3$  ekleyip karıştırınız. Hangisinde çözündü not alınız.

Değerlendirme Soruları:

- S1) Krom(III) ve Krom (VI) oksitlerinin endüstride kullanıldığı yerleri ve işlevlerini anlatınız.
- S2) Krom(VI) oksit ten sodyum dikromat eldesinin reaksiyonlarını yazınız.

## DENEY-2: LABORATUARDA AMONYAK ELDESİ

Amonyum tuzları kuvvetli bazlarla birlikte ısıtılırsa dışarıya amonyak salarlar. Tepkimeden çıkan gazın kuru olması istenirse, gaz nem çekici CaO üzerinden geçirilir.



### Yöntem:

İki boyunlu bir cam balona 2 g amonyum klorür ve 10 ml destile su konur. Cam balonun ağzı dirsekli ince bir boru geçirilmiş bir lastik tıpa ile kapatılır. Cam borunun diğer ucu bir yıkama şişesine lastik bir hortumla bağlanır. Yıkama şişesinin açık ucu bir cam boruyla içerisinde % 5 lik 100 ml borik asit bulunan erlen mayer deki çözeltiye daldırılır. Bu çözeltinin içerisine 4-5 damla bromofenol mavisi indikatörü damlatılır. Cam balonun ağzındaki lastik tıpa çıkarılarak, balondaki amonyum klorür üzerine 10 ml 2M sodyum hidroksit çözeltisi ilave edilir, ağzı hemen kapatılır. Balon alttan hafifçe ısıtılır. Çıkan amonyak gazı borik asit tarafından tutulur. Balondaki çözeltiyi kaynatmayın, sadece yavaşça ısıtılır. Gaz çıkışı bitince işleme son verilir. Borik asit içerisinde tutulan amonyak miktarı 0.1N ayarlı HCl ile renk maviden sarıya dönünceye kadar titre edilir. Daha sonra örnek içerisindeki amonyak yüzdesini hesaplayınız. Ve bu değeri teorik değerlerle karşılaştırınız.



### Denemeler:

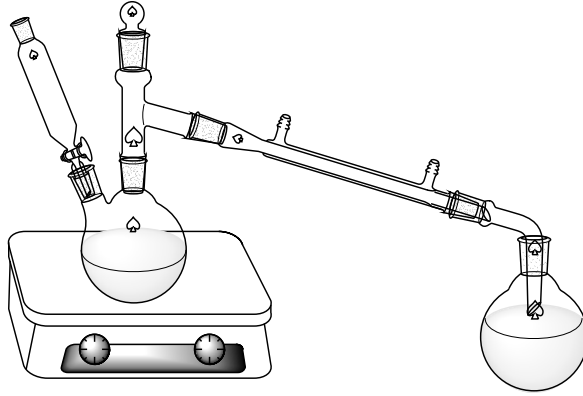
a) Üç deney tüpüne ayrı ayrı; potasyum dikromat, potasyum permanganat ve brom çözeltisi koyunuz. Her bir deney tüpüne 3-5 damla % 25 lik amonyak (NH<sub>4</sub>OH) çözeltisi ekleyiniz ve her üç tüpte de renk değişene kadar hafifçe ısıtınız. Bu üç tüpte de, amonyanın N<sub>2</sub> ye yükseltgendiği reaksiyonları yazınız.

Değerlendirme Soruları:

S1) Orto, piro ve meta asit ne demektir?

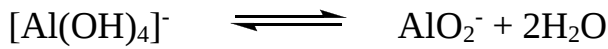
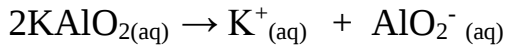
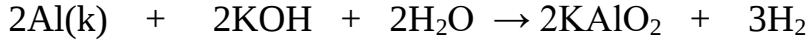
S2) Bu deneyde borik asit neden kullanılmıştır?

S3) Amonyak oluşup oluşmadığını hangi yöntemlerle anlarız?



**DENEY-3:****POTASYUM ALÜMİNYUM SÜLFAT DODEKAHİDRATIN (Potas Şabı) HAZIRLANMASI**

Alüminyum metali üzerine potasyum hidroksit ilave edilirse hidrojen gazı açığa çıkar ve alüminat iyonu  $[Al(OH)_4]^-$ ,  $[Al(OH)_6]^-$  oluşur.



Bu karışımın üzerine, çözelti nötral oluncaya kadar sülfürik asit ve biraz da fazlası eklenirse, hidratize alüminat iyonları oluşur. Eğer bu çözelti buharlaştırılıp ve sonra soğumaya bırakılırsa potasyum alüminyum sülfat dodeka hidrat çöker. ( $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ )

**Yöntem:**

0.4 g Alüminyum şerit 500 ml'lik bir behere alınır. Üzerine 20 mL 0.5 M KOH çözeltisi eklenir. Tepkime başlayıncaya kadar karışım ısıtılır. Sonra bir kenarda herhangi bir değişim olmayıncaya kadar bekletilir. Karışım filtre edilir, çözelti üzerine 20 mL 2N sülfürik asit çözeltisi eklenir ve hafifçe ısıtılır. Eğer, başka bir değişme gözlenmiyorsa çözelti buharlaştırılır. Deriştirilmiş çözelti bir kenarda soğumaya bırakılır. Beherin ağzı bir saat camı ile kapatılır. Bir süre sonra oluşan kristaller filtre edilir. Bir süzgeç kağıdı üzerinde kurutulur. Verim hesabı yapılır.

***NOT: Reaksiyon çeker ocakta yapılmalı, büyük beher kullanılmalıdır.***

Değerlendirme soruları:

S1) Şap nedir? Başka şap çeşitleri var mıdır?

S2) Redoks tepkimeleri; yükseltgen, indirgen, oksidasyon ve redüksiyon nedir? Açıklayınız.

**AMONYUM DEMİR (II) SÜLFAT HEKZAHİDRAT (Mohr tuzu) ÇİFT TUZUNUN ELDESİ****Yöntem;**

0.7 g  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  (2.5 mmol) ve 0.34 g  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (2.5 mmol) iki ayrı behere alınır. 60-70 °C'ye ayarlanmış bir su banyosunda çok az su kullanarak çözülür. Daha sonra iki çözelti porselen kapsülde karıştırılır ve 2.5 mL 2 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  çözeltisi ilave edilir ve çözelti soğumaya bırakılır. Mavimsi-yeşil kristaller süzülerek ayrılır ve yüksek olmayan sıcaklıkta kurutulur ve verim hesabı yapılır. Kristaller mikroskop altında incelenir.

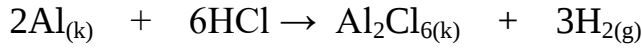
**Değerlendirme soruları:**

- S1. Şap ve Çift tuz neye denir? Aralarındaki fark nedir?
- S2. Bu iki önemli madde hangi alanlarda kullanılır?
- S3. Neden her iki madde de çok sayıda su ihtiva etmektedir? Bu sular hangi tür sudur?

## DENEY-4: ALÜMİNYUM KLORÜR SENTEZİ

### Yöntem:

Büyük bir behere (600 ml lik) 1:4 oranında seyreltilmiş 10 ml HCl asit çözeltisi alınır. 0.54 g Alüminyum tozu tartılır. Bu Al tozu bir spatül ucu ile çok az alınarak HCl çözeltisine **yavaş yavaş ve çeker ocak içerisinde eklenir**. Bir cam baget ile karıştırılarak çözünmesi sağlanır. Tüm alüminyum tozu bitene kadar bu işleme devam edilir. Sonra karışım ısıtılarak buharlaştırılır. Yoğun bir çözelti elde edilince oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. Ürün filtre edilir ve bir etüvde 105 °C de kurutulur. Alüminyum klorür higroskopik bir maddedir. Eğer alüminyum klorür 180 °C de ısıtılırsa süblimleşir. Katı halde dimer bir moleküldür.



**DİKKAT:** Reaksiyon devam ederken  $\text{H}_2$  gazı salınmaktadır. Bu gazın oksijenle belli bir oranda karışımı patlayıcıdır, bu nedenle çeker ocakta çalışılmalıdır. Ateşten uzak tutulmalıdır. Laboratuvar pencereleri açık tutulmalıdır. Bir grup çözme işlemini yaptıktan sonra diğer grup yapmalıdır. Bütün gruplar aynı anda yapmamalıdır.

### Bazı Denemeler:

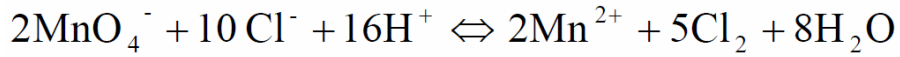
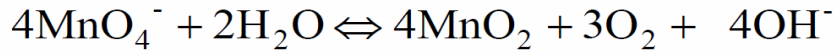
- Üründen bir miktar alıp iki ayrı kuru tüpe koyunuz. Birinin üzerine dikkatlice eter, diğerine kuru karbon tetraklorür ekleyiniz ve gözlemlerinizi not ediniz.
- Üründen bir miktar alıp üzerine yavaş yavaş NaOH ekleyin ve gözlemlerinizi not ediniz.

### Değerlendirme Soruları:

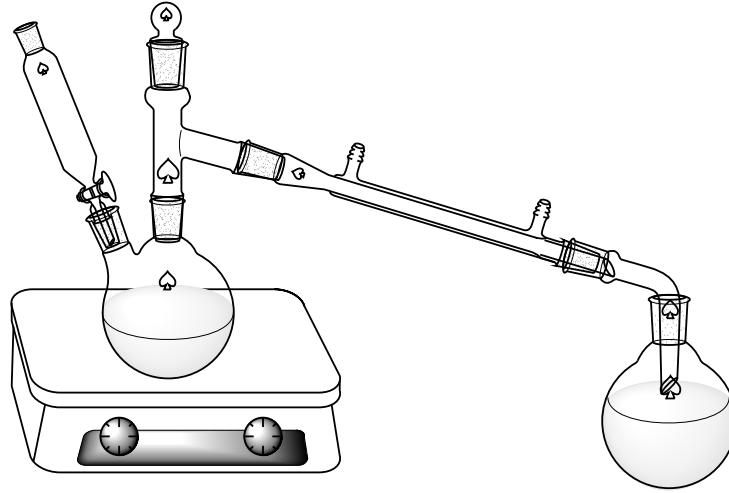
- Sentezlemiş olduğunuz  $\text{AlCl}_3$  neden dimerleşmeyi tercih eder? Dimerin açık formülünü yazınız, oluşan bağ çeşitlerini gösteriniz?
- $\text{AlCl}_3$  organik kimyada Friedel Craft Tepkimesinde katalizör olarak kullanılmasının sebebi nedir? Açıklayınız.
- $\text{AlCl}_3$ ' ün suyla ve NaOH ile olan tepkimesini yazınız. NaOH çözeltisinin aşırısı eklenirse çökme olmamasının nedenini açıklayınız.

### DENEY-5: SODYUM HIPOKLORİT SENTEZİ

2 g sodyum hidroksit (0.05 mol) in 50-100 mL çözeltisinden klor gazı geçirilerek hipoklorit ve klorür iyonları içeren bir çözelti hazırlanabilir.  $\text{Cl}_2$  gazı elde etmek için; 0.01 mol (1,5803 g)  $\text{KMnO}_4$  bir miktar suda çözülür ve üzerine 0.01 mol HCl (4.18 ml, %37 w/w) çözeltisi yavaş yavaş ilave edilir ve hafifçe ısıtılır. Oluşan  $\text{Cl}_2$  gazı NaOH çözeltisinden geçirilir.



Sodyum hipoklorit (aktif klor) güçlü bir yükseltgeme aracıdır, yani yükseltgendir.



Hipoklorit İyonu ile İlgili Deneyler:

a) Seyreltik Asitle Deneme: Bir miktar hipoklorit çözeltisi bir deney tüpüne alınır, üzerine bir miktar asit çözeltisi eklenir. Tepkime sırasında klor gazı açığa çıkar;

- Bu gaz kokusu ve rengiyle tanınabilir.
- Nemlendirilmiş bir turnusol kağıdını beyazlatmasıyla tanınabilir.
- Islak potasyum iyodür-nişasta kağıdına etkisiyle açığa çıkan iyottan kaynaklanan mavi-siyah bir renk dönüşmesiyle tanınabilir.

b) Bir başka deney tüpüne biraz sodyum hipoklorit çözeltisi alınır, üzerine kurşun asetat çözeltisi eklenir ve bu karışım ısıtılır. Kahve renkli kurşun(IV) asetat oluşur.

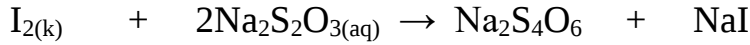
c) Az miktarda sodyum hipoklorit çözeltisine, bir miktar hidrojen peroksitin 1:20 oranında hacimce seyreltilmiş çözeltisini ekleyiniz. Tepkime sırasında gözlemlerinizi kaydediniz.

Değerlendirme Soruları:

- 1) Deneydeki tüm redoks tepkimelerini açık yazıp denkleştiriniz.
- 2) Hipoklorit, klorit, klorat ve perklorat formüllerini yazınız ve bu iyonlarda klorun yükseltgenme basamaklarını belirleyiniz.
- 3) Klor gazı kaynağı olarak neleri kullanabiliriz?
- 4) Sodyum hipoklorit ağartıcı madde olarak bilinir, bu hangi özelliğinden kaynaklanmaktadır?

**BİR SODYUM HIPOKLORİT ÖRNEĞİNDE AKTİF KLOR TAYİNİ**

Hipokloritler, üzerine asit etkisiyle açığa çıkan serbest klor tayinine dayanır. Aktif klor genellikle kullanılan örneğin ağırlık yüzdesi olarak ifade edilir. Analiz edilecek hipoklorit örneği üzerine fazla miktarda potasyum iyodür eklenir, daha sonra çözeltiasetik asitle asitlendirilir. Bu koşullarda açığa çıkan iyot ayarlı sodyumtiyosülfat çözelti ile nişasta indikatörü yanında titre edilir.

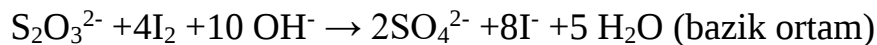


20 ml sodyum hipoklorit çözeltisi 250 ml' ye saf suyla seyreltilir. Bu çözeltiden alınan 25 ml'lik örnek bir erlene alınarak üzerine 10 ml % 10 luk KI ve 2 N  $\text{CH}_3\text{COOH}$  çözeltisi eklenir ve ağzı kapatılarak 5 dk karanlıkta bekletilir. Sonrasında, nişasta indikatörü yanında 0.1 N ayarlı tiyosülfat çözeltisiyle mavi renk gidinceye kadar titre edilir. Tiyosülfatın erlene düştüğü yerde renk açılması görülene kadar titrasyona devam edilir. Renk açıldıktan sonra 2 ml % 1'lik nişasta çözeltisi ilave edilir ve çözeltinin rengi koyu mavi olur. Tiyosülfat çözeltisi ile titrasyona devam edilir. Koyu mavi renk kaybolduğu zaman titrasyon durdurulur ve harcanan sodyum tiyosülfat hacmi kaydedilir. En sonunda bulunan hacimden aktif klorun yüzdesi hesap edilir.

**NOT:** Nişasta çözeltisi, dönüm noktasına yakın eklenmezse nişasta ile iyot kırmızımsı renk oluşturur ki bu, dönüm noktasında kaybolmaz, yanılgıya neden olur. Tepkimenin tamamlanması için 5-10 dk. süre yeterlidir. Titrasyon ortamı pH: 0,3-0,4 civarında olmalıdır.

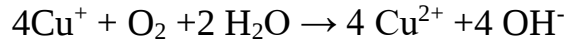
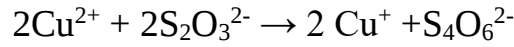
**0.1 N  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  Çözeltisinin Hazırlanması:**

Tiyosülfat ile iyot arasındaki tepkime nötral veya zayıf asitli ortamda olur.



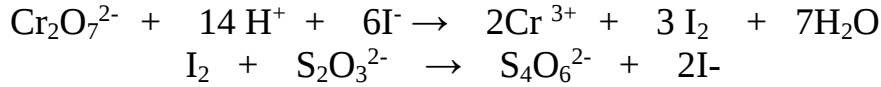
6.203 g  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  bir miktar kaynatılmış saf suda çözülür ve üzerine 0.25 g kadar boraks tuzu ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ) eklenir ve kaynatılmış saf su ile 250 mL ye tamamlanır. Ağzı kapatılır, çözelti karanlıkta 1 gece kadar ayarlanmak üzere saklanır. Tiyosülfat çözeltisi, kararlı bir çözelti değildir, zamanla derişiminde değışiklik olabilir. Örneğin hava oksijeni ile yükseltgenebilir, asidik veya bazik ortamda bozunabilir, ayrıca, mikroorganizmalardan kolaylıkla etkilenir ve ayarı bozulur. Tiyosülfat çözeltisi içerisine koruyucu olarak boraks,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  veya kloroform kullanılırsa yıllarca ayarı bozulmadan kalabilir.

Çözeltiyi hazırlamak için kullanılan suda, özellikle  $\text{Cu}^{2+}$  iyonunun bulunmaması gerekir. Çünkü eser hâlde  $\text{Cu}^{2+}$  iyonu bile  $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$  nin bozunmasına neden olur. Kullanmadan önce mutlaka  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ,  $\text{KBrO}_3$ ,  $\text{KIO}_3$  gibi primer standart çözeltileri ile ayarlanması gerekir.



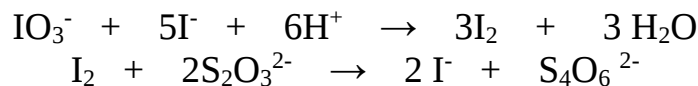
### **$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ Çözeltisinin Ayarlanması**

#### **Dikromat ( $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ) ile ayarlama**



Miktarlar not alınarak, 0,2 gram civarında  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (105 °C'de kurutulmuş) (0.6798 mmol) üç tartım alınır ve 250 ml'lik erlenlere konur. Herbir erlene 50 ml 2 N  $\text{H}_2\text{SO}_4$  eklenerek çözülür. Bu çözeltilere 1.75 g KI (0.01 mol) eklenir ve iyice karıştırılır. Saat camı ile kapatılır ve tepkimenin tamamlanması için karanlık bir yerde 5- 10 dk. beklenir. Çözelti, 250 ml seyreltilir hazırlanan tiyosülfat çözeltisi ile titre edilir. Çözeltinin rengi açık kahverengi olunca 2 ml kadar nişasta çözeltisi eklenir ve koyu mavi renk açık yeşil renge dönünceye kadar titrasyona devam edilir. Üç paralelinde ortalaması alınarak tiyosülfat konsantrasyonu hesaplanır.

#### **İyodat ( $\text{IO}_3^-$ ) ile ayarlama**



0.2 g (0.9346 mmol) civarında  $\text{KIO}_3$  (105 °C'de en az bir saat kurutulmuş) tartılır ve tartımlar not alınır ve herbiri 100 ml suda çözülür. Üzerine 2 g KI (0.012 mol) eklenir ve karıştırılır. Elde edilen çözeltinin üzerine 2 ml 6 M HCl eklenip,

$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  çözeltisi ile titre edilir. Titrasyonun rengi açık sarı oluncaya kadar devam edilir. Üzerine 2 ml nişasta indikatörü eklenir, oluşan mavi renk kayboluncaya kadar titrasyona devam edilir.

### **Nişasta çözeltisinin hazırlanması**

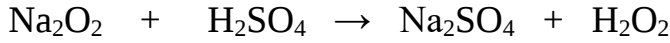
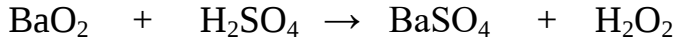
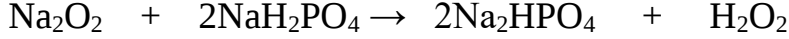
1 g nişasta, 100 ml sıcak saf suda çözülür. Bu çözelti çok çabuk bozulduğu için içerisine çok az miktarda cıva (II) iyodür eklenir. İhtiyaç duyulan miktarlarda ve her deneyde yeniden hazırlanması tavsiye edilir.

### **Değerlendirme Soruları:**

- 1) Tüm yarı tepkimeleri yazarak tepkimelerin hepsini denkleştiriniz.
- 2) Geri titrasyon nedir?
- 3) Nişasta eklenmesiyle, iyotlu çözeltide “mavi renk” oluşmasının sebebi nedir?
- 4) Tiyosülfatın “tesir değeri” nedir?

## DENEY-6: HİDROJEN PEROKSİTİN ELDE EDİLMESİ

Laboratuarda hidrojen peroksit, toprak veya alkali metallerin peroksitlerinin düşük sıcaklıkta asitlendirilmesiyle elde edilebilir. Aşağıda üç muhtemel yol verilmiştir.

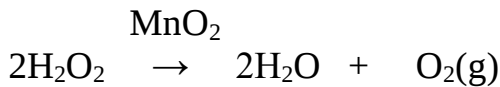


### Yöntem:

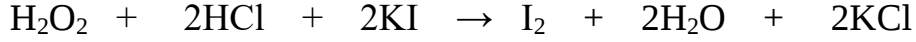
0.4 g NaOH (0.01 mol) 5 ml su ile 100 ml'lik beherde çözülür, içerisine 0.63 ml  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (% 85) eklenir ve iyice karıştırılır. Daha sonra su-buz banyosunda soğutulur. Bu tepkimede  $\text{NaH}_2\text{PO}_4$  oluşur. Bu çözelti üzerine 0.4194 g (0.005 mol)  $\text{Na}_2\text{O}_2$  (% 93) azar azar ve yavaşça ilave edilir, bir cam bagetle iyice karıştırılır. Sodyum peroksit ilavesi bittikten sonra oluşan çökelek bir nuçe hunisiyle filtre edilir, filtrat bir beherde biriktirilir. Bütün sodyum hidrojen fosfatın çökmesi için filtrat daha düşük sıcaklıkta olan ufaltılmış buz üzerine aktarılır.  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$  buz parçalarıyla birlikte çöker. Daha önce yapıldığı gibi filtre edilir. Elde edilen filtrat konsantre bir hidrojen peroksit çözeltisine sahiptir. Bu çözeltiyi aşağıdaki denemeler için kullanınız.

**DİKKAT:** Sodyum peroksit patlayıcı olduğundan, çeker ocak içerisinde ve su-buz banyosunda yavaş yavaş eklenmelidir.

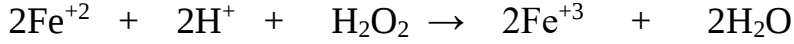
a) 25 mg Mangan (IV) oksit bir spatül ucu ile bir deney tüpüne konur. Elde ettiğiniz hidrojen peroksit çözeltisinden üzerine damlatınız. Gözlemlerinizi not ediniz.( gaz çıkışı, kıvılcık oluşumu gibi...)



b) Bir kaç damla %10 potasyum iyodür çözeltisi bir deney tüpüne konur, üzerine bir kaç damla 2N HCl ve bir kaç damla sentezlenen hidrojen peroksit ilave ediniz. Bu sırada iyot açığa çıkar. Üzerine nişasta çözeltisi eklenirse renk maviye dönüşür. Eğer renk soluk mavi ise az miktarda iyot oluştuğunu gösterir.



c) Çok az miktarda demir (II) sülfat az suda çözülür ve çözelti soğutulur. Üzerine 2N sülfürik asitten iki damla ilave edilir. İçerisine hidrojen peroksit damlatılır. Karışım iyicene çalkalanır. Çözelti iki kısma bölünür, birincisine potasyum hekzasiyano ferrat(II) ve diğerine potasyum tiyosiyanat çözeltisinden bir kaç damla eklenir. Sırasıyla koyu mavi ve kan kırmızısı renk oluşumu gözlenir.



d) 1 ml 0,01N potasyum permanganat bir deney tüpüne alınır. İçerisine biraz hidrojen peroksit damlatılır. Gözlemlerinizi not ediniz.

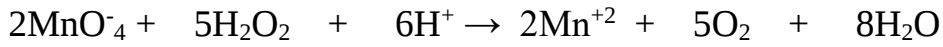
***Not: Hidrojen peroksitli çözeltiyi selülozik filtre kağıdı ile filtre etmeyiniz.***

Değerlendirme Soruları:

- 1) Hidrojen peroksitin yükseltgenme ve indirgenme reaksiyonlarını yazınız.
- 2) Peroksitler hakkında neler biliyorsunuz?
- 3) Yapmış olduğunuz bu deneyde hidrojen peroksitin oluşup oluşmadığını anlamak için yapılan testler nelerdir?
- 4) c'de yapılan denemede renk oluşumundan bahsedilmektedir. Renk oluşumuna neden olan türü belirterek, hangi özelliğinden dolayı renk oluşmuştur? İzah ediniz?

**DENEY-7:****BİR ÖRNEKTEKİ HİDROJEN PEROKSİT KONSANTRASYONUNUN AYARLI POTASYUM PERMANGANAT ÇÖZELTİSİYLE TAYİNİ**

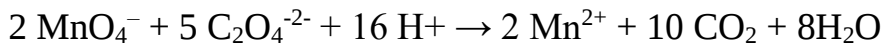
Hacimce % 20 lik hidrojen peroksit çözeltisinden 5 ml alınarak 100 ml lik bir mezüre konur ve su ile 100 ml ye tamamlanır. Bu çözeltiden 5 ml alınarak 100 ml lik bir ölçü kabına konur. 50 ml su ve 4 ml 2N sülfürik asit ilave edilir, sonra iyice karıştırılır. Bu karışım 0.1N potasyum permanganat çözeltisi ile titre edilir. Daha sonra 1 L orijinal hidrojen peroksit çözeltisindeki, hidrojen peroksit ağırlık yüzdesini ve hacim yüzdesini hesaplayınız.



**DİKKAT:** Hidrojen peroksiti cildinizden sakınınız. Bir yerinize değerse bol suyla yıkayınız. Kağıt, dokuma ve derinin yapısını bozar.

**KMnO<sub>4</sub> Çözeltisinin Ayarlanması**

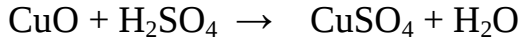
0.1 g H<sub>2</sub>C<sub>2</sub>O<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O (0.7932 mmol civarında, 105 °C de 2 saat kurutulmuş) 250 ml'lik behere eklenir. Beherin içine 50 ml saf su eklenir madde çözülür. 25 ml 6 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> erlenin içine yavaş bir şekilde aktarılır ve 70-80°C ye kadar ısıtılır. Daha sonra KMnO<sub>4</sub> ile titre edilir. (1.58 g (0.01 mol) civarında KMnO<sub>4</sub>, 500 ml saf suda çözülerek hazırlanır.)

**Değerlendirme Soruları:**

- 1) Tüm yarı tepkimeleri yazarak tepkimelerin hepsini denkleştiriniz.
- 2) Permanganat ile yapılan titrasyonlarda indikatör kullanılmamasının sebebi nedir?
- 3) Bu redoks tepkimesinin yükseltgenme / indirgenme yarı tepkimelerini yazınız?
- 4) Bir çözeltiyi ayarlama / standardize etmek ne demektir? Ayrıntılı bir biçimde açıklayınız?

**DENEY-8:****TETRAAMMİN BAKIR (II) SÜLFAT HEKZA HİDRATIN SENTEZİ**  
**[Cu(NH<sub>3</sub>)<sub>4</sub>]SO<sub>4</sub>.6H<sub>2</sub>O****Bakır(II) Sülfat Pentahidrat Eldesi**

1g CuO (0.0126 mol) üzerine 25 ml su ilave edilir. 0,68 ml H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0.0126 mmol, %99) çözeltisi ilave edilir. Hazırlanan bu çözelti yarım saat karıştırılır ve kristallendirmeye bırakılır. Kurutulduktan sonra tartım alınarak verim hesaplanır.

**Yöntem:**

0.3 g bakır(II) sülfat pentahidrat 2 ml kaynar suda çözülür. Çözelti oda sıcaklığına kadar soğutulur. İçerisine amonyak damla damla ilave edilir. Bir taraftan çözelti bir cam bagetle karıştırılır. Koyu bir çökelek meydana gelir. Ortamda oluşan çökelek çözülünceye kadar amonyak çözeltisi ilave edilir. Bu noktaya varılınca 0.5 ml amonyak daha eklenir ve iyice karıştırılır üzerine hemen 6 ml etil alkol damla damla bir pipet yardımıyla eklenir.

Böylece iki farklı tabaka oluşur. Bu karışım bir kenara kristallenmeye bırakılır. Bir gece bekletildikten sonra meydana gelen kristaller bir buchner hunisiyle filtre edilir. Az miktarda alkolle kristaller yıkanır. Süzgeç kağıdı üzerinde kristaller açık havda kurutulur. Verim not edilir.

**Bazı Testler:**

A: Sentezlediğiniz bileşiğin 50 ml 10<sup>-4</sup> M lık bir çözeltisini hazırlayın. Bu çözeltiyi UV görünür bölge spektrumunu almak için kullanın. Aynı değişimde bakır (II) sülfat pentahidratında bir çözeltisini hazırlayıp UV görünür bölge spektrumunu alınız. Her iki örnekteki maksimum absorpsiyon şiddetini ve dalga boylarını mukayese ediniz. Aralarındaki farkın nedenlerini inceleyiniz.

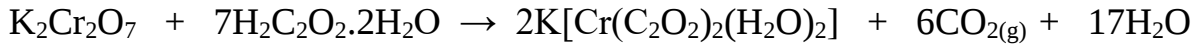
B: Katı bakır (II) sülfat pentahidratın ve tetraammin bakır(II) sülfat hekzahidrat bileşiklerinin magnetik susseptibilitelerini tayin ediniz. Aralarındaki farkı mukayese ediniz.

**Değerlendirme Soruları:**

- 1) Yüksek alan / düşük alan kompleksi, yüksek spin / düşük spin kompleks nedir? Açıklayınız?
- 2) İç orbital / dış orbital kompleks nedir? Örnek vererek açıklayınız?
- 3) Bu kompleksler UV de absorpsiyonu hangi özelliklerinden dolayı yapıyorlar, detaylı olarak açıklayınız?

**DENEY-9:****POTASYUM DİOKSALATO DİAQUA KROMAT(III) KOMPLEKSİNİN CİS- VE TRANS- İZOMERLERİNİN SENTEZİ****Yöntem:****A: Cis- Formunun Sentezi**

Bir kuru havanda iyice toz haline getirilmiş 1.2607 g  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (0.01 mol) ve 0.4260 g  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (0.0014 mol) dikkatlice birbirine karıştırılır. Sonra bu karışım 5 damla su ile nemlendirilmiş bir buharlaştırma kabına alınır. Karışım kabın orta kısmında küme haline getirilir. Kabın ağzına bir saat camı kapatılır. Kap düşük sıcaklıkta bulunan bir düz ısıtıcıda ısıtılır. Çok şiddetli bir tepkime meydana gelir ve karışımın içerisine yayılır. Sonunda bir şurup oluşur. Kap ısıtmaya devam edilir ve içerisine 5 ml etil alkol azar azar eklenir. Eklenen alkol sıcak olmalı ve ürün kristalize olması için bagetle ezilmelidir. Eğer katılaşma olmazsa, sıvı ara sıra dekante edilir ve tekrar 5 ml alkol eklenerek bagetle ezme işlemine devam edilir. Ürün filtre edilir ve kurutulur. Verim hesaplanır ve kayıt edilir. Bu oksalat kompleksinin *cis*-formu güneş ışığında genellikle siyah veya lamba ışığında koyu mordur. Çözeltisi kırmızı-mor renktedir.

**B: trans- Formunun Hazırlanması**

1.2 g oksalik asit az miktarda kaynar suda 250 ml lik bir beherde çözülür. Üzerine çok az sıcak suda çözülmüş 0.4 g potasyum dikromat azar azar ve aralıklarla eklenir. Tepkime sırasında beherin ağzı bir saat camıyla kapatılır ve soğutulur. Çözelti geniş ağızlı bir kristallendirme kabına alın. Ağzına bir saat camı kapatılır ve bir kenarda 48 saat bekletilir. Bu süre zarfında çözeltinin 1/3 ü buharlaşmalıdır ve kristaller altta birikmelidir. Daha sonra filtre edilir. Kristaller birkaç kez soğuk su ile yıkanır ve en sonunda alkolle yıkanır, kurutulur ve ürün miktarı kaydedilir. Bu kompleksin *trans* formu gül rengindedir.

**Bazı Testler:**

- 1) *Cis* ve *Trans* formunun her birinin  $10^{-4}\text{M}$  lık 50 ml çözeltisini, 50 ml lik bir balon jojede hazırlayın. Bu çözeltinin UV görünür bölgede spektrumunu alın ve maksimum absorpsiyon dalga boyunu saptayın. Aralarındaki farkın nedenlerini araştırınız. Sonucunuzu  $\text{CrCl}_3$  veya  $\text{Cr}_2(\text{SO}_4)_3$ 'ün UV görünür alan spektrumuyla karşılaştırın.
- 2) Her iki formun manyetik süsseptilibitesini tayin edin. Bulduğunuz magnetik özelliklerle teorik olanı birbirine uyuyor mu? Açıklayın.

## DENEY-10: TRİS(ETİLENDİAMİN)KROM(III) KLORÜR SENTEZİ

### Deneyin Yapılışı:

50-100 mg granüle çinko (yüzeyde oluşan ZnO temizlenmiş) ve 266 mg (1 mmol)  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  bir behere konarak üzerine 1 ml (15 mmol) etilendiamin ve 1 ml metanol ilave edilir. Beher bir manyetik karıştırıcı üzerine silikon yağ banyosuna yerleştirilir. Elde edilen karışım ısıtılarak bir saat karıştırılır. Çözelti oda sıcaklığına soğutulur. Oluşan sarı renkli katı ürün, süzülerek reaksiyona girmeyen çinko parçaları bir pens yardımı ile uzaklaştırılır. Kristaller % 10'luk etilendiamin-metanol çözeltisi ve az miktar eterle birkaç kez yıkanır. Ürün kurutularak verim hesabı yapılır. Elde edilen ürünün UV-Vis. Spektrumunu alarak  $\Delta_0$  ( $10 D_q$ ) tayini ve manyetik momentini hesaplayınız.

**$\Delta_0$  ( $10 D_q$ )'nun Hesaplanması:** Tris(etilendiamin)krom(III) klorür ve  $\text{CrCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  komplekslerinin ligand alan yarıлма enerjilerini hesaplamak için, her iki kompleksinde  $1 \times 10^{-3}$  M çözeltileri hazırlanır ve UV-Vis spektrum taraması yapılır. Her bir kompleks için alınan spektrumlardan, maksimum dalga boyunda ligand alan yarıлма enerjileri hesaplanır.

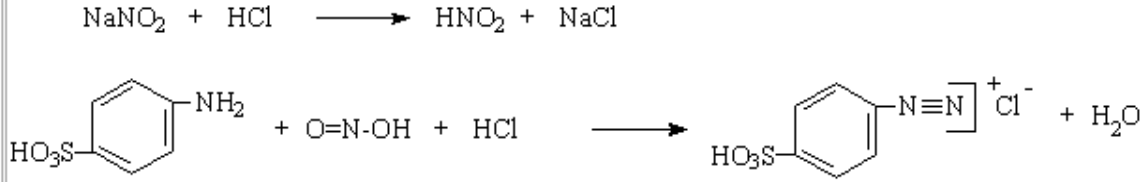
$$\Delta_0 = 10 D_q = h \cdot \nu = h \cdot c / \lambda \quad (h = 6.62 \cdot 10^{-34} \text{ j.s, } c = 3 \cdot 10^8 \text{ m.s}^{-1})$$

### Değerlendirme soruları:

- 1) Kompleksin  $\Lambda$  ve  $\Delta$  izomerlerini çiziniz.
- 2)  $\Delta_0 = 10 D_q$  değerini etkileyen faktörler nelerdir.
- 3) Kompleks oluşumu, ligantın ve kompleksin UV-vis. spektrumları incelenerek nasıl anlaşılır.

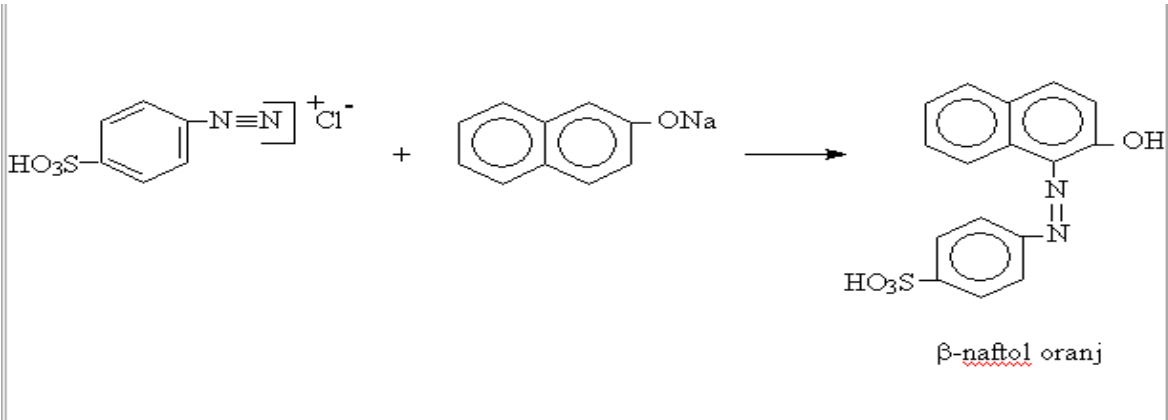
**DENEY-11:****B-NAFTOL ORANJ (AZO-BOYAR) SENTEZİ VE ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ****Yöntem;**

25 ml lik bir beherde 10 ml su içinde 0.5 g sülfanilik asit (0.00289 mol) çözülüp, üzerine 0.2 g susuz Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> (0.00189 mol) ilave edilir ve iyice karıştırılır. Daha sonra bu karışımın üzerine 15 g buz ilave edilip 0 °C ye soğutulur. Başka bir beher içinde 1.5 ml su içinde 0.2 g NaNO<sub>2</sub> (0.00289 mol) (biraz fazlası eklenmeli) çözülerek soğuk karışıma ilave edilir. 3 ml 1 M HCl çözeltisinden, ilk behere yavaş yavaş ilave edilerek diazolama tepkimesi gerçekleştirilir.



50 ml bir beherde 2 ml % 10 luk NaOH çözeltisine 0.4167 g (0.0025 mol) β-naftol ilave edilerek karıştırılır. Hazırlanan bu çözelti, soğutulduktan sonra 0 °C deki diazolanmış çözeltiye karıştırılarak eklenir

**Not:** Ekleme yapılmadan önce diazolanmış çözeltiye birkaç ml etil asetat ilave edilirse bazik çözeltinin eklenmesi sırasında meydana gelebilecek köpürme engellenir.



Karışım 10 dakika karıştırılarak tepkimenin iyice tamamlanması sağlanır. Daha sonra karışım ısıtılarak çökeleğin tamamen çözünmesi sağlanır. Karışıma 1 g NaCl katılıp ısıtılır. Bir saat oda sıcaklığında bekletilip buz banyosunda soğutulur. Çökelek süzülüp, 10 ml kaynar suda çözülür. Çözelti sıcaklığı 75 °C ye düşünce, hacminin iki katı etil alkol ilave edilip soğutularak kristaller ince gözenekli süzme hunisiyle (gooch krozesi) filtre edilir. Bileşik 2 ml etil alkol ile yıkanarak kurulur. Elde edilen boyarmadde bir dihidrat bileşiğidir. Bu madde keten kumaşların boyanmasında oldukça iyidir.

Değerlendirme Soruları:

- 1) Diazo bileşikleri neden renklidir?
- 2) Diazolama neden 0 °C de yapılır?
- 3) Diazolama reaksiyonunun mekanizması nedir?

**DENEY-12 :  
BİDENTATE (2 DİŞLİ) LİGANT SENTEZİ****Yöntem ;**

2 mmol anilin veya benzilamin alınır ve 100 ml'lik bir balon içerisinde 15 ml etanol ilave edilerek çözülür. Üzerine 2 mmol salisaldehitin 15 ml etanoldeki çözeltisi eklenir ve manyetik karıştırıcıda, geri soğutucu altında karıştırılarak ısıtılır. Sarı renkli çökelek (Schiff Bazı) oluşuktan sonra filtre edilir ve çökelek birkaç defa etil alkol ile yıkanır ve etüvde 90-100 °C de kurutulur, tartılır ve verim hesabı yapılır.

**Metal Komplekslerinin Sentezi:**

Yaklaşık 0.1 g Schiff bazı (ligant) tartılır ve 10-20 ml etanolde ısıtılarak çözülür. Üzerine 1:1 mol oranında olacak şekilde yaklaşık 10 ml etanolde çözülmüş metal tuzu ( $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{CoCl}_2$ ...) eklenir. Karışım 60-70 °C ye kadar ısıtılır ve ara ara karıştırılır. Isıtma durdurulur ve karışım 15-20 dk kendi halinde bırakılır daha sonra filtre edilir ve birkaç defa saf su ile yıkanır. Oluşan çökelek etüvde kurutulur, tartılır ve verim hesabı yapılır.

**Değerlendirme Soruları:**

- 1) Schiff bazı nedir, genel olarak nasıl elde edilirler?
- 2) Schiff bazı ve metal komplekslerinin oluşup oluşmadığını hangi yöntemler ile anlarsınız? Nasıl? İzah ediniz.
- 4) Schiff bazlarının uygulama alanlarından 4 tanesi hakkında bilgi veriniz?
- 5) Sentezlemiş olduğunuz metal kompleksleri Şelat mıdır? Tartışınız? Yapılarını çiziniz.

**TETRADENTATE (4 DİŞLİ) LİGANT SENTEZİ****Yöntem ;**

2 mmol etilendiamin alınır ve 15 ml etanolde çözülür. Üzerine 4 mmol salisaldehit eklenir ve karıştırılarak hafif ısıtılır. Sarı renkli çökelek (Schiff Bazı) oluşuktan sonra filtre edilir ve 1-2 defa etil alkol ile yıkanır ve etüvde 90-100 °C de kurutulur, tartılır ve verim hesabı yapılır.

**Metal Kompleksi Eldesi:**

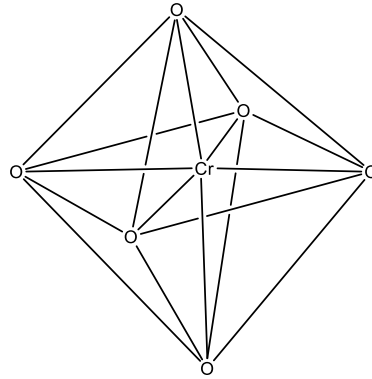
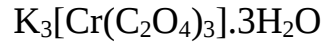
Yaklaşık 0.1 g Schiff bazı (ligant) tartılır ve 10-20 ml etanolde ısıtılarak çözülür. Üzerine 1:1 mol oranında olacak şekilde yaklaşık 10 ml etanolde çözülmüş metal tuzu ( $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ ,  $\text{NiCl}_2$ ,  $\text{CoCl}_2$ ...) eklenir. Karışım 60-70 °C ye kadar ısıtılır ve ara ara karıştırılır. Isıtma durdurulur ve karışım 15-20 dk kendi halinde bırakılır daha sonra filtre edilir ve birkaç defa saf sı ile yıkanır. Oluşan çökelek etüvde kurutulur ve tartılır. Verim hesabı yapılır.

**Değerlendirme Soruları:**

- 1) Oluşan ligandın yapısını çiziniz,
- 2) Kompleksleri nasıl karakterize edersiniz?
- 3) Şelat nedir?

**DENEY 13****POTASYUM TRİOKSALATO KROMAT(III) TRİHİDRATIN SENTEZİ****Yöntem:**

3 g (0.023 mol)  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 70 °C sıcaklığında bulunan 20 ml su içerisinde çözülür. Üzerine 1.3716 g toz haline getirilmiş potasyum dikromat (0.0046 mol) ilave edilir. Tepkime yavaşlayıp durulunca çözelti kaynatılır ve üzerine 2.54 g (0.0138 mol)  $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$  ilave edilir. Bu maddenin çözünmesi sağlandıktan sonra karışım oda sıcaklığında soğumaya bırakılır. İçerisine 3-4 ml etil alkol ilave edilir ve karışım bir buz banyosunda soğutmaya devam edilir. Koyu renkli çözeltiden mavi yeşil kristaller ayrılır. Az miktar etil alkol daha ilave edilir. Kristaller bir buchner hunisi ile süzülür. Katı ürün % 50 v/v oranında seyreltilmiş etil alkol ile yıkanır. Ürün çok az bir sıcak suda çözülür ve yeniden kristallendirilir. Kristaller süzülür ve kurutulup ürün verimi hesaplanır.

**Değerlendirme Soruları:**

- S1. Okzalat kaç dişli bir liganttır?
- S2. Bu yapıdaki krom neden altı koordine kovalent bağ yapmıştır? Açıklayınız?
- S3. Bu kompleks yapının geometrik yapısı nedir? İzah ediniz?