

Süzme İşlemleri:

Çökeleği, sıvı fazdan ayırma işlemine **süzme** denir. Süzme ile çökelek nicel olarak, çözeltiden ayrılır. Süzme işlemi, çökeleğin yapışma ve süzme sonrası uygulanacak işlemlere bağlı olarak farklı süzme gereçleriyle yapılır. Süzme işleminde kullanılan gereçler:

1. Süzgeç kağıdı
2. Saf asbestin sıkıştırılmasıyla yapılmış Gooch krozesi
3. Sinterlenmiş cam veya porselenden yapılmış gözenekli krozeler

Süzgeç Kağıtları

Nicel süzgeç kağıtlarının kül içeriği çok düşüktür. Nicel süzgeç kağıdı, yandığı zaman analiz sonucunu değiştirmeyecek kadar kül veren süzgeç kağıdıdır. Değişik amaçlar için çeşitli gözeneklerde süzgeç kağıtları bulunabilir. Kullanılacak süzgeç kağıdı küçük tanecikleri geçirmemeli ve hızlı süzmeye imkan vermelidir. Genelde üç çeşit süzgeç kağıdı kullanılır. Bunlar çeşitli firmalar tarafından üretilir.

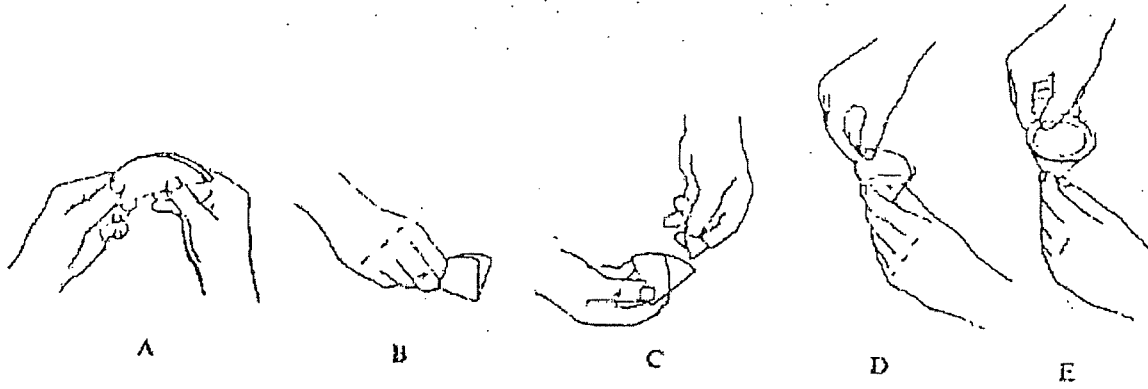
Tablo 1 Süzgeç Kağıdı Tipleri

Şerit Rengi	Whatman No	Schleicler ve Schüel No	Gözenek
Siyah Band	41	589 Siyah	İri
Beyaz Band	40	549 Beyaz	Orta
Mavi Band	42	589 Mavi veya Kırmızı	Küçük

Süzgeç Kağıdı ile Süzme işlemi:

Süzgeç kağıdı ile süzme, nicel huni yardımıyla yapılır. Nicel huniye süzgeç kağıdının uygun şekilde katlanıp yerleştirilmesi, süzme hızına etki eden önemli bir etkendir. Süzgeç kağıtları çeşitli çaplarda daire şeklindedir. Süzgeç kağıdının katlanması ve nicel huniye yerleştirilmesi Şekil 1.'de gösterilmiştir. Süzgeç kağıdı önce tam ortasından ikiye katlanır. Sonra dikine ikiye katlanırken, üst üste gelmesi gereken uçların birbirlerinden yaklaşık 2,5–3 mm (veya 3–4 °'lik açı) uzaklıkta kalmalarına dikkat edilir. Yani katlardan birinin boyu hafifçe kısa tutulur. Kısa katın ucundan küçük bir parça yırtılır. Bu şekilde kağıdın yırtılması, huni çeperine kağıdın iyice yapışmasını sağlar. Huni ve kağıt arasından hava kabarcığı çıkması önlenir. Dörde katlanmış süzgeç kağıdının uzun olan tarafından tek kat açılarak, süzgeç kağıdı koni şekline getirilir. Bu şekilde hazırlanan süzgeç kağıdı huniye yerleştirilir ve damıtık su ile ıslatılır. Böylece kağıdın huni çeperlerine iyice yapışması sağlanır. Hızlı bir

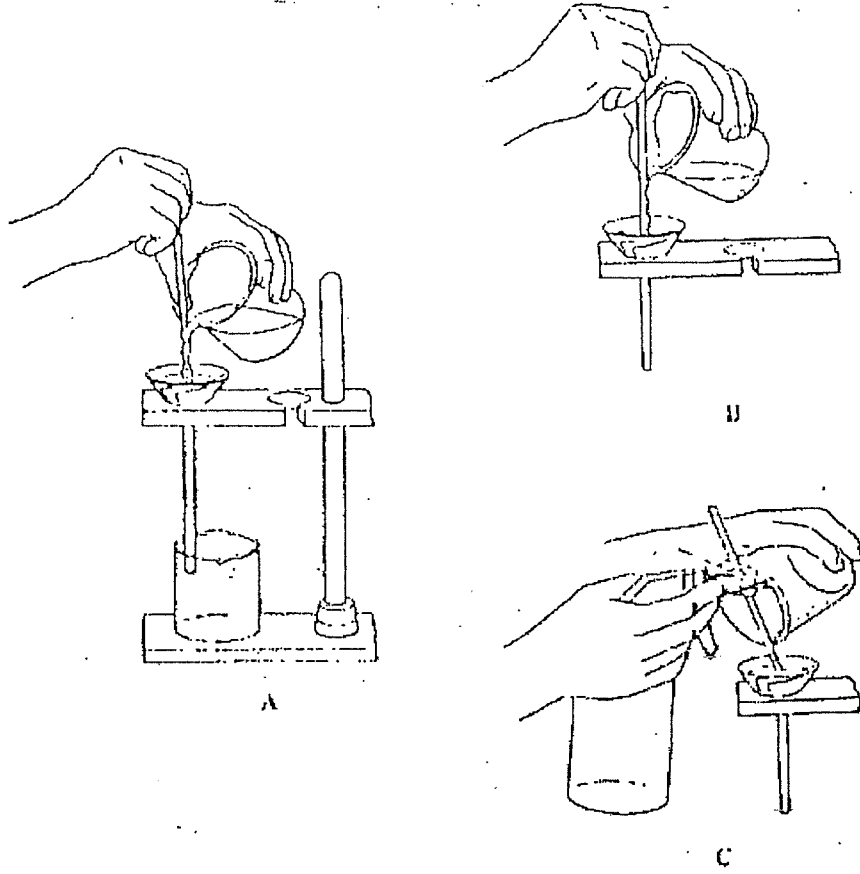
süzme sağlamak için huninin alt kısmının su ile dolu olmasına dikkat edilmelidir. Bu işlemden sonra, hemen süzme işlemine geçilmelidir.



Şekil 1. Süzgeç Kağıdının Hazırlanması ve Huniye Yerleştirilmesi; A ve B; Katlama, C; Köşenin Yırtılması, D ve E; Huniye Yerleştirme

Çökelek içeren çözeltinin, hunideki süzgeç kağıdına aktarılmasına, çökelek üzerindeki sıvı kısmın bir baget yardımıyla huniye dikkatlice boşaltılması ile başlanır (Şekil 2). Bu işleme **dekantasyon** denir. Dekantasyon sırasında çözeltinin bulanmamasına özen gösterilmelidir. Çökelek üzerindeki sıvı kısım çok az tanecik içereceğinden, bu kısmın süzülmesi hızlı olur. Dekantasyon işleminin sonlarına doğru, huniye az da olsa çökelek gelir ve çökelek tanecikleri süzgeç kağıdının gözenekleri kapatacağından süzme hızı azalır. Dekantasyon tamamlandıktan sonra, beherde kalan çökeleğin huniye aktarılması işlemine geçilir. Bunun için çökelek üzerine yıkama suyu (her çökeleğe özgü) ilave edilir ve çökeleğin tekrar dibe çökmesi sağlanır. Üstteki sıvı dekante edilirken, çökeleğin huniye alınması şekil 2'de görüldüğü gibi bir pisetle çökelek üzerine yıkama suyu ilave edilerek gerçekleştirilir. Bu işlemler boyunca akıntıyı huniye doğru yönlendirmek için, baget kullanılır. Beherde çökelek tanecikleri kalmayınca kadar, behere yıkama suyu ile yıkanır.

Çökeleklerin huniye aktarılması boyunca huni içine aktarılan sıvı, süzgeç kağıdının gösterdiği hacmin dörtte üçünü aşmamalıdır. Beher duvarlarına yapışan tanecikler bazen yıkama suyu ile doğrudan çıkarılamaz. Böyle durumlarda, ucuna plastik boru geçirilmiş bagetler kullanılır. Bu tür bagetler, kullanılmadan önce plastik kısımdan ıslatılmalıdır. Plastik uçlu bagetle, çepere yapışmış tanecikler çıkarılır. Şayet çökelek yakılarak tartılacak ise, bu işlem küçük bir süzgeç kağıdı parçası ile gerçekleştirilir. Kağıt parçası çökelek üzerine konur.



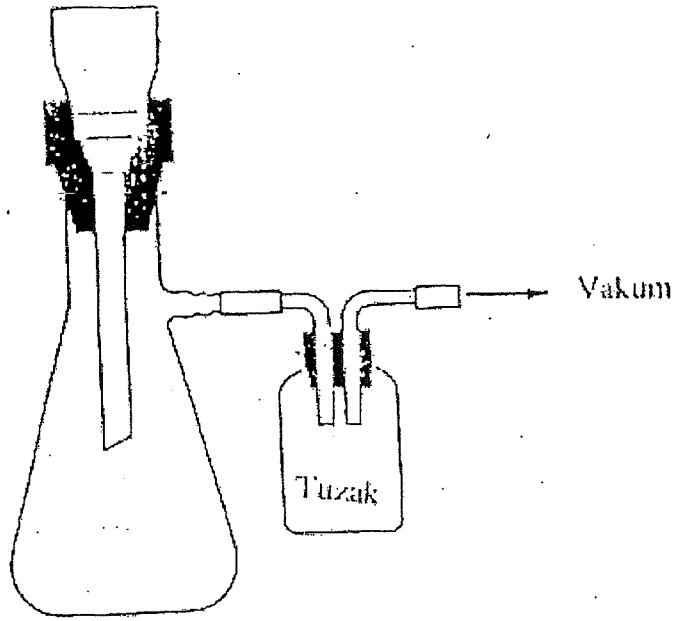
Şekil 2. Çökeleğin Süzgeç Kağıdına Aktarılması;
A; Dekantasyon, B; Yıkama, C; Çökeleğin Aktarılması

Süzgeç kağıdındaki süzölmüş çökelek, 5-6 kez 3-5 ml yıkama suyu ile yıkanmalıdır. Bu şekilde kısım kısım yıkama, daha büyük hacimdeki yıkama suyu ile yıkamadan daha etkilidir. Yıkamada birinci kısım tamamen boşaltıldıktan sonra ikinci kısım yıkama suyu ilave edilir. Yıkamanın tamamlanıp tamamlanmadığına, test yapılarak karar verilir. Bunun için yıkama sonrası, huninin altından son birkaç damla küçük bir saat camına veya temiz bir yüzeye alınır. Bunun üzerine uygun bir çöktürücü reaktif ilave edilir. Çökelek oluşuyorsa, yıkamaya devam edilir. Çökelek oluşmuyorsa, yıkama tamamlanmış demektir. Yıkama, çökelek yüzeyinde adsorblanan veya çökelek ile birlikte çökmesi istenmeyen maddelerin uzaklaştırılması için yapılır.

Gooch Krozesi ile Süzme:

İnce kristalli veya gümüş klorür gibi topaklaşmış çökelekler süzgeç kağıtlarında çok yavaş süzölür. Bu tür çökelekler süzme krozeleri ile süzölmelidir. Süzme krozeleri, çeşitli

alkali ve asidik çözeltilerin süzülmesi için gereklidir. Çünkü süzgeç kağıtları bu ortamdan etkilenerek parçalanır. Süzme krozeleri gravimetrik analizde doğrudan kurutularak tartımı yapılan çökeleklerin süzülmesinde kullanılır. Bu tip krozelerde gözenekli kısım değişik materyallerden yapılmıştır. Süzme krozelerden en önemlisi gooch krozeleridir. Gooch krozesinde süzme, vakum yardımıyla yapılarak süzme işlemi hızlandırılır. Vakum su trompu veya vakum pompasıyla sağlanır. Gooch krozeleri gözenekleri yönünden, ince (F), orta (M) ve kaba (C) veya sayılarla numaralandırılarak sınıflandırılır. Numara arttıkça gözenek çapı küçülür.



Şekil 3. Gooch Krozesi ile Süzme İşlemi

Gooch krozeleri ve diğer süzme krozeleri 500 °C'nin üzerinde ısıtılmamalıdır. Genellikle Gooch krozeleri en fazla 200 °C'ye kadar ısıtılır. Krozelerle süzme işleminde, çökeleğin aktarılması ve yıkanması, süzgeç kağıtlarında olduğu gibi gerçekleştirilir. Ancak vakum, çözelti krozeye aktarılmadan uygulanmaya başlanır. Süzme işlemine başlamadan önce krozelerin hazırlanması da önemli bir basamaktır. Krozeler, cam malzemeleri temizlemede kullanılan işlem basamaklarını içeren yöntemler uygulanarak temizlenir. Gözenekler ters vakum uygulanması ile de temizlenebilir. Temizlenmiş, kroze sabit tartıma getirildikten sonra kullanılır. Sabit tartıma getirilmiş kroze desikatör içerisinde saklanmalıdır.

Çökeleklerin Saflığı ve Saflaştırma Yöntemleri:

Olgunlaştırma:

Olgunlaştırma süzmeyi kolaylaştıran bir basamaktır. Olgunlaştırma işlemi ile daha saf çökelek elde edilir. Reaktif ilavesiyle çökelmenin tamamlanma süresi yaklaşık 1-4 saattir. Bu süre bir geceye kadar uzatılabilir. Çökelek bu süre içerisinde kendi haline bırakılır. Bu işleme **olgunlaştırma** denir. Çökeltme sırasında iri taneli kristaller yanında çok küçük kristaller de meydana gelir. Küçük kristaller daha kolaylıkla süzüntüye geçer. Olgunlaştırma suresince iri kristallerin yüzeyinde, bu küçük kristaller toplanarak daha iri taneli kristaller elde edilir.

Çökeleklerin Yıkama:

Birçok iyon, diğer iyonların varlığında çöktürülür. Çökelekler, adsorbsiyon ve birlikte çökme sebebiyle safsızlıklar içerir. Çökelekten bu safsızlıkların uzaklaştırılması, doğru analiz sonuçları elde etmek için gereklidir. Çökeleklerin yıkama için kullanılan çözeltilere **yıkama suyu** denir. İdeal yıkama suyu aşağıdaki özelliklere sahip olmalıdır;

1. Çökelek için çözücü etkisi göstermemelidir. Ancak safsızlıkları için iyi bir çözücü olmalıdır.
2. Çökeleğin kurutulduğu sıcaklıkta kolaylıkla uçurulabilmelidir.
3. Çökeleği peptileştirme özelliği taşımamalıdır. Ayrıca çökelekteki iyonları hidroliz etmemelidir.
4. Çökeleği uçucu hale getirmemelidir.
5. Süzüntüde yapılacak diğer analizler için bozucu etki göstermemelidir.

Çökeleğin Çözünürlüğünü Azaltan Çözeltiler:

Bu yıkama suları çökelek ile ortak iyon içeren çözeltilerdir. Örneğin kalsiyum oksalat çökeleği için, yıkama suyu olarak amonyum oksalat, $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$, kullanılır. Çökeleğin çözünürlüğü ortak iyon etkisi ile azaltılır. Çözünürlük, ortak iyon içeren çözeltiye organik çözücü ilavesiyle de azaltılabilir. Örneğin PbSO_4 çökeleği, seyreltik H_2SO_4 veya alkol ile H_2SO_4 karışımı kullanılarak (1:1) ile yıkanabilir. İnorganik çökeleklerden organik safsızlıkları uzaklaştırmak için organik çözücüler kullanılır. Organik çözücüler, inorganik çökeleklerin çözünürlüğünü azaltır.

Çökeleklerin Kolloidleşmesini Önleyen Çözeltiler:

Bazı çökelekler kolloidleşme eğilimindedir. Bazı topaklaşmış çökelekler de peptitleşme eğilimindedir. Bu eğilim sebebiyle, bu tip çökelekler yıkanırken süzgeç kağıdından süzüntüye geçerler. Sonuçta negatif hatalı sonuçlar elde edilir. Bu oluşumları önlemek için uygun elektrolit içeren çözeltiler, yıkama suyu olarak kullanılmalıdır. Örneğin peptitleşme eğilimi olan AgCl çökeleği seyreltik HNO_3 (% 1) ile yıkanır.

Çökeleğin Hidrolizini Önleyen Çözeltiler:

Zayıf asit veya bazların, tuzlarına ait iyonlar hidroliz olma eğilimi gösterir. Çökelek zayıf asidin tuzu ise hidroliz sonucu çökelek hafif bazik hale geçer. Örneğin amonyum fosfat çökeleği, hidroliz sonucu HPO_4^{2-} ve OH^- ürünlerini verme eğilimindedir. Bu durumda yıkama suyu, hidroliz dengesini engelleyecek özellikle olmalıdır. Bu sebeple, çökelek seyreltik amonyak çözeltisi ile yıkanmalıdır.

MADDE İÇİNDE SUYUN BULUNUŞU

Analitik kimyada bazı özel istisnalar dışında bütün işlemler (çözelti hazırlanması, çöktürme ortamının hazırlanması ve çökeleklerin yıkanması gibi) su ile yürütülür. Bu nedenden dolayı işlemlerin yapılması esnasında ortamda bol miktarda su bulunur. Ayrıca bazı numunelerin analizlerinde, alınış koşullarına bağlı olarak içinde bir miktar su bulunabilir. Kısacası analiz için verilen numune cinsine göre az veya çok su bulundurur. Numune içindeki su bazen büyük hatalara sebep olabilir. Bu hatayı ortadan kaldırmak, numune içerisindeki suyu uzaklaştırmakla giderilebilir. Fakat bazı maddelerin yapısındaki suyu tamamen uzaklaştırmak mümkün değildir. Bu durumda madde içindeki suyun tayin edilmesi gerekir.

Su, madde içinde kimyasal ve fiziksel bağlarla tutulur. Bu bağların kuvvetliliğine göre suyun uzaklaştırılması kolay veya zordur. Bağ mekanizması ne olursa olsun, madde içinde su şu şekillerde bulunur;

- ✓ Hapsedilmiş su
- ✓ Çözülmüş su
- ✓ Adsorbe edilmiş su
- ✓ Kimyasal yapı suyu
- ✓ Kristal suyu

Hapsedilmiş su: Katının yarıklarında veya içinde bulunur. Maddenin içinde heterojen olarak dağılırlar. 100°C de ısıtma ile uzaklaştırılmazlar. Yüksek ısıda uzaklaşırlar.