

AYIRMA YÖNTEMLERİ

Prof.Dr. Armağan Önal

AYIRMA YÖNTEMLERİ

Bir maddenin yanında bulundurduğu kirliliklerden uzaklaştırılarak saflaştırılması veya bir karışımdan maddelerin her birinin saf halde elde edilmesi için başvurulan yöntemler genel olarak **ayırma yöntemleri** diye adlandırılır

Maddelerin saf halde elde edilmeleri çeşitli durumlar için önemli olabilir:

- 1) Bir maddenin miktarının tayin edilmesi istendiğinde bu maddenin yanında bu analiz işlemine zarar verecek ve hatalı sonuç alınmasına neden olacak bir başka madde bulunması halinde bu ikinci maddenin uzaklaştırılması gerekir.

2) Bir maddenin elde edilmesi sırasında son veya ara ürünlerin saf halde elde edilmesi istendiğinde yanında bulunabilecek kirliliklerden ayrılması gerekir.

3) Bir doğal kaynaktan bir madde elde edilmesi istendiğinde bu kaynakta bulunan diğer birçok maddeden bu maddenin izole edilmesi gerekir.

AYIRMA YÖNTEMLERİ

(Fazlara göre)

- **İKİ FAZLI AYIRMA YÖNTEMLERİ**
- **A.1.Kimyasal bir reaksiyonla ikinci bir faz oluşturma**
- **A.1.1. Aşamalı çöktürme**
- **A.1.2.Oksidasyon/redüksiyondan sonra çöktürme**
- **A.1.3.Kompleks oluşturduktan sonra çöktürme**
- **A.1.4. Organik çöktürücülerden yararlanma**

AYIRMA YÖNTEMLERİ

(Fazlara göre)

A. İki fazlı ayırmalar

A.1.Kimyasal bir reaksiyonla ikinci bir faz oluşturarak:

A.1.1. Aşamalı çöktürme

A.1.2.Yükseltgenme yada indirgenme işleminden sonra çöktürme

A.1.3. Kompleks oluşturduktan sonra çöktürme

A.1.4. Organik çöktürücülerden yararlanma

A.1.5. Elektrolizle ayırma

A.2. Isıtarak ya da soğutarak yeni bir faz oluşturarak ayırma:

A.2.1. Kristalizasyon

A.2.2. Distilasyon

A.2.3. Süblimasyon

A.3. Yardımcı bir faz kullanarak ayırma:

A.3.1. Ekstraksiyon

A.3.2. Kromatografi

A.3.3. Elektroforez

B. Tek fazlı ayırma yöntemleri:

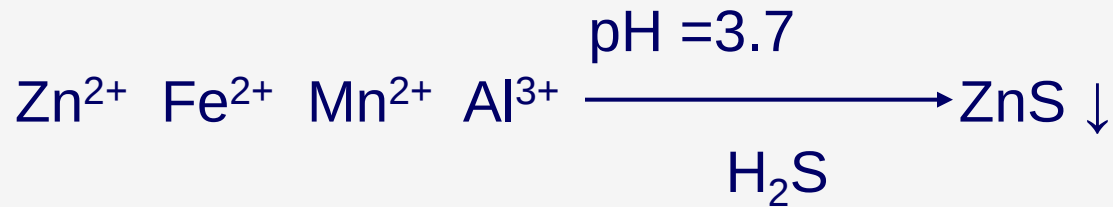
B.1. Diyaliz

B.2. Ultrasantrifüj

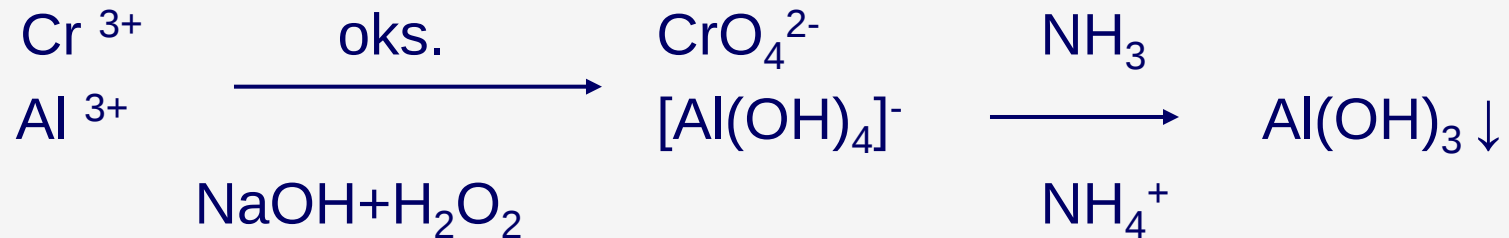
A. İKİ FAZLI AYIRMA YÖNTEMLERİ

A.1.Kimyasal bir reaksiyonla ikinci bir faz oluşturma:

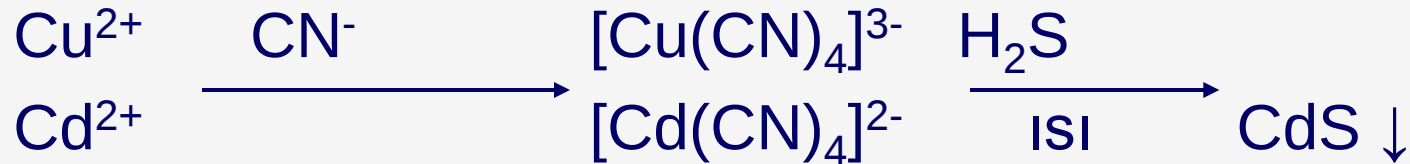
A.1.1. Aşamalı çöktürme:



A.1.2.Oksidasyon/redüksiyondan sonra çöktürme:

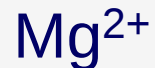


A.1.3.Kompleks oluşturduktan sonra çöktürme:



Maskeleme:

Bazı iyonları suda çözünen kompleksleri haline dönüştürdükten sonra, aynı koşullarda kompleks yapmayan iyonlardan ayırmak için kullanılan belirteçlere **maskeleme maddesi**, bu olaya **maskeleme** denir.



A.1.4. Organik çöktürücülerden yararlanma:

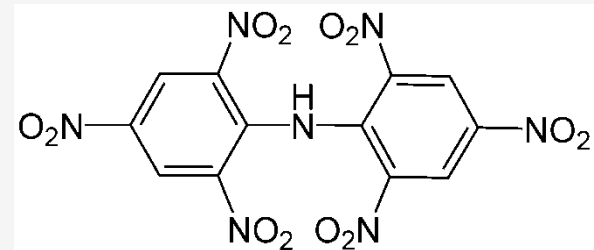
a) Polar bileşik (tuz) oluşturanlar :

Bu tip organik çöktürücüler, asidik veya bazik bir fonksiyonel gruba sahiptir.

Katyonlar için :

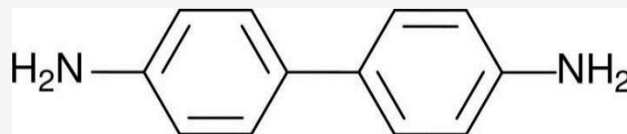
Sodyum tetrafenilbor: $\text{Na}[(\text{C}_6\text{H}_5)_4\text{B}]$

p-dipikrilamin



Anyonlar için :

Benzidin



Tetrafenil arsonyum klorür : $[(\text{C}_6\text{H}_5)_4] \text{AsCl}$

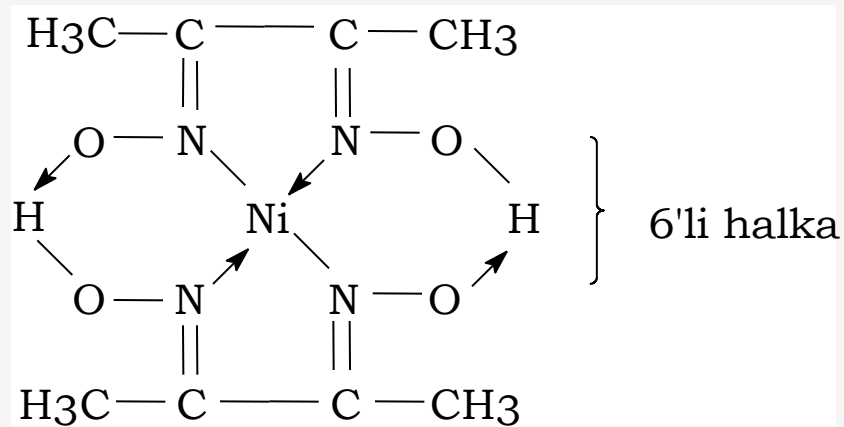
b) Kelat kompleksi oluşturanlar:

Bu maddeler, hem **-COOH**, **-SO₃H**, **-SH** gibi asidik gruplar, hem de moleküllerinin (5 li ya da 6 lı halka oluşumuna) uygun bir yerinde; **-NH₂**, **=N-**, **O**, **S** gibi bazik etkili ve ortaklanmamış elektron çifti taşıyan bir atom (ya da ödevli grup) içerirler.

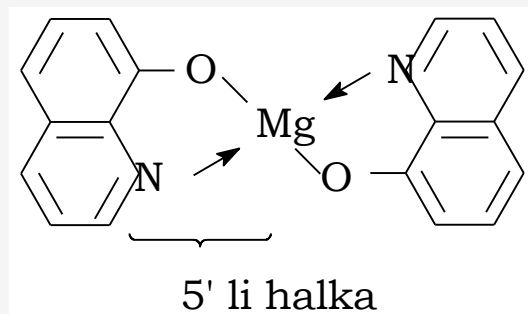
Metal iyonu molekülün asit grubundaki protonun yerine geçer, ayrıca metal ile bazik grubun ortaklanmamış elektron çifti arasında, **koordine kovalent bağ** oluşur. Sonuçta metal atomunun da dahil olduğu 5 li ya da 6 lı bir halka meydana gelir. Meydana gelen komplekse **kelat kompleksi** denir.

Örnekler:

*Nikel-dimetilglioksim kompleksi:



*Magnezyum-8-hidroksikinolin kompleksi:



A.2. Isıtarak ya da soğutarak yeni bir faz oluşturma yöntemleri:

A.2.1. Kristalizasyon:

Bu işlem katı bileşiklerin, belli çözücülerdeki çözünürlüklerinin farklı olması esasına dayanır. Ayırma ve saflaştırma işlemidir.

Belirli bir sıcaklıkta doygunluk sınırının üzerinde olan madde fazlasının çözeltiden katı durumda ayrılmasına **kristallenme** denir.

Çözünürlüğü sıcaklıkla artan bir maddenin sıcakta doymuş çözeltisi soğumaya bırakılırsa soğukta doygunluk sınırı aşılr.

Bu sıcaklıkta doygunluk sınırına varana kadar çözünmüş halde bulunan maddenin bir kısmı katı halde çözeltiden ayrılır.

Bir çözeltinin doymuş olup olmadığının anlaşılması için içine çözünen maddenin kristali atılır

*kristal çözünürse; doymamış

*çözünmeden kalırsa; doymuş,

*aniden kristallenme gözlenirse; aşırı doymuş

Kristalizasyon işleminin basamakları şu şekildedir.

1. Saf olmayan maddenin uygun çözücüde kaynama noktası veya kaynama noktasına yakın bir sıcaklıkta çözülmesi.
2. Sıcak çözeltinin çözünmemiş madde veya tozlardan süzülerek ayrılması.
3. Sıcak çözeltinin soğumaya bırakılıp, çözünmüş maddenin kristalizasyonunun sağlanması.
4. Kristallerin çözücü fazından süzülerek alınması ve kurutulması.

Kristallendirme çözücüsünde aranan özellikler:

- 1.**Maddeyi, yüksek sıcaklıkta çok, laboratuvar sıcaklığında az çözmelidir.
- 2.**Safsızlıkları ya çok az ya da çok fazla çözmelidir.
- 3.**Maddenin iyi oluşan kristallerini vermelidir.
- 4.**Madde kristallerinden kolayca ayrılabilmelidir.
- 5.**Madde ile kimyasal reaksiyon vermemelidir.

En fazla tercih edilen çözücüler;

Çözücü	K.N.
Damıtık su	100
Dietileter	35
Aseton	56
Kloroform	61
Metanol (% 99)	64.7
Karbontetraklorür	77
Etilasetat	78
Metanol (Teknik, % 95)	77.8
Etanol	78

A.2.2. Distilasyon:

Isıtıldığında uçucu hale gelen yani buharlaşan maddeler bu özelliği olmayan maddelerden distilasyon yöntemi ile ayrılır.

Distilasyon organik bileşiklerin özellikle sıvıların ayrılma ve saflaştırılmalarında en çok kullanılan ayırma yöntemidir.

Distilasyon işleminde saflaştırılacak sıvı uygun bir düzeneğin içerisinde ısıtılarak buharlaştırılır, daha sonra buhar fazı soğutularak yoğunlaştırılır ve ayrı bir kap içerisinde toplanır.

Kısaca, distilasyon sıvıların kaynatılması sonucu oluşan buharların, yoğunlaştırılıp yeniden sıvı haline dönüştürülmesi ile yapılan ayırma ve saflaştırma işlemidir.

Başlıca dört çeşit distilasyon yöntemi vardır.

a) Basit distilasyon

b) Fraksiyonlu (ayrımsal) distilasyon

c) Su buharı distilasyonu

d) Vakum (düşürülmüş basınç) distilasyonu

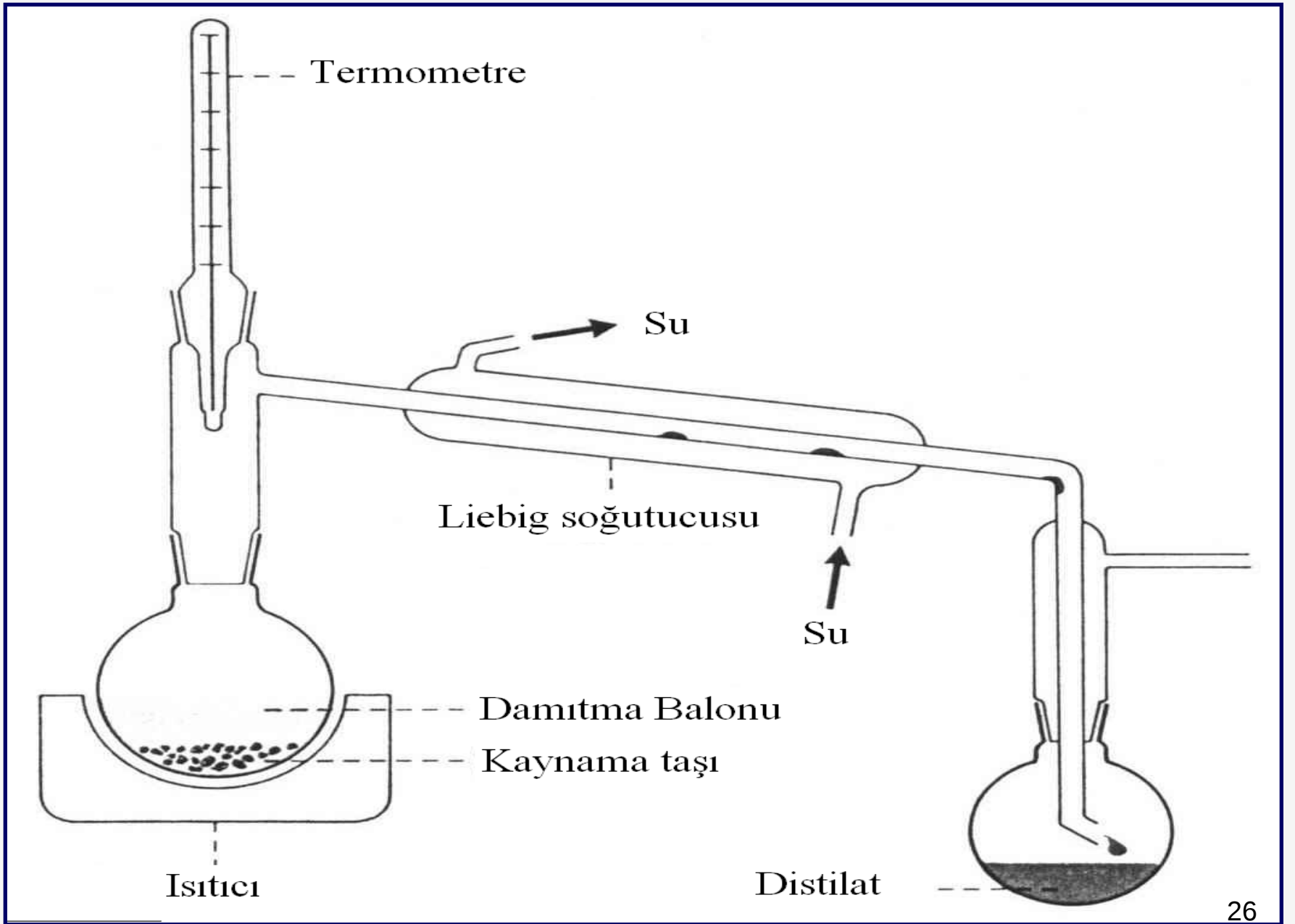
a) Basit distilasyon:

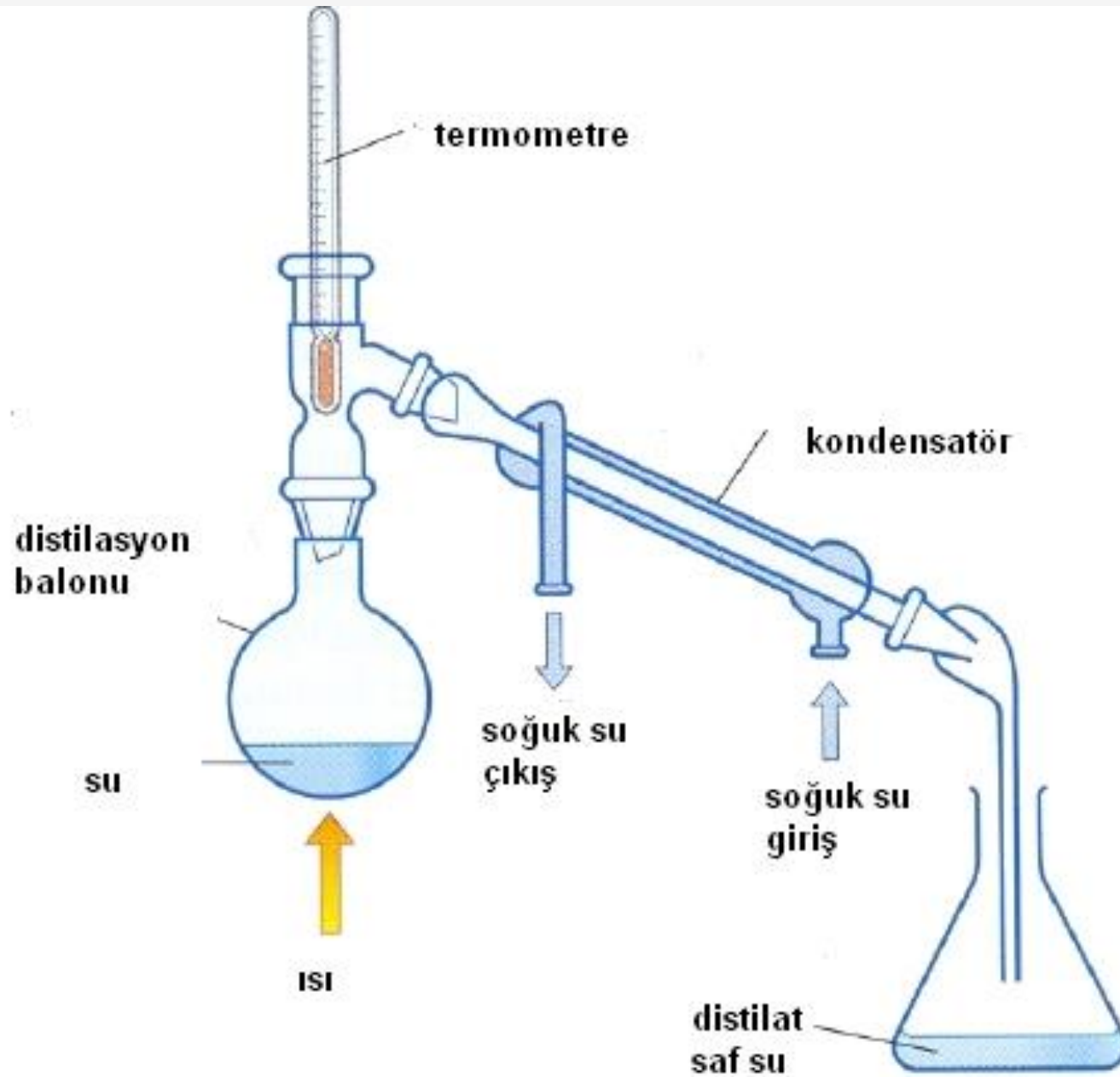
Eğer saflaştırılacak sıvının yanındaki madde uçucu olmayan bir özellikte ise başlangıçta sıvının bulunduğu kapta kalacaktır. Bu durumda basit distilasyon yöntemi ile saflaştırma yapılabilir.

Uçucu bileşenleri uçucu olmayanlardan ya da kaynama noktaları birbirine yakın olmayan uçucu madde karışımlarının ayrılması için kullanılan basit distilasyon sistemidir.

Distilasyon sistemi kullanılarak yapılır. Kaynama noktası $>140-150\text{ }^{\circ}\text{C}$ olan sıvılarda soğutucu olarak düz bir boru kullanılır.

Liebig soğutucusu, içinden su geçirilen bir cam tüp ile çevrili cam borudur. Çözücü buharları içteki borudan geçerken soğuk çeper ile karşılaşınca yoğunlaşarak sıvı hale gelirler.





b) Fraksiyonlu distilasyon:

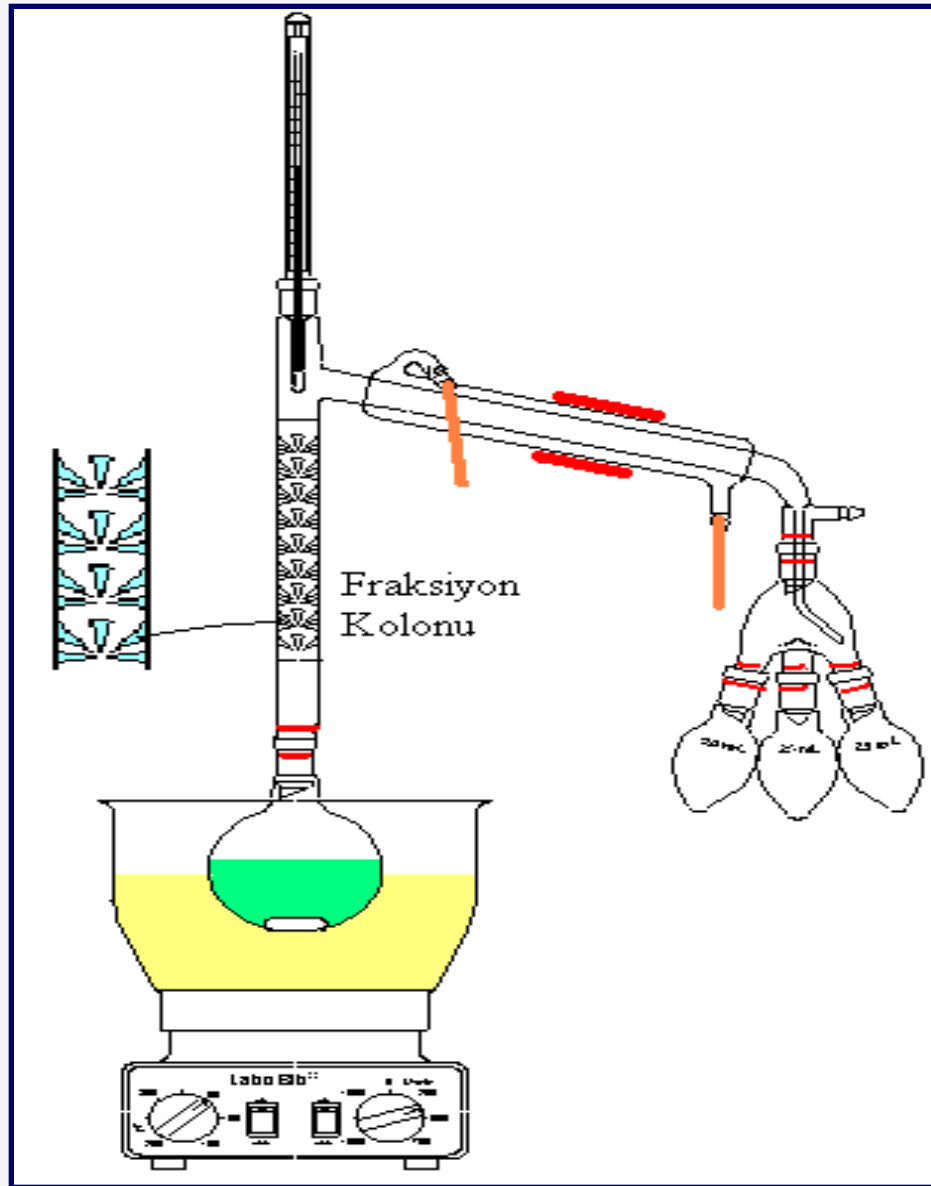
Kaynama noktaları birbirine yakın iki ya da daha fazla maddeyi ayırmak için kullanılan distilasyon sistemidir.

Karışımların distilasyon ile ayrılmalarında kullanılır. Balon ile soğutucu arasına bir fraksiyonlandırma başlığı takılarak yapılır. Belirli ısılarda distile olan kısımlar ayrı ayrı kaplarda toplanır.

Basit distilasyondan farklı olarak ısıtılan karışımdan oluşan buhar doğrudan doğruya soğutucuya gelmez. Arada yükselme borusu denilen bir ön soğutma sütunundan geçerler (buharın yolu uzatılır). Bu sütundan geçerken buharın bir kısmı yoğunlaşır. Yoğunlaşan buhar karışımdaki sıvılardan kaynama derecesi daha yüksek olanıdır.

İki çözücü karışımının örneğin; kloroform ve alkol karışımının distile edildiğini farzedelim.

Bu iki sıvı birbiri ile karışır, ısıtıldıklarında her ikisi de buharlaşarak yükselme sütununa gelirler, bu kısmın ısısı daha düşük olduğundan kaynama derecesi daha düşük olan CHCl_3 'un tamamı distillendikten sonra artık buhar geçişi yavaşlar ve durur. Bu sırada ısıtıcının sıcaklığı artırılır ve daha yüksek kaynama dereceli diğer sıvı olan alkol buharlaşarak yükselme borusundan üç yollu bağlantıya kadar gelir ve distillenir bu arada toplama kabı değiştirilir ve termometre gözlenir. Alkol distillenirken sıcaklık 78°C ye yükselmiştir. Bu distilat ikinci bir toplama kabına alınarak iki sıvı birbirlerinden bu şekilde ayrılmış olur.

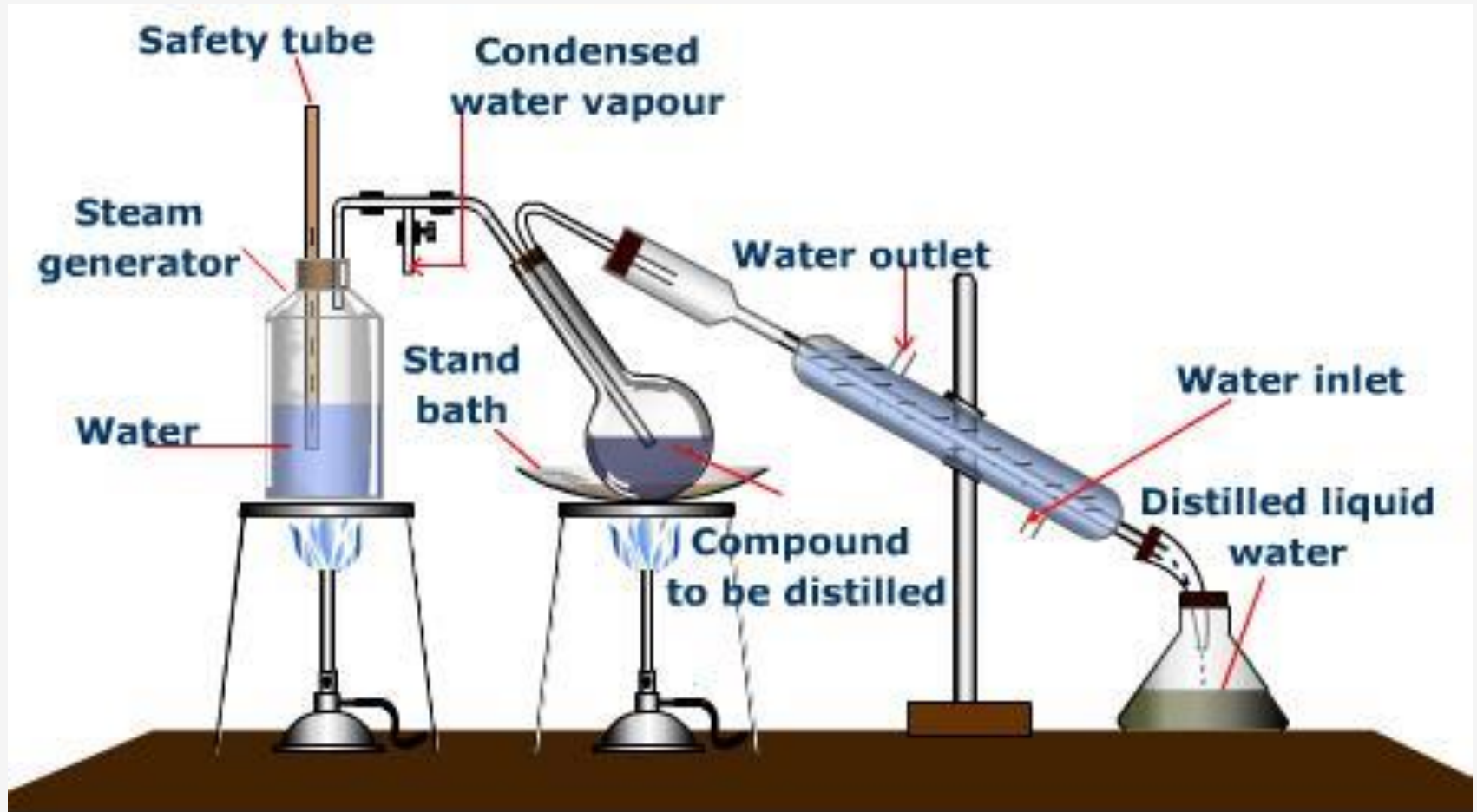


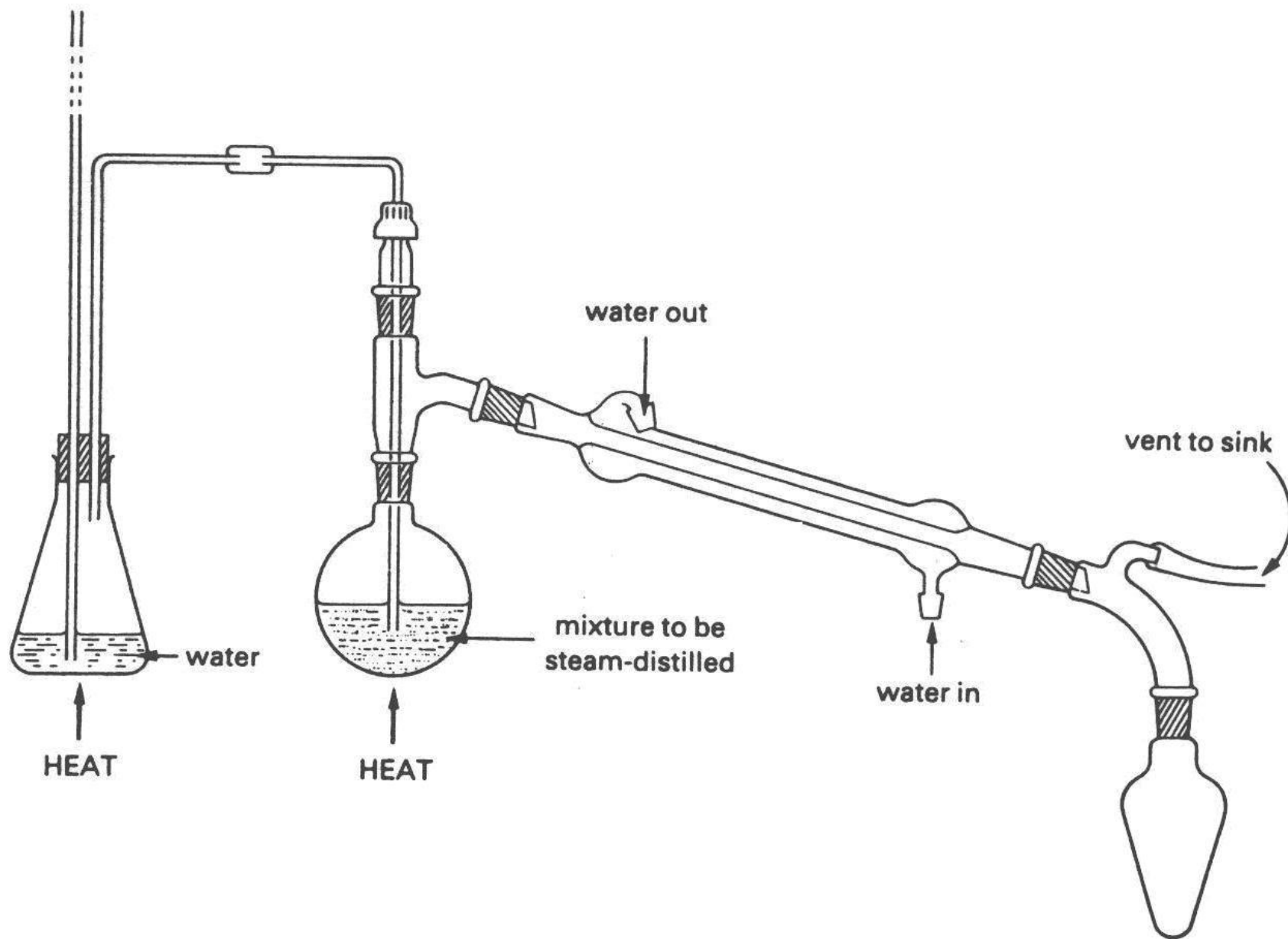
- Fraksiyonlu distilasyon kurulum ve yapılışı etanol/su karışımı

c) Su buharı distilasyonu:

Su ile karışmayan ve uçucu olan organik sıvıların saflaştırılmasında kullanılır.

Bu yöntem özellikle ısıya karşı hassas ve kaynama derecesi yüksek olan ve su ile karışmayan maddelerin saflaştırılmasında kullanılmaktadır.





Azeotropik karışım

Buhar ve sıvı halleri ayrı bileşimde olan ve belli bir buhar basıncına ulaşıldığında tek bir madde gibi hareket eden karışımlara **azeotropik karışım** denir.

Droglardan su miktar tayini, suyun toluen ya da benzenle azeotropik karışım oluşturması esasına dayanır.

d) Vakum distilasyonu:

Isı ile bozunan ve kaynama noktası yüksek olan maddelerin distilasyonunda kullanılır. Sıvılarda basınç azaldığında buharlaşma için gereken ısı da azaldığından bu distilasyon yönteminde düşük basınç kullanılır ($1 - 10^{-6}$ Torr).

Bir sıvıya atmosfer basıncından düşük basınç uygulanırsa daha düşük bir sıcaklıkta kaynama gerçekleşeceğinden distilasyon sırasında maddelerin ısı etkisi ile (oksidasyon vs.) bozulmaları önlenmiş olur.

Basit distilasyon düzeneğinden farklı olarak sisteme toplama kabının üst kısmından vakum uygulanarak kapalı sistemin basıncı atmosfer basıncının altına düşürülür.

Vakum sağlamak üzere su trompu veya yağ vakum pompası kullanılır ve araya bir emniyet şişesi konur. Emniyet şişesi 3 ağızlı bir kaptır. Bir ucu vakum pompası veya su trompuna bir ucu manometreye (basınç ölçmek için) gider bir ucundan ise bir musluk ile havaya açılır. Yanındaki bir bağlantı ile distilasyon sistemine bağlıdır. Tüm lastik bağlantılar kalın etli özel vakum lastiği ile yapılır.



A.2.3. Süblimasyon:

Maddenin katı fazdan sıvı hale gelmeden gaz fazına geçişidir. Katı halinin buhar basıncı oldukça yüksek olan maddelere uygulanır.



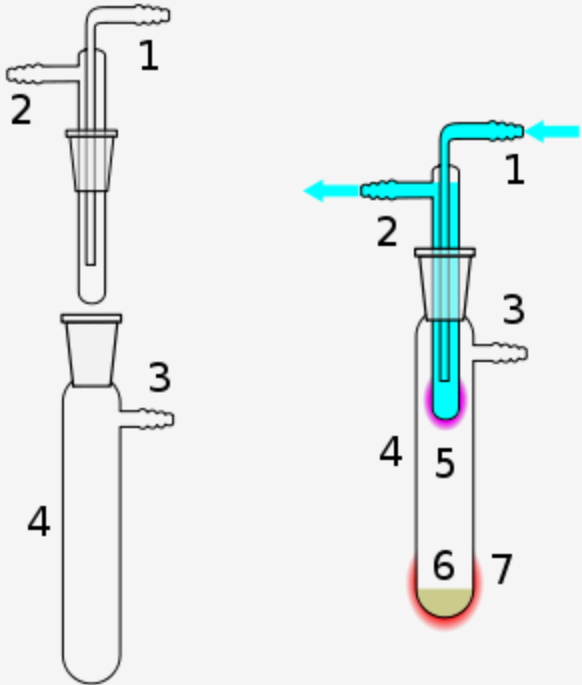
Bu işleme **süblimleştirme**, ayrılan maddeye ise **süblime** denir.

Bu maddelerin buharı soğutulduğunda yine sıvı hale geçmeden katılaşır. İşte bir karışımdan bu özelliğe sahip olan bir madde süblimasyon işlemi ile bu özelliğe sahip olmayan diğer maddelerden kolaylıkla ayrılabilir.

Uygun bir düzenek içerisinde katı karışım ısıtılır, karışımın üstüne bir soğuk yüzey tutulduğunda süblime olan madde burada yeniden katı hale geçer ve karışımdan saf halde ayrılmış olur.

A) Normal Basıncıta Süblimleştirme: Laboratuvarda en basit süblimleştirme işlemi maddeyi bir saat camına koyup üzerine başka bir saat camı kapattıktan sonra hafifçe ısıtılarak yapılır.

B) Vakumda Süblimleştirme: Yüksek sıcaklıkta süblimleşen maddeler vakumda süblimleştirilir.



*1,2- su soğutması

*3- vakum

*4- süblimasyon tüpü

*5- süblimleşmiş madde

*6- saf olmayan katı örnek

*7- ısıtma

Süblimasyon yöntemi ile ayırma anorganik ve organik maddelerin analizlerinde kullanılır.

Örnek:

FeCl_3 süblime olur. Diğer metal klorürlerden ayrılır.

Hg_2Cl_2 süblime olur. AgCl 'den ayrılır.

Kinonlar, antrasen, naftalin, kafur vb. süblimasyon ile saflaştırılır.

Kuru buz süblimleşme özelliğine sahiptir.

Kuru buz dondurulmuş karbondioksittir. Karbondioksit elementi normal şartlarda gaz halinde bulunur.

Karbondioksitin katı halidir. Katı halden faz atlayarak direkt olarak gaz haline geçer. Bu yüzden eridiğinde hiçbir tortu geride kalmaz

Kuru Buz ılık veya sıcak suya konulursa, havanın ortamında sis etkisi meydana gelir. Bunun nedeni, katı-gaz faz geçişi dediğimiz süblimleşmedir.

Süblimleşen Kuru Buz ortamdaki ısıyı ve Oksijeni emer ve hava içerisinde bulunan su moleküllerini soğutur bunun sonucu olarak da ortamda ağır hareket eden bir sis bulutu görülür.



*Uygulamada, madde ısı ile önce eriyip sonra kaynayabilir. Fakat soğurken doğrudan gaz fazından katı faza geçer.

*Çözünürlük koşullarından dolayı, katı maddelerin bir çözücü ile tekrar kristallendirilerek saflaştırılması mümkün değilse, süblimleştirme tercih edilmelidir.

*Yöntem; kafur, benzoik asit, naftalin, antrasen ve kinonların saflaştırılmasında kullanılır.

Sublimasyon ile çeşitli ürünler istenilen motiflerle ve renklerle basılır.

Sublimasyon boyaları, mürekkep içerisinde mikroskobik boyutlarda katı halde bulunur. Bu boyalar mürekkep püskürtmeli bir yazıcı ile özel bir transfer baskı kağıdı üzerine aktarılır. Bu kağıt, baskı yapılmak istenilen yüzey üzerine konulup transfer baskı makinesi ile ısı altında preslendiğinde kağıt üzerindeki boya gaz formuna geçer.

Sublimasyon ile özel yüzey kaplamalı ürünlere;yaka kartı, ödül plaket,mouse pad,metal etiketler,kupa(mug),bardak altlığı, anahtarlık, yönlendirme tabelaları, fayans gibi ürünler, polyester kumaştan üretilen ürünler ve benzeri bir çok ürüne kalıcı baskı yapmak mümkün olup baskı yapılabilen ürünler yelpazesi her geçen gün artmaktadır.





A.3.YARDIMCI BİR FAZ KULLANARAK AYIRMA:

A.3.1. Ekstraksiyon:

Katı ve sıvı karışımlardan bir ya da birkaç maddeyi, bunları çözen bir çözücü yardımıyla ayırma işlemine **ekstraksiyon**, bu şekilde elde edilen kısma da **ekstre** denir. Aynı zamanda bir saflaştırma işlemidir.

Karışım katı veya sıvı ise

Ekstraksiyon çözücüsü;

su

su ile karışabilen bir çözücü

su ile karışmayan bir çözücü olabilir.

Çözücü seçimi, ekstre edilecek maddeye ve eldeki cihaz imkanlarına göre olur.

İdeal ekstraksiyon metodu:

- 1. Hızlı**
- 2. Basit**
- 3. Ucuz yapılmalı**
- 4. Madde bozunmaksızın ve kayıp olmaksızın kantitatif olarak ekstre edilmeli**
- 5. Ekstraksiyon işleminden sonra herhangi bir ara işleme (yoğunlaştırma, fraksiyonlandırma gibi) gerek olmadan hemen analiz yapılabilirmeli**

Ekstraksiyon; katı bir karışımdan
sıvı haldeki karışımdan yapılabilir.

Katı karışımdan ekstraksiyon:

- 1.Macerasyon
- 2.Perkolasyon
- 3.Devamlı ekstraksiyon ile yapılır.

Katı maddelerin ekstraksiyonu:

Maserasyon:

Katı madde toz haline getirilir. Belli bir miktar çözücü ile oda ısısında arada sırada karıştırılarak

belli bir süre (12-24 saat) bekletilir ve süzülür.

Süzüntü (maserat) distillenirse geriye ekstre edilen madde (ekstre) kalır.



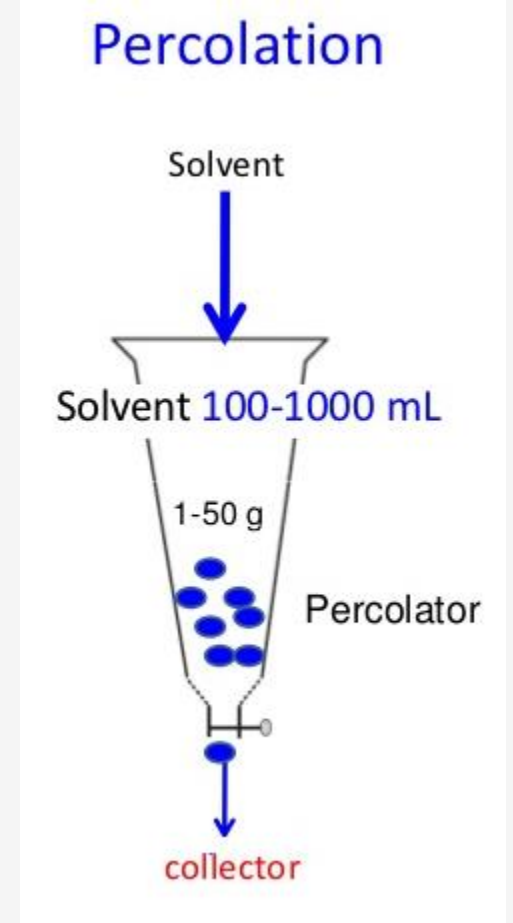
Digestion : 30- 50 °C de yapılır.

İnfüzyon : Drog + kaynar su → Su banyosunda ısıtılıp soğutulur ve süzülür.

Dekoksiyon : Drog + soğuk su → 90-100 °C ye ısıtılır soğutulur ve süzülür.

Perkolasyon :

Drog çözücüyle ıslatılır ve perkolatöre doldurulur, belli aralıklarla (genellikle 24 saat) çözücüsü alınıp yeni çözücü eklenir. İşleme drogda etken madde kalmayıncaya kadar devam edilir.
Sakıncası fazla çözücü harcanmasıdır.



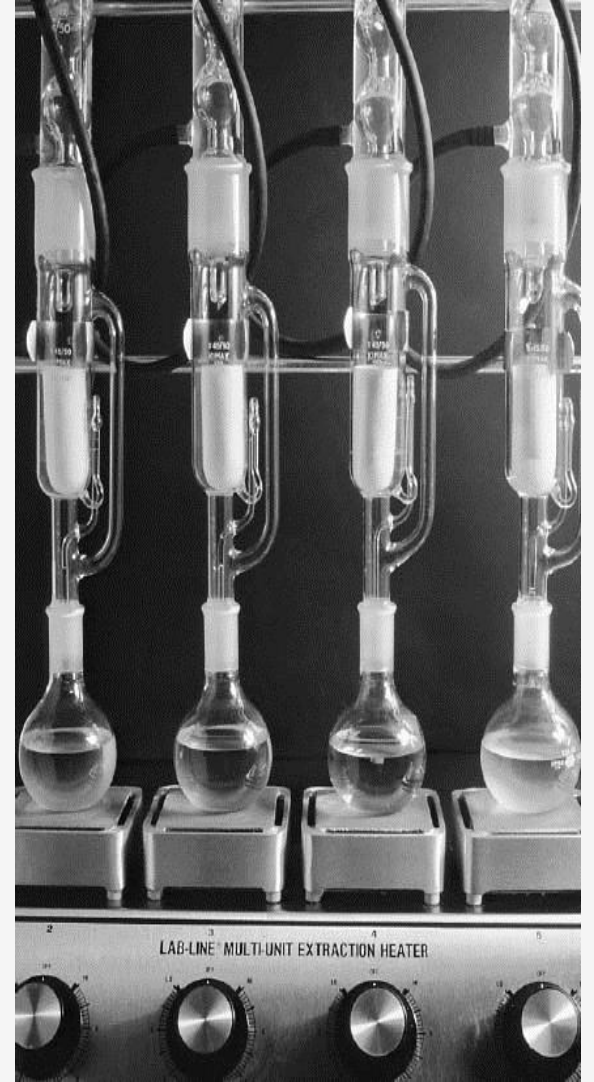


Sürekli ekstraksiyon :

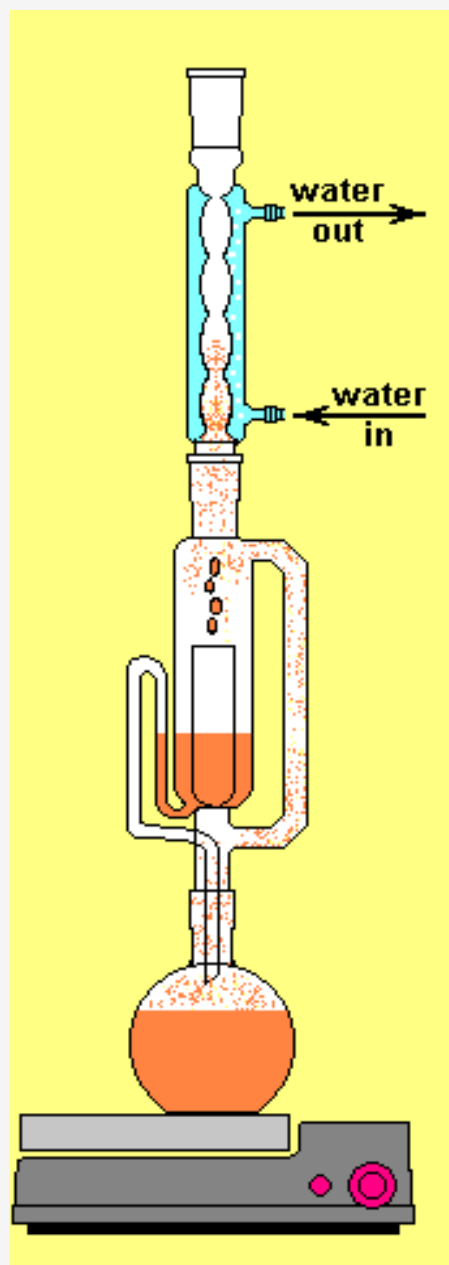
Soxhlet apareyi ile yapılır.

Çok az çözücü ile, ısı uygulanarak istenilen madde karışımdan çekilir.

Sakıncası çözücünün kaynama noktasında bozunan maddelere uygulanamamasıdır.



Katı karışım özel süzgeç kağıdında hazırlanmış çözücüye dayanıklı poröz kartuş içerisine konur. Çözücü balona konur, kaynatılır. Kondanse olan çözücü damlaları kartuştaki katı karışıma damlar. Kartuşun bulunduğu bölüm tamamen çözücü ile dolunca otomatik olarak sifon yaparak balona dolar (maddeli bir şekilde). İşlem çok kez tekrarlanır. Aynı çözücü ile devam edilir. Ekstraksiyon tamamlanınca maddeyi içeren çözücü buharlaştırılır veya distile edilerek ekstre edilir. Ekstre balonda ısıtıldığı için sıcakta bozunmayan maddeler ile çalışılır. Çeşitli örneklerdeki standart yağ analizlerinde soxhlet cihazı kullanılır. İşlem düşük sıcaklıkta ince bir atmosferde de yapılabilir.



Sıvılardan ekstraksiyon:

Sıvı haldeki bir karışımdan bir maddenin, bu maddenin içinde bulunduğu çözücü ile karışmayan ve bu maddeyi çözen bir başka çözücü ile çalkalanarak ilgili maddenin ikinci çözücüye kısmen veya tamamen geçirilmesi işlemine **sıvı karışımdan ekstraksiyon** denir.

Madde her iki çözücüde de çözülür yani dağılmış haldedir.

Tek bir maddenin su ve su ile karışmayan bir org. çözücü arasında dağıldığını farz edelim. Sıvı-sıvı ekstraksiyon işleminde **Nernst'in dağılma yasasına** göre bir maddenin birbiri ile karışmayan iki sıvı arasında dağılması sırasında sabit bir sıcaklıkta ve denge durumunda her iki fazdaki konsantrasyonlarının oranı sabittir. Bu orana **dağılma katsayısı (Kd)** denir.

$$K (\text{org/su}) = C_2(\text{org}) / C_1(\text{su})$$

C_1 : Maddenin 1. çözültideki konsantrasyonu

C_2 : Maddenin 2. çözültideki konsantrasyonu

K = dağılma (tevezzü) katsayısı

*Polarite azaldıkça Kd artar.

*Hidrofilik özellikteki fonksiyonel grup ile Kd azalır.

*Homolog seride her bir metilen grubu Kd'ni 4 kat arttırır.

Basit ekstraksiyon

Karışımdan ayrılması istenen maddenin ekstraksiyon çözücüsündeki çözünürlüğü diğer-lerine kıyasla çok fazlaysa basit bir ayırma hunisi kullanılarak ekstre edilebilir.

Sürekli ekstraksiyon

Dağılma katsayısı birbirine yakın maddelerin birbirlerinden ayrılması işlemidir. Genellikle devamlı ekstraksiyon cihazı kullanılarak çalışılır.

K değeri ne kadar büyükse o kadar fazla madde ikinci faza geçer.

K değeri büyük olan maddelerin çözeltiden ekstraksiyonu ayırma hunisi ile yapılır.

K değeri küçük olan maddelerin ekstraksiyonu ise sıvı-sıvı ekstraktörleri kullanılarak yapılır (sürekli ekstraksiyon).

Ekstraksiyon işleminden sonra sulu fazda kalan madde miktarı

*fazların hacimlerinin oranına

*K dağılma katsayısına bağlıdır.

* K dağılma katsayısı çözücüye göre değişir.

K'nın en yüksek olduğu çözücü tercih edilir.

I_2 için K	CCl_4 / su	90
	$CHCl_3$ / su	130
	CS_2 / su	600

K dağılma katsayısı biliniyorsa ekstraksiyon işleminden sonra sulu fazda kalan madde miktarı hesaplanabilir.

Belli bir miktar çözücü ile 1 defa ekstraksiyon yerine, çözücüyü bölümler halinde kullanıp 1'den çok ekstraksiyon yapıldığında 2. faza geçen madde miktarı daha fazla olur.

Şu formülle ifade edilir:

$$a_n = a_0 \left[\frac{V_{su}}{K \cdot V_{org} + V_{su}} \right]^n$$

a_n = n sayıda ekstraksiyondan sonra sulu fazda kalan madde miktarı (g)

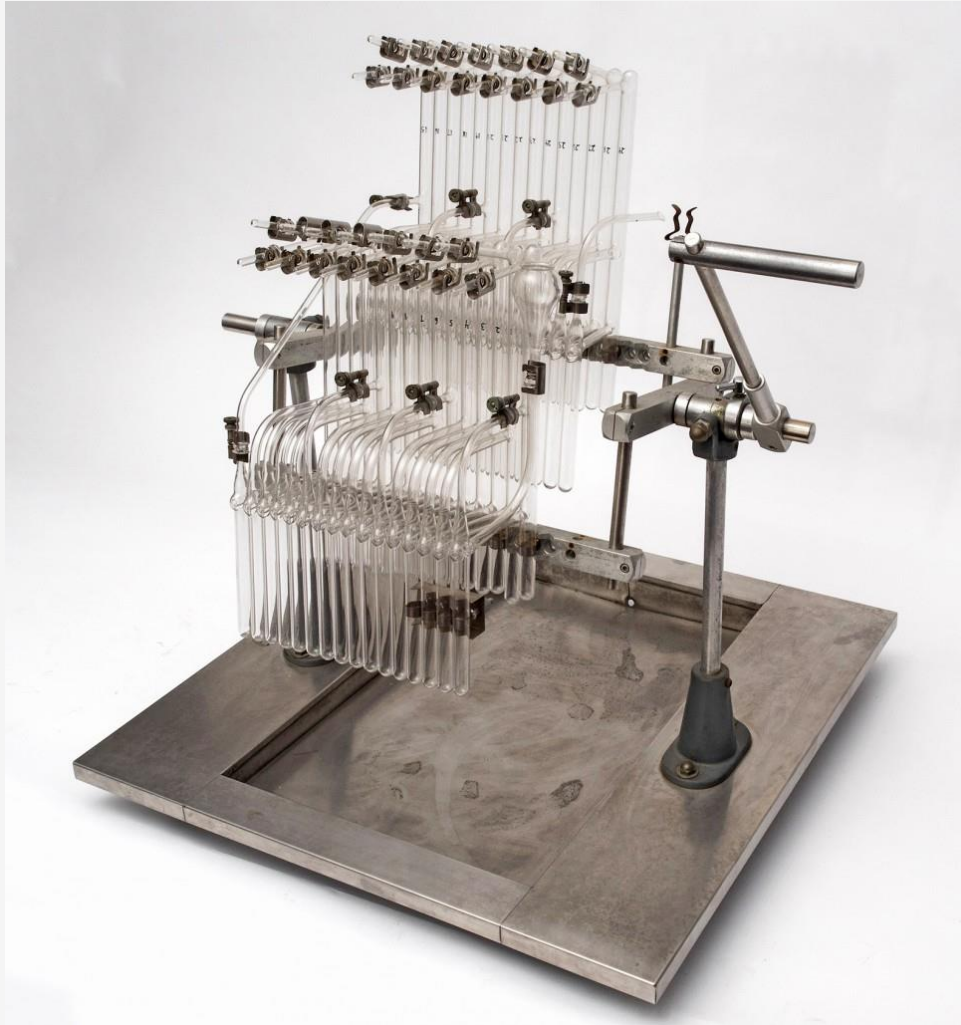
V_{su} = sulu fazın hacmi (mL)

V_{org} = organik fazın hacmi (mL)

K = dağılma katsayısı

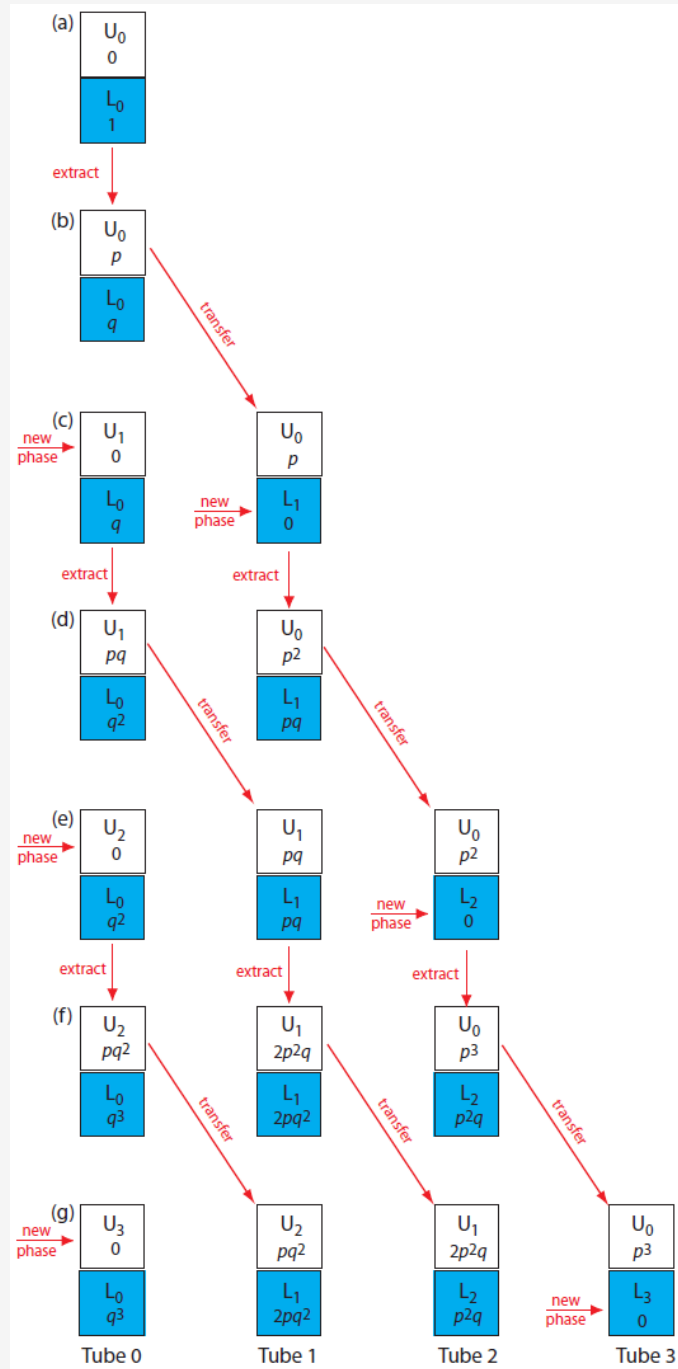
a = sulu fazdaki madde miktarı (g)

Craig Karşıtakım (Countercurrent) Extraktörü



START OF CYCLE





Problemler :

1) İyodun sudaki % 1 lik (ağ/hac) çözeltisinin 100 mL si 100 mL Kloroform ile çalkalanırsa denge kurulduğunda sulu çözeltide ne kadar iyot kalmıştır?

Kloroforma geçen iyot = $1-x$

Sulu çözeltide kalan iyot = x

$$K = C_2/C_1 = (1-x/100) / (x/100) = 130 \text{ (İyodun kloroform/su sistemindeki dağılım katsayısı)}$$

$$x = 0,0076 \text{ g suda kalan } I_2$$

$$1-0,0076 = 0,9924 \text{ g Kloroforma geçen } I_2 \text{ (% 99,2)}$$

Ekstraksiyon 1 kez 100 mL kloroform yerine 2 kez 50 mL kloroform ile yapılırdı:

$$X_n = \left[\frac{100}{130 \times 50 + 100} \right]^2 \times 1 = 0.00023 \text{ g}$$

$1 - 0.00023 = 0.99977$ g kloroforma geçen iyot.

(İyodun % 99.97 si kloroforma geçmiştir)

2) $K = 85$ olan I_2 'un 50 mL sudaki $1 \times 10^{-3} M$ konsantrasyondaki çözeltisinin a) 50 mL CCl_4 ile b) 2x25 mL CCl_4 ile c) 5x10 mL CCl_4 ile ekstraksiyonu sonucunda sulu fazda kalan madde miktarı ne kadardır?

$$a) A_{su(1)} = \left[\frac{50}{85 \times 50 + 50} \right] 1 \times 10^{-3} = 1,16 \times 10^{-5} M$$

$$b) A_{su(2)} = \left[\frac{50}{85 \times 25 + 50} \right]^2 1 \times 10^{-3} = 5,28 \times 10^{-7} M$$

$$c) A_{su(5)} = \left[\frac{50}{85 \times 10 + 50} \right]^5 1 \times 10^{-3} = 5,29 \times 10^{-10} M$$

3) 1,8 g FeCl₃'ün 100 mL sudaki çözeltisi

a) 100 mL

b) 200 mL eter ile ekstre edilirse ne kadar FeCl₃ sulu fazda kalır? K=99

$$\text{a) } A_{\text{su}(1)} = \left[\frac{100}{(99 \times 100) + 100} \right] \times 1,8 = 0,018 \text{ g}$$

%95'i ekstre oldu.

$$\text{b) } A_{\text{su}(1)} = \left[\frac{100}{(99 \times 200) + 100} \right] \times 1,8 = 0,0091 \text{ g kalır.}$$

%99'u ekstre oldu.

Bir kez ekstraksiyon işlemi yapılıyorsa büyük hacimde organik çözücü kullanmak daha etkilidir.

Daha büyük hacimle çalışıldığında sulu fazda kalan madde miktarı, iki eşit hacimde yapılan ekstraksiyon işlemine göre daha az olur.

Polar fonksiyonel grup içeren maddeler organik çözücünden su ile ekstre edilebilir.

SU; inorganik tuzları

organik asit tuzlarını

kuvvetli asit ve bazları

küçük molekül ağırlıklı karboksilik asitleri

alkolleri

polihidroki bileşikleri

aminleri

ORGANİK ÇÖZÜCÜDEN EKSTRE EDEBİLİR

Ekstraksiyonun derecesi sulu fazın pH'sına bağlıdır. pH'ya bağlı olarak iyonize olan maddelerle çalışılırken maddenin hangi fazda kalması isteniyorsa sulu fazın pH'sı ona göre ayarlanır.

Organik asitler bazik ortamda proton vererek konjuge bazına, organik bazlar ise asitli ortamda proton alarak konjuge asidine dönüşerek iyonize hale geçerler.



Bir organik asidin;

- suda kalması isteniyorsa bazik ortamda çalışılır.
- organik çözücüye geçmesi isteniyorsa noniyonize halde bulunduğu asidik ortamda çalışılmalıdır.

Bazik maddelerde ise;

- suda kalması için asitli ortamda (iyonize hal)
- organik çözücüye geçmesi için bazik ortamda çalışmak gerekir.

Zayıf asitler asidik ortamda noniyonize-dir, organik çözücü ile ekstre edilir.

Zayıf bazlar bazik ortamda noniyonize-dir, organik çözücü ile ekstre edilir.