

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI-I

Prof. Dr. Yavuz TAŞKESENLİGİL

**ATATÜRK ÜNİVERSİTESİ
KAZIM KARABEKİR EĞİTİM FAKÜLTESİ
OFMAE BÖLÜMÜ KİMYA EĞİTİMİ ANABİLİM DALI
ERZURUM-2010**

İÇİNDEKİLER

ORGANİK KİMYA LABORATUVARI-I

1.BÖLÜM

	Sayfa No
1. LABORATUVAR EMNİYETİ VE ORGANİK KİMYA LABORATUVARINDA ÇALIŞMA PRENSİPLERİ	1
1.1. Laboratuvar Kazaları	1
1.2. Cam Malzemelerin Temizlenip Kurutulması	3
2. ORGANİK KİMYA LABORATUVARINDA YAPILAN BAZI TEKNİK İŞLEMLER	4
2.1. Isıtıcı Olarak Bek Alevi,Su Banyoları,Yağ Banyoları	4
2.2. Geri Soğutma Altında Isıtma	4
2.3. Çözücünün Buharlaştırılması	6
2.4. Süzme	7
2.4.a Adi Hunide Süzme	8
2.4.b Vakumda (emme ile) süzme	11
2.5. Kurutucu (nem çekici) maddeler	11

2. BÖLÜM

Deney 1 : Erime Noktası Tayini	14
Deney 2 : Kristallendirme	18
Deney 3 : Destilasyon	25
Deney 4 : Su Buharı Destilasyonu	30
Deney 5 : Fraksiyonlu Destilasyon	34
Deney 6 : Ekstraksiyon	43
Deney 7 : Süblimleşme	50
Deney 8 : Kromatografi	55

1. BÖLÜM

1.LABORATUVAR EMNİYETİ VE ORGANİK KİMYA LABORATUVARINDA ÇALIŞMA PRENSİPLERİ

1.1.Laboratuvar Kazaları

Organik Kimya Laboratuvarı, teorik dersin bir tamamlayıcısı olup, derslerde sözü edilen bileşenler ve reaksiyonların sadece soyut birer sembol olmadığını öğretir. Laboratuvarın en önemli amacı, öğrencinin organik bileşiklerle çalışmasını sağlamak ve deney tekniği kazandırmaktır.

Organik kimya laboratuvarındaki kazaları önlemek için dikkat edilmesi gereken en önemli husus gözün korunmasıdır. Vakum veya basınç ile çalışırken koruyucu gözlük takılmalıdır.

Metalik sodyum ve özellikle potasyum bir çok ağır kazalara sebep olmaktadır. Bu nedenle bu metallerle çalışırken gözlük takılması şarttır. Potasyum daima içinde bulunduğu inert sıvı altında kesilip tartılmalıdır. Potasyum artıkları, tersiyer butil alkol ile hemen yok edilmelidir. Sodyum kısa bir zaman için açıkta bırakılabilir. Bu nedenle sodyumun inert bir sıvı altında kesilip tartılması şart değildir. Sodyum artıkları etil alkol ile yok edilmelidir. Metalik sodyum veya potasyum kullanılan bir reaksiyon için ısı gerektiği zaman su banyosu kullanılmamalıdır. Potasyum kullanılan bir reaksiyonda azot atmosferi altında çalışmak gerekir. Sodyum veya potasyum ile çalışırken kullanılan aletlerin kuru olmasına ve reaksiyon karışımına; hiç bir şekilde, su değmemesine dikkat edilmelidir.

Patlayıcı maddeler kullanılması gereken reaksiyonlar özel koruyucu perdeler arkasında yapılmalıdır. Bu tür çalışmalarda gözlük kullanılmalıdır. Bilinmeyen maddelerin incelenmesine başlanmadan önce, maddenin çokça bir miktarı bir spatül üzerinde alevle ısıtılmalı ve böylece patlayıcı olup olmadığı tesbit edilmelidir. Bu deneme içerisinde yanıcı maddeler bulunmayan bir çeker ocakta, koruyucu gözlük

kullanılarak yapılmalıdır. Aslında laboratuvarında çalışan herkesin her zaman gözlük takması en doğru bir harekettir.

Eter gibi uçucu bileşiklerle çalışırken yakında hiç bir alev veya akkorlaşmış bir cismin bulunmamasına dikkat edilmelidir. Uzun zaman saklanmış eter içerisinde patlayıcı peroksitler bulunabilir. Bu nedenle böyle bir eterin kullanılmasından önce içerisinde peroksit bulunup bulunmadığının belirlenmesi gerekir. Eter peroksitli ise peroksit demir (II) sülfat ile yok edilmelidir. Özellikle siyanlı hidrojen, fosgen, diazometan, dimetilsülfat, asitklorürler, klor, brom, kükürtlühidrojen, azot oksit, azot dioksit ve karbonmonoksit ile gayet iyi çeken bir çeker ocakta çalışmak şarttır. Gayet kuvvetli birer zehir olan bu bileşiklerden diazometanın patlayıcı olduğunu da hatırdan çıkarmamak gerekir.

Kaynama noktasına kadar ısıtılmış sıvılar içerisinde hiçbir zaman kaynama taşı veya çöpü atılmamalıdır.

Vakum destilasyonlarında, ısıtılmış bir sıvıya hiçbir zaman, vakum uygulanmamalıdır. Destilasyon sona erince, destilasyon balonu oda sıcaklığına kadar soğutulmadan balona hava gönderilmemelidir. Aksi takdirde sıcak karışım hava ile şiddetle patlayabilir. Destilasyon balonlarının kuruluşu kadar ısıtılmaları da tavsiye edilir.

Derişik asitlerin seyreltilmesinde, çözücü aside eklenmemelidir. Asit çözücüye azar azar karıştırılarak ve gerekirse soğutularak eklenmelidir.

Çatlak veya kırık araçlar asla kullanılmamalıdır. soğutma, inert gaz geçirme veya vakum için kullanılan lastik borular, aygıtlara metal bir tel parçası ile iyice bağlanmalıdır.

Çözücülerle yapılan bir reaksiyon süresince laboratuvardan çıkarken bütün alevlerin söndürülmesi ve laboratuvara tekrar girildiği zaman hemen alev kullanılmaması gerekir. Çünkü soğutma lastiklerinin parçalanması veya suyun kesilmesi nedeni ile buharlaşan çözücü hava ile patlayıcı bir karışım oluşturabilir.

Keskin uçlu cam malzemelerin uçları, bir bek alevinde eritilip kütleştirilmelidir.

Lastik hortumu bir cam boruya yada geri soğutucu ve destilasyon köprüsüne takarken, kolay takılması için takılan kısmın su ile nemlendirilmesi gerekir. Aynı şekilde termometre, geri soğutucu, destilasyon köprüsü, cam boru gibi cam aletleri adaptör olarak kullanılan mantar tıpayı takarken mutlaka vazelin veya gliserin ile nemlendirilmelidir.

Alınan bütün tedbirlere rağmen laboratuvar kazalarının önlenmesi mümkün olmayabilir. Dikkat, organik bir laboratvardaki kaza sayısını yok denecek kadar azaltabilir. Fakat hiç bir zaman tamamını ortadan kaldıramaz. Herhangi bir kaza anında yapılacak ilk iş kazayı laboratuvar sorumlularına bildirmektir.

1.2. Cam Malzemelerin Temizlenip Kurutulması

Kimyasal reaksiyonlar sonucu kirlenen cam malzemenin hemen temizlenip kurutulması gerekir. Bir kenara bırakılan kirli cam malzemenin kirliliğinin nedeni zamanla unutulabilir ve böylece malzemenin temizlenmemesi bir problem çıkarabilir. Cam malzeme hafifçe ıslatılıp üzerine bir miktar deterjan (toz) döküldükten sonra, bir fırça ile fırçalanır. Kir çıktıktan sonra, malzeme önce musluk suyu, gerekirse damıtık su ile yıkanıp kurumaya terkedilir. Çabuk kurutma gerektiren durumlarda malzeme su ile yıkandıktan sonra sıcak bir etüve yerleştirilir. Deterjan ile çıkmayan kirler uygun organik bir çözücüye (aseton v.b.) batırılmış bir fırça ile fırçalanır. Gerek deterjan ve gerekse organik çözücü ile çıkmayan kirler kromik-asit derişik sülfirik asit çözeltisi ile çıkarılır. Bu amaçla hazırlanacak kromik asit-derişik sülfirik asit çözeltisi; 5 cm³ suda çözülmüş 5 g sodyum dikromat'a karıştırılarak, damlalar halinde 100 cm³ derişik sülfirik asit eklenmesi ile elde edilir. Bu çözelti ile temizlenecek cam malzemelerin, önceden öteki yöntemlerle mümkün olduğu kadar temizlenmiş olması gerekir.

2. Organik Kimya Laboratuvarında Yapılan Bazı Teknik İşlemler

2.1. Isıtıcı Olarak Bek Alevi, Su Banyoları, Yağ Banyoları

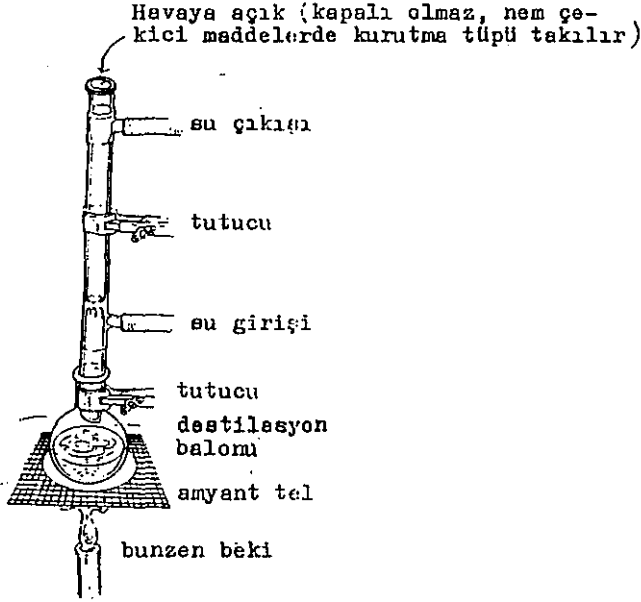
Karışımları ısıtmada en basit yol bunzen beki kullanmaktır. Organik maddelerin yanıcı özellikte olmalarından dolayı, alevle ısıtma tavsiye edilmez. Sadece sulu çözeltileri yada yanıcı özelliği olmayan, veya az yanıcı özellikteki kaynama noktaları yüksek çözeltiler de kullanılabilir. Bu gibi durumlarda bile, o çevrede yanıcı çözücü ve yanıcı çözücü ile çalışan kimselerin bulunmaması gerekir.

Bunzen beki ile ısıtma esnasında herhangi bir çözücü alevlenmesi halinde telaşa düşmeden derhal bir yangın söndürücüye müracaat etmeli veya ortam uygunsa alevin üzerine kafes türü bir şey geçirerek yangın ortamının havasız kalması sağlanmalıdır.

Yanıcı organik çözücülerle çalışırken hiç bir zaman çıplak alev kullanılmaz. Bu iş için su banyoları ve yağ banyoları tercih edilir. Su banyoları özellikle 100°C nin altındaki ısıtmalarda ve çözücü buharlaştırmalarında uygundur. 100°C nin üzerindeki ısıtmalar yağ banyolarında yapılır.

2.2. Geri Soğutma Altında Isıtma

Organik reaksiyonlar, inorganik reaksiyonlar gibi kısa sürede tamamlanmaz. Organik karışımları, çoğu kez uzun bir süre ısıtmak gerekir. Bu durumda, ısıtılan balonun üstüne bir geri soğutucu (yoğunlaştırıcı) takılır. Isıtılan çözeltiden yükselen çözücü buharları musluk suyu ile soğutulan geri soğutucunun soğuk cidarlarına çarparak yoğunlaşır ve tekrar balona geri döner. Böylece çözücünün balondan uzaklaşması izlenerek o çözücünün kaynama noktası sıcaklığında reaksiyon yapılmış olur.

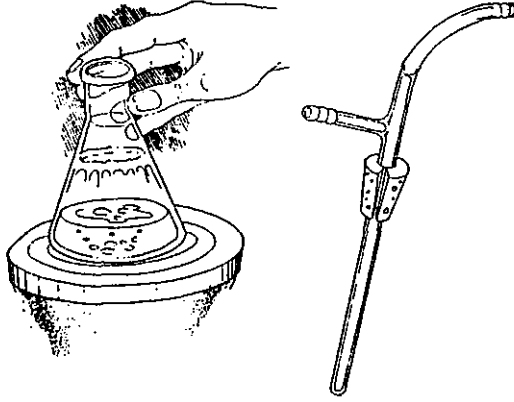


Şekil 1. Geri Soğutma Altında Isıtma

Balon içinde kaynamakta olan çözeltinin sıçramasına mani olmak için balon içine kaynama taşı konur. Ya da manyetik karıştırıcı kullanılır. Geri soğutucunun alt ve üst tarafında bulunan ilgili yerlere su hortumları takılarak alttaki hortum su musluğuna bağlanır. Böylece suyun geri soğutucuya alt taraftan girmesi sağlanır. Musluk açılarak hafif bir su akımı verilir.

Isıtma alevle yapılıyorsa, balonun ısıtılması doğrudan yapılmaz. Balonun altına bir amyantlı tel yerleştirilir. Böylece sıcaklığın bir noktaya odaklanması önlenmiş olur. Isıtma öyle ayarlanmalıdır ki, balondan yükselen çözücü buharları geri soğutucunun üçte bir mesafesine varmadan yoğunlaşabilsin. Bu ayar için, aşırı ya da yetersiz ısıtmadan kaçınılmalıdır.

Eğer madde az miktarda ve ısıtma süresi kısa ise kaynatma işlemi Şekil 2'de görüldüğü gibi bir erlen ile yapılabilir. Böyle bir ısıtmada ısıtma işlemi hafif bir ısıyla yapılmalı, kaynama başlayınca erlen yukarı kaldırılarak biraz beklenmelidir. Burada ısıtma işlemi şiddetli olmayacağından çözücü buharları erlenin boyun çeperlerine çarparak



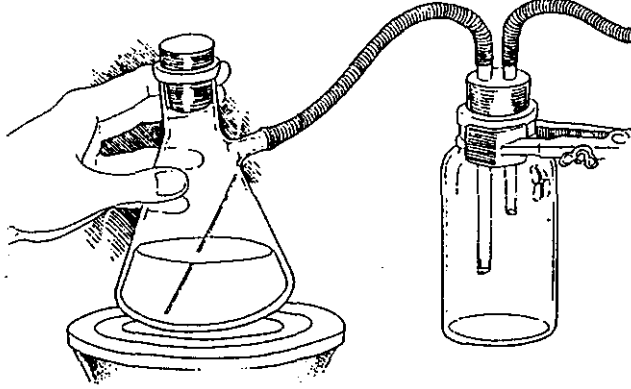
Şekil 2. Kısa Bir Süre İçin Küçük Miktarların Isıtılması

yoğunlaşır. Her türlü ısıtmada olduğu gibi burada da ısıtma esnasında erlenin ağzı açık olmalıdır. Kapalı bir sistemin ısıtılmayacağını, bunun patlamayla sonuçlanacağını aklımızdan çıkarmamalıyız.

2.3. Çözücünün Buharlaştırılması

Reaksiyonları genellikle bir çözücü ortamında yaparız. Reaksiyon tamamlandıktan sonra da çözücünün uzaklaştırılması gerekir. Bu uzaklaştırma işlemi çözücünün buharlaştırılması şeklinde olacaktır. Bu işlem, erlene alınan maddenin ısıtılmasıyla yapılabilir. Buharlaştırma işlemi hiçbir zaman açıkta ve çıplak alev de yapılmaz. Bir çeker ocakta, elektrikle ısınan su banyolarında ya da yağ banyolarında yapılır. Eter, alkol, petrol eteri, aseton gibi düşük kaynama noktalı çözücüleri su banyosunda uzaklaştırmak kolaydır. Ancak yukarıda da belirtildiği gibi bu işlem mutlaka çeker ocakta yapılmalı, çözücü buharları teneffüs edilmemeli ve ateşten uzak durulmalıdır.

Çözücü uçurulması, buharlaştırılması işleminde en uygun ve kısa yol, vakum altında düşük basınçta çalışmaktır. Bu olay, evaporatör denen cihazda yapılabildiği gibi, Şekil 3'de görülen düzenek yardımıyla da gerçekleştirilebilir. Burada vakum (emme), su musluğuna takılan tromp denen alet meydana getirir.



Şekil 3. Düşük Basınç Altında Çözücü Buharlaştırılması (vakumda)

Bu metotla, bir çözeltildeki çözücüyu kaynama noktasının altındaki sıcaklıklarda uzaklaştırabiliyoruz. Bu teknik sayesinde kaynama noktası yüksek çözücüleri ya da organik maddeleri düşük sıcaklıklarda buharlaştırmak, destillemek mümkün olur. Ayrıca, yüksek sıcaklıklarda bozunma eğilimi gösteren organik maddelerden çözücünün uzaklaştırılması da vakum altında yapılır.

Uzaklaştıracağımız çözücü miktarı fazla ise o zaman destilasyon metodunu uygulamalıyız. Fakat eter uzaklaştırmak için destilasyon uygun değildir. Çünkü eterin kaynama noktası çok düşüktür (35°C). Çeker ocak içerisinde elektirikle ısınan bir su banyosunda eter kolaylıkla uçurulur.

2.4. Süzme

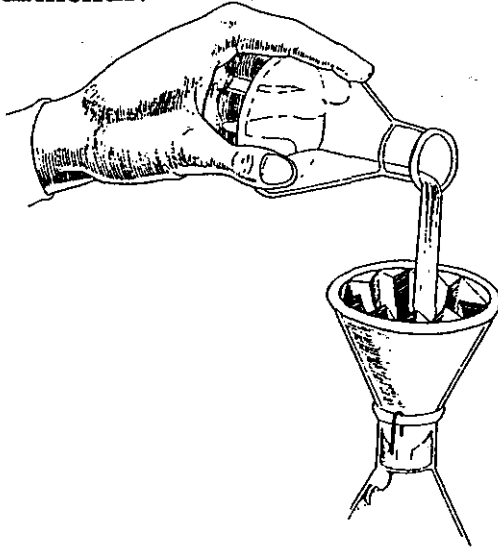
Süzme işleminin iki ana maksadı vardır. Birincisi bir sıvı yada çözeltilen istenmeyen katı safsızlıkları uzaklaştırmak; ikincisi ise, bir çözeltilde çöken ya da kristallenen katı ürünü sıvı kısımdan ayırmaktır. İki tür süzme vardır; biri adi hunide süzme, diğeri buchner hunisinden vakum (emme) uygulaması ile süzme.

2.4a. Adi Hunide Süzme

En çok kullanılan süzme tekniği olup, huniye yerleştirilen süzgeç kağıdının üzerine boşaltılan çözelti, yerçekiminin etkisi ile süzülerek alttaki toplama kabına iner. Katı kısım süzgeç kağıdının üzerinde kalır. Süzme işleminde kullanılan hunilerin boyunlarının kısa ve geniş olması istenir. Bu tip hunilerde üstte biriken katı maddeler genelde huni boyununun tıkanmasına sebep olmaz. Bu tıkanma problemine daha çok bir katı maddenin sıcak çözücü ile çözülmesi sonucu elde edilen sıcak doygun çözeltilerin süzülmesi sırasında rastlanır.

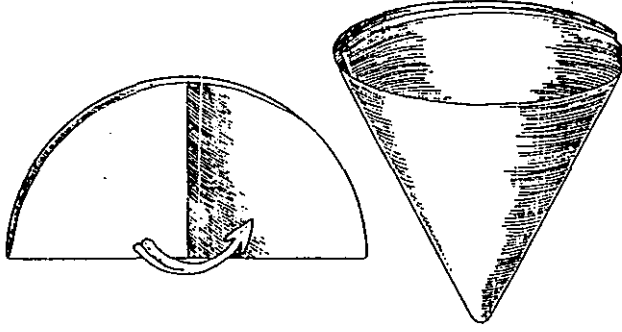
Sıcak çözeltiyi süzerken, soğuk huni cidarlarına, boynuna temas eden çözelti soğuyarak aşırı doygun hale gelecek, neticede kristallenme ve çökme vuku bulacaktır. Buda huni boyununun tıkanmasına neden olacaktır.

Süzme esnasında huni süzgeç kağıdı ve toplama balonunununda böyle bir çökme ve kristallenme problemine mani olmak için bazı tedbirler düşünülebilir. Bunlardan birisi, çözelti süzülürken süzülen kısım alttan ısıtılarak yükselen sıcak çözücü buharları ile huninin ısıtılması sağlanır. Diğer tedbir çözeltiyi süzmeye başlamadan hemen önce huni üzerinden sıcak çözücü geçirerek huninin ısınması sağlanır. Bir üçüncü tedbir, süzgeç kağıtları katlı tipde (Şekil 4) kullanılarak süzme işlemini daha hızlı gerçekleştirmektir.



Şekil 4. Adi Hunide Süzme

En basit süzme şekli süzgeç kağıdını Şekil 5'de görüldüğü gibi bir koni halinde kullanarak süzme işlemi yapmaktır. Karışımdaki katı maddeyi süzerek ayırıp toplama amacı güdülüyorsa filtre kağıdını koni halinde kullanmak daha faydalıdır.

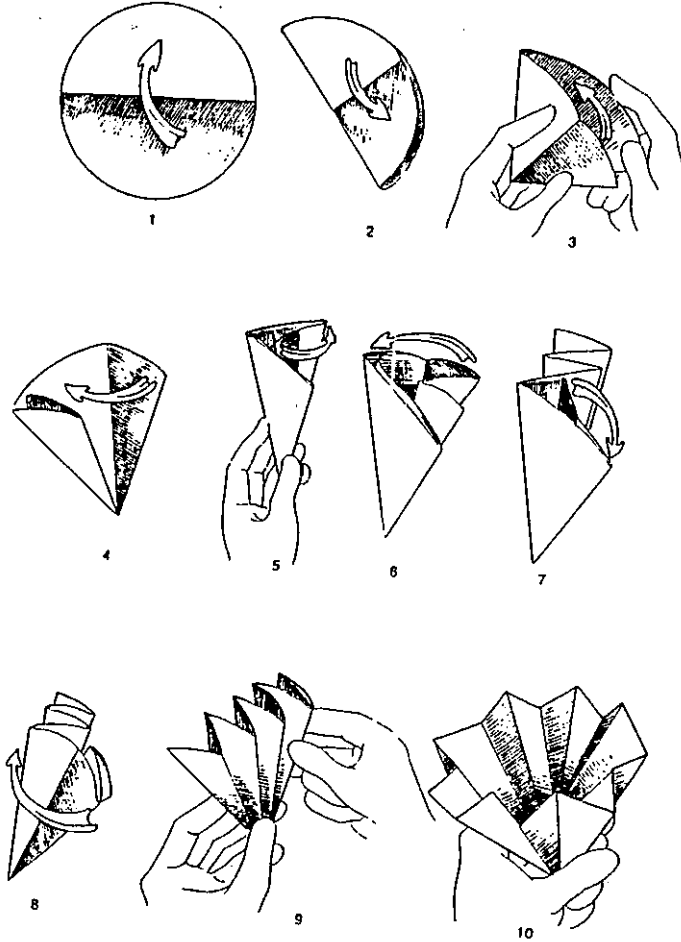


Şekil 5. Süzme Kağıdının Koni Şeklinde Katlanması

Süzme kağıtlarını koni şeklinde kullanmada yüzey daha küçük ve düzgün olduğundan toplanan katı maddede zayıt az olur ve kağıttan başka yere aktarma daha kolay olur. Süzgeç kağıdının katlanmalı, kıvrımlı tekniğinde ise yüzey daha fazladır. Eğer süzme işlemi katı safsızlıkları gidermek amacıyla yapılmıyor, kristal katı maddenin izolesi gayesiyle yapılıyorsa geniş yüzeylerden maddenin toplanması daha zor olacağından ve zayıt söz konusu olacağından, katlamalı süzgeç kağıdı ile süzme tavsiye edilmez.

Süzgeç kağıdı konisi huni yüzeyine hava alışverişine imkan vermeyecek şekilde yapışır. Eğer huni, toplama balonu veya erlenin üzerine direkt konulmuşsa, balon veya erlen ağzı da kapatılmış olur. Bu durumda hava sirkülasyonu olmayacağından hunideki sıvı aşağıya inmez. Toplanan süzüntü kadar balondan hava çıkması gerekir. Bu duruma engel olmak için, balonun ağz kısmına Şekil 4'de görüldüğü gibi bir tel yerleştirilerek huninin balon ağzını tamamen kapatması önlenir. Veya süzme hunisi, direk balon boynunun üzerine değil de bir halka tutucuya oturtulur. Diğer taraftan Şekil 6'daki resimlerle katlama üsülü gösterilen katlamalı süzgeç kağıtları ile süzmede böyle bir hava sirkülasyonu problemi olmaz.

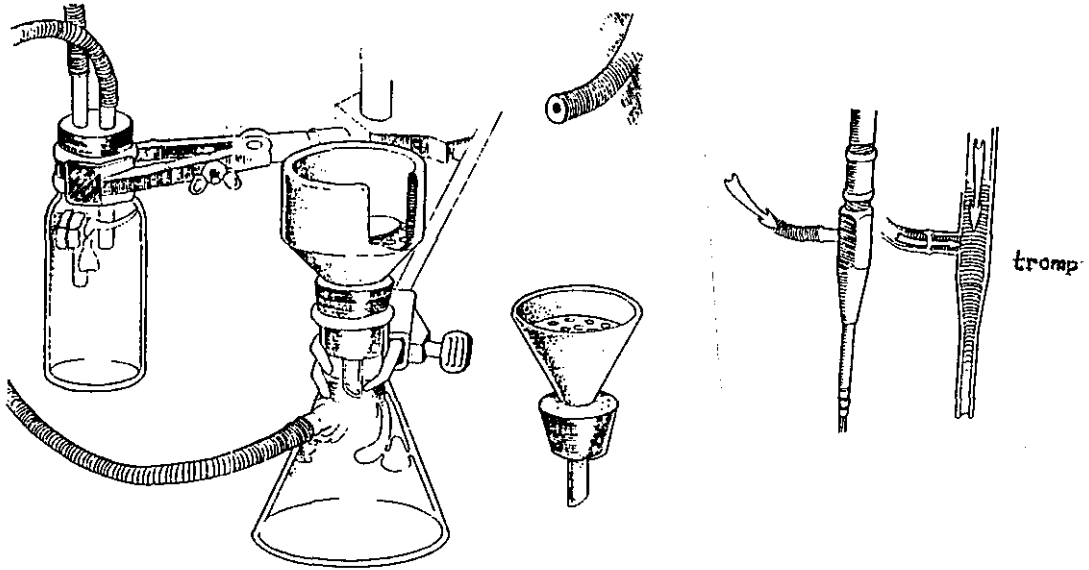
Süzgeç kağıtlarının birçok çeşidi bulunur. Süzgeç kağıtları ince, orta ve adi olmak üzere gözeneklerine göre sınıflara ayrılır. İnce yani küçük gözenekli süzgeç kağıtları ince küçük taneli katı parçacıkları süzmede kullanılır. Adi süzgeç kağıtları küçük gözeneklere sahip olduğundan, buradaki süzme hızlı olur. Ancak ince taneli katı parçacıklar bu kağıtlarda tutulamaz, süzüntüye geçerler. Şu halde kullandığımız süzgeç kağıdının özelliğini bilmek gerekir. Hızlı süzme yapan kağıtların alkoyma özelliği düşük, gözenekleri büyüktür. Yavaş süzme yapan kağıtlar ise genellikle yüksek alkoyma özelliğine sahip olup küçük gözeneklidir.



Şekil 6. Kıvrımlı (katlamalı) Süzgeç Kağıdı Yapımı

2.4.b. Vakumda (Emme ile) Süzme

Vakum veya emme ile süzme işlemi adi hunideki süzme işleminden daha hızlıdır. Bu işlemde nuçe erleni ve nuçe (buchner) hunisi kullanılır. Nuçe hunisi, uygun ebattaki bir lastik (neopren, kauçuk) adaptörle nuçe erlenine takılır. Nuçe hunisinin süzme yapan alanı ebadında daire şeklinde kesilen süzgeç kağıdı, nuçe hunisine yerleştirilir. Huniye iyice yapışması aralık kalmaması için kağıt, çözücü ile nemlendirilir. Böylece, süzülen karışımın kenarlardan boşluk bularak aşağı inmesi önlenir. Nuçe erleni trompa bağlanarak süzme işlemine başlanır.



Şekil 7. Vakum Yardımıyla Süzme

2.5. Kurutucu (Nem çekici) Maddeler

Bir organik çözücü, ekstraksiyonda sulu çözelti ile yıkanınca içerisinde bir miktar su kalacaktır. Eter, aseton ve tetrahidrofur gibi

bazı çözücülerin su tutma kapasitesi daha yüksektir. Eter %1,5 arasında su çözer. Organik fazda bulunan suyun uzaklaştırılması için kurutucu, nem çekici maddeler kullanılır. Bu maddeler nemli çözeltideki suyu, hidrat suyu şeklinde bünyesine bağlayan susuz inorganik tuzlardır. Mesela, kurutuculardan olan anhidrit sodyumsülfat kristalleri nemli organik çözeltiye ilave edilir. En az 15 dakika beklenir. İlave edilen sodyumsülfat, balon dibinde 2-3 mm lik bir tabaka oluşturmalıdır. Bekleme periyodundan sonra balon muhteviyatı, bir huni ile kağıt süzgeçten süzülür veya dekante edilir. Çözeltideki su, katı Na_2SO_4 tarafından absorbe edileceğinden artık çözeltide su kalmamıştır. Çözeltinin kuruduğu, içine ilave edilen nem çekici maddenin balonun dibine yapışmayıp serbestçe hareketinden anlaşılır. Ayrıca içerisinde nem kalan çözelti berrak değildir, bulanık görülür. Nem çekici materyal tarafından suyu tamamen absorbe edilen çözelti, bulanık halden net ve berrak hale gelir.

Na_2SO_4 yanında çok kullanılan kurutucu maddeler MgSO_4 , CaCl_2 , Ca SO_4 ve K_2CO_3 dir. Bir kurutucu maddenin belli bir miktarının absorplandığı su miktarı **kapasite** terimiyle ifade edilir. Her kurutucunun kapasitesi farklıdır. Mesela Na_2SO_4 ve MgSO_4 'ın kapasitesi yüksek olup çok miktarda su absorplar. MgSO_4 'ın yüksek su tutma kapasitesi yanında çözelti ortamındaki nemi tamamen çekebilme özelliği de vardır. Mağnezyumlu bileşiklerin kurutucu olarak kullanılmasında bir takım sakıncalar görülür. Mağnezyum iyonları kuvvetli bir lewis asiti olduğundan, epoksit türü bileşiklerin düzenlenmesine yol açar. Bu sebeple epoksitli bileşiklerin kurutulmasında mağnezyum sülfat kullanılmaz. Kalsiyumklorür iyi bir kurutucudur. Ancak azotlu ve oksijenli bileşiklerin kurutulmasında kullanılmaz. Çünkü kalsiyum bu tür bileşiklerle kompleks teşkil eder. Kalsiyum klorür suyun yanında metanol ve etanol'üde absorplar. Bu yüzden alkoller CaCl_2 ile kurutulmaz. Eğer su gibi alkolü de ortamdan uzaklaştırmak istiyorsak CaCl_2 ile kurutma yapabiliriz. K_2CO_3 bir bazdır ve bazik maddeleri kurutmada kullanılır. CaSO_4 su tutma kapasitesi düşüktür, ancak suyu tamamen kurutma özelliği yüksektir.

Na_2SO_4 maddesi her türlü çözücü ve maddeyi kurutmak için

kullanılabilen uygun bir kurutucudur. Suyun bütününe çekme kapasitesi yüksektir. Bu kurutucu çözücünün kaynama sıcaklığında kullanılmaz.

Eter, oda sıcaklığında %1,5 oranında su, su ise %7,5 oranında eter absorplar. Eter ekstraksiyonlarında su yerine doygun sulu NaCl çözeltisi tercih edilirse eterde daha az su kalır, su fazına da daha az eter geçer. Böylece çözücü kaybı asgariye inmiş olur ve organik fazı kurutmak içinde daha az kurutucuya ihtiyaç duyulur.

Diğer bir çok tuzlar da NaCl gibi sulu fazın iyonik şiddetini artırarak suda tutulan organik çözücüyü organik faza iter. Fakat NaCl ucuz olduğundan daha çok tercih edilir.

2.BÖLÜM

DENEYSEL KISIM

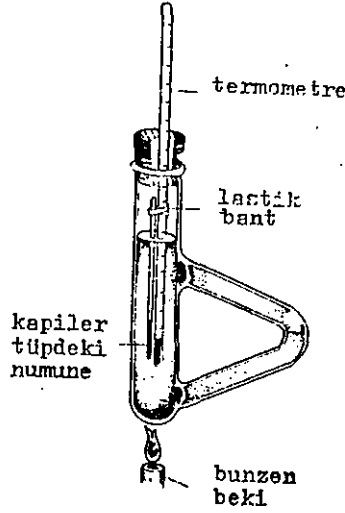
Deney 1 : Erime Noktası Tayini

Erime noktasının bulunması organik kimyacılar tarafından sık sık kullanılan bir tekniktir. Saf kristal maddelerin erime noktaları o maddenin fiziksel bir özelliğidir. Çünkü bir katının buhar basıncı bir sıvıya nisbeten çok düşüktür. Erime noktasının basınç değişimine hassasiyeti genelde yoktur. Erime noktası, sentezlenen maddenin teşhisinde kullanılan bir kıstastır. Erime noktası, bir maddenin sıvı ve katı fazlarının dengede buldukları sıcaklık olarak tanımlanır. Genel uygulamada, maddenin erimeye başladığı ve tamamen sıvı hale geçtiği noktalar arasındaki sıcaklık kaydedilir ve buna erime noktası aralığı denir. Pek çok saf madde $0,5^{\circ}\text{C}$ veya daha az bir sıcaklık aralığında erir. Adi saflıktaki bileşiklerin erime noktası aralığı $1-2^{\circ}\text{C}$ dir. Bu yüzden bir bileşik için elde edilen değer, organik kristal bileşiklerin saflığının temel bir ölçüsüdür. Bununla birlikte, geniş bir erime noktası aralığına sahip olan bazı bileşikler istisnai olarak saf olabilirler.

Eğer bir madde saf değilse erime noktası aralığı geniş olur. Üre ve benzoin karışımları için elde edilen sonuçları gözleyiniz. Bu gerçek, bir maddenin az bir miktarının başka bir maddeye katılmasıyla erime noktasındaki düşmenin karışımdaki bağıl mol sayılarıyla orantılı olmasından dolayı kesin molekül ağırlığı tayininde kullanılır.

Deneyin Yapılışı : Erime noktası tayininde Thiele aparatı denilen bir cam alet kullanılacaktır (Şekil 8). Erime tabancası olarak da bilinen bu cihaza, şekilde görüldüğü gibi tabanca kolunun üst hizasına kadar sülfirik asit, gliserin gibi kaynama noktası yüksek bir sıvı konulur. Erime noktası tayin edilecek maddeden $0,1-0,2$ gr kadar alınır, bir saat camı veya porselen yüzey üzerinde bir spatül ile iyice toz haline getirilir ve biraraya toplanır. Bir tarafı kapalı olan kapiler bir tüpün açık kısmı, toz örneğe daldırılarak bir miktar madde alınır ve kapalı tarafı hafifçe yere vurularak maddenin dibe inmesi sağlanır ve bu işlem tüp $2-3\text{mm}$

yükseklığe doluncaya kadar tekrarlanır. Sonra kapiler, lastik bir borudan kesilmiş ince bir halka yardımıyla civa haznesinin yanına gelecek şekilde termometreye tutturulur. Termometre kapiler tüple beraber banyonun ortasına daldırılır. Maddenin erime noktası bilinmiyorsa bir ön deneme ile kabaca tayin edilir.



Şekil 8. Erime Noktası Tayin Düzenegi

Erime noktası biliniyorsa, erime noktasına 12-15°C kalana kadar biraz hızlı, daha sonra küçük bir alevle dakikada 1-2°C yükselecek şekilde ısıtılır. Erime noktası aralığı olarak maddenin erimeye başladığı sıcaklık ile tamamen eridiği sıcaklıklar kaydedilir. İkisi arasındaki farkın 0,5-1°C yi geçmemesi gerekir.

Bu deneyde iki farklı çalışma yapılacaktır. Birincisinde; bazı saf organik bileşiklerin (naftalin, benzoik asit, salisilik asit) erime noktası yukarıdaki metodla tayin edilecek ve literatürdeki değerleri ile karşılaştırılacaktır. İkincisinde ; iki bileşikten ibaret bir karışımın erime noktası grafiği çizilecektir. Bunun için aşağıda verilen oranları ihtiva eden üre-benzoin karışımlarının erime noktası-% mol grafiğini çiziniz. Bu karışımlar iki reaktifin belli miktarlarının birlikte öğütülmesiyle hazırlanmıştır. Belirtilen oranlara karşılık beş erime noktası dizisi elde ediniz ve değerleri grafik ediniz. Çizim için kullanacağınız değerler maddenin tamamen sıvı hale geçtiği değerler olsun. Sonuçlarınızı ve

gözlemlerinizi vereceğiniz laboratuvar raporunda tartışın.

Ürenin mol kesri x 100	Benzoin'in mol kesri x 100	E. N
100	0	-----
75	25	-----
50	50	-----
25	75	-----
0	100	-----

Deney Raporu

Deney 1 : Erime Noktası Tayini

Adı ve Soyadı :

Tarih : / /

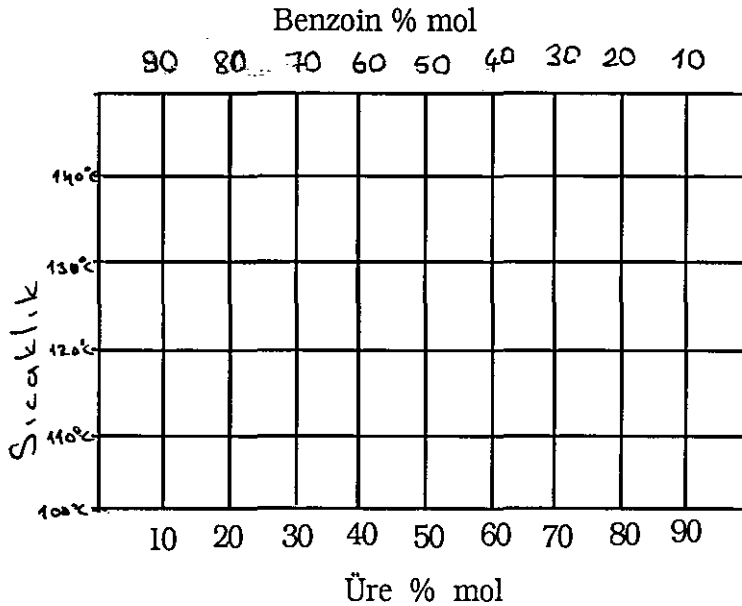
Deneyin Amaçları :

Deneyin Sonuçları :

Erime noktası aralığı

Bileşik	Bulunan değer	Literatürdeki değer
Naftalin	-----	-----
Benzoik asit	-----	-----
Salisilik asit	-----	-----
Benzoin	-----	-----
Üre	-----	-----

Üre (% mol)	Benzoin (%mol)	E.N
100	0	-----
75	25	-----
50	50	-----
25	75	-----
0	100	-----



Deney 2 : Kristallendirme

Kristallendirme, katı organik bileşiklerin saflaştırılması için uygulanan en iyi yöntemlerden biridir. Bu saflaştırma tekniğinde, sıcak çözücü veya çözücü karışımında çözünmüş bulunan katı bileşik, çözeltinin yavaş soğumasıyla birlikte kristallenmeye başlar.

Organik bir reaksiyondan elde edilen ürünler nadiren saftır. Eğer ürün katı ise genellikle bir çözücüde çözünür ve kristal halde tekrar çöktürülür. Bu maddeye yeniden kristallendirilmiş, olayada yeniden kristallendirme denir. Kristallendirmede en önemli husus uygun bir çözücü seçimi yapmaktır. Seçtiğimiz çözücü, kristallendirilecek maddeyi soğukta çözmemeli yada çok az çözmeli, ancak sıcak halde iken çok çözmelidir. Ayrıca, safsızlıklar soğukta yüksek çözünürlüğe sahip olmalı yada sıcak çözücüde çözünmemelidir. İkinci halde çözünmeyen safsızlıklar sıcak karışımdan süzülerek ayrılır.

Şayet çözelti renkli ise ve bileşik renksiz olarak biliniyorsa, renkli safsızlıkların giderilmesi gerekir. Renk giderici olarak daha çok aktif kömür kullanılır. Renkli görünen maddenin kaynar ve doygun çözeltisine bir miktar aktif kömür ilave edilir. Aktif kömür safsızlıkları absorbe eder. Aktif kömür ilave edilen kaynar karışım süzülür. Süzme işlemi gerekirse vakumda yapılır. Böylece çözelti renksiz, berrak hale gelir.

Kristallendirme ortamını seçmek pek kolay değildir. Bileşiğin çözünürlük özelliği bilinmeli yada test edilerek bulunmalıdır. Tablo 1'de yaygın olarak kullanılan kristallendirme çözücüleri görülmektedir.

Tablo 1. Yaygın Kristallendirme Çözücüleri

	Kaynama noktası (°C)	Donma noktası (°C)	Suda çözünürlük	Yanıcılık
Su	100	0	+	-
Metanol	65	-98	+	+
Etanol (% 95)	78	-114	+	+
Ligroin	60-90	-	-	+
Benzen *	80	5	-	+
Kloroform*	61	-64	-	-
Asetik asit	118	17	+	+
Dioksan*	101	11	+	+
Aseton	56	-95	+	+
Dietil eter	35	-116	biraz	++
Petrol eteri	60-90	-	-	++
Metilen klorür	41	-95	-	-
Karbontetraklorür*	77	-123	-	-

* Kanserojen etkisi olduğu sanılıyor

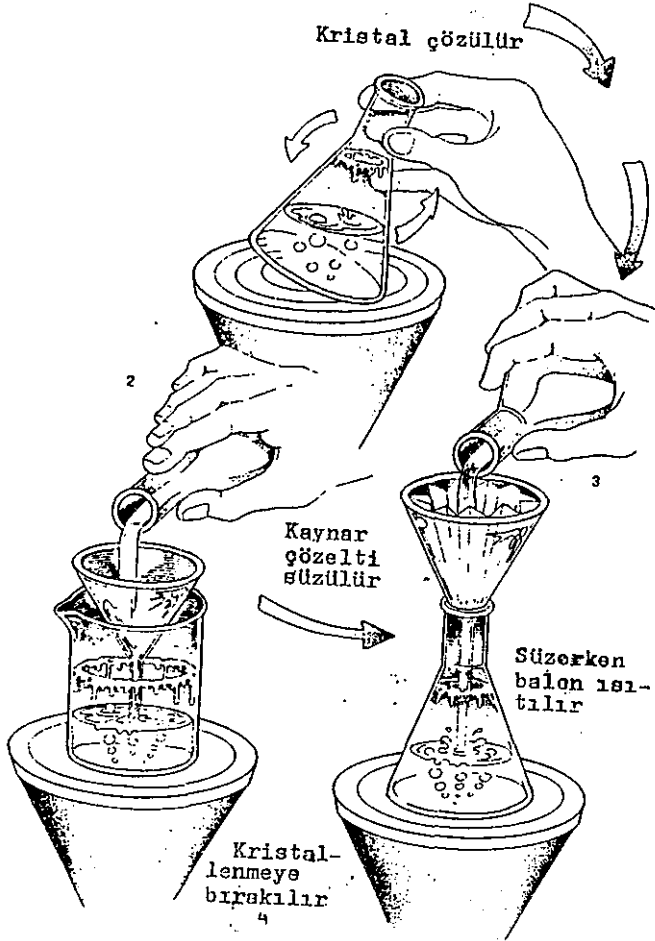
Bazen organik bir maddeyi kristallendirmek için uygun bir çözücü bulunamayabilir. Bu durumda bir çözücü çiftine ihtiyaç duyulur. Örneğin p-dibrom benzen'i kristallendirmek için etanol ve su karışımı kullanılmaktadır. Bu bileşik hem sıcak hemde soğuk etanolde çözünür. Bu yüzden yalnız başına etanol, bu bileşiği kristallendirmek için iyi bir çözücü değildir. Diğer taraftan bu bileşik hem sıcak hemde soğuk suda az çözünür. Bu yüzden suda tek başına kullanılamaz. Fakat su ve etanolün eşit miktarlarından meydana gelen çözücü karışımında, p-dibrom benzenin sıcakta çok iyi çözüldüğü, soğukta ise gayet az çözüldüğü bulunmuştur. O halde, etanol-su karışımı (bir çözücü çifti) p-dibrom benzeni kristallendirmek için ideal bir çözücüdür.

Bazen kristallendirme kendiliğinden meydana gelmez. Zaman zaman bir karıştırma çubuğunu (baget) sıvı yüzeyinin altında kabın cidarlarına sürtmek (kaşıma) kristallenmeye yardım eder. Kristallenmeye

2- Saf Olmayan Benzoik Asitin Yeniden Kristallendirilmesi

Benzoik asit, sakkaroz ve parçalanmış mantar yada muhtelif kirleticilerden hazırlanmış 3 gr karışım haldeki numuneyi 150 ml lik bir beher içine koyarak 25 ml su ilave ediniz. Karışımı kaynayana kadar ısıtınız. Bütün katı çözününceye kadar yavaş yavaş her seferinde bir kaç ml sıcak su ilave ediniz. Sıcak su ilavesi yapılırken karışımın sıcaklığını 90°C nin üstünde tutunuz. Ne kadar suya ihtiyaç duyduunuz ? Ne kadar suya ihtiyaç duyulması gerekir di ? Bu soruya yaklaşık cevabı "Chemical Handbooks' kitaplarında verilen çözünürlük listelerinde benzoik asitin çözünürlük verilerinden bulabilirsiniz.

Bütün katı çözününce, sıcak karışımı süzgeç kağıdı yardımıyla bir beher içine süzünüz(Şekil-9).



Şekil 9. Süzme ve Kristallendirme

Bu işlem sırasında hunide kristal meydana gelirse süzüntüyü ısıtarak süzme işlemini yenileyiniz. Bütün sıvı süzülünce huniyi uzaklaştırınız ve artığı süzgeç kağıdı ile birlikte çöp kutusuna atın. Artık nedir ? Sıcak çözelti içinde ne vardır ?

Beheri bir soğuk su banyosuna koyarak soğutunuz ve kristallenme bitinceye kadar bekleyiniz. Daha fazla benzoik asit çöktürmek için beheri 10 dakika buz banyosuna daldırınız. Daha sonra kristalleri süzmek için buchner hunisindeki süzgeç kağıdını (Şekil 7) birkaç damla çözücü ile ıslatınız ve karışımı buchner hunisinden vakum yardımıyla süzünüz. Su ile iki defa yıkayınız. Süzüntüde ne vardır ? Su tamamen süzülünce buchner hunisini vakumdan ayırınız, kristalleri süzgeç kağıdı üzerine yayın kurumaya bırakınız. Saf ürünün erime noktasını bulunuz. Kuru benzoik asidi tartınız ve ilgililere teslim ediniz.

3- Bir çözücü çiftinde kristallendirme : Safsızlık olarak metil oranj ihtiva eden 3 gr gayri saf p-dibrom benzen alınız. Saf olmayan bu karışımın erime noktası aralığını tayin ediniz. Bu katıyı içinde 15 ml etanol bulunan 50 ml lik bir behere koyunuz, beheri önceden ısıtılmış bir su banyosuna daldırınız ve bir yakıcıdan uzak olduğunu kontrol ediniz. Karışımı, katı tamamen çözününceye kadar karıştırınız. Her hangi bir çözünmemiş tortu gözlenirse sıcak çözeltiyi süzünüz ve kalıntıyı atınız. Beheri tekrar sıcak su banyosuna koyunuz. Yavaşça çözelti bulanıncaya kadar sıcak su ilave ediniz. Eğer çözelti karıştırıldığı zaman yeniden berrak olmuyorsa su banyosu üzerindeki sıcak karışıma damla damla bulanıklık kayboluncaya kadar etanol ilave ediniz. Daha sonra küçük porsiyonlar halinde 0,5 gr renk giderici karbon (aktif kömür) ilave ediniz, yeniden ısıtınız, karıştırınız ve süzünüz. Beheri soğuk su banyosuna koyarak oda sıcaklığına kadar soğutunuz, daha sonra 10 dakika bir buz banyosuna daldırarak dahada soğutunuz. Kristalleri önce anlatıldığı şekilde buchner hunisinden süzünüz. Vakumu keserek süzme işlemini durdurunuz. Süzüntüyü, geriye, tekrar behere dökünüz. Beheri çalkalayarak kalan kristalleri süzgeç kağıdına aktarınız. Yeniden vakumu çalıştırarak, kristaller tamamen çözücüden ayrıluncaya kadar süzünüz. Su trompunu kapayınız ve p-dibrom benzeni 4 ml soğuk etanol-su karışımıyla yıkayınız. Bir dakika bekleyiniz ve çözücüü tekrar vakumla

uzaklaştırınız. Kristalleri süzgeç kağıdı üzerinde kurutunuz. Saf katının erime noktasını tayin ediniz, tartınız ve teslim ediniz.

Deney Raporu**Deney 2** : Kristallendirme

Adı ve Soyadı :

Tarih : ../../.....

Deneyin Amaçları :

Çözücü Seçimi :

	Su		Etanol		Benzen		Etil asetat	
	Soğuk	Sıcak	Soğuk	Sıcak	Soğuk	Sıcak	Soğuk	Sıcak
Naftalin								
Aspirin								
Asetamit								
Sakkaroz								
Benzoik asit								

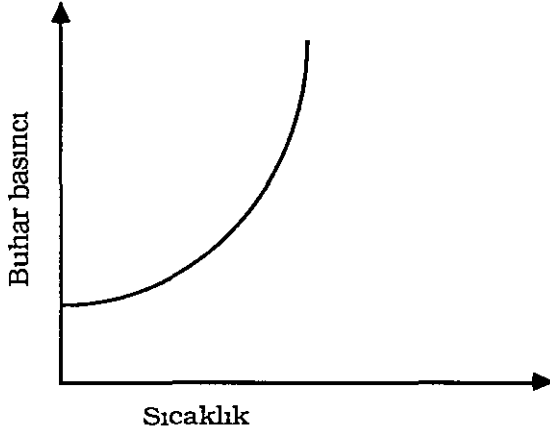
Aşağıdaki maddeleri yeniden kristallendirmek için hangi çözücü uygundur ?

Naftalin _____
Aspirin _____
Asetamit _____
Sakkaroz _____
Benzoik asit _____

Deney 3 : Destilasyon

Bir sıvının kaynama noktası buhar basıncının dış basınca eşit olduğu sıcaklık olarak tanımlanır. Dış basınç 760 mm Hg ise, bir madde, buhar basıncı bu basınca eriştiği zaman kaynar. Söz gelimi su, dış basınç 760 mmHg olduğu zaman 100°C de kaynar. Diğer bir ifadeyle su, 100°C de 760 mmHg buhar basıncına sahiptir. Eğer bir destilasyon düzeneğinde basınç 526 mmHg'ya düşürülürse su 90°C de kaynar. Basınç 9,2 mmHg ya düşürülürse kaynama noktası 10°C a kadar düşer.

Buhar basıncının sıcaklıkla değişimi şekilde verilmiştir



Bir sıvının kaynatılması ile oluşan buharların bir soğutucudan geçirilerek sıvılaştırılması işlemine destilasyon (damıtma) denilir. Bu teknikle, kaynama noktaları birbirinden farklı iki sıvıdan oluşan bir karışımı birbirinden ayırmak mümkün olur. Destilasyon, bir organik madde ve çözücüyü saflaştırmak içinde kullanılan bir methodur. Sıvının kaynama noktası 150°C nin altında olduğu zaman, atmosfer basıncında destilasyon yapılır.

Kaynama noktası 150°C nin üzerinde olduğu zaman, destilasyonun vakumda yapılması gerekir. Çünkü, organik maddelerin bir çoğu 150°C nin üzerindeki sıcaklıklarda bozunur. Düşük basınçta yapılan destilasyonlara vakum destilasyonu denir.

Genel ve Analitik Kimya'da organik bileşiklerin özelliklerini öğrenmek için çok az fırsat vardır. İlk defa organik laboratuvarına giren öğrenciler, şahsi güvenliklerinin organik maddeleri doğru kullanmalarına

bağlı olduğunu ve bir olay yada kıvılcım varlığında kimyasal bileşiklerin nasıl reaksiyon göstereceğini kesinlikle bilmelidirler (yanıcıdır, yanmaksızın buharlaşır, patlayıcıdır v.s).

Laboratuvarda çalışan bir öğrenci için en büyük problem daha önceki bir tarihte öğrenilmiş bilgilerin hatırlanması işidir. Söz gelimi, bir tarihte benzenin yanıcı bir sıvı olduğunu ve alev yakınına konmaması gerektiğini öğrenebilirsiniz. Buna rağmen daha sonraki bir tarihte çalışırken kendinizi alev içinde bulabilirsiniz. Onun için geçmiş bilgilerin hatırlanması gerekmektedir.

Meseleleri topyekün hatırlama elbette güçtür. Fakat bir kişinin güvenliği söz konusu olduğunda, bir konunun unutulması gerçek bir güçlüğe yol açabilir. Bu yüzden çalışmak üzere laboratuvara güvenle girebilecek cesareti kendinizde buluncaya kadar ilgili konuyu tekrar tekrar öğreniniz. Bu uyarılar sadece yangın tehlikesine karşı değil aynı zamanda zehirli gazlar sıvılar yada katılarla çalışma, kırılan cam malzemenin meydana getireceği tehlikelerle de ilgilidir.

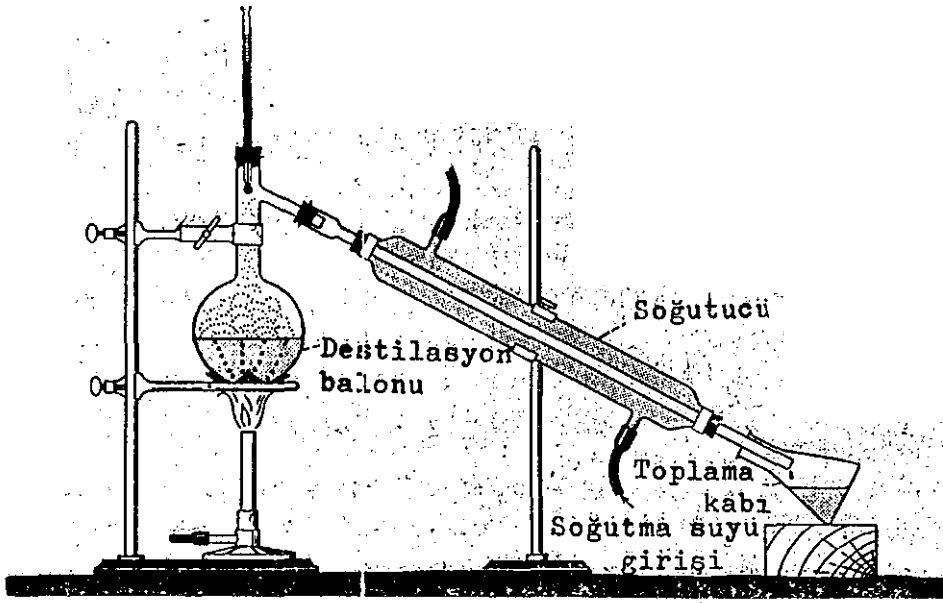
Deneyin yapılışı :

1- Bazı Organik Bileşiklerin Yanıcılığı : Test tüpü içine 3 damla test sıvısından koyunuz. 30 ml lik bir beherde 15 ml su ısıtınız. Su kaynayınca alevi uzaklaştırınız. Test tüpünü beher içine koyunuz. Sonra alevi, bileşik buharları tutuşuncaya kadar tüpün ağzına tutunuz. Alevin görünüşünü gözleyiniz. Bileşiğin şiddetli bir şekilde yanmasını sağlamak için bunzen bekini beherin altına koymak yararlı olabilir. Aşağıdaki bileşiklerin herbiri için bu testi uygulayınız.

Bileşik	Alev'in görünüşü
Etil alkol	-----
Etil asetat	-----
Petrol eteri	-----
Benzen	-----

2-Isı Etkisi : Bazı organik bileşikler ısıtıldıklarında yanarak kömürleşir, bazıları bozunmaksızın buharlaşırlar. Bazı katılar süblimleşir, yani katı halden doğrudan gaz haline geçer. Bu gaz, soğutmayla tekrar katı hale geçer. **1)** Bir test tüpüne 5 damla etanol koyun ve bu tüpü birkaç dakika kaynayan bir su banyosunda bekletin. Gözlenen sonucu kaydediniz. **2)** 0,1 gr sakkarozu bir buharlaştırma tabağında ısıtınız. Sonucu kaydediniz. **3)** 0,05 gr benzoik asidi orta boy bir test tüpüne koyunuz ve tüpün altından 2,5 cm uzakta tutulan küçük bir alevde ısıtınız. Aşırı ısıtmayınız ve buharların tüpten dışarı çıkmamasına dikkat ediniz.

3-Destilasyon : **1-** Bir bunzen beki demir bir spor tablası üzerine koyunuz. Bunzen bekinin 3-4 cm yüksekliğine gelecek şekilde spora takınız ve üzerine de bir tel amyant koyunuz. Şekilde görülen destilasyon düzeneğini tamamlayınız. Destilasyon düzeneği baştan sona kuru olmalıdır, niçin ?



Şekil 10. Bir normal (adi) destilasyon düzeneği

50 ml lik bir destilasyon balonuna 20 ml CCl_4 koyunuz. Bu halojenürü az bir miktar renklendirici ile renklendiriniz. Hiç bir zaman

yarıdan fazla doldurulmuş bir balonla destilasyon yapmayınız, niçin ? Termometrenin, civa haznesinin yan çıkış borusunun hemen altında olmasına dikkat ediniz. Sıvının patlamasına yada soğutucuya sıçramasına neden olan aşırı ısınma ihtimalini azaltmak için birkaç parça gözenekli tabak kırıklarını destilasyon balonuna atınız. Bağlantıları yapmak için mantar kullanınız ve balonu tel amyant üzerine destekleyerek tutturunuz. Sonra balonu küçük bir alevle soğutucudan toplama kabına saniyede birkaç damla yoğunlaşmış sıvı düşecek şekilde ısıtınız. Bunzen bekini elde tutmayınız. Yoğunlaşan sıvı toplandıkça, hacim ve sıcaklık değerleri arasında bir grafik çiziniz. Sıvının en fazlasının destillendiği sıcaklığı kaynama noktası olarak kaydediniz. Destilasyon balonunda 2-3 ml sıvı kaldığı zaman destilasyona son veriniz. Kaynama noktasını ve atmosfer basıncını kaydediniz. CCl_4 için literatür veya Handbook daki kaynama noktasına bakınız.

2- Aynı düzeneği kullanarak 20 ml kerosen (gaz yağı) ile aynı işlemi tekrarlayınız. Toplanan sıvının hacmine karşılık, sıcaklık eğirisini çiziniz. Gözlenen kaynama noktası aralığını kaydediniz.

Deney Raporu

Deney 3 : Destilasyon

Adı Soyadı :

Tarih : / /

Deneyin amaçları

1-Yanıcılık : Alevin görünüşünü tarif ediniz.

Etil alkol -----

Etil asetat -----

Petrol eteri -----

Benzen -----

2-Isı etkisi

Etanol -----

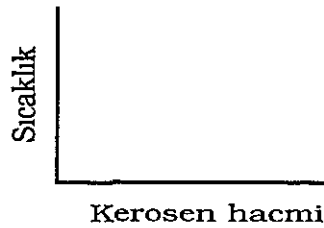
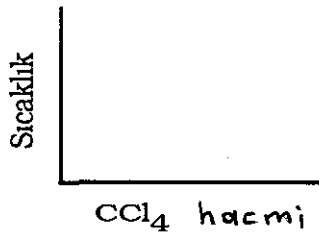
Sakkaroz -----

Benzoik asit -----

3-Destilasyon

<u>Madde</u>	<u>K.n. aralığı</u>	<u>Literatürdeki K.n</u>	<u>Destilasyon H.</u>	<u>% verim</u>
CCl ₄	-----	-----	-----	-----
Kerosen	-----	-----	-----	-----

Hangi madde daha saf görünüyor ?



Deney 4 : Su Buharı Destilasyonu :

Deney 3'de bir bileşiğin kaynama noktasının dış basınca bağlı olduğu söylenmişti. Yani, destilasyon sistemi içindeki basınç düşürülürse, destile edilen bileşiğin kaynama noktasında bir düşüş gözlenir. Düşük basınçta yapılan bu işleme düşük basınçlı yada vakum destilasyonu denir.

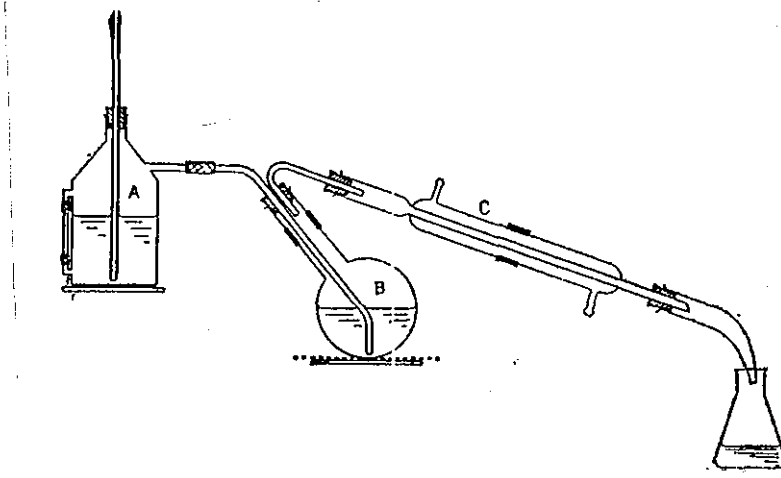
Destilasyon sırasında basınçta bir indirgeme olmamasına rağmen buhar destilasyonunu, vakum destilasyonu ile karşılaştırabiliriz. p-Diklor benzen ve su gibi birbirleriyle karışmayan iki sıvı birlikte ısıtıldıkları zaman, herbiri diğerinden bağımsız olarak kendi buhar basıncını gösterir. Her iki maddenin buhar basınçları toplamı, dış basınca eşit olduğu zaman karışım kaynar. Su ve p-diklor benzenden ibaret bir karışım 760 mm Hg da 99,1 °C da kaynar. Bu sıcaklıkta karışımdaki organik bileşiğin kısmi basıncı, yaklaşık 24 mm Hg, suyunki ise 736 mmHg dir. Şayet uygun bir zaman periyodunda destilasyonun yapılması isteniyorsa, destile edilen bileşiğin, karışımın kaynama noktasında hissedilir bir buhar basıncına sahip olması gerekir. Su ve p-diklor benzen destilatı, su ve p-diklor benzeni 736/24 molar oranında ihtiva eder. Çünkü, destilat içindeki bileşenlerin moleküler oranı, kaynayan karışımdaki buhar basınçlarının oranına eşittir (Dalton kanunu). Ağırlık olarak oran 24×147 (p-diklor benzenin molekül ağırlığı) = 3528 gr p-diklorbenzen ve $736 \times 18 = 13248$ gr su yada iki bileşik; 1 kısım p-diklor benzen ve 4 kısım su ağırlık oranlarında destillenirler. Gayet tabii bu elverişli oran sadece organik bileşik yüksek bir molekül ağırlığına ve en azından 100°C da 10-20 mmHg lik bir buhar basıncına sahipse mümkündür.

Buhar destilasyonları genellikle 100°C de en azından 5 mmHg lik bir buhar basıncına sahip ve suda çözünmeyen bileşikler için uygulanır. Aynı zamanda kaynama noktasında kararlı olmayan ve su buharıyla etkileşmeyen bileşikler bu yolla saflaştırılabilir. Ayrıca, su buharı destilasyonu uçucu olmayan katılardan uçucu olan safsızlıkları uzaklaştırmak yada katranımsı reaksiyonlardan suda çözünmeyen uçucuları uzaklaştırmak içinde kullanılabilir. Yine bu yolla uçucu

olmayan ürünlerden az miktardaki su artıkları çok uçucu benzen katılması ve ısıtılmasıyla uzaklaştırılabilir.

Bu deneyde k.n 173 °C olmasına karşılık p-diklor benzen yaklaşık 100°C da su buharıyla uzaklaştırılmaktadır.

Deneyin Yapılışı : Şekilde görüldüğü gibi su buharı destilasyon düzeneğini kurunuz (Şekil.11).



Şekil 11. Su Buharı Destilasyonu Düzeneği

Düzenek esas itibariyle üç kısımdan oluşmaktadır. A Kabında bulunan suyun ısıtılması ile oluşan su buharı bir cam boru içerisinden ve B kabından geçerken, beraberinde sürüklediği bileşik ile birlikte, C soğutucusunda yoğunlaşır. B kabında, su buharının bir kısmının yoğunlaşması sonucu, zamanla bir hacim artması görülebilir. Bu nedenle B kabının da, bir bek alevi ile, ısıtılması gereklidir. Soğutucuda yoğunlaşan bileşik, katı bir bileşik ise, soğutucunun çıkış borusunu tıkayabilir. Böyle durumlarda soğutucudan su geçirilme işlemine kısa bir zaman için ara verilmelidir. A kabına, suyun dibine kadar uzanan bir emniyet borusu takılmalıdır.

İki gram saf p-diklor benzen tartınız. Safsızlık olarak biraz şeker yada başka uçucu olamayan maddeler katılabilir. Karışımın erime noktasını bulunuz. Sonra karışımı B kabına alınız ve üzerine 40-50 ml su koyunuz. Karışımındaki p-diklor benzen eriyinceye kadar B kabını

ısıtınız ve düzeneğe monte ediniz. B kabına giden buhar borusunun ucunun sıvı içinde olmasına dikkat ediniz. Buhar jeneratörünüzü ısıtınız ve bütün p-diklor benzen destilleninceye kadar destilasyona devam ediniz. Toplama kabındaki karışımı soğutunuz ve düzeneği sökünüz. p-Diklor benzeni vakumda süzünüz. Süzgeç kağıtları arasına bastırarak bileşiği kurutunuz, tartınız, erime noktasını bulunuz ve ilgililere teslim ediniz. p-Diklor benzeni ağzı açık kapta tutmayınız. Çünkü buharlaşır.

Deney Raporu**Deney 4 : Su buharı Destilasyonu**

Adı ve Soyadı :

Tarih : / /

Deneyin amaçları

1- Erime noktaları

- a) Ham numune
- b) Saflaştırılmış numune.....
- c) Literatür değeri.....

2- Buhar destilasyonu ile saf p-diklor benzen eldesi

- a) 2 gram ham p-diklor benzenden geri kazanılan miktar
- b) Geriye kazanılması gereken miktar
- c) Geriye kazanılma yüzdesi

Deney 5 : Fraksiyonlu Destilasyon

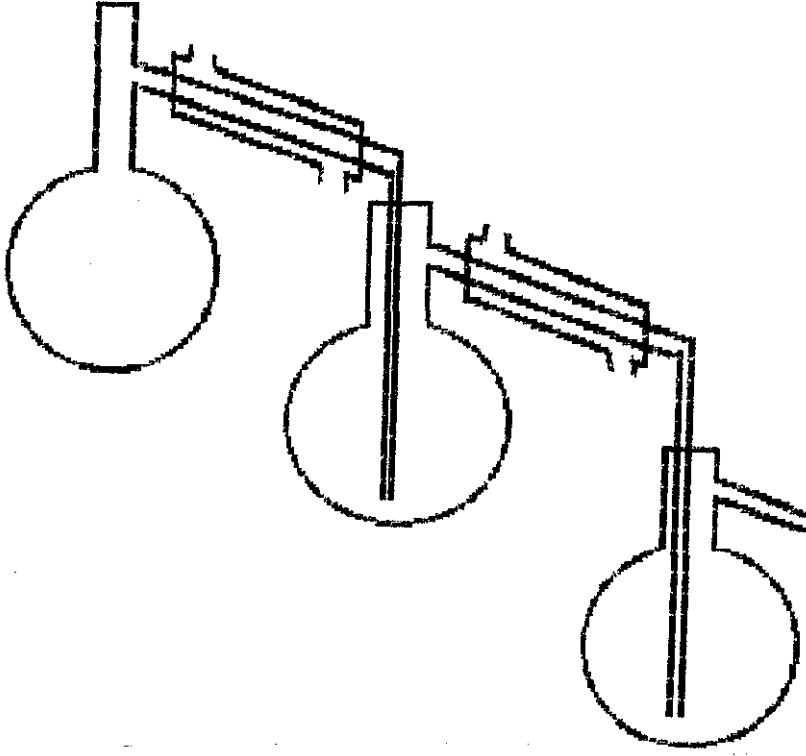
Destilasyon uçuculuk farklarından faydalanarak yapılan ayırma işlemi olarak tanımlanabilir. İşlem sırasında uçucu bileşinin konsantrasyonu buhar fazında, uçuculuğu az olan bileşenin konsantrasyonunda sıvı fazında artar.

Normal destilasyon işleminde çözeltiyi oluşturan sıvıların kaynama noktaları birbirlerinden belirgin bir şekilde farklıdır. Kaynama noktaları arasında görülen büyük farklar sıvıların uçuculukları arasında da büyük farklar meydana getirir. Kaynama noktası yüksek olan sıvının uçuculuğu (yani buhar basıncı) düşüktür. Tersine olarak kaynama noktası düşük olan sıvısında uçuculuğu (yani buhar basıncı) yüksektir. Bu ifadelerden kaynama noktaları ile buhar basınçları arasında ters bir bağıntının olduğu görülmektedir.

Kaynama noktaları birbirlerinden oldukça farklı olan maddeler destillendiği zaman buhar fazı kaynama noktası düşük olan faz açısından zenginleşir ve destilasyon sonucunda yüksek verimle uçucu faz destillenirken destilasyon kabında da kaynama noktası yüksek olan faz kalır. Bu şekilde iki sıvı bileşen birbirinden ayrılmış olur.

Eğer karışımı oluşturan sıvıların kaynama noktaları birbirine çok yakın ise ne olur ? Uçuculuklar birbirine çok yakın olacağından sıvı fazın bileşimi ile buhar fazının bileşimi birbirine çok yakın olur. Böyle sıvı karışımlarını birbirinden normal destilasyon yoluyla ayırmak zordur. İşte böyle sıvıları destilasyon yoluyla ayırmak için fraksiyonlu destilasyon denilen bir destilasyon türü kullanılır.

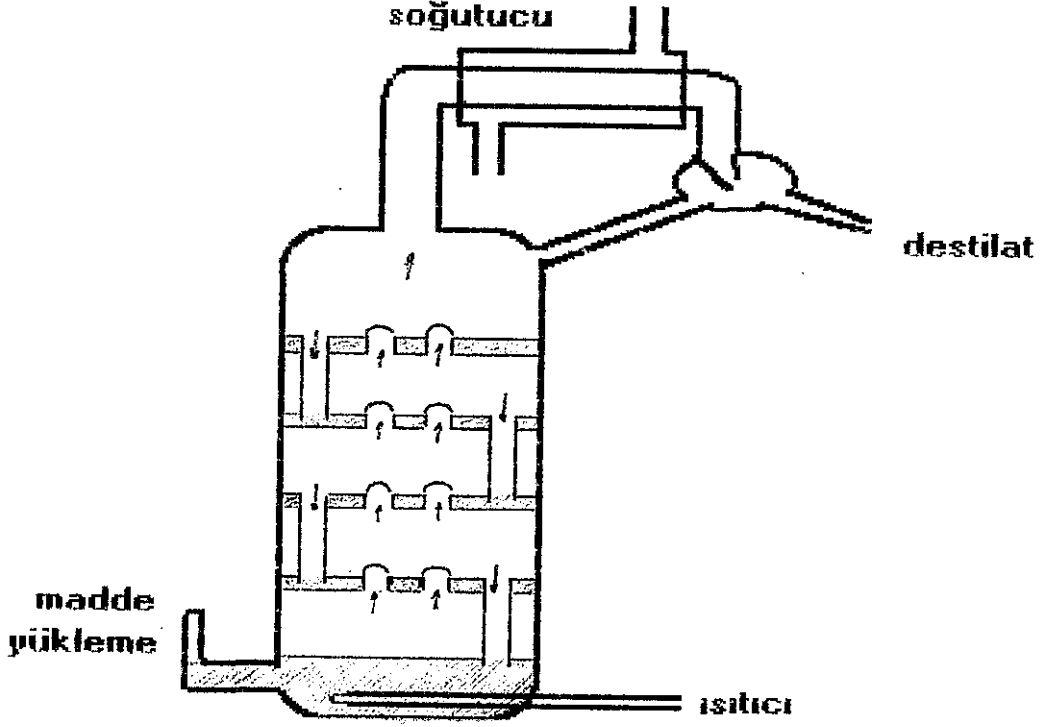
Bu bilgilerin ışığı altında fraksiyonlu destilasyon "kaynama noktaları birbirlerine yakın olan sıvıların birbirinden ayrılması için uygulanan bir destilasyon türü olarak" tanımlanabilir. Ve fraksiyonlu destilasyon normal destilasyonun birden fazla ve sürekli olarak tekrarlanması şeklinde düşünülebilir (Şekil 12).



Şekil.12 . Fraksiyonlu Destilasyonun, normal destilasyonlar şeklinde dizayn edilmiş görünüşü.

Şekil 12 incelendiğinde birinci kabın buhar fazının ikinci kabın sıvı fazını oluşturduğu ve ikinci kabın buharında üçüncü kab için sıvı faz olduğu görülür. Bu şekilde buhar fazı sürekli olarak sıvılaşır yeniden destillenmektedir. Şekil 12'deki gibi bir düzeneği kurup çalıştırmak pratik olarak zor olduğundan endüstriyel uygulamalarda (petrol ve yağ rafinasyonu v.b) Şekil 13'de şematik olarak görülen ve "fraksiyon kulesi" adı verilen sistemler kullanılır.

Bu sistemin en alt kısmı karışımın yüklendiği kısımdır. Her üst raf ve raftaki sıvı kısım alttan gelen buhar için soğutucu görevini görürken, alttan gelen buhar da üstteki raf sistemi için ısıtıcı görevini görür. İşlem raflarda saf bileşenler elde edilinceye kadar devam eder.



Şekil.13. Fraksiyon kulesi

Bir sıvı karışımının üzerindeki buhar fazının bileşimi Roul't kanunu ile belirlenebilir. Bu kanun yardımıyla biz laboratuvar şartlarımız için bir sıvı karışımını kaç destilasyon sonucunda saf olarak elde edebileceğimizi hesaplayabiliriz. Fizikokimyasal hesaplamalar sonucu destilasyon kulesinin yüksekliğinin ne kadar olması gerektiği ve plaka sayısında hesaplanabilir.

Burada iki farklı durum için Roul't kanunu hesaplaması yapacağız.

Örnek 1. 30°C da dietil eter ve toluen mol kesirleri 0,50 olacak şekilde karıştırılmıştır. Bir destilasyon sonucunda bileşenlerin yüzdeleri nasıl değişir ?

Bileşenler :	Dietil Eter	Toluen
	K.n : 33 °C	K.n : 111 °C
	$P^0_{\text{eter}} : \text{mm Hg}$	$P^0_{\text{toluen}} : 36,7 \text{ mmHg}$
	$X_{\text{eter}} : 0,5$	$X_{\text{toluen}} : 0,5$
	$t = 30 \text{ °C}$	$t = 30 \text{ °C}$

Görüldüğü gibi kaynama noktaları arasında :

$$\Delta K_n = 111 - 33 = 78 \text{ °C}$$

lık bir fark vardır. Buna bağlı olarak buhar basınçları arasında da büyük fark vardır.

Önce bileşinlerin kısmi buhar basınçlarını hesaplayalım.

$$\begin{aligned} P_{\text{eter}} &= X_{\text{eter}} \cdot P^0_{\text{eter}} \\ &= 0,5 \times 646 \\ &= 323 \text{ mmHg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} P_{\text{toluen}} &= X_{\text{toluen}} \cdot P^0_{\text{toluen}} \\ &= 0,5 \times 36,7 \\ &= 18,35 \text{ mmHg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} P_{\text{toplam}} &= P_{\text{eter}} + P_{\text{toluen}} \\ &= 323 + 18,35 \\ &= 341,35 \text{ mmHg} \end{aligned}$$

Roult kanunu

Şimdi de buhar fazının bileşimini hesaplayalım.

$$\begin{aligned} Y_{\text{eter}} &= \frac{P_{\text{eter}}}{P_{\text{toplam}}} = \frac{323}{341,35} \\ &= 0,95 \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} Y_{\text{toluen}} &= \frac{P_{\text{toluen}}}{P_{\text{toplam}}} = \frac{18,35}{341,35} \\ &= 0,05 \end{aligned}$$

Görüldüğü gibi bir destilasyon sonunda tolueinin bileşimdeki oranı % 50'den % 5'e düşmektedir. Bu sistem normal destilasyon yoluyla birbirinden ayrılabilir.

Şimdi ise kaynama noktaları birbirine yakın olan çözücülerden oluşan bir sistem için aynı işlemleri yapalım.

Örnek 2. 30°C'ta toluein ve su mol kesirleri 0,5 olacak şekilde

karıştırılmışlardır. Bir destilasyon sonucunda bileşinlerin yüzdeleri nasıl değişir ?

Bileşenler :	Toluen	Su
	K.n : 111 °C	K.n : 100 °C
	$P^0_{\text{toluen}} : 36,7 \text{ mm Hg}$	$P^0_{\text{H}_2\text{O}} : 31,8 \text{ mmHg}$
	$X_{\text{tolu}} : 0,5$	$X_{\text{H}_2\text{O}} : 0,5$
	$t : 30 \text{ °C}$	$t : 30 \text{ °C}$

iki bileşenin kaynama noktaları arasında :

$$\Delta K_n = 111 - 100 = 11 \text{ °C}$$

lık bir fark vardır. Bu farka bağlı olarak buhar basınçları arasındaki fark da azdır.

Yine ilk olarak kısmi basınçları hesaplayalım :

$$\begin{aligned} P_{\text{tolu}} &= P^0_{\text{tolu}} \cdot X_{\text{tolu}} & P_{\text{H}_2\text{O}} &= P^0_{\text{H}_2\text{O}} \cdot X_{\text{H}_2\text{O}} \\ &= 36,7 \cdot 0,5 & &= 31,8 \cdot 0,5 \\ &= 18,35 \text{ mmHg} & &= 15,9 \text{ mmHg} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} P_{\text{top}} &= P_{\text{tolu}} + P_{\text{H}_2\text{O}} = 18,35 + 15,9 \\ &= 34,25 \text{ mmHg.} \end{aligned}$$

Şimdi ise buhar fazının bileşimine bakalım :

$$\begin{aligned} Y_{\text{tolu}} &= \frac{P_{\text{tolu}}}{P_{\text{toplam}}} = \frac{18,35}{34,25} & Y_{\text{H}_2\text{O}} &= \frac{P_{\text{H}_2\text{O}}}{P_{\text{toplam}}} = \frac{15,9}{34,25} \\ &= 0,54 & &= 0,46 \end{aligned}$$

Görüldüğü gibi % bileşimler % 50'den % 54'e ve % 50'den % 46'ya olmak üzere çok küçük değişimler göstermektedir. Bu durumda bu maddelerin destilasyon yoluyla saflaştırılması için normal destilasyonun değilde fraksiyonlu destilasyon metodunun uygulanması gerekir.

Deneyin Yapılışı :

Bu deneyde iki çalışma yapacaksınız :

A

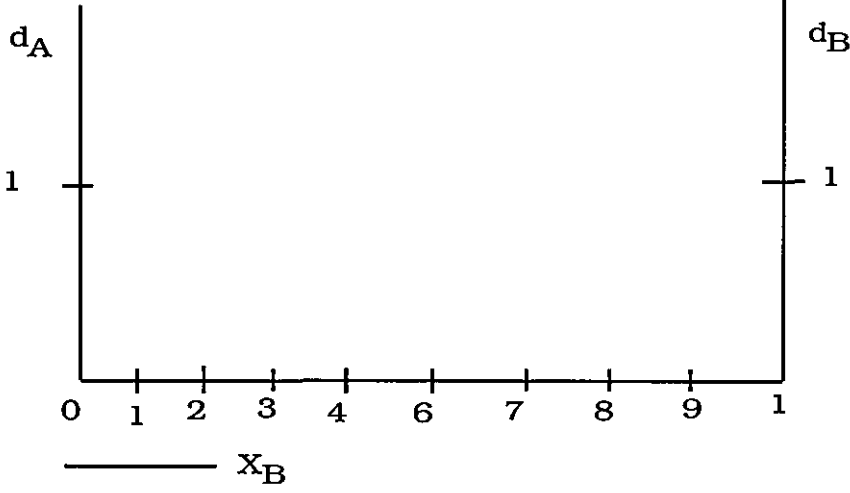
Bu bölümde aşağıda belirtilen malzemelere ihtiyacınız olacaktır.

- 1- Destillemeniz gereken karışımı oluşturan saf çözücüler
- 2- Bir mezür
- 3- Bir terazi

Burada saf çözücülerle konsantrasyonları belli karışımlar oluşturarak bir standart grafik çizeceksiniz. Bu grafik için aşağıdaki yüzdelerde karışımlar hazırlayarak yoğunluklarını bulmanız,

ÇÖZÜCÜLER		
X_A	X_B	$d_{\text{karışım}}$
1	0	$d_1 = d_A$
0,9	0,1	d_2
0,8	0,2	d_3
0,7	0,3	d_4
0,6	0,4	d_5
0,5	0,5	d_6
0,4	0,6	d_7
0,3	0,7	d_8
0,2	0,8	d_9
0,1	0,9	d_{10}
0	1	$d_{11} = d_B$

daha sonrada bu standart karışımlar ve yoğunluklarından faydalanarak aşağıda gösterilen grafiği çizmeniz gerekmektedir.



Çizdiğiniz bu grafiği deneyin B kısmında bulacağınız yoğunluklara karşılık gelen karışım yüzdelerinin tayininde kullanacaksınız.

B

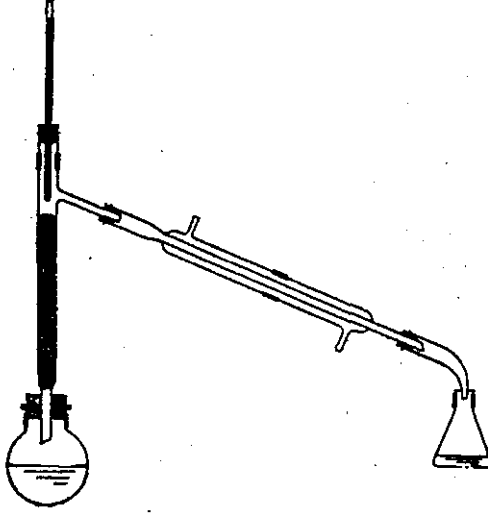
Deneyin bu kısmında size :

- 1- Bir bunzen beki
- 2- Bir üç ayak
- 3- Amyantlı tel
- 4- Reaksiyon balonu (250 ml'lik)
- 5- Fraksiyon kulesi (içi cam boncuklarıyla doldurulmuş bullu soğutucu)
- 6- Bir termometre
- 7- Bir yatay soğutucu
- 8- Bir mezür
- 9- On tane de deney tüpü gerekecektir.

Gerekli malzemeleri aldıktan sonra Şekil 14'de görülen deney düzeneğini kurunuz. Size verilen destillenecek karışımı oluşturan maddelerin kaynama noktalarını öğreniniz. Deneye başlamadan önce karışımınızın hacmini ölçünüz. Bulduğunuz değeri ona bölünüz. Elde ettiğiniz hacim değeri toplamanız gereken destilat hacmini göstermektedir.

Karışımı balona koyup ısıtmaya başlayınız soğutucudan ilk

destilatın geldiđi sıcaklıđı kaydediniz ve toplamanız gereken destilat hacmi dolunca son sıcaklıđı da kaydediniz.



Şekil.14. Fraksiyonlu destilasyon deneyi düzeneđi

Bu şekilde ilk ve son sıcaklıklarını kaydederek on fonksiyon toplayınız.

Topladıđınız her fonksiyonun ađırlıđını tartarak bulunuz ve hacmi belirli olduđu için yođunluđunu bulunuz (Eđer balon içinde kalan çözücü olursa sistemin sođumasını bekleyip onu da alıp hacmini, ađırlıđını ve yođunluđunu bulunuz).

Bulduđunuz yođunluklardan, deneyin A kısmında çizdiđiniz standart grafik yardımıyla her fraksiyonun % bileşimini tayin ediniz.

Elde ettiđiniz sonuçları raporunuzda belirtiniz.

Deney 6 : Ekstraksiyon

Bir maddenin birbiri ile karışmayan iki faz arasında transfer edilmesi işlemine ekstraksiyon denir. Ekstraksiyon işleminde bazı önemli noktalar vardır. Bunlar şöyle sıralanabilir :

1- Ekstraksiyon işleminde kullanılan fazlar birbirleri ile karışmamalıdır.

2- Ekstrakte edilen madde ve fazlar arasında ve fazlarla fazlar arasında kimyasal reaksiyonlar oluşmamalıdır.

Ekstraksiyon :

- a) sıvı-sıvı ekstraksiyonu
- b) sıvı-katı ekstraksiyonu
- c) sıvı-gaz ekstraksiyonu
- d) gaz-katı ekstraksiyonu
- e) katı-katı ekstraksiyonu

olarak beşe ayrılır. Biz bu deneyde sıvı-sıvı ekstraksiyonu ile ilgileneceğiz.

Bir ekstraksiyon işleminde her iki fazda çözünen aynı maddenin fazlardaki konsantrasyonun birbirlerine oranı aynı şartlarda sabittir ve dağılım katsayısı olarak bilinir. Yani :

$$K = \frac{C_A}{C_B} = \frac{C_{\text{organik faz}}}{C_{\text{anorganik faz}}}$$

Burada; K : dağılım katsayısı

C_A : A fazındaki madde konsantrasyonu

C_B : B fazındaki madde konsantrasyonu

Bir ekstraksiyon işleminde kazanılan madde miktarı ekstraksiyon işleminde kullanılan çözücünün hacminin artması ile değil tekrar sayısının artması ile artar. Bu konu şu şekilde açıklanabilir, 100 ml su içinde 1 gram madde çözüldüğünü ve bu maddenin 100 ml eterle ekstrakte edileceğini düşünelim. Bu 100 ml eter toplamları 100 ml olacak şekilde farklı hacimlerde kullanılabilir :

- a) 1 x 100 ml
- b) 2 x 50 ml
- c) 4 x 25 ml v.b.

Eğer ekstraksiyonu 1x100 ml ile yaparsak kazanacağımız madde miktarı 10x10 ml eterle yapacağımız ekstraksiyonda kazanacağımız madde miktarına göre oldukça azdır. Bu sonucu bir örnekle görebiliriz.

Örnek 1 : Bir dikarboksilik asitin petrol eteri-su sistemi ile ekstraksiyonunda aşağıdaki sonuçlar elde edilmiştir.

a) Bir defa 50 ml petrol eteri ile ekstrakte edilmiş 20 ml çözelti için 42 ml 0,05 N NaOH kullanılmıştır.

b) Dört defa 10 ml petrol eteri ile ekstrakte edilmiş 20 ml çözelti için 13 ml 0,05 N NaOH kullanılmıştır.

Bu asit çözeltisinin ekstrakte edilmemiş 20 ml'lik çözeltisi için 55 ml 0,05 N NaOH harcanmıştır. Asidin meg : 0,118 g. dır.

Önce hiç ekstrakte edilmemiş 20 ml'lik çözelti içinde kaç gram asit olduğunu bulmalıyız.

$$\begin{aligned} (N.V)_{Baz} &= (g/meg)_{asit} \\ g_{asit} &= (N.V)_{Baz} \cdot meg_{asit} \\ &= 0,05 \cdot 55 \cdot 0,118 \\ &= 0,325 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} a) \ g'_{asit} &= 0,05 \cdot 42 \cdot 0,118 \\ &= 0,248 \text{ g} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} b) \ g''_{asit} &= 0,05 \cdot 13 \cdot 0,118 \\ &= 0,077 \text{ g} \end{aligned}$$

Hesaplamalar dikkat edilirse bir defa ekstraksiyon yapılıncaya organik faza geçen madde miktarı :

$\Delta g'_{\text{asit}} = 0,325 - 0,248 = 0,077$ gram iken dört defa yapılan ekstraksiyon sonucunda organik faza geçen madde miktarı :

$\Delta g'_{\text{asit}} = 0,325 - 0,077 = 0,248$ grama çıkmaktadır, yani 3,2 kat artmaktadır. Birinci halde maddenin % 24'ü ekstrakte edilirken ikinci halde maddenin % 76'sı ekstrakte edilmektedir.

Görüldüğü gibi tekrar sayısı ekstraksiyon verimini arttırmaktadır.

Deneyin Yapılışı :

Bu deneyde üç farklı deneme yapacağız :

A.Suda Çözünen Boyaları Ayırma :

Bu deneyde size aşağıda belirtilen madde ve malzemeler gerekecektir.

- 1- İki adet deney tüpü
- 2- Saf su
- 3- Dietil eter
- 4- Metilen mavisi
- 5- Metilen kırmızısı

Her iki deney tüpüne de 5 ml su koyunuz ve deney tüplerinden birincisine 5 damla metilen mavisi ikincisine ise 5 damla metilen kırmızısı indikatöründen damlatınız. Daha sonra her tüpün üzerine 5'er ml dietil eter ilave edip çalkalayınız. Fazların ayrılmasını bekleyiniz ve her iki tüpteki su ve eter fazlarının renklerini gözlemleyip gözlemlerinizi yazınız.

Son olarak iki tüpü birleştirip çalkalayınız ve neler gördüğünüzü kaydediniz.

Gözlemlerinizi açıklamaya çalışınız. Bu gözlemlere göre bu indikatörlerden hangisi dietil eter-su sistemi ile ekstrakte edilebilir.

Belirtiniz.

Deney sonunda eterli çözeltileri lavobaya döküp tüpleri yıkayınız.

B. Tuz İlavesinin Etkisi :

Bu deney için aşağıdaki maddelere ihtiyaç vardır :

- 1- İki tane deney tüpü
- 2- Saf su
- 3- Petrol eteri
- 4- Metilen mavisi
- 5- Suda çok çözünen (NaCl, KCl, NH₄Cl gibi) bir tuz

Deney tüplerinin her ikisine de 5'er ml su koyup üzerlerine 5'er damla metilen mavisi ve 5'er ml'de petrol eteri ilave edip sallayınız. Fazların ayrılmasını bekleyip fazların renklerini kontrol ediniz. Her iki tüptede şartları aynı olduğundan fazların renk şiddetleri de aynı olmalıdır.

Daha sonra tüplerden birine suda çok çözünen bir tuz ilave ederek su fazını doyurunuz her iki tüpüde çalkaladıktan sonra fazların ayrılması için bekleyip fazların renk şiddetlerini yeniden karşılaştırınız. Renk şiddetlerinde bir fark varmı ? Eğer varsa sebebi nedir ? Açıklayınız.

Tüpleri lavobaya döküp yıkayınız.

C. Dağılım Katsayılarının Tayini :

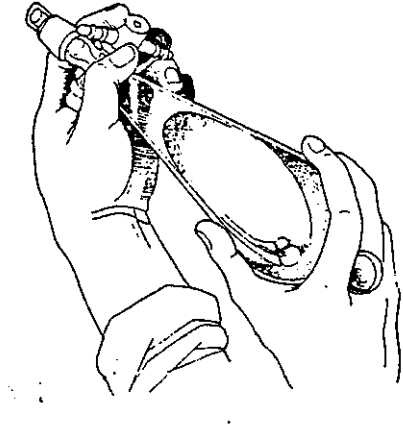
Bu deney için :

- 1- Bir ayırma hunisi
- 2- İki tane erlen (150 ml'lik)
- 3- Bir büret (50 ml'lik)
- 4- 1 L 0,005 N NaOH çözeltisi
- 5- Adipik asit (1 g, C₆H₁₀O₄)
- 6- Dietil eter
- 7- Fenolftalein gerekmektedir.

Deneye başlamadan önce erlenlerden birinde 100 ml % 1'lik adipik asit çözeltisi hazırlamanız gerekmektedir.

İlk olarak adipik asit çözeltisinden 20 ml alıp fenolftalein eşliğinde NaOH ile titre ediniz ve ne kadar baz harcadığınızı not ediniz. Bu değer sizin için bir referans noktası olacaktır.

İkinci olarak ayırma hunisini tel halkaya oturtup içine 20 ml adipik asit çözeltisi ve 20 ml dietil eter koyup Şekil 15'de görüldüğü gibi tutup çalkalayınız ayırma hunisinin alt kısmını yukarıya kaldırıp musluğunu açarak havasını boşaltınız. Huniyi tel halkaya yerleştirip fazların ayrılmasını bekleyiniz. Su fazını alıp eter fazını lavobaya boşaltınız. Su fazını fenol ftalein eşliğinde NaOH ile titre ediniz ve harcanan baz miktarını kaydediniz.



Şekil.15. Ayırma hunisinin tutuluş şekli

Eğer dikkat ederseniz hiç ekstrakte edilmemiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarı ekstrakte edilmiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarından fazladır. Bu iki değerden faydalanarak her iki fazda çözünen asit miktarları bulunabilir.

Hiç ekstrakte edilmemiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarına: V_A
 Ekstrakte edilmiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarına da : V_B
 dersek, Organik faza geçmiş asit için harcanması gereken baz miktarı da
 $:V_C = V_A - V_B$
 olarak bulunur. Kullandığımız asidin molekül ağırlığı ve bazımızın normalitesi ile hacmi bilindiğine göre her iki fazın konsantrasyonları ve dolayısıyla dağılım katsayıları hesaplanabilir. Bunun için aşağıdaki formül kullanılabilir.

$$(N.V)_{\text{Baz}} = (g/meg)_{\text{asit}}$$

N : Kullanılan bazın normalitesi

V : Kullanılan bazın hacmi

g : titre edilen asidin ağırlığı

meg : titre edilen asidin milieşdeğergramı

Bu formül düzenlenirse :

$$g_{\text{asit}} = (N.V)_{\text{baz}} \cdot meg_{\text{asit}}$$

formülü elde edilir. Bu formüllerden faydalanılarak organik ve anorganik fazlardaki asit konsantrasyonları bulunabilir. Buradan da dağılım katsayısı :

$$K = \frac{C_A}{C_B} = \frac{C_{\text{organik faz}}}{C_{\text{anorganik faz}}}$$

hesaplayabilirsiniz.

Deney Raporu**Deney 6 :Ekstraksiyon**

Adı Soyadı :

Tarih : / /

A. Suda çözünen boyaları ayırma

a) Gözlemler

b) Değerlendirme

B. Tuz ilavesinin etkisi

a) Gözlemler

b) Değerlendirme

C. Dağılım katsayısının tayinia) Ekstrakte edilmemiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarı : V_A b) 1. defa ekstrakte edilmiş asit çözeltisi için harcanan baz miktarı : V_{B1} c) 2. " " " " " " " " : V_{B2} d) 3. " " " " " " " " : V_{B3}

dağılım katsayılarının değeri :

 $K_1 : ?$ $K_2 : ?$ $K_3 : ?$

Deney 7: Süblimleşme

Bilindiği gibi maddenin normal şartlarda gözlemleyebileceğimiz üç hali vardır. Bu haller :

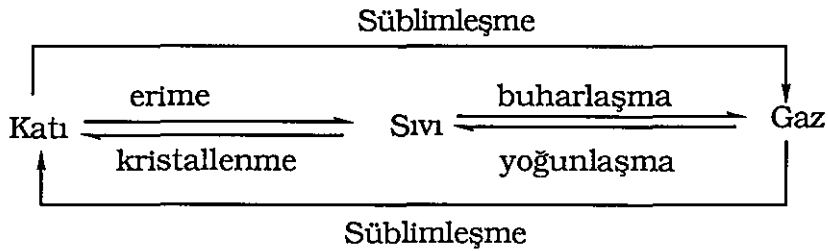
Katı hal ; Sıvı hal ve Gaz hal'dir.

Katı haldeki bir maddeye yeterli enerji verilirse eriyerek sıvı hale geçer. Sıvı haldeki maddeye de yeterli enerji verilirse buharlaşarak gaz fazına geçer.

Aynı şekilde gaz fazındaki bir maddeden yeterli miktarda enerji çekilirse madde önce yoğunlaşarak sıvı hale geçer. Sıvı haldeki maddeden de enerji çekilirse madde kristallenerek (katılaşarak) katı faza geçer.

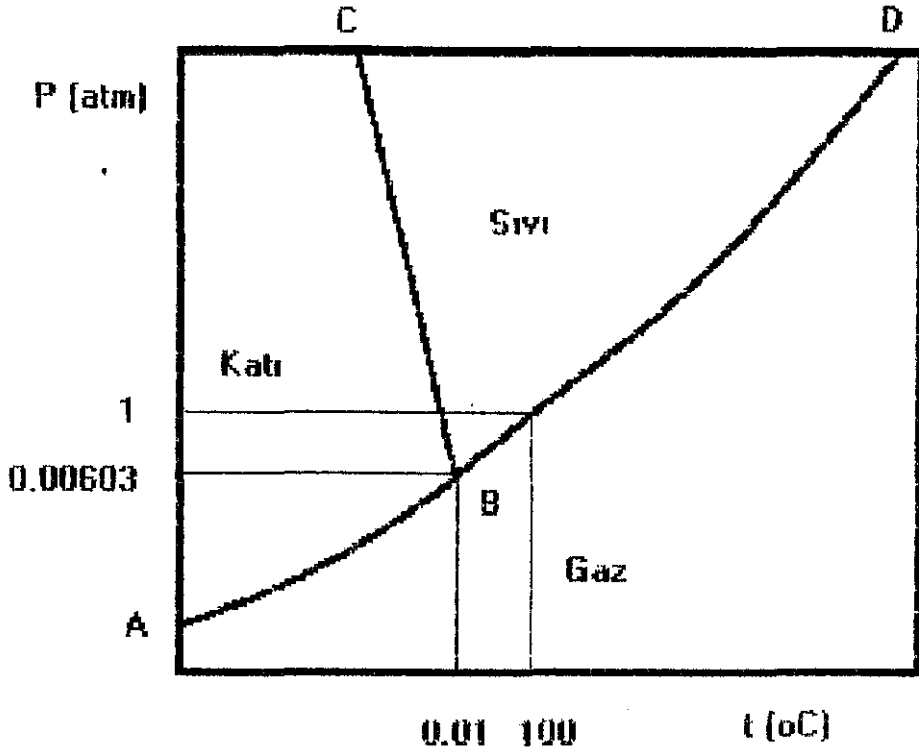
Her madde katı fazdan gaz fazına geçmek veya gaz fazdan, katı faza geçmek için yukarıda anlatılan yolu takip etmez. Bazı maddeler sıvı faza geçmeden (bu fazı atlayarak) direkt olarak katı fazdan gaz fazına, gaz fazdan da katı geçerler, işte bu geçişlere süblimleşme denir. Fazlar ve fazlar arası geçişlere verilen isimler aşağıdaki tabloda gösterilmiştir.

Tablo . 2 :Maddenin halleri ve hal değişimleri



Bir maddenin neden sıvılaşmayı değil de süblimleşmeyi tercih ettiğini anlamak için basınca karşı sıcaklık değerleri ile çizilen ve maddenin katı, sıvı ve gaz hallerinin birbirleri ile olan dengelerini gösteren faz diyagramlarını incelemek gerekir (Şekil 16).

Bu diyagram incelenirse A-B eğrisi boyunca maddenin katı hali ile gaz halinin, B-C eğrisi boyunca katı hali ile sıvı halinin ve B-D eğrisi boyunca sıvı hali ile gaz halinin dengede olduğu görülür.



Şekil.16. Maddenin hal diyagramı

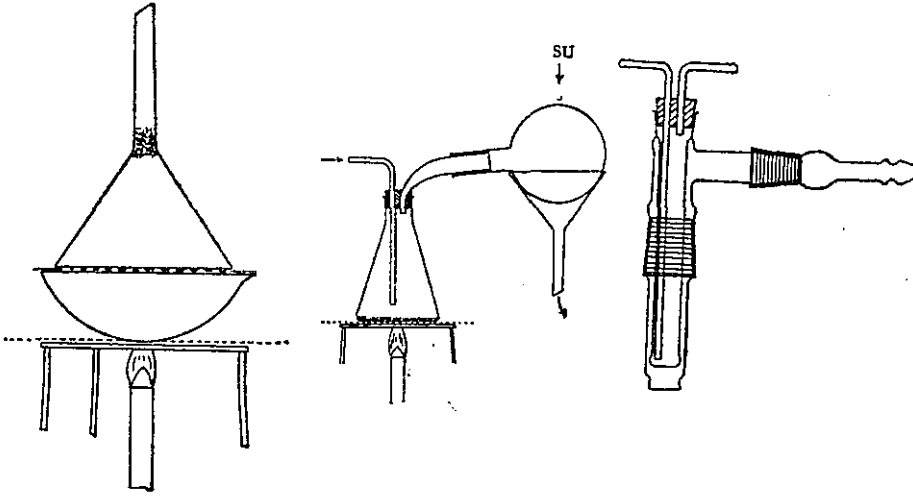
Bu üç fazın birleştiği nokta olan B noktasına da üçlü nokta adı verilir ve bu noktada her üç faz birbirleri ile aynı anda dengededir. Bu noktanın bir basınç ve birde sıcaklık değeri vardır. İşte maddenin süblimleşip süblimleşmeyeceğini belirleyen değer bu basınç değeridir.

Eğer bir maddenin üçlü noktasının buhar basıncı değeri o maddenin kaynama noktasının buhar basıncı değerinden yüksekse madde süblimleşir değilse erir.

Maddenin üçlü noktalarını belirleyen basınç ve sıcaklık değerleri dış ortamın şartlarından bağımsızdır. Bu özellikten faydalanarak normal atmosferik şartlarda süblimleşmeyen maddeler dış ortamın basıncı düşürülerek (yani vakum uygulanarak) süblimleştirilebilir. Vakum uygulandığı zaman maddenin kaynama noktası dolayısı ile kaynama noktasının buhar basıncı değeri düşer bu düşme eğer o maddenin üçlü noktasının buhar basıncı değerine veya daha altına indirilebilirse madde süblimleşir. Bu teknikle her madde süblimleştirilebilir.

Normal şartlarda bir çok organik maddenin yanı sıra iyod, aliminyum klorür ve lityum klorür gibi anorganik bileşiklerde süblimleştirilebilir.

Süblimleştirme işlemi,yapılacak süblimleştirmenin gerektirdiği şartlara göre çeşitli tip süblimatörlerde yapılabilir. Şekil17'de farklı tip süblimatörlere örnekler verilmiştir.



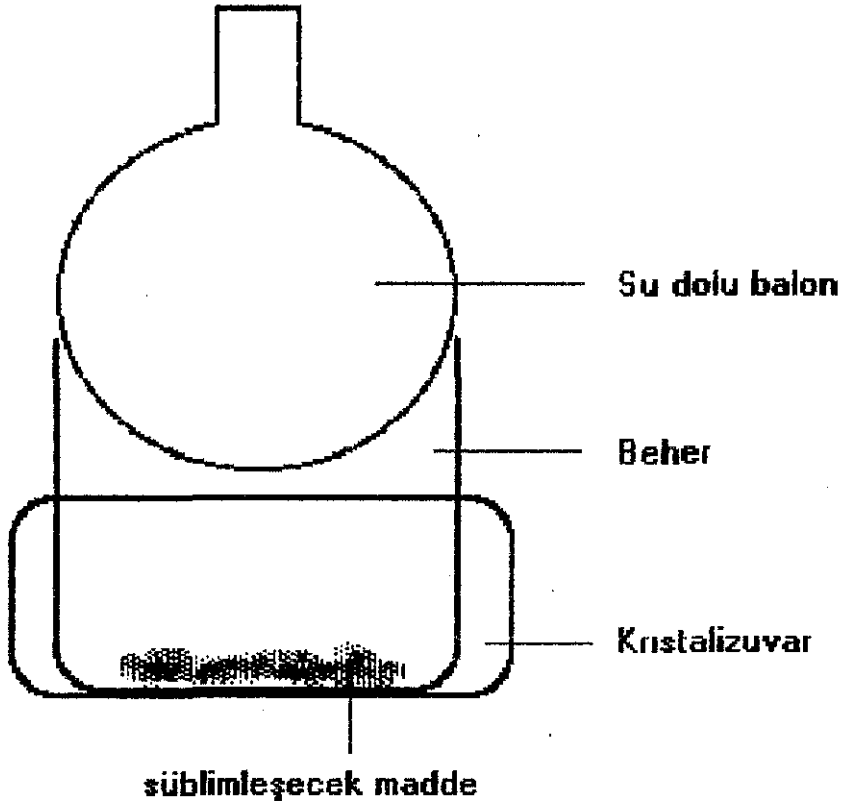
Şekil.17. Çeşitli Süblimatör Türleri

Deneyin Yapılışı

Bu deneyde :

- 1- Bir bunzen beki
- 2- Bir üç ayak
- 3- Bir akyantlı tel
- 4- Bir kristal küre (500 ml'lik)
- 5- Bir beher (150 ml'lik)
- 6- Bir beher (250 ml'lik)
- 7- Süblimleştirilecek maddeye ihtiyaç olacaktır.

Deneye başlamadan önce aşağıda Şekil18'de görülen düzeneği kurunuz. Size verilen süblimleşecek maddeden 5 g tartıp beherin içine koyunuz. Balonu su ile doldurup onu da beher üzerine oturtunuz. Isıtmaya başlayınız. Balonun alt kısmında kristallenen maddeyi bir spatülle kazıyarak temiz bir kağıt üzerine biriktiriniz bu işleme balonun altında madde kristallenmeyene kadar devam ediniz. Süblimasyon bitince maddenizi tartıp verim tayini yapınız ve sonuçlarınızı raporunuzda belirtiniz.



Şekil.18. Süblimasyon Deneyi Düzeneği

Deney Raporu

Deney 7 : Süblimleşme

Adı ve Soyadı :

Tarih : .../.../...

Deneyin amacı :

Süblimleştirilen maddenin adı :

Süblimasyon verimi :

Deney 8 : Kromatoğrafi

Kromatoğrafi kimyasal karışımlardan saf fraksiyonlar elde etmek için kullanılan bir saflaştırma tekniğidir ve "Durucu bir faz üzerinde hareket eden akıcı bir faz içinde maddenin farklı hızlarda sürüklenmelerinden faydalanılarak birbirlerinden ayrılması işlemi " olarak tanımlanabilir.

Maddenin hareketli faz tarafından sabit faz üzerinde sürüklenmesini etkileyen iki ana faktör vardır.

Bunlar :

- a) Durgun (sabit) fazın maddeyi tutma kuvveti
- b) Hareketli fazın maddeyi çözme kuvveti

Bu iki kuvvetin birbirlerine karşı olan oranlarına göre madde farklı hızlarda hareket edebilir.

Kromatoğrafi işleminde sabit faz olarak çeşitli anorganik ve organik sıvılar ve katılar, hareketli faz olarak da kromatoğrafının türüne bağlı olarak her türlü çözücü ve inert gaz kullanılabilir.

Kromatoğrafi teknikleri sabit ve hareketli fazın türüne göre :

- 1- Sıvı-sıvı
- 2- Sıvı-katı
- 3- Gaz-sıvı
- 4- Gaz-katı

kromatoğrafileleri olmak üzere dörde ayrılır. Şimdi çeşitli kromatoğrafi türlerini kısa açıklamalarıyla görelim :

1. Dağılma Kromatoğrafisi

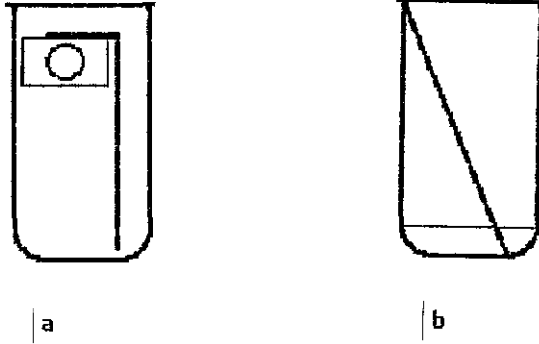
Sıvı-sıvı tekniğinin bir uygulamasıdır. Bu kromatoğrafi türünde hem sabit hem de hareketli faz sıvıdır. Önce sıvının biri (genelde su) destek dokusu üzerinde yükselir ve daha sonra ayrılacak olan madde

karışımı ile yürütücü sıvı bu sıvı faz üzerinde hareket eder. Bu kromatografi türünün iki uygulaması vardır.

a) Kağıt Kromatografisi

Bu kromatografinin uygulanmasında destek dokusu olarak kağıt kullanılır. Yürütücü sıvı ise genelde su ile karıştırılmış organik çözücüdür. Önce su kağıdı ıslatır daha sonra diğer sıvı bu sıvı fazın üzerinde yükselir. Yükselen sıvı faz ayırmak istediğimiz maddeleri de farklı hızlarda sürükleyerek birbirlerinden ayrılmalarını sağlar.

Bu teknik yukarıdan aşağıya veya aşağıdan yukarıya olmak üzere iki farklı türde uygulanabilir (Şekil19).



Şekil.19. Kağıt Kromatografisi Uygulamaları

a) Yukarıdan aşağıya

b)Aşağıdan yukarıya uygulama

b) İnce Tabaka Kromatografisi

Bu metod da bir destek dokusu (cam veya ince metal veya plastik levha) üzerine çok ince (maksimum 3-4mm) bir şekilde sabit faz (organik veya anorganik katılar) çekilir. Sabit fazın kurutulma şekline göre bu kromatografi sıvı-sıvı veya sıvı-katı kromatografisi sınıflarına girebilir.

Bu tekniğin uygulanışı da kağıt kromatografisine benzer fakat kağıda göre daha kullanışlı, daha hassas ve kullanım alanı daha geniştir.

Kağıt ve ince tabaka kromatoğrafleri ile bilinmeyen maddelerin teşhisinin yapılabilmesi amacıyla R_f değerleri kullanılır. Bu değer aşağıda tanımlanmıştır.

$$R_f = \frac{\text{Maddenin tabakada aldığı yol}}{\text{Çözücünün tabakada aldığı yol}}$$

Aynı şartlar altında R_f değerleri sabittir. Bu özellik dolayısıyla R_f atlasları hazırlanmıştır. Bunlara bakılarak teşhis yapılabilir.

2. Absorpsiyon Kromatoğrafisi

Bu tür kromatoğrafide ayrılması istenilen maddeler sabit faz tarafından adsorplanarak tutulurlar.

Farklı kuvvetlerle tutulduklarından farklı hızlarda yürürler böylece birbirlerinden ayrılırlar.

Bu kromatoğrafi türünün en yaygın uygulaması kolon kromatoğrafisidir.

a) Kolon Kromatoğrafisi

Tekniğin uygulanmasında cam veya metal borular kullanılır. Borunun alt tarafı cam pamuğu, pamuk veya süzgeç kağıdı ile kapatılır. daha sonra bunun üzeri dolgu maddesi ile doldurulur. Doldurma işleminden sonra borunun üzeri yine cam pamuğu, pamuk veya süzgeç kağıdı ile kapatılır, karışım ilave edilir. Yürütücü sıvı verilir ve maddeler ayrılır. Eğer ayrılan maddeler renkli ise fazlar ayrı ayrı toplanır. Renksiz ise belirli hacimlerde fraksiyonlar toplanır ve daha sonra fraksiyonların analizi yapılır. Aşağıdaki şekilde bir kolon görülmektedir.



Şekil.20. Bir kolonun görünümü.

3. Gaz Kromatoğrafisi

- a) Gaz-sıvı kromatoğrafisi
- b) Gaz-katı kromatoğrafisi

4. Yüksek Performanslı Sıvı Kromatoğrafisi (HPLC)

Deneyin Yapılışı

A.Kağıt kromatoğrafisi

Bu deney için :

- 1- Kromatoğrafi küveti
 - 2- Bir tabaka süzgeç kağıdı
 - 3- Boya karışımı
 - 4- kılcal boru
 - 5- Mezür
 - 6- Teknik etil alkol
- gerekecektir.

Önce kromatoğrafi küvetine 25 ml alkol koyunuz. Daha sonra süzgeç kağıdından 5x22 cm boyutlarında bir şerit kesiniz. Şeridin alttan 3 cm yukarisına kılcal boru ile boya karışımından bir damla ekip, kağıdın

alt ucunu küvet içindeki alkole daldırınız ve üst ucunu da küvetin üst tarafına takıp kapağını kapatınız. Ve çözücünün kağıdın üst tarafına 2 cm kalmasına kadar yükselmesini bekleyiniz. Çözücü buraya ulaştıktan sonra yürütmeyi durdurunuz. Kağıdı kurutunuz.

Çözücünün ve boyaların ekim yerinden itibaren ne kadar yol aldıklarını ölçünüz ve R_f değerlerini tayin ediniz.

B.İnce Tabaka Kromatoğrafisi

Bu deney için :

- 1-Çekilmiş bir ince tabaka pleyti
 - 2- Kılcal boru
 - 3- Boya karışımı
 - 4- Teknik etil alkol
 - 5- Mezür
- lazımdır.

Kılcal boru yardımıyla boya karışımından bir miktarı ince tabaka pleytinin alt tarafında 3 cm yukarısına ekiniz. Küvete 25 ml alkol koyup pleytin alt ucunu alkole daldırıp küvetin kapağını kapatınız. Yine çözücünün pleytin üst tarafından 2 cm kalıncaya kadar yükselmesini bekleyiniz. Daha sonra pleyti çıkarıp kurutunuz ve çözücü ile boyaların kaçar cm yürüdüğünü ölçüp R_f değerlerini tayin ediniz.

Kağıt kromatoğrafisi ve ince tabaka kromatoğrafisinden elde ettiğiniz R_f değerlerini mukayese edip hangisinin daha güvenilir olduğuna karar veriniz.

C.Kolon Kromatoğrafisi

Bu deney de :

- 1- Cam bir kromatoğrafi kolonu
- 2- Cam pamuğu veya pamuk
- 3- Teknik etil alkol
- 4-Cam bağet

- 5-Dolgu maddesi (SiO_2 veya Al_2O_3)
 - 6-Boya karışımı
 - 7- Mezür
 - 8-On tane deney tüpü
 - 9- İki tane erlen (150 ml'lik)
- gerekmektedir.

Deney önce cam kolonu bir spora tutturarak başlayabilirsiniz. Daha sonra kolonun içine bir parça (kolonun genişliği kadar) cam pamuğu veya pamuk koyarak bağıtle dibe indiriniz ve kolonun içine % 50'i dolacak şekilde çözücü (alkol) ile doldurunuz.

Dolgu maddesinden 20 g tartıp bir erlene alınız ve üzerine 50 ml çözücü ilave ediniz. Çalkalayarak bulamaç haline getiriniz ve bu bulamacı kolonun içine yavaşça dökünüz bu esnada kolonun musluğunu açıp içindeki çözeltinin yavaşça akmasını sağlayınız. Kolonu bu şekilde doldurduktan sonra dolgu maddesinin üzerine yine cam pamuğu veya pamuk koyunuz ve çözeltinin pamuk üzerinde 1 cm yükseklikte kalıncaya kadar akmasını bekleyiniz. Bu kadar çözücü kalınca musluğu kapatıp akımı durdurun ve boya karışımından 1 ml ilave edip ve yine musluğu açıp çözücünün 1-2 mm yükseklik kalıncaya kadar akmasını bekliyiniz. daha sonra kolonun üzerine yürütücü sıvınızı doldurunuz ve kolonun altından tüplerle fraksiyon toplayınız. Hangi fraksiyonun kaçınıcı tüpte geldiğini not ediniz.

Deneylerle ilgili gözleminizi raporunuzda belirtiniz.

Deney Raporu**Deney 8 : Kromatografi**

Adı ve Soyadı :

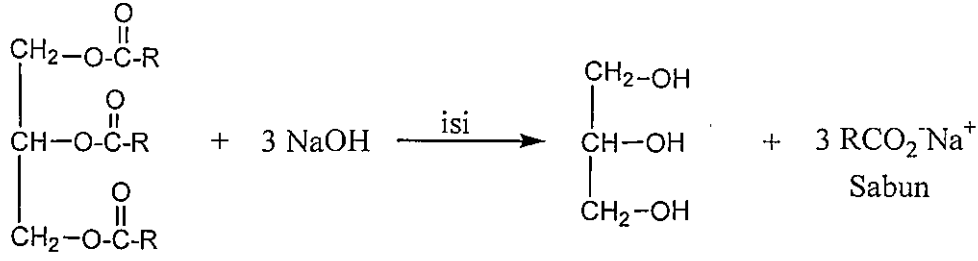
Tarih : .../.../...

Deneyin amaçları :

A. Kağıt kromatografisine ait R_f değerleri :B. İnce tabaka kromatografisine ait R_f değerleri :

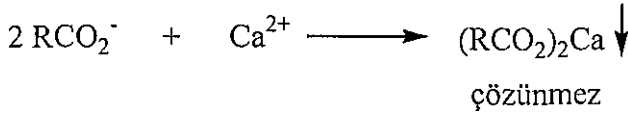
C. Kolon kromatografisi gözlemleri :

Sabunlaştırma:



Sabunlaşma tamamlandıktan sonra, sabunu çöktürmek amacıyla ortama tuz eklenir. Gliserin içeren sulu faz aktarılarak ayrılır ve damıtılarak gliserin elde edilir. Gliserin, tütün ve kozmetik ürünlerin nemlendirilmesinde kullanılır. Sabun, fazla sodyum karbonat, NaCl ve gliserini uzaklaştırmak için taze su ile yıkanarak saflaştırılır. İçine boya ve parfüm gibi maddeler eklenir. Sonra sabun eritilir ve kalıplara dökülür. Potasyum hidroksit kullanılarak yapılan sabunlar (potasyum tuzu) daha yumuşak olur (Arap sabunu). Sodyum hidroksitle yapılan sabunlar (sodyum tuzu) ise serttir. Yumuşak sabunlar daha ziyade tıraş kremi ve sıvı sabun olarak kullanılır.

Sabunların istenmeyen bazı özellikleri de vardır. Bunlardan başlıcası, sert sularda (Ca^{2+} , Mg^{2+} , Fe^{3+} , vb. iyonlar içeren sular) çökelti vererek çeşitli tortular oluşturması ve lavabo ve banyo küvetlerinde istenmeyen kirlilikler bırakmasıdır.



Sabun, mikroorganizmalar tarafından karbondioksit ve suya dönüştürüldüğünden çevre kirlenmesinde önemli bir zararlı etki göstermez.

Deneyin Yapılışı: 20 mL su ile 20 mL etil alkol (% 95'lik) karışımında, 5 g sodyum hidroksit çözülür. 250 mL lik bir beherde bulunan bu çözeltiye, 10 g ay çiçek yağı ilave edilir. 70-80 °C sıcaklığındaki su banyosunda 45 dakika süre ile ısıtılır. Ayrı bir kaptaki, 50:50 oranında hazırlanan 40 mL etanol-su karışımı, beherdeki reaksiyon karışımına bu süre zarfında kısımlar halinde ilave edilir. Karışım bu esnada bir bagetle sürekli karıştırılır. (Bütün bu işlemler çeker ocakta yapılmalıdır. Isıtma işlemi, kesinlikle çıplak alevde yapılmamalıdır. Etil alkol çabuk alev alan bir maddedir.).

400 mL lik bir beherde 50 g sodyum klorür, 150 mL suda çözülerek bir tuz çözeltisi hazırlanır. Tuzu çözmek için ısıtmak gerekebilir. Ancak, tuz çözeltisinin tekrar soğutulmaması gerekir. Soğuk tuz çözeltisine diğer beherdeki sıcak sabunlaşan karışım çabucak aktarılır. Birkaç dakika karıştırılır. Sonra bir buz banyosunda oda sıcaklığına

soğutulur. Sabunlaşan çökelti, vakum yardımı ile bir buhner hunisinde adi süzgeç kağıdı kullanılarak süzülür. Süzgeçteki sabun buzla soğutulmuş su ile iki defa yıkanır. Kuruluğa kadar vakuma devam edilir. Ürün tartılır, sabun testi yapılır.

Sabun Testi: Deneyde elde edilen sabundan 0,15 g, küçük bir erlene alınarak 10 mL suda çözülür. Erlenin ağzı kapatılarak 15 saniye süre ile şiddetli bir şekilde çalkalanır. Bu sabun çözeltisi 30 saniye bekletilerek, köpük seviyesine bakılır. Sonra bir pipet yada damlalıkla % 4'lük kalsiyum klorür çözeltisinden 4 damla ilave edilir ve 15 saniye çalkalanır. Yine 30 saniye bekletilir. Bu noktada kalsiyum klorürün köpük üzerinde nasıl bir etkide bulunduğu incelenir.

Deneyle İlgili Sorular:

- 1- Yağ asitlerinin potasyum tuzlarından elde edilen sabunlar neden yumuşak olur?
- 2- Hindistan cevizi yağından elde edilen sabunun çözünürlüğü neden çok fazladır?
- 3- Tuz çözeltisinin ilavesi, sabunun çökmesine sebep olmaktadır. Neden?
- 4- Sodyum asetat ve sodyum propiyonat'ın sabun özellikleri zayıftır. Nedenini açıklayınız?

Deney Raporu

Deney 9: Sabun Eldesi

Adı Soyadı:

Tarih:/...../.....

Deneyin Amacı:

Deneyin Yapılışı:

Elde Edilen Sonuçlar: