

DAMITMA (DESTİLASYON)

Deneyin Amacı: Bir maddeyi damıtma yoluyla saflaştırmak.

Temel Bilgiler

Kimyasal çalışmalarda elde edilen bileşiklerin saflaştırılması çok önemlidir. Saflaştırmada kullanılan başlıca metotlar şu şekilde sıralanabilir:

1. Damıtma
2. Süblimleştirme
3. Kromatografi
4. Kristallendirme
5. Bölge-eritme

Buhar basıncının dış basınca eşit olduğu sıcaklık derecesine *Kaynama Noktası* denir. Kaynama noktasında olan bir sıvıya daha fazla ısı verilirse sıvının sıcaklığı artmaz, ancak verilen ısı sıvının buhar haline dönüşmesini sağlar ve sıcaklık, sıvının tamamen buhar halinde uzaklaşmasına kadar sabit kalır.

Kaynama noktası dış basınç azaltılarak düşürülebilir. Bunun için kaynama noktası ile birlikte basınçta belirtilmelidir. Bir sıvının kaynama noktası üstüne kadar ısıtılmasına *Aşırı Isınma* denir. Kaynatma işlemi yapılırken sıvı ısıtılmadan önce içerisine kaynama taşları atılmalıdır. Bu taşlar aşırı ısınmayı önlemek için kullanılır. Düşük basınçta yapılan kaynatma işlemlerinde sıvı içinden bir cam boru ile hava geçmesi sağlanır. Bu işlem kaynama taşı kullanmaktan daha etkilidir.

Damıtma: Organik bileşiklerin ayrılması ve saflaştırılması amacıyla laboratuarlarda en çok kullanılan yöntemdir. Sıvıların olduğu karışımların ayrılmasında uygulandığı gibi, bir katının bir sıvıda çözünmesiyle oluşan çözelti şeklindeki karışımların ayrılmasında da uygulanır.

Damıtma işleminde sıvıların kaynama noktası özelliğinden yararlanır. Karışım halinde bulunan sıvıların kaynama noktaları birbirinden çok farklı olduğu gibi, çok yakın da olabilir. Ayrıca bazı sıvıların normal basınç şartları altında kaynama noktaları oldukça yüksektir.

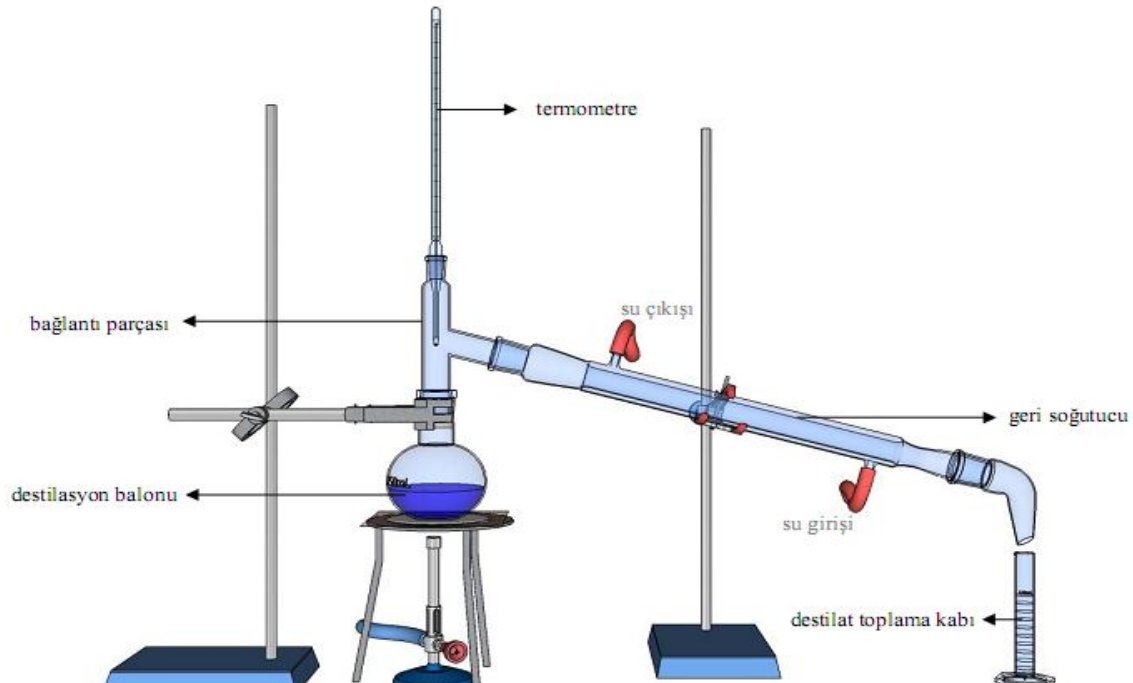
Sıvının bu sıcaklığa kadar ısıtılması halinde bozunmaya uğradığı görülür. Bütün bu hususlar göz önünde bulundurularak çeşitli damıtma işlemleri geliştirilmiştir.

Çalışma şartlarında çok yüksek olmayan kaynama noktasına sahip olan ve kendisinden oldukça farklı kaynama noktasına sahip sıvılarla veya kendi içerisinde bir katının çözünerek safsızlık oluşturduğu sıvıların ayrılması ve saflaştırılması basit damıtma işlemi ile gerçekleştirilir.

Çok yakın kaynama noktasına sahip sıvılar karışımdan, ayrımsal damıtma işlemi ile ayrılır. Bunun için özel çalışma düzenekleri gerekir.

Çok yüksek kaynama noktasına sahip sıvıların damıtılması ya indirgenmiş basınç altında (vakumda) çalışılarak veya sıvının içinden su buharı geçirilerek yapılır.

Basit Damıtma: bir organik bileşiğin içindeki yüksek kaynama noktalı safsızlıklardan kurtarılmak için saflaştırılmasında ve kaynama noktasının bulunmasında uygulanan bir yöntemdir. Aynı zamanda kaynama noktaları uzak olan sıvıların ayrılması ve saflaştırılması için uygulanabilir.



Şekil Destilasyon düzeneği

Damıtılacak karışım destilasyon balonuna konularak ısıtılır. Sıvı buharı soğuk su ile soğutulan bir soğutucudan geçirilerek tekrar yoğunlaştırılır ve toplama kabında toplanır. Bu maddeye *destilat* denir. Destilatın aynı kapta toplanması işlemine sıcaklık aynı kaldığı müddetçe devam edilir. Sıcaklığın değişmeden kalması, istenen maddenin destilasyonunun devam etmekte olduğunu gösterir.

Kaynama noktalarından anlaşılacağı üzere, bir veya daha fazla sayıda buharlaşabilen bileşenden ibaret bir sıvılar karışımı, tek bir destilasyon işlemi ile birbirinden tam olarak ayrılamaz. Ancak bir seri destilasyon işlemleri ardından kolay buharlaşan sıvıca daha zengin bir destilat elde edilir.

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

Destilasyon düzeneği, erlen(150 ml'lik, 4 adet), mezür, NaCl, etil alkol, termometre.

Deneyin Yapılışı

a) Destilasyon balonuna yaklaşık 0,01 g $KMnO_4$ konur ve üzerine 100 ml saf su ilave edilir. Destilasyon düzeneği kurulur (Şakil 14.1). Yaklaşık 20 ml destilat (su) elde edilene kadar destilasyona devam edilir. Destilasyon sonunda elde edilen destilat ile başlangıçta destilasyon kabındaki karışımın renkleri karşılaştırılır.

b) Bu basamakta çözelti halinde bulunan etil alkol ile suyun birbirinden ayrılması işlemi gerçekleştirilecektir. Destilasyon balonuna 10 ml etil alkol ve 50 ml saf su konularak iyice karıştırılır. 10 ml hacminde destilat bir mezürde toplanıncaya kadar. Bu arada destilasyon sıcaklığı kaydedilir. Daha sonra destilleme işlemine devam edilir. Yeniden 10 ml hacminde destilat alınır ve yine sıcaklık kaydedilir. Benzer şekilde üçüncü ve dördüncü defa 10'ar ml'lik destilatlar ayrı ayrı kaplarda toplanır.

Sonuçların Değerlendirilmesi

1. Deney sonucunda etil alkol-su karışımının saflaştırılması gerçekleştirilmiş midir? Elde ettiğiniz verilere göre sonucu yorumlayınız.
2. Bu deney destilasyon işleminden başka bir metotla yapılabilir mi?

SU BUHARI DESTİLYASYONU

Suda çözünmeyen birçok sıvı veya katı bileşikler kendi kaynama noktalarından daha düşük sıcaklıklarda, içinde buldukları karışım içerisinde su buharı geçirilmek suretiyle ayrılabilirler. Su buharı destilasyonu ile kaynama noktasında bozulan ve hemen hemen bütün sıcaklıklarda suda çözünmeyen bileşiklerin özelliklerini kaybetmeden saflaştırılabilir. Saflaştırılacak maddenin oda sıcaklığında sıvı halde bulunması gereklidir.

