

# KRİSTALLENDİRME METODUYLA SAFLAŞTIRMA

**Deneyin Amacı:** Kristallendirme metoduyla saflaştırmak.

## Temel Bilgiler

Bir organik sentez sonucu elde edilen katı ürün reaksiyon sırasında başka ürünlerinde oluşmasından dolayı çoğu kez tam saf değildir. Yan ürünler olmasa bile süzgeç kağıdı parçaları, mantar, kir gibi bazı safsızlıklar bulunabilir. Erime noktası tayini için istenilen bileşiği kristal halde elde etmek için maddeyi genelde yeniden kristallendirmek gerekir.

Kristallendirme; katı karışımlardaki bileşenleri birbirinden ayırmakta ve bu bileşenleri saflaştırmada kullanılan bir yöntemdir. Kristallenme ile ayırmaya **ayırmsal kristallendirme** ve saflaştırmaya ise **kristallendirme** denir ve temelde aynı işlemleri içerir. Yöntem temel olarak, sıcaklığın düşürülmesi ile çözünürlüğün azalması prensibine dayanır. Sıcaklık artırıldığında kristallenmesi istenen katının çözünmesi ancak uzaklaştırılmak istenen safsızlıkların çözünmemesi beklenir. İdeal bir kristallendirmede safsızlık yaratan maddeler sıvıda kalırken katı madde temiz kristalle halinde çöker.

Kristallendirmede uygun çözücü seçimi çok önemlidir. Çözücü, maddeyi oda sıcaklığında az veya belirli miktarda, yüksek sıcaklıklarda ise fazla miktarlarda çözmelidir. Laboratuvarda yaygın olarak kullanılan çözücüler su, etilalkol, dietileter, benzen, petrol eteri ve kloroformdur. Daha az sıklıkla kullanılanlar ise asetik asit, etilasetat, iaseton ve toluendir. Çözme gücünü arttırmak için tek bir çözücü yerine çözücü karışımları da kullanılabilir. Çözücü, çözünen ile etkileşmemeli ve yeniden kristallendirilen maddeden kolaylıkla uzaklaştırılabilmelidir. Kristallendirme işlemi için en kullanışlı organik çözücüler kaynama noktası düşük olan çözücülerdir.

1. Kristallendirme ile saflaştırmada izlenen yol genel olarak şöyledir.
2. Katı madde çözücünün kaynama noktasında çözülür.
3. Çözünmeyen maddeler çözelti sıcakken süzülür.
4. Sistem mümkün olduğu kadar yavaş soğumaya bırakılır.
5. Soğuma tamamlandıktan sonra oluşan kristaller süzülür

6. Kristallere yapışmış olan çözücü kristalleri çözmeyen kolay buharlaşabilen bir sıvı ile yıkanır.
7. Elde edilen kristaller uygun bir kurutma yöntemi ile kurutulur.

İki katıdan her ikisi de aynı sıvıda çözüldüğü halde, sıcaklıkla çözünürlüklerinin değişimi birbirinden farklı ise bunların oluşturulduğu karışım soğutulursa öncelikle sıcaklıkla çözünürlüğü fazla değişen kristallenerek karışımdan ayrılır. İki maddenin sıcaklıkla çözünürlükleri ne kadar farklıysa ayırma o oranda daha iyi gerçekleşir. Kristallendirme işlemi uygulanacak katının; belirli bir çözücünde sıcakta çözünüp, soğukta çözünmemesi gerekir. Bunun için saflaştırılacak katı uygun bir çözücünde ısıtılarak doygun çözeltisi hazırlanır ve sıcak çözelti süzülerek çözünmeyen safsızlıklar uzaklaştırılır. Sıcak çözeltide bulunan maddenin kristallenmesini sağlamak için şu işlemlerden biri uygulanır:

- Çözelti soğutulur.
- Çözelti aşırı doymuş hale getirilir.
- Çözünenin çözünmediği ikinci bir çözücü eklenir.
- Çözünenin buharlaşmayacağı durumlarda çözücünün bir kısmı buharlaştırılır.
- Oluşan saf kristaller süzülerek alınır, çözeltide ise çözünür safsızlıklar kalır.

Bu şekilde elde edilen kristaller yeteri kadar saflıkta değilse, başka çözücü yada çözücü sistemleri kullanarak yeniden kristallendirme işlemi yapılır.

Ayrımsal kristallendirme işleminde ise, katı karışımdaki bileşenlerden birinin daha az diğerinin daha çok çözüldüğü bir çözücü belirlenir ve bu çözücünde katı karışım ısıtılarak çözülür ve sıcakken süzülür. Çözelti soğutulurken önce, çözücünde daha az çözünen maddenin saf kristalleri, çözeltinin daha çok soğutulması ile daha çok çözünen maddenin saf kristalleri oluşur. Elde edilen kristaller ayrı süzme işlemleri ile çözeltiden alınır.

## **Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler**

Deney tüpü(3 adet), beher(3 ml'lik),pipet, baget, aset-anilit, etil alkol, benzen,  $KNO_3$

### **Deneyin Yapılışı**

- a) Üç deney tüpüne az miktarda asetanilit( $C_6H_5NHCOCH_3$ ) kristalleri konur. İlk tüpe 2ml su, ikinciye 2ml etil alkol, üçüncü tüpe ise 2ml benzen ilave edilir. Asetonilit çözülmeye kadar tüpler su banyosunda ısıtılır. Daha sonra oda sıcaklığına kadar soğutulan tüplerdeki değişiklikler kaydedilir. Test tüplerinin herhangi birinde kristal görülmemişse, soğuk çözeltiye küçük bir parça aşı kristali ilave edilerek tüpün iç çeperleri bir bagetle ovulur.
- b) Yaklaşık 5g  $KNO_3$  ile karıştırılmış bakır nitrat numunesi laboratuvar görevlisinden alınır. 100ml'lik bir beherde üzerinde az miktarda su eklenerek ve ısıtılarak karışımın tamamen çözülmesi sağlanır. Sıcak karışım su ile soğutulduğunda bir miktar maddenin kristallenerek ayrıldığı gözlenir. Daha sonra kristaller çok soğuk su ile yıkanarak renkleri giderilir. Ürün süzgeç kağıtları arasında kurutulur ve deney sorumlusuna teslim edilir. Karışımının orijinal bileşimi öğrenilerek % verim hesaplanır.

### **Sonuçların Değerlendirilmesi**

Asetanilitin yeniden kristallendirilmesi için en uygun çözücü hangisidir, neden?