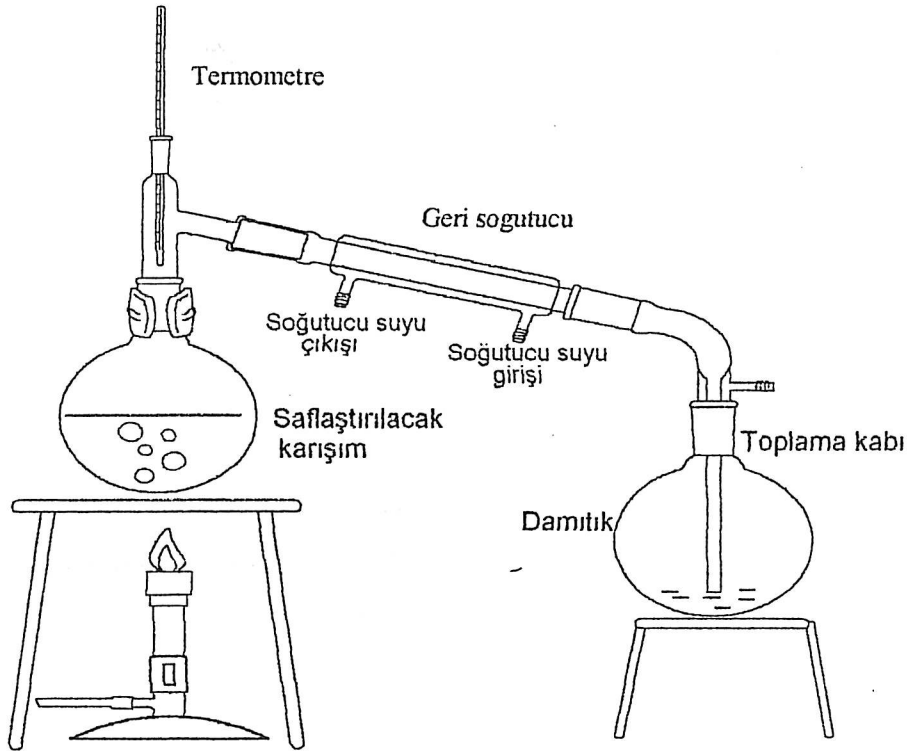


DENEY 3 : DAMITMA

Damıtma, organik bileşikler için ayırma ve saflaştırma yöntemlerinden birisidir. Her sıvı ve katının bir buhar basıncı vardır. Sıvının buhar basıncı dış atmosfer basıncına eşit olduğunda sıvı kaynamaya başlar. Kaynamanın başladığı bu sıcaklığa sıvının kaynama sıcaklığı veya kaynama noktası denir. Kaynama noktasında olan saf bir sıvıya ısı verilmeye devam edilirse sıcaklık artışı olmaz; çünkü verilen ısı, sıvının buhar haline dönüşmesini sağlar ve sıvının tamamen buhar halinde dönüşmesine kadar sıcaklık sabit kalır. Sıvıların bu şekilde ısı yardımıyla buhar haline dönüştürülmesi, bu buharın da tekrar yoğunlaştırılarak sıvı haline dönüştürülmesi yöntemiyle saflaştırılmasına damıtma denir. Damıtma başlıca dört şekilde yapılmaktadır.; Adi Damıtma, Fraksiyonlu (ayrimsal) Damıtma, Vakumda (düşük basınçta) Damıtma, Su Buharı İle Damıtma.

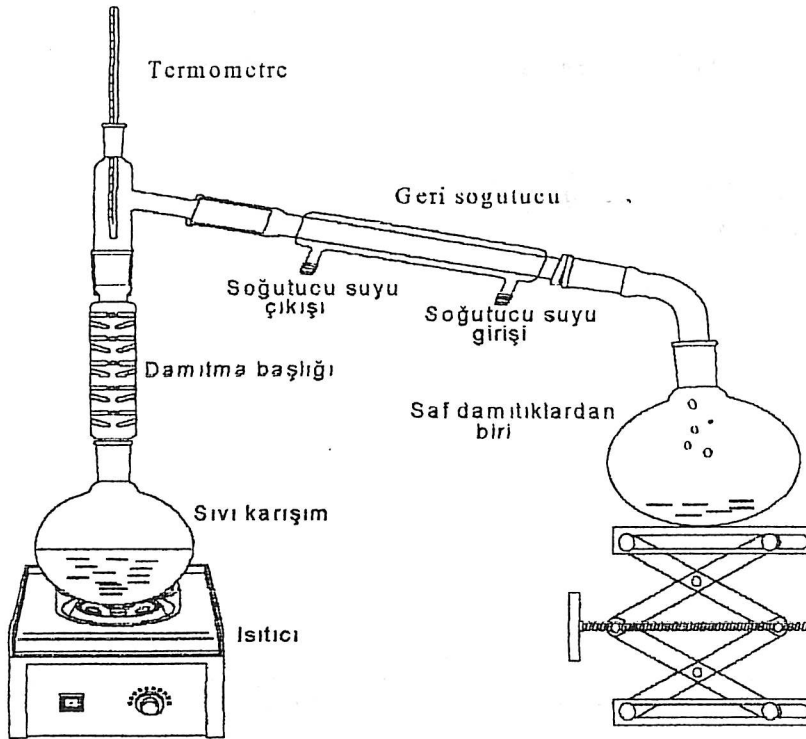
4.1. Adi Damıtma

Bu damıtmada amaç, sıvı organik maddeleri içindeki katı safsızlıklardan kurtarmak ve kaynama noktasını tespit etmektir. Burada sıvı madde buharlaşıp soğutucuya gelir ve orada tekrar yoğunlaşarak toplama kabında, saf halde birikir. Katı maddeler buharlaşmadığı için ilk balonda kalır. Aşağıda gösterilen bir düzenele adi damıtma kolayca gerçekleştirilebilir.



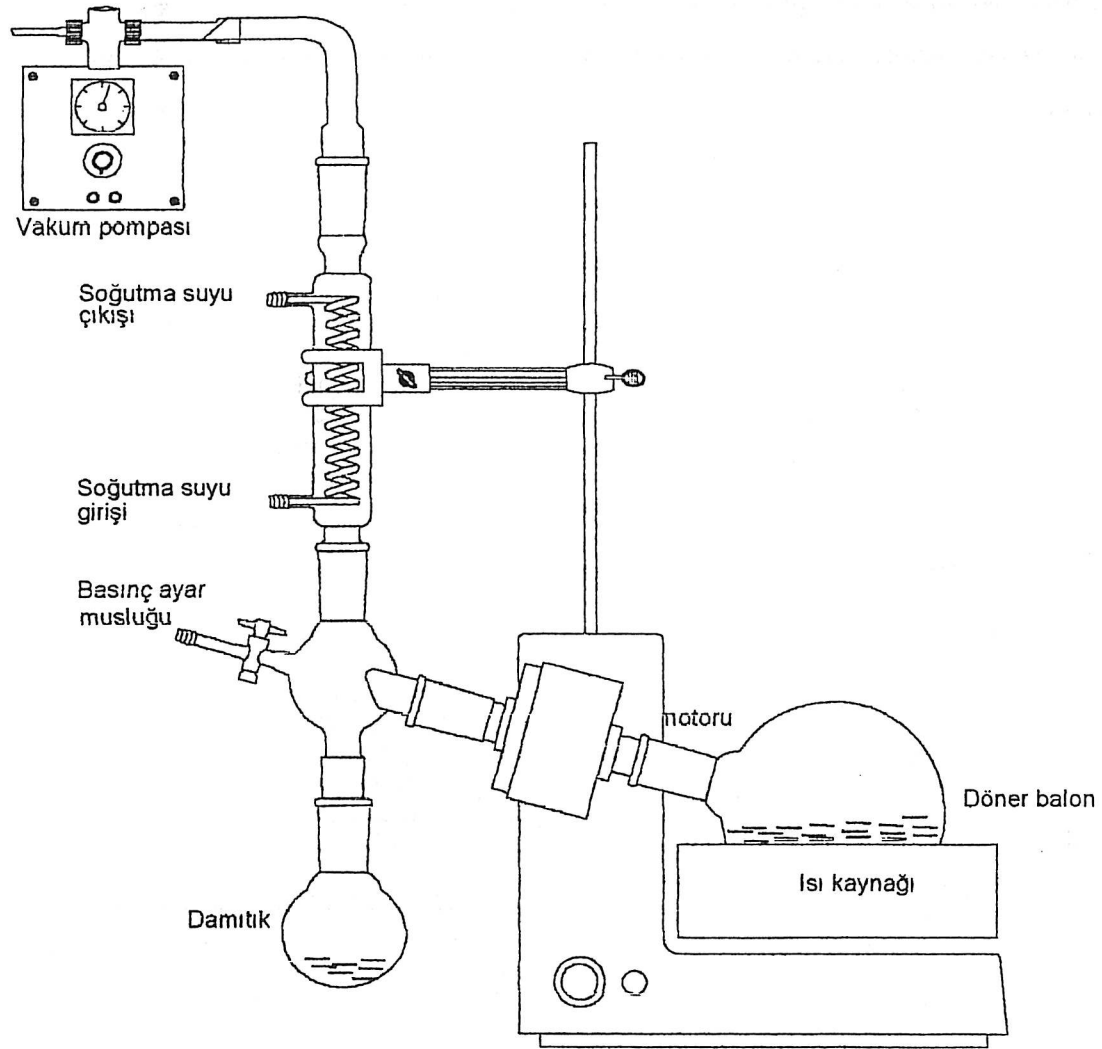
4.2.Fraksiyonlu (ayrimsal) Damıtma

Endüstride çok kullanılan bir damıtma yöntemidir. Bu yolla damıtılacak sıvı karışımlarında her bir sıvının kaynama noktası diğerlerinden farklı olabilir. Kaynama noktalarının birbirinden farklı olmasından faydalanılarak sıvıları birbirinden ayırmak mümkündür. Sıvı karışımlarının damıtılmasında deney düzeneği, adi damıtma düzeneğine bir damıtma başlığı takılarak hazırlanabilir. Ayrım başlıkları çok çeşitli şekillerde hazırlanabilir. En basit olanı büyük bir cam boru içine ufak parçalar halinde cam parçaları konularak hazırlananıdır. Endüstride ise rasching halkaları konularak yapılır. Buradaki amaç buhar ile dolgu maddesinin yüzeyinde yoğunlaşan sıvı arasında bir denge oluşturmaktır. Böylece yoğunlaşan sıvıyı toplayıp yeniden damıtmaya gerek kalmadan, yalnız bir kolonda bileşenleri birbirinden ayırmak mümkün olur. Damıtmanın iyi olması için damıtma başlığındaki ısı kaybını en aza indirmek gerekir. Bunun için başlık bir bezle veya cam pamuğu ile sarılır.



4.3.Vakumda (düşük basınçta) Damıtma:

Basit vakum damıtma sistemleri kaynama noktası çok yüksek olan maddeleri birbirlerinden ayırmak için uygun bir tekniktir. Damıtılacak sıvı bir karışım ise bunu ayırmak için ayrımsal damıtmaya ihtiyaç vardır.Bu iş için kullanılan sistemin basit vakum damıtma sistemlerinden en önemli farkı damıtıkların (destilatların) toplanacağı kısmın diğerlerinden değişik olmasıdır. Döner buharlaştırıcı (rotary evaporator) bu tip damıtmaya örnek olarak verilebilir. Döner buharlaştırıcının şekli aşağıda verilmiştir.



4.4.Su Buharı Damıtması:

Su ile karışmayan sıvıların kendi kaynama noktalarından daha düşük sıcaklıklarda damıtılması için kullanılan bir yöntemdir. Bu yöntemde, kendi kaynama noktasında bozulan organik maddeleri daha düşük sıcaklıkta damıtmak mümkün olur. Damıtılacak sıvının su ile karışmaması ve su ile bu maddenin, birbirleri içinde çözünürlüklerinin çok az olması gerekmektedir. Birbirleri ile karışmayan sıvılardan meydana gelen sistemlerin buhar basıncı, bileşenlerin buhar basınçları toplamına eşittir. (Raoult kanunu) Böyle bir sistemin kaynama noktası az uçucu bileşenin kaynama noktasından daha düşük olur. Bundan faydalanılarak kaynama noktası yüksek olan ve su ile karışmayan birçok madde içinden su buharı geçirilerek daha düşük sıcaklıklarda damıtma yapılır. Kaynama sırasında buhar fazında bulunan bileşenlerin buhar basınçları mol sayıları ile doğru orantılıdır. Su buharı ile başka bir maddenin buharının karışımı için, kısmi basınçlar oranı, buhar fazındaki mol sayılarının (n_i) oranı ile orantılıdır ve aşağıdaki eşitlik yazılabilir:

$$\frac{P_{su}}{P_x} = \frac{n_{su}}{n_x} = \frac{m_{su}/M_{su}}{m_x/M_x}$$

(P: basınç, n: buhar fazındaki mol sayısı m: kütle (g) M: mol kütlesi)

Buhar fazı yoğunlaştırılıp bileşenler birbirinden ayrılarak karışmayan sıvının saf hali elde edilir. Su buharıyla damıtma deneyi yaparak, su ile karışmayan bir madde olan ksilen'in mol kütlesini hesaplayabiliriz. Elde edilen yoğunlaşmış sıvıların mol sayıları oranı, onları elde ettiğimiz buhar karışımındaki orana eşittir. Yani damıtma sonunda ele geçen suyun ve X maddesinin buhar fazında iken mol kesirleri ne ise, sıvılaştıkları zamanki mol kesirleri de o olacaktır.

DENEYİN YAPILIŞI;

Bu deneyde bir ksilen + su karışımı su buharı ile damıtılıp, ksilenin mol kütlesi tayin edilecektir. Şekilde görünen damıtma düzeneği hazırlanıp 500 mL' lik bir balona 150 mL ksilen ve 50 mL su konur. Buhar gelmeden önce su dolu balon biraz ısıtılır. Sonra lastik boru takılıp diğer balona su buharı gönderilmeye başlanır. Alev soğutucudan saniyede bir damla akacak şekilde ayarlanır. Yoğunlaşan sıvının tamamı bir kapda toplanır.

Destilatın tamamı bir ayırma hunisine alınır. Alt fazda bulunan su atılır. Kalan Ksilen daha önce tartılmış olan kaba boşaltılır. Kap ksilenle beraber tartılır. Destilatı aldığımız andaki sıcaklık değişimini (başta ve sonda) ve destilasyon esnasındaki barometre basıncı kaydedilir.

$$\frac{P_{ksi}}{P_{su}} = \frac{X_{ksi}}{X_{su}} = \frac{n_{ksi}}{n_{su}} = \frac{g_{ksi} / M_{ksi}}{g_{su} / M_{su}}$$

$$P_{ksi} + P_{su} = P_{toplam}$$

P_{su} , damıtma sıcaklığı için, suyun buhar basıncını gösteren cetvellerden okunur. M_{su} , g_{ksi} ve g_{su} da bilindiğine göre M_{ksi} hesaplanır.

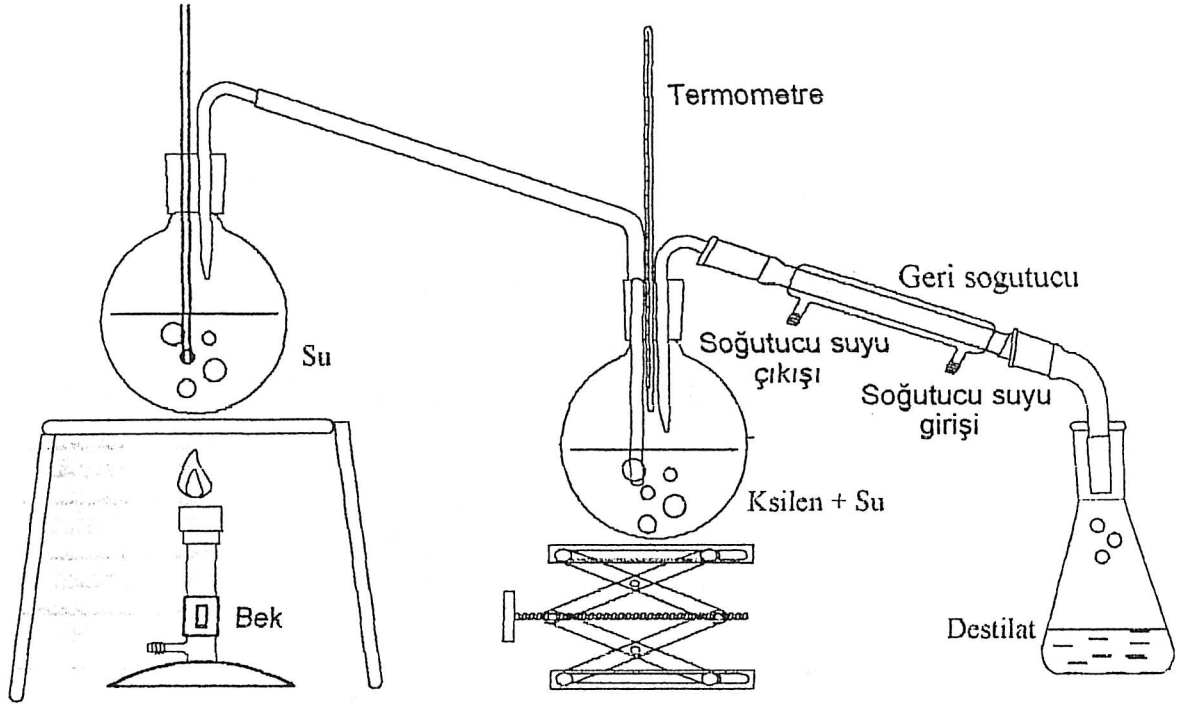
MADDE VE MALZEME			
Ksilen	150 mL	Spor ve kısıkaç	2 Adet
500 mL lik balon	2 Adet	Ayırma hunisi	1 Adet
100 mL lik erlen	2 Adet	Cam boru	1 Adet
Düz soğutucu	1 Adet	Lastik hortum	1 Adet
Termometre (200 °C)	1 Adet	Tıpa	3 Adet
Üç ayak	2 Adet	Saf su	150 mL

Veriler

Destilatın geçtiği sıcaklık	
Damıtma sırasındaki basınç	
Destilatın alındığı kabın kütlesi	
Kap ve destilatın kütlesi	
Kap ve ksilenin kütlesi	
Damıtma sıcaklığındaki su buharı basıncı	
Suyun mol kütlesi	

Sonuçlar

Ksilenin damıtma sıcaklığındaki basıncı	
Destilattaki ksilen miktarı	
Destilattaki su miktarı	
Ksilenin molekül kütlesi	
Ortalama	



SORULAR

- 1) Su buharı ile damıtma hangi amaçla kullanılır.
- 2) A ve B sıvıları ideal çözelti oluştururlar 0.200 mol B ile 0.600 mol A dan hazırlanan çözeltinin normal kaynama noktasında saf B nin buhar basıncı 0.650 atm dir.
 - a) Bu sıcaklıkta saf A nın buhar basıncı nedir?
 - b) Çözelti ilk kaynama sıcaklığında bu çözelti ile dengede olan buharda A nın mol kesri nedir?