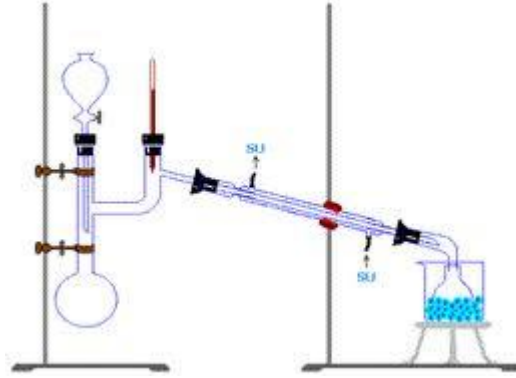


1.Normal Damıtma

Karışımı meydana getiren sıvıların kaynama noktaları arasındaki fark büyükse normal damıtma yapılır. Bu işlem yapılırken, normal bir balon ve onun damıtma başlığı kullanılır. Aşağıdaki şekilde normal damıtma düzeneği görülmektedir.



Şekil 1. Normal damıtma düzeneği

Damıtma işleminde dikkat edilmesi gereken noktalar:

1-Termometrenin haznesi, şekilde görüldüğü gibi yan borunun hizasına veya alt tarafına gelecek şekilde yerleştirilmeli, yan borunun hizasından yukarı yerleştirilmemelidir.

2-Muntazam bir kaynama sağlamak için cam balonun içine kaynama taşı atılmalıdır.

3-Isıtma, mümkün olduğu kadar yavaş ve muntazam olmalı ve damıtılan madde dakikada 2-3 damla düşecek şekilde ayarlanmalıdır.

4-Isıtma için bek alevi, mantolu ısıtıcı veya ısıtma banyosu kullanılabilir. Bunzen beki alevi ile ısıtılırken amyant tel mutlaka kullanılmalıdır.

5-Damıtılacak sıvı, balon hacminin 2/3'ünü işgal etmelidir.

6-Soğutma suyu soğutucuya alttan verilmelidir.

7-Kolay nem kapalı sıvıların damıtılmasında sisteme CaCl_2 'lü kurutma borusu takılır.

Madde ve Malzeme

Verilen karışım, damıtma balonu, soğutucu, hortum, toplama kabı, kaynama taşı, amyant tel, üç ayak, termometre

Deneyin Yapılışı

Damıtma düzeneği şekildeki gibi kurulur. Damıtma balonu içine düzgün kaynamanın sağlanabilmesi için kaynama taşları konur. Verilen karışım balona konur ve ısıtılır. Isıtma işlemi yavaş ve düzenli olmalıdır. İlk destilatın geçtiği (damıtılan kısım) sıcaklık saptanarak bu sıcaklık değeri artmaya bu

sıcaklık değeri artmaya başladığı ana kadar damıtma işlemi sürdürülür. Böylelikle karışımı oluşturan iki madde birbirinden ayrılmış olur.

Veriler ve Sonuçlar

1-Karışımın bileşimi öğrenilerek % verim hesaplanır.

2-Damıtılarak ayrılan maddenin kaynama noktası tespit edilir. Orjinal kaynama noktası ile karşılaştırılır.

2. Ayrımlı (Fraksiyonlu) Damıtma

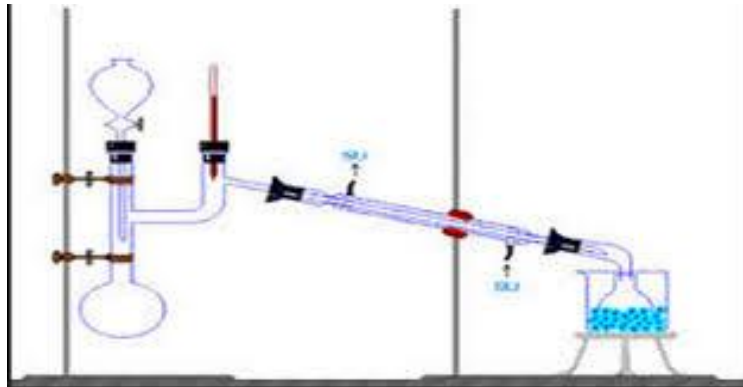
Karışımı meydana getiren sıvıların kaynama noktaları arasındaki fark küçükse normal damıtma ile, karışımı meydana getiren bileşenleri net şekilde ayırmak mümkün olmaz. Böyle durumlarda, normal damıtmadaki normal damıtma başlığı yerine ayrımsal damıtma başlığı kullanılarak damıtma işlemi yapılır. Ayrımsal damıtma başlığının yüksekliği, bileşenleri saf bir şekilde ayırmada çok önemlidir. Örnek olarak, petrol ürünlerinin damıtma kulelerinde ayrılması verilebilir.

Madde ve Malzeme

Örnek karışım, damıtma balonu, fraksiyon başlığı(kleysen balonu) soğutucu, kaynama taşı, toplama kabı, amyant tel, üç ayak, termometre.

Deneyin Yapılışı

Damıtma balonun içine düzgün kaynama sağlanabilmesi için damıtma taşı konur. Verilen karışım balona eklenir ve ısıtılır. Isıtma işlemi yavaş ve düzenli olmalıdır. İlk destilatın geçtiği (damıtılan kısmın) sıcaklık belirlenerek bu sıcaklığın artmaya başladığı ana kadar damıtma sürdürülür. Böylece karışımı oluşturan iki madde birbirinden ayrılmış olur.



Şekil 2. Ayrımlı Damıtma Düzeneği

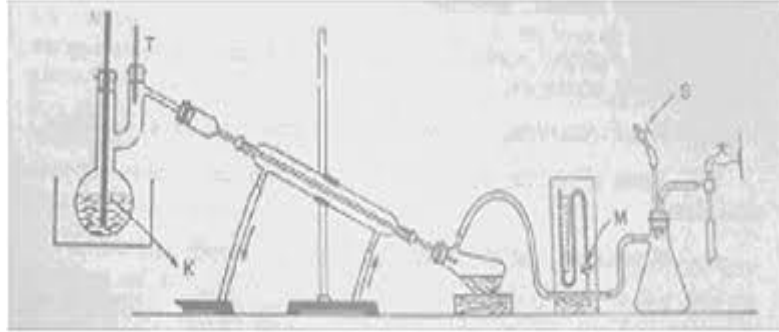
Veriler Ve Sonuçlar

Toplanan destilatın hacmi saptanarak % bileşimi hesaplanır ve orijinal bileşim ile karşılaştırılır.

Kaynama noktası çok yüksek karışımlar için yada yüksek sıcaklıklarda bozulabilen karışımlar için iki yöntem uygulanır;

a) Vakumda Damıtma

Düşük basınç(vakum) damıtma düzeneği, normal veya ayrımsal damıtma düzeneğinin, kapalı bir sistem haline getirilerek vakum pompasına bağlanması ile oluşturulur. Bir maddenin kaynaması madde üzerinde ki etkin basınca bağlıdır. Basınç arttıkça kaynama noktası yükselir, basınç düştükçe kaynama noktası da düşer. Basıncın düşürülmesi ile karışımı meydana getiren maddelerin daha düşük sıcaklıklarda kaynamaları sağlanmış olur. Böylece, erime noktası civarında bozulan bir maddeyi bozmadan saf bir şekilde daha düşük sıcaklıklarda elde etmiş oluruz. Damıtılacak sıvının konduğu cam balon çoğunlukla iki boyunlu kleysen balonudur. Bu tür balonların tek boyunlu balonlardan farkı vakumdan ve ısıtmadan dolayı meydana gelebilecek ani sıçramaların zararını azaltmasıdır. Böylece damıtılacak sıvının sıçramalar sonucunda damıtılmış sıvı ile karışmasına engel olmuş olur. Balonun dibine kadar uzanan emniyet kapileri düzgün kaynamayı sağlamak için ve ani kabarmaları önlemek için konmuştur. İçeri giren havanın kabarcık yapması, üst kısma bağlı bir lastik hortumu sıkıştıran bir mohr pensi ile istenildiği şekilde ayarlanabilir. Termometre, kleysen balonunun yan boynuna ve soğutucuya giden borunun hizasına veya daha alt kısmına konulur. Soğutucudan eğer bir tane ayırım alınacaksa, şekilde görüldüğü gibi, bir erlen veya balon yeterlidir. Şayet, birkaç ayırım toplanacaksa bir inek memesi adaptörüne ihtiyaç vardır.



Şekil 3. Vakumlu damıtma düzeneği

Madde Ve Malzeme

Verilen karışım, damıtma balonu (kleysen balonu), soğutucu, hortum, kaynama taşı, toplama kabı, amyant tel, üç ayak, termometre, vakum ölçer, su trompu, klemp, tuzak kabı, ince cam boru.

Deneyin Yapılışı

Damıtma düzeneği şekildeki gibi kurulur. Damıtma balonu içine düzgün kaynamanın sağlanabilmesi için kaynama taşları konulur. Verilen karışım balona konur ve ısıtılır. Isıtma işlemi yavaş ve düzenli yapılmalıdır. İlk destilatın geçtiği(damıtılan kısım) sıcaklık saptanarak bu sıcaklık değeri artmaya

başladığı ana kadar damıtma işlemi sürdürülür. Böylelikle karışımı oluşturan iki madde birbirinden ayrılmış olur.

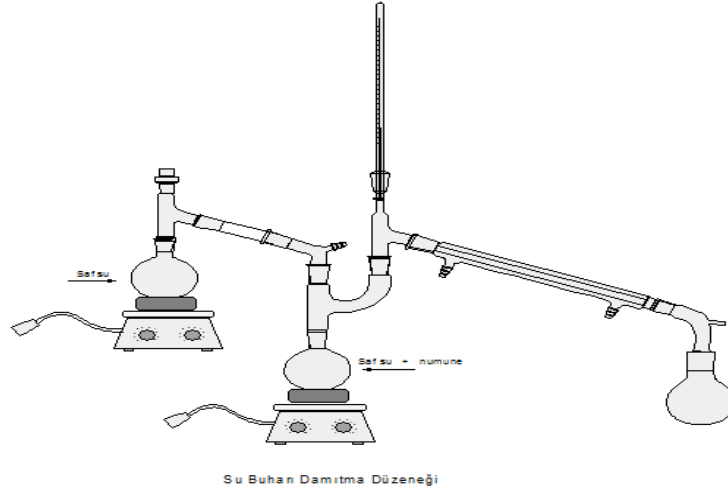
Veriler ve Sonuçlar

1-Karışım bileşimi saptanır.

2-Vakum yapılmasının sebebi nedir?

Su Buharı ile Damıtma

Damıtma işlemi genelde 100°C civarında gerçekleşmektedir. Bir arada bulunan ve birbirinde çözünmeyen iki uçucu maddenin buharlaşma baskıları toplamı dış basınca eşit olduğu sıcaklıkta, her iki madde beraberce damıtılır ilkesinden hareketle, su ile homojen bir karışım oluşturmayan bu tür maddelerin damıtılması için, bu yöntem uygulanır. Gül çiçeğinden gül yağı ve diğer benzeri bitkilerden yağ veya esans eldesi, bu yöntemle olmaktadır.



Şekil 4. Su buharı damıtma düzenegi

Bu tür karışımlarda, her bileşen diğer bileşenden bağımsız olarak kendi buhar basıncına sahiptir. Sistemin buhar basıncı, sistemi oluşturan bileşenlerin buhar basınçlarının toplamına eşittir. Ayrılması istenen bileşenin (A) buhar basıncı P_A , suyun (B) buhar basıncı P_B ise, $P_{top}=P_A + P_B$ 'dir ve P_{top} dış atmosfer basıncına eşit olduğu anda, karışım kaynamaya başlar.

Dalton kısmi basınçlar kanununa göre,

$$P_A/P_B = n_A/n_B$$

n_A ve n_B sırasıyla A ve B bileşenlerinin buhar fazındaki mol sayılarıdır. Her iki bileşenin buhar fazındaki ağırlıkları sırasıyla, g_A ve g_B ise;

$$g_A=n_A \cdot M_A \quad g_B=n_B \cdot M_B$$

$g_A/g_B = (n_A \cdot M_A)/(n_B \cdot M_B)$ olacağından, sonuçta,

$n_A=(P_A \cdot V)/(RT)$ ve $n_B=(P_B \cdot V)/(RT)$ eşitlikleri yerlerine konulduğunda,

$g_A/g_B = (P_A M_A)/(P_B M_B)$ olur. Burada, M_A ve M_B A ve B bileşenlerinin molekül ağırlıklarıdır.

Su buharı damıtması ile, kendi kaynama noktası sıcaklığı civarında bozulmaya uğrayan organik maddeler, kaynama noktasının altındaki sıcaklıklarda bozulmadan damıtılabilir. Örneğin brom benzen'in su buharı ile damıtma işleminde sıcaklık 95,5°C'a vardığında, damıtma olayı başlar. 95,5°C sıcaklıkta, brom benzenin buhar basıncı, $P_A=119$ torr ve yine bu sıcaklıkta, suyun buhar basıncı, $P_B=641$ torr'dur. $P_A+P_B=119+641=760$ torr ve brombenzen-su karışım toplamı buhar basıncı dış atmosfer basıncını bulduğu için, karışım 95,5 °C de kaynamaya başlayacak, dolayısıyla damıtma olayı da başlayacaktır. Aslında brombenzenin kaynama noktası, 155 °C ve suyunki 100 °C'dir. Görüldüğü gibi brombenzeni bozmadan, kendi kaynama noktasının çok altında, 95,5 °C'de elde etmek mümkündür. (1 torr=1 mmHg)

Madde ve Malzeme

Verilen karışım, damıtma balonu, fraksiyon başlığı (klyesen balonu), soğutucu, hortum, kaynama taşı toplama kabı, amyant tel, üç ayak, termometre, ayırma hunisi, mezür

Deneyin Yapılışı

Damıtma düzeneği şekildeki gibi kurulur. İlk balona düzgün kaynamanın sağlanabilmesi için kaynama taşları konur. Verilen karışım damıtılacak balonun bulunduğu balona konur. İlk balona ise su buharı üretmek için su konulur ve ısıtılır. Isıtma işlemi yavaş ve düzenli olmalıdır. Damıtma işlemi, karışımı oluşturan bileşenlerden biri tamamen uzaklaşana kadar devam eder. Damıtılan sıvıda hem damıtılan madde hem de su vardır. Bu iki sıvı birbirleri ile karışmadığından, ayırma hunisi ile kolayca ayrılır. Mezür ile miktarı bulunur.

Veriler ve Sonuçlar

1-Toplanan destilat hacmi ve maddenin hacimleri kaydedilir.

2-Bu yöntem ortamda istenmeyen ürün olarak bulunabilecek maddeleri uzaklaştırmak ya da çoklu karışım içinden maddeyi çekmek içinde kullanılabilir mi tartışınız.