

**ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ**  
**MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ**  
**KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**  
**ORGANİK KİMYA LABORATUVARI**

**DENEY 5: YENİDEN KRİSTALLENDİRME DENEYİ**

**TEORİ :**

Organik deneyler sonucunda genellikle elde edilen ürün, saf olmayan şekilde elde edilir. Bu ürün katı ise eğer , yeniden kristallenme yöntemi , saflaştırmak için en etkili ve en yaygın kullanılan bir metottur. Etkili bir saflaştırma için yeniden kristallendirilecek olan bileşen, seçilen çözücü ısıtıldığında çözünebilir, çözücü soğutulduğunda çözünmemelidir. Bu yüzden yeniden kristallendirme tekniği, uygun bir sıcak çözücü içerisinde saflaştırılacak olan malzemenin çözülmesini temeline dayanır ve bu teknikle çözünecek olan materyal sıcak filtrasyon yardımı ile diğer safsızlıklardan ayrıştırılır ve daha sonra ayrılan malzeme soğutulur. Çözücü soğuduğu için , daha sonra kristallenecek olan madde ile doyurulmaya başlar. Yeniden kristallenme sırasında , düzenli olarak kristal yapı oluşmaya başladığı için yabancı moleküller bu düzenli yapıyla uyuşamaz ve dışarıda kalır. Bu yüzden kristal saf bir bileşenden oluşur. Çözünebilir safsızlıklar çözeltide doygunluğa erişecek kadar derişime sahip olmadıkları için çözünebilir safsızlıklar çözelti içerisinde kalır. İstenen kristaller daha sonra filtrasyon ile toplanır ve yüzey üzerindeki safsızlıkları uzaklaştırmak için soğuk çözelti ile yıkanır ve kurutulur.

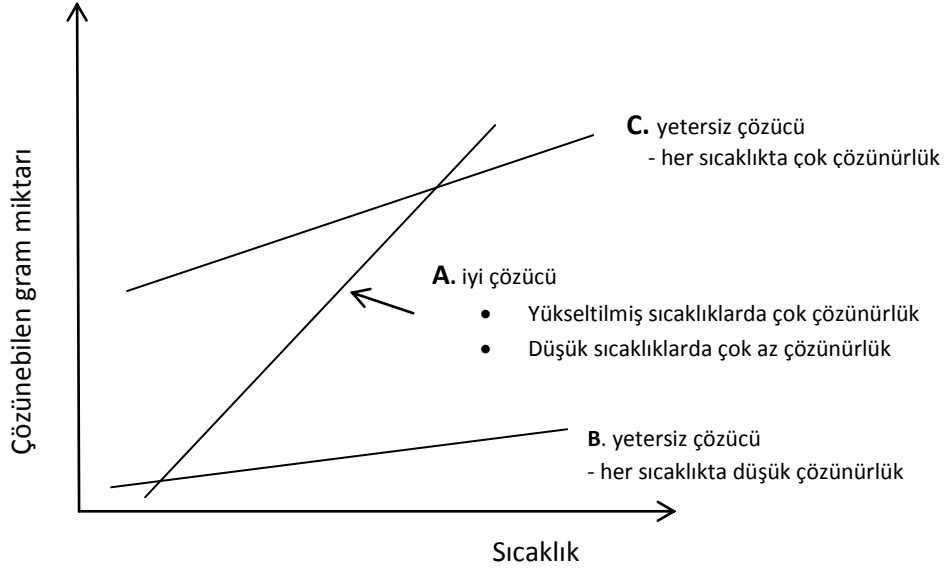
Endüstride yeniden kristallendirme işlemi , şekerin ticari olarak saflaştırılmasında büyük ölçekte yapılmaktadır.

**ÇÖZÜCÜ SEÇİMİ :**

Yeniden kristallendirmedeki hassas nokta çözücü seçimidir. Çözücü seçimi, hem bilgi hemde deneyim gerektirir. Etkili bir yeniden kristallendirme işlemi için, çözündürülecek olan madde, sıcak çözücü içerisinde maksimum çözünürlüğe sahip olmalı ve soğuk çözücü içerisinde minimum çözünürlüğe sahip olmalıdır. Sıcaklığın artırılması ile çözünürlükteki hassas artış, çözücü yeniden

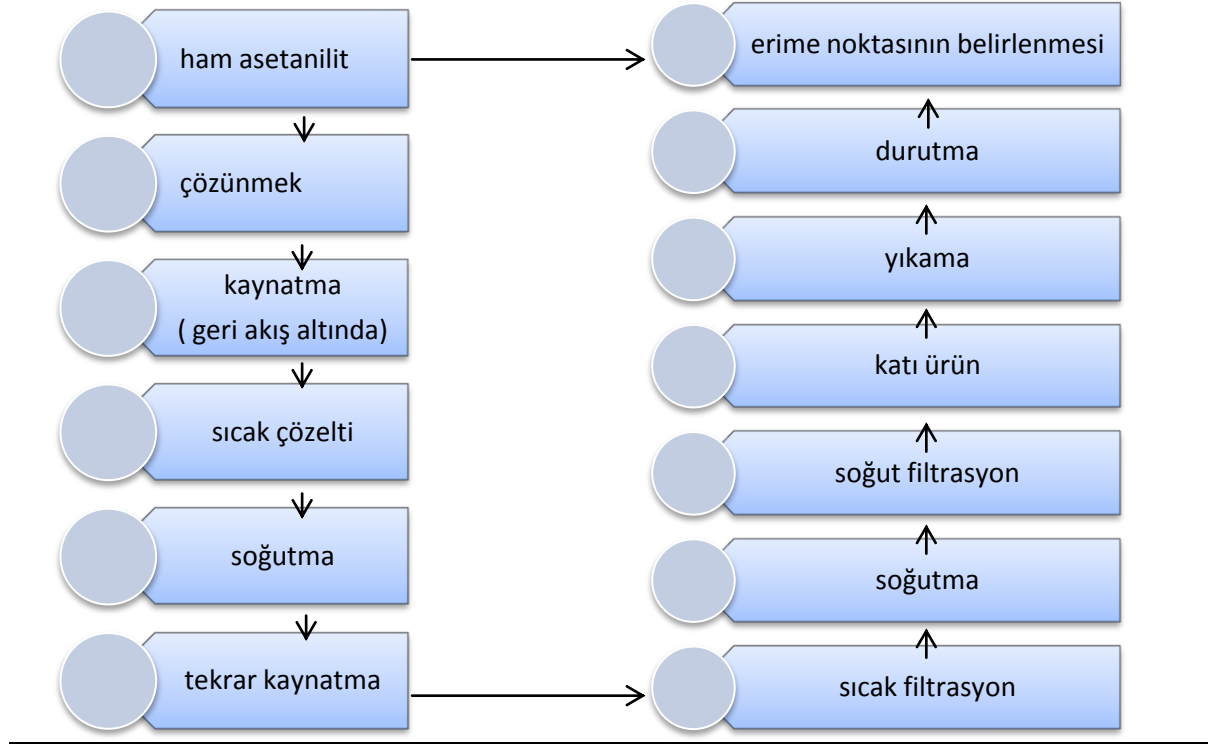
kristallendirme işlemi için uygun kılar çünkü sıcaklığın artması ile çözünürlüğünde hızlı bir şekilde artması, sıcak çözücü içerisinde istenen bileşenin filtrasyon ile ayrılmasını sağlar.

Her ne kadar çözücü seçimi iyi olursa olsun, yeniden kristallendirme işleminden sonra çözelti içerisinde çözünmesi istenen madde kalır. Bu da elbette yeniden kristallendirme işleminin verimini düşürmektedir.



### **DENEY ÖZETİ :**

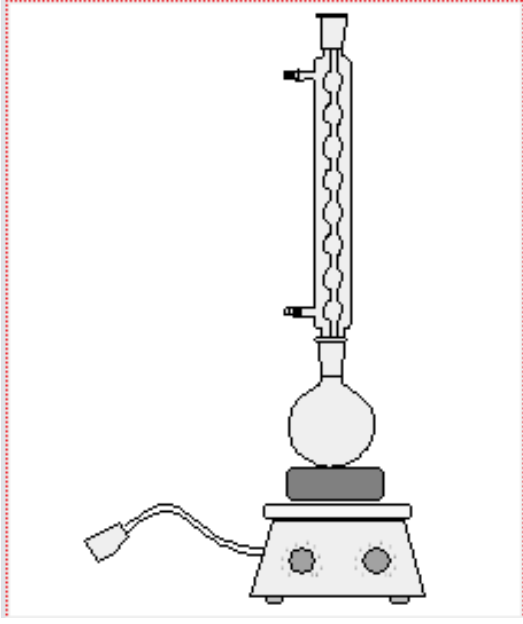
Bu deneyde ham asetanilit yeniden kristallendirme metodu ile saflaştırılacaktır. Deney özeti aşağıdaki gibidir :



### **İŞLEMLER VE ARAÇLAR :**

#### **Geri akış :**

Asetanilit, şekilde gösterildiği gibi geri akış sistemi kurularak su içerisinde çözülecektir. Isıtma ya başlamadan önce kaynatma taşlarını eklemeyi unutmayınız.



**ŞEKİL I : GERİ SOĞUTUCU SİSTEMİ**

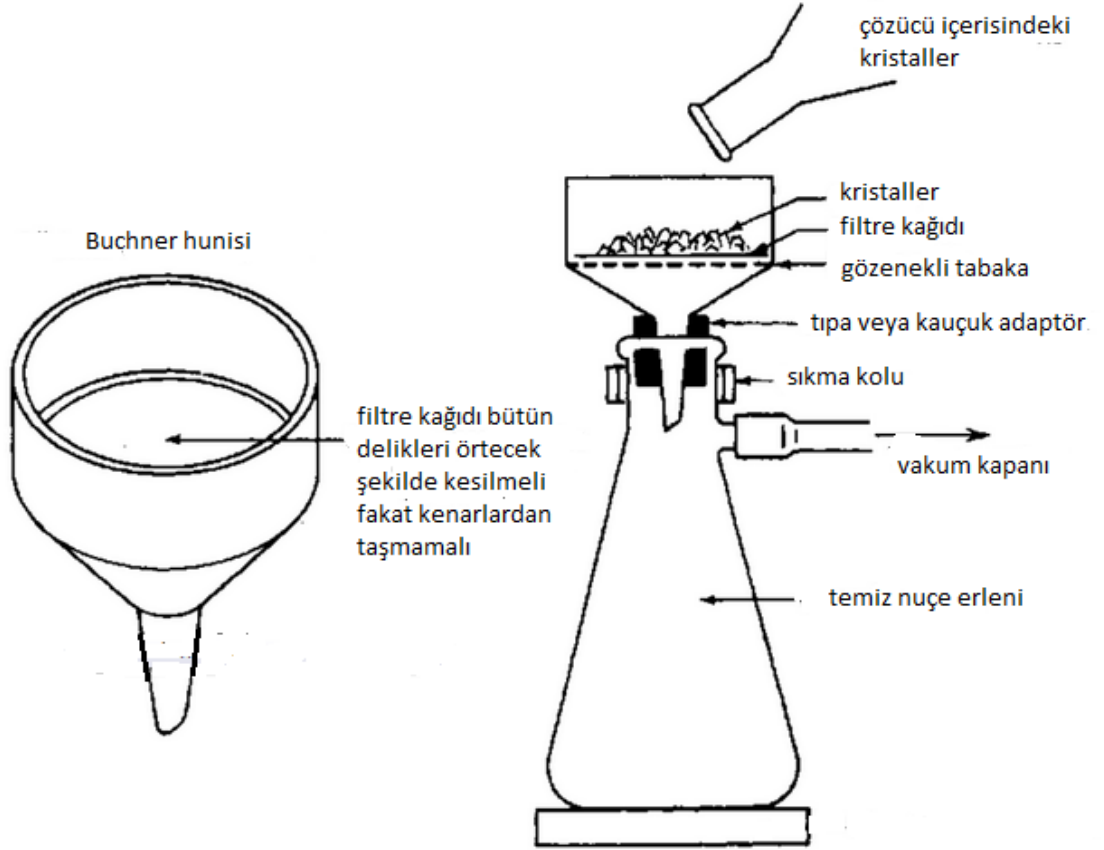
### **AKTİF KARBON :**

Saflaştırılacak olan bir örnek genellikle , çözünebilen renklendirici safsızlıkları içerir. Bu renklendirici safsızlıklar , iyi bir şekilde bölünmüş aktif karbon üzerine adsorbe edilir ve uzaklaştırılır, çünkü ticari olarak Norit diye adlandırılan aktif karbon\_, yüksek yüzey alanına sahiptir ve bu renklendirici safsızlıkları adsorplayabilecek güçlü bir afiniteye sahiptir. Adsorpsiyon işlemi yaparken istenen ürünü kaybetmemek için kullanılacak olan adsorbent küçük miktarda( yaklaşık 20-30 mg) olmalıdır.

### **VAKUM FİLTRASYON :**

Çözünemeyen safsızlıkların ortamdan uzaklaştırılabilmesi için sıcak çözeltiler hızlı bir şekilde filtrelenmesi gerekir. Aksi takdirde çözelti soğur ve istenmeyen kristaller oluşur. Hızlı filtrasyon, filtrasyon hızını artırmak için vakum kullanılarak yapılabilir. Bunun için Buncher hunisi, bir süzgeçli erlene bağlanır. Bir disk şeklinde filtre kağıdı, Süzgeç içerisinde bulunan bütün delikleri kapatacak şekilde kesilerek süzgeç üzerine yerleştirilir ve yeniden

kristallendirme işleminde kullanılacak olan çözücünün bir miktarı ile süzgeç kağıdı nemlendirilir. Süzgeçli erlen daha sonra vakum kaynağına bağlanır. Filtre kağıdı hafifçe huniye doğru çekildiğinde çözelti filtrasyonu başlar.



ŞEKİL II : BUCHER HUNİSİ VE VAKUM FİLTASYONU

## **DENEYİN YAPILIŞI :**

- 1) Saf olmayan asetanilitten 4 gram tart ve küçük bir miktarını erime noktasını belirlemek için kullan.
- 2) Yuvarlak tabanlı 250 ml lik balon içerisinde geri kalan örneği çöz. Balonu geri akış kondansatörüne bağla ve kondansatör çeketi üzerinden düşük bir su akışı başlat, balona 80 ml su ve kaynama taşlarını ekle ve elektrikli ısıtıcı yardımı ile suyu kaynama sıcaklığına getir.
- 3) Suyun sürekli olarak geri akabilmesi için ısıtıcıyı ayarla. Çözünebilecek hiçbir katı gözükmeyene kadar ısıtmaya devam et ve birkaç dakika soğumaya bırak.
- 4) Bir spatül ucu kadar renk giderici ( aktif ) karbon ekle ve birkaç dakika daha kaynat ve aparatları soğut.
- 5) Asetaniliti sıvı içerisinde ayırabilmek için çözelti hala sıcak iken çözeltiyi filtrele ( süz). Filtreleme işlemi yapmadan önce Bunchner hunisini ısıt ve emme erleni sıcak su ile yıkanarak kullanılır.
- 6) Kristallenme olabilmesi için filtrat , küçük bir beherin içerisine dökülür ve beherde küçük bir buz banyosunun içerisine konur.
- 7) Kristallenme tamamlandığında çözelti süzülür ve meydana gelen kristaller birkaç ml lik buzlu su ile yıkanır ve daha sonra oluşan kristallerin ağırlığını ve erime noktasını belirlemek için kurumaya bırakılır. Elde edilen saf asetanilit ile saf olmayan aset anilit örneklerinin erime noktaları karşılaştırılır.

**ÖNEMLİ NOT !!!** Asetanilit, hızlı bir şekilde zehirleyici ve tahriş edici bir maddedir. Deri , göz ve elbiselerin asetanilitle temasından kaçınınız.

## **SORULAR**

- 1) Saf asetanilit ile saf olmayan asetanilitin erime noktasını karşılaştırın ve aradaki farkın sebebini açıklayınız ?
- 2) Yeniden kristallendirme metodu için seçilecek olan uygun çözücünün özellikleri nedir?
- 3) Filtrasyondan önce niçin huni önceden ısıtılıyor? Filtrasyon sırasında niçin çözelti mümkün olduğunca sıcak tutulmaya çalışılıyor?
- 4) Küçük miktarda bile aktif kömür kullanılması ile safsızlıkların uzaklaştırılmasına yetiyorsa niçin fazla miktarda kullanılmıyor?