

SÜBLİMLEŞME VE ERİME NOKTASI TAYİNİ

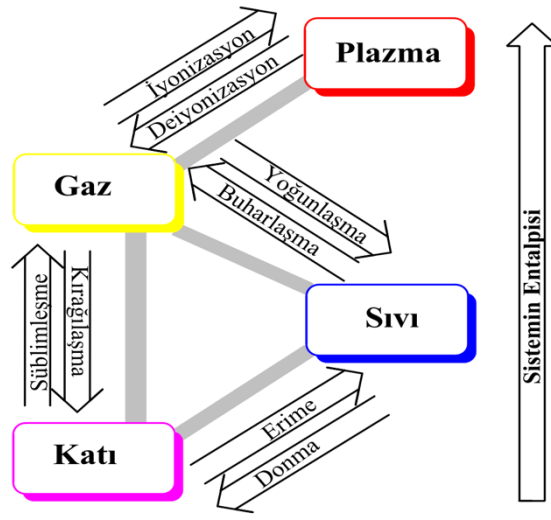
Deneyin Amacı: Bir maddenin süblimleşme veya erime noktasını tayin etmek.

Temel Bilgiler

Evrenin incelenmekte olan parçasına **sistem** denir. Bir sistemde fiziksel ve kimyasal olarak homojen olan bölgelere **faz** (hal, evre) adı verilir. Maddenin katı, sıvı ve gaz olmak üzere üç temel hâli vardır. Bu üç durum arasında ortam şartları elverişli hale getirilerek bir hâlden diğerine dönüşüm sağlanabilir. **Hal değişimi**, bir maddenin sıcaklığı değişmeden moleküller arası potansiyel enerjisinin ısı olarak ya da vererek değişmesi sonucu meydana gelir. Saf maddelerin hal değişimi sırasında, sıcaklığı değişmez. Bir madde farklı sıcaklık ve basınç şartlarında üç hâlde de bulunabilir. Örneğin, saf su, H_2O ile formüle edilir. Katı hâlde buz, sıvı hâlde su ve gaz hâlinde su buharı şeklinde bulunur.

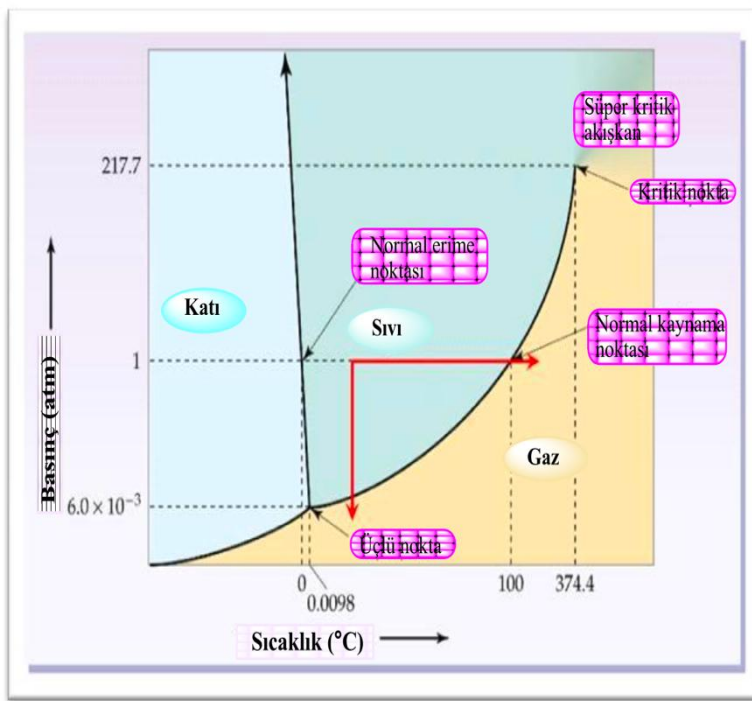
Maddenin katı hâli, belirli bir şekle ve hacme sahiptir. Katı maddeyi oluşturan atom ve moleküller birbirine çok yakındır. Aralarındaki boşluklar çok azdır. Atom ve moleküller arasında bir düzenlilik vardır. Maddenin sıvı hâli, belirli bir şekle sahip değildir. Sıvılar akışkan olduklarından bulundukları kabın şeklini alır. Sıvı hâlde atom veya moleküller katılardan daha düzensiz olup tanecikler arası boşluklar katılardan daha fazladır. Maddenin gaz hâli ise, atom veya molekülleri arasında boşlukların çok olduğu durumdur. Gaz tanecikleri düzensiz olarak hareket ederler. Bu hareketleri sırasında gaz molekülleri birbiri ile homojen olarak karışabilirler. Gazların belirli bir şekil ve hacimleri yoktur. Konuldukları kabı dolduracak şekilde genişleyerek kabın şeklini ve hacmini alırlar. Koşullara bağlı olarak, bir madde yalnızca bir halde görülebilir ya da iki veya üç halde de olabilir.

Gaz halindeki maddeye enerji vermeye devam edersek, atomların dış kabuklarındaki elektronlar atomdan ayrılmaya başlar. Bu durumda madde, artı ve eksi yüklü parçacıklardan oluşan yüksek enerjili bir gaz haline gelir. Artı ve eksi yükler, birbirlerini çekmelerine rağmen, birleşerek nötr bir atom oluşturmazlar çünkü parçacıkların kinetik enerjileri, aralarındaki elektrostatik bağ enerjisinden fazladır. Maddenin bu dördüncü hali olarak düşünülen bu sisteme **plazma** adı verilmektedir. Güneş ve diğer yıldızlar (nötron yıldızları hariç) tamamen plazma halindedir. Plazma haline uzay boşluğunda da bolca rastlanır. Uzaydaki plazma çok daha soğuk olmasına rağmen, çok seyreltik olduğu için birleşerek nötr atomlar oluşturma ihtimali düşüktür. Dünya dışında, evrendeki maddenin %99'u plazma (iyonlaşmış gaz) halindedir.



Şekil 1. Maddenin halleri ve fazlar arası geçişler

Saf bir madde ısıtıldığında moleküllerin ortalama kinetik enerjileri artacağından katının sıcaklığı artmaya başlar. Bu sıcaklık artışı maddenin katı-sıvı faz dönüşümünün başladığı erime noktasına ulaşıncaya dek sürer. Atmosfer basıncı altında katının buhar basıncının sıvının buhar basıncına eşit olduğu bu faz dönüşüm sıcaklığına **erime noktası** denir. Erime sırasında alınan ısı erime için kullanılacağından katının tümü sıvı hale dönüşüne dek sıcaklık değişmez. Katının tümü eridikten sonra alınan ısı, sıvı moleküllerinin ortalama kinetik enerjilerini artıracığından bu kez sıvının sıcaklığı artmaya başlar. Bu sıcaklık artışı maddenin sıvı-gaz faz dönüşümünün başladığı kaynama noktasına ulaşıncaya dek sürer. **Kaynama noktası**, sıvının buhar basıncının atmosfer basıncına eşit olduğu sıcaklıktır. Kaynama sırasında alınan ısı buharlaşma için kullanıldığından, sıvının tümü gaz hale dönüşüne dek sıcaklık değişmez. Atmosfer basıncı altında soğutulan saf bir gaz madde, ısınmada görülen süreçlerin tersini izleyerek **yoğunlaşma** ve **donma** faz dönüşümlerinden geçer. Erime ve donma noktası ile kaynama ve yoğunlaşma noktalarının sıcaklıkları aynıdır. Moleküller arası kuvvetlerin daha büyük olduğu katılar, sıvılar ölçüsünde olmasa da buhar oluşturabilirler. Sıvıların buharlaşma entalpisi (H_b) yerine katıların buharlaşmasında süblimleşme entalpisi (H_s) terimi kullanılır. Sabit basınçta moleküllerin katı halden doğrudan buhar haline geçmesine **süblimleşme** denir. Endotermik bir olaydır. Süblimleşmenin tersine, molekülün buhar halden katı hale geçmesine **kırağılaşma** adı verilir. Süblimleşme ve kırağılaşma eşit hızlarda oluştuğunda katı ve buhar arasında dinamik bir denge vardır. Dengedeki buhar, süblimleşme basıncı denen bir basınca sahiptir. Süblimasyon yöntemi maddeler istenilen şekilde saflaştırılabilirler. Maddenin çeşitli sıcaklık ve basınçta hangi fiziksel fazda bulunduğu ve diğer fazlara geçiş şartları faz diyagramından bulunabilir. Mesela suyun faz diyagramı incelendiğinde, maddenin bulunduğu sıcaklık ve basınç katı-gaz değişiminin olduğu bölgede olursa —süblimleşme, katı-sıvı eğrisinin olduğu bölgede olursa erime ve sıvı- gaz eğrisinin olduğu bölgede olursa kaynama olayı meydana gelir.



Şekil 2. Suyun faz diyagramı

Gerekli Aletler ve Kimyasal Maddeler

Saat camı, huni, süzgeç kâğıdı, spor, kısıkaç, tel amiyant, bek alevi, bez parçası, erime noktası tayin cihazı, kılcal boru, termometre, parafin, naftalin

Deneyin Yapılışı

Üçayak üzerine bir tel amiyant yerleştirilir. İçerisine su doldurulan beher spora geçirilen kısıkaca tutturulur. Altına bek alevi yerleştirilerek beher içerisindeki su ısıtılır. Kaynayan suyun sıcaklığından yararlanmak suretiyle bu işlem yapılır. Beherin üzerine saat camı yerleştirilir ve içine 2 gr. naftalin konulur. Saat camının üzeri içerisine süzgeç kâğıdı yerleştirilmiş huni ile kapatılır. Bu işlem sonunda süblimleşen naftalin huni içerisindeki süzgeç kâğıdına tutunur. Kristalleşen naftalinin tekrar düşmesini önlemek için huninin dış yüzeyi ıslak bir bezle soğutulur.



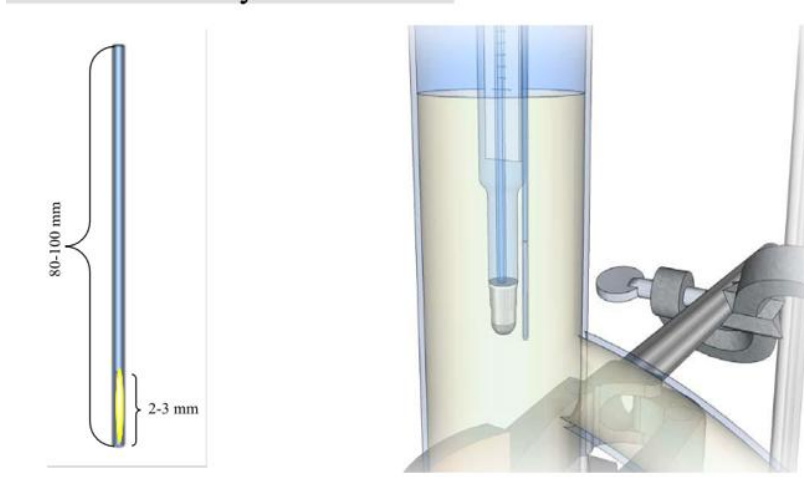
Şekil 3. Süblimleşme olayı ve naftalinin süblimleşmesine ait deney düzeneği

Saf kristalli bileşikler genellikle kesin ve net birer erime noktasına sahiptirler. Fakat kesin ve net bir sıcaklık derecesi yerine bir **erime sıcaklık aralığından** bahsetmek daha yerinde olur. **Erime Sıcaklık Aralığı**, bir katının erimeye başladığı sıcaklık ile tamamen eridiği sıcaklık arasındaki genellikle derece santigrat cinsinden belirtilen aralık olarak tanımlanır. Genellikle, bu aralık saf bileşikler için 4°C 'dan daha dardır. Bir bileşiğe az miktarda bile olsun karışmış safsızlıklar (eğer bileşikte çözünebiliyorlarsa ve onunla karışabiliyorlarsa) erime aralığının 4°C 'dan daha fazla genişlemesine ve erime aralığının bileşiğin normal erime noktasından daha düşük sıcaklıklara inmesine neden olurlar. Bununla birlikte eğer bir bileşik 0.5-2 °C'lık dar bir sıcaklık aralığında eriyorsa, bileşiğin oldukça saf olduğu kabul edilebilir. **Sıcaklık ölçümleriyle**, saflık kriterlerinden en önemli ikisi olan "**erime ve kaynama noktaları**" saptanır. Erime noktası tayininde "**erime noktası tayin cihazı**" olarak bilinen çeşitli elektrik ısıtmalı blok cihazlardan biri kullanılabilir. Ancak bu tür özel cihazların bulunmadığı durumlarda "**Thiele tüpü**" veya uygun bir balon (erlen, tüp, vb.) içinde de **basit bir erime noktası tayin düzeneği** kurulabilir

.



Şekil 4. Bazı Erime Noktası Tayini düzenekleri



Şekil 5. Kapiler tüp hazırlanması ve yerleştirilmesi

Erime noktası tayini 80-100 mm uzunluğunda ve 1-1,5 mm çapında kapiler tüplerle yapılır. Kapiler tüpün doldurulması şu şekildedir: Yaklaşık 30 mg kuru katı madde (örneğin naftalin) camdan yapılmış bir lam veya porselen bir tabak üzerinde temiz bir metal veya cam spatül kullanarak ince bir toz haline gelene kadar ezildikten sonra küçük bir topak halinde bir araya toplanır. Kapiler tüpün açık ucu, bu toz madde yığınının dik olarak geçecek şekilde lam veya porselen tabak yüzeyine bastırılarak maddenin kapiler tüp içine alınması sağlanır. Bu işlem, yeterli madde toplanana kadar (kapiler içinde yaklaşık 2-3 mm'lik bir madde miktarına ulaşına kadar) 2-3 kez tekrarlanabilir. Kapiler tüp kapalı ucu aşağıya gelecek şekilde çevrildikten sonra iki ucu açık olan 50-70 cm boyundaki cam tüp içinden geçirilerek sert bir yüzey üzerine birkaç defa dürülür. Böylelikle, kapiler içine alınan katı maddenin tüpün kapalı ucuna doğru transferi ve burada sıkıca istiflenmesi sağlanır. Bu işlem kapiler içindeki madde miktarı 2-3 mm olana kadar tekrarlanır ve kapiler tüp silinerek temizlenir. Erime noktası tayin edilecek maddenin ince toz halindeki bir numunesinden alınan az bir miktar madde, bir ucu kapatılmış ve ince çeperli bir kapiler tüpün içine alınır. Bu ince kapiler tüp erime noktası tayin cihazının içine konur ve ısıtılır. Erimenin başladığı ve maddenin tamamının eridiği iki sıcaklık kaydedilir. Bu iki sıcaklık o maddenin erime aralığının iki ucunu belirler ve o maddenin karakteristik bir özelliğidir. Erime noktası tayini için Thiele aparatı kullanılacak ise elastik bir kauçuk hortumdan kesilen halka ile kapiler tüpün ucu cıva haznesinin ortasına gelecek şekilde termometreye bağlanır. Hiçbir şekilde lastik halka banyoya değmemelidir. Eğer maddenin erime noktası yaklaşık olarak biliniyorsa, erime noktasının 15-20 °C aşağısına kadar banyo hızlıca ısıtılabilir. Bundan sonra yavaşça ısıtma devam edilir. Maddenin yumuşamaya başladığı ve tam eridiği sıcaklıklar kaydedilir.

Buna göre süblimasyon işlemi ile saflaştırılan naftalin kristallerinin erime noktası tayin edilir. Benzer şekilde benzoik asit, asetanilit, benzoin ve üre gibi erime noktaları bilinen bazı organik bileşikler yanında verilen bir numunenin erime noktası tespit edilerek bu organik bileşiklerden hangisi olduğuna karar verilir.

Organik Madde	Erime noktası (°C)
Naftalin	78-80
Benzoik asit	120-122
Asetanilit	114-115
Benzoin	137-138
Üre	133-135

Değerlendirme Soruları

- 1- Süblimleşmeden önceki naftalinin erime noktası ile süblimleşmeden sonra oluşan naftalin kristallerinin erime noktaları arasında ne fark vardır?
- 2- Maddelerin tanınmasında erime noktası tayininden nasıl yararlanılır?
- 3- Anorganik maddeler ile organik maddelerin erime noktaları arasında ne gibi farklılıklar vardır? Araştırınız.

Kaynak

Genel Kimya Laboratuvar Kılavuzu, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Kimya Bölümü, İkinci Baskı, Ondokuz Mayıs Üniversitesi Yayınları No:77, Samsun.