

KRİSTALLENĐİRME

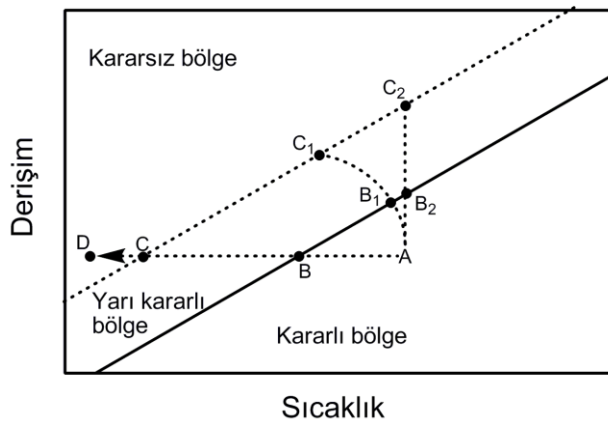
Kristallendirme katı bileşiklerin saflaştırılması için en çok kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde, saflaştırılacak katının genellikle ısıtılarak doymuş veya aşırı doymuş çözeltisi hazırlanır. Bu çözelti soğutulduğunda kristallenme oluşur. Kristallenme iki kademedeyi meydana getirir. Bunlar kristal çekirdeğinin oluşumu ve oluşan çekirdeğin büyümesidir.

Aşırı doygunluk ve kendi kendine kristallenme arasındaki ilişki grafiksel olarak Şekil 3.1’ de gösterilmiştir. Alttaki devamlı çizgi çözünürlük eğrisidir. Üstteki kırık süper çözünürlük eğrisi ise, kontrolsüz, kendi kendine kristallenmenin gerçekleştiği sıcaklıkları ve derişimleri göstermektedir.

Süper çözünürlük eğrisi iyi tanımlanmamış olmakla birlikte süper çözünürlük bölgesi içinde yarı kararlı bölge bulunmaktadır. Böylelikle diyagram üç bölgeye ayrılmaktadır.

- Kristallenmenin imkânsız olduğu **kararlı** (doymamış) bölge.
- Çözünürlük ve süper çözünürlük eğrileri arasındaki kendi kendine kristalizasyonun mümkün olmadığı, **yarı kararlı** (aşırı doygunluk) bölge.
- Kendi kendine kristallenmenin mümkün olduğu, ama kaçınılmaz olmadığı **kararsız** veya aşırı doygunluk bölgesi.

Eğer Şekil 3.1’ de A noktası ile temsil edilen bir çözelti, herhangi bir çözücü kaybı olmaksızın soğutulursa C noktası ile temsil edilen şartlar gerçekleşmedikçe kristallenme meydana gelemez. Özellikle sodyum tiyosülfat gibi çözünürlüğü yüksek olan maddeler için kristallenme başlamadan önce D noktasına kadar soğutmak gerekebilir.



Şekil 3.1 Çözünürlük-süper çözünürlük grafiği

Aşırı doymunluk, çözeltide bir kısım çözücüyü buharlaştırarak da elde edilebilir. AB_2C_2 çizgisi sabit sıcaklıkta gerçekleşen böyle bir işlemi temsil etmektedir. Bu işlem sonunda kristallenme gerçekleşmez ise, soğutma ve buharlaştırma birlikte kullanılmakta ve bu tür bir işlem AB_1C_1 çizgisiyle tanımlanmaktadır. Bu grafikten anlaşıldığı üzere aşırı doymun çözeltilerde sabit ve yüksek sıcaklıkta bile kristallenme mümkündür.

Buna göre kristallenme sürecini kontrol edebilmek için hazırlanan çözeltinin derişimi oldukça önemlidir. Yani çok seyreltik çözelti kristallenmenin imkansızlaşmasına ya da çok geç gerçekleşmesine sebep vermekte iken çok derişik çözelti de ise yüksek sıcaklıklarda istenmeyen kristal oluşumuna neden olabilmektedir. İdeal kristallenme çözeltinin belli sıcaklığa soğutulduğunda yavaşça gerçekleşenidir (ABC doğrusu).

Altın kural

Kristallendirilecek katı için *uygun çözücü* kullanılmalıdır. Bu çözücü soğukta safsızlıkları neredeyse tamamen çözmeli sıcakta ise çözmemelidir. Saflaştırılacak katıyı soğukta çok az veya hiç çözmemelidir ancak sıcakken iyi çözmelidir. Yani kristallendirilecek katı ile safsızlıklar benzer çözünürlük özellikleri göstermemelidir. Örneğin safsızlıklar soğukta çözünürse kristallendirme işleminden sonra oluşan saf kristaller süzülerek alınır ve yıkandığında istenmeyen safsızlıklar uzaklaştırılmış olur. Tam tersine safsızlıklar sıcakta bile çözünmezse bu sefer soğutmadan önce yapılacak sıcak süzme işlemi ile bu safsızlıklar uzaklaştırılabilir.

Uygun çözücü seçimi

Oda sıcaklığında katıyı iyi çözen çözücü uygun kristallendirme çözücüsü değildir. *Uygun çözücü katıyı soğukta çözmeyen ya da az çözen, sıcakta ise iyi çözendir.* Bazen soğukta katıyı iyi ve kötü çözen çözücüler belli oranlarda karıştırılarak uygun çözücü elde edilebilir. Tabii ki bulunan uygun çözücü safaştırılacak katı ile *tepkime vermemelidir.* Bu temel özellikler dışında uygun çözücü şu özelliklere de mümkünse sahip olmalıdır.

- Kaynama noktası çok yüksek $+100^{\circ}\text{C}$ veya çok düşük -40°C olmamalıdır. Yüksek kaynama noktalı çözücüler kurutma aşamasında uzaklaştırmak zordur. Düşük kaynama noktalı çözücüler ise işlem sırasında çokça buharlaşırlar.
- Uygun çözücü zehirli, kanserojen, yanıcı, parlayıcı, tahriş edici vb. özelliklere sahip olmamalıdır.
- Uygun çözücü kolay bulunur ve ucuz olmalıdır, çünkü safaştırılan katıya oranla çokça kullanılır.

Bu özelliklerin hepsini bir arada barındıran uygun kristallendirme çözücüler az sayıda bulunduğundan, ihtiyaca göre seçilen çözücüler gerekli önlemler altında kullanılabilir.

Uygun çözücünün deneysel olarak seçimi

Çözücü seçimi için bir kesin kural veya hesaplama tekniği mevcut değildir. Bu nedenle deneme-yanılma yöntemi kullanılır. Fakat kristallendirilecek maddenin yapısı düşünülerek bu yapıya yakın polaritede, genelde biraz daha az polar çözücüler tahmin edilerek başlamak zaman kazandırıcıdır. Deneme işlemi için, deney tüpüne az miktar (50-100 mg arası) madde konur. İçine biraz (3-5 mL) çözücü katılır. Katı çözünmezse tüp su banyosunda ısıtılır. Isı ile çözünürse çözelti soğutulur. Soğutulduğu zaman kristallenme gözlenirse bu çözücü uygun kristallendirme çözücüsüdür.

KRİSTALLENDİRME İŞLEMİ

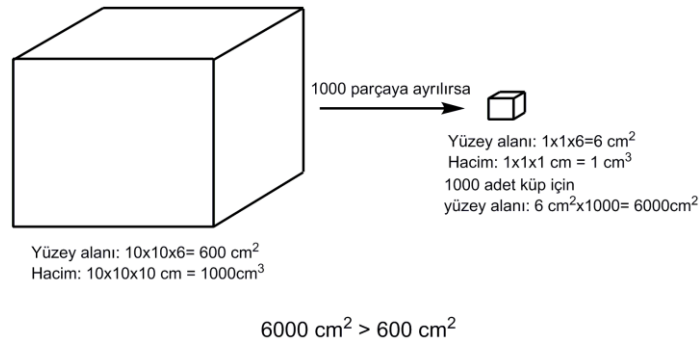
Katı maddelerin saflaştırılması için yapılan kristallendirme işlemi altı aşamada gerçekleştirilir:

1- Çözeltinin hazırlanması, 2- Sıcak çözeltinin süzülmesi, 3- Soğutma ve kristallenme, 4- Süzme ve yıkama, 5- Kurutma.

Çözeltinin hazırlanması, sıcakta süzülmesi ve kristallendirme

Bir erlen içine, katı maddeden bir miktar konur, sonra uygun çözücünden bir miktar katılır (Not: burada çözücü miktarı katıya göre tahmini alınır. Çözelti çok seyreltik veya çok derişik hazırlanmamalıdır). Karıştırma için bir magnet erlene bırakılır. Su banyosu üzerinde (yanıcı, parlayıcı ve çok düşük kaynama noktası olan çözücülerde) veya doğrudan ısıtıcı üzerinde kaynatılır. Kristallendirilecek katının tamamı çözünmezse biraz daha çözücü katılır. Böylece doymuş çözelti hazırlanır. Eğer çözelti berrak değilse içinde katı çözünmeyen safsızlıklar var demektir ve bu durumda, çözelti sıcakken süzülmalıdır. Aslında çözelti berrak görünse de sıcak süzme yapılmalıdır. Sıcak süzme işlemi şöyle yapılır: İkinci bir erlen veya beher içine çok az sıcak uygun çözücü konur. Aynı zamanda süzme için kullanılacak huni ve süzgeç kâğıdı yine sıcak uygun çözücü ile veya onun buharıyla ısıtılarak ısıtılır. Bu ısıtma işlemi başka şekillerle de yapılabilir. Sonra huni ikinci erlen üzerine yerleştirilir ve birinci erlen içindeki sıcak çözelti hızla süzülür. Eğer sıcak süzme sırasında hunide kristallenme başlarsa huni yeterince sıcak değildir veya çözelti aşırı doymun hazırlanmıştır. Bu durum giderilmelidir. Süzme sonunda alttaki erlene berrak çözelti geçer. Erlenin ağzı bir saat camı ile kapalı şekilde bir kenara bırakılır. Soğuma kendiliğinden gerçekleştirilir.

Kristal büyüklüğü soğutma hızına bağlıdır. Hızlı soğutma küçük kristal, yavaş soğutma iri kristal meydana getirir. Erlenin buza oturarak hızlı soğutma yapılırsa küçük boyutlu kristaller elde edilir. Bu tür kristaller yüzeylerinde büyük kristallere oranla daha fazla safsızlık adsorbe ederler (Şekil 3.3). Çok iri kristaller yapılarında çözücü tutabilirler.

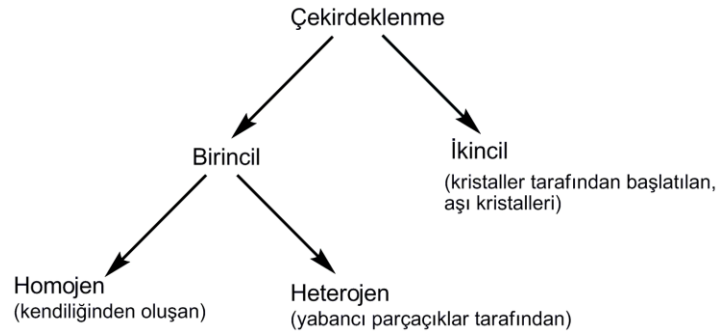


Şekil 3.3

Bazen kristallenme soğutma işlemine rağmen gerçekleşmez. Bu gibi durumlar için çözüm, bir bageti erlenin iç yüzeylerine sürmek, daha iyisi elde varsa o bileşiğin saf kristalinden bir parça (aşı kristali) çözeltiye atmaktır. Bu işlemler kristallenmeyi başlatabilir. Neden?

Bu soruya cevap vermek için kristallenmenin nasıl başladığını bilmek gerekir. Daha önce belirtildiği gibi kristallenme iki kademede meydana gelir. Bunlar kristal çekirdeğinin oluşumu ve oluşan çekirdeğin düzgün geometrik şekillerde büyümesidir. Doygun bir çözelti içinde kristal çekirdeklerinin oluşması olayına çekirdeklenme adı verilir. Doygunluk ya da aşırı soğuma tek başlarına bir sistemin kristalize olabilmesi için yeterli değildir. Kristal oluşumundan önce çözeltide çekirdeklerin var olması gerekir. Kararlı bir kristal çekirdeğin içindeki molekül sayısı 10' dan başlayıp birkaç bine kadar çıkabilir. Örneğin; su (buz) çekirdekleri yaklaşık 100 molekülden oluşmaktadır. Moleküllerin kümeleşip birbirlerine eklenmesiyle çekirdekler oluşur. Bu kümelenmeler ilk başta kısa zincirler ya da düz tek tabakalar halindedir. Ardından çekirdeklenme sadece aşırı doyumluğun fazla olduğu bölgelerde devam eder. Bunların yapısı kararsız olduğundan, tekrar çözünebilme özelliğine sahiptirler. Büyümekte olan çekirdek kritik büyüklüğü aşarsa yukarıda da anlatıldığı gibi, çözeltinin doyumluğundan dolayı kararlı hale geçer. Çekirdeklenme kendiliğinden ya da yapay yollarla gerçekleşebilir. Şekil 3.4' de çekirdeklenme çeşitleri basit bir şema halinde verilmiştir.

İşte aşırı kristali kullanmak veya bageti erlen cidarlarına sürterek mikroskopik cam parçaları kopartmak çekirdeklenmeyi başlatabilir. Bu katı yabancı maddelerin büyüklüğü önemlidir ve sıvı çözeltiler içinde aktif heteroçekirdeklerin 0.1 μm -1 μm arasında bulunduğu kanıtlamıştır.



Şekil 3.4 Çekirdeklenme çeşitleri

Bir çözelti ya da eriyiğin çekirdeklenmesi soğutma hızından etkilenebileceği gibi sistem içindeki safsızlıklardan da etkilenir. Fazlaca safsızlık içeren çözeltilerde, bu maddeler çekirdeklenmeyi geciktirici olarak görev yapabilirler. Diğer bir durumda bu etkiyi göstermeyip hızlandırıcı olarak görev alabilirler. Burada uygulanabilecek genel kurallar yoktur. Yapılan incelemeler ani (homojen) çekirdeklenmenin herhangi bir şekilde olabileceğini göstermiştir. Ancak gerçek homojen çekirdeklenmenin yaygın bir durum olmadığı genel olarak kabul edilmiştir. Örneğin çekirdeklenme, ortamdaki (heteroçekirdekler) tozların

yardımıyla başlayabilir. Buna göre kristallenme sürecinde ortamda katkı maddelerinin bulunması, kristallenmeyi ve kristal yapısını önemli bir şekilde etkileyebilir. Bazı katkılar kristal büyümesini engellemekte, bazıları ise hızlandırmaktadır. Bir kısım katkı maddeleri de, söz konusu kristalin belirli kristalografik yüzeylerini etkileyerek, kristal şeklinin değişmesine sebep olmaktadır. Kristallenme ortamında yer alan katkı maddeleri organik veya inorganik kökenli olabilir. Organik yüzey aktif maddeler kristal şeklini ve kristallenme hızını değiştirmek için sıkça kullanılan maddeler arasındadır. Bu söz konusu yüzey aktif maddeler anyonik, katyonik ve non-iyonik olmak üzere üç değişik sınıfta yer alırlar.

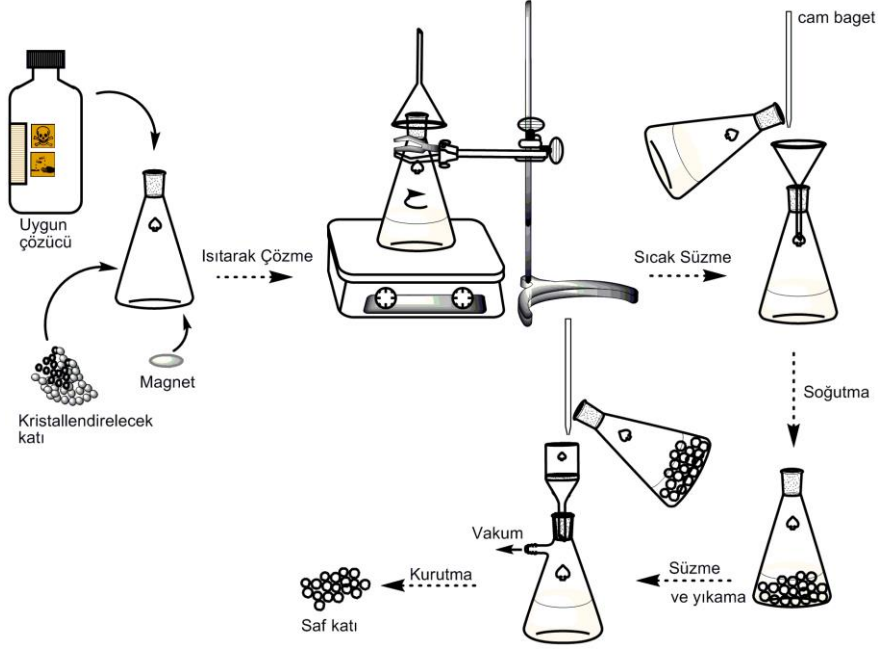
Süzme ve yıkama

Genellikle nuçe erleni ile süzme yapılır. Kullanılan süzgeç kâğıdı nuçenin deliklerini tamamen kapatacak fakat yanlardan kıvrılmayacak şekilde kesilerek hazırlanır. Süzgeç kâğıdının nuçeye yapışması için biraz çözücü ile ıslatılır. İçinde kristaller bulunan çözücü nuçede süzülür. Süzme sırasında vakum, su trompu veya bir pompa ile sağlanır. Erlende kalan kristaller bir cam baget ya da spatül yardımıyla nuçeye aktarılır. Çok az miktarda soğuk çözücüde bu iş için kullanılabilir. Ardından katı madde bir miktar uygun çözücü ile yıkanır. Kristaller üzerine biraz bastırılır (spatül, temiz erlen veya beher tabanı vb) sonra bir süre nuçede vakum uygulanır halde bırakılır. Eğer artık sıvı damlaları alta geçmiyorsa süzme işlemi bitirilir. Nuçede toplanan çözelti bir kenara alınır. Bu çözeltide kristaller oluşmaya devam edebilir ama daha az saflıktadırlar.

Kurutma

Birkaç süzgeç kâğıdı üzerine nuçe içindeki kristaller alınır. Sonra bu kristaller üzerine süzgeç kâğıdı bastırılır. Böylece fazla çözücü kağıda geçer. Sonra bir temiz saat camına bu kristaller alınır ve üzeri süzgeç kâğıdı ile kapatılarak kendi halinde kurumaya bırakılır. Etüvde kurutma işlemi yapılacaksa çözücünün saf katının erime sıcaklığını düşüreceği dikkate alınmalıdır. Bunların dışında vakum etüvleri de hızlı ve güvenli kurutma için kullanılabilir.

Kristallendirme işleminin tümünü şekilsel olarak aşağıda görebilir (Şekil 3.5).



Şekil 3.5 Kristallendirme işlemi

Deneyin Yapılışı

Saflaştırılmak istenen ham benzoik asit örneğinden 1 g tartılır ve magnetle beraber bir erlene konur. Üzerine 60 mL kadar su katılır. Uygun bir süzgeç kâğıdı kesilerek huniye yerleştirilir. Bu huni ters çevrilerek beherin üstüne kapatılır. Sıvı kaynayana kadar ısıtılır. Bu sırada sıcak su buharları huniyi ve süzgeç kâğıdını ısıtır. Çözünme tamamlandıktan sonra, başka bir behere sıcak çözelti hızlı biçimde süzülür. Bu işlem sırasında kristallenme olmamalıdır. Sonunda, çözelti bir kenara soğumaya bırakılır. Çözelti oda sıcaklığına ulaştığında çöken kristaller nuçe erleninde süzülür. Soğuk su ile birkaç kez yıkanır. Sonra kurutma yapılır.

Ele geçen kristaller tartılarak geri kazanma miktarı hesaplanır. İşlem sonunda ele geçen katının başlangıçta alınan katının ağırlığına oranıdır. Ayrıca benzoik asitin erime noktasına bakılır ve literatür değeri ile karşılaştırılır.

SÜBLİMLEŞTİRME

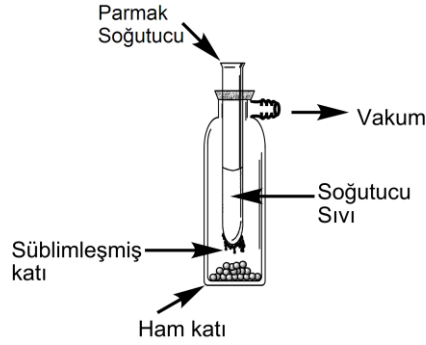
Belirli bir sıcaklıkta katı yüzeylerinden kaçan moleküllerin sıvı yüzeyinden kaçan moleküllerden daha az olmasından dolayı, genel olarak katılar sıvılardan daha düşük buhar basıncına sahiptir. Karbondioksit, iyot, naftalin ve kâfur gibi birçok maddenin buhar basınçları ise erime noktalarının çok altındaki sıcaklıklarda, atmosfer basıncına erişir. Böylece bu maddeleri doğrudan katı halden buhar hale

getirmekle ve buharları soğuk bir yüzeyde yoğunlaştırmakla saflaştırılabiliriz. Bu işleme süblimleştirme denir. Bu yöntemin üstün yanları şöyle sıralanabilir.

- Herhangi bir çözücü kullanılmadığından çözücünden kaynaklı sorunlarla karşılaşılmaz.
- Madde kaybına neden olan aktarma işlemlerinin sayısı azdır.
- Kristallendirmeden daha hızlı bir işlemdir.

Süblimleştirme uçucu olmayan tuzlardan organik bileşiklerin ayrılmasında, özellikle değer kazanır. İşlem sırasında, vakum kullanılması, daha az uçucu organik bileşiklere de bu yöntemin uygulanmasını sağlar.

Bu yöntemin istenmeyen yanı ise, genellikle kristallendirme yöntemindeki kadar saf bileşik elde edilememesidir. Aşağıdaki şekilde basit bir süblimleştirme düzeneği görülmektedir (Şekil 3.6).



Şekil 3.6 Süblimleştirme cihazı

Naftalinin süblimleştirilmesi: Bir beher içine, az miktarda naftalin konur. Beherin üstüne, saat camı kapatılır ve saat camının üstüne birkaç parça buz konur. Beher alttan hafifçe ısıtılır ve naftalinin erimesi sağlanır. Bu şekilde naftalin saat camı yüzeyinde yoğunlaşmaya başlar. Daha sonra saat camı üstündeki buz-su dökülür ve naftalin spatül ile toplanır.

ERİME VE ERİME NOKTASI TAYİNİ

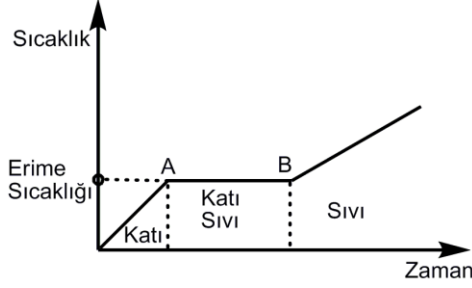
Katı haldeki maddelerin [kütlesi](#), hacmi ve şekli belirlidir. [Sıvıların](#) ve gazların aksine katılar akışkan değildir. Yani katı maddeler atomlarının en yavaş hareket edebildiği haldedir. Maddenin diğer hallerine dönüştürülebilirler. Kendi içinde amorf ve kristal katı olmak üzere ikiye ayrılırlar. Amorf katılar düzenli geometrik yapıda yani kararlı kristal halinde değildirler. Bu tip katılara bir örnek camdır. Cam sonsuz viskoz sıvı olarak da tanımlanabilir. Bu tip katılar ısıtıldıklarında erime noktası göstermezler, camsı geçiş sıcaklığına sahiptirler. Molekülleri düzensiz olarak yığıldığı için amorf maddelerin kırılma indisi, mekanik dayanım ve elektriksel özellikleri her yönde aynıdır (izotrop).

Kristal yapıdaki katılarda ise, atomlar düzenli ve kararlı geometrik yapılar oluştururlar. Bu geometrik yapı oluşumu kristal yapının en küçük ünitesi birim hücreden kaynaklanır. Bu birim hücrelerin düzenli yığılması ile kübik, heksagonal, tetrahedral gibi kristal şekilleri ortaya çıkar. Kristal maddeler bu nedenle anti izotropdur, yani elektrik, mekanik ve optik özellikleri her yönde farklıdır. Organik kimyada daha çok moleküler kristallerle (organik maddelerin kristalleri) karşılaşmaktadır. Örneğin, benzoik asit, salisilik asit, *p*-nitrofenol moleküler kristal yapıdadırlar. (NaCl, CsCl gibi yapılar iyonik kristaller oluştururlar). Bu moleküler kristaller arasında çekim kuvvetleri dipol-dipol etkileşim, London çekim kuvvetleri ve/veya hidrojen bağlarıdır. Bu kuvvetler Coulomb çekim kuvvetlerinden zayıf oldukları için moleküler kristaller düşük erime noktasına sahiptirler. Örneğin benzoik asit 121-123°C’ de erirken NaCl 801°C’ de erir.

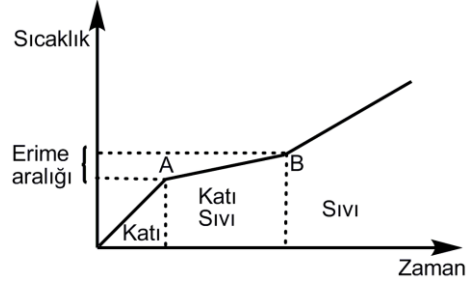
ERİME VE ERİME NOKTASI

Erime, kristal yapıya katı bir maddenin sıvı hâle geçtiği sıcaklıktır. Erime olayında kristal yapının en küçük ünitesi olan birim hücre ve bu birim hücrelerin düzenli yığılması ile oluşmuş geometrik yapı bozulur, moleküller birbirlerinden uzaklaşırlar. Molekülleri düzenli kristal yapılarından düzensiz sıvı haline getirmek için enerjiye ihtiyaç vardır. Bu nedenle erime olayı endotermik (ısı alan) bir süreçtir. Tam tersi, sıvıdan katıya geçiş eksotermik (ısı veren) bir olaydır. Standart atmosfer basıncında, saf kristal yapıya katıların her biri farklı sıcaklıklarda erir. Bu nedenle, erime noktası bir maddenin ayırt edici özelliklerinden biridir ve onu tanımlamakta kullanılabilir. Kristal katılara yeterince ve sürekli ısı uygulandığında, sıcaklık sıvılaşma oluşuncaya kadar sabit bir şekilde artar. Sıcaklıktaki artış bu noktada sonlanır ve artık maddenin tamamı sıvıya dönüşüncaya kadar bir değişim gözlenmez. Sıvılaşmanın tamamlanmasına karşın ısı uygulanması sürdürülürse, sıcaklık yeniden yükselmeye başlar. Aşağıdaki idealize edilmiş sıcaklık-zaman grafiğinde görüldüğü gibi katı maddeye ısı verildiğinde, maddenin sıcaklığı A noktasına kadar doğrusal artmaktadır. A noktasına ulaşıldığında (erime noktası) maddenin sıcaklığı artık artmamaktadır. Bunun anlamı şudur: Katı maddenin aldığı ısı, kristal yapıyı bozmaya harcanmaktadır ve bu kristal yapı tamamen

bozulmadan yani erime tamamlanmadan maddenin sıcaklığı artmamaktadır. Ancak B noktasına ulaşıldıktan sonra sıcaklık tekrar artmaktadır. Şekil 2.1' e bakılacak olursa erime sıcaklığı tek bir değerdir. Sadece saf maddeler için böyle bir sıcaklık-zaman grafiği elde edilebilir.



Şekil 2.1



Şekil 2.2

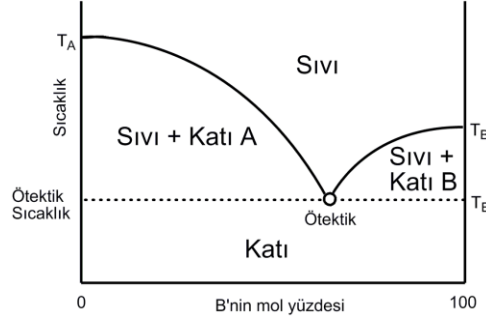
Çoğunlukla maddenin sıcaklık artışı biraz doğrusallıktan sapar ve en önemlisi erime noktası yerine erime aralığı görülür (Şekil 2.2). Bu aralığın genişliği önemlidir, eğer birkaç derece santigrad ise kabul edilebilir bir değerdir. Fakat bu aralık daha büyük ise örneğin 5-6°C ise eriyen maddenin yeterince saf olmadığı anlaşılır. Erime noktası bize maddenin saflığı hakkında bilgi verir. Keskin bir erime noktası olan maddeler çok saf iken geniş bir erime aralığı olan madde ise çokça safsızlık yapan yabancı maddeler içermektedir denebilir.

Erime noktası belirlenirken bazı noktalara dikkat etmek gerekir. Çünkü bunlar erime noktasının farklı bulunmasına neden olabilirler.

Isıtma hızı: Hızlı ısıtmada, katı madde erimeye zaman bulamaz ve gerçek erime sıcaklığından yüksek değerler ölçülür. Ana neden kapiler içindeki katının, ısıtma yüzeyi ile dengeye erişememesidir. Doğru ısıtma hızı dakikada 1-5°C arasındır. Belli ısıtma hızında, madde miktarı fazla ise erime sıcaklığı gerçek değerinden yüksek ölçülür.

Çözücüler: İçinde çözücü bulunan katıların erime noktaları düşer. Bir noktaya kadar çözücünün artan miktarı ile doğrusal bir düşme görülür.

Safsızlıklar: Erimiş durumdaki, katı bileşikte çözünebilir safsızlık, o bileşiğin erime noktasını düşürür. Bu düşme, yine safsızlığın artan miktarı ile artar. Buna neden, genel olarak katı eriyiklerin erime noktalarının kendilerini oluşturan saf katılardan daha düşük olmalarıdır. Bu düşme şekilde görüldüğü gibi ötektik noktasına kadar devam eder (Şekil 2.3). Saf olmayan bir bileşiğin erime noktası düşük ve erime sıcaklığı aralığı, saf bileşiğe kıyasla geniştir.

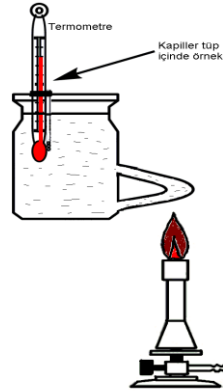


Şekil 2.3

ERİME NOKTASI ÖLÇÜMÜ

Erime noktası ölçümü erime noktası tayin cihazları ile yapılır. Bu cihazlar çeşitlilik göstermektedir. Fakat cihaz bulunmadığı zaman basit bir erime noktası cihazı yapılabilir. (Şekil 2.4) **Deneyin Yapılışı**

İyice kurutulmuş numune toz haline öğütülür. Sonra bir ucu kapalı 5-7 cm uzunluğundaki bir kapiler tüpe 2 mm yükseklikte veya 3-5 mg doldurulur. Bunun için kapilerin açık ağzı numune içine batırılır. Sonra kapalı tarafı aşağı gelecek şekilde bir cam boru (30-40 cm) içinde düşürülerek zıplatılır. Bu işlem birkaç defa yapılarak örneğin sıkışması sağlanır.



Şekil 2.4 Basit bir erime noktası cihazı

Bu kapiler, kapalı tarafı civa haznesi ile aynı seviyede olacak şekilde termometreye tutturularak erime tabancası içindeki sıvıya (örneğin silikon yağı) civa haznesi çözeltiye batacak şekilde daldırılır. Kapileri tutan bant sıvıya dokunmamalıdır. Tabanca uç tarafından alevle ısıtılır. Bu sırada kapiler içindeki değişimler izlenir. Erime noktasının 10°C altına gelinceye kadar hızlı daha sonra 2°C/dk.'lık hızla ısıtma yapılır. Katı bileşiğin erimeye başladığı sıcaklık ile tamamen erdiği sıcaklıklar kayıt edilir. Bu değerler ile erime aralığı bulunur ve literatürdeki değerlerle karşılaştırılır.