

Çankırı Karatekin Üniversitesi
Mühendislik Fakültesi
Kimya Mühendisliği Bölümü



KMÜ406
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI 3 EL KİTABI
2024 – 2025

İÇİNDEKİLER

İÇİNDEKİLER.....	i
BÖLÜM 1. LABORATUVAR KURALLARI	1
BÖLÜM 2. RAPOR YAZIM KILAVUZU	2
2.1. Rapor Formatı	2
2.2. Rapor Bölümleri	3
2.3. Deneysel Sonuçlarının İstatistiksel Olarak Verilmesi	6
BÖLÜM 3. LABORATUVAR GÜVENLİĞİ	14
3.1. Emniyetli Çalışma Kuralları.....	14
3.2. Genel Laboratuvar Kuralları	15
BÖLÜM 4. DENEYLER.....	20
4.1. Liçing ve Kristalizasyon.....	21
4.2. Gaz Absorpsiyonu	26
4.3. Borusal Piston Akış Reaktörde (PFR) Bir Reaksiyonun İncelenmesi	33
4.4. Katı-Sıvı Ekstraksiyonu	43
4.5. Distilasyon.....	49
4.6. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyonu.....	68
4.7. Akış Hızı Kontrol	71
4.8. FTIR (Fourier Dönüşümlü Kıızılötesi) Spektroskopisi.....	75
4.9. Sıvı Seviye Kontrol	84
4.10. Sabun Elde Edilme Deneyi	88

BÖLÜM 1. LABORATUVAR KURALLARI

1. Laboratuvarlara katılabilmek ve deney yapabilmek için bu kitapçığın *Laboratuvar Güvenliği* bölümü dikkatlice okunmuş ve laboratuvarlarda çalışma kuralları öğrenilmiş olmalıdır.
2. Laboratuvarlara zamanında gelinmeli ve ilgili deney sisteminin başında hazır bulunulmalıdır. Geç gelen öğrencinin deneye katılımı ilgili öğretim üyesinin iznine bağlıdır.
3. Beyaz önlük giyilmesi ve gözlük takılması zorunludur. Önlüksüz ve gözlüksüz olarak kesinlikle deney yapılamaz.
4. İlgili araştırma görevlisinin veya öğretim üyesinin izni olmaksızın laboratuvar dışına çıkılamaz.
5. Laboratuvarlarda cep telefonu ile konuşulmaz.
6. Laboratuvarlarda yemek-içmek ve sakız çiğnemek hoş görülmeven ciddiyetsiz ve yakışsız davranışlardır.
7. Deney sonrasında, masa, cihaz ve malzemeler temiz bırakılmalıdır.
8. Deneyden bir hafta önce, ilgili öğretim üyesi deney föyünde yer alan *Deney Hazırlık / Tasarım Sorularına* hazırlanarak laboratuvara gelinmelidir.
9. *Deney verileri*, deney esnasında cihaz ve sistemlerden alınmış olan her türlü, okuma, ölçüm ve tartımlardır. Deney verileri her öğrencinin TEMİZ BİR KAĞIDA kendi el yazısı ile yazılmalıdır.
10. *Deney raporu*, istenen formata uygun olarak deneye giren tüm öğrencilerin bireysel hazırlanması gereken kapsamlı bir dokümandır. Hangi grupların hangi deney için rapor hazırlamak zorunda oldukları laboratuvar dönem planında belirtilir.
11. Her deney için farklı öğrenci raportör olarak seçilir ve grup çalışması ve rapor hazırlığı organizasyonundan raportör sorumludur.
12. Grup, ilgili öğretim üyesi tarafından deney öncesinde giriş sınavına alınır.
13. Grup raporları *özgün* olmak zorundadır. Raporun (küçük bir parçası dahi olsa) başka bir yerden kopyalandığı tespit edildiği takdirde notu sıfır olarak değerlendirilir ve telafisi yoktur. Başkasına ait bir materyalin kopyalanması büyük bir suçtur. Herhangi bir kopyalama olayının, raporu değerlendiren öğretim üyesinin gözünden kaçma olasılığına karşı, dönem sonunda Bölüm Etik Kurulu tarafından rastgele seçilecek raporlar üzerinde ayrıntılı inceleme yapılacaktır. Bu inceleme sonunda kopyalama yapıldığı tespit edilirse grup önceki notlarına bakılmaksızın deneyden başarısız sayılacaktır. Bu durumda ilgili deneyin/raporun telafisi mümkün değildir.
14. Deney raporunda web sayfaları kaynak olarak gösterilemez ve bu sayfalara atıf yapılamaz.
15. Deney raporu yetersiz görülürse tekrar edilmesi ve/veya deneyin tekrarı istenebilir.
16. *Yarıyıl sonu notu*, Giriş sınav notu ortalamasının %40'ı, 2. Arasınav notunun %30'u
17. ve final notunun %30'si alınarak belirlenir. 1. Arasınav notunu giriş sınavı, rapor notu ve varsa çıkış sınavı notlarının ortalaması belirler.
18. Laboratuvara devam zorunludur. Habersiz ve onaysız olarak deneye gelmeyen öğrenciler deneyden başarısız sayılırlar. Bu durumda deneyin telafisi söz konusu değildir. Başka bir nedenle deneyden başarısız olan öğrenciler ilgili öğretim üyesi onay verdiği takdirde deneyi telafi edebilirler.
19. Telafi haftasında veya öğretim üyesinin uygun gördüğü başka bir zamanda en fazla iki deneyin telafisi yapılabilir.
20. Dönem sonunda, ikiden fazla deneye katılmayan, deney raporunu zamanında teslim etmeyen, deney raporundan sıfır not alan öğrenciler devamsız sayılırlar ve dönem sonu sınavına giremezler.

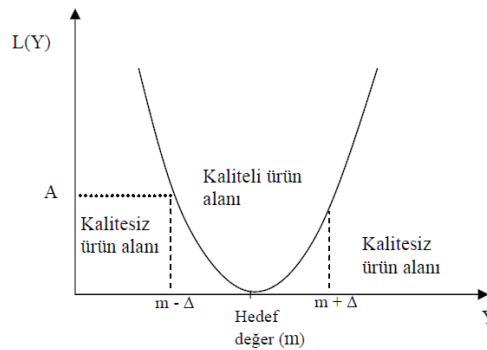
BÖLÜM 2. RAPOR YAZIM KILAVUZU

2.1. Rapor Formatı

- Deney raporları bireysel olarak elle yazılarak hazırlanır.
- A4 ebadında standart beyaz kağıt kullanılır ve kağıdın yalnızca bir yüzüne yazılır.
- Sayfanın sol kenarından 3,5 cm, diğer kenarlardan 2,5 cm boşluk bırakılır.
- Rapor metni 1,5 satır aralığında ve sayfanın her iki yanına göre hizalanmış olarak yazılır.
- Şekil ve çizelgelerin başlıkları ile kaynak listesi 1 satır aralığında olmalıdır.
- Şekil ve çizelgeler yataya göre sayfa ortasına yerleştirilir. Bir sayfadan daha küçük boyuttaki şekil ve çizelgeler dikeye göre sayfanın ya en üstüne ya da en altına gelecek şekilde ve rapor metni ile 2 satır ara verilerek yerleştirilir.
- Alt ve üst indislerin yazımında düz yazı büyüklüğünden daha küçük bir karakter kullanılır.
- Noktalama işaretlerinden sonra bir vuruşluk boşluk verilir.
- Bölümlerin yazımına yeni bir sayfadan bağlanır. Alt bölümler ise, alt bölüm başlığı dışında en az 2 satır aynı sayfada yer almak şartıyla aynı sayfadan devam edilir.
- Ana başlıklar büyük harflerle koyu ve sola dayalı olarak yazılır ve metne başlamadan önce “iki ara” verilir.
- Alt başlıklar önceki metinden “bir ara” ile ayrılır ve her kelimenin ilk harfi büyük diğerleri küçük olacak şekilde sola dayalı olarak koyu yazılır.
- Giriş bölümüne kadar olan ön sayfalar i, ii, iii şeklinde küçük harf Romen rakamı ile diğer sayfalar “1, 2, 3” şeklinde numaralandırılır. Sayfa numaraları 10 punto ile sayfanın en alt kısmında ve ortalı olacak şekilde yazılır. Sayfa numaralarının önünde ve arka yanında ayıraç, çizgi vb. gibi karakterler kullanılmaz.
- Paragraf başları yazım alanından 1 cm içerden başlamalıdır.
- İçindekiler sayfası bu kılavuzun başındaki gibi düzenlenir.
- Şekil ve çizelge tüm rapor boyunca tek sıra takip edecek şekilde numaralandırılır, her bölüm için ayrı alt numaralar kullanılmaz.
- Aşağıda şekil ve çizelgeler için birer örnek gösterilmiştir.

Çizelge 1. Portland çimentosu ana bileşenleri (Duda 1985)

Mineral faz	Kimyasal formül	Sembol
Trikalsiyum silikat (alit)	$3\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C3S
Dikalsiyum silikat (belit)	$2\text{CaO} \cdot \text{SiO}_2$	C2S
Trikalsiyum alüminat (celit)	$3\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3$	C3A
Tetra kalsiyum alüminoferrit (felit)	$4\text{CaO} \cdot \text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{Fe}_2\text{O}_3$	C4AF



Şekil 1. Taguchi'nin kayıp fonksiyonu (Ross 1989)

2.2. Rapor Bölümleri

Deney raporları aşağıdaki bölümlerden oluşur.

Kapak

Örnek kapak bölüm sonunda verilmiştir.

Önsöz

Yapılan deneyin adı, deneyin yapıldığı tarihler, raporun sunulduğu yer ve sunan kişiler Önsöz de yer almalıdır. Ayrıca Önsöz’de raporun grup tarafından nasıl hazırlandığına ait tüm detaylar verilmeli, toplanma tarihleri, çalışma süreleri ve yöntemi, grup üyeleri arasındaki iş bölümü, çalışmanın yapılmasında karşılaşılan zorluklar ve önerilen çözümler belirtilerek grup üyelerinin rapor için kendi takdir ettikleri not ile her bir grup üyesinin gerçekleştirilen çalışmalara katkısı yüzde olarak ifade edilmelidir.

Özet

Özet deneyin değil raporun özetidir. Özet’te yapılan deneyin amacı ve bu doğrultuda ne tür bir sistemin kullanıldığı, uygulanan yöntemin dayandığı temel prensipler kısaca belirtilir. Deneyin koşulları kısaca tanımlanır ve gerekiyorsa bulunan sayısal sonuçlar da (fazla ayrıntıya girmeden) verilebilir. Rapor da nelerin bulunduğu kısaca belirtilerek varsa çarpıcı yorumlar da Özet’e eklenebilir. Sonuçların anlamı ve duyarlılığı yorumlanır. Özet’te kaynak, tablo vb. verilmez ve toplam uzunluk 100 - 150 kelimeyi aşmamalıdır.

İçindekiler

Raporu oluşturan bölüm, kısım ve alt kısım başlıkları sayfa numaraları ile birlikte verilir.

1. Giriş

Bu bölümün başlığı Giriş olabileceği gibi konuya ilişkin genel bir başlık da tercih edilebilir. Bu bölümde konu ile ilgili genel bir bilgi verildikten sonra deneyin amacı çok açık ve ayrıntılı bir şekilde belirtilir.

2. Kuramsal Temeller

Bu bölümün başlığı Kuramsal Temeller olabileceği gibi konuya ilişkin özel bir başlık da tercih edilebilir. Gerçekleştirilen deneyin dayandığı kuramlar kısaca anlatılır, önemli eşitlik ve bağlantılar ilgili kaynaklara atıf yapılarak verilir.

3. Deneysel Yöntem

3.1 Deney Sistemi

Kullanılan deney sistemi ayrıntılı olarak tanıtılır, sistemin şematik çizimi ve gerekiyorsa başka çizimler de bu bölüme eklenerek okuyucunun deney sistemi hakkında bilgilendirilmesi sağlanır. Herhangi bir şekil veya çizelge verilmişse metin içinde bunlara mutlaka atıf yapılmalı ve atıflar şekil veya çizelgeden önceki metin kısmında olmalıdır. Okuyucu ne olduğu ve ne amaçla raporda bulunduğu belli olmayan bir şekil veya çizelge ile karşılaşmamalı raporu okurken önüne gelen şekil veya çizelge hakkında önceden bilgilendirilmelidir. Şekiller, şeklin altında ve çizelgeler, çizelgenin üstünde olmak üzere sırasıyla numaralandırılmalı ve açık tanıtıcı başlıkları bulunmalıdır.

4. Hesaplama ve Sonular

Yapılan deney tüm kořullarıyla tanımlanır. Deney verileri izelge ve/veya Őekiller halinde sunulur. Deney verilerinin kullanılmasıyla varılacak olan sonuların nasıl hesaplandığı Kuramsal Temeller bölümündeki eřitlik ve bağıntılara atıf yapılarak birer rnekle gsterilir. Her deney verisi iin yapılan benzer hesaplamalar tekrar tekrar yazılarak rapor doldurulmasına alıřılmaz. Grup yeleri, yaratıcılık, zen, zerafet ve becerilerini ortaya koyarak hesaplama sonularını kolay anlaşılabilir izelgeler ve grafikler halinde sunmalıdır.

Yukarıda da sz edildiđi gibi izelge ve grafikler sırasıyla numaralandırılmalı ve metin iinde atıf yapılmayan, metnin hi bir yerinde sz edilmeyen izelge veya grafik raporda bulunmamalıdır.

5. Tartıřma ve Yorum

Deney kořulları ve verilerine dayanarak bulgular ve sonular detaylı olarak ve gerektiđinde kaynaklara atıf yapılarak tartıřılır. Sonuların anlamı ve mmknse hassasiyet, dođruluk ve tekrarlanabilirlik lleri verilir. Deneyin gerekleřtirilmesi esnasında ortaya ıkan aksaklıklar ve zorluklar, bunların sonulara ne lde, nasıl yansıdığı ve deneyin amalarına ne lde ulařıldığı tartıřılarak gerekiyorsa iyileřtirme nerileri yapılır.

Kaynaklar

Rapor yazımında yararlanılan tüm kaynaklar ilgili numaraları ile ařađıda rneklerle gsterilen kurallara uygun olarak yazılır. Bu kaynaklara rapor iinde ilgili yerde cmle sonundaki noktadan nce *křeli parantez iinde kaynak numarası* ile mutlaka atıf yapılmalı, raporun herhangi bir bölümünde atıf yapılmamıř kaynaklar bu listede bulunmamalıdır.

Makale

[1] G. S. Beavers, D. D. Joseph, H. H. Al-Ali, *Flow of homogeneous fluids through porous media*, **J. Fluid Mechanics**, 18:537-553 (2000).

Kitap

[2] J. O. Hirschfelder, C. F. Curtiss, R. B. Bird, **Molecular Theory of Gases and Liquids**, Wiley, New York (1964), p.534.

Not: eviri kitaplarda orijinal kitabın deđil eviri kitabın yayın tarihi esas alınır.

Basılmıř Tez

[3] A. Bayramođlu, “**Konveksiyonla ısı aktarımındaki kısıtlayıcı basamaklar**”, Yksek Lisans Tezi, Ankara niversitesi, Ankara, (2001).

Kongre Bildirisi

[4] Durcan B., Ersen .S., Karacan M. ve Tahsin A., *Variation of Chemical Species Profile in a Plug Flow Reactor*, **1st International Reaction Congress**, Mersin, 12-22 May (2011).

Rapor

[5] Osman, A. ve Tertemiz, A., “Barajlarımızdaki tařma tehlikeleri”, **DSI Yıllık Dnem Raporu, Ankara**, 23-32, (2011).

Ekler

Raporun birinci Ek'i (Ek A) deney verileridir. Varsa rapor ana metni içine girmeyen ancak onu destekleyici özellikte olan diğer ek bilgiler, hesaplamalar, denklem çıkarımları vb., Ek-B, Ek-C şeklinde isimlendirilerek verilebilir. Tüm eklere rapor metni içinde MUTLAKA atıf yapılmış olmalıdır.

Kaynaklar:

1. Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvar El Kitabı, 255 s., 2013.

2.3.Deney Sonuçlarının İstatistiki Olarak verilmesi

Ölçme:

Bir fiziksel niceliğin önceden saptanmış bir standarda göre sayısal değerinin verilmesi işlemine **ölçüm** denir. Önceden saptanmış bu standarda da birim adı verilir.

Bir ölçümün duyarlılığı, ölçümü ifade eden rakam sayısı ile belirlenir. Yapılan bir ölçümü belirlemede kullanılan rakamlara **anlamli rakamlar** denir.

Ölçme yaparken üzerinde önemle durulması gereken iki kavram vardır; **doğruluk** ve **duyarlılık**.

Doğruluk: fiziksel bir niceliğin bir ölçümünün gerçek değere ne kadar yakın olduğunu gösterir.

Duyarlılık: aynı büyüklüğün ölçülmesinden elde edilen iki değer birbirine ne kadar yakın olduğunu gösterir.

Anlamli sayılar:

Ondalıklı sayılarda virgölün yerini belirtmek için kullanılan sıfırlar anlamli değildir. Örneğin, 0,042 m olarak verilen bir ölçüm sonucunda anlamli rakam sayısı 2' dir.

Ölçüm sonucunun bir parçası olan sıfırlar anlamlidir. Örneğin, 0,0050306 sayısının anlamli rakam sayısı 5' tir. 4000 sayısı gibi sıfırlar içeren bir sayının anlamli rakam sayısını bulmak için bilimsel gösterim kullanmak daha uygundur.

$$4000 = 4 \times 10^3 \text{ (anlamli rakam sayısı} = 1)$$

$$4100 = 4,1 \times 10^3 \text{ (anlamli rakam sayısı} = 2)$$

$$4340 = 4,34 \times 10^3 \text{ (anlamli rakam sayısı} = 3)$$

Bir ölçümün sonucu, istenilen anlamli rakam sayısından daha fazla sayıda rakam içeriyorsa,

Kural 1: Terk edilen ilk anlamsız rakam 5' ten küçük ise korunan son rakam olduğu gibi kalır, değilse 1 artırılır:

$$1,2446 \rightarrow 1,24$$

Kural 2: Terk edilen ilk anlamsız rakam 5 ve korunan son anlamli rakam tek ise son anlamli rakam 1 artırılır:

$$87,35 \rightarrow 87,4$$

Kural 3: Terk edilen ilk anlamsız rakam 5 ve korunan son anlamli rakam çift ise, değiştirilmez:

$$76,254 \rightarrow 76,2$$

Anlamli sayılarda Çarpma ve Bölme İşlemi

Sonucun anlamli rakam sayısı, en az anlamli rakama sahip olan sayının anlamli rakam sayısı ile belirlenir.

$$\frac{0,745 \times 2,2}{3,885} = 0,42187021... \rightarrow \text{iki anlamli rakamla verilmelidir } 0,42$$

Anlamalı sayılarda Toplama ve Çıkarma İşlemi

Sonuç en az ondalık basamağa sahip sayıya göre belirlenir.

$27,153 + 138,2 - 11,74 = 153,613 \rightarrow$ sonuç tek ondalık basamak içermeli $\rightarrow 153,6$

Ölçüm Sonuçlarının Verilmesi:

Ölçümler sonucunda elde edilen sayısal değerler, ancak ölçüm hataları ile birlikte verildiğinde anlamlı olur. Herhangi bir fiziksel x niceliğinin (uzunluk, zaman, gerilim, elektrik akımı, vb) değeri için x_1 ölçümü yapılsın. x_1 ölçümünün sonucu, x niceliğinin değerini belli bir yaklaşıklıkla verecektir. İkinci bir x_2 ölçümü yaparsak, bunun sonucunun x_1 ölçümünün sonucundan biraz farklılaştığını görürüz. Diğer bir deyişle, x niceliği için çok sayıda ölçüm alırsak her bir ölçüm için farklı değer elde ederiz. Buna göre x niceliğinin değeri için, ölçüm sonuçlarının nasıl bir dağılım gösterdiğine ve en çok hangi değer etrafında toplandığına bakmak gerekecektir.

Ölçüm sonuçlarının şu şekil verilmesi uygundur:

Ölçülen Değer = En iyi tahmin (Ortalama değer) \pm Hata

Ölçümdeki Hatalar:

Hiçbir fiziksel ölçüm hatasız değildir. Hatadan kasıt “yanlış” ya da “kusur” değil, “belirsizliktir”.

Ölçümlerimiz, kullandığımız ölçü aletinin duyarlılığı, izlenen deneysel yöntem ve deneyi yapan kişinin dikkat ve becerisine bağlı olarak belli bir hata sınırı içerisindedir.

Ölçüm hataları: sistematik hatalar ve istatistiksel hatalar (Rastgele) olmak üzere iki kısma ayrılır.

Sistematik hatalar: Bu tip hatalar, kullanılan ölçü aletlerinden, kişisel yetersizliklerden, deneyde izlenen metottan ve dış etkilerden kaynaklanır. Bu tip hatalar, sonucu hep tek yönde etkiler. Sistematik hataları, deney yöntemini değiştirerek, daha hassas ölçü aletleri kullanarak ya da deney sonunda gerekli düzeltmeleri yaparak ortadan kaldırmamız mümkündür.

İstatistiksel hatalar (Rastgele): Ölçme duyarlılığının doğal olarak sınırlı oluşundan kaynaklanan hatalardır. Bu hatalar sonucu çift yönlü etkiler. Daha fazla sayıda ölçüm alarak istatistiksel hataları azaltabiliriz.

Hata Hesabı:

Fiziksel bir büyüklük için bir x ölçümünü yapalım (uzunluk, kütle, zaman ölçümü vb.). Ölçümümüzü n kez tekrar edelim. Ölçümümüz bir değer çevresinde Gauss dağılımı (normal dağılım) gösterecektir. x ortalama değerli ve σ standart sapmalı Gauss dağılımı

$f(x, \bar{x}, \sigma) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}\sigma} e^{-\frac{(x-\bar{x})^2}{2\sigma^2}}$, ile verilir. Çok sayıda ölçümün alındığı bir durumda fiziksel olarak ölçümü tarif etmek için kullanılır.

Ortalama Değer:

Bir x niceliğinin ayrıık n tane ölçümü için ortalama değer aritmetik ortalama alınarak bulunur.

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i$$

\bar{x} Değeri, bir fiziksel ölçüm için en olası değer ya da en iyi ölçüm değeridir.

Standard Sapma:

Ayrıık x_i ($i = 1, \dots, n$) ölçümlerinin her birinin ortalama değerden (\bar{x}) ne kadar farklılaştığını gösteren ifadeye sapma denir. i . ölçüm için sapma;

$a_i = x_i - \bar{x}$, ile verilir. a_i Değerleri pozitif, negatif veya sıfır olabilir. a_i ' lerin hepsi çok küçükse, ölçümler birbirine o kadar yakın demektir. Sapma değerlerinin aritmetik ortalaması sıfır verebilir. Dolayısı ile sapmanın ortalaması ölçümün güvenilirliği ile ilgili bilgi vermeyebilir.

$\sum_{i=1}^n a_i = 0 \rightarrow$ Sapma değerlerinin karelerini toplayıp karekökünü alınmalı.

Mutlak Hata: Sapma değerlerinin mutlak değerlerinin ortalamasını alınırsa, pozitif bir sayı elde edilir ve ölçüm güvenilirliği ile ilgili bir bilgi edinilebilir.

$\bar{a} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n |a_i|$, şeklinde tanımlanır. Mutlak hatayı kullanarak ölçüm sonuçları şu şekilde tanımlanır.

$$x = \bar{x} \pm \bar{a}$$

Standart Sapma: Ölçüm sonuçlarının daha hassas bir şekilde değerlendirilmesi için mutlak hatadan farklı bir tanımlamaya ihtiyaç vardır.

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2$$

\bar{x} : Örneklem ortalaması

n: Örneklem sayısı

s: Örneklem standart sapması

x_i : i . gözlem

Standart sapma, ayırık x_1, \dots, x_n ölçümlerindeki ortalama belirsizliği ifade eder. Standart sapmayı kullanarak ölçüm sonuçlarını şu şekilde verebiliriz:

$$x = \bar{x} \pm \sigma$$

Bağlı Hata:

Daha çok kesirsel ifade edilir ve yüzde olarak verilir. Örneğin, bir deney sonucu bağlı hata 0,0023 olarak veriliyorsa, ölçüm sonucu % 0,23 hata yapılmış demektir.

$$|x_g - x_d| / x_g : \text{Bağlı hata}$$

Bir Örnek:

Bir üretim tesisinden alınan kompozit malzemenin termal iletkenlik değeri 15 defa ölçülmüş ve aşağıdaki tabloya aktarılmıştır. Ortalama termal iletkenlik değerini, standart sapmayı ve 1,9 gözlem değeri için bağlı hatayı hesaplayınız.

Deney	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15
Termal iletkenlik (W/m*K)	1,1	1,5	1,6	1,5	1,8	1,9	1,5	1,7	1,9	1,6	1,3	1,4	1,6	1,8	1,7

\bar{x} : Ortalama termal iletkenlik

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} = \frac{[1,1 + 1,5 + 1,6 + 1,5 + 1,8 + \dots + 1,7]}{15} = 1,5933 \approx 1,6 \text{ W / m * K}$$

s: Standart sapma

$$s^2 = \frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \frac{1}{14} [(1,1 - 1,5933)^2 + (1,5 - 1,5933)^2 + \dots + (1,7 - 1,5933)^2]$$

$$s=0,2219 \rightarrow s=0,22$$

Ortalama termal iletkenlik değeri ölçüm belirsizliğini ifade eden standart sapma ile beraber verilmelidir.

$$x = \bar{x} \pm \sigma = 1,6 \pm 0,22; \text{ W/m*K}$$

$$x_g = 1,9 \text{ için;}$$

$$|x_g - \bar{x}| / x_g = |1,9 - 1,6| / 1,9 = 0,16 \text{ olarak bağlı hata elde edilir.}$$

Doğrusal Regresyon:

Deney sonuçlarının $y=a*x+b$ şeklindeki bir doğruya kuramsal olarak uyduğunu varsayalım. Veri seti için aşağıdaki eşitlikten yararlanarak birinci dereceden doğrusal meta-model elde edilebilir (tek etkenli, x ve tek yanıtı, y bir deney tasarımı için).

$$S_{XX} = \sum x^2 - N(\bar{x})^2$$

$$S_{YY} = \sum y^2 - N(\bar{y})^2$$

$$S_{XY} = \sum xy - N\bar{x}\bar{y}$$

$$b = \frac{S_{XY}}{S_{XX}}$$

\bar{x} ve \bar{y} : Örneklem ortalaması

N: İlgili veri seti örneklem sayısı

$\sum x^2$ ve $\sum y^2$: İlgili veri seti gözlemlerin karelerinin toplamı

Bir Örnek:

Bir üretim tesisinde reaktant dönüşüm yüzdesinin ortam sıcaklığından etkilendiği belirlenmiş ve ortam sıcaklığı için reaktant dönüşüm yüzdesine ilişkin veriler aşağıdaki Tabloda verilmiştir.

Tablo: Ortam sıcaklığı etkileri için reaktant dönüşüm yüzdesine ilişkin veriler

ORTAM SICAKLIĞI (°C), X	Reaktant dönüşüm yüzdesi (%), Y
77	82
50	66
71	78
72	34
81	47
94	85
96	99
99	99
67	68

Reaktant dönüşüm yüzdesini ortam sıcaklığı ile ilişkilendiren bir doğrusal regresyon modeli oluşturunuz.

Tek yanıt ve tek etkenli deneyler için doğrusal regresyon modeli oluşturulabilir.

$$S_{XX} = \sum x^2 - N(\bar{x})^2 = 57557 - [(9)*(78,56)^2] = 2012$$

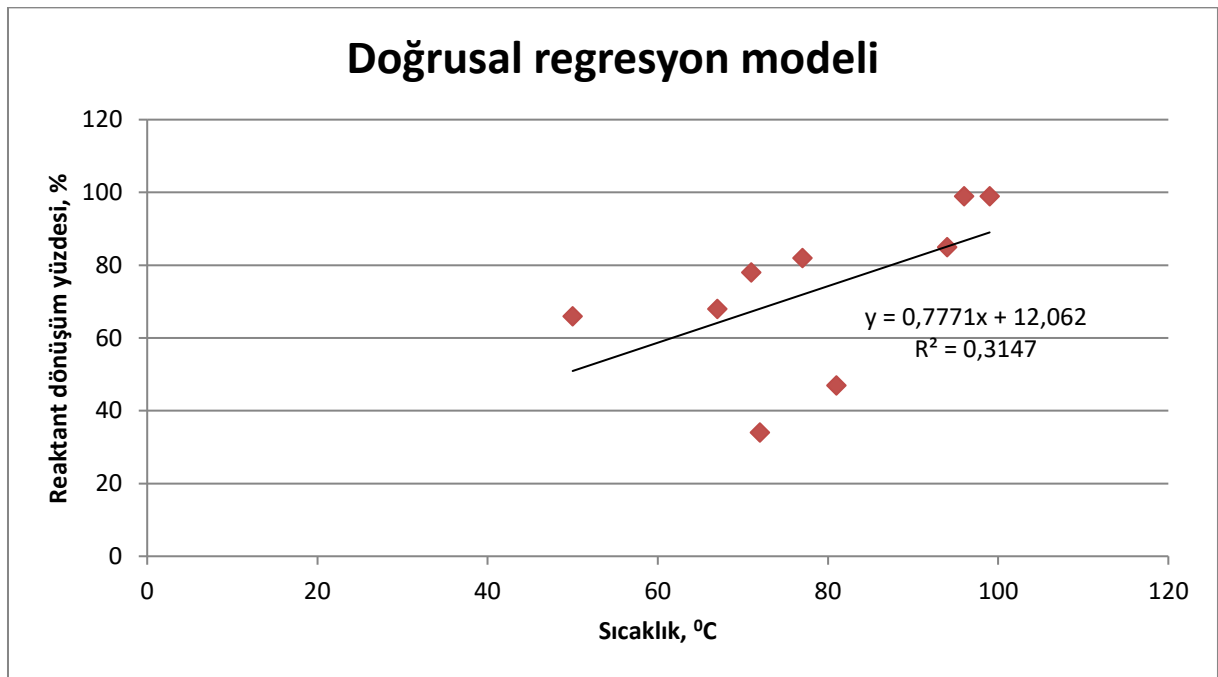
$$S_{YY} = \sum y^2 - N \left(\frac{\bar{y}}{y} \right)^2 = 51,980 - \left[(9) * (73,11)^2 \right] = 3874$$

$$S_{XY} = \sum xy - N \bar{x} \bar{y} = 53258 - \left[(9) * 78,56 * 73,11 \right] = 1566$$

$$b = \frac{S_{XY}}{S_{XX}} = \frac{1566}{2012} = 0,77$$

$$a = \bar{y} - b \bar{x} = 73,11 - \left[(0,77) * (78,56) \right] = 12,61$$

$\hat{Y} = 12,06 + 0,77X$, şeklinde bir doğrusal model elde edilir.



Hataların Yayılması:

Ölçülen nicelikler başka bir fiziksel niceliğin hesaplanmasında kullanılıyorsa, ölçümdeki belirsizlikler hesaplanan nicelikte de bir belirsizlik oluşturur. Buna “hatanın yayılması” diyoruz.

$A + \Delta A$ ve $B + \Delta B$ ölçülen nicelikler olsun, hesaplanacak nicelik $C = A + B$ veya $C = A - B$ ise, hesaplanan C niceliğindeki belirsizlik;

$$\Delta C = \sqrt{(\Delta A)^2 + (\Delta B)^2} \text{ Şeklinde tanımlanır.}$$

Hesaplanacak nicelik $C = A * B$ veya $C = A / B$ ise, hesaplanan C niceliğindeki belirsizlik;

$$\frac{\Delta C}{C} = \sqrt{\left(\frac{\Delta A}{A} \right)^2 + \left(\frac{\Delta B}{B} \right)^2} \text{ Şeklinde tanımlanır.}$$

Hesaplanacak nicelik $C = A^n$ (n sabit) hesaplanan C niceliğindeki belirsizlik;

$$\frac{\Delta C}{C} = |n| \frac{\Delta A}{A} \text{ Şeklinde tanımlanır.}$$

Bir Örnek:

$$\text{Yoğunluk: } d = \frac{m}{V} \rightarrow \frac{\Delta d}{d} = \sqrt{\left(\frac{\Delta m}{m}\right)^2 + \left(\frac{\Delta V}{V}\right)^2}$$

Kaynaklar:

- 1.Montgomery, D.C. 2012. Design and Analysis of Experiments. 8. Edition. John Wiley&Sons, pp. 730.
2. Walpole, R.E., Myers, R.H., Myers, S.L., Ye, K.E. 2016. Probability and Statistics or Engineers and Scientists, 9. Edition, pp.816.
3. Gündüz, T. 2010. Kimyacılar için İstatistik. Gazi Kitabevi, pp. 292.
4. Skoog,
4. Polat, M. Ders Notları: Anlamlı Sayılar, Ölçüm Hataları ve Bir Deneyin Analizi. <http://yunus.hacettepe.edu.tr/~polat/HATA-HESABI.pdf>: Erişim Tarihi: 09.10.2016.
- 5.Wolfs, F.R.H. Lecture Notes: Error Analysis. University of Rochester. http://teacher.nsrll.rochester.edu/phy_labs/AppendixB/AppendixB.html. Erişim Tarihi: 09.10.2016.

ÇANKIRI KARATEKİN ÜNİVERSİTESİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

SIVI SEVİYE KONTROLÜ

Grup 2

120901022 Merve Aktaş

KMÜ406
Kimya Mühendisliği Laboratuvarı III
Deney Raporu

Nisan 2015
ÇANKIRI

BÖLÜM 3. LABORATUVAR GÜVENLİĞİ

Laboratuvarda bulunmanız ya da oradan geçiyor olmanız, potansiyel bir tehlike içermektedir. Kendinizin ve çevrenizdeki diğer insanların güvenliği açısından Laboratuvar Kurallarına uymanız bu potansiyel tehlikeyi azaltacak en güzel yaklaşımdır. Güvenli bir ortamın sağlanabilmesi için aşağıda çeşitli başlıklar altında topladığımız kurallar hepiniz tarafından okunmuş ve öğrenilmiş olmalı, hatta bu kuralları gelecek yaşantınızda görev alacağınız iş yerlerine de götürerek herkesin bu kurallara uyması için elinizden geleni yapmalısınız.

3.1. Emniyetli Çalışma Kuralları

1. Gereksiz yere ACELE ETMEYİN.
2. İskele, tezgah vs. ÜZERINE ÇIKMAYIN, MERDİVEN KULLANIN.
3. Bir malzeme veya aleti fazla UZANARAK ALMAYA ÇALIŞMAYIN.
4. KİŞİSEL SAĞLIK/GİYİM kurallarına uyun.
5. Laboratuvardan çıkınca ellerinizi mutlaka yıkayın.
6. Ellerinizi sık sık özellikle yemeklerden önce yıkayın.
7. Ellerde açık yara, kesik, çatlak vs. varsa çalışmaya başlamadan önce mutlaka bandajla kapatın ve yapacağınız işe uygun eldiven giyin.
8. Zararlı, zehirleyici, tahriş edici kimyasallarla çalışırken mutlaka uygun kişisel koruyucu donanımlar (maske, gözlük, eldiven vb.) kullanılmalıdır.
9. Laboratuvarda çalışırken uzun saçlar toplanmalıdır.
10. Laboratuvarda yüzük, künye, kolye, bilezik gibi eşyalar ile çalışmak tehlikeli olabilir. Çalışmaya başlamadan önce çıkarın.
11. Laboratuvarda çalışırken mutlaka uzun kollu önlük ve kapalı laboratuvar ayakkabısı giyin.
12. Önlük ve pantolon ceplerinde kesici ve batıcı aletler taşımayın.
13. Önlük içindeki kıyafetiniz ve ayakkabınız rahat hareket etmenize engel olmamalıdır.
14. Laboratuvarlarda **YİYECEK / İÇECEK BULUNDURULMAZ YENMEZ / İÇİLMEZ.**
15. Kişisel masa, yemekhane ve benzeri yerlere kimyasal madde, numune vb. **KOYMAYIN.**
16. Yangın söndürme teçhizat ve çıkılarının önünü **KAPATMAYIN.**
17. Elektrik düğmelerinin veya izolatörlerinin önünü **KAPATMAYIN.**
18. Yürüyüş alanlarını boş ve temiz tutun.
19. Tüm dosya ve tezgah altı **DOLAPLARI KAPALI TUTUN.**
20. Elektrik motorlarının havalandırılması gereklidir, çevresinin boş olmasını sağlayın.
21. **BEDEN VE EL ŞAKALALARI YAPMAYIN.**
22. **LABORATUVARLARI GÜVENLİ, TEMİZ VE DÜZENLİ TUTUN.**
23. Deneysel çalışma sonunda temizlik ve düzen için zaman ayırın.
24. Düzenli bir yerde çalışmak morali yükseltir, verimi artırır, kaza risklerini ve yangın zararlarını azaltır.
25. **GAZ TÜPLERİNİN** ısınmayacak yerlere yerleştirilmesini sağlayın.
26. Kullanılmayan gaz vanalarını tamamen **KAPATIN.**
27. Yanıcı gazlar kullanılırken sisteminizi asla **TERK ETMEYİN.**
28. **KOLAY ALEV ALAN / PARLAYICI ÇÖZÜCÜLERLE** çalışma kurallarına uyun.
29. Tüm alev alıcı çözücüler kapalı kaplarda saklanmalı ve gerektiği şekilde etiketlenmiş olmalıdır.
30. Bu çözücüler kullanılmadıkları zaman güvenlik dolaplarında muhafaza edilmelidir.
31. Alev alıcı çözücüler etiketlerinde belirtilen sıcaklıklarda ve havalandırılmalı ortamlarda saklanmalıdır.

32. Miktarı 50 litreyi aşan çözücüler döküntülerin birikeceği tepsiler bulunan metal güvenlik dolaplarında ve özel olarak hazırlanmış ya da bu amaca uygun olarak yeniden düzenlenmiş odalarda saklanmalıdır. Miktarı 50 litreyi aşan çözücülerin herhangi bir laboratuvarda saklanması yasaktır.
33. Alev alıcı çözücüler ateşleme kaynaklarından uzak tutulmalıdır.
34. **ELEKTRİKLE İLGİLİ GÜVENLİK** tedbirlerine uyun.
35. Islak ellerle veya ıslak zemin üzerindeyken elektrikli aletlere dokunmayın.
36. Elektrikli bir aletin üzerine su döküldüğünde elektrik hattı ile bağlantısını kesin ve gerekli temizliğin yapılmasını sağlayın. Tekrar kullanmadan önce kontrolünü yaptırın.
37. Fırın gibi yüksek akım çeken aletleri çoklu uzatma kabloları ile kullanmayın.
38. Kablo tesisatı sık sık kontrol edilerek karışması ya da düğümlemesi engellenmelidir.
39. Ön ısıtma süresi olmayan aletler kullanıldıktan hemen sonra kapatılmalıdır.
40. Ana şebeke ile ilgili veya tehlikeli voltajların söz konusu olduğu elektrik tesisat işleri yetkili bir elektrik teknisyeni tarafından yapılmalıdır.
41. Elektrik şalter kutularını kesinlikle açmayınız ve müdahalede bulunmayınız. Bir arıza durumunda elektrikçiye haber veriniz.

3.2. Genel Laboratuvar Kuralları

1. Çalışmalarda dikkat ve itina ön planda tutulmalıdır.
2. Laboratuvarların giriş çıkışı denetlenmeli ve çalışanlar dışındakilerin girmeleri engellenmelidir.
3. Laboratuvarın faaliyet gösterdiği konulara göre ortaya çıkan atıklar doğrudan alıcı ortama verilmemeli, tekniğine ve mevzuata uygun bir biçimde etkisiz hale getirilmelidir.
4. Atılacak katı maddeler çöp kutusuna atılmalıdır. İşi bitmiş, içinde sıvı bulunan beher, erlen, tüp gibi temizlenecek cam kaplar da lavaboya konulmalı, masa üzerinde bırakılmamalıdır.
5. Su, gaz muslukları ve elektrik düğmeleri, çalışılmadığı hallerde kapatılmalıdır.
6. Malzemeler özenle ve dikkatle kullanılmalıdır.
7. Laboratuvarda gürültü yapılmamalıdır. Asla şaka yapılmamalıdır.
8. Laboratuvarda meydana gelen her türlü olay, laboratuvarı yönetenlere anında haber verilmelidir.
9. Laboratuvarı yönetenlerin izni olmadan hiçbir madde ve malzeme laboratuvardan dışarı çıkarılmamalıdır.
10. Katı haldeki maddeler şişelerden daima temiz bir spatül veya kaşıkla alınmalıdır. Aynı kaşık temizlenmeden başka bir madde içine sokulmamalıdır. Şişe kapakları hiçbir zaman alt tarafları ile masa üzerine konulmamalıdır. Aksi takdirde, kapak yabancı maddelerle kirleneceği için tekrar. Şişeye yerleştirilince bu yabancı maddeler şişe içindeki saf madde veya çözelti ile temas edip, onu bozabilir.
11. Şişelerden sıvı akıtılırken etiket tarafı yukarı gelecek şekilde tutulmalıdır. Aksi halde şişenin ağzından akan damlalar etiketi ve üzerindeki yazıyı bozar. Şişenin ağzında kalan son damlaların da şişenin kendi kapağı ile silinmesi en uygun şekildir.
12. Kimyasal maddelerin gelişigüzel birbirine karıştırılması çok büyük tehlikeler yaratabilir.
13. Bazı kimyasal maddeler birbiriyle reaksiyona girerek yangına veya şiddetli patlamalara yol açarlar ya da toksik ürünler oluştururlar. Bunlar her zaman ayrı ayrı yerlerde muhafaza edilmelidir. Bu maddeler Çizelge 4.2.1 'de özetlenmiştir.
14. Çözelti konulan şişelerin etiketlenmesi gerek görünüş ve gerekse yanlışlıklara meydan verilmemesi için gereklidir. Kağıt etiket kullanılıyorsa yazıların ıslanınca akması

- için çini mürekkep kullanılması iyi sonuç verir. Etiketlerin arkası nemlendirilirken ağıza ve dile sürülmemelidir.
15. Kimyasal maddeler risk gruplarına ve saklama koşullarına göre, havalandırma sistemli ayrı oda, dolap veya depolarda bulundurulmalıdır. Kimyasal maddelerin bulunduğu yer kilitli olmalı, anahtarı depo sorumlusu olmalıdır.
 16. Organik çözücüler lavaboya dökülmemelidir.
 17. Tartım veya titrasyon sonuçları küçük kağıtlara yazılmamalıdır. Bu kağıtlar kaybolabilir ve analizin tekrarlanması zorunluluğu ortaya çıkabilir.
 18. Ecza dolabında neler bulunduğu, yangın söndürme cihazının nasıl çalıştığı bilinmelidir. Bu konuda eğitim yapılmalıdır.
 19. Şişelerin kapak veya tıparları değiştirilmemelidir. Çözelti şişelere doldurulurken dörtte bir kadar kısım genişleme payı olarak bırakılır.
 20. Etiketsiz bir şişeye veya kaba, kimyasal madde konulmaz. Ayrıca boş kaba kimyasal bir madde koyunca hemen etiketi yapıştırılmalıdır, bütün şişeler etiketli olmalıdır. Üzerinde etiketi olmayan şişelerdeki kimyasal maddeler, deneylerde kesinlikle kullanılmamalıdır.
 21. Cam keserken ve şişe ağzına mantar takarken ellerin kesilmemesi için özel eldiven veya bez kullanılmalıdır. Ucu sivri, kırık cam tüplerine, borulara lastik tıpa geçirilmemelidir. Böyle uçlar; havagazı ocağı, zımpara veya ege ile düzgün hale getirilmelidir.
 22. Lastik tıpalara geçirilecek cam boruların uçları su ile ıslatılmalı veya gliserin, vazelin ile yağlanmalıdır. Cam borular lastik tıpa direkt bastırılarak değil de döndürülerek sokulmalıdır.
 23. Tüp içinde bulunan bir sıvı ısıtılacağı zaman tüp, üst kısımdan aşağıya doğru yavaş yavaş ısıtılmalı ve tüp çok hafif şekilde devamlı sallanmalıdır. Tüpün ağzı kendinize veya yanınızda çalışan kişiye doğru tutulmamalı ve asla üzerine eğilip yukarıdan aşağıya doğru bakılmamalıdır. Yüze sıçrayabilir.
 24. Hiçbir çözelti pipetten ağız yolu ile çekilmemelidir. Bu işlem için vakum ya da puar kullanılmalıdır.
 25. Genel olarak toksik olmadığı bilinen kimyasal maddeler bile, ağıza alınıp tadına bakılmamalıdır.
 26. **Benzin, eter ve karbon sülfür** gibi çok uçucu maddeler ne kadar uzakta olursa olsun **açık alev** bulunan laboratuvarında kullanılmamalıdır. Eter buharları 5 metre ve hatta daha uzaktaki alevden yanabilir ve o yanan buharlar ateşi taşıyabilir.
 27. Sülfürik asit, nitrik asit, hidroklorik asit, hidroflorik asit gibi asitlerle bromür, hidrojen sülfür, hidrojen siyanür, klorür gibi zehirli gazlar içeren maddeler ile çeker ocakta çalışılmalıdır.
 28. Tüm asitler ve alkaliler sulandırılırken daima suyun üzerine ve yavaş yavaş dökülmeli, asla tersi yapılmamalıdır.
 29. Civa herhangi bir şekilde dökülürse vakum kaynağı ya da köpük tipi sentetik süngerlerle toplanmalıdır. Eğer toplanmayacak kadar eser miktarda ise üzerine toz kükürt serpilmeli ve bu yolla sülfür haline getirilerek zararsız hale sokulmalıdır.
 30. Termometre kırıklarının civalı kısımları ya da civa artıkları asla çöpe ya da lavaboya atılmamalı, toprağa gömülmelidir.
 31. Elektrikle uğraşırken eller ve basılan yer kuru olmalı, metal olmamalı, elektrik fişleri kordondan çekilerek çıkarılmamalıdır. Gerektiğinde bazı işlemleri hemen yapabilmek için gerektiği kadar elektrik bilgisi edinilmeli, büyük onarımlar mutlaka ehliyetli teknisyenlere yaptırılmalıdır.

32. Kimyasallar taşınırken iki el kullanılmalı, bir el kapaktan sıkıca tutarken, diğeri ile şişenin altından kavranmalıdır. Desikatör taşınırken mutlaka kapak ve ana kısım birlikte tutulmalıdır. Desikatör kapakları arasıra vazelin ile yağlanmalıdır.
33. Laboratuvar terkedilirken bulaşıklar yıkanmalı, tüm kimyasallar güvenlik altına alınmalı, gaz muslukları ana musluktan kapatılmalıdır.
34. Gözler daima korunmalıdır. Emniyet gözlükleri takmak yararlıdır. Gazlardan dolayı gözlerin herhangi bir tahrişinde buna engel olmak için gözleri sık sık soğuk su ile yıkamak veya bol su akıtmak gereklidir.
35. Asit, baz gibi aşındırıcı yakıcı maddeler deriye damladığı veya sıçradığı hallerde derhal bol miktarda su ile yıkanmalıdır.
36. İçinde kültür bulunan tüp, petri kutusu gibi malzeme açık olarak masa üzerine bırakılmamalı, tüpler önlük cebinde taşınmamalı, masa üzerine gelişigüzel konulmamalıdır. Tüpler tüplükte tutulmalıdır.
37. Pipetleme yapılırken kesinlikle üflenmemelidir.
38. Etil alkol gibi yanıcı, tutuşucu maddeler Bunzen beki alevi çevresinden uzak tutulmalıdır.
39. Ellerde kesik, yara ve benzeri durumlar varsa bunların üzeri ancak su geçirmez bir bantla kapatıldıktan sonra çalışılmalı, aksi takdirde çalışılmamalı ve son durum sorumluya iletilmelidir.
40. Çalışma bittikten sonra kirli malzemeler kendilerine ait kaplara konulmalıdır. Örneğin; kullanılmış pipetler, lam ve lamel hemen, içinde dezenfektan çözeltisi bulunan özel kaplara aktarılmalıdır.
41. Laboratuvar terkedilirken bulaşıklar yıkanmalı, tüm kimyasallar güvenlik altına alınmalı, gaz muslukları ana musluktan kapatılmalıdır.
42. Çalışma bittikten sonra **eller sabunlu su** ve gerektiğinde antiseptik bir sıvı **ile yıkanmalıdır.**
43. Laboratuvarda tek başına çalışılmamalıdır.

Çizelge 3.1: Birbiri ile karıştırılmaması gereken kimyasallar

Kimyasal	Karışmaması Gereken Kimyasallar
Aktif karbon	Kalsiyum hipoklorit, oksidan maddeler
Alkali metaller (Na, K. vb.)	Hidrokarbonlar ve sulu çözeltileri, su
Amonyak	Civa, klor, iyot, brom, kalsiyum
Amonyum nitrat	Toz halindeki metaller, yanıcı sıvılar, kükürt, kloratlar, tüm asitler, nitritler
Anilin	Hidrojen peroksit, nitrik asit
Asetik asit	Kromik asit, nitrik asit, hidroksil içeren bileşikler, etilen glikol, perklorik asit, peroksitler, permanganatlar
Asetilen	Flor, klor, brom, bakır, civa, gümüş
Aseton	Derişik nitrik asit, derişik sülfürik asit
Bakır	Asetilen, hidrojen peroksit
Brom	Amonyak, asetilen, bütan ve diğer petrol gazları, turpentin
Civa	Asetilen, amonyak
Flor	Bütün maddeler
Gümüş	Asetilen, okzalik asit, tartarik asit, amonyak, karbondioksit
Hidroflorik asit	Amonyak
Hidrojen peroksit	Bakır, krom, demir, metal ve metal tuzları, yanıcı sıvılar,
Anilin, nitrometan	Anilin, nitrometan
Hidrojen sülfid	Nitrik asit, oksidan maddeler
Hidrokarbonlar	Flor, klor, brom, kromik asit, sodyum peroksit (benzen, eter)
Hidrosiyanik asit	Nitrik asit, alkaliler
İyot	Asetilen, amonyak
Kalsiyum oksit	Su
Klor	Amonyak, asetilen, bütan ve diğer petrol gazları, turpentin
Kloratlar	Amonyak, toz halindeki metaller
Kromik asit	Asetik asit, gliserin, bazı alkoller, yanıcı sıvılar, turpentin
Kükürtlü hidrojen	Nitrik asit, oksidan gazlar
Nitrik asit	Asetik asit, anilin, kromik asit, hidrosiyanik asit, hidrojen sülfid, yanıcı sıvılar ve gazlar
Oksijen	Yağlar, gres, hidrojen, yanıcı sıvılar, yanıcı katılar ve yanıcı
Okzalik asit	Gümüş, civa
Perklorik asit	Asetik anhidrit, alkoller, karbon tetraklorür, karbon dioksit
Potasyum permanganat	Gliserin, etilen glikol, benzaldehit, sülfürik asit
Sodyum nitrat	Amonyum nitrat, diğer amonyum tuzları
Sülfürik asit	Kloratlar, perkloratlar, permanganatlar
Yanıcı sıvılar	Amonyum nitrat, kromik asit, hidrojen peroksit, nitrik asit, halojenler

İLK YARDIM GENEL BİLGİLER



İlk yardımın öncelikli amaçları nelerdir?

- Hayati tehlikeyi ortadan kaldırmak,
- Yaşamal fonksiyonların sürdürülmesini sağlamak,
- Hastayaralının durumunun kötüleşmesini önlemek
- İyileşmeyi kolaylaştırmak İlk yardımın öncelikli amaçları arasında yer almaktadır.



İlk yardımın temel uygulamaları

- **Koruma:**
Kaza sonuçlarının ağırlaşmasını önlemek için olay yerinin değerlendirilmesidir. En önemli işlem olay yerinde oluşabilecek tehlikeleri belirleyerek güvenli bir çevre oluşturmaktır.
- **Bildirme:**
Olay / kaza mümkün olduğu kadar hızlı bir şekilde gerekli yardım kuruluşlarına bildirilmelidir. Türkiye'de İlk yardım gerektiren her durumda iletişim 112 acil telefon numarası üzerinden gerçekleştirilir.
- **Kurtarma (Müdahale):**
Olay yerinde hasta / yaralıya müdahale hızlı ancak sakin bir şekilde yapılmalıdır.



112'nin aranması sırasında nelere dikkat edilmelidir?

- Sakin olunmalı yada sakin olan bir kişinin araması sağlanmalıdır.
- 112 merkezi tarafından sorulan sorulara net bir şekilde cevap verilmelidir.
- Kesin yer ve adres bilgileri verilirken, olayın olduğu yere yakın bir caddenin ya da çok bilinen bir yerin adı verilmelidir.
- Kimin, hangi numaradan aradığı bildirilmelidir.
- Hasta/yaralı(lar)ın adı ve olayın tanımı yapılmalıdır.
- Hasta/yaralı sayısı ve durumu bildirilmelidir.
- Eğer herhangi bir ilk yardım uygulaması yapıldıysa nasıl bir yardım verildiği belirtilmelidir.
- 112 hatında bilgi alan kişi, gerekli olan tüm bilgileri aldıktan söyleyinceye kadar telefon kapatılmamalıdır.



Kaynaklar:

1. Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü Laboratuvar El Kitabı, 255 s., 2013.

BÖLÜM 4. DENEYLER

4.1 Liçing ve Kristalizasyon

4.1.1. Genel Bilgiler

4.1.1.1. Liçing

Hidrometalurji, kimyasal yöntemler kullanılarak sulu ortamda istenen bileşenlerin cevher, konsantre ve atıklardan kazanılması işlemlerini kapsar. Hidrometalurjik işlemler, istenilen kısmın seçimli olarak katı fazdan sulu faza çözündürülmesi ve çözülden seçimli olarak kazanılması temeline dayanır. Buna göre liçing işlemi, hidrometalurjik süreçlerin temel adımıdır. Aşağıdaki şekilde hidrometalurjik işlemlerin şeması görülmektedir.



Şekil 4.1.1. Hidrometalurjik işlemler

Genel olarak hidrometalurjik yöntemler iki aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşama liçing işlemidir. İkinci aşama ise çözültüye alınan metallerin kazanılmasıdır. Liçing, çözünürlük farkından yararlanılarak gerçekleştirilir. Örneğin bir kum ve yemek tuzu (NaCl) karışımını ele alalım. Bu karışım bir miktar su (reaktif) içine konulduğunda, tuz seçimli olarak çözünecek ve çözültüye geçecek, kum ise çözünmeyecektir. [1,2]

Liçing işleminin kimya sektöründen madencilığe kadar geniş bir alanda kullanımı bulunmaktadır. Liçing çok bileşenli bir katıdan istenilen bileşenin bir sıvı çözücü yardımıyla çözülerek ayrılması olayıdır. Kullanılan katılar inorganik (maden cevherleri, karbonatlar, silikat, oksitler ve sülfatlar v.b), organik veya biyolojik (şeker kamışı, keten tohumu v.b) olabilmektedir. Liçing mekanizması;

- Çözücünün yığından katı yüzeyine aktarılması
- Çözücünün katı içine difüzyonu
- Katıdan istenilen bileşenin çözücüde çözünmesi
- Çözünenin katı içinde yüzeye difüzyonu
- Çözünenin çözültü yığına aktarımı olarak tanımlanmaktadır. Çoğu proseslerde katıya ön işlemler uygulanmaktadır. Liçing kesikli veya sürekli proseslerle gerçekleştirilir. Ayrıca liçing işleminin verimini etkileyen parametreler başlıca çözücünü seçimi, sıcaklık, bileşenin özellikleri, pH değişimi, oksidasyon potansiyeli ve katı/çözücü oranı olarak söylenebilir. [3,4]

Cevherler, ocaktan çıkarılması ile liçing işlemi arasında bazı hazırlık işlemlerinden geçebilirler. Liçing işlemi öncesi cevhere aşağıdaki ön işlemler uygulanır.

- Kırma: Kırıcılar yardımıyla boyut küçültme işlemi
- Öğütme: Öğütücüler yardımıyla boyut küçültme işlemi
- Eleme: Elekler yardımıyla tanelerin boyutlarına göre eliminasyon işlemidir.

Liç yöntemleri uygulanma şekillerine göre 4'e ayrılır.

- Yerinde liç
- Yığın liçi

- Süzülme liçi
- Karıştırma/tank liçi

Yerinde Liç

Bu işlemde, maden yatağında cevher gövdesine bir sondaj kuyusu açılır ve kuyudan verilen sıvı kimyasallar yardımıyla istenilen cevher yeryüzüne başka bir kuyudan pompalanarak çıkartılır. Bu işlem sırasında sıvı kimyasallar, gözenek ve çatlakları dolaşarak sistem içinde temas ettiği bileşeni çözerek bünyesine katar ve oluşan çözelti maden yatağının alt seviyelerinde birikir. Bu çözelti başka bir kuyudan tekrar yeryüzüne basılarak, yeryüzündeki tesislerde zenginleştirme işlemine tabi tutulur. Zenginleştirme tesislerine gelen yüklü çözelti içindeki değerli bileşen değişik yöntemlerle katı faza alınır. İstenilen bileşeni alınmış çözelti ise liç çözeltisi hazırlama tankına gönderilerek sondaj kuyularına geri beslenir. Bu uygulamanın avantajları: ucuz yatırım ve işletme maliyetidir (Örnek; ekstraksiyon, taşıma ve katı-sıvı ayırımı gerektirmez). [3]

Yığın Liçi

Yığın liç yapay bir zemin üzerinde bulunan malzemenin çözücü yardımıyla kazanılmak istenen bileşenin seçilimli olarak çözeltiye kazanılma işlemidir. Bu işlem hazırlıklı yığın liçi ve doğrudan yığın liçi olmak üzere iki şekilde uygulanmaktadır.

Yığın liçi uygulamaları, olağan yöntemlerle değerlendirilemeyen düşük tenörlü cevher ve atıklardan, istenilen bileşenin ekonomik olarak kazanımına olanak vermesi nedeniyle büyük öneme sahiptir.

Yığın liç işleminde önce liçin yapılacağı alan geçirimsiz zemin olacak şekilde hazırlanır. Daha sonra cevher liç alanına transfer edilir. Yığın halinde bulunan cevherin üst kısmı düzleştirilip tahliye kanalları açılarak liç çözeltisiyle istenilen bileşenin tam teması sağlanır. Çözücü pompayla yığın üzerine beslenir ve bu işlem geri beslemeyle tekrarlanarak istenilen bileşen kazanılır. [3]

Süzülme Liçi

Süzülme liç işlemi cevherin tane boyutu çözelti dolaşımını etkilemeyecek kadar iri olduğu durumlarda uygulanmaktadır. Tane boyut aralığının 9-12.5 mm arasında olması istenir. İşlem seri devre şeklinde uygulanır ve ters akım prensibiyle çalışır. İlk çözücü genelde seyreltik olur yada bileşeni alınmış atık çözeltidir. Son çözelti yüksek konsantrasyondur. İşlem sırasında filtre kullanılmaz. Genellikle altın, bakır, uranyum için kullanılır. [3]

Karıştırma/tank Liçi

Yüksek tenörlü cevherlere ve konsantrelere uygulanır. Karıştırma işlemi yapılarak liç esnasında katı tanelerin çökmemesi sağlanır, bileşenle temasını artırılması sağlanır ve ortamda bileşen transferi kolaylaştırılır. Tank liçi işlemleri normal basınçta yapılan liç ve yüksek basınçta yapılan liç olarak iki kısımda incelenmektedir. [3]

4.1.1.2. Kristalizasyon

Kristalizasyon karışımlardaki bileşenleri birbirinde ayırma ve bu bileşenleri saflaştırmada kullanılan bir yöntemdir. Kristallendirme işlemi ayırma amacıyla yapıldığında ayırmsal kristallendirme ve saflaştırma amacıyla yapıldığında ise kristallendirme adını alır.

Katı karışımlardaki bileşenleri birbirinden ayırmak için kullanılan yöntemlerden biri olan kristallendirme; çözünürlüğü sıcaklıkla artan bir maddenin sıcak halde doymuş olan çözeltisinin soğutulmaya bırakılma durumunda soğuma süresince doygunluk sınırı aşılacağından çözünmüş olan bileşenin katı halde çökmesi olayıdır. Aynı olay doymuş çözeltinin bir miktar buharlaştırılması durumunda da oluşur. [5]

Kristalizasyon olayı kristal çekirdeğinin oluşumu ve büyümesidir. Birçok sayıda büyük kristal elde etmek için kristalizasyonda çekirdeklenme hızı düşük tutulur. Çünkü aşırı doymuşluk büyük olduğu zaman çekirdeklenme hızı kristal büyütme hızından daha büyük olacağından aynı anda birçok yerde çekirdek büyümesi meydana gelir. Bu durum kristallerin küçük kalmasına neden olur. [5]

4.1.2. Amaçlar

Bu deneyde cevherden veya belirli bir karışımdan istenilen bir bileşenin veya maddenin liç yoluyla kazanımı ve kristalizasyon ile de ayrılması işlemi gerçekleştirilecektir.

4.1.3. Materyal ve Metot

4.1.3.1. Materyal

Liçing işlemi sabit hacimli bir beherde gerçekleştirilecektir. Deney esnasından karıştırma işlemi manyetik karıştırıcı cihazı yardımıyla yapılacaktır.

Kullanılan malzemeler:

Bu deneyde kullanılacak olan malzemeler: manyetik karıştırıcı ısıtıcı, 250 ml beher, kaya tuzu, su, filtre kağıdı, huni, kısıkaç tutucu, kısıkaç ve spor'dur.

4.1.3.2. Metot

Bu deneyde çözünmüş olan tuz miktarını tespit etmenin çeşitli yolları vardır. Bunlardan birincisi klor tayini yöntemi diğeri ise basit çözünme yüzdesi hesaplama yöntemidir. Klor tayininde en çok kullanılan yöntem **arjantometrik** (çöktürme titrasyonlarında ayarlı çözelti olarak gümüş nitrat (AgNO_3) çözeltisinin kullanıldığı titrasyonlar) yöntemidir. Üç farklı türde indikatör arjantometrik titrasyonlar da kullanılabilir ve bundan dolayı bu yöntem üç farklı isimle adlandırılır. Bunlar Mohr, Volhard ve Fajans yöntemleri olarak söylenebilir. Bu yöntemler içinde en uygun olanı ve tercih edileni mohr yöntemidir. Mohr yönteminde indikatör $\text{Cr}_2\text{O}_4^{2-}$ iyonudur ve titrasyonun sonlanması koyu turuncu renkli Ag_2CrO_4 çökeleğinin meydana gelmesiyle anlaşılır.

Bu yöntemin temeli ortamda bulunan klorür iyonlarının (Cl^-) gümüş nitrat (AgNO_3) ile gümüş klorür (AgCl) halinde çöktürülmesi ile reaksiyona girmeyen AgNO_3 'ün indikatör olarak eklenen potasyum kromat (K_2CrO_4) ile turuncu renkli gümüş kromat (Ag_2CrO_4) çökeleği oluşturmasıdır. Ortamda bulunan Cl^- iyonlarının tamamın AgCl olarak çökmesinden sonra AgNO_3 çözeltisinin fazlası ile K_2CrO_4 turuncu renkli Ag_2CrO_4 çökeleğini oluşturur. Titrasyonun bitiş noktası, ortamda Ag_2CrO_4 'ın oluştuğu, yani turuncu renkli ikinci bir çökeleğin oluşmasıyla anlaşılır. [6]

Klorür miktarını hesaplamak için aşağıdaki formül kullanılır.

$$\frac{mg}{l} Cl^- = \frac{(V_2 - V_1) \cdot N_{AgNO_3} \cdot 35453}{numune (ml)}$$

V_2 = numune için harcanan $AgNO_3$ hacmi

V_1 = saf su için harcanan $AgNO_3$ hacmi

35453: 1 mol klorür miktarı (mg)

N: $AgNO_3$ normalitesi. [6]

Basit çözme yüzdesi yönteminde belirli miktarda kaya tuzu belirli miktarda sıcak suda çözünür ve çözelti süzülerek kristallendirilir. Bu deney ile ilgili hesaplamaları basitçe aşağıdaki eşitliklerle hesaplayabiliriz.

$$\% \text{ çözünme} = \frac{(\text{Çözünmüş tuz})}{(\text{Başlangıçta katı maddedeki tuz})} \times 100$$

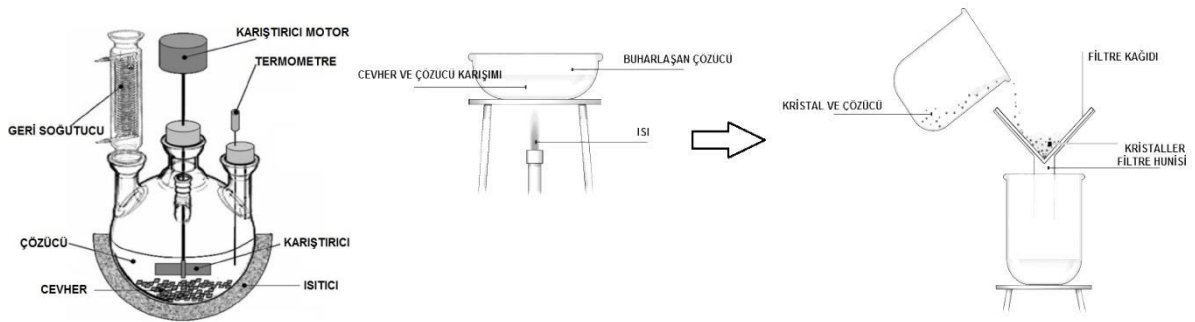
$$\% \text{ verim} = \frac{(\text{Kristallenmiş tuz})}{(\text{Çözünmüş tuz})} \times 100$$

4.1.4. Deney Sistemi

4.1.4.1. Deneyin yapılışı

Yaklaşık 30 g ham kaya tuzu alınarak 100 ml sıcak suda çözünür. Tuz içeren çözelti süzgeç kâğıdı ve huni yardımıyla bir behere süzülür, süzüntü bir ısıtıcı yardımıyla kaynatılarak suyu buharlaştırılır. Burada tuzun nemli olmamasına dikkat edilmelidir. Gerekirse kurutma işlemi yapılarak kristal tuzun susuz hale getirilmesi sağlanır. Daha sonra geriye kalan tuz kristalleri tartılır.

4.1.4.2. Deney sistemi



Şekil 4.1.2. Liçing ve kristalizasyon deney sistemi

4.1.5. Hazırlık Soruları

Hidrometalurji ile ilgili kısaca bilgi veriniz.

Liç nedir ve Liçing hakkında bilgi veriniz.

Liç türleri kaç çeşittir kısaca yazınız.

Liçing işlemi öncesi cevhere hangi ön işlemler uygulanır kısaca yazınız.

Kristalizasyon hakkında bilgi veriniz.

Kristallendirmeyi kısaca açıklayınız.

Kristallendirme olayında kristallerin küçük kalması nasıl sağlanır?

Kristallendirme olayında kristallerin büyük olması için ne yapılmalıdır?

Kaynaklar

[1] Anonim. “Cevher Hazırlama Laboratuvar Dersi Deney Föyleri” Karadeniz Teknik Üniversitesi.

[2]<http://muh.bartın.edu.tr/Files/inbtlggxbtmhp1yvkrvozt5201510594339inbtlggxbtmhp1yvkrvozt5201510594339.pdf> Son Erişim: 02/02/2016

[3] Okyay V., 2013. “Cevher Zenginleştirme Liç Yöntemi”, Madencilik Türkiye Dergisi. Ankara

[4] <http://docplayer.biz.tr/2017821-Laboratuvar-el-kitabi.html> Son Erişim: 09/02/2016

[5] Saydam S., Öksüz A., 2013. “Genel Kimya Laboratuvar Deneyi”. Fırat Üniversitesi. Elazığ.

[6] Anonim. 2008. “Kimya Teknolojisi Fiziksel Değişimler”. Megep. Ankara

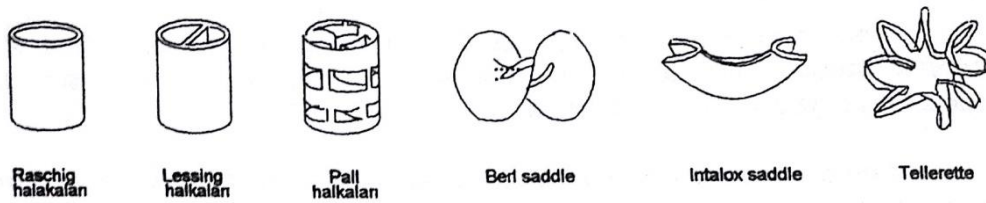
4.2 Gaz Absorpsiyonu

4.2.1. Genel Bilgiler

Bir gaz karışımından istenilen bir bileşenin uygun bir çözücü ile kazanılması işlemi olan absorpsiyon kimya mühendisliğinde yaygın olarak kullanılan bir ayırma işlemidir. Birçok kimyasal ve biyolojik madde gaz, sıvı ve katı fazda farklı bileşenlerin karışımı olarak bulunurlar. Bu bileşenlerden bir veya bir kaçını uzaklaştırmak veya ayırmak için diğer bir fazla temas ettirilmelidir. İki faz kütle iletim prosesleri olarak; gaz-sıvı, gaz-katı, sıvı-sıvı sınıflarında operasyonlar vardır [1].

Gaz absorpsiyonu inert bir bileşen ile gaz karışımı halinde bulunan çözünen bir maddenin, inert bir sıvı ile absorbe edildiği işlemdir. Desorpsiyon işleminde ise inert bir sıvı ile karışım halinde bulunan bir çözünen madde gaz fazına geçer. İntert bileşen ise, faz değiştirmeyen yani diğer faza geçmeyen veya diğer faza geçen miktarı ihmal edilecek kadar küçük olan bileşendir. Absorpsiyon, fiziksel ve kimyasal absorpsiyon olmak üzere iki şekilde olabilir. Fiziksel absorpsiyon gaz karışımındaki bileşenin sıvı içinde çözüldüğü absorpsiyon iken, gaz karışımındaki bileşenin sıvı ile tepkimeye girdiği absorpsiyon ise kimyasal absorpsiyon olarak adlandırılır [2].

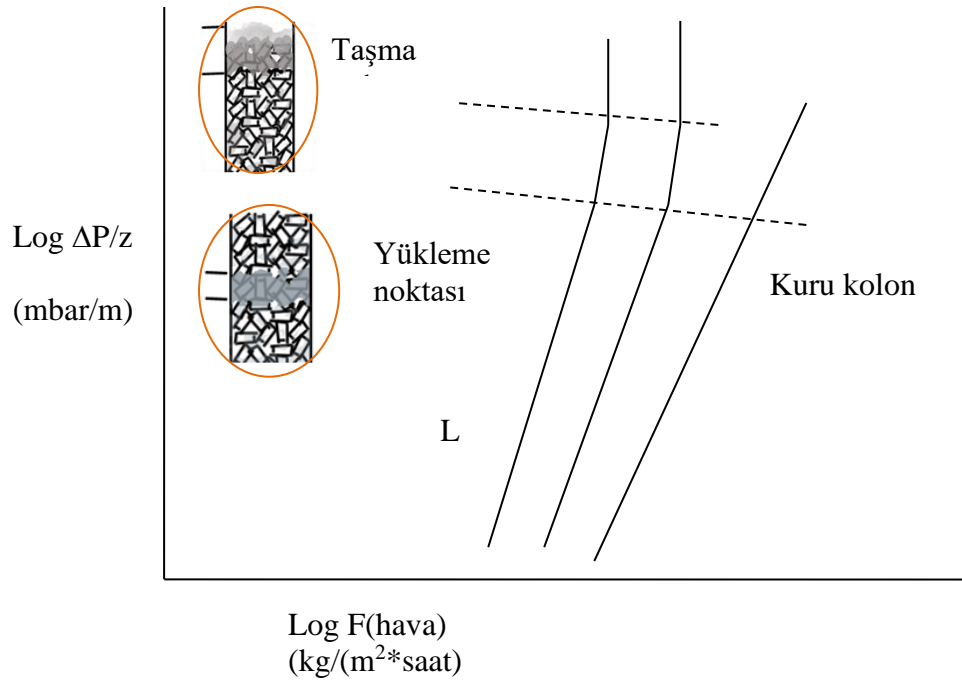
Absorpsiyon ve desorpsiyon işlemleri için hem sürekli temas sağlayan dolgulu kolonlar, hem de çok kademeli temas sağlayan raflı kolonlar kullanılabilir. Pratik olarak gaz absorpsiyonu için genellikle dolgulu kolonlar dolgu kulelerde çeşitli dolgu maddeleri kullanılabilir; bunun nedeni sıvı ile gaz arasındaki ara yüzey miktarının artırılmak istenmesidir. Dolgu maddeleri olarak en çok kil, porselen, alüminyum, alümina, grafit, çelik ve plastik kullanılır. Endüstride pek çok sayıda ve değişik tipte dolgu malzemesine rastlamak mümkündür. Bunlar Raschig halkaları, Berl eyerleri, Lessing halkası, İntalox eyeri, Pall halkası şeklinde sınıflandırılmaktadır [3].



Şekil 4.2.1. Dolgu maddeleri [3]

Bir dolgulu kulede değişik gaz debilerine karşılık basınç düşüşleri okunarak logaritmik bir grafiğe geçirilirse bir doğru elde edilir. Kule sabit sıvı debisi ile yıkandığı durumda tekrar gaz akım debilerinde basınç düşüşleri grafik edilirse, önceleri kuru dolgu malzemesi için olduğu gibi gaz akış debisi ile basınç düşüşü doğrusal olarak değişirken, bir noktadan sonra artan bir hızla yükselecektir. Doğrusallıktan sapmanın olduğu bu ilk noktaya *Yükleme Noktası* denir. Yüklemeye noktası sonrasında da basınç düşüşü gereğinden fazla olacağından operasyonlar bu noktanın altında gerçekleştirilir. Bir süre sonra kolon içinde sıvının tutulması o kadar artar ki biriken sıvı tüm kolon kesit alanını kaplar. Artık sıvı kolondan aşağıya akamaz ve aşağıdan gelen gazın baskısıyla, sıvı ancak gazla beraber kolonu yukarıdan terk edebilir, bu durum *taşma* olarak adlandırılır. Tüm kolon kesit alanı sıvıyla kaplandığında gazda ani olarak çok büyük basınç düşmesi görülür yani eğim sonsuza ulaşır. Bu nokta *taşma noktası* olarak

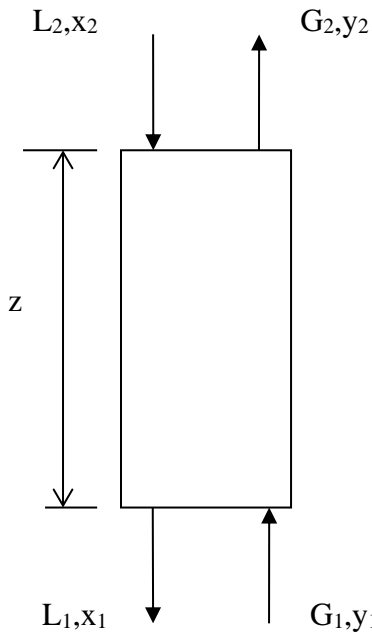
adlandırılır. Bu taşma hızı kullanılabilir maksimum gaz hızıdır. Taşma hızına yakın gaz hızı kullanmak tehlikelidir [3].



Şekil 4.2.2. Dolgulu kolonlarda basınç kaybı

$$F_{\text{Hava}} = (G_{\text{hava}} \cdot p_{\text{hava}}) / S \quad S = (\Pi \cdot D^2) / 4$$

Bir gaz absorpsiyonu kolu için giren ve çıkan akımlar Şekil 4.2.3'deki gibi şematik gösterilebilir. Tüm kütle transfer katsayısı seyreltik karışım için aşağıdaki denklem ile hesaplanabilir.



Şekil 4.2.3. Absorpsiyon kolonuna giren çıkan akımlar [3]

Kütle Denkliği

$$G_1 + L_2 = G_2 + L_1 \quad (1)$$

Bileşen Denkliği

$$(G_1 * y_1) + (L_2 * x_2) = (G_2 * y_2) + (L_1 * x_1) \quad (2)$$

L_1 ve L_2 : Kolana giren ve çıkan sıvı fazın hacimsel akış hızları,

G_1 ve G_2 : Kolana giren ve çıkan toplam gazın molar akış hızları,

Sisteme Giren Havanın Debisi G' ise ;

Sistemden Çıkan Havanın Debisi G' ise ;

$$G' = G_1 (1 - y_1) \quad G_1 = G' / (1 - y_1)$$

$$G' = G_2 (1 - y_1) \quad G_2 = G' / (1 - y_1)$$

Sisteme Giren Sıvı Fazın Debisi L' ise ;

Sistemden Çıkan Sıvı Fazın Debisi L' ise ;

$$L' = L_1 (1 - x_1) \quad L_1 = L' / (1 - x_1)$$

$$L' = L_2 (1 - x_2) \quad L_2 = L' / (1 - x_2)$$

$$G' * (y_1 / (1 - y_1)) + L' * (x_2 / (1 - x_2)) = G' * (y_2 / (1 - y_2)) + L' * (x_1 / (1 - x_1)) \quad (3)$$

Tüm kütle transfer katsayısı seyreltik karışım için aşağıdaki denklem ile hesaplanabilir.

$$F = K_y a V \Delta y_{LM} \quad (4)$$

$$\Delta y_{LM} = \frac{(y_1 - y_1^*) - (y_2 - y_2^*)}{\ln \left(\frac{y_1 - y_1^*}{y_2 - y_2^*} \right)} \quad (y^* = mx) \quad (5)$$

Burada;

F: absorpsiyon hızı [gmol/s]

$K_y a$: gaz faz tüm kütle aktarım katsayısı [gmol/m³s]

V : dolgu hacmi [m³]

y : çözünen bileşen için gaz faz mol kesri

x : çözünen bileşen için sıvı faz mol kesri

y^* : sıvı ile dengede olan gaz fazında CO₂'in mol kesri

m : CO₂ için Henry Sabiti

L₁ ve L₂: Kolana giren ve çıkan sıvı fazın hacimsel akış hızları,

G₁ ve G₂: Kolana giren ve çıkan toplam gazın molar akış hızları,

$$\begin{aligned} F_{\text{absorblanan}} &= \text{Giren CO}_2 - \text{Çıkan CO}_2 \\ &= G_1 * y_1 - G_2 * y_2 \end{aligned}$$

$$G_2 = (G_1 - F_{\text{absorblanan}})$$

$$\Rightarrow F_{\text{absorblanan}} = G_1 * y_1 - (G_1 - F_{\text{absorblanan}}) * y_2$$

$$F_{\text{absorblanan}} = G_1(y_1 - y_2) + (F_{\text{absorblanan}} * y_2)$$

$$F_{\text{absorblanan}} = G_1(y_1 - y_2) / (1 - y_2) \quad (6)$$

$$F: \text{ absorpsiyon hızı [gmol/s]} = F_{\text{absorblanan}}(\text{L/saat}) * p_{\text{CO}_2}(\text{kg/m}^3)$$

$$K_{ya} = \frac{F \ln \frac{P_i}{P_o}}{aAH(P_i - P_o)} \quad (7)$$

F : Absorpsiyon hızı g-mol/san (CO₂ için bulunan değer)

a : Doldu malzemesi için spesifik alan 9 mm Rasching halkaları için 440 m²/m³

AH : Kolonun Hacmi (π*D²*1,4)/4

P_i : Giriş Akımı CO₂ için kısmi basıncı (molkesri*toplam basınç)

P_o : Çıkış Akımı CO₂ için kısmi basıncı (molkesri*toplam basınç)

K_{ya} : Toplam Kütle Aktarım Katsayısı (gmol/m²*s*mmHg)

4.2.2. Amaçlar

Dolgulu bir absorpsiyon kolonunda basınç düşüşlerinin incelenerek yükleme ve taşıma noktalarının belirlenmesi ve Hava ve CO₂ karışımının sudaki absorpsiyonun incelenmesi, toplam kütle transfer katsayılarının belirlenmesi.

4.3.3. Materyal ve Metot

4.3.3.1. Deneyin Yapılışı

Deney A: Islak kolonda çeşitli hava akımı debilerinde basınç düşüşünün ölçülmesi.

Çözelti tankı(14) su ile doldurulur. Su pompası çalıştırılarak suyun farklı su debilerinde ve çeşitli hava akım debilerinde basınç düşüşleri kaydedilir. Ölçümlerde yükleme ve taşma noktalarını gözlemeye çalışınız

Çizelge 4.2.2. Hava ve Sıvı Akısı Varken Akış Hızı ve ΔP Değerleri

Su(L/dk)/Hava(L/saat)	500	750	1000	1250	1500	2000	2250	2500	2750	3000
4										
5										
6										

Deney B: Dolgulu kolonda CO₂'in saf sudaki absorpsiyonunun incelenmesi

- 1) Çözelti tankını suyla doldurunuz.
- 2) Vanalar kapalı durumda iken, çözelti pompasını çalıştırarak, sıvının debisi ayarlanır.
- 3) Hava kompresörü ile havanın debisini ayarlayınız.
- 4) CO₂ tüpünü dikkatlice açarak debisini ayarlayınız
- 5) Sisteme CO₂ verildikten 5 dk. Sonra CO₂ miktarı sistemdeki cihazdan okunacaktır.

4.3.3.2. Hesaplamalar

- a. Gaz akış hızlarına karşı basınç düşüşlerini grafiğini çiziniz ($\log \Delta P/L - \log G$). Elde edilen grafik doğrusal bir grafik midir? Bu grafikten elde edilen eğim değeri nedir ve bu değer ne anlama gelmektedir, araştırınız.
- b. Yükleme ve taşma noktalarını tespit ediniz.
- c. Absorplanan karbondioksit miktarını hesaplayın.
- d. Toplam kütle transfer katsayılarının belirleyiniz

Kolon Ebatları:

Kolon iç çapı: 70 mm

Kolon Boyu: 1400 mm

Rasching çapı=9 mm

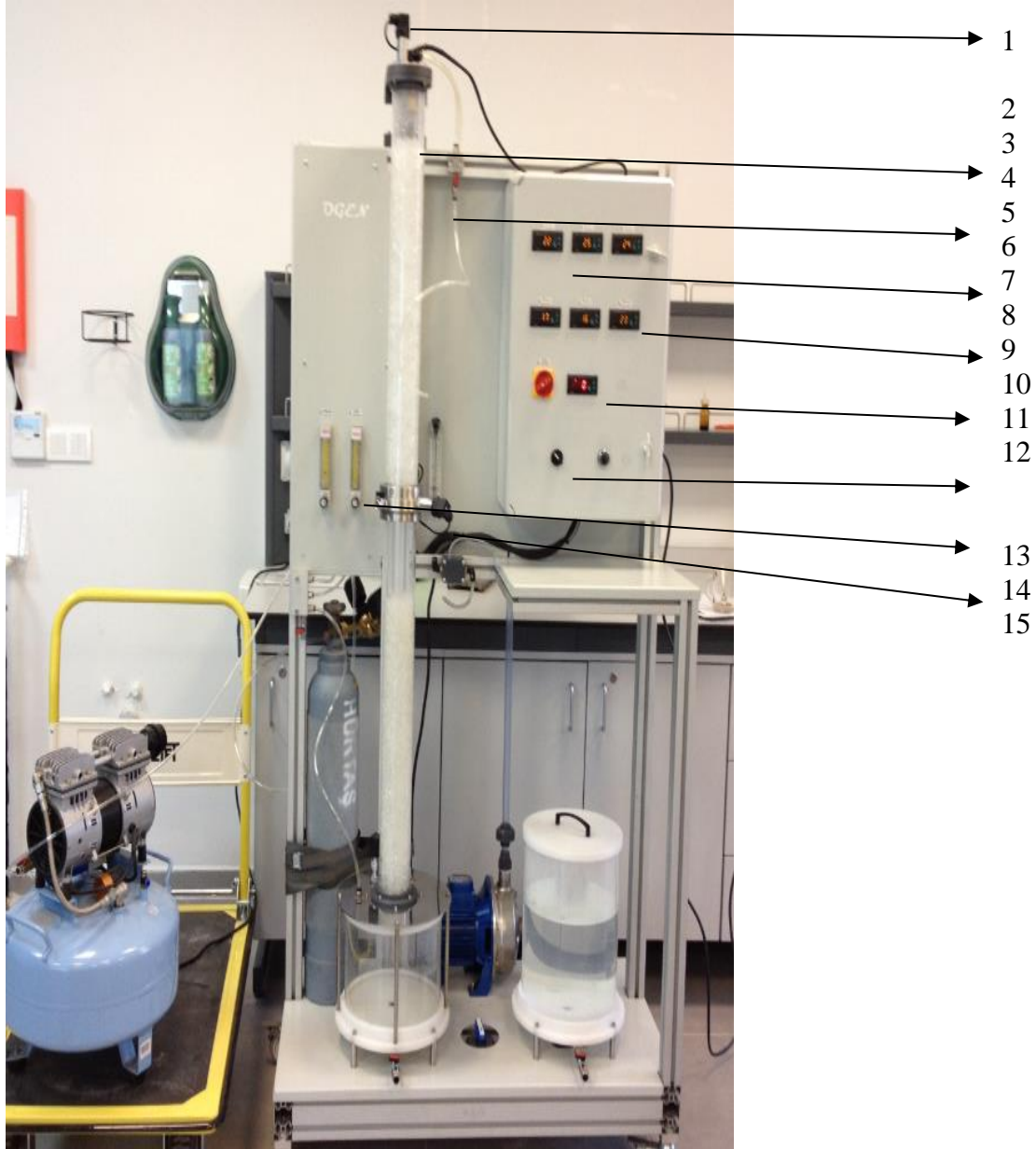
Toplam dolgu yüksekliği: 650 mm

4.2.4. Deney Sistemi

Absorpsiyon kolonu 70 mm çapında 1,4 m yüksekliğinde iki parça halinde yapılmıştır. Kolonun alt ve üst kısmında manometre bağlantıları basınç düşüşünü ölçmeyi sağlar. Su çözelti tankından pompa yardımıyla flow metreden geçerek, kolonun üstünden, gaz

ayarlanabilen vana ve kompresör ile sıkıştırılmış hava ile karıştırılarak kolonun altından verilir.

Deney sistemine ait akış diyagramı Şekil 4.2.4'de gösterilmiştir. Şekil 4.2.4' de ise deney sisteminin resmi ve üzerinde numaralandırılan kısımlar aşağıda belirtilmiştir.



Şekil 4.2.4. Deney düzeneği

- | | |
|--|---|
| 1 : P ₁ basınç sensörü | 9 : P ₂ basınç sensörü |
| 2 : Kolon | 10 : CO ₂ analiz ünitesi |
| 3 : Kolondan gaz geri dönüş hattı | 11 : Hava-CO ₂ besleme hattı |
| 4 : Sıcaklık göstergeleri | 12 : CO ₂ Tüpü |
| 5 : Basınç göstergeleri | 13 : Su-Çözelti pompası |
| 6 : Karbondioksit sensörü ekranı | 14 : Su-Çözelti depolama uniteleri |
| 7 : Su akış flowmetresi ayarlama düğmesi | 15 : Hava-Kompresörü |
| 8 : Hava-CO ₂ flowmetresi | |

4.2.5. Hazırlık Soruları

Öğrenci deneysel çalışmayı gerçekleştirmeye gelmeden önce aşağıdaki soruları araştırarak cevaplarını hazırlayarak gelmelidir.

1. Absorpsiyon nedir? Diğer ayırma prosesleri ile arasındaki temel farklılıklar nelerdir?
2. Kimyasal ve fiziksel absorpsiyon nedir.
3. Sıcaklığın fiziksel absorpsiyon üzerine etkisini tartışınız.
4. Gazların sıvılar içerisindeki çözünürlüğü sıcaklıkla nasıl değişir.
5. Desorpsiyon işlemi nedir? Sıcaklığın etkisi nedir?
6. Yükleme noktası nedir? Bilinmesi neden önem taşır?
7. Taşma noktası nedir? Absorpsiyon işlem süreçlerinde bilinmesi neden önem taşır?
8. Dolgulu kulelerde basınç düşünü hesaplamak için hangi eşitlikler kullanılır.
9. Tüm kütle aktarım katsayısı nedir?
10. Şekil 1.3'de verilen gaz absorpsiyon kulesi için toplam kütle ve bileşen denkleğini yazınız.
11. Henry sabiti nedir? CO₂ için değeri nedir.
12. Dolgulu kolon nedir?
13. Dolgu malzemesi nedir? Kullanım amacı nedir?
14. Dolgu malzemeleri hangi özelliklere sahip olmalıdır.
15. Deney sisteminde hangi tip dolgu malzemesi kullanılmıştır? Özelliği nedir?
16. Kimyasal işlem süreçlerinden, absorpsiyon işleminin uygulandığı üç temel süreç araştırınız.

Kaynaklar

Atatürk Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Deney Föyü 2006

Megep Kimya Teknolojisi Absorpsiyon Kolonu Hazırlama Ankara 2008

Uysal. B., "Kütle Transferi Esasları ve Uygulamaları", 1st Ed., G. Ü. _ F. Yayınevi. Ankara, (1996).

4.3 Borusal Piston Akış Reaktörde (PFR) Bir Reaksiyonun İncelenmesi

4.3.1. Genel Bilgiler

Bir kimyasal tepkimeye eşlik eden enerji değişimi ve tepkimenin denge konumu termodinamiğin konuları arasında incelenir. Ancak termodinamik, tepkime hızları hakkında bir şey söylemez. Başlangıçtan denge konumuna ulaşılanaya dek geçen süre içinde bir kimyasal tepkimenin; hızını, bu hızın hangi niceliklerle nasıl değiştiğini ve mekanizmasının yolu kimyasal kinetik inceler. Bu incelemeler, fiziksel ve kimyasal yöntemlerin birlikte uygulanmasıyla yapıldığından kimyasal kinetik, fizikokimyanın bir dalı kabul edilir. Bir tepkimenin nereye gittiği kimyasal termodinamik, hangi hızla oraya gittiği ise kimyasal kinetik içinde incelenir.

Yapılan araştırmalar, bazı tepkimelerin bir basamak, bazılarının ise iki ya da daha çok basamak üzerinden yürüdüğünü ortaya çıkarmıştır. Bir basamaklı olanlara *basit tepkime*, çok basamaklı olanlara ise *basamaklı tepkime*, *karmaşık tepkime* yada *kompleks tepkime* adı verilmiştir.

Basit tepkimeler bir yönlü ya da iki yönlü olabildiği gibi karmaşık tepkimelerin basamaklarından bazıları iki yönlü diğerleri ise bir yönlü olabilmektedir. Bir yönlü olan tepkimeye *tersinmez tepkime*, iki yönlü olan tepkimeye ise *tersinir tepkime* denir. Tersinmez tepkimeler tümüyle tamamlandığı halde tersinir tepkimeler ancak bir denge konumuna ulaşılanaya kadar yürümektedir.

Toplam tepkimenin hızını hız belirleyen basamak adı verilen en yavaş basamağın hızı kontrol etmektedir. Başka bir deyişle, bir zincir nasıl en zayıf halkası kadar sağlam ise bir karmaşık tepkime de en yavaş basamağı kadar hızlıdır. Basamak tepkimeleri ve hız belirleyen basamak, deneyler yardımıyla belirlenerek bir karmaşık tepkimenin yürüdüğü yol anlamına gelen tepkime mekanizması ile aydınlatılır.

Gaz ya da sıvı karışımlar gibi bir faz içinde yürüyen kimyasal olaylara *homojen tepkime*, iki ya da daha fazla faz içeren karışımlarda yürüyenlere ise *heterojen tepkime* denir. Bazı tepkimeler gibi karmaşık tepkimeler de homojen ya da heterojen nitelikte olabilmektedir.

Bir tepkimenin başlayabilmesi için tepkimeye giren bileşenlerin sahip olmaları gereken en düşük enerjiye *aktivasyon (etkinleşme) enerjisi* denir. Aktivasyon enerjisi tepkimeye giren maddelerin iç enerjisini yükselterek onları daha aktif hale getirmektedir. Aktivasyon enerjisi verilmedikçe bir tepkime yürüyemez. Aktivasyon enerjisi ancak bir katalizör kullanılarak düşürülebilir. Bir tepkimenin hızını yükseltmek için uygulanan işleme *kataliz*, bu işlem için kullanılan maddelere *katalizör* adı verilir. Katalizörün tepkime karışımı ile aynı fazda olduğu

işleme *homojen kataliz*, ayrı fazda olduğu işleme ise *heterojen kataliz* denir. Basamak tepkimelerinde yer alabilen bir katalizör toplam tepkimede yer almadığından tepkime sonunda kimyasal bir değişikliğe uğramadan yeniden ortaya çıkmaktadır. Tepkime mekanizmasını değiştirerek hızın yükseltilmesine yol açan katalizörler toplam stokiyometrik tepkimenin termodinamik niceliklerini değiştirmezler. Tersine tepkime hızını düşürme işlemine *inhibasyon*, bu işlem için kullanılan maddelere ise *inhibitör* denir.

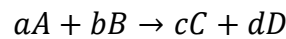
Yaklaşık %90'ı katalizörlü olarak tasarlanan endüstriyel kimyasal tepkimelerin yürütüldüğü aygıtlara *kimyasal reaktör* adı verilir. Kimyasal reaktör tasarımında büyük ölçüde *kimyasal termodinamik* ve *kimyasal kinetikten* yararlanılır.

4.3.1.1 Reaksiyon hızı ve reaksiyon hız sabiti

Reaksiyon hızı; reaksiyona giren maddelerden veya reaksiyon sonucu oluşan maddelerden birinin molünün birim zamanda ve birim hacimde değişimidir. Reaksiyon hızı, tepkimeye giren bileşen cinsinden ifade edilirse *harcanma hızı*, tepkimeden çıkan bileşen cinsinden ifade edilirse *oluşum hızı* olarak da adlandırılır. Eğer reaksiyon sabit hacimli bir reaktörde gerçekleşiyorsa reaksiyon hızı bileşenlerden herhangi birinin birim zamandaki konsantrasyonunun değişimi olacaktır. Reaksiyon hızı herhangi bir A bileşeni için aşağıdaki şekilde ifade edilir.

$$-r_A = \frac{1}{V} \left(\frac{dN_A}{dt} \right) = \frac{dC_A}{dt}$$

Verilen ifade de A bir ürün ise hız pozitif, A harcanan bir tepken ise hız negatiftir. Bu nedenle $-r_A$, A tepkeninin harcanma hızıdır.



şeklinde verilen bir tepkime de sabit hacimli bir reaktörde A ve B tepkenlerinden C ve D ürünleri oluşuyor olsun. Tepkime sonunda C ve D ürünlerinin yanında reaktör kabında reaksiyona girmeden kalan bir miktar A ve/veya B tepkenleri de bulunabilir. Böyle bir reaksiyon için harcanan A tepkeni cinsinden reaksiyon hız ifadesi aşağıdaki şekilde yazılır.

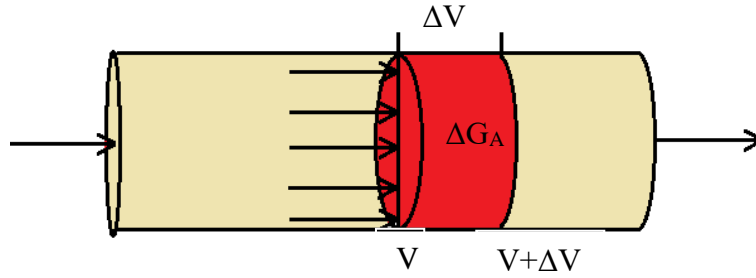
$$-r_A = \frac{1}{V} \left(\frac{dN_A}{dt} \right) = \frac{dC_A}{dt} = k \cdot C_A^a \cdot C_B^b$$

Burada a ve b deneysel olarak belirlenmesi gereken sabitlerdir. a reaksiyonun A reaktantına göre b ise B reaktantına göre reaksiyon mertebesidir. Reaktantlara göre belirlenen hız mertebelerinin toplamı toplam reaksiyon mertebesini verir. k ise reaksiyon hız sabitidir. Reaksiyon hızının birimi daima $\text{mol} \cdot \text{dm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ 'dir. Bu nedenle reaksiyon hız sabitinin birimi reaksiyon derecesine bağlı olarak değişir. Reaksiyon hız sabiti, sıcaklık ve basınçla

değişmektedir. Bu nedenle, tepkime hızı sıcaklık ve basınç sabit tutularak yapılan deneylerden elde edilen veriler yardımıyla bulunur. Genel olarak n. dereceden gerçekleşen bir reaksiyon için reaksiyon hız sabitinin birimi;

$$(zaman)^{-1}(konsantrasyon)^{1-n}'dir.$$

4.3.1.2 Piston Akışlı Reaktör (PFR) (Yatışkın Hal)



Bir veya birden fazla bileşen boru boyunca ilerleyerek tepkimeye girerler ve tepkime, bileşenlerin tüpte ilerlediği sürece devam eder. Bu nedenle derişim deęiřimi ve ürün oluřumu tüp boyunca devam ederken tüp içinde derişim sabit kabul edilir. Sürekli karıştırmalı tank reaktör ile karşılaştırıldığında türbüler reaktörde aynı alıkonma süresinde daha yüksek bir dönüşüm elde edilir.



şeklinde yürüyen homojen bir tepkime için genel mol denklik eşitliği;

$$F_{A0} - F_A + \int_V r_A dV = (dN_A / dt)$$

şeklindedir. Yukarıdaki şekilde görülen diferansiyel hacim, ΔV , tepkime hızının bu hacim içinde konumsal deęiřime neden olmayacak kadar küçük seçilecektir. Böylece oluřma terimi, ΔG_A ,

$$\Delta G_A = \int^{\Delta V} r_A dV = r_A \Delta V$$

ve

$$(dN_A / dt) = 0$$

Şeklinde olur. Sonuç olarak PFR tasarım eşitliği;

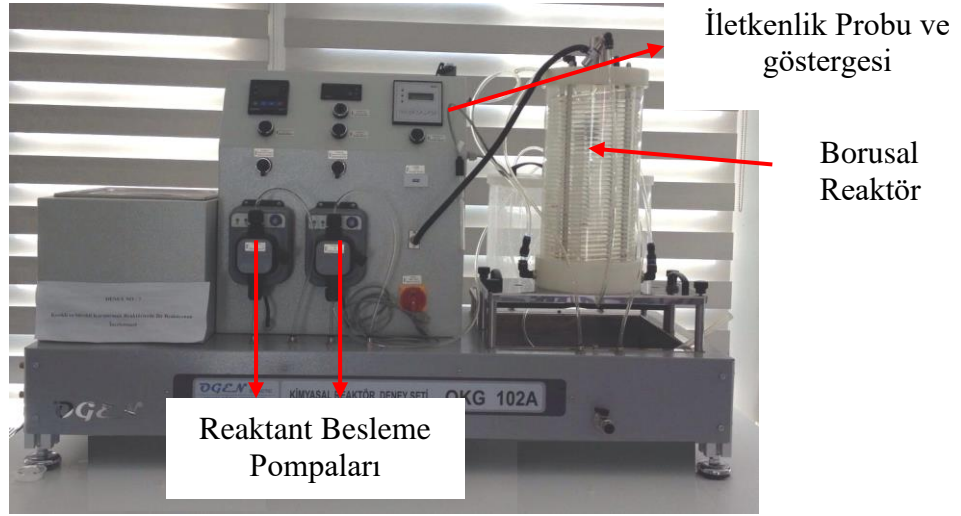
$$V = \int_{F_{A0}}^{F_{A1}} \left(\frac{dF_A}{r_A} \right)$$

Eşitliği elde edilir.

4.3.2. Amaçlar

Piston akışlı bir reaktörde gerçekleşen tepkimeye ilişkin hız sabitinin bulunması, reaksiyon hızına ve reaksiyon hız sabitine reaktör içinde kalma süresinin ve sıcaklık farkının etkisinin incelenmesi

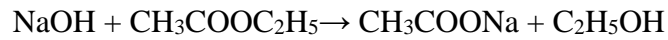
4.3.3. Deney Sistemi



Şekil 3.1. Piston Akışlı Reaktör ve deney sistemi (PFR)

Deney A: Piston Akışlı tank reaktörde reaksiyon hız sabitinin bulunması.

Bu deney için 5 litre 0,1 M Etilasetat (EtOAc) (9,79 mL etilasetat/1000 mL solüsyon) ve 5 litre 0,1 M Sodyum hidroksit NaOH (4 g NaOH/1000 mL solüsyon) gerekmektedir.



Sodyum hidroksit + Etil asetat → Sodyum asetat + Etil alkol

0-0,1 M derişim ve 20-40 °C sıcaklık çalışma limitlerinde verilen reaksiyon sodyum hidroksit ve etil asetat bakımında eş molar ve birinci dereceden sayılırken genel olarak ikinci dereceden gerçekleşen bir reaksiyondur.

Piston akışlı reaktörde gerçekleşen tepkimede yeterli dönüşüm sağlanırsa yatışkın duruma ulaşılabilir.

Yatışkın hal durumu; bileşenlerin derişimine, akış hızına, reaktörün hacmine ve reaksiyonun sıcaklığına göre değişebilir.

1. Piston akışlı reaktör kimyasal reaktör servis ünitesine bağlanır ve somunlar kapatılır.

2. Cihazın fişi takılır ve ön panelde bulunan açma/kapama anahtarı açık konumuna getirilir.
3. Sıcaklık ve iletkenlik sensörleri piston akışlı reaktöre üst kısmından yerleştirilir. Sensör portları kimyasal reaktör servis ünitesine bağlanılır.
4. Reaktör yatışkın duruma geldiği anda veri alınmaya başlanır. Yatışkın duruma gelme süresi yaklaşık 30 dakika sürmektedir. 30 saniyelik aralıklarla 45 dakika boyunca değişen iletkenlik değerleri okunur.
5. Sıcaklık kontrol panelinden reaksiyon sıcaklığı 30°C' ye ayarlanır.
6. İki ayrı besleme tanklarına besleme tankının kapak seviyesinin 50 mm altına kadar 0,1 M etil asetat ve 0,1 M sodyum hidroksit doldurulur ve besleme tanklarının kapakları kapatılır.
7. Besleme tanklarındaki bileşenlerin besleme pompası akış hızları her iki bileşen için 80 ml/dak akış hızına ayarlanır ($F_a=F_b=50$ ml/dak).
8. Su haznesi distile su ile doldurulur. Ardından sirkülatör çalıştırılır sistemden su geçirilerek borularda kalan hava sistemden uzaklaştırılır. Haznede su azalınca tekrar su ilavesi yapılır. Reaktör kabı içerisine dolaştırılan suyun sıcaklığı zamanla otomatik olarak ayarlanan sıcaklığa gelir.
9. Sıcaklık ayarlanan değere gelince besleme pompaları açılır. Her bileşen reaktör kabına girmeden önce ön ısıtıcı üniteden geçer. Reaktörün alt kısmında bir T bağlantısıyla bileşenler birbiriyle karıştırılır. Bu karışım kangal içinden geçerek iletkenlik sensörünün bulunduğu kangaldan geçerek sistemi terk eder. Bu esnada iletkenlik sensörünün ölçtüğü değer okunur.
10. Deneyin tamamlanmasının ardından reaktör kabının içi distile suyla yıkanır. Bunun için besleme tanklarına su doldurulur ve suyun sistemin içinde geçmesi sağlanır. Sıcaklık ve iletkenlik sensörlerinin uç kısımları da distile suyla yıkanır.
11. Aynı işlem farklı konsantrasyonlar da hazırlanan çözeltiler için tekrarlanır ve çözelti konsantrasyonundaki değişim ile reaksiyon hız sabiti ve dönüşüm arasındaki ilişki hesaplanır.

Deney B: Dönüşüm üzerine çıkış akımı etkisinin incelenmesi.

Piston akışlı reaktör için herhangi bir tepken için kütle denkliği;

$$\int_{a1}^{a0} \left(\frac{da}{r_a} \right) = (V)/F$$

eşitliği ile verilir.

Etil asetat ve sodyum hidroksit arasında gerçekleşen tepkime eş molar ve ikinci derecen bir tepkime olursa hız ifadesi

$$r = k.a.b$$

şeklinde olur.

a ve b başlangıçta eş molar olarak tepkimeye girdiği için yukarıda verilen hız ifadesi;

$$r_a = k.a^2$$

şeklinde yazılabilir. Bu durumda;

$$\int_{a_1}^{a_0} \left(\frac{da}{k.a^2} \right) = (V)/F$$

$(V)/F = t_R$ alıkonma süresi integre edilirse

$$(1/a_0) - (1/a_1) = k.t_R$$

Dönüşüm; $X_a = (a_0 - a_1)/a_0$ olduğundan son durumda;

$$k.t_R.a_0 = X_a / (1 - X_a)$$

eşitliği elde edilir. Buradan, sabit reaksiyon sıcaklıklarında (T), $X_a / (1 - X_a)$ ile t_R ' nin doğru orantılı olduğu ortaya çıkar.

1. A deneyinde uygulanan deney yönteminin aynısı uygulanır. Burada tek fark, bileşenlerin reaktör içerisindeki alıkonma sürelerinin değişkenlik gösterebilmesi için akış hızlarının değiştirilmesi gerekir.
2. Farklı F_a ve F_b değerleri için okunan iletkenlik değerlerini kullanılarak bileşenlerin yatışkın halde serbestlik derecelerini hesaplanır. A deneyinde akış hızı 50 ml/dak. olarak kullanıldı. Bu nedenle bu deneyde akış hızı olarak 40 ml/dak. ve 60 ml/dak. kullanılmalıdır. t_R 'ye karşılık $X_a/(1 - X_a)$ grafiği çizilir. Elde edilen grafik için gerekli açıklamalar yapılır.

Deney C: Sıcaklığın reaksiyon ve reaksiyon hız sabitine etkisinin incelenmesi.

Reaksiyon hızı, reaksiyon hız sabiti ile belirtilir ve reaksiyon hız sabiti k sıcaklıkla değişir. Bu değişim genellikle Arrhenius eşitliği ile verilir.

$$k = A.e^{-E/RT}$$

E = Aktivasyon enerjisi

R = Gaz sabiti

T = Reaksiyon sıcaklığı

Bu durumda;

$$\log k = \log A - E/(RT)$$

eşitliği elde edilir. k' ya karşılık $1/T$ logaritmik grafiği çizilirse düzgün bir doğru elde edilir.

1. A deneyinde uygulanan deney yönteminin aynısı uygulanır. Burada tek fark, reaksiyon farklı reaktör sıcaklıklarında gerçekleştirilecektir.
2. A deneyi 30°C'de gerçekleştirildi. Bu nedenle bu deneyde grafiğin çizilmesi için reaksiyon sıcaklığı olarak 20 °C ve 40 °C kullanılmalıdır.
3. $1/T$ 'ye karşılık k grafiğini çizilir ve elde edilen grafik için gerekli açıklamalar yapılır.

4.3.4. Sonuçların Yorumlanması ve Hesaplamalar

Reaksiyon yatışkın hale geldikten sonra 45 dakika boyunca 30 saniye aralıklarla alınan iletkenlik değerleri bileşenlerin dönüşümü cinsine çevrilir.

Etil asetat ve etil alkol reaksiyon çözeltisinin iletkenliğine katkıda bulunmazken hem sodyum hidroksit hem de sodyum asetat iletkenliği sağlar. Ancak sodyum hidroksitin iletkenliği verilen konsantrasyon ve sıcaklıkta aynı değildir. İletkenlikten yola çıkarak dönüşüme bağlı ilişki kurulur.

$$F_a =$$

$$F_b =$$

$$a_{\mu} =$$

$$b_{\mu} =$$

$$C_{\mu} =$$

$$T =$$

$$V =$$

$$k =$$

$$a_o = (F_a/(F_a + F_b)).a_{\mu}$$

$$b_o = (F_b/(F_a + F_b)).b_{\mu}$$

$$C_{\infty} = b_o \quad \text{eğer} \quad b_o < a_o$$

$$C_{\infty} = a_o \quad \text{eğer} \quad b_o \geq a_o$$

$$\Lambda_{C_{\infty}} = 0.070[1+0.0284(T-294)].C_{\infty} \quad T \geq 294 \text{ için}$$

$$\Lambda_{a_o} = 0.195[1+0.0184(T-294)].a_o \quad T \geq 294 \text{ için}$$

$$\Lambda_0 = \Lambda_{a_o} \quad (c_0 = 0 \text{ varsayılır})$$

$$a_{\infty} = 0 \quad \text{eğer} \quad a_o < b_o$$

$$a_{\infty} = (a_o - b_o) \quad \text{eğer} \quad a_o \geq b_o$$

$$\Lambda_{a_{\infty}} = 0.195[1+0.0184(T-294)]. a_{\infty} \quad \text{eğer} \quad a_0 \neq 0$$

$$\Lambda_{\infty} = \Lambda_{C_{\infty}} + \Lambda_{a_{\infty}}$$

$$a_1 = (a_{\infty} - a_0) \left[\frac{\Lambda_0 - \Lambda_1}{\Lambda_0 - \Lambda_{\infty}} \right] + a_0$$

$$C_1 = C_{\infty} \left[\frac{\Lambda_0 - \Lambda_1}{\Lambda_0 - \Lambda_{\infty}} \right] \quad C_0=0 \text{ için}$$

$$X_a = (a_0 - a_1)/a_0, \quad X_c = C_1/C_{\infty} \quad C_0 = 0 \text{ için}$$

Reaksiyon hız sabitini (k) hesaplamak için tüm kütle denkliği aşağıdaki şekilde yazılabilir;

Reaktör içindeki hız değişimi = Giren – Çıkan + Birikim

V hacimli bir reaktörde a reaktantı için;

$$d(Va_1)/dt = F.a_0 - F.a_1 - V.k.a_1^2$$

Yatışkın halde sürekli çalışan bir reaktör için hacim sabit kabul edilebilir. Bu durumda;

$$k = (F/V).[(a_0 - a_1)/a_1^2] = [(F_a + F_b)/V].[(a_0 - a_1)/a_1^2] \quad \text{mol/dm}^3\text{sn}$$

Reaktör içinde yatışkın haldeki NaOH derişimi (a1) reaksiyon hız sabitini hesaplamak için kullanılabilir.

Ayrıca titrasyon işleminde aşağıdaki eşitlikten yararlanarak;

$$V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{NaOH}} = V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{HCl}} - V_{\text{NaOH}} \cdot M_{\text{NaOH}}$$

Buradan tepkime başladıktan t süre sonra ortamdaki bazın derişimibulunabilir.

4.3.5. Tartışma

- Artan derişimin reaksiyon hızını ve reaksiyon hız sabitini nasıl etkilediğini açıklayınız.
- Artan sıcaklığın reaksiyon hızını ve reaksiyon hız sabitini nasıl etkilediğini açıklayınız.
- Sıcaklık ve derişim dışında yapılan deneyde reaksiyon hızını ve reaksiyon hız sabitini etkileyebilecek diğer faktörleri açıklayınız.
- Hesaplamalar sonucunda elde edilen verileri ve grafikleri literatür bilgileriyle karşılaştırmamız.
- Deneyde piston akışlı reaktör yerine başka reaktör tiplerinden kullanılsaydı sonuçların nasıl değişeceğini açıklayınız.

4.3.6. Hazırlık Soruları

- Reaksiyon hız ifadesini tanımlayınız.
- Kesikli, DKTR ve PAR için madde denkliği yazınız.
- İkinci mertbe kinetik için reaksiyon hız sabitinin birimi nedir?
- Kullanacağınız kimyasalların güvenlik bilgi formlarını (MSDS) inceleyip gereken önlemleri alınınız.

5. Konsantrasyon verilerini kullanarak k sabitini nasıl hesaplayabileceğinizi araştırınız.
6. Türev ve integral metotlar kullanılarak k sabitinin nasıl hesaplanabileceğini araştırınız.

4.3.7. Simgeler

A	tübüler reaktörün kesit alanı (cm^2)
a_μ	besleme tankındaki sodyum hidroksit derişimi (mol/dm^3)
a_o	besleme karışımındaki sodyum hidroksit derişimi (mol/dm^3)
a_1	t anında reaktör içindeki sodyum hidroksit derişimi (mol/dm^3)
a_∞	∞ zaman sonra reaktör içindeki sodyum hidroksit derişimi (mol/dm^3)
b	etil asetat derişimi (mol/dm^3) (<u>a için yapılan açıklamalar b içinde geçerlidir</u>) (mol/dm^3)
c	sodyum asetat derişimi (<u>a için yapılan açıklamalar c içinde geçerlidir</u>)
F	toplam hacimsel akış hızı (dm^3/sn)
F_a	sodyum hidroksit'in hacimsel akış hızı (dm^3/sn)
F_b	etil asetat'ın hacimsel akış hızı (dm^3/sn)
L	tübüler reaktörün ortalama uzunluğu (cm)
k	reaksiyon hız sabiti
r	reaksiyon hız sabiti
t_R	reaktörde kalma süresi (sn)
t	geçen zaman (sn)
T	reaktör sıcaklığı (K)
V	reaktör hacmi ($0,400 \text{ dm}^3$) (dm^3)
X_a	sodyum hidroksit dönüşümü = $(a_o - a_1)/a_o$
X_c	sodyum asetat dönüşümü = $(C_1 - C_o)/C_\infty$
Λ	iletkenlik (Siemens/cm)
Λ_0	başlangıç
Λ_t	t anında
Λ_∞	∞ anında

Kaynaklar

1. CONNORS C.A., “*Chemical Kinetics : The Study of Reaction Rates in Solution*”, VCH, New York (1990).
2. FOGLER H.S., “*Elements of Chemical Reaction Engineering*”, 2nd ed, Prentice-Hall International (1992).
3. HOUSTON P.L., “*Chemical Kinetics and Reaction Dynamics*”, 1st ed, Mc Graw-Hill, Boston (2001).

4. MISSEN R.W., *“Introduction to Chemical Reaction Engineering and Kinetics”*, J. Wiley Press, New York (1999).
5. LEVENSPIEL O., *“Chemical Reaction Engineering”*, J. Wiley Press, New York (1999).
6. Smith, J.M., *‘Chemical Engineering Kinetics’*, McGraw Hill Int., (1981)

4.4 Katı-Sıvı Ekstraksiyonu

4.4.1. Genel Bilgiler

4.4.1.1. Ekstraksiyon, katı-sıvı ekstraksiyonu ve uygulama alanları

Ekstraksiyon, katı veya sıvı fazda bulunan bir bileşenin, uygun bir solventle çözündürülerek yeni bir sıvı faza alınması işlemidir. Eğer bileşenin bulunduğu ilk faz sıvı ise işlem sıvı-sıvı ekstraksiyonu; katı ise katı-sıvı ekstraksiyonu olarak adlandırılır. Çözündürülmüş olan bileşen, yeni geçtiği sıvı fazdan ancak ikincil bir ayırma işlemi uygulandıktan sonra ayrıştırılabilir ve ürün şeklinde elde edilebilir.

Katı-sıvı ekstraksiyonu;

- Şeker pancarından sıcak su ile sakkaroz eldesi,
- Öğütülmüş kahveden sıcak su ile neskafe üretilmesi,
- Kahve ve çaydan metilen klorür ile kafein giderilmesi,
- Yağlı tohumlardan hegzan ile yağ eldesi,
- Odundan sıcak su ile lignin giderilmesi,
- Kaya tuzundan sıcak su ile kum gibi çözünmeyen safsızlıkların giderilmesi,
- Çiçeklerden organik çözücülerle esans eldesi,
- Cevherlerden asit çözeltileri yardımıyla metal eldesi
- Altının cevherden sodyum siyanid çözeltisi ile ekstrakte edilmesi

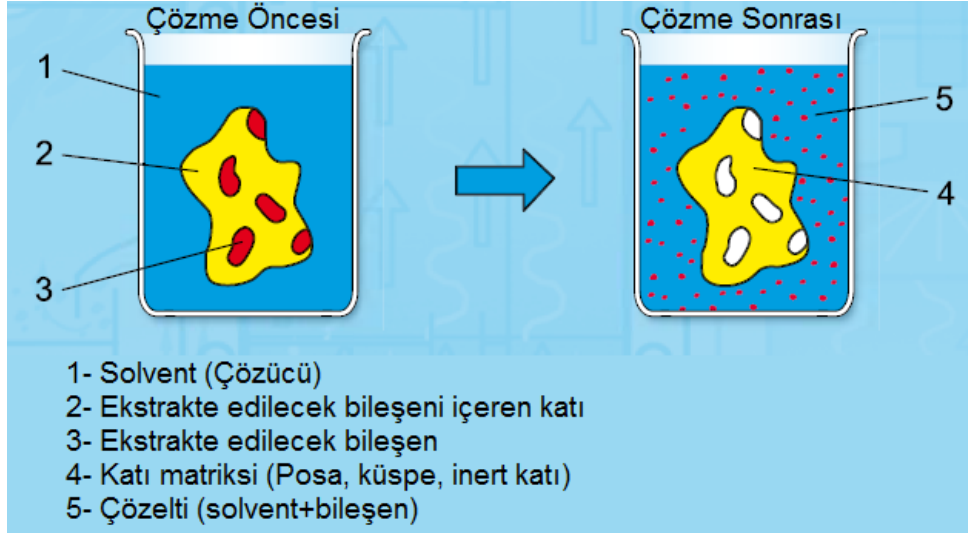
4.4.1.2. Katı-sıvı ekstraksiyon mekanizması

Katı-Sıvı Ekstraksiyonu 2 aşamadan oluşan bir işlemdir.

1- Çözme: Bu aşamada ekstrakte edilecek bileşeni içeren katı, temas yüzeyinin artırılması için parçalandıktan/öğütüldükten sonra solventle karıştırılır ve bileşenin sıvı faza difüzyonu için beklenir. Bu esnada sıcaklık ve basıncın artırılması ve/veya karıştırma yapılması, difüzyon hızını arttırdığı için bekleme süresini kısaltır. Süre bitiminde katı parçacıkları içeren çözelti, santrifüjleme veya süzme yardımıyla partiküllerden arındırılır.

2- Ayırma: İlk aşamadan gelen çözelti kristallendirme, evaporasyon veya distilasyon gibi ikincil bir ayırma işlemine tabi tutularak, bileşen ve solvent birbirinden ayrılır. Bu aşama, ekstrakte edilen bileşenin değerli bir bileşen olduğu durumlarda (şeker pancarından şeker, zeytinden yağ eldesi gibi) hem ürün eldesi hem de çözücü (solvent) geri kazanımı sağlarken, ekstrakte edilen bileşenin arzu edilmeyen bir bileşen olduğu durumlarda ise (kahveden kafein giderilmesi gibi) yalnızca çözelti geri kazanımı sağlar.

Şekil 4.4.1' de katı-sıvı ekstraksiyon mekanizmasına ait ilk aşama yani çözme adımı şematize edilmiştir.



Şekil 4.4.1. Katı-Sıvı ekstraksiyonu çözme basamağı

4.4.1.3. Katı-Sıvı Ekstraksiyonunda Kullanılacak Çözeltide (Solvent) Aranacak Özellikler

- Ekstrakte edilmek istenen bileşene karşı çözücülüğü yüksek olmalı,
- Ekstrakte edilmek istenen bileşene karşı seçiciliği yüksek olmalı. Yani katı içerisindeki bileşenlerden yalnızca ekstrakte edilecek olanı çözmeli, diğer bileşenleri çözmemeli,
- Yüksek oranda geri kazanılabilmeli,
- Kararlı olmalı,
- Viskozitesi düşük olmalı (Katıya kolay difüzlenebilmesi için),
- Yoğunluğu ve uçuculuğu optimal olmalı, kaynama noktası düşük olmalı,
- Toksik olmamalı,
- Kötü koku bırakmamalı, ekstrakte edilen bileşenin yapısını bozmamalı,
- Maliyeti ekonomik olmalı.

4.4.1.4. Katı-Sıvı Ekstraksiyon Verimi ve Verimi Etkileyen Faktörler

EEB: Ekstrakte edilmek istenen bileşeni göstermek üzere, ekstraksiyon verimi

$$\%Verim = \frac{\text{Ekstraksiyon sonucu elde edilen EEB miktarı}}{\text{Başlangıçtaki katı veya sıvı faz içinde bulunan EEB miktarı}} \times 100 \dots \dots \dots (4.4.1)$$

formülü ile hesaplanır.

Katı-Sıvı ekstraksiyon verimini etkileyen faktörler aşağıda sıralanmıştır.

- **Çözücünün Cinsi:** Kısım 4.4.1.3' de belirtilen özellikleri taşıyan çözücü kullanılması halinde verim artar.
- **Katı Tanecik Boyutu:** Katı tanelerin kırılarak, kesilerek veya öğütülerek küçültülmesi, kütle aktarımının gerçekleşeceği yüzey alanını arttırdığı için ekstraksiyon verimini yükseltir. Katının bitkisel kökenli olduğu durumlarda, örneğin şeker pancarı veya yağlı tohum gibi, parçalama işlemi yüzey alanını arttırmanın yanı sıra, bitki hücrelerinde bulunan hücre çeperini de parçaladığı için, şeker veya yağ gibi bileşenlerin hücre dışından solvante geçişini kolaylaştırıcı etkiye de gösterir.

- **Sıcaklık:** Çözücünün sıcaklığının artırılması, ekstrakte edilecek bileşenin katı fazdan sıvı faza doğru difüzyonunu hızlandırdığı için verimi yükseltir.
- **Karıştırma Hızı:** Karıştırma hızının artırılması, katı tanecikleri çevreleyen film tabakasını incelterek kütle transfer direncini düşürür. Böylece difüzyon hızı ve ekstraksiyon verimi artar.
- **Ekstraksiyon Süresi:** Katı-sıvı ekstraksiyonunda ekstrakte edilecek bileşenin katı fazdan sıvı faza difüzyonu söz konusu olduğu için, sıvı-sıvı ekstraksiyonuna göre daha yavaş gerçekleşen bir işlemdir. Bu nedenle ekstraksiyon verimini arttırmak için solventle katının daha uzun süre temas etmesi sağlanabilir.

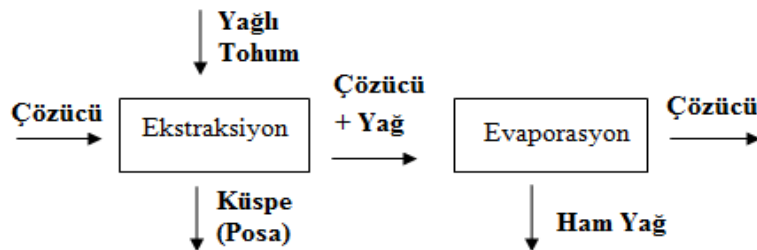
4.4.1.5. Yağlı tohumların ekstraksiyonu

Bitkisel yağlar beslenmemizde önemli yer tutar. Bitkisel yağın eldesi için öncelikle yağ bitkisi kırılır, kabukları çıkarılır ve uygun çözücüyle içerisindeki yağ ekstrakte edilir. Yağ ve solventi içeren çözeltilerden çözücü geri kazanıldıktan sonra ham yağ elde edilir. Ham yağ piyasaya sürülmeden önce degumming, dewaxing, vinterezasyon vs gibi pek çok rafinasyon işlemlerine tabi tutulur.

Tablo 4.4.1’ de bazı yağ bitkileri ve kütle % olarak yağ içerikleri verilmiştir.

Tablo 4.4.1. Bazı yağ bitkileri ve yağ içerikleri

Yağ Bitkisi	Soya	Fındık	Kolza (Kanola)	Susam	Yer fıstığı	Zeytin	Ayçiçeği Çekirdeği	Mısır	Pamuk Tohumu (Çiğit)
%Yağ	18-20	60-70	40-45	44-54	45-60	35-70	39-45	3-8	9-24



Şekil 4.4.2. Yağlı tohumların ekstraksiyonuna ait akış şeması

4.4.2. Amaçlar

- Yağlı bir tohumdan organik bir çözücü kullanarak bitkisel yağ ekstrakte edilmesi
- Katı-sıvı ekstraksiyon mekanizmasının ve ekstraksiyon verimine etki eden faktörlerin kavranması

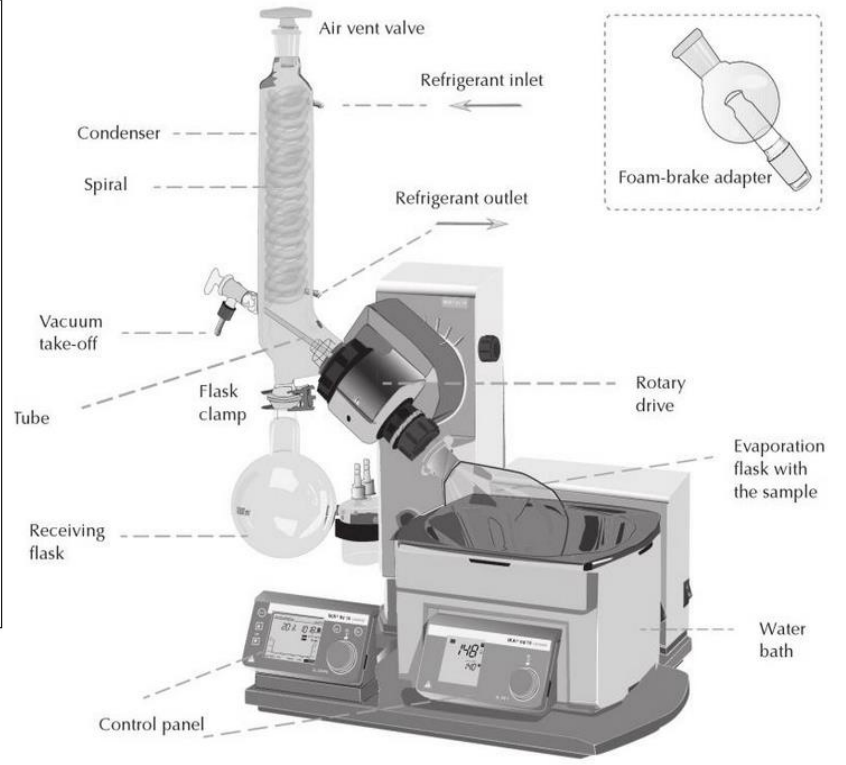
4.4.3. Deney Sistemi ve deneyin yapılışı

4.4.3.1. Çözme adımı

- Yaklaşık 20 g kadar yağlı tohum tartılır ve havanda öğütülerek Şekil 3' de görülen rotary evaporatörün balonuna aktarılır.
- Balona 300-400 ml kadar hegzan konur ve rotary evaporatördeki yerine takılır.
- Rotary evaporatörün kazan suyu seviyesi kontrol edilir, eksikse saf su ile tamamlanır. Kazan suyu sıcaklığı 58-59 °C civarına (NEDEN?) ayarlanır ve ısıtıcı çalıştırılır.
- Geri soğutucunun musluk bağlantıları kontrol edilir ve tedbir amaçlı olarak soğutma suyu açılır. Böylece çözme adımı sırasında buharlaşabilecek olan hegzan, yoğunlaştırılarak çözücü geri kazanma tankında toplanabilir.
- Rotary evaporatörün karıştırıcısı 90-100 rpm hız aralığında çalıştırılır.
- Düzenek banyo içerisine indirilir ve fındık kırıkları ile hegzanı içeren balon, karıştırma eşliğinde ısıtılır.
- Yağın hegzana geçmesi için bir süre beklenir. Süre bitiminde balon dikkatli bir şekilde rotary evaporatörden sökülerek süzme işlemi için kenara alınır.
- Balon içeriği vakum pompası kullanılarak, süzgeç kağıdı yerleştirilmiş olan bir nuçe erleninden süzülür. Süzgeç kağıdı üzerindeki katı küspe (yağı alınmış fındık) ile beraber etüve konarak kurumaması beklenir. Süzüntü ayırma işlemine tabi tutulur.

4.4.3.2. Ayırma adımı

- Süzüntü, içeriğindeki bitkisel yağın ve çözücünün birbirinden ayrılması için rotary evaporatörün balonuna aktarılır.
- Rotary evaporatörün kazan suyu sıcaklığı 85-87 °C civarına (NEDEN?) ayarlanır ve ısıtıcı çalıştırılır.
- Rotary evaporatörün karıştırıcısı 90-100 rpm hız aralığında çalıştırılır.
- Geri soğutucunun musluk bağlantıları kontrol edilir ve soğutma suyunun açık olduğundan emin olunur. Böylece balon içindeki çözeltinin kaynamasıyla oluşan hegzan buharları, yoğunlaştırılarak çözücü geri kazanma tankında toplanır.
- Düzenek banyo içerisine indirilir ve yağlı hegzan çözeltisi içeren balon, karıştırma eşliğinde ısıtılarak kaynatılır.
- Evaporasyon işlemi sonunda balonda kalan yağ tartılır.



Şekil 4.4.3. Rotary Evaporatör

4.4.3.3. Hesaplamalar

1. YÖNTEM

Elde edilen fındık yağının ağırlığı üzerinden %Yağ ve %Ekstraksiyon verimi hesabı;

Beher+ Fındık Yağı= g (A)

Boş Beher (Darası)= g (B)

Elde edilen fındık yağı= (A)-(B) = g (C)

Öğütülen yağlı fındık = g (D)

$(\%Yağ)_{deneysel}^1 = \frac{(C)}{(D)} \times 100 = \dots\dots\dots(E)$

$(\%Ekstraksiyon Verimi)^1 = \frac{(\%Yağ)_{deneysel}^1}{(\%Yağ)_{teorik}} \times 100 = \dots\dots\dots(F)$

2. YÖNTEM

Yağlı fındık kütlelerinde ekstraksiyon nedeniyle meydana gelen azalma üzerinden %Yağ ve %Ekstraksiyon verimi hesabı;

Süzgeç Kağıdı+Yağsız Küspe= g (G)

Süzgeç Kağıdı (Darası) = g (H)

Yağsız küspe = (G)- (H) =g (J)

Ekstrakte edilen yağ= (D)-(J)=.....g (K)

$(\%Yağ)_{deneysel}^2 = \frac{(K)}{(D)} \times 100 = \dots\dots\dots(L)$

$(\%Ekstraksiyon Verimi)^2 = \frac{(\%Yağ)_{deneysel}^2}{(\%Yağ)_{teorik}} \times 100 = \dots\dots\dots(M)$

4.4.4. Hazırlık Soruları

1. Ekstraksiyon nedir?
2. Katı – sıvı ekstraksiyonu nedir?
3. Katı-sıvı ekstraksiyonu nerelerde uygulanır? Birkaç örnek veriniz.
4. Katı-sıvı ekstraksiyon mekanizmasını açıklayınız.
5. Katı-sıvı ekstraksiyon çözücüsünde aranan özellikler nelerdir? Açıklayınız.
6. Katı-sıvı ekstraksiyon verimi nedir? Nasıl hesaplanır?
7. Katı-sıvı ekstraksiyonunda verimi etkileyen faktörler nelerdir? Açıklayınız.
8. Yağlı tohumların ekstraksiyonuna ait akış şemasını çiziniz.
9. 5,0184 gram öğütülmüş yer fıstığı numunesi hegzan ile muamele edilmiş ve süzüntü rotary evaporatörde buharlaştırılmak suretiyle ham yağ elde edilmiştir. Rotary evaporatörün balonunun darası 98,2807 gram ve buharlaştırma sonrası fıstık yağıyla beraber kütlesi 100,2823 gram olduğuna göre, numunenin %yağ içeriğini ve ekstraksiyon verimini hesaplayınız.
10. Bir bitkisel yağ fabrikasında, ezilerek lapa haline getirilmiş ve kütlece (%18.6 yağ+%69 katı madde+%12.4 su) içeren soya tohumları hegzanla ekstrakte edilerek soya yağı elde edilecektir. Ekstraktörden çıkan atık küspe %0.8 yağ+ %87.7 katı madde ve %11.5 nem içermektedir. Sürekli proseste ekstraktöre giren her 100 kg soya lapası başına 100 kg saf hegzan kullanıldığına göre, elde edilen yağlı hegzan çözeltilisinin kütlece yağ yüzdesini hesaplayınız.

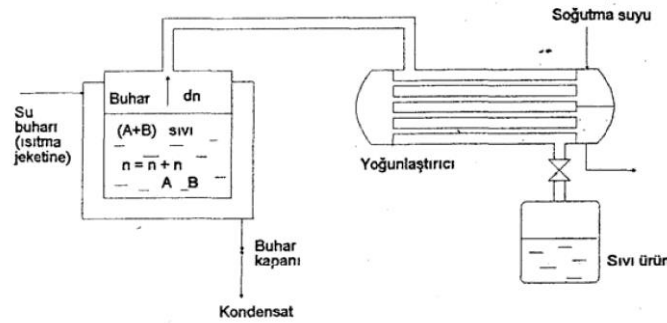
4.5 Distilasyon

4.5.1. Genel Bilgiler

Distilasyon, bir karışımı meydana getiren bileşenlerin bağıl uçuculuklarının (buhar basınçlarının) farklı olmasından yararlanan bir ayırma işlemidir. Bileşenlerin ayrılmasındaki temel koşul, buharın kompozisyonunun kaynama noktasında dengede olduğu sıvının kompozisyonundan farklı olmasıdır. Distilasyon bütün bileşenlerinin uçucu olduğu karışımları ayırmada kullanılır; örneğin amonyak-su veya etanol-su sistemleri gibi her iki bileşenin de buhar fazında bulunduğu sistemler gibi.

4.5.1.1. Kesikli Distilasyon

Kesikli distilasyon, özellikle küçük kapasiteli işletmelerde ve uçuculukları yeterince farklı olan bileşikleri ayırmak için tercih edilen bir işlemdir. Şekil 4.5.1’de görüldüğü gibi, ısıtılan bir kazanda n_0 mol miktarında bir (A+B) iken sıvı karışımı bulunsun. Bu sıvı karışım kaynama noktasına ulaştığında, çıkan buhar daha fazla uçucu bileşen olan “A” bileşeni cinsinden daha zengin olacaktır. Bu buharın soğutulup yoğunlaştırılmasıyla elde edilen ürün içindeki “A” kompozisyonu, kazandaki sıvının içindeki “A” konsantrasyonundan daha fazladır. Bu şekilde işleme devam edilirse, “A” bakımından zengin bir üst ürün elde edilir ve sonunda kazan içinde “B” bakımından zengin bir sıvı kalır.

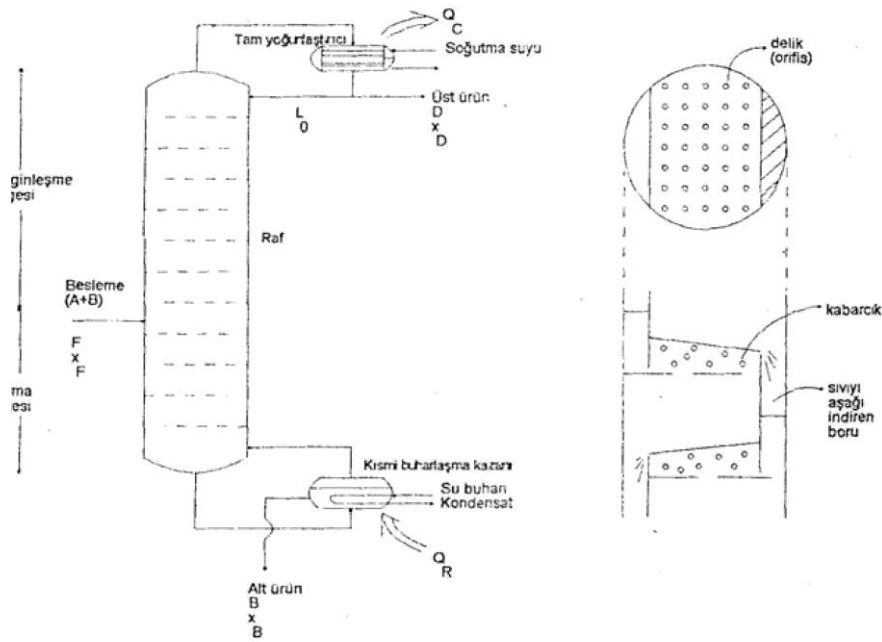


Şekil 4.5.1. Kesikli distilasyon

4.5.1.2. Kademeli Kolonlarda İki Bileşenli Sürekli Distilasyon

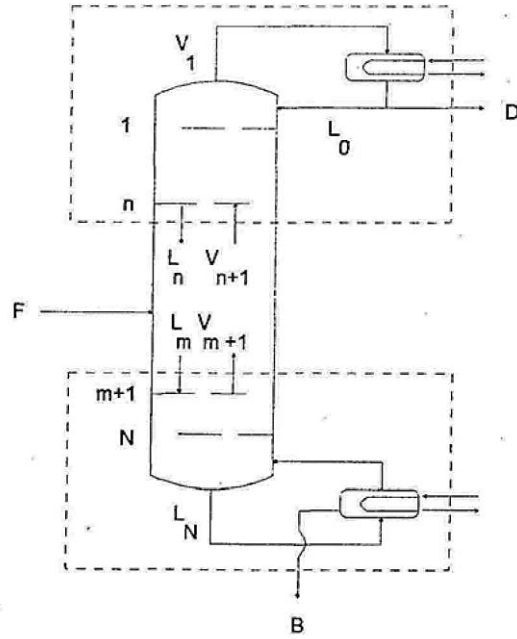
Tüm ayırma işlemlerinde olduğu gibi distilasyonda da temel amaç, besleme içindeki bileşenleri mümkün olduğunca saf bir şekilde ayırabilmektir. Bu amaçla sürekli distilasyon işleminde Şekil 4.5.2a’da görüldüğü gibi bir kolon (kule) kullanılabilir. Bu kısımda şekildeki kolonun rafı olduğu düşünülmüştür. Kolonun orta kısmında bir yerden beslenen besleme akımı, daha uçucu olan “A” bileşeni bakımından zengin bir üst ürüne (D) ve “B” bileşeni cinsinden zengin bir alt ürüne (B) ayrıştırılmaktadır. A bileşeninin üst ürün D ve alt ürün B içindeki mol kesirleri x_D ve x_B , A’nın besleme içindeki mol kesrinden (x_F) çok daha yüksek ve mümkün olduğunca 1’e yakın x_D değerindeki “A” bileşeni içeren üst ürün ile yine mümkün olduğunca 0’a yakın x_B konsantrasyonunda “A” bileşeni içeren bir alt ürün elde etmektir. Bunun için, kolonun üstünden elde edilen buharın yoğunlaştırıldıktan sonra bir kısmı kolonun tepesine birinci rafın üstüne geri döndürülmektedir. Reflux oranı; her biri bir

kademe olarak düşünölen raflar, üstten itibaren numaralandırılırsa, yoğunlaştırıcıdan geri döndürölen L0 akımı geri akım olarak bilinir. Kolonun altından alınan sıvının bir kısmı da tekrar buharlaştırılarak yine kolona en alt kademe altından geri beslenmektedir. Böylece kolonda sürekli olarak yan yana ve ters yönde akan sıvı ve buhar fazları elde edilir. Distilasyon kolonuna verilen besleme de soğuk sıvı, doygun sıvı, buhar-sıvı karışımı, doygun buhar veya kızgın buhar şartlarından hangi durumda ise, kolon içinde akan sıvı ve buhar akımlarına karışır. Şekil 4.5.2a'ya bakıldığında, sistemin en sıcak yerinin kısmi buharlaşma kazanı olduđu ve en soğuk yerinin de yoğunlaştırıcı olduđu görülür. Böylece kolon boyunca yukarıya doğru çıkıldıkça, azalan sıcaklıklarda buhar fazında daha uçucu olan madde "A" bileşeninin daha fazla bulunması doğaldır. Buhar fazındaki "A" bileşeni miktarının artması, aşağı doğru akan sıvı fazın içindeki "A" bileşeninin buharlaşarak buhar fazına geçmesi ile sağlanabilir. "A" bileşeninin buharlaşması için gerekli gizli ısı, kolon boyunca yukarı çıkıldıkça azalan sıcaklıklarda buhar fazından uçuculuđu az olan "B" bileşeninin yoğunlaşarak sıvı fazına geçmesiyle açığa çıkan enerjiden karşılanır. Bu şekilde kolon boyunca yukarı çıkıldıkça, buhar fazı "A" cinsinden zenginleşmektedir. Besleme rafının üzerindeki kısımda akan buhar, içindeki "A" bakımından besleme akımından daha zengindir. Bu nedenle, besleme rafının üstünde kalan kısma, zenginleşme bölgesi denir. Kolonun alt kısmında ise sıvının içindeki uçuculuđu az olan "B" bileşeni konsantrasyonu, kolonda aşağı doğru inildikçe artmaktadır ve bu da buhar fazının "B" bileşeninin sıyrılması ile olduğundan, besleme rafı dahil kolonun alt kısmına sıyırma bölgesi denir. Kolon boyunca aşağıya doğru akan sıvı fazından yukarıya doğru akan buhar fazına "A" bileşeni geçerken, buhar fazından sıvı fazına da "B" bileşeni geçmektedir. Böylece oluşan bu kütle transferinde verimi arttırmak için sıvı ve buhar fazlar, kolon boyunca defalarca kademe üzerinde temas ettirilip ayrılmaktadır. Bu rafın kabaca görünümü Şekil 4.5.2b'de verilmiştir. Her bir raf, en basit şekliyle delikli bir tepsi olarak düşünülebilir. Sıvı faz bir kademe üzerinde bir tabaka halinde akarken, buhar faz da rafın deliklerinden geçerek kabarcıklar oluşturur. Bu buhar kabarcıkları sıvı tabakası içinde yükselirken, fazlar arasında "A" ve "B" bileşenlerinin ters yönlü kütle transferi olur.



Şekil 4.5.2 Kademeli distilasyon kolonu (a) delikli raf (b)

4.5.1.3. Kademeli kolonlarda madde denklği



Şekil 4.5.3. Distilasyon kolonunda madde denklikleri

Şekil 4.5.3 genel bir distilasyon kolonu için madde denkliklerini veren diyagramdır. Kolonda F mol/saat akış hızında x_F konsantrasyonuna sahip besleme, D mol/saat akış hızına ve x_D konsantrasyonuna sahip üst ürün ve B mol/saat x_B konsantrasyonuna sahip alt ürün bulunmaktadır.

Buna göre genel madde denklği aşağıdaki gibi yazılabilir.

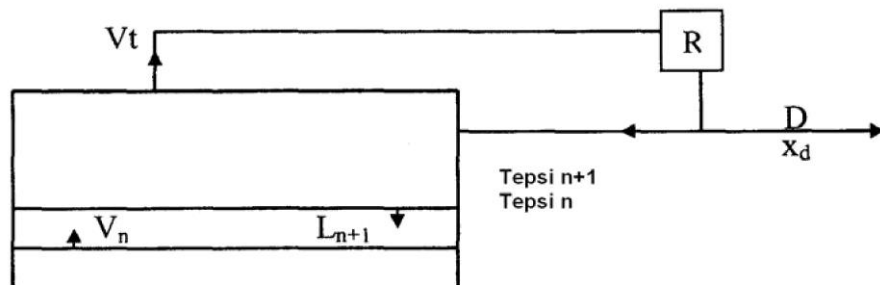
Genel madde denklği $F = D + B$

Bileşen A cinsinden madde denklği $Fx_F = Dx_D + Bx_B$

İki eşitlikten B çıkarılırsa; $\frac{D}{F} = \frac{x_F - x_B}{x_D - x_B}$ eşitliği elde edilir.

İki eşitlikten D çıkarılırsa; $\frac{B}{F} = \frac{x_D - x_F}{x_D - x_B}$ eşitliği elde edilir.

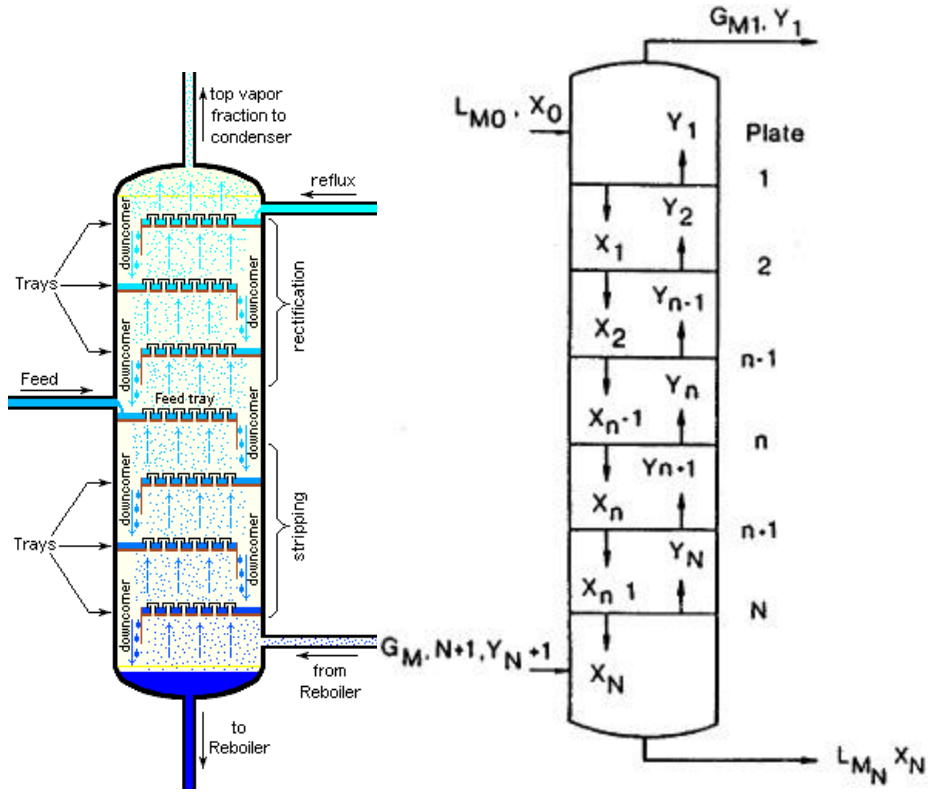
4.5.1.4. Tepsi sayısının Lewis-Sorel metodu ile belirlenmesi



Kolon üstünde madde denklği:

$$V_n = L_{n+1} + D$$

En uçucu bileşen bazında bu eşitlik aşağıdaki hale gelir.

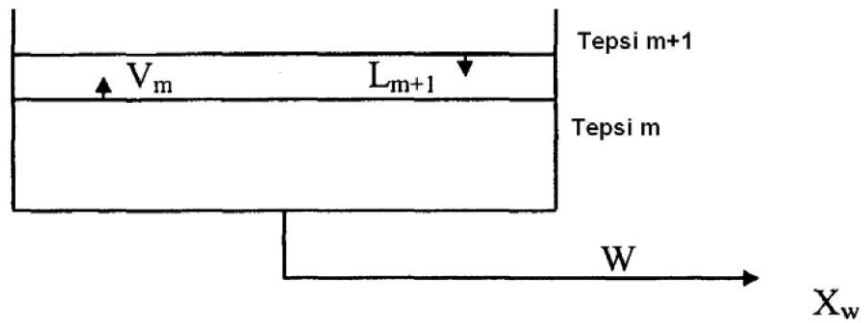


$$y_n V_n = L_{n+1} x_{n+1} + D x_D$$

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n} x_D$$

Sıvı akış hızı sabit olduğundan $L_n = L_{n+1}$

$$y_n = \frac{L_{n+1}}{V_n} x_{n+1} + \frac{D}{V_n}$$



Kolonun altında madde denkliği:

$$V_m = L_{m+1} - B$$

En uçucu bileşen bazında bu eşitlik aşağıdaki hale gelir.

$$y_m V_m = L_{m+1} x_{m+1} - B x_B$$

$$y_m = \frac{L_{m+1}}{V_m} x_{m+1} - \frac{B}{V_m} x_B$$

Sıvı akış hızı sabit olduğundan $L_m = L_{m+1}$

$$y_m = \frac{L_{m+1}}{V_m} x_{m+1} - \frac{B}{V_m} x_B$$

Besleme olmadığında ne alt ürün ne de üst ürün olur. Bu durumda kolondaki sıvı akışı, buhar akışına eşittir.

$$V=L$$

En uçucu bileşen bazında kütle denklığı yapılırsa;

$$Vy_n = Lx_{n+1}$$

V=L kabul edilirse;

$$yn = Xn+1$$

Toplam geri akım oranındaki teorik tepsi sayısının belirlenmesi için, Fenske aşağıdaki formülü geliştirmiştir.

$$n + 1 = \frac{\log \left[\left(\frac{x_A}{x_B} \right)_d \left(\frac{x_B}{x_A} \right)_b \right]}{\log(\alpha_{AB})_{ort}}$$

Bu eşitlikte;

n = Teorik tepsi sayısı

x_A = Daha uçucu olan bileşiğin mol kesri

x_B = Daha az uçucu olan bileşiğin mol kesri

α_{ort} = Ortalama bağıl uçuculuktur.

Distilat ve alt ürününü kompozisyonu ve uçuculuk biliniirse kolon verimi hesaplanabilmektedir. Verim aşağıdaki formülle ifade edilir.

$$E = (\text{Teorik plaka sayısı} / \text{Gerçek plaka sayısı}) \times 100$$

4.5.1.5. Basınç düşüşü

Her bir tepsideki basınç düşüşü, tepsilerdeki deliklerin varlığından ve sıvının tepsilerdeki akışından dolayı meydana gelmekte olup her iki etkinin toplamına eşittir.

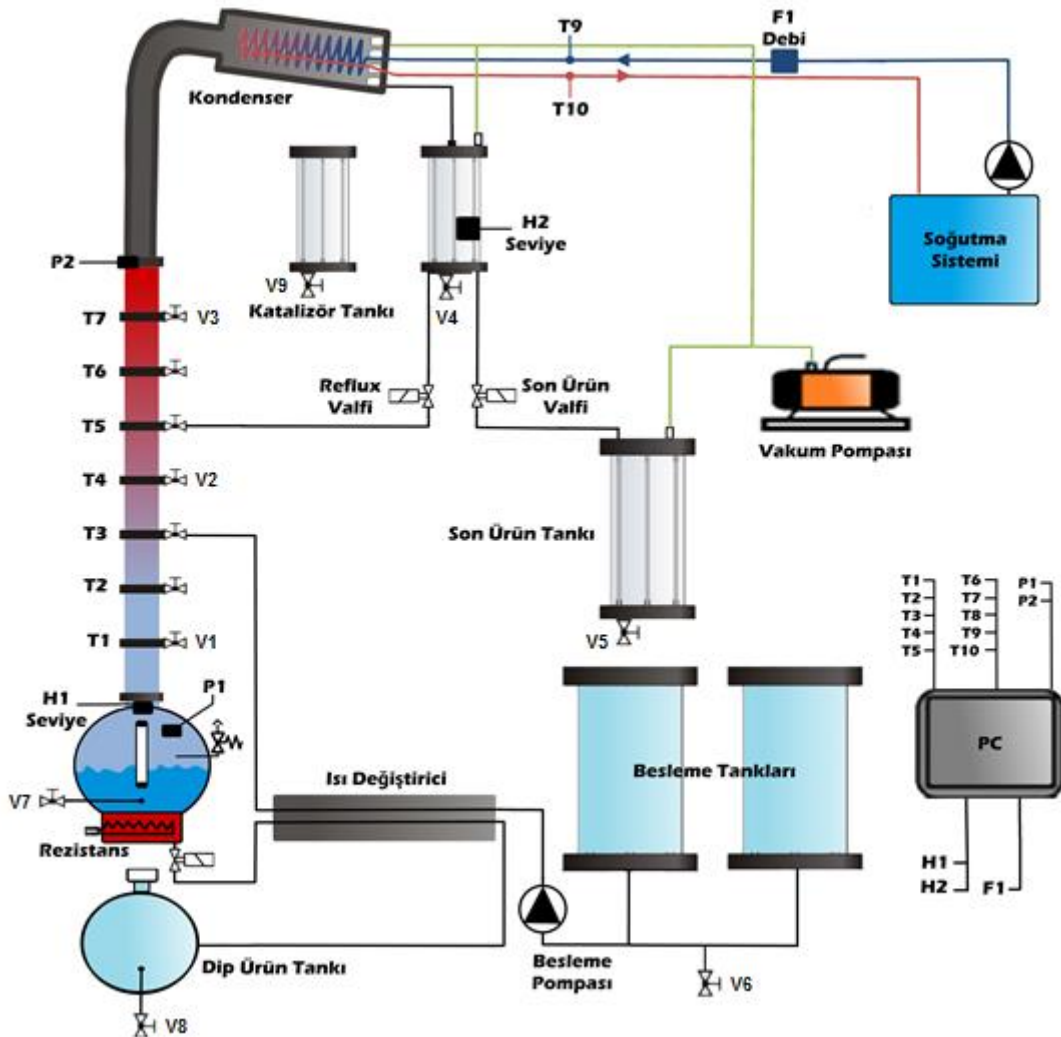
Kolondan yukarı tırmanan buhar akımlarının hızı arttıkça toplam basınç düşüşü de artmaktadır. Bu hız, kazana verilen güç dolayısıyla kaynama hızı değiştirilerek kontrol edilmektedir.

Sıvı olmadığı durumlarda, delikli tepsiler birer orifis gibi davranır ve basınç düşüşü hızın karesi ile orantılı olur. Ancak sistemde sıvı akışı olduğundan dolayı bu orantı, sıvı akışı yenilene ve köpürme olana kadar geçerli olmamaktadır.

Basınç düşüşü-kaynama hızı grafiğinde (log/log), düşük kaynama hızlarının da basınç düşüşü köpürme olana kadar sabit kalırken, yüksek kaynama hızlarında hızlı bir şekilde artmaktadır.

4.5.1.6. Kesikli destilasyon uygulamaları

Kolon basınç düşüşünün belirlenmesi:



Şekil 4.5.4. Deney düzeneği

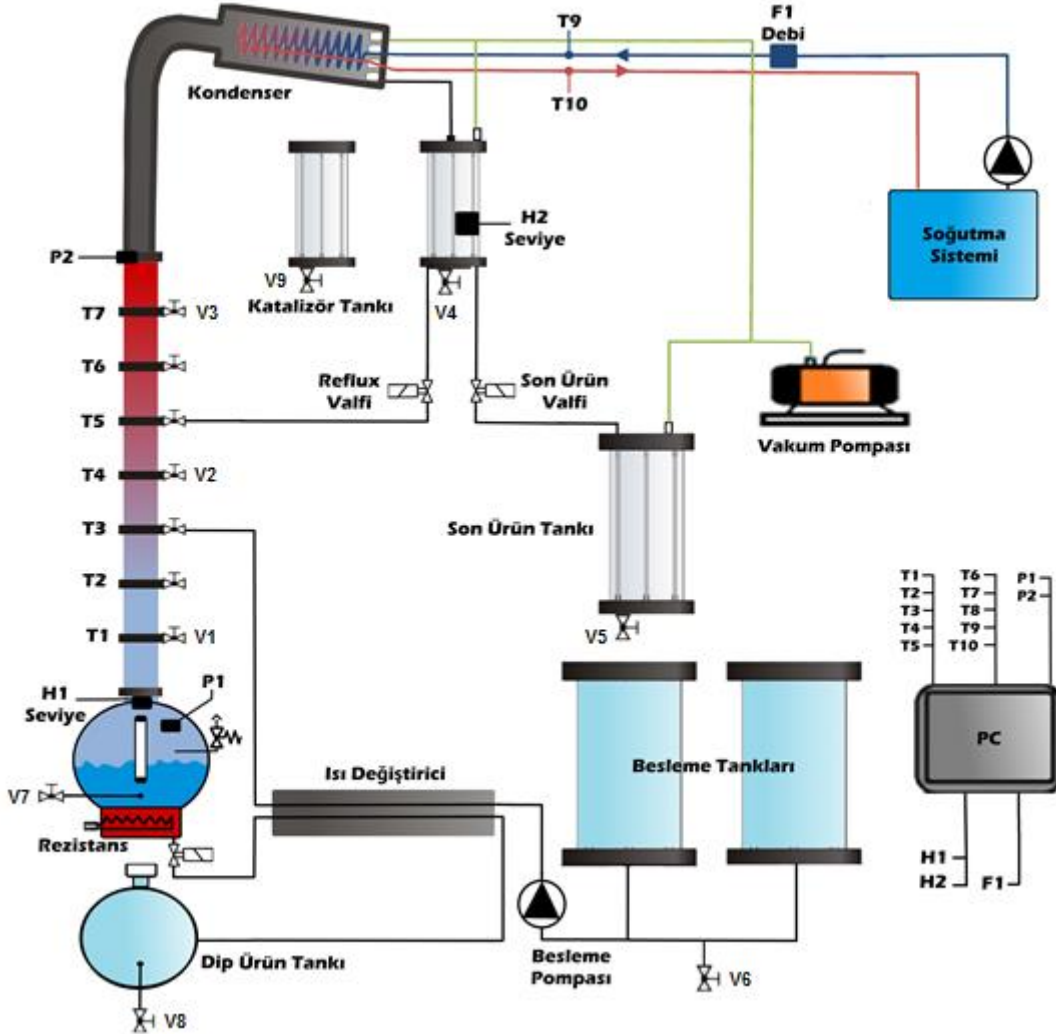
- Deneylerde kullanılmak üzere %25 etanol %75 su içeren karışım hazırlanır.
- Öncelikle sistem toplam geri akım oranında yani oluşan buharın yoğunlaştırılıp tümünün sisteme geri dönmesi şeklinde çalıştırılır. Besleme, besleme tankına konulmayıp doğrudan kazana konulabilir. Toplam geri akım oranında besleme, üst ürün ya da alt ürün olmaz. Deneye başlamadan önce cihaz üzerinde bulunan tüm

vanaların kapalı olduğundan emin olunmalıdır. Kazan distile edilecek karışımdan 10 L alınarak doldurulur. Kazan üzerinde bulunan kapağın sıkıca kapatıldığından emin olunması gerekir. Kontrol panelindeki Ana şalter açılır. Rezistans sıcaklığı maksimum 90 °C'a set edilir. Bu sıcaklık değeri T8'den takip edilebilir ve istenilen değere set sıcaklığı değiştirilerek yeniden ayarlanabilir. Soğutma suyunun hazır hale gelmesi için soğutma sistemi çalıştırılır. Kazanın(buharlaştırıcı) içindeki maddeler ısınmaya başlar ve bu da sıcaklık göstergelerinden okunabilir. Distilasyon kolonunun alt ve üst kısmında basınç transmitterleri bulunmakta olup sürekli olarak kolonda oluşan fark basınçları görmeyi sağlar. Başlangıçta kolonda basınç düşüğü oluşmaz.

- Kolonun tüm tepsileri dışarıdan görünebilmeleri açısından camlı olarak imal edilmiştir.
- Bir süre sonra, buhar kolon boyunca yükselir ve bu süreç T1, T2, T3, T4, T5, T6 ve T7 sıcaklıklarının yükselmesiyle de gözlenebilir. Buhar soğutucuya girer ve cam distilat kabında (Riflaks tankı) damlacıklar şeklinde görülür. Distilat bir miktar cam kaptaki birikir ve daha sonra geri akım regülatör vanasından (riflaks selonoid valfi) vasıtasıyla kolon üzerinde bulunan V3 vanasına harici bir hortumla irtibatlandırılarak kolona geri akması sağlanır. Toplam geri akım oranında çalışıldığından yoğunlaşan buhar kolona geri dönecektir.
- Soğuk distilat kolona geri döner ve tepsilerden aşağı doğru inerek sıvı faz oluşturur ve sıvının içinden geçen buharı kaynatır. Bu sistem, T1, T2, T3, T4, T5, T6 ve T7 sabit olduğunda dengeye ulaşmış demektir.
- Kaynama hızı V4 vanası ile riflaks tankından alınan numunenin incelenmesi suretiyle ölçülür böylece tüm kondensat ölçülü bir kap içerisine dolar ve belirli bir miktar maddeyi toplamak için gerekli olan zaman belirlenebilir. Bu işlem, kondensat besleme borusunda belirli bir miktar sıvı kaldığı sürece kolondaki denge durumunu bozamaz. Örnek alınacağı zaman, V4 vanası kısmen açılır ve kondensat yatışkın bir akış elde edilene kadar geri akım sisteminden ölçülü bir kaba alınır (buharın uçmasını önlemek için sıvının bağlantı borusunda kaldığından emin olunmalıdır). Aynı zamanda numune alımı ve süre belirlenmesine devam edilmelidir. 100 mL'lik ölçülü kaptaki yaklaşık 90 mL numune toplanır. İlk alınan örnek atık şişesine alınır.
- Numuneler toplandıktan sonra, kolonun üstünde ve altındaki basınç düşüşleri okunur. Basınç düşüşü okumalarına değerler birbirine yaklaşıncaya kadar devam edilir. Her bir okumadan önce sistemin tekrar dengeye gelmesini sağlamak amacıyla 5–10 dakika beklenilir.
- Kaynama hızı, kontrol panelindeki ısıtıcı güç kontrolörü ile maksimum değeri 95 °C olacak şekilde tekrarlanır.(Cihaz 95 °C' set edilmiştir. Bu sıcaklıklarda kazan distilat sıcaklığı yaklaşık 87 °C olmaktadır.)

- Sistem dengeye geldiğinde yukarıda belirtilen işlemler tekrar uygulanır.

Kesikli distilasyonda tüm kolon veriminin belirlenmesi:



Şekil 4.5.5. Deney düzeneği

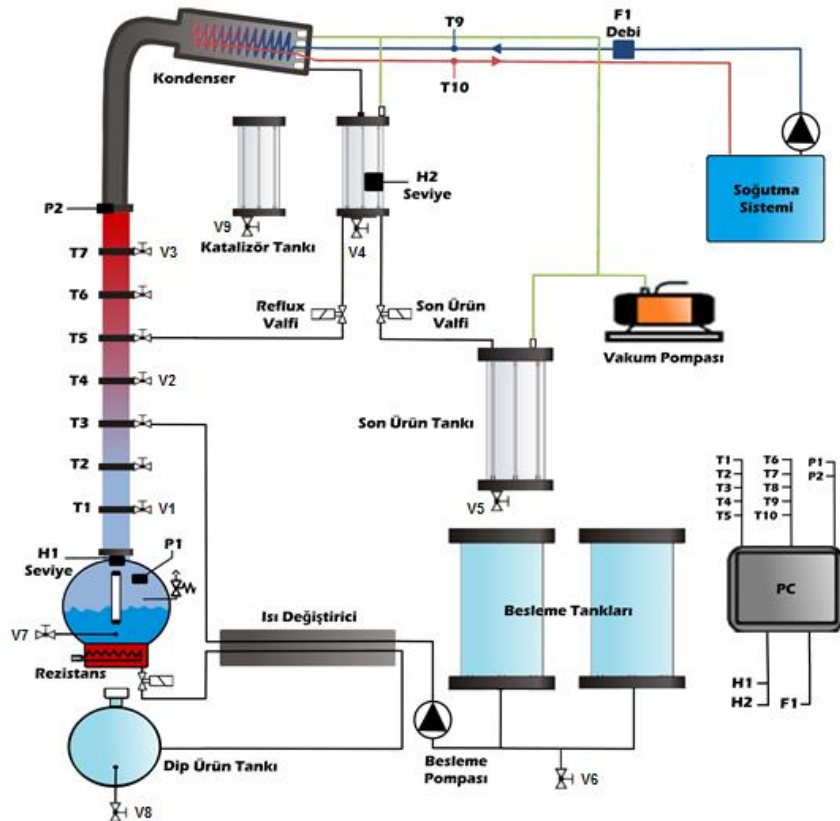
- Sistem önceki deneydeki gibi kurulur ve kazan 10 L karışımla doldurularak toplam geri akım oranına ayarlanır ve sistemin dengeye gelmesi için en az 30 dakika beklenir.
- Kaynama hızı V4 vanası ile üç kere ölçülerek bu değerlerin ortalaması alınır. V4 vanası aracılığıyla üst üründen örnek alınır. Bu işlem yapılırken V4 vanası kısmen açılarak az bir miktar sıvının hatta kalmasına dikkat edilmelidir.
- Örnek alınırken genellikle 5–10 mL arası madde örneği almadan önce atılır. Ancak kütle denkliliğinin bozulmaması açısından çok fazla miktarda sıvı atılmaz. Numune alındıktan sonra cam tüp içine konulan numune dik bir şekilde saklanır. Çünkü ters çevrilirse numunenin buharlaşma olasılığı olabilir.
- Üst ürünün kırılma indisi refraktometre ile ölçülür (Bunun amacı kırılma indisi ile karışımın kompozisyonu arasında bir bağlantı olmasıdır). Aynı şekilde V7 vanası ile alt üründen numune alınır (bu numune çok sıcak olacağından dikkatli olunmalıdır). Bu örneğin de kırılma indisi ölçülerek kaydedilir.

- Bu işlem, hem üst hem de alt üründen beşer numune alınana kadar her 10 dakikada bir tekrar edilir. Ortalama kolon sıcaklığını hesaplamak için T7 ve T1 sıcaklıkları kaydedilir.
- Bu işlemler, farklı kaynama hızları için tekrarlanır.

Sabit geri akım oranında distilasyon:

- Değişen geri akım oranlarında çalışmak için sistem önceki deneylerde olduğu gibi başlatılır ve kazan 10 L karışım ile doldurulur. Sistemin dengeye gelmesi için en az 15 dakika beklenir. Geri akım kontrolörü istenilen orana ayarlanır;(bu oran % olarak girilmelidir örneğin % 80 girildiğinde 10 sn çevrim süresi belirlendiğinde kolona 8 sn üst ürün kabına 2 sn besleme yapılacaktır) Geri akım vanası kontrol panelinden hangi moda çalışılıyorsa ona göre açılır. Yoğunlaşan buharın ürün toplama kabına dolduğunun gözlenmesi gerekir.
- Kaynama hızı V4 vanası aracılığı ile ölçülür. Bu işlem üç kez yapılır ve ortalaması alınır. V4 vanası aracılığıyla üst üründen numune alınır. Bu işlem yapılırken V4 vanası kısmen açılarak az bir miktar sıvının hatta kalmasına dikkat edilmelidir.
- Örnek alınırken genellikle 5–10 mL arası madde örneği almadan önce atılır. Ancak kütle denkliliğinin bozulmaması açısından çok fazla miktarda sıvı atılmaz. Numune alındıktan sonra cam tüp içine konulan numune dik bir şekilde saklanır. Çünkü ters çevrilirse numunenin buharlaşma olasılığı olabilir.
- Üst ürünün kırılma indisi refraktometre ile ölçülür. Aynı şekilde V7 vanası ile alt üründen numune alınır (bu numune çok sıcak olacağından dikkatli olunmalıdır). Bu örneğin de kırılma indisi ölçülerek kaydedilir.
- Bu işlem, hem üst hem de alt üründen 5 kez numune alınana kadar her 10 dakikada bir tekrar edilir. Ortalama kolon sıcaklığını hesaplamak için T7 ve T1 sıcaklıkları kaydedilir.
- Bu işlem farklı geri akım oranları için tekrarlanır.

4.5.1.6. Sürekli distilasyon uygulamaları



Şekil 4.5.6. Deney düzeneği

- Numune kabı 5 L distile edilecek karışımla doldurulur. Kazan ise 10 L karışımla doldurulur. Kazan kapağının sıkıca kapalı olduğundan emin olunmalıdır. Sıcaklık ayarı T8 yani kazanın sıcaklığı ayarlanır ve yoğunlaştırıcıya girecek soğutma suyunun için soğutma sistemi çalıştırılır. Scada panelinde bulunan kazan ısıtıcı sıcaklığı en yüksek değere ayarlanır.(genellikle 90-100 °C) Kazadaki sıcaklık yükselmesi T8 nolu sıcaklık göstergesinden izlenebilir. Kazanın içindeki maddeler ısınmaya başlar ve bu da sıcaklık göstergesinden okunabilir.
- Kazanda ısıtıcı akışkan olarak yağ kullanılmakta olup ısı iletim katsayısı

$$(K) = 0.103 \text{ kcal / m.h.}^{\circ}\text{C'dir.}$$

- Bir süre sonra, buhar kolon boyunca yükselir ve bu süreç T1, T2, T3, T4, T5, T6 ve T7 sıcaklıklarının yükselmesiyle de gözlenebilir. Buhar soğutucuya girer ve cam distilat kabında damlacıklar şeklinde görülür. Distilat bir miktar cam kaptaki birikir ve daha sonra geri akım (riflaks) vanasından ayarlanan süre kadar akar. Deneye toplam geri dönüş oranı ile başlanır.
- Soğuk distilat kolonun üstüne gelir ve tepsilerde belirli bir katman oluşturarak kolondan aşağı doğru iner ve sıvının içinden geçen buharı kaynatır. T1, T2, T3, T4, T5, T6 ve T7 sıcaklıkları yatışkın duruma geçince sistem dengeye gelmiş demektir.
- Geri akım vanasının açılması için önce, geri akım oranı Scada programından 5:1 (yani 5 saniye kolona 1 saniye de ürün toplama kabına) olacak şekilde ayarlanır daha sonra geri akım vanası açılır. Üst ürün toplama kabına akan yoğunlaşan buharın da gözlenmesi gerekir.
- Besleme kolona orta noktadan verilmelidir (4. tepside). Kolon toplam geri akım oranında dengeye geldikten sonra (bu süre 15–30 dakikayı bulur), beslemenin kolona verilmesi ve geri akım aynı zamanda başlatılabilir. Besleme akış hızının 2 L/saat olacak şekilde ayarlanması önerilmektedir (besleme pompası kalibrasyonunu inceleyiniz.).
- Kolondan yükselen buhar soğutucuya gelir ve yoğunlaşarak üst ürün toplama kabına toplanır. Yaklaşık 3 L besleme beslendikten sonra V4 vanası ile üst üründen numune alınır. Bu işlem yapılırken V4 vanası kısmen açılarak az bir miktar sıvının hatta kalmasına dikkat edilmelidir.
- Örnek alınırken genellikle 5–10 mL arası madde örneği almadan önce atılır. Ancak kütle denkleğinin bozulmaması açısından çok fazla miktarda sıvı atılmaz. Numune alındıktan sonra cam tüp içine konulan numune dik bir şekilde saklanır. Çünkü ters çevrilirse numunenin buharlaşma olasılığı olabilir.
- Alınan numunenin kırılma indisi ölçülür. Aynı şekilde ve aynı anda V8 vanası aracılığıyla da alt üründen örnek alınır. Dikkat! Bu örnek sıcaktır. Bu numunenin de kırılma indisi ölçülür ve kaydedilir.
- Bu işlem, hem alt hem de üst üründen beşer tane örnek alınmaya kadar her 10 dakikada bir gerçekleştirilir. T7 ve T1 sıcaklıkları ortalama kolon sıcaklığını belirlemek için kaydedilir.

Aynı işlemler farklı geri akım oranları için gerçekleştirilir. Aynı işlemler farklı kaynama hızları için de gerçekleştirilir. Deney A'da kullanılan kalibrasyon grafiği numunelerdeki bileşenlerin konsantrasyonlarının belirlenmesi için kullanılabilir.

Besleme yerinin değiştirilmesi:

- Besleme kabı 5 L distillenecek karışım ile doldurulur. Daha önce sürekli distilasyonda gerçekleştirilen işlemlerin aynısı bu deney için de gerçekleştirilir. Fakat burada tek fark, besleme kolonun ortasından değil en üst tepside verilir.
- Kolondan yükselen buhar soğutucuya gelir ve yoğunlaşarak üst ürün toplama kabına toplanır. V4 vanası ile üst üründen numune alınır. Alınan numunenin kırılma indisi ölçülür. Aynı şekilde ve aynı anda V7 vanası aracılığıyla da alt üründen örnek alınır. Bu numunenin de kırılma indisi ölçülür ve kaydedilir. Bu işlem dokuz tane örnek alınıncaya kadar gerçekleştirilir (besleme bitmeden).
- Cihazda bulunan sıcaklık sensörleri ve vanalar aşağıda verilmektedir.
 - T1 : Distilasyon kolonunun en üst tepsinin sıcaklığı
 - T2 : İkinci tepsinin sıcaklığı
 - T3 : Üçüncü tepsinin sıcaklığı
 - T4 : Dördüncü tepsinin sıcaklığı
 - T5 : Beşinci tepsinin sıcaklığı
 - T6 : Altıncı tepsinin sıcaklığı
 - T7 : Yedinci tepsinin sıcaklığı
 - T8 : Kazanın sıcaklığı
 - T9 : Soğutucuya giren suyun sıcaklığı
 - T10 : Soğutucudan ayrılan suyun sıcaklığı
 - V4 : Soğutucudan çıkan kondensat (geri akım/üst ürün) vanası
 - V7 : Kazandaki sıvı (kaynamakta olan sıvı, dikkatli olun) vanası
 - V5 : Üst ürün toplama kabı vanası
 - V8 : Alt ürün toplama kabı vanası

4.5.2. Amaçlar

Kesikli distilasyonda farklı kaynama hızları için kolon boyunca basınç düşüşünün ve tüm kolon veriminin belirlenmesi, sabit rifleks oranında zamanla değişen üst ve alt ürün kompozisyonlarının incelenmesi; yatışkın haldeki iki bileşenli bir sistemin distilasyon prosesi boyunca incelenmesi ve bu sistemde besleme yerinin değiştirilmesiyle oluşan etkinin incelenmesi.

4.5.3. Hesaplamalar

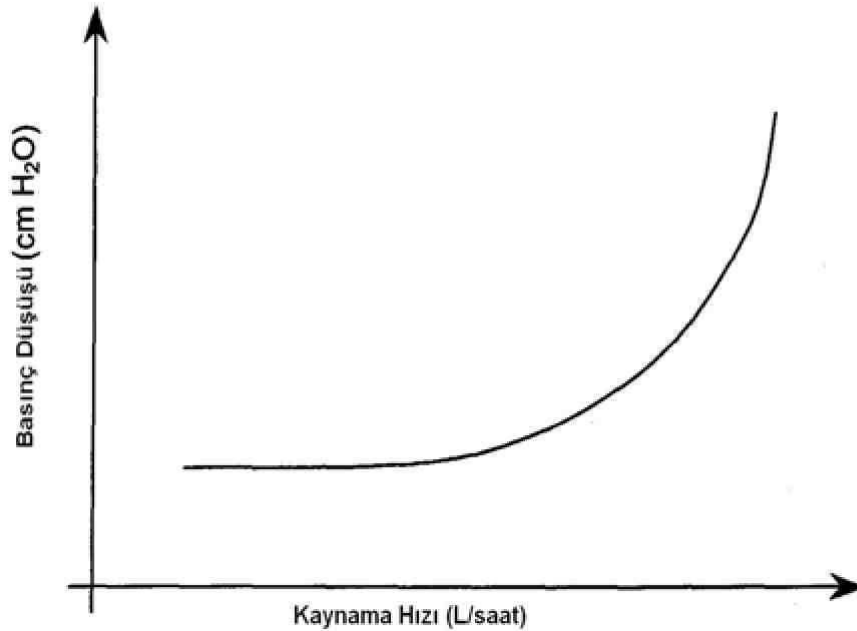
4.5.3.1. Kesikli Distilasyon Uygulamaları

- Aşağıdaki çizelge kolonda basınç düşüşü belirlendikten sonra deneysel veriler ile doldurulur.

Çizelge 4.5.1. Deneysel veriler

Güç (kW)	Kaynama hızı (L/saat)	Basınç düşüşü (mbar) (tüm)	Tepsilerdeki köpürme derecesi
0,50			
0,75			
1,00			
1,25			
1,50			
1,75			

- Bulunan sonuçlardan, basınç düşüşüne karşı kaynama hızı log/log grafik kâğıdında grafiğe geçirilir.

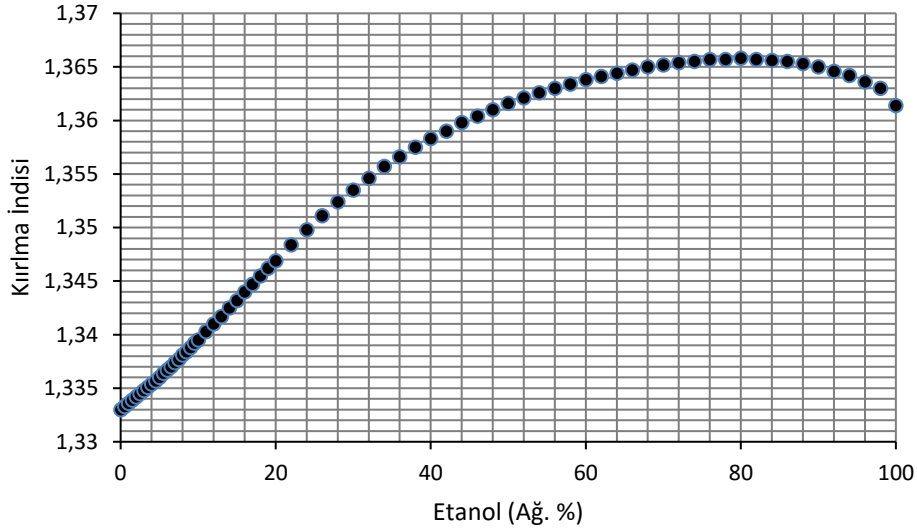


Şekil 4.5.7. Basınç düşüşü-kaynama hızı grafiği

- Karışımların belirlenen kırılma indisleri ile aşağıdaki gibi bir tablo hazırlanır ve kırılma indisine karşı mol kesirleri grafiğe geçirilir.

Çizelge 4.5.2. Konsantrasyon-kırılma indisi

Konsantrasyon	Kırılma indisi
%100	
%75	
%50	
%25	
%0	



Şekil 4.5.8. Etanol (%Ağ) Kalibrasyon Eğrisi Grafiği

İkili karışımın herhangi bir kompozisyonu için kırılma indisi (y) ölçülür ve kompozisyon (x) grafikten okunur.

Tüm kolon verimi Fenske eşitliği ile aşağıdaki veriler kullanılarak hesaplanır.

Kaynama hızı =L/h

Üst ürün kompozisyonu (x_A)d = a)

- b)
- c)
- d)
- e)

Ortalama =.....Ağ%(etanol)

Alt ürün kompozisyonu (x_A)_b = a)

b)

c)

d)

e)

Ortalama =.....Ağ%(etanol)

Ortalama üst kolon sıcaklığı =.....°C

Ortalama alt kolon sıcaklığı =..... °C

Ortalama kolon sıcaklığı =.....°C

Çizelge 4.5.3. Üst ve alt ürün kompozisyonu (deneysel veriler)

Üst ürün kompozisyonu (%Ağ.)	Alt ürün kompozisyonu (%Ağ.)

Sabit geri akım oranında denge diyagramından (etanol-su) bileşenlerin her bir kademedeki kompozisyonu belirlenir (Çizelge 4.5.3'deki veriler elde edildikten sonra).

4.5.3.2. Sürekli Distilasyon Uygulamaları

Çizelge 4.5.4. Üst ve alt ürün kompozisyonu (deneysel veriler)

Üst ürün kompozisyonu (Ağ. %)	Alt ürün kompozisyonu (Ağ. %)

Sürekli distilasyon için molar olarak oranı ve miktarı bilinen besleme akımından ve deneysel olarak belirlenen alt ve üst ürünün kompozisyonlarından (Çizelge 4.5.4'deki veriler) yararlanılarak madde denklığı ile üst ve alt ürünün miktarı belirlenir.

Denge diyagramından (etanol-su) yararlanılarak her bir kademedeki bileşenlerin kompozisyonları belirlenir.

Aynı hesaplamalar değişen besleme yeri için de gerçekleştirilir.

Besleme pompası debisinin belirlenmesi

Pompalar farklı akışkan yoğunluklarında farklı debiler sağlayabilir bunun için öncelikli olarak pompa kullanılarak besleme yapılacaksa pompanın debisi belirlenmelidir. Debi belirlenirken pompa çıkışındaki hortum rakoruna basılarak çıkarılır besleme deposuna ürün konular ölçülü bir kap alınarak pompa anahtarı manuel konumuna getirilir devir anahtarındaki her kademe için dakikadaki basma miktarı hesaplanır.

4.5.4. Deney Sistemi

4.5.4.1. Cihazın ilk çalıştırılmasında ve bakımlarında yapılması gereken kontroller

Cihazı mutlaka topraklı prize takınız.

Ana şalteri açarak cihaza enerji veriniz.

Cihazın kondenserinin soğutulması için deneye başlamadan önce soğutma sistemi çalıştırılmalıdır. Bunun için kontrol panosunda bulunan soğutma sistemi anahtarını start konumuna alınız. Termostat soğutma değeri 15 °C'ye set edilmiştir. Bu değer soğutma suyunun değeridir. Sistem bu değer altında da çalışabilir ancak havadaki nem borular üzerinde yoğunlaşarak cihaz üzerinde su birikintileri oluşturacağından önerilmemektedir. Soğutma suyu devir daim pompası soğutma kompresörü ile birlikte devreye girmektedir ve soğutma evaporatöründe suyun donmaması için sürekli çalışması gerekmektedir. (devir daim pompasında oluşabilecek bir arızada su evaporatörde donabilir ve evaporatörün zarar görmesine yol açar bu nedenle soğutma sistemi çalıştırıldığında su devir daimi olup olmadığı kontrol edilmelidir.

Besleme tankına veya kazana (buharlaştırıcı) deney çeşidine göre yeterli miktarda ürün doldurunuz.

Ürünü besleme tankından kazana veya kolonun alt, orta ve üst bölümlerinden birine besleme yapacak şekilde ayarlaya bilirsiniz. Bu işlem için önce hangi bölümden besleme yapılacaksa pompa çıkış hortumunu o bölüme takınız. Daha sonra besleme pompası anahtarını açık konuma getirerek besleme debisini debi ayar anahtarından ayarlayarak yapabilirsiniz.

Bilgisayar ile cihazı USB bağlantı portları vasıtası ile bağlayınız.

Deney setine ait SCADA programını çalıştırınız.

Program açıldığında veriler ekrana otomatik olarak gelecektir.

Rezistans ekran üzerinde bulunan rezistans star butonu yardımı ile açınız. Deney yönteminize göre gerekli kazan sıcaklığını kazan sıcaklık bölümüne girerek gönder butonuna basınız. Set değeri girilen bölümün yanındaki sıcaklık o anki sıcaklığı göstermektedir.

SCADA ekranı üzerinde görmek istediğiniz grafik değişkenlerini işaretleyiniz.

Sabit geri akım oranında çalışacaksınız riflaks oranını ilgili kutucuğa giriniz ve riflaks arasında riflaks tankında ürünün birikebilmesi için bir bekleme süresi girerek gönder butonuna basınız.

Deney bitiminde riflaks tankında kalan ürünü üst ürün tankına almak için kontrol panosu üzerinde bulunan üst ürün boşaltma anahtarını start konumuna alarak tanka boşalmasını sağlayınız.

Deney sırasında oluşan verileri Ms Excel formatında kaydetmek istiyorsanız örnekleme zamanını ilgili kutucuğa giriniz (Ms Excel çizelgesini kontrol etmek istediğinizde stop butonuna ardından da veriler butonuna basınız.)

Deney sırasında grafik almak istiyorsanız istediğiniz bileşenlere ait seçimleri işaretleyiniz ve ilgili kutucuğa örnekleme zamanını giriniz.



Şekil 4.5.9. Destilasyon deney sistemi

Deney bitiminde rezistansı kapatmak için stop butonuna muhakkak basınız ve rezistans lambasının söndüğünü görünüz. Rezistans stop butonundan kapatılmazsa ancak cihazın ana şalteri kapatıldığında devreden çıkacaktır bu süre içerisinde rezistans çalışmaya devam eder. Tehlikeli durumlar oluşmaması için deney sonunda rezistans mutlaka kapatılmalıdır.

Kazanda kalan dip ürünü bir süre soğuttuktan sonra dip ürün tankına alabilirsiniz. Bunu iki şekilde yapmak mümkündür. Bilgisayar üzerinden seviye kutucuğuna sıfır (0) girebilirsiniz cihaz buharlaştırıcıdaki dip ürünü otomatik olarak boşaltacaktır. Yada kontrol panosu üzerinde bulunan buharlaştırıcı boşaltma anahtarını manuel konuma alduğumuzda yine dip ürün buharlaştırıcıdan dip ürün tankına boşalacaktır.

Cihaz için herhangi bir periyodik bakım gerekmemektedir. Ancak Cihazla çalışmadan önce hortum ve kablo bağlantılarını kabaca kontrol etmeniz önerilir.

***ÖNEMLİ NOT:** Cihazın ana şalterini kapattığınızda; eğer cihazla bilgisayar uzun süre bağlı kalacaksa kart USB bağlantısı ile enerji beslemesi yapacağı için bilgisayarınızın USB yuvasına zarar verebilir. Bu durumu engellemek için cihazın ana şalteri kapatıldığında cihazla bilgisayar arasındaki bağlantı kablosunu çekmelisiniz.

4.5.4.2. Distilasyon Kolonu Uygulaması Deney Sisteminin Bilgisayar Arayüzünden Kontrolünde Dikkat Edilecek Hususlar

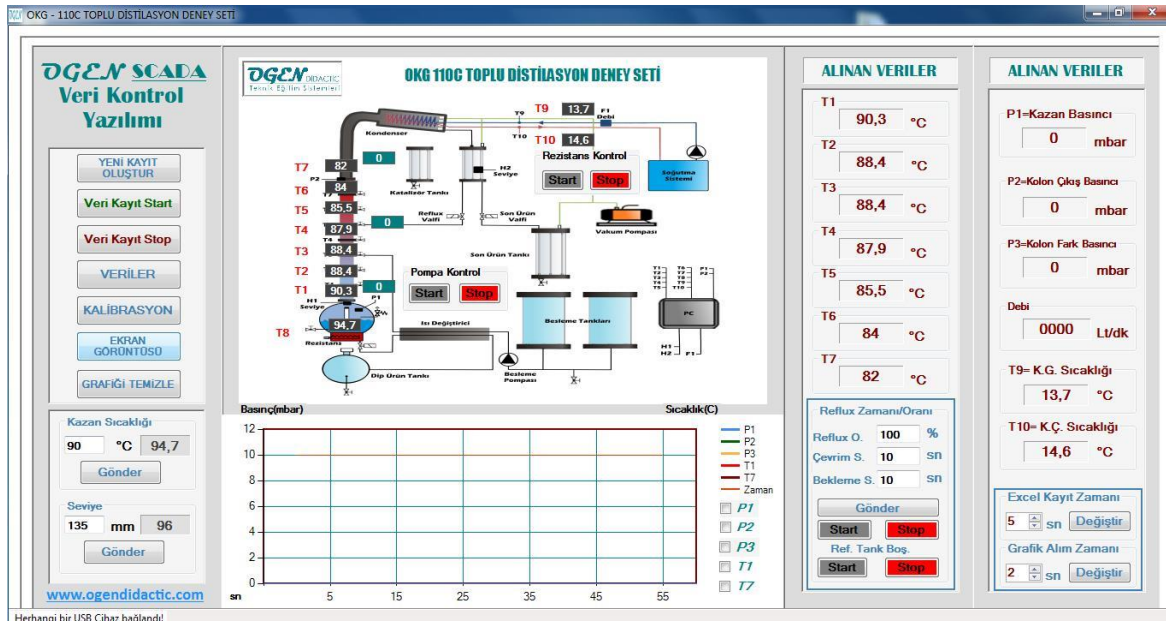
- ✓ Distilat besleme deposuna veya kazana deney sırasında kullanacağınız ürünü doldurunuz.
- ✓ Cihaza Ana şalteri açarak enerji veriniz
- ✓ Bilgisayar ile cihazı USB bağlantısı ile birbirine bağlayınız.
- ✓ Bilgisayarda yüklü bulunan Ogen Distilasyon Programını çalıştırınız.
- ✓ Yukarıdaki ekran çıkacaktır.
- ✓ Cihazın elektrik kontrol panosu üzerinde bulunan soğutma sistemi anahtarını açarak kondenserin soğumaya başlamasını sağlayınız.
- ✓ Üst ürün boşaltma valfini ve besleme pompasının kontrol anahtarlarını otomatik moduna alınız.
- ✓ Scada ekranı üzerinden rezistans start butonuna basarak rezistansı çalıştırınız.
- ✓ Rezistans sıcaklık set değeri 90 °C olup kazan ısıtma tankı (buharlaştırıcı) bu sıcaklıkta iken Kazan içinde bulunan ürün sıcaklığı yaklaşık 87 °C olmaktadır.
- ✓ Hangi yöntem ile deney yapacaksınız. Hortum bağlantılarını ona göre düzenleyiniz. (Hortum bağlantıları kolay bağlantı olup rekor başlığına bastırarak hortumu çıkarabilirsiniz)
- ✓ Rifleks oranını ayarlarken rifleks zamanı kısmına % olarak giriş yapınız. (örnek: kutucuğa 60 yazıldığında çevrim süreside 6 sn seçildiğinde bu 3,6 sn kolona 2,4 sn de üst ürün tankına besleme yapılacağı anlamına gelmektedir. Deney sırasında vakum yapmanız gerekirse kontrol panosu üzerinde bulunan vakum pompası anahtarını açık konuma alınız ve işlem sonunda vakum pompasını kapatınız.
- ✓ Deney tamamlandıktan bir süre sonra (ürün çok sıcak olduğu için bir süre soğumaya bırakılması iyi olur) kazanda kalan ürünü dip ürün tankına almak için seviye bölümüne sıfır (0) değeri girerek gönder butonuna basınız veya kontrol paneli üzerinden manuel olarak boşaltınız.

4.5.5. Hazırlık Soruları

- Distilasyon nedir? Hangi prensiplere dayanır?
Kalibrasyon eğrisi nedir?
Kaç türlü distilasyon yöntemi kullanılmaktadır?
Sürekli sistemler ile kesikli sistemler arasındaki farklar nelerdir?
Bağıl uçuculuk ve dağılım katsayısı nedir?
Avicenna kimdir? Distilasyonla ilgisi nedir?
Azeotrop nedir? Azeotropik distilasyon nasıl uygulanır?
Ham petrol hangi bileşenlerden oluşur?

Dizel ile benzin arasında nasıl bir fark bulunmaktadır?
Buhar distilasyonu nedir? Hangi ürünleri elde etmek için kullanılabilir?

Kaç çeşit distilasyon vardır?
Geri akım oranı nedir? Açıklayınız.
Sonsuz raf sayısı neyi ifade etmektedir?
Tüm riflaks ne anlama gelmektedir?
Distilasyon süreci özellikle hangi üretim proseslerinde kullanılmaktadır?
Distilasyon işleminde vakum neden uygulanır?
Sıcaklık profili nasıl oluşacaktır?
Refraktometre ne ölçer?



Şekil 4.5.10. Destilasyon deney sistemi için veri kontrol yazılımı arayüzü

Kaynaklar

Geankoplis, C. J., *Transport Processes and Unit Operations*, Prentice-Hall International, Inc., A.B.D., 1993.

Mccabe, W. L., Smith, J. C. ve Harriot, P., *Unit Operations of Chemical Engineering*, Mc Graw Hill, Singapore, 1993.

Uysal, B. Z., *Kütle Transferi, Esasları ve Uygulamaları*, Gazi Üniversitesi, Yayın No: 211, Ankara, 1996.

4.6 Sıvı-Sıvı Ekstraksiyonu

4.6.1. Genel Bilgiler

Kimyasal maddelerin üretim süreçlerinde çoğu zaman istenen madde veya maddeler saf halde değil bir karışım halinde elde edilir. İstenen madde veya maddelerin karışımdan ayrılması kimyasal üretim süreçlerinin önemli bir parçasıdır.

Sıvı-sıvı karışımlardan karışımı oluşturan maddeleri ayırmak için maddelerin birbirinden farklı olan fiziksel özelliklerinden (farklı kaynama noktası, farklı çözünürlük vb.) faydalanılır. Sıvı-sıvı özütleme yönteminde birbiri içinde çözünmeyen iki farklı çözücü kullanılır. Ayrılmak istenen maddenin bu iki çözücüdeki çözünürlüklerinin farklı olmasından yararlanılarak ayırma sağlanır.

Örneğin bir Z maddesini ele alalım. Z maddesi hem A çözücüsünde hem de B çözücüsünde çözünebilmektedir, A ve B çözücüleri birbiri içinde çözünmemektedir ve Z maddesinin B çözücüsündeki çözünürlüğü A çözücüsündeki çözünürlüğünden çok daha fazladır. Üretim süreci esnasında Z+A çözeltisi elde edilsin. Elde edilen bu karışıma B çözücüsü eklensin. A ve B birbiri içinde çözünmediğinden iki faz oluşturur. Bu iki fazlı karışımda Z maddesinin B içindeki çözünürlüğü A içindeki çözünürlüğünden daha fazla olduğundan zamanla A çözücüsü içindeki Z derişimi azalır B çözücüsü içindeki Z derişimi artar. Bu değişim denge derişimine ulaşıncaya kadar devam eder.

Söğüt ağacının kabuğunun özü aspirinin hammaddesi olan salisilik asiti içerir. Sulu bir çözelti olan söğüt kabuğu özünden suda çözünmeyen bir çözücü yardımıyla salisilik asitin ayrılması sıvı-sıvı özütlemeye örnek olarak gösterilebilir.

Sıvı-sıvı özütlemenin damıtma, buharlaştırma gibi ayırma yöntemleri yerine tercih edilmesinin birden çok sebebi vardır. Bunlardan bazıları ayrılmak istenen maddenin sıcaklıkla bozulması ve daha düşük maliyet şeklinde sıralanabilir.

4.6.2. Amaçlar

Bu deneyde sıvı-sıvı özütlemenin temellerinin uygulamalı olarak öğretilmesi amaçlanmaktadır.

4.6.3. Materyal ve Metot

4.6.3.1 Materyal

Deneyde kullanılacak materyaller şunlardır:

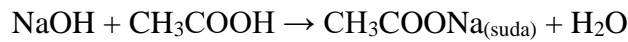
- Saf su hazırlanmış ile kütlece %10'luk asetik asit çözeltisi
- Saf dietil eter
- 0,1M Sodyum hidroksit çözeltisi
- Fenolftalein çözeltisi (indikatör, belirteç)
- Ayırma hunisi (250mL, 500mL)

- Pipet (5mL, 10mL)
- Beher (100mL, 250mL, 500mL)
- Büret ve büret ayağı

4.6.3.1 Metot

- Asetik asit çözeltisinden 10mL kadar alınır bir erlene konur, 5-6 damla fenolfitalein damlatıldıktan sonra 0.1M Sodyum hidroksit ile titre edilir.
- Sodyum hidroksit sarfiyatından hareketle asetik asit çözeltisinin molaritesi hesaplanır.
- Ayırma hunisinin musluğu sızdırma yapmayacak şekilde monte edilir.
- Ayırma hunisine yaklaşık 50mL asetik asit çözeltisiyle ve 100mL dietil eter ile doldurulur ve kapağı kapatılır.
- Ayırma hunisi çeker ocağın içinde boşaltma ağzı yukarı gelecek şekilde çalkalanır.
- Boşaltma ağzı yukarıya bakarken musluk açılarak dietil eter buharı tahliye edilir.
- Özütleme işlemi bittikten sonra (5-10dk) alt faz bir behere alınır, üst faz atık çözücü kutusuna dökülür.
- Alt fazdan 10mL kadar alınır bir erlene konur, 5-6 damla fenolfitalein damlatıldıktan sonra 0.1M Sodyum hidroksit ile titre edilir.
- Sodyum hidroksit sarfiyatından hareketle asetik asit çözeltisinin molaritesi hesaplanır.

Sodyum hidroksit ve asetik asit birebir tepkime verir:



Tepkimenin tamamlandığı renk dönüşümünden anlaşılır, zira fenolfitalein pH 8'in altında renksizdir.

4.6.4. Deney Sistemi

Deney kimya mühendisliği laboratuvarında bulunan çeker ocağın iç kısmında gerçekleştirilecektir.

Ek bilgiler

- Deneye gelmeden önce deney föyü ve deneyde kullanılan maddelerin güvenlik bilgi formları dikkatlice okunmalıdır.
- Dietil eter uçucudur ve yanıcıdır, yalnızca çeker ocak altında kullanılır.

- Sodyum hidroksit çözeltisi kimyasal yanığa sebep olur. Önlük, laboratuvar gözlüğü ve eldiveni ile kullanılır.

4.6.5. Hazırlık Soruları

Sıvı-sıvı karışımlara 3 tane örnek veriniz.

Sıvı-sıvı karışımların ayrılmasında kullanılan yöntemlerden üçünü birer cümle ile açıklayınız.

Bazı çözücüler birbiriyle homojen karışabilirken (örneğin etanol-su) bazı çözücüler karışmamakta ve ayrı fazlar oluşturmaktadır (örneğin dietil eter-su). Bu olayın sebebini bir cümle ile açıklayınız.

1000mL'lik bir balonda 0.1M NaOH çözeltisi hazırlanmak isteniyor. Kaç mol NaOH kullanmak gerekir, kaç gr NaOH kullanmak gerekir?

Kaynaklar

- [1] G. Arın, Kimya Mühendisliğinde Ayırma Teknikleri, Cumhuriyet Üniversitesi Yayınları, Sivas, (2006).*
- [2] C. J. Geankoplis, Taşınma Süreçleri ve Ayırma Süreci İlkeleri, Güven Bilimsel Yayıncılık, İzmir, (2011).
- [3] J. M. Coulson, Chemical Engineering Volume 2: Particle Technology & Separation Processes, Butterworth Heinemann, Oxford, (2011).

*Bu kitabın elektronik sürümü Kimya Mühendisleri Odası'nın resmi internet sitesinden ücretsiz olarak indirilebilir.

4.7 Akış Hızı Kontrol

4.7.1. Genel Bilgiler

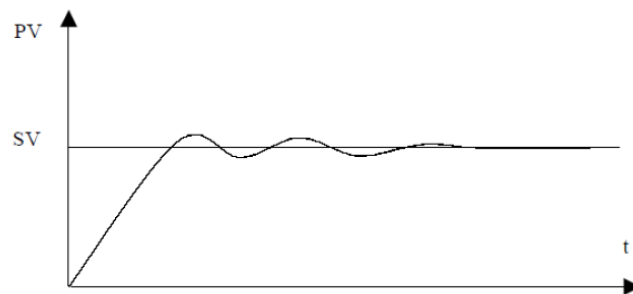
Akış hızı sistemlerini pnömatik ve elektronik olarak çalışan otomatik kontrol sistemleriyle incelenmektedir [1-4]. Güvenli ve verimli tesis işletiminde artan önem göz önüne alındığında proses kontrolün önem kazanması son derece doğaldır [5]. Bilgisayar destekli proses kontrol sistemleri olmadan, ürün kalitesini ve çevre koşullarını tahmin ederek, güvenli ve karlı bir şekilde modern tesisleri çalıştırmak mümkün olmamaktadır [5]. Proses kontrolün birinci hedefi, prosesi istenilen işletme koşullarında güvenli ve verimli bir şekilde tutmak ve bu arada çevre ile ürün kalite gereksinimlerini sağlamaktır [5].

4.7.1.1. Geri beslemeli kontrol ediciler

Geri beslemeli kontrolün ayırt edici özelliği, kontrol edilen değişkenin ölçülerek, bu ölçümlerin ayarlanan değişkenin ayarlamasında kullanılmasıdır. Geri beslemeli kontrolde bozan etken değişkeni ölçülmez. Geri beslemeli kontrolün önemli bir avantajı, bozan etken kaynağından bağımsız olarak düzeltici hareketin oluşmasıdır. Diğer bir avantajı ise, ölçülemeyen bozan etkenler ve proses değişimlerine karşı kontrol edilene değişkenin hassasiyetini azaltmasıdır. Bununla beraber geri beslemeli kontrol edicinin bir sınırlaması vardır: bozan etken, prosesi bozuncaya kadar herhangi bir düzeltici hareket olmaz [5].

4.7.1.2. Temel kontrol modları

Standart geri beslemeli kontrol algoritmaları proses endüstrisinde geniş yer bulmaktadır ve baskın olan tipleri oransal integral türevsel (PID) kontrol ve açma-kapama kontrolüdür. Oransal kontrol ile geri beslemeli kontrolde amaç hata sinyalini sıfıra düşürmektir. İntegral kontrol eylemi için, kontrol edici çıktısı zaman boyunca hata sinyalinin integraline bağlıdır. İntegral kontrol eylemi sıkça kullanılır çünkü, ofsetin elimine edilmesi gibi önemli bir avantaj sağlar. Türevsel kontrol eyleminin fonksiyonu, hata sinyalinin değişim hızını ele alarak, sinalin gelecekteki davranışını tahmin etmektedir. Oransal (P), Oransal Türevsel (PD), Oransal İntegral (PI) kontrolün yeterli gelmediği, karmaşık proseslerde Oransal İntegral Türevsel (PID) kontrol sistemleri devreye girer. Oransal kontrolde oluşan ofset integral algoritmasıyla, istenen değer çok üzerine veya altına çıkılması (overshoot ve undershoot) ise türev algoritması ile giderilir. PID parametrelerinin doğru ayarlanması ile mükemmel bir kontrol sağlanabilir [5].



Şekil 4.7.1 Oransal İntegral Türevsel (PID) Kontrol Kullanılan Prosesin Reaksiyon (Cevap) Grafiği

4.7.2. Amaçlar

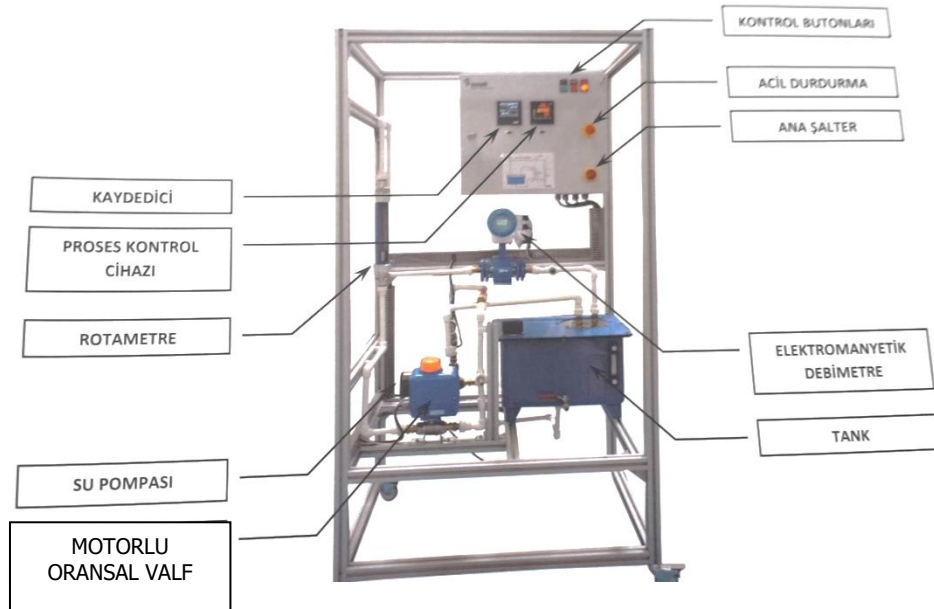
Deneyin amacı Oransal (P), Oransal İntegral (PI) ve Oransal İntegral Türev (PID) kontrol tekniklerinin karşılaştırılması, bu tekniklerin sistem üzerine etkilerinin incelenmesi, giriş değişkeni olarak vana açıklıklarına basamak etki vererek akış hızının dinamik davranışının incelenmesi, dinamik veriler kullanılarak proses reaksiyon eğrisi yöntemi ile birinci mertebeden ölü zamanlı prosesin transfer fonksiyonunun elde edilmesi ve Cohen-Coon yöntemiyle PID parametrelerinin hesaplanmasıdır [1, 2].

4.7.3. Materyal ve Metot

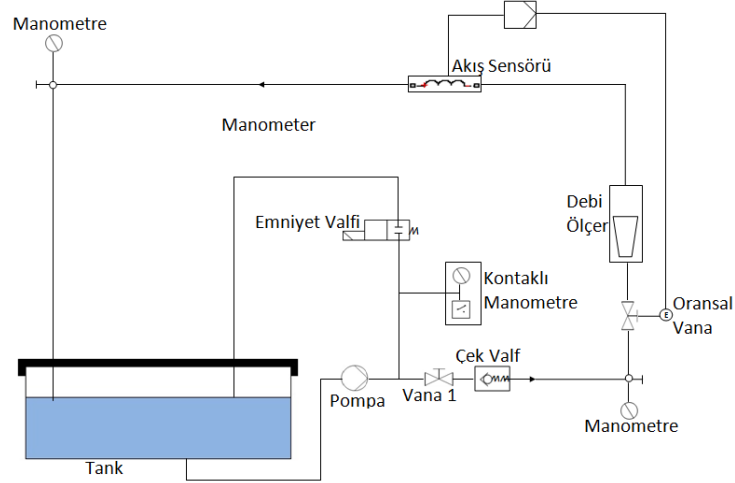
Akış hızı kontrol sistemi start, stop ve alarm kontrol butonları, elektrik motorlu aktuatör, pozisyoner ve bir inç küresel vanadan oluşan motorlu oransal vana, su pompası, çek valf, ana su tankı, rotametre, kaydedici, proses kontrol cihazı, vanalar ve kumanda panosu ve dönüştürücüden (transmitter) oluşmaktadır. Rotametre 300 L/h ile 3000 L/h arasında akış hızını gösteren şamandıralı bir debimetredir [6].



Şekil 4.7.2 Proses kontrol cihazı



Şekil 4.7.3 Akış hızı kontrol sistemi



Şekil 4.7.4 Akış hızı kontrol sistemi blok diyagramı

4.7.4. Deneyin Yapılışı

Akış hızı kontrol sistemi için; Sistem açık hat işletilirken vana tamamen açılır. Pompa devreye alınarak akış hızının yatışkın koşula gelmesi beklenir. Sistem yatışkın koşula geldikten sonra vana açıklığına basamak etki verilerek dinamik analiz yapılır. Dinamik analiz esnasında 30 saniyede bir bilgisayar ekranından okunan akış hızı kaydedilir. Sistem ikinci yatışkın koşula gelene kadar bu işleme devam edilir. Zamana karşı okunan akış hızı değerleri grafiğe geçirilerek proses reaksiyon eğrisi elde edilir. Reaksiyon eğrisi yöntemiyle birinci mertebeden ölü zamanlı prosesin iletim fonksiyonu bulunur [1 ve 6].

$$G_p(s) = \frac{K}{\tau s + 1} e^{-\theta s} \quad (4.7.1)$$

Elde edilen proses iletim fonksiyonunun parametreleri kullanılarak Cohen- Coon yöntemiyle PID kontrol edicinin parametreleri Tablo 1'de yer alan eşitlikler yardımıyla hesaplanır.

Çizelge 4.7.1 PID kontrol için Cohen-Coon parametreleri [1, 6]

$\frac{K}{\tau s + 1} e^{-\theta s}$	K_c	τ_I	τ_D
PID	$\frac{1.35}{K} \left(\frac{\tau}{\theta} + 0.18 \right)$	$\frac{2.5\tau + 0.5\theta}{\tau + 0.61\theta}$	$\frac{0.37\tau}{\tau + 0.19\theta} \theta$

4.7.5. Hazırlık Soruları [1]

Yük etkisi sisteme kaç türlü verilir?

Akış hızı kontrol sistemi için sistem modelini, açık hat cevap eğrisini nasıl elde ederiz?

Akış hızı sisteminin girdi ve çıktı değişkenleri nelerdir?

Taylor açılımı nedir? Sıvı seviye sisteminin Taylor açılımına göre doğrusallaştırmasını gösteriniz.

Proses kontrolün amaçları nelerdir?

Geri beslemeli PID kontrol sistemlerini blok diyagram çizerek anlatınız.

Akış kontrol sistemlerini anlatınız.

Sistemin cevap eğrisinden prosesin transfer fonksiyonu parametreleri nasıl hesaplanır?

Kaynaklar

- [1] Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü, Laboratuvar El Kitabı-KYM453(2012-2013)
- [2] Alpbaz, M., Hapoglu, H., Akay, B. (2011). Proses Kontrol, Gazi Kitabevi, Ankara.
- [3] KYM 439 Proses Kontrol Uygulamaları Ders Notları, Ankara Üniversitesi, 2003.
- [4] Stephanopoulos, G. (1984). Chemical Process Control, Prentice Hall, New Jersey.
- [5] Seborg, D.E., Edgar, T.F., Mellichamp, D.A., Doyle, F.J. (2011). Proses Dinamiği ve Kontrolü, Çeviri: N.A., Tapan, S., Erdoğan, 3. Basımdan çeviri, Nobel Akademik Yayıncılık Eğitim Danışmanlık.
- [6] Entek Eğitim Teknolojileri. (2013). Akış kontrol eğitim seti, Dökümanlar ve Temrinler.

4.8 FTIR (Fourier Dönüşümlü Kızılötesi) Spektroskopisi

4.8.1. Genel Bilgiler

Spektroskopisi, bir örnekteki atom, molekül veya iyonların, bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında absorplanan veya yayılan elektromanyetik ışımının ölçülmesi ve yorumlanmasıdır.

Spektrumun **infrared bölgesi**, ışığın $12800-10 \text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı veya $0.78-1000 \text{ }\mu\text{m}$ dalga boyu olan kısmıdır. Infrared bölgesini, **yakın** ($0.78 \text{ }\mu\text{m}-2.5 \text{ }\mu\text{m}$), **orta** ($2.5 \text{ }\mu\text{m}-50 \text{ }\mu\text{m}$) ve **uzak** ($50 \text{ }\mu\text{m}-1000 \text{ }\mu\text{m}$) infrared olarak üçe ayırabiliriz [1].

Dalga boyu (λ): Bir ışının dalga hareketinin ard arda gelen iki maksimum veya minimumları arasındaki doğrusal uzaklıktır. Dalga boyu metre, santimetre, milimetre, mikrometre, nanometre, angstrom gibi çeşitli birimlerle verilir. $1 \text{ cm} = 10 \text{ mm} = 10^4 \text{ }\mu\text{m} = 10^7 \text{ nm} = 10^8 \text{ A}^\circ$

Dalga sayısı ($\bar{\nu}$): cm cinsinden dalga boyunun tersidir. Birimi cm^{-1} dir. $\bar{\nu} = 1 / \lambda$

Infrared absorpsiyon spektroskopisine **titreşim spektroskopisi** de diyebiliriz. Infrared ışınması UV ve görünür bölge ışınması gibi elektronik geçişleri sağlayacak kadar **yüksek enerjili değildir**.

Bu nedenle, infrared ışınının absorpsiyonu, çeşitli titreşim ve dönme hareketleri arasındaki enerji farklarının küçük olması yüzünden daha çok moleküler yapılarla sınırlıdır.

4.8.1.1. Titreşim ve dönme sırasında dipol değişimleri

Bir molekülün infrared ışınını absorplayabilmesi için **dönme veya titreşim** hareketi sonucunda, molekülün **dipol momentinde** net bir değişme meydana gelmelidir. Örneğin, HCl, polardır ve net bir dipol momentten bahsedebiliriz.

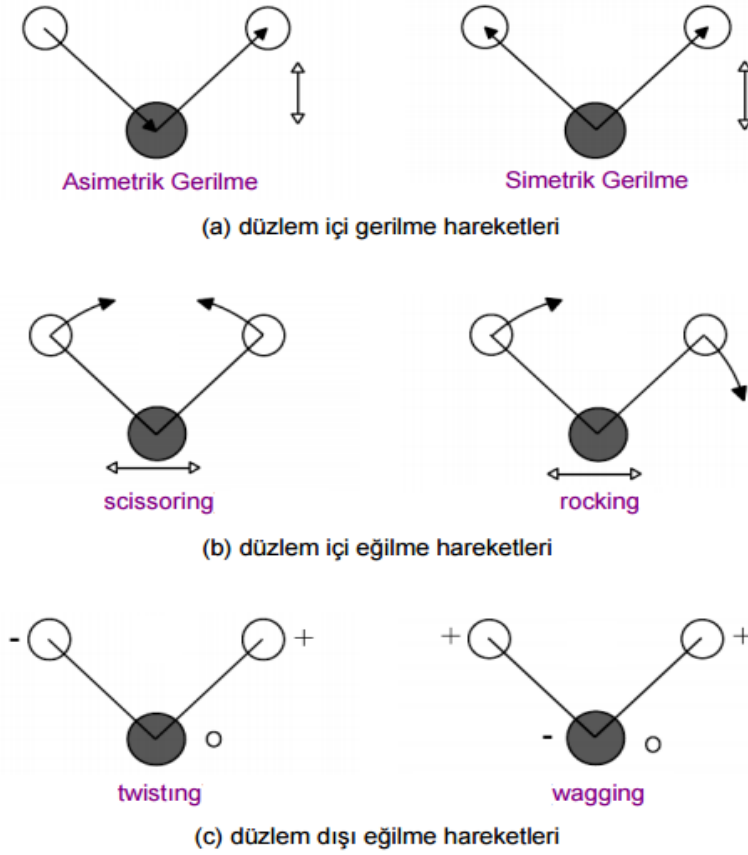
O_2 , N_2 , Cl_2 gibi homonükleer moleküllerde titreşim ve dönme hareketleri sırasında net bir dipol moment değişimi olmadığı için bunlar infrared bölgede absorpsiyon yapmazlar.

4.8.1.2. Moleküler titreşim tipleri

Bir moleküldeki atomların birbirine göre yerleşim durumları sabit olmayıp, moleküldeki bağlar etrafında çok sayıda titreşim ve dönme sonucu devamlı değişir. Titreşim hareketleri **gerilme (stretching)** ve **eğilme (bending)** titreşimleri olarak ikiye ayrılır.

Gerilme titreşimleri iki atom arasındaki bağların **simetrik veya asimetrik gerilmesi** sonucunda (bağ uzaması veya kısılması) ortaya çıkar.

Eğilme titreşimleri ise iki bağ arasındaki açının değişmesi ile karakterize edilir ve **düzlem içi (makaslama (scissoring) ve sallanma (rocking))** ve **düzlem dışı (salınma (wagging) ve burkulma (twisting))** eğilme titreşimleri olarak ikiye ayrılır [1,2].



Şekil 4.8.1. Moleküler titreşim tipleri

4.8.1.3. Titreşimlerin etkileşmesi

İkiden fazla atom içeren bir molekülde yukarıda gösterilen bütün titreşim tipleri olabilir. Bir titreşimin enerjisi ve dolayısıyla absorpsiyon pikinin dalga boyu, moleküldeki diğer titreşimlerden etkilenebilir. Bu tür etkileşmenin derecesini çeşitli faktörler belirler [1].

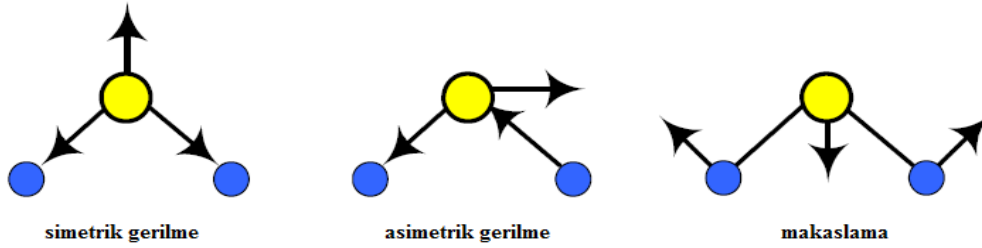
1. İki titreşimin ortak bir atomu olması durumunda gerilme titreşimleri arasında kuvvetli etkileşme (**coupling**) meydana gelir.
2. Eğilme titreşimleri arasındaki etkileşme, titreşim yapan gruplar arasında ortak bir bağı gerektirir.
3. Gerilen bağ, eğilme titreşiminde değişen açının bir yanını oluşturuyorsa gerilme ve eğilme titreşimleri arasında etkileşme olabilir.
4. Etkileşen grupların enerjileri yaklaşık olarak birbirine eşit ise, etkileşme en üst düzeyde olur.
5. Az etkileşme veya hiç etkileşmeme iki veya daha çok bağla ayrılmış gruplar arasında görülür.
6. Etkileşimin (coupling) olması için, titreşimler aynı tür simetride bulunmalıdır.

Genel olarak çok atomlu moleküllerde mümkün olan titreşim sayısı serbestlik derecesinden yararlanarak saptanır. Molekülde n sayıda atom varsa, n sayıda noktanın hareketi söz konusudur. Hareket üç boyutta oluşabileceğine göre, **serbestlik derecesi $3n$** olur. Bu serbestlik derecelerinden 3 tanesi hareket için harcanacaktır. Eğer molekül çizgisel yapıdaysa 2 tanesi dönmeye, değilse 3 tanesi dönmeye harcanacaktır. **n atomlu bir moleküldeki titreşim sayısı = $3n-5$ (çizgisel); ya da = $3n-6$ (açısal) olacaktır.** Örneğin; açısal yapıda üç

atomlu olan H₂O için titreşim sayısı $3.3-6=3$ 'tür. Çizgisel yapıdaki üç atomlu CO₂ için titreşim sayısı $3.3-5=4$ 'tür.

H₂O molekülü açısallı yapıda olduğundan 3 çeşit titreşim göstermektedir: simetrik gerilme, asimetrik gerilme ve makaslama titreşimleri. Su polar bir bileşik olduğundan (merkezi atom diğer iki atom ile aynı eksen üzerinde değildir) bu titreşimler sonucu dipol momentte değişim olur ve böylece infrared absorpsiyonu olur.

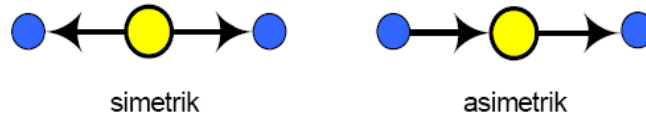
Su molekülünde simetrik gerilme titreşimi 3650 cm^{-1} de, asimetrik gerilme titreşimi 3760 cm^{-1} de ve eğilme titreşimi 1595 cm^{-1} de absorpsiyona neden olur [1,2].



Şekil 4.8.2. Su molekülü için titreşim tipleri

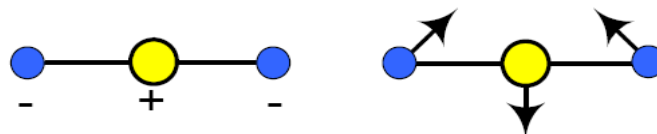
Karbon dioksitin IR spektrumunu inceleyelim. İki C=O bağı arasında coupling olmasaydı, beklenen absorpsiyon pikinin dalga sayısı, alifatik bir ketondaki C=O gerilme titreşimi için bulunan dalga sayısı ($\sim 1700\text{ cm}^{-1}$) ile aynı olurdu. Oysa, karbon dioksit deneysel olarak 2330 cm^{-1} ve 667 cm^{-1} de iki absorpsiyon piki verir.

Karbon dioksit çizgisel bir moleküldür, bu nedenle dört titreşim şekli bulunmalıdır. İki gerilme titreşimi olabilir; bunlar, bağların aynı karbon atomuna (ortak) bağlı olması nedeniyle birbirleriyle etkileşim içindedirler.



Şekil 4.8.3. Karbondioksit için gerilme titreşimleri

İki oksijen atomu aynı anda birbirlerine doğru veya birbirlerinden uzaklaşacak şekilde hareket ettikleri için simetrik titreşim dipolde değişiklik yaratmaz. Bu nedenle simetrik titreşim infrared aktif değildir (yani infrared bölgede absorpsiyon yapmaz). Asimetrik titreşimde ise oksijenlerden biri karbon atomuna yaklaşırken diğeri uzaklaşır. Bunun sonucunda yük dağılımında periyodik olarak net bir değişim ve böylece dipol momentinde bir değişim olur; 2330 cm^{-1} de bir absorpsiyon görülür. Karbon dioksitin diğeri iki temel titreşimin şekli, aşağıda görülen makaslama titreşimleridir.



Şekil 4.8.4. Karbondioksit için makaslama titreşimleri

Bu iki eğilme titreşimi, bağ eksenine etrafında bulunabilecek tüm düzlemlerde birbirine göre 90 derecelik açı ile oluşan eğilme hareketleridir. İki titreşimin enerjisi birbirine eşittir ve bu nedenle 667 cm^{-1} de sadece bir pik verirler. Burada olduğu gibi kuvantum halleri aynı olan titreşimlere dejenerat titreşimler denir [1,2].

Titreşimlerin etkileşimi (coupling) yaygın bir olaydır; bu nedenle bir organik fonksiyonel grubun absorpsiyon pikinin bulunacağı yer (dalga sayısı veya dalga boyu) kesin olarak saptanamaz. Örneğin, metanolün C=O gerilme titreşim bandı 1034 cm^{-1} de, etanolünki 1053 cm^{-1} de, 2-bütanolün ise 1105 cm^{-1} dedir. Bu farklılıklar, C-O gerilmesinin komşu C-C veya C-H titreşimleri ile etkileşmesinden kaynaklanır [1,2].

4.8.1.4. İnfrared spektrometre cihazının kısımları:

Işın kaynağı: İnfrared ışın kaynakları, elektrikle $1500-2000\text{ K}$ 'ne kadar ısıtılabilen inert katılardır. Ticari cihazlarda genelde üç tip ışın kaynağı kullanılmaktadır: 1.Nernst akkor kaynağı: Toryum oksit, seryum oksit, zirkonyum oksit gibi nadir toprak metalleri oksitlerinin iyi bir bağlayıcı ile pişirilmeleri sonucu elde edilir. 2.Globalar çubuğu: Silisyum karbürden yapılır. 3.Akkor haline gelebilen bazı özel teller: Nikel-krom teli [1,3].

Monokromatörler: Prizma ve optik ağ ışın ayırıcı olarak kullanılır. Prizmalar kullanım alanlarına göre çeşitli maddelerden yapılır. Yakın infrared bölgede kuvars ve lityum florür; orta infrared bölgede sodyum klorür; uzak infrared bölgede ise potasyum bromür ve sezyum bromür prizma materyali olarak kullanılır. İnfrared optik ağlar ise üzeri alüminyumla kaplanmış cam veya plastikten yapılır [3].

Dedektör: Işın enerjisini elektrik enerjisine çeviren düzeneklerdir. Termal dedektör, piroelektrik dedektör ve fotoiletken dedektör kullanılan üç tip detektördür [1,3].

Fotoiletken dedektörlerde kurşun sülfür, kurşun selenür, germanyum gibi yarı iletken kristaller kullanılır. Bunlar üzerine düşen ışın absorplanır ve bunların iletken olmayan elektronları uyarılmış hale geçer ve elektrik akımını iletirler. Yarı iletkenlerin ışın altında iletkenlikleri değişir. Bu iletkenlik değişimi ölçülerek foton şiddetindeki değişim tespit edilir.

Termal dedektörler radyasyonun ısıtma etkisi kullanılarak daha kısa boylu infrared bölge için kullanılır. Bu dedektörde, ışın küçük bir siyah cisim tarafından absorplanır ve oluşan sıcaklık yükselmesi ölçülür. Sıcaklık belirlemede termoçiftler, bolometreler ve Golay hücreleri kullanılır.

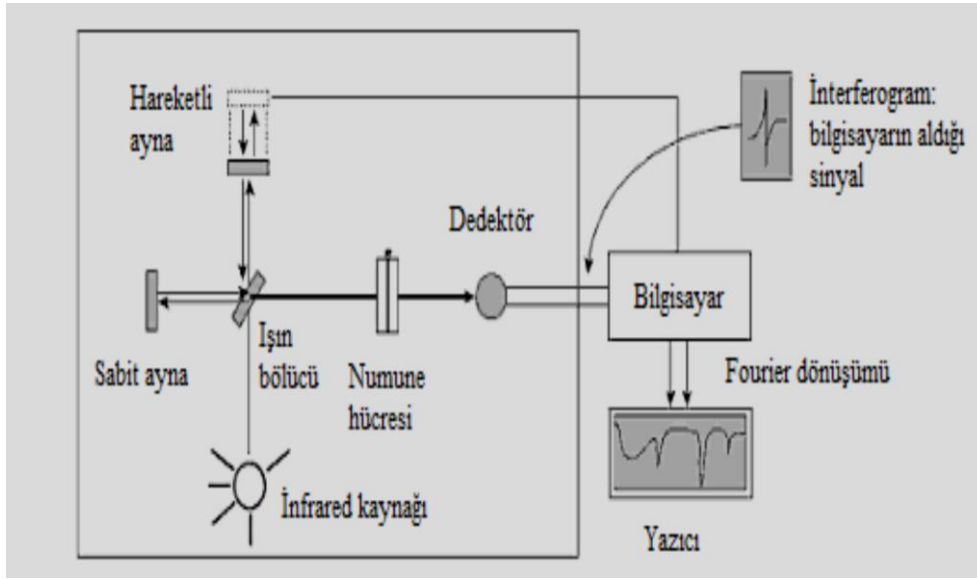
Piroelektrik dedektörler özel termal detektörlerdir, çok özel termal ve elektriksel özelliklere sahip bir yalıtkan (dielektrik malzemeler) olan tek kristal piroelektrik malzemedir. Triglisin sülfat $(\text{NH}_2\text{CH}_2\text{COOH})_3 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4$ (genellikle döteryumlanmış veya glisin bir kısmı alaninle değiştirilmiş) kullanılan en önemli piroelektrik malzemedir.

4.8.2. Amaçlar

Bilinen bir numunenin ATR ünitesi olan FTIR spektroskopisi yardımıyla spektrumunu almak ve bu spektruma ait bantları literatür referansları ile destekleyerek yorumlamak.

4.8.3. Materyal ve Metot

4.8.3.1. Fourier dönüümlü spektrometre



Şekil 4.8.5. FTIR spektrometre

1. IR kaynağından gelen ışın, ışın bölücü ve sabit ve hareketli aynalardan oluşan interferometreden geçerek ikiye ayrılır.
2. Işın, biri sabit diğeri deęişken uzunlukta iki ayrı optik yol üzerinden nakledilir. Hareketli ayna, bir analiz süresince ileri geri hareket ederek optik yoldaki deęişkenlięi sağlar.
3. İki ışın yeniden birleşir ve optik yol uzunluğunun farkının bir sonucu olarak girişim oluştururlar. Bu ışının yarısı örnek içinden geçerken, örnek tarafından absorplanmayan ışın detektöre ilerler.
4. Detektörde iki ışının karışımından kaynaklanan ve interferogram adı verilen girişimin oluşması, analizi yapılan örnekle ilgili spektral bilgilerin oluşmasını sağlar.

4.8.3.2. Numune hazırlama teknikleri [1,3]

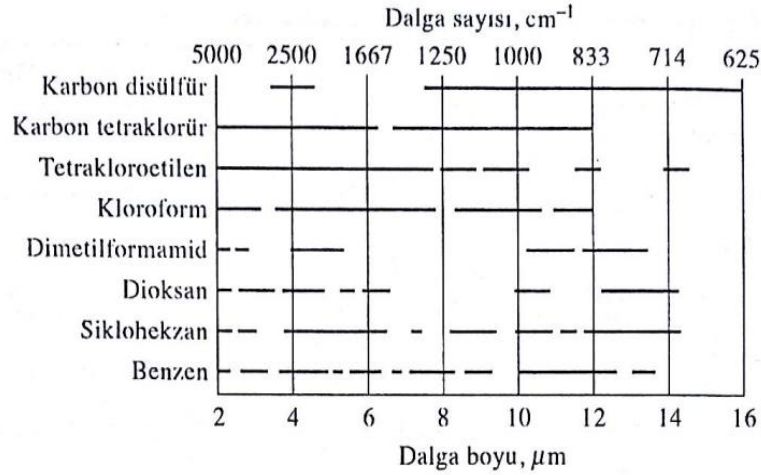
Gaz ise: Kaynama noktası düşük olan bir sıvı (gazlaştırılarak) veya bir gazın spektrumu, numunenin uygun pencereleri bulunan havası boşaltılmış bir silindirik hücre içine genişmesi sağlanarak elde edilir. Bu amaçla hazırlanmış ışık yolu uzunluğu bir kaç santimetreden bir kaç metreye kadar deęişen hücreler vardır.

Hücre içinde yansıtıcı iç yüzeyler kullanılarak ışın yolu uzun ama küçük hücreler elde edilebilir. Bu hücrelerde ışın ve ışın demeti, dolu hücre içinde hücreyi terk etmeden önce numune içinden defalarca geçer.

Saf sıvı ise: Örnek miktarı az veya uygun bir çözücü bulunmadığı zaman saf sıvıların spektrumu alınır. Uygun spektrum elde edebilmek için örnek sıvının çok ince bir film tabakası oluşturması gerekir, yani hücre çok ince olmalıdır.

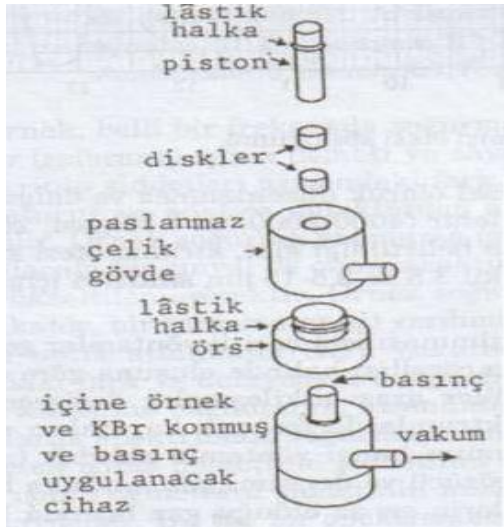
Bir damla saf sıvı örnek, iki kaya tuzu plakası arasına ince bir film halinde konarak ölçüm gerçekleştirilir. Böyle bir ölçüm tekrarlanabilir sonuç vermese de kalitatif tayinler için uygundur.

Cözelti ise: Çözeltilerin spektrumunun alınması sırasında dikkat edilmesi gereken en önemli şey, seçilen çözücünün IR bölgesinin her yerinde ışığı geçirebilmesidir. Bu nedenle en fazla tercih edilen çözücüler karbondioksit, kloroform, karbondisülfür, sikloheksan, benzen, tetrakloroetilendir. Bu çözücülerden uygun olan herhangi biri ile örneğin % 0.1-10'lük bir çözeltisi hazırlanır ve bu çözelti infrared hücrelerine konur. Ayrıca kullanılan çözücünün hücrenin yapıldığı maddeyi çözmemesine de dikkat edilmelidir.



Şekil 4.8.6. Farklı dalga sayıları için kullanılan çözücüler

Katı ise: Katıların spektrumları bir sıvıda veya başka bir katı matrisi içinde ince toz halinde dağıtılarak alınır. Bu teknikte genel olarak saçılmış ışığın etkisini önlemek için katı numunenin tanecik boyutu kullanılan ışığın dalga boyundan küçük olacak şekilde numune öğütülmelidir. Ölçümler için iki teknik kullanılır: a- Pellet haline getirme: İnce öğütülmüş 1 mg veya daha az örnek 100 mg kurutulmuş KBr (IR alanında absorpsiyon yapmaz) tozuyla karıştırılır, karışım 10000-15000 psi basınçla sıkıştırılarak saydam bir disk haline getirilir. Disk hazırlanırken hapsolmuş havayı uzaklaştırabilmek için vakum uygulanırsa, daha iyi sonuç elde edilir. Disk yapma zamanı uzatılırsa absorbe edilen nemden dolayı 3448 ve 1639 cm⁻¹ lerde iki absorpsiyon piki görülür. b- Karışım haline getirme: İnce öğütülerek toz haline getirilmiş numunenin (tanecik boyutları < 2µm) 2-5 mg'ı bir veya iki damla ağır bir hidrokarbon yağı (Nujol) ile karıştırılarak hazırlanır. Eğer hidrokarbon bandları girişim yapıyorsa, yerine florlanmış halojenli bir hidrokarbon kullanılabilir. Her iki durumda da, hazırlanan karışım tuz plakalar arasında film haline getirilerek spektrum alınır.



Şekil 4.8.7. KBr için örnek hazırlama ve pellet hazırlama presi

Katılar için kullanılan diğer bir yöntem, **Hafifletilmiş Toplam Yansıtma (Attenuated Total Reflectance-ATR)**'dir.

Bir ışın demeti çok yoğun bir ortamdan az yoğun bir ortama geçiyorsa, yansıma olayı olur. Gelen ışının yansıyan kesri gelme açısının artmasıyla artar, kritik açıdan sonra gelen ışın tamamen yansımaya uğrar. Yansıma olayı sırasında hem teorik hem de deneysel olarak ışın demetinin yansıma olayından önce az yoğun ortamın içine doğru küçük bir mesafe katettiği görülür. Az yoğun ortamda ışığın aldığı yolun derinliği; gelen ışının dalga boyu, iki maddenin kırma indisi ve gelen ışının gelme açısına bağlıdır. Işığın az yoğun ortama giren kısmı, yavaş yavaş kaybolan dalga olarak bilinir. Eğer bu yavaş yavaş kaybolan ışın az yoğun ortam tarafından absorplanıyorsa, absorpsiyon bantlarının dalga boyunda azalma meydana gelir. Bu olay azaltılmış toplam yansıma (ATR) olarak bilinir [1].

ATR kristali olarak çinko selenür (ZnSe), germanyum (Ge), silikon ve elmas gibi bileşenler kullanılmaktadır. Transmisyon-FTIR tekniğinde örnek, IR ışının geçiş yolu üzerine konulmaktadır. Buna karşılık ATR-FTIR yönteminde örnek, IR'ye geçirgen olan özel bir kristalin yüzeyi ile temas ettirilir. ATR tekniğinin temelinde ışının numune tarafından soğurulup yansıtılması yerine ışının örnekten saçılımı ölçülür. **ATR aksesuarı katı ve sıvı örneklerle çalışma imkanı sağlamaktadır.** ATR tekniği; çözünürlüğü sınırlı katılar, filmler, lifler, pasta halindeki maddeler, polimer, kauçuk, köpük ve yapıştırıcı maddeler gibi maddelerin infrared spektrumlarını almak için kullanılır [1,3].

4.8.3.3. Infrared spektrometrenin uygulamaları

Tipik bir infrared spektrumu dalga sayısı ile yüzde geçirgenlik arasında gösterilir. Spektrumun incelenmesi iki basamaklı bir işlemdir. Birinci basamak, 3600 cm^{-1} den yaklaşık 1200 cm^{-1} e kadar olan bölgeyi içine alır. Bu bölge **grup frekansları bölgesi** olarak adlandırılır. C=O, C=C, C-H, C≡C veya O-H gibi organik fonksiyonlu grupların frekansları grup frekansları olarak bilinir. Ancak, birkaç grup frekansı parmak izi bölgesine düşer. Bir molekülün yapısındaki küçük değişiklikler, spektrumun 1200 'den 700 cm^{-1} e kadar olan bölgesinde (ikinci basamak) absorpsiyon piklerinin dağılımında önemli değişikliklere neden olur. Bu bölge **parmak izi bölgesi** olarak adlandırılır. Sülfat, fosfat, nitrat ve karbonat gibi iyonik gruplar bu bölgede absorpsiyon yaparlar [1].

Bağ	Bileşik Tipi	Frekans	
		Aralığı, cm ⁻¹	Şiddet
C-H	Alkanlar	2850-2970	Kuvvetli
C-H	Alkenler $\left(\begin{array}{c} \diagup \\ \text{C}=\text{C} \\ \diagdown \end{array} \begin{array}{c} \text{H} \\ \diagup \\ \diagdown \end{array} \right)$	1340-1470	Kuvvetli
		3010-3095	Orta
C-H	Alkinler ($-\text{C}\equiv\text{C}-\text{H}$)	675-995	Kuvvetli
C-H	Aromatik halkalar	3300	Kuvvetli
O-H	Monomerik alkoller, fenoller	3010-3100	Orta
	Hidrojen bağlı alkol, fenoller	690-900	Kuvvetli
	Monomerik karboksilik asitler	3590-3650	Değişken
	Hidrojen bağlı karboksilik asitler	3200-3600	Değişken, bazen geniş
N-H	Aminler, amidler	3500-3650	Orta
C=C	Alkenler	3300-3500	Orta
C=C	Aromatik halkalar	1610-1680	Değişken
C≡C	Alkinler	1500-1600	Değişken
C-N	Aminler, amidler	2100-2260	Değişken
C≡N	Nitriller	1180-1360	Kuvvetli
C-O	Alkoller, eterler, karboksilik asitler, esterler	2210-2280	Kuvvetli
C=O	Aldehitler, ketonlar, karboksilik asitler, esterler	1050-1300	Kuvvetli
NO ₂	Nitro bileşikleri	1690-1760	Kuvvetli
		1500-1570	Kuvvetli
		1300-1370	Kuvvetli

Şekil 4.8.8. Bazı organik grupların grup frekansları [1]

Absorbans (A): Bir ışın demeti katı, sıvı veya gaz tabakasından geçerse belirli bir frekanstaki ışınların şiddeti seçimli olarak azalır. Bu olaya absorpsiyon denir. Gelen ışık şiddetinin geçen ışık şiddetine oranının logaritmasıdır.

$$A = \log \frac{I_0}{I} \quad (4.8.1)$$

Geçirgenlik (T): Geçen ışık şiddetinin gelen ışık şiddetine oranıdır. Genellikle yüzde geçirgenlik olarak ifade edilir. Absorbans ile geçirgenlik ters orantılıdır. Biri artarken diğeri azalır.

$$A = -\log T \quad (4.8.2)$$

Bir çözeltinin geçirgenliği ve absorbansı; ışının geçtiği yol, çözeltinin konsantrasyonu ve her bileşik için sabit olan molar absorpsiyon katsayısına bağlıdır. Moleküllerin seçilen dalga boyundaki ışınmayı absorplaması sonucu ışın demeti şiddetinde ortaya çıkan azalma **Lambert-Beer** eşitliği ile verilir.

$$A = \epsilon \cdot l \cdot C \quad (4.8.3)$$

ϵ = molar absorpsiyon katsayısı (L/mol.cm)

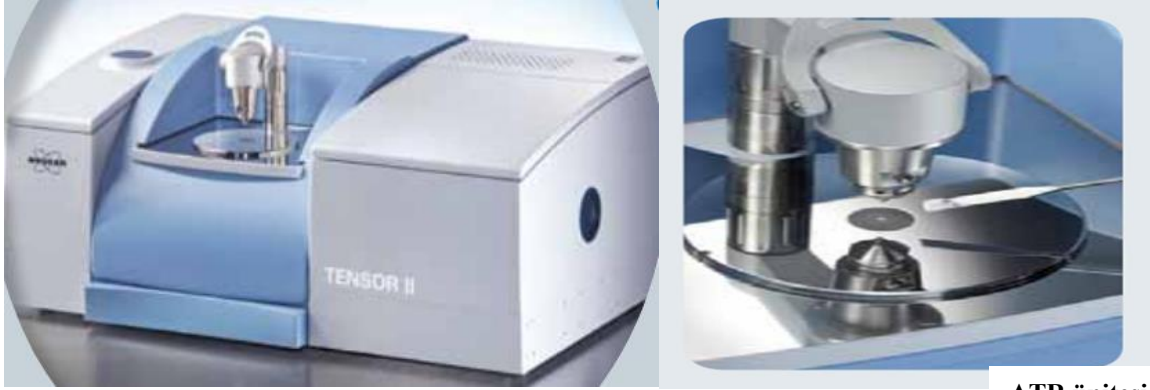
l = ışın demetinin geçtiği yol (cm)

C = çözelti konsantrasyonu (mol/L)

Konsantrasyon ve absorpsiyon arasındaki grafiğin eğimi bir doğrudur. Ancak, her zaman bir doğru elde edilemez yani **Lambert-Beer kanunundan** sapmalar da (cihazdan, kimyasal maddelerden veya analizci hatasından kaynaklanan sapmalar) görülebilir.

4.8.4. Deney Sistemi

Yapılacak olan analizde Bruker marka ATR ünitesi olan FTIR spektroskopisi kullanılacaktır.



ATR ünitesi

Şekil 4.8.9. ATR ünitesi içeren FTIR spektroskopisi

4.8.5. Hazırlık Soruları

Bir molekülün infrared ışınını absorplaması için ne gerekir? Örnek vererek açıklayın.

Moleküler titreşim tipleri nelerdir? Neden kaynaklanır?

Karbon dioksit çizgisel bir molekül olduğuna göre kaç titreşim şekli vardır? Kaç absorpsiyon piki olması beklenir?

H₂O açısall bir molekül olduğuna göre kaç titreşim şekli vardır? Kaç absorpsiyon piki olması beklenir?

Infrared spektrometresinde kullanılan ışın kaynağı, monokromatör ve dedektörler nelerdir? Açıklayın.

Infrared spektrometresi için katı numune hazırlama teknikleri nelerdir? ATR nedir? ATR kristalleri nelerdir? Bu teknik hangi maddelerin infrared spektrumlarını almak için kullanılır?

Kaynaklar

[1] Enstrümental Analiz İlkeleri, Bilim Yayıncılık, Editörler: Prof. Dr. Esmâ Kılıç - Prof. Dr. Fitnat Köseoğlu - Prof. Dr. Hamza Yılmaz

[2] http://www.bayar.edu.tr/besergil/IR_1.pdf

[3] Enstrümental Gıda Analizleri, Ege Üniversitesi Yayınları, Prof. Dr. Yaşar Hışıl

4.9 Sıvı Seviye Kontrol

4.9.1. Genel Bilgiler

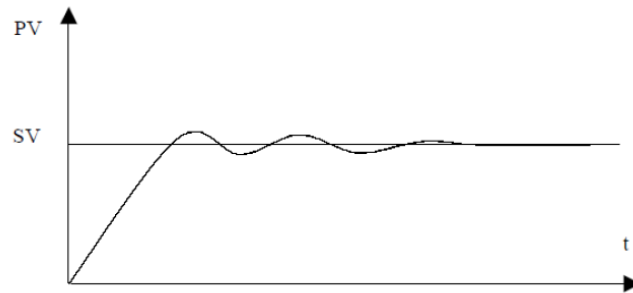
Sıvı seviye sistemlerini pnömatik ve elektronik olarak çalışan otomatik kontrol sistemleriyle incelenmektedir [1-4]. Güvenli ve verimli tesis işletiminde artan önem göz önüne alındığında proses kontrolün önem kazanması son derece doğaldır [5]. Bilgisayar destekli proses kontrol sistemleri olmadan, ürün kalitesini ve çevre koşullarını tahmin ederek, güvenli ve karlı bir şekilde modern tesisleri çalıştırmak mümkün olmamaktadır [5]. Proses kontrolün birinci hedefi, prosesi istenilen işletme koşullarında güvenli ve verimli bir şekilde tutmak ve bu arada çevre ile ürün kalite gereksinimlerini sağlamaktır [5].

4.9.1.1. Geri beslemeli kontrol ediciler

Geri beslemeli kontrolün ayırt edici özelliği, kontrol edilen değişkenin ölçülerek, bu ölçümlerin ayarlanan değişkenin ayarlamasında kullanılmasıdır. Geri beslemeli kontrolde bozan etken değişkeni ölçülmez. Geri beslemeli kontrolün önemli bir avantajı, bozan etken kaynağından bağımsız olarak düzeltici hareketin oluşmasıdır. Diğer bir avantajı ise, ölçülemeyen bozan etkenler ve proses değişimlerine karşı kontrol edilene değişkenin hassasiyetini azaltmasıdır. Bununla beraber geri beslemeli kontrol edicinin bir sınırlaması vardır: bozan etken, prosesi bozuncaya kadar herhangi bir düzeltici hareket olmaz [5].

4.9.1.2. Temel kontrol modları

Standart geri beslemeli kontrol algoritmaları proses endüstrisinde geniş yer bulmaktadır ve baskın olan tipleri oransal integral türevsel (PID) kontrol ve açma-kapama kontroldür. Oransal kontrol ile geri beslemeli kontrolde amaç hata sinyalini sıfıra düşürmektir. İntegral kontrol eylemi için, kontrol edici çıktısı zaman boyunca hata sinyalinin integraline bağlıdır. İntegral kontrol eylemi sıkça kullanılır çünkü, ofsetin elimine edilmesi gibi önemli bir avantaj sağlar. Türevsel kontrol eyleminin fonksiyonu, hata sinyalinin değişim hızını ele alarak, sinyal gelecekteki davranışını tahmin etmektedir. Oransal (P), Oransal Türevsel (PD), Oransal İntegral (PI) kontrolün yeterli gelmediği, karmaşık proseslerde Oransal İntegral Türevsel (PID) kontrol sistemleri devreye girer. Oransal kontrolde oluşan ofset integral algoritmasıyla, istenen değer çok üzerine veya altına çıkılması (overshoot ve undershoot) ise türev algoritması ile giderilir. PID parametrelerinin doğru ayarlanması ile mükemmel bir kontrol sağlanabilir [5].



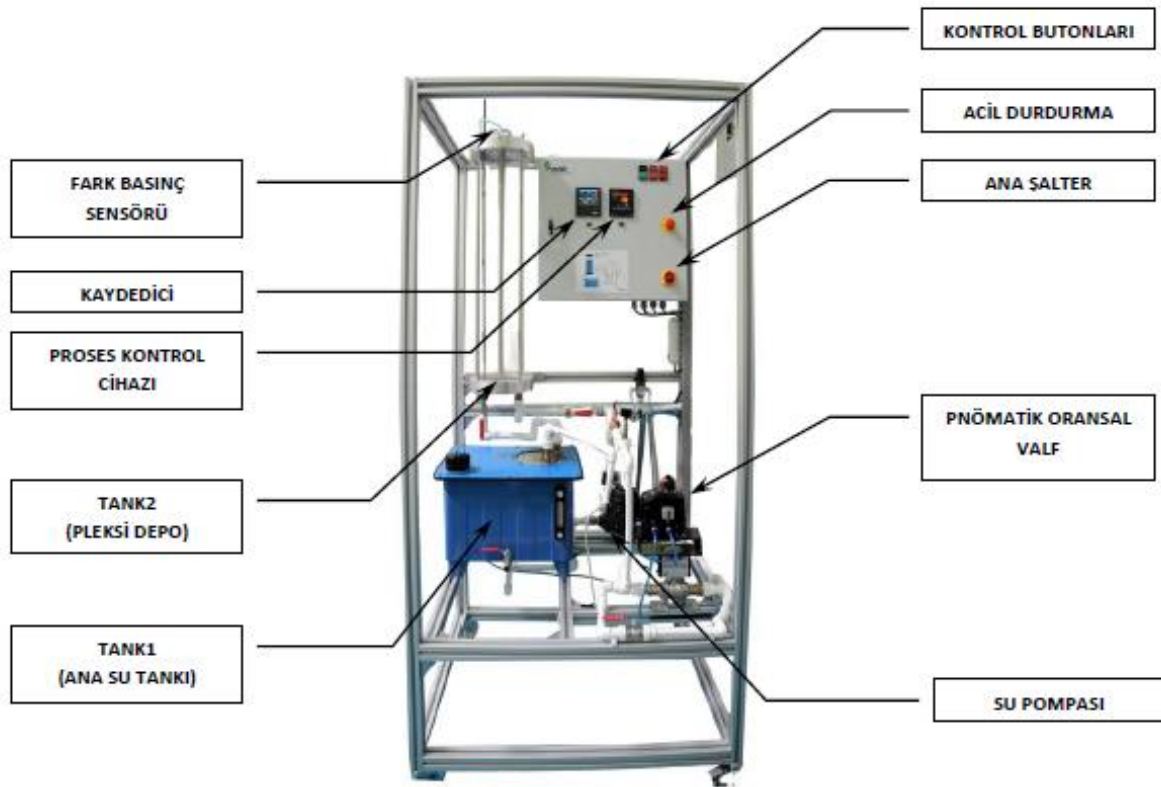
Şekil 4.9.1 Oransal İntegral Türevsel (PID) Kontrol Kullanılan Prosesin Reaksiyon (Cevap) Grafiği

4.9.2. Amaçlar

Deneyin amacı Oransal (P), Oransal İntegral (PI) ve Oransal İntegral Türev (PID) kontrol tekniklerinin karşılaştırılması, bu tekniklerin sistem üzerine etkilerinin incelenmesi, giriş değişkeni olarak vana açıklıklarına basamak etki vererek sıvı seviyesinin dinamik davranışının incelenmesi, dinamik veriler kullanılarak proses reaksiyon eğrisi yöntemi ile birinci mertebeden ölü zamanlı prosesin transfer fonksiyonunun elde edilmesi ve Cohen-Coon yöntemiyle PID parametrelerinin hesaplanmasıdır [1, 2].

4.9.3. Materyal ve Metot

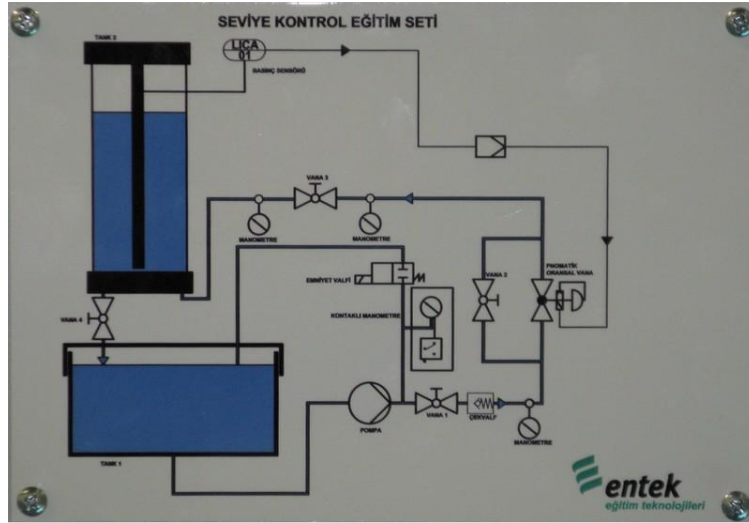
Sıvı seviye kontrol sistemi start, stop ve alarm kontrol butonları, elektrik bağlantı kutusu, pozisyoner, pnömatik aktuatör ve bir inç küresel vandan oluşan pnömatik oransal vana, su pompası, çek valf, ana su tankı, pleksi depo, fark basınç sensörü, kaydedici, proses kontrol cihazı, vanalar ve kumanda panosu ve dönüştürücüden (transmitter) oluşmaktadır. Fark basınç sensörü; Yüksek ve düşük basınç girişleri arasındaki basınç farkını ölçen, sonucu 4-20 mA veya 0-10 V olarak veren sensördür. Düşük basınç girişi 1 atm. olan dış atmosfer basıncını algılar. Yüksek basınç girişi TANK-2 (Pleksi depo) içindeki su miktarının tabanda yaptığı hava basıncını algılar. Sensör 0-7 kPa arası basıncı ölçebilir (4-20 mA çıkışı kaydedici için, 0-10 v çıkışı proses kontrol cihazı için kullanılmaktadır). Proses kontrol cihazı (process controller): Oransal vanayı p, pi veya pid kontrol tekniği ile kumanda eden cihazdır. Auto-Tune özelliği ile otomatik parametre değerleri hesaplayabilir. Manuel olarak da parametre ataması yapılabilir. Dönüştürücü (Transmitter); UST100-0/1/1/0 model ORDEL marka gerilim-akım dönüştürücüdür [6].



Şekil 4.9.2 Sıvı seviye kontrol sistemi



Şekil 4.9.3 Proses kontrol cihazı



Şekil 4.9.4 Sıvı seviye kontrol sistemi blok diyagramı

4.9.4. Deneyin Yapılışı

Sıvı seviye sistemi için; Sistem açık hat işletilirken bilgisayar aracılığıyla vana açıklığı belli bir değere ayarlanır. Pompa devreye alınarak sıvı seviyesinin yatışkın koşula gelmesi beklenir ve giriş akış hızı ölçülür. Sistem yatışkın koşula geldikten sonra vana açıklığına basamak etki verilerek dinamik analiz yapılır. Dinamik analiz esnasında 30 saniyede bir bilgisayar ekranından okunan sıvı seviyesi kaydedilir. Sistem ikinci yatışkın koşula gelene kadar bu işleme devam edilir ve yatışkın koşul elde edildikten sonra giriş akış hızı tekrar ölçülür. Zamana karşı okunan sıvı seviye değerleri grafiğe geçirilerek proses reaksiyon eğrisi elde edilir. Reaksiyon eğrisi yöntemiyle birinci mertebeden ölü zamanlı prosesin iletim fonksiyonu bulunur [1, 6].

$$G_p(s) = \frac{K}{\tau \cdot s + 1} e^{-\theta \cdot s} \quad (4.9.1)$$

Elde edilen proses iletim fonksiyonunun parametreleri kullanılarak Cohen- Coon yöntemiyle PID kontrol edicinin parametreleri Tablo 1’de yer alan eşitlikler yardımıyla hesaplanır.

Çizelge 4.9.1 PID kontrol için Cohen-Coon parametreleri [1, 6]

$\frac{K}{\tau s + 1} e^{-\theta s}$	K_c	τ_I	τ_D
PID	$\frac{1.35}{K} \left(\frac{\tau}{\theta} + 0.18 \right)$	$\frac{2.5\tau + 0.5\theta}{\tau + 0.61\theta}$	$\frac{0.37\tau}{\tau + 0.19\theta} \theta$

4.7.5. Hazırlık Soruları [1]

Yük etkisi sisteme kaç türlü verilir?

Sıvı seviye kontrol sistemi için sistem modelini, açık hat cevap eğrisini nasıl elde ederiz?

Sıvı seviye sisteminin girdi ve çıktı değişkenleri nelerdir?

Taylor açılımı nedir? Sıvı seviye sisteminin Taylor açılımına göre doğrusallaştırmasını gösteriniz.

Proses kontrolün amaçları nelerdir?

Geri beslemeli PID kontrol sistemlerini blok diyagram çizerek anlatınız.

Sıvı seviye sistemini anlatınız.

Sistemin cevap eğrisinden prosesin transfer fonksiyonu parametreleri nasıl hesaplanır?

Kaynaklar

- [1] Ankara Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya Mühendisliği Bölümü, Laboratuvar El Kitabı-KYM453(2012-2013)
- [2] Alpbaz, M., Hapoglu, H., Akay, B. (2011). Proses Kontrol, Gazi Kitabevi, Ankara.
- [3] KYM 439 Proses Kontrol Uygulamaları Ders Notları, Ankara Üniversitesi, 2003.
- [4] Stephanopoulos, G. (1984). Chemical Process Control, Prentice Hall, New Jersey.
- [5] Seborg, D.E., Edgar, T.F., Mellichamp, D.A., Doyle, F.J. (2011). Proses Dinamiği ve Kontrolü, Çeviri: N.A., Tapan, S., Erdoğan, 3. Basımdan çeviri, Nobel Akademik Yayıncılık Eğitim Danışmanlık.
- [6] Entek Eğitim Teknolojileri. (2013). Sıvı seviye kontrol eğitim seti, Dökümanlar ve Temrinler.

4.10 Sabun Elde Edilme Deneyi

4.10.1. Genel bilgiler

Sabun, yağ asitlerinin alkali (sodyum veya potasyum) tuzları olan ve yüzey aktif madde özelliği gösteren maddelerdir. Yüzey aktif maddelerin pek çoğu, molekülün bir ucunda suyu çeken (hidrofilik) ve diğer ucunda suyu iten (hidrofobik) bir grup bulundurur. $R-COO^-Na^+$ genel formülü ile gösterilen sabunda R kısmı hidrofobik kısmı, $-COO^-$ kısmı hidrofil kısmı temsil eder.

Sabun yapımında yaygın olarak kullanılan bazlar, kostik soda olarak bilinen sodyum hidroksit ve kostik potas olarak da bilinen potasyum hidroksittir. Baz olarak sodyum hidroksit kullanıldığında sodyum sabunu (sert sabun) oluşur. Baz olarak potasyum hidroksit kullanıldığında oluşan sabunaysa potasyum sabunu (arap sabunu) adı verilir. Potasyum sabunları, sodyum sabunlarından daha çabuk erir ve yumuşak bir yapıya sahiptir.

Kirli ve yağlı şeyleri temizlemek üzere kullanılan sabun, yağ asitlerinin sodyum potasyum ve amonyumla meydana getirdiği tuzlardır. Ancak tüm yağ asitlerinin tuzuna sabun denilmemektedir. Doymamış yağ asitlerinin elde edilen sabunlar doymuş yağ asitlerine oranla suda ve alkolde daha fazla erir. Oleik, stearik ve palmitik asitler gibi doymuş yağ asitlerinin sabunları soğuk suda az sıcak suda çok çözünür.

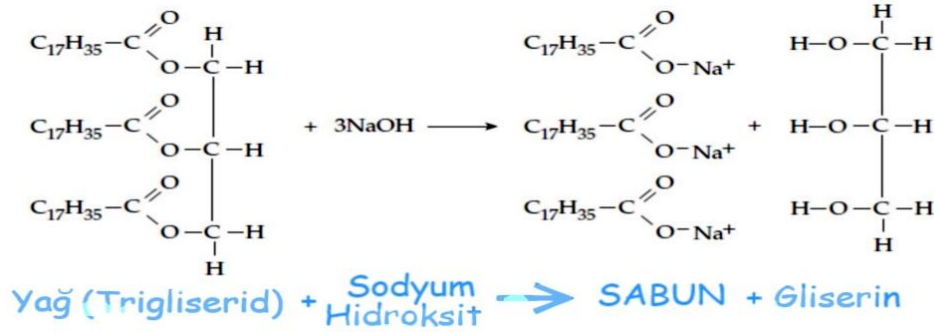
Sabun sanayiinde kullanılan yağlar çok çeşitli olup bunlar arasında en yaygın sıvı bitkisel yağlar, keten, kendir, ayçiçeği, zeytin, pirina, haşhaş, pamuk, susam, mısır, fındık, badem ve hint yağlarıdır. Katı bitkisel yağlar olarak, palm yağı, palmist yağı ve koko yağı, hayvansal yağ olarak ise, iç yağı, kemik yağı ve domuz yağı kullanılır.

Sabunun temizleme işlemi şu şekilde anlatılabilir: Kirli yüzeylerde bulunan kirlerin çoğu, çok ince bir yağ tabakasıyla sarılırlar. Bu yağ tabakasının uzaklaştırılması aynı zamanda kir parçacıklarının da uzaklaştırılması anlamına gelir. Bir sabun molekülü, bir ucunda çok polar yada iyonik grup bulunan uzun, hidrokarbon benzeri karbon zincirinden oluşur. Karbon zinciri hidrofobik iken polar uç ise hidrofilik özelliğe sahiptir. Bu özelliğinden dolayı sabun su ile çalkalandığında koloidal bir dağılma oluşur. Kir ile karşılaşan sabun molekülleri hidrofobik kısmıyla yağ damlacıklarını sarar ve hidrofilik kısmıyla suda emülsiyon oluşturur.

Böylece yağ damlacığı su içine alınmış olur. Bu işlem sonrasında sabundaki yağ damlacığı da suyla birlikte akıp gider.

Bir yağın (esterin) gliserin ve uzun zincirli karboksilli asidin sodyum tuzunu verecek biçimde alkali hidrolizi tepkimesine sabunlaşma denir. Yağlar kuvvetli bir bazla karıştırıldıklarında, yağ asitlerinin tuzu ve gliserin olmak üzere iki bileşene ayrılır.

Sabunun oluşum reaksiyonu aşağıdaki görülmektedir.



Şekil 1. Sabun oluşum reaksiyonu

4.10.2 Sabun Çeşitleri

Piyasada pek çok sabun çeşidi bulunmaktadır. Genel olarak kıvamına ve kullanım alanlarına göre ikiye ayırabiliriz.

4.10.2.1 Kıvamına Göre

Yağ asitlerinin sodyum tuzları katı sabunları, potasyum tuzları ise sıvı sabunlarını oluşturur.

4.10.2.1.1 Sert Sabunlar (Na⁺ Sabunları)

Sodyum hidroksit kullanılarak yapılan sabunlara sert sabun denir. Kehribar renginde ya da yarı saydam halde olan bu tür sabun yaklaşık % 62 yağ asidi içerir. Sert sabunlar buharla ısıtılan kazanlarda ya da teknelerde sıvı veya katı bitkisel ve hayvansal yağların sodyum hidroksit veya sodyum karbonatla reaksiyonu ile elde edilir. Sert sabunların ihtiva ettiği özellikler;

- ✓ Yağ asidi oranı ortalama %70-75 olmalıdır.
- ✓ Bileşiminde %25'ten fazla nem bulunmamalıdır.
- ✓ Suda eridiğinde tortu bırakmamalıdır.
- ✓ Sağlığa zararlı katkı maddeleri içermemelidir (boya, esans vb.).
- ✓ Çamaşırlarda renk bırakmamalıdır.

- ✓ Çok çabuk eriyip fire vermemelidir.
- ✓ Kullanırken şekli bozulmamalıdır.



Şekil 10.1 Katı sabun

Sert sabunlar külçe (çekirdek), külçe-tutkal ve tutkal sabunlar olmak üzere üçe ayrılır.

Külçe (çekirdek) sabunları

Külçe sabunlarında yağ asidi olarak, stearik, palmitik, oleik asitleri, yağ olarak, iç yağı, kemik yağı, palm yağı ve zeytinyağı kullanılır. Sabunlaştırmada, NaOH ve Na₂CO₃'tan faydalanılır. Yağlar sabunlaştırıldıktan sonra, meydana gelen sabun çözeltisinden sabun, NaCl ile çöktürülür. Bu sınıf sabunlara, çamaşır sabunları ve Marsilya tipi sabunları örnek gösterebiliriz.

Külçe-tutkal sabunları

Bu tip sabunların külçe tipi sabunlardan farkı, laurik ve miristik asitleri de bir miktar içermiş olmalarıdır. Laurik ve miristik asitleri yağ olarak koko, palm veya palmist yağlarından temin edilir. Üretimlerinde 1/3 oranında hayvansal yağ, 1/3 oranında zeytinyağı veya benzer bitkisel yağlar ve 1/3 oranında koko, palm veya palmist yağı kullanılır. Sıcakta NaOH ile sabunlaşma yapıldıktan sonra NaCl ile çöktürme yapılır. Çökme tam olmadığından sabunun bir miktarı çözeltide kalsa da bu çözelti yine sabun pişirilmesinde kullanılır. Özellikle tuvalet sabunu üretimi için en uygun yöntemdir.

Tutkal sabunları

Bu sabunlar 80-90°C'yi geçmemek üzere ısıtılarak yapılır. Esas itibariyle laurik ve miristik asit gibi nispeten düşük karbon sayılı yağ asitleri kullanılır. Bir miktar palmitik asit de ayrıca

kullanılır. Yağ olarak ise, koko, palm, pirina veya zeytinyağları kullanılır. Bu belirtilen yağlar, 35°C'lik sudkostik çözeltisiyle sıcakta kolayca sabunlaştırılır. Sabun çözeltiden NaCl ile çöktürülmez. Çözeltinin bütünü dondurulur ve dondurulan bu karışım gliserin ve su içerir. Ayrıca dolgu maddesi de katılabilir. Bu tip sabunlar tuzlu deniz suyunda bile iyi köpürürler.

4.10.2.1.2 Yumuşak Sabunlar

İki, üç ve daha çok çifte bağ ihtiva eden yağ asitlerinin potasyum tuzlarıdır. Potas kostik(potasyum hidroksit) kullanarak elde edilen yumuşak ve kahverengine yakın sabunlardır. Halk arasında arap sabunu olarak bilinen temizlik içlerinde ya da sanayide kullanıla bilen bir sabundur. Arap sabunu üretiminde ayçiçek yağı, kenevir, mısırözü gibi linol veya linoen asidi bakımından zengin yağların yanı sıra keten tohumu ve balıktan çıkarılan yağlar kullanılır. Yumuşak sabunların ihtiva ettiği özellikler;

- ✓ Macun kıvamında olup, koyulduğu kabın şeklini kolayca alabilmelidir.
- ✓ Şeffaf, homojen ve tortusuz olmalıdır.
- ✓ Güzel, hoş kokulu olmalıdır.
- ✓ Açık kahverengi veya sarı renkte olmalıdır.

4.10.2.2 Kullanım Alanlarına Göre

El sabunu; İçinde hiç su bulunmayan son derece homojen bir hamur elde edilebilecek biçimdeki en yüksek nitelikli yağlı malzemelerden hazırlanır. Bu sabuna boyar maddeler, kokular, bakteri öldürücü etkenler (deodoran sabunlar) ve deriyi yumuşatıcı maddeler (zeytinyağı, süt, lanolin, vb.) katılır.

Tıraş sabunu; Kalıplaşmış ve sıkıştırılmış sabunlardır.

Talaş sabunu; Bu sabun ılık ya da soğuk suda hemen çözünür: Bu nedenle hassas dokumaların yıkanmasında kullanılır. Talaş sabununda % 73 yağ asidi vardır. Özellikle toz deterjanlarla birlikte çamaşır makinelerinde kullanılır.

Çözücü sabun; Yağlı ve çok kirli maddelerin yıkanmasında kullanılır. Kireçli sulara karşı dayanıklıdır. Cildi uyarmak, yumuşatmak ve beslemek için kullanılır. Bileşimine yağları ve yağlı maddeleri çözebilen aseton, butil alkol, heksalin, izopropil alkol, benzen, kloroform,

karbon tetraklorür, klisen, terebentin, toluen, trikoloetilin ve kimi petrol türevleri katılmaktadır.

Toz sabun: Yağ asitleri ile reçine asitleri oranı en az %82 olan toz halinde sabunlara denir.

Tuvalet sabunu: Hemen hemen içinde hiç su bulunmayan son derece homojen bir hamur elde edilebilecek biçimdeki en yüksek nitelikli yağlı maddelerden hazırlanan sabun çeşididir. Bu sabuna boyar maddeler, kokular, bakteri öldürücü etkenler ve deriyi yumuşatıcı maddeler katılır.

Sıvı sabun; Sıvı sabunlar, soğuk suda çözünmeleri ve kolayca kullanılmaları bakımından evlerde ve sanayide kullanılırlar. Bileşiminde %36 oranında hindistan cevizi yağından yapılmış potas sabunu bulunan sulu çözelti, sıvı sabun adını almıştır. Sıvı sabunlar, saydam, tortusuz ve akıcı olmalıdır. Sıvı sabun üretiminde, koko yağı, hurma çekirdeği yağı ve hint yağı kullanılır. Sıvı sabun üretiminde kullanılan suyun sert olmaması veya destile su olması tercih edilir. Sabunu sıvı halde tutmak veya jelatinleşmeyi önlemek için mayileştirici alkol, potasyum karbonat, potasyum klorür ve amonyum tuzları kullanılır. İlave edilen alkol ve gliserin miktarı, sabunun %5'inden fazla olursa köpürmeyi önler. %1-3 şeker soğukta bile bulanıklaşmayı önler.

Sabunlar temizlik maksadı dışında; kozmetik, losyon, krem, spre, ilaç yapımında kullanılır. Endüstride boya, plastik, döküm, metal çekme işlerinde, sentetik kauçuk, plastiklerin birçok türünde ve su geçirmez tekstil üretiminde kullanılmaktadır.

4.10.3 Sabun Yapılırken Kullanılan Katkı Maddeleri

- ✓ Tinopal: Optik beyazlatıcıdır.
- ✓ Titandioksit: Sabunun rengim açmak için kullanılan maddedir.
- ✓ Blankit: Sabun hamurunun pişirilmesi sırasında renginin açılması için kullanılır.
- ✓ EDTA: Metal katyonlarının kompleks oluşturacak şekilde bağlanmasını sağlar.
- ✓ Kasein: Sabunun bozulmasını önleyen etkin bir antioksidandır.
- ✓ Eutonol G: Cildin kurumasını önler. Sabunu plastifie eder ve dış yüzey parlaklığı verir. Çatlamayı önler ve sabunu iyi köpürtür.
- ✓ Komperland KD: Köpükte stabilite sağlar. Parfümü tespit eder, cildin kurumasını önler ve köpük yapısına etki eder.

- ✓ Kükürt: Dezenfektan özellik gösterir.
- ✓ CMC: Sabunun yüzey aktif özelliğini daha da arttırmak için yüzey aktif olmayan CMC eklenir. CMC' nin lifteki kirleri taşıma ve absorblama özelliği vardır.
- ✓ Kalgon: Ca ve Mg iyonlarını bağlayarak su yumuşatma ajanı olarak kullanılır. Kirlerin liflere yapışmamasını sağlar.
- ✓ TurpinoI SL: Antioksidandır. Ağır metal kalyonlarını bağlar. Sabun hamuruna katılır.
- ✓ Alüminyum sülfat: Gliserin fabrikasında lessiv sularını temizlemek için kullanılır.
- ✓ Lusidol: Renk açmak için (prina yağlarının yeşilliğini açmak için) kullanılır.
- ✓ Stabilon: Sabun hamurunda bozulmayı ve kokuşmayı önler.
- ✓ Sodyum klorit: Yağın beyazlatılmasında kullanılır.

4.10.4 Sabun Üretimi Metotları

Fabrikalarda sabun, sabunun esas maddesi, fabrikanın büyüklüğüne göre, 5-10 tonluk kazanlarda kaynatılarak yapılır. Kazan maden kömürü, talaş ve zeytin posası sıkılarak ısıtılır. Kazana önce yağlar atılır. Onlar kaynarken sulu maden tuzları eriyikleri katılır. Isının etkisiyle sabunifikasyon başlar. Yağ asidi ile gliserin ayrılır, yağ asidi maden tuzuyla birleşir, organik tuz haline gelir. Bu organik tuz, sabundur. Kazandaki sabunun içindeki gliserine tuz eriyiği katılınca gliserin dibine çöker, koni biçimindeki kazanın dibindeki musluk açılıp gliserin boşaltılır.

Sabunu gliserinden iyice temizlemek için sabun birkaç defa yıkanıp soğutulur (bu iş bazen 2 - 3 hafta sürer). Sonra pervaneli kazanlara konur. Burada hafif hafif dövülerek önce ısıtılır, sonra soğutulur. Sabun kalıba dökülürken, istenirse boya veya koku katılır. Bu iş, kazana suda kolayca eriyen bir boya ile renklendirilmiş su veya kokulu sular katmak suretiyle yapılır. Sabun bulamacı, döküldükten sonra birinci soğuma kalıplarına dökülür. Burada soğurken küçülür. Yumuşak halde, kolayca kalıptan çıkar. Sonra ikinci kalıplara konur. Burada cendere ile sıkıştırılarak istenen şekil verilir. Üzerine yazı veya süsler basılır.

Sabun üretiminde iki temel yöntem kullanılır:

- ✓ Yağların potalarda sabunlaştırılması
- ✓ Yağ asitlerinin nötralizasyonu ile sabunlaştırma

4.10.4.1 Yağların Potalarda Sabunlaştırılması

Açık kazanlarda direkt ısıtma yapılarak gerçekleştirilen bir işlemdir. Kazan 3 ayrı kısma bölünür. Sabun yapımında yağ, önce kazanda ısıtılır. Seyreltik kısımdan bağlanarak serbest yağ asitleri nötrale edilir. Sonra kaynatmaya bağlanır. Sabun oluşunca akıcı yapmak için bir miktar NaOH çözeltisi katılır. Bu işlem reaksiyon süresini kısalttığı için redüksiyon ismi ile adlandırılır. Bundan sonra fazladan NaOH çözeltisi eklenerek sabun çözeltiden ayrılır. Bu esnada ortam fazla sıcak olduğundan sabun yarı sıvı halde yüzeye çıkar. Alttaki çözelti akıtılır. Kalan sabuna bir miktar sertliği giderilmiş su katılır ve sabun pişik bir hal alır ve kalıplara dökülerek kalıplanır.

4.10.4.2 Yağ Asitlerinin Nötralizasyonu İle Sabunlaştırma

Yağ asitlerinden itibaren sabun üretiminin sağladığı avantajlar şu şekilde sıralanabilir: Modern tesislerde yağ asidi ve yağ ayrı ayrı ısıtıldıktan sonra bir dispersiyon makinasında hızla dispersiyon oluşumu ile birlikte reaksiyon süratle gerçekleştirilebilir. Sud kostik yerine soda çözeltisi kullanıldığında köpürmeye neden olan CO₂ oluşacağından bunun giderilmesi için buhar gönderilerek gaz çıkışı kolaylaştırılır.

4.10.5. Amaçlar

Bu deneyde sabun üretimi gerçekleştirilecektir. Ayrıca sabun üretim reaksiyonu ve prosesi hakkında bilgi edinilecektir.

4.10.6. Materyal ve metot

4.10.6.1. Materyal

Bu deney için gerekli malzemeler listesi:

Bitkisel yağ, 200 ml erlen, etil alkol, % 20 (w/w) NaOH çözeltisi, baget, ısıtıcı tabla, NaCl, nuçe erleni, nuçe başlığı, süzgeç kağıdı, buzlu su, terazi.

4.10.6.2. Metot

Başlangıç maddesi olarak bitkisel yağ kullanılır. 20 g bitkisel yağ 200 ml lik erlene konulur. 20 ml etil alkol ilave edilir. Etil alkol ve yağ iki ayrı tabaka oluşturur. Dolayısıyla karışım

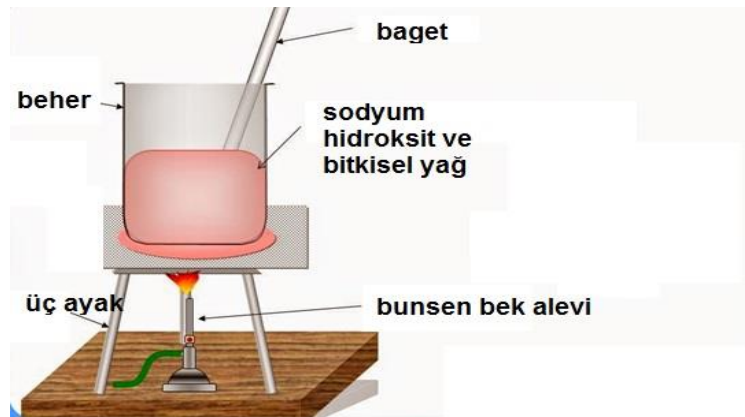
kuvvetle çalkalanmalıdır. Bu çalkalamanın amacı yağı çözmek ve reaksiyonu hızlandırmaktır. % 20 lik (w/w) 25 ml NaOH çözeltisi ilave edilir. Karışım baget yardımıyla karıştırılır ve ısıtıcı üzerinde dikkatle ısıtılmaya devam edilir. Bu işlem yaklaşık 30 dk sürer. Sabun oluşmaya başladığı zaman, köpürmeyi önlemek için çok dikkatli karıştırılmalıdır. Bu hamur sabun ve gliserol karışımıdır. Soğutulmaya bırakılmalıdır. Soğutulduğunda sabun karışımına 100 ml doymuş NaCl çözeltisi ilave edilir. İyi karıştırılır. Na⁺ ve Cl⁻ iyonları polar su moleküllerine bağlıdır. Sulu fazın sabundan ayrılmasına yardım ederler. Bu işlem sabun tuzunun giderilmesidir. Sabun nuche erleni ve başlığı yardımıyla süzülür ve 25 ml buzlu su ile yıkanır. Kurutulur ve tartılarak deney bitirilir. Elde edilecek sabun verimi aşağıda belirtilmiştir.

$$\% \text{ Verim} = \frac{\text{Gerçek Sabun Miktarı (g)}}{\text{Teorik Sabun Miktarı}} * 100$$

Teorik sabun miktarı; sabun oluşum reaksiyonunda kullanılan yağ asidi mol sayısı ile oluşan sabun molekülü mol sayısı eşit durumdadır. Buna göre reaksiyonuna giren yağ miktarı göre oluşan sabun miktarı, molekül ağırlığı hesaplanarak belirlenir.

Gerçek sabun miktarı ise; sabun üretim deneyinden elde edilen yağ sabunun kurutulmasıyla elde edilen miktar olarak tanımlanır.

4.10.7. Deney Sistemi



4.10.8. Hazırlık Soruları

- ✓ sabun nedir?
- ✓ sabun nerelerde kullanılır?
- ✓ sabun oluşum reaksiyonu nasıldır?
- ✓ sabunun temizleme mekanizması nasıl çalışır?
- ✓ Sabun yapılırken kullanılan katkı maddeleri nelerdir?
- ✓ Sabun üretimi metotlarını nelerdir?

4.10.9. Kaynaklar

[1] <https://www.sabunkokusu.com/sabunun-tarihcesi/>

[2] <http://www.sabun.gen.tr/sabun-hammaddesi.html>

[3] <http://www.solvekimya.com/site/makaleler/deterjan-makaleleri/sabun-ve-sabunun-yapisi.html>

[4] [http://www.egelisesi.k12.tr/dosyalar/editor/file/p5\(1\).pdf](http://www.egelisesi.k12.tr/dosyalar/editor/file/p5(1).pdf)

[5] <http://www.solvekimya.com/site/makaleler/deterjan-makaleleri/sabunun-ozellikleri.html>

[6] <http://kim.muhendislik.omu.edu.tr/files/kim.muhendislik/files/SABUN-SENTEZ%C4%B0.pdf>

[7] <https://www.foodelphi.com/sabun-uretimi-deneyi/>

[8] TSE, (1985), Sabun, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara

[9] Alpar, S.R., Hakdiyen, M.İ. ve Bigat, T., (1971), Sınai Kimya Analiz Metodları, İstanbul Üniversitesi Kimya Fakültesi Yayınları, İstanbul.