

T.C.
MERSİN ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI-II

DENEY FÖYÜ

MERSİN

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI II DERSİ İŞLEYİŞ KURALLARI

AMAÇ: Kimya mühendisliği endüstriyel uygulamalarında kullanılan temel işlemler hakkında öğrencilere bilgi verilmesi ve rapor yazma becerilerinin geliştirilmesidir.

İŞLEYİŞ KURALLARI:

1. Laboratuvar ders saatinde başlatılacak; deneyden sorumlu Öğretim Elemanının bilgisi dışında deney ve laboratuvar terk edilmeyecektir.
2. Deney süresince tüm öğrencilerin önlük ve kapalı ayakkabı giymesi zorunludur. Ayrıca laboratuvar süresince cep telefonu kullanmak ve laboratuvarda herhangi bir şey yemek, içmek yasaktır.
3. Öğrenciler deneye hazırlıklı olarak gelmeli, deneyin yapılışı ve kullanılacak ekipmanlar hakkında önceden fikir sahibi olunmalıdır. Deney öncesi yapılacak sınava katılmak ve en az **50 puan** almak zorunludur. Bu puanın altında not alan öğrenci o gün yapılacak olan deneye katılamayacak ve o deneyden telafiye kalacaktır.
4. Öğrenciler deney ve ölçümler sırasında tüm bilgilerin kaydedildiğinden emin olmalıdırlar. Kaydedilen bilgi ve ham verilere ait sayfanın orijinali deney sonunda sorumlu öğretim elemanına verilecek, bir kopyası deney grubunda kalacaktır.
5. Deneylerden önce ve sonra, ilgili tüm ölçüm aletleri sıfırlanmalıdır. Deney sonrasında kullanılan tüm malzemeler yıkanmalı, dökülen kimyasallar ve varsa kırılan cam malzeme ilgili öğretim elemanı gözetiminde uygun şekilde ortadan kaldırılmalıdır. Elektrik, su, gaz, vakum kapalı olarak laboratuvar terkedilmelidir.
6. Raporlar, bir sonraki hafta laboratuvar günü deney öncesi sınavından önce deneyden sorumlu öğretim elemanına teslim edilmelidir.
7. Raporlar bireysel olarak hazırlanacaktır. Hazırlanan raporlarda başka raporlardan alıntı yapılmamalıdır. Yapılan deneylerden rapor getirmeyen öğrenci o deneyden telafiye kalacaktır.
8. Bir deneyden başarılı olabilmek için deney öncesi sınavından yeterli notu almış olmanın yanında deneyin bizzat yapılarak raporunun sunulması gerekmektedir. Bunlardan herhangi birinin yerine getirilmemesi durumunda söz konusu deneyden telafiye kalınmış olacaktır. ME. Ü. Ön Lisans ve Lisans Öğretim ve Sınav Yönetmeliği gereğince; Kimya Mühendisliği Laboratuvarı II dersinden devamlı sayılabilmek için %80 devam zorunlu olup; on deneyin planlandığı laboratuvar dersinden ikiden fazla telafisi olan öğrenciler **DEVAMSIZ** olarak değerlendirilecektir.
9. Telafiye kalınan deneylerden başarılı olabilmek için deney öncesi sınavından yeterli notu almış olmanın yanında deneyin bizzat yapılarak raporunun sunulması gerekmektedir. Bunlardan herhangi birinin yerine getirilmemesi durumunda söz konusu telafi deneyi için sıfır notu verilecektir.
10. Kimya Mühendisliği Laboratuvarı II dersinin okutulduğu dönemlerde **bir arasınav** yapılmaktadır. Bu derslerin başarı notları, aşağıda verilen eşitlikler kullanılarak öncelikle deney notu, ortalama deney notu,

dönem içi ara sınav notu hesaplandıktan sonra hesaplanır. Final/bütünleme sınavlarından alınması gereken en az not 50 puandır.

$$\text{Deney notu} = \%30 \text{ Deney Öncesi Sınav Notu} + \%30 \text{ deney sözlü notu} + \%40 \text{ Rapor notu}$$

$$i=10$$

$$\text{Ortalama deney notu} = \left[\sum_{i=1}^{10} \text{Deney notu} \right] / 10$$

$$\text{Dönem içi ara sınav notu} = [\text{ortalama deney notu} + \text{ara sınav notu}] / 2$$

$$\text{Dönem başarı notu} = [\%40 \text{ dönem içi ara sınav notu} + \%60 \text{ Final/büt. Sınav notu}]$$

11. Uygulamalı ders olarak verilen **KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI II** dersinden başarılı olamayan öğrenciler dersin dönem içi gereklerini (deneylere katılım, rapor vb) yerine getirmek üzere tekrarlamak zorundadırlar.

Bilimsel bir çalışmanın en önemli aşaması yapılanların rapor edilmesidir. Çalışma hayatınızda rapor, müdürünüze, meslektaşınıza, farklı branşlarda çalışan kişilere veya teknikere sunulabilir. Bu nedenle yapılan işin iyi anlaşılması ve düzgün bir dille aktarılması önemlidir. Kimya Mühendisliği Laboratuvarı I ve II dersinde sunulacak raporun **tamamı bilgisayarda** yazılmalı, grafikler ve tablolar uygun bilgisayar yazılımında yapılmalıdır. Sayfa numaralandırmaları unutulmamalıdır. Raporda resmi bir dil ve edilgen fiiller kullanılmalıdır (yapıldı, gözlemlendi gibi). Raporda kullanılan tüm eşitlikler birbirini takip edecek şekilde numaralandırılmalı ve metnin içerisinde, örneğin Eşitlik 1’de görüldüğü gibi – şeklinde bahsedilmelidir. Raporda verilen tüm rakamların virgülden sonraki hane sayısı eşit olmalıdır. Rapor şu bölümleri içermelidir:

- i. Kapak Sayfası
- ii. Sunum/Öz
- iii. İçindekiler
- iv. Özet
 1. Teori
 2. Deneysel Yöntem
 3. Bulgular ve Tartışma
 4. Sonuç
 5. Simgeler ve Kısaltmalar
 6. Kaynaklar
 7. Ekler

KAPAK SAYFASI

Kapak sayfası şunları içermelidir:

- Deneyin adı ve numarası,
- Deneyin yapılış tarihi,
- Grup numarası,
- Grup üyelerinin adı-soyadı ve öğrenci numaraları,
- Deneyi yaptıran öğretim elemanının adı-soyadı,
- Raporun verildiği tarih.

SUNUM /ÖZ

Bir sayfayı geçmemeli ve deney sorumlusuna ithafen, resmi dilde yazılmalıdır. Sunum kısmında deneyin yürütülüşü ve amacı, edinilen bilgiler ve varsa karşılaşılan zorluklar hakkında kısaca bilgi verilmelidir.

İÇİNDEKİLER

Her bölüm ve alt bölümler, sayısı ve karşılık gelen sayfa numarası ile yazılmalıdır. Bu bölümde:

- Konu başlıkları,
- Şekiller dizini,
- Tablolar dizini
- bulunmalıdır.

ÖZET

Bu bölümde deneyin amacı, kullanılan deney sisteminin özellikleri, deneysel koşullar ve parametreler, temel bulgular ve sonuçlar birkaç cümle ile özetlenmeli, alt başlık veya çizim kullanılmamalıdır. Özet 400 kelimeyi geçmemelidir.

1. TEORİ

Deneye temel oluşturan Kimya Mühendisliği prosesi bu bölümde anlatılmalı, hesaplamalar bölümünde kullanılacak önemli eşitliklere ve varsa şekil, çizelge ve korelasyonlara yer verilmelidir. Yazılan bir eşitliğin sonrasında mutlaka, eşitlikte kullanılan tüm semboller birimleri ile birlikte açıklanmalıdır. Bu bölüm herhangi bir kaynaktan doğrudan alıntı şeklide olmamalı, etik bir yaklaşımla yazılmalıdır. Bu bölüm, en az iki sayfa en çok dört sayfa olmalıdır.

2. DENEYSEL YÖNTEM

2.1. Deneyin yapılış amacı

Birkaç cümle ile deneyin yapılış amacı ve kazandırdıkları açıklanmalıdır.

2.2. Deney sisteminin tanıtımı

Çizim ve fotoğraflarla deney düzeneği tanıtılmalı, deney sistemine ait tüm ayrıntılar ve dikkat çekici özellikler açıklanmalıdır..

2.3 Deneyin yapılışı

Deneyin yapılışı ayrıntılı olarak ve adım adım anlatılmalı, işletim koşulları (sıcaklık, basınç, akış vb.) belirtilmeli, sonuçları etkileyebileceği düşünülen tüm koşullar belirtilmelidir.

Bu bölüm deney föylerinin bir kopyası olmamalı, öğrenciler tüm yapılanları kendi cümleleri ile ifade etmelidir. Deneyde yapılmayanlar ve herkes tarafından bilinenler (cihaz fişe takıldı vs.) yazılmamalıdır.

3. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu kısım raporun en önemli kısmıdır. Bulgular şekil ve çizelgeler halinde sunulur ve varsa literatürden elde edilen teorik bulgularla karşılaştırılabilir. Bu bölümdeki çizelge ve şekiller yorumsuz olarak verilmemeli, her şeklin altına çizelgelerin ise üstüne ilgili numara ve şekil/çizelge ismi yazılmalıdır. İsim verirken kolaycılığa kaçılmamalı (zamana karşı sıcaklık gibi), kısa ve açıklayıcı bir başlık seçilmelidir. Çizelge ve şekiller çok büyük alanlara yayılmamalı, farklı verilerle karşılaştırma kolaylığı sağlayacak şekilde düzenlenmelidir.

Bu bölümde şu soruların cevapları bulunmalıdır:

- Hangi veriler sunulmuştur?
- Veriler nasıl analiz edilmiş/ değerlendirilmiştir?
- Veriler nasıl grafiklendirilmiştir ve grafik neyi ifade etmektedir?
- Deneysel veriler teori ile ne derecede örtüşmektedir?
- Değerlendirmede veya teoride herhangi bir kabul yapılmış mıdır?
- Muhtemel hata kaynakları nelerdir, hata ne kadar büyüktür ve nasıl düzeltilebilir?
- Literatürde benzer çalışma var mıdır, varsa bulunan sonuçlar benzer midir?

4. SONUÇLAR

Bu bölüm kısaca sonuç hakkında fikir sahibi olmak isteyen okuyucu için hazırlanır. Ayrı cümleler halinde, bulgular ve yapılan temel yorumlar kısaca sunulur, varsa iyileştirme ve hataların azaltılması için önerilerde bulunulur. Bu kısım bir sayfayı geçmemeli, genel bilgiler deney sonucuymuş gibi sunulmamalıdır.

5. SİMGELER VE KISALTMALAR

Rapor boyunca kullanılan tüm simge ve kısaltmalar birimleri ile birlikte tek bir sayfada alfabetik sırada listelenmelidir.

6. KAYNAKLAR

Rapor yazımında yararlanılan tüm kaynaklar (kitap, bilimsel makale, internet siteleri vb.) rapor içinde kullanıldığı yerde numaralandırılmalı ve bu bölümde numaralandırıldığı şekilde sunulmalıdır. Kaynak yazım formatı ile ilgili örnekler aşağıdadır.

Kitaplar:

- R.E. Treybal, “Mass-Transfer Operations”, 3rd ed., pp. 35-37, McGraw Hill, Singapore, 1988.

Dergiler:

- Silverman, L., Bradshaw, W., Ind. Eng. Chem., 48, 1242-1247 (1956)

Patentler:

- Standard Francaise des Petroles, Lubricants, French Patent 991724 (Oct. 9. 1951)

Web Kaynakları

-Tüm URL adresi verilmelidir: <http://www.sciencedirect.com/>

7. EKLER

7.1. Ek 1. Veri sayfaları

7.2. Ek 2. Kalibrasyon eğrileri

7.3. Ek 3. Hesaplamalar

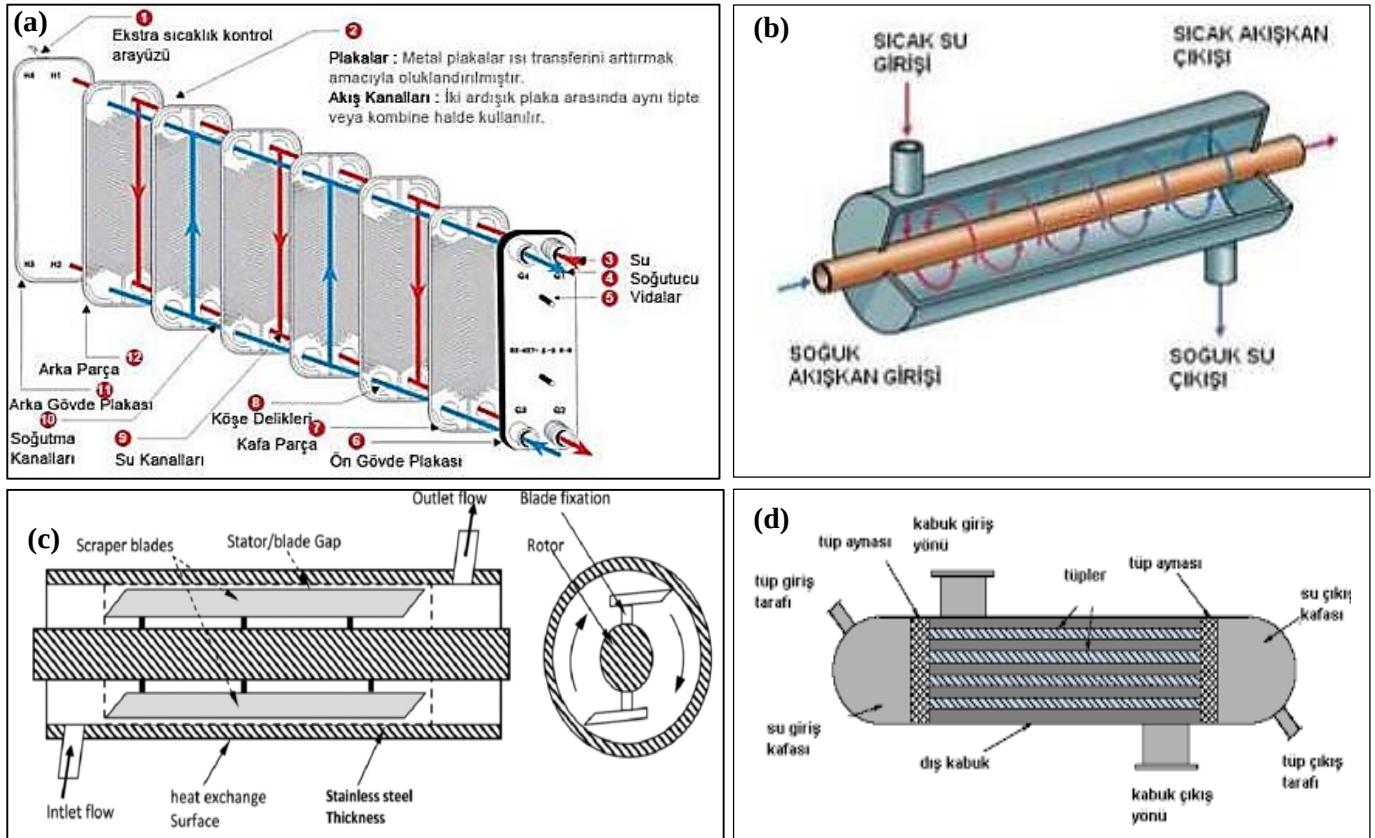
7.4. Ek 4. Diğer teknik belgeler (varsa)

ÇİFT BORULU ISI DEĞİŞTİRİCİDE TOPLAM ISI TRANSFER KATSAYISININ BELİRLENMESİ

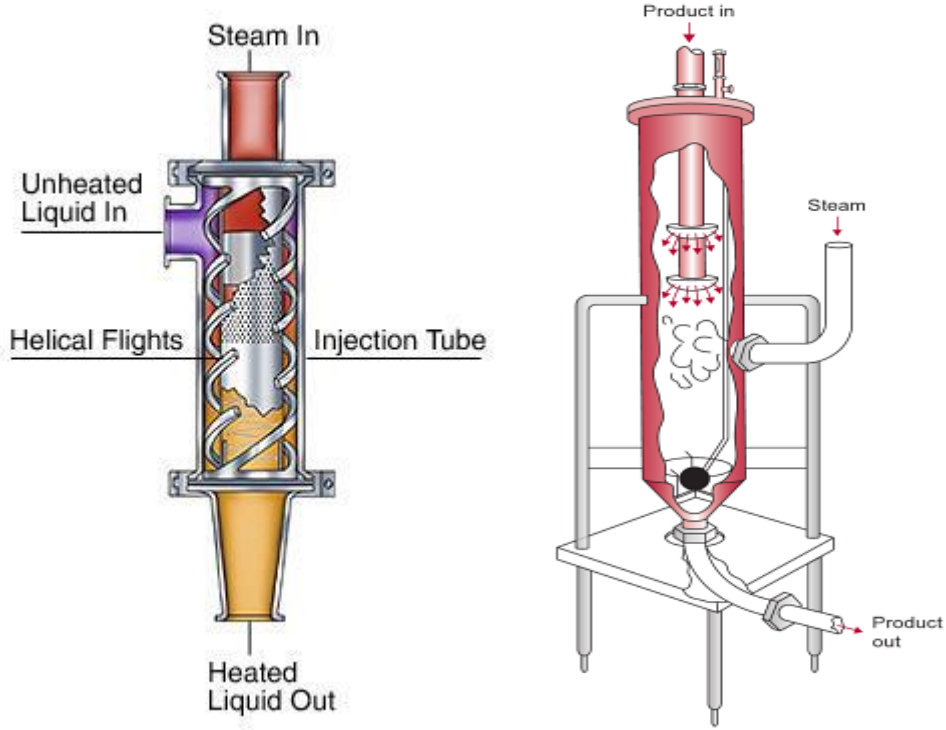
1. DENEYİN AMACI: Birbirinden duvar ile ayrılmış, içerisinde akışkan olan ve birinden diğerine dolaylı yoldan ısıtma veya soğutmanın yapıldığı sistemlerin (ısı değiştirici) incelenmesi ve sistem parametrelerinin gerçekleşen ısı transferine ve çeşitli tasarım parametrelerine olan etkisinin araştırılması.

2.GENEL BİLGİLER

Isı değiştiriciler farklı sıcaklıklarda ve birbirine temas etmeyen iki akışkan arasındaki ısı transferini sağlayan ekipmanlardır. Genel olarak doğrudan temaslı ve dolaylı temaslı ısı değiştiriciler olarak iki gruba ayrılırlar. Dolaylı temaslı ısı değiştiriciler; plakalı (Şekil 1.a), borulu (Şekil 1.b), sıyrıcı yüzeyli (Şekil 1.c) ve kabuk ve tüp geçişli (Şekil 1.d) olarak gruplandırılır. Bu tip ısı değiştiricilerde ürün ile ısıtma veya soğutma ortamı genellikle ince bir metal duvar ile fiziksel olarak ayrılmıştır. Doğrudan temaslı ısı değiştiriciler buhar enjeksiyonlu (Şekil 2.a) ve buhar enfüzyonlu (Şekil 2.b) olarak gruplandırılır. Bu tiplerde ise ürün ile ısıtma ortamı arasında fiziksel bir temas söz konusudur. Buhar enfüzyonlu ısı değiştiricilerde buhar ve ürün birbirine karışırken; buhar enjeksiyonlu ısı değiştiricilerde ürüne buhar püskürtülür.

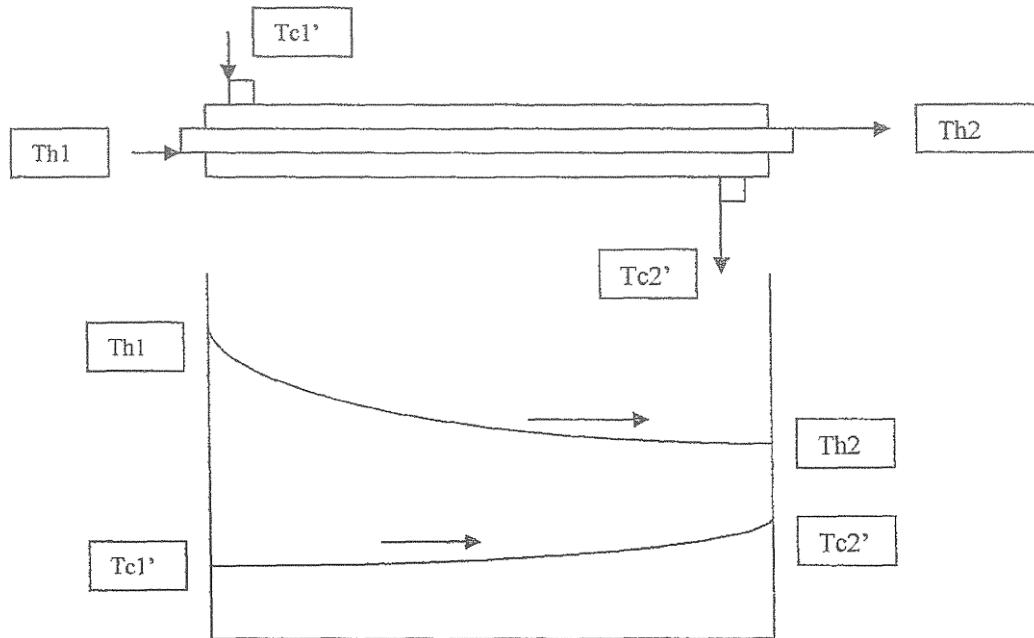


Şekil 1. Dolaylı temaslı ısı değiştiriciler (a) plakalı, (b) borulu, (c) sıyrıcı yüzeyli, (d) kabuk ve tüp geçişli

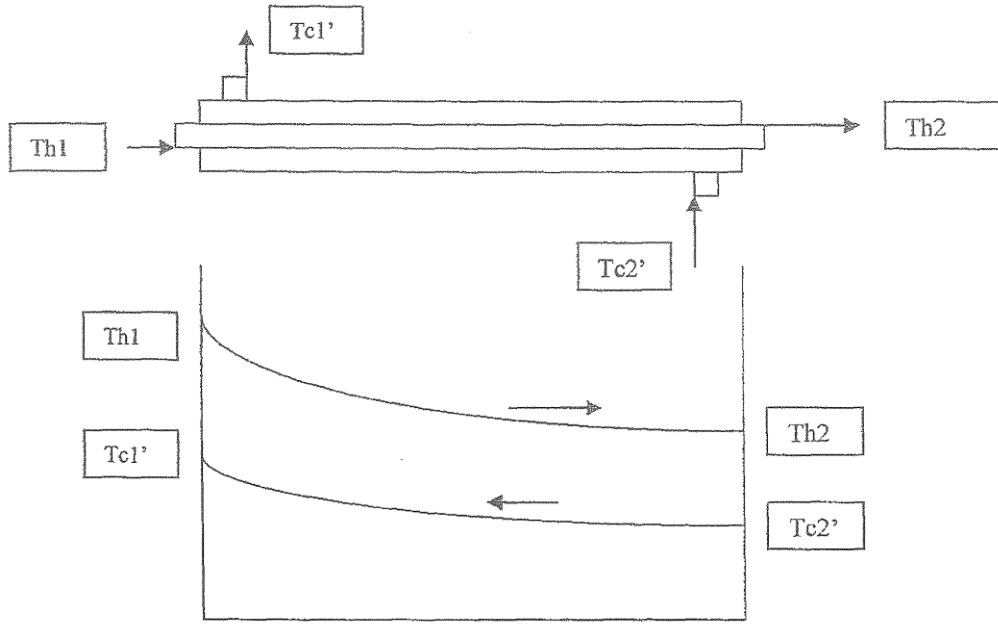


Şekil 1. Doğrudan temaslı ısı değıştirciler (a) buhar enjeksiyonlu, (b) buhar enfüzyonlu

İç içe iki borudan oluşan çift borulu ısı değıştircilerde içteki boruda bir akışkan akarken diğerk akışkan ise gövdede (iki boru arasındaki boşluk) akmaktadır. Akışkanlar aynı yönde (paralel akış, Şekil 3) ya da birbirine ters yönde (zıt akış, Şekil 4) akabilirler. Isı, akışkanlarla boru yüzeyi arasında konveksiyonla, boru duvar kalınlığı boyunca kondüksiyonla transfer olmaktadır. Isı değıştircilerde birden fazla akışkan olduğu ve konveksiyonel ve kondüksiyonel ısı transferi etkilerini içeren toplam ısı transfer katsayısı (U) kullanılmaktadır.



Şekil 3. Paralel akışlı ısı değıştirici



Şekil 4. Zıt akışlı ısı değıştirici

Kondüksiyonla (iletim) ısı transferi, Eşitlik 1’de verilen "Fourier yasası" ile tanımlanır:

$$Q = -k.A(dT/dx) \quad (1)$$

Burada k: ısı iletim katsayısı (W/m.K), A: ısı transfer yönüne dik duvar alanı (m²), dx: ısı transfer olduğu yol uzunluğu (m), dT: sıcaklık değışimi(K) dir.

Konveksiyonla (taşınım) ısı transferi, Eşitlik 2’de verilen “Newton’un soğuma yasası” ile ifade edilir.

$$Q = h.A(T_2 - T_1) \quad (2)$$

Burada h:konvektif ısı transfer katsayısı (W/m².K), A: ısı transfer yönüne dik duvar alanı (m²), T₁ ve T₂: sıcaklık (K) tır.

Karma sistemlerde Newton’un soğuma yasasına benzer bir biçimde tanımlanan toplam ısı **transfer katsayısı**, U (W/ m².K) ile çalışmak çoğu kez daha kolaydır. Bu yaklaşımla:

$$Q = U_i.A_i.\Delta T = U_o.A_o.\Delta T \quad (3)$$

Eşitlik 3’te ΔT toplam sıcaklık farkı; "i" alt indisi boru içini, "o" ise boru dışını belirtmektedir. İçteki borunun iç yüzey alanı A_i (A_i=π.D₁.L) ve dış yüzey alanı A_o (A_o= π.D_o.L) olduğundan ısı değıştiricilerde kondüksiyonla ısı transferine dik olan boru kesit alanı yarıçap yönünde değışim gösterdiğinden silindirik sistemlerde yapılan hesaplamalarda logaritmik ortalama alan (A_{lm}=[A_o-A_i]/ln(A_o/A_i)) değeri kullanılır. L ise borunun uzunluğudur.

Isı deęiřtiricisi tasarımındaki genel düşünce, soęuk veya sıcak bir sıvıdan birinden dięerine ısı transferini sağlamak için borular veya geniş yüzeyler kullanılmaktadır. Genelde, ısı deęiřtirici bir sıvının dięeri içinde dolařmasını saęlayan bobin řeklinde borular ve dięer sıvıyı içeren boruların içinde dolařtığı kapalı bölmeden oluşur. Boru duvarları genelde metalden yapılır veya düşük özgül ısı kapasitesi olan başka bir maddeden (düşük özgül ısı kapasitesine sahip maddenin az enerji ile sıcaklığı çabuk bir řekilde artar), dış taraftaki kapalı bölme ise ısıyı ısı deęiřtiriciden dışarı ısı vermeyen plastik veya yüksek ısı kapasiteli başka bir malzemeden yapılır. Çift borulu ısı deęiřtiriciler paralel veya zıt akımlı olarak işletebilirler.

(a) Paralel akım ısı deęiřtirici: Paralel akışta, sıcak ve soęuk akışkanlara bağlantıları birbirlerine göre aynı yönde akacak řekilde ařağıdaki gibidir. Şekil 3'te akış prensibi ve sıcaklık profilleri verilmiştir.

Aktarılan ısı=Sıcak akışkanın verdiği ısı=Soęuk akışkanın aldığı ısı

$$Q = -W_h \cdot C_{ph} \cdot (T_{h2} - T_{h1}) = W_c \cdot C_{pc} \cdot (T_{c2} - T_{c1}) = U_o \cdot A_o \cdot \Delta T_{lm}$$
$$\Delta T_1 = T_{h1} - T_{c1} \quad ; \quad \Delta T_2 = T_{h2} - T_{c2} \quad ; \quad \Delta T_{lm} = [\Delta T_1 - \Delta T_2] / \ln(\Delta T_1 / \Delta T_2)$$

(b) Zıt akım ısı deęiřtirici: Zıt akışta, sıcak ve soęuk akışkanların bağlantıları birbirlerine göre ters yönden akacak řekilde ařağıdaki gibidir. Şekil 4'te akış prensibi ve sıcaklık profilleri verilmiştir.

Aktarılan ısı=Sıcak akışkanın verdiği ısı=Soęuk akışkanın aldığı ısı

$$Q = -W_h \cdot C_{ph} \cdot (T_{h2} - T_{h1}) = W_c \cdot C_{pc} \cdot (T_{c2} - T_{c1}) = U_o \cdot A_o \cdot \Delta T_{lm}$$
$$\Delta T_1 = T_{h1} - T_{c1} \quad ; \quad \Delta T_2 = T_{h2} - T_{c2} \quad ; \quad \Delta T_{lm} = [\Delta T_1 - \Delta T_2] / \ln(\Delta T_1 / \Delta T_2)$$

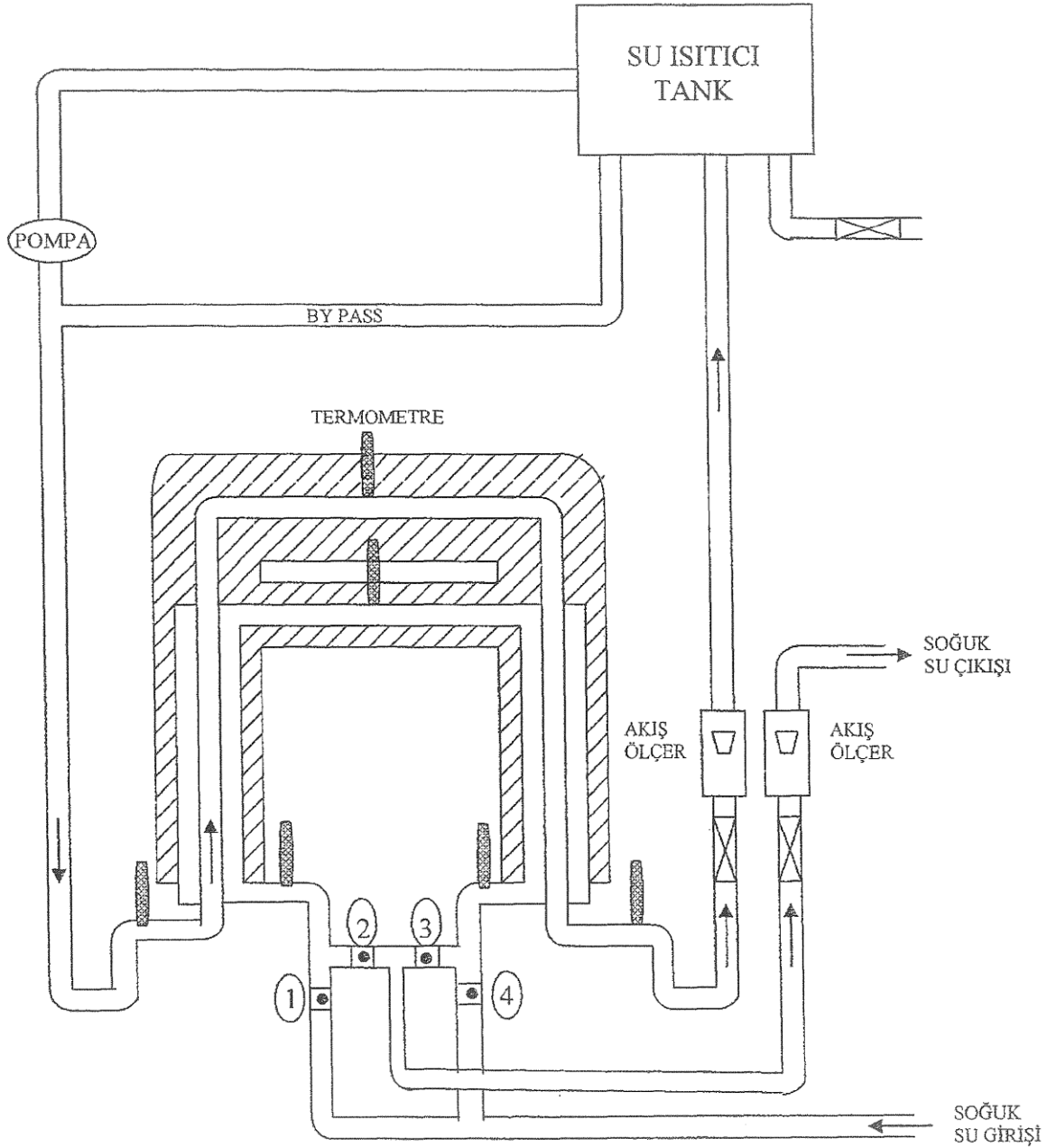
Burada alt indisler “h” ve “c” sırasıyla sıcak ve soęuk akışkanları, c_p akışkanın ısı kapasitesini (kJ/kg.K), W; kütsel akış hızını (kg/s) ifade etmektedir. Akışkanlar arasındaki sıcaklık farkı ısı deęiřtirici boyunca deęiřtięi için sıcaklık farkı, ortalama logaritmik sıcaklık farkı (ΔT_{lm}) ile ifade edilir. Eřitliklerde ΔT_1 ve ΔT_2 sırasıyla ısı deęiřtiricinin giriş ve çıkışında, iki akışkan arasındaki sıcaklık farkını ifade eder (Şekil 3 ve Şekil 4).

3. DENEYSEL YÖNTEM

Deney Sisteminin Tanıtımı: Deneyler Armfield marka çift borulu ısı deęiřtirici deney düzeneğinde (Şekil 5) gerçekleştirilecektir. Deneylerde kullanılacak Armfield marka çift borulu ısı deęiřtiricideki iç borunun iç çapı 14.3 mm, dış çapı 15 mm, dıştaki borunun dış çapı 22 mm, kalınlığı 0.45 mm; dış boru dışındaki izolasyon kalınlığı 20 mm; boru uzunluğu 1.5 m ve ısı transfer alanı 0.067 m²'dir. Sıcak ve soęuk akışkan olarak su kullanılacaktır.

Deneyin Yapılıřı: Deneyler paralel ve zıt akış konumlarında yapılacaktır. İlk olarak ısı deęiřtirici~ üzerinde bulunan vanalar ile paralel akış konumuna getirilir. Sıcak suyun sıcaklığı 60°C'ye ayarlanır. Soęuk su musluğu açılarak soęuk suyun ısı deęiřtiricide akışı başlatılır. Sıcak suyun sıcaklığı ayarlanan değere ulařtığında sıcak su bulunduęu hazneden ısı deęiřtiriciye pompalanır. Sıcak ve soęuk akışkanların hacimsel akış hızları istenilen değerlere ayarlanır. Sıcak ve soęuk akışkanların

giriş ve çıkış sıcaklıkları dengeye geldiğinde sıcaklık değerleri kaydedilir. Veriler Ek'te verilen Çizelge 1 ve Çizelge 2'ye işlenir.



Şekil 5. Deney düzeneği

4.HESAPLAMALAR

4.1.Akış türünün belirlenmesi

Isı transfer katsayısının belirlenmesi için öncelikle akış türü belirlenir. Bu amaçla önce kullanılan akışkanın ortalama bir sıcaklıktaki termofiziksel özellikleri hesaplanır. Ortalama sıcaklık; sıcak akışkan için $T_{h,ort} = (T_{h2} + T_{h1})/2$ ve soğuk akışkan için $T_{c,ort} = (T_{c2} + T_{c1})/2$ 'dir. Bu değerler iki akışkanın da ısı değiştiriciye giriş ve ısı değiştiriciden çıkış sıcaklık değerlerinin ortalaması alınarak belirlenmiştir.

Akış türü, içteki boruda akan akışkan için $Re = D.v.p/\mu$ ’de verilen Reynolds sayısı hesaplanarak belirlenir. Bu eşitlikte, D boru çapı (m), v akışkanının ortalama çizgisel hızı (m/s), p akışkanının yoğunluğu (kg/m^3) ve μ ise akışkanın dinamik viskozitesi ($kg/m.s$) dir.

Belirlenen Reynolds sayısına göre akış türü; $N_{Re} < 2100$ ise Laminer (tabakalı) akış, $2100 \leq N_{Re} \leq 4000$ ise geçiş bölgesinde, $N_{Re} > 4000$ ise türbülent (kargaşalı) akıştır.

4.2.Laminer (katmanlı) akış için ısı transfer katsayısının belirlenmesi: Bu amaçla aşağıdaki Eşitlik kullanılır:

$$Nu = h.D/k = 1,86.Re.Pr.(D/L)^{1/3}(\mu_b/\mu_w)^{0,14}$$

Eşitlikde μ_b akışkanın yığın akış sırasındaki viskozitesi ($kg/m.s$) ve μ_w ; akışkanın boruya temas ettiği nokta sıcaklığındaki viskozite değeridir, dolayısıyla borunun yüzey sıcaklığının belirlenmesi gerekmektedir. Ancak deney düzeneği kapalı ve sürekli bir sistem olduğu için ve sıcak ve soğuk akışkan sıcaklıkları arasında bir denge kurulana kadar yüzey sıcaklığı değişeceği için duvar sıcaklığının belirlenmesi oldukça zordur. Bu sebeple μ_b ve μ_w değerlerinin birbirine eşit olduğu yaklaşımı yapılarak ısı transfer katsayısı değerleri belirlenebilir.

4.3. Türbülent (Kargaşalı) akış için ısı transfer katsayısının belirlenmesi: Bu amaçla aşağıdaki Eşitlik kullanılır.

$$Nu = h.D/k = 0,023.Re^{0,8}.Pr^n$$

Akışkan soğutuluyorsa; $n=0,3$, akışkan ısıtılıyorsa; $n=0,4$ olarak alınır.

5. SONUÇLARIN VE VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

- Paralel ve zıt akım ısı değiştiricilerde aktarılması gereken ısı miktarı hesaplanacaktır.
- Paralel ve zıt akımı ısı değiştiricilerde farklı hacimsel akış hızlarında sıcak ve soğuk akışkan için ısı transfer katsayıları hesaplanacaktır.
- Isı değiştirici deki toplam ısı transfer katsayısı hesaplanacaktır. Transfer olan ısı miktarları karşılaştırılarak, tartışılacaktır.
- Farklı hacimsel akış hızları için elde edilen farklı sıcaklık değerlerinin değişimi, paralel ve zıt akış için incelenerek hangi akış türünün daha verimli olduğu belirlenecektir.

6. KAYNAKLAR

- Çengel, Y.A."Heat Transfer: A Practical Approach", McGraw-Hill Inc. Hightstown, NJ., (1998).
- J.F. McCabe, W.L, Smith, J.C.,Harriot, P., Unit Operations of Chemical Engineering~ McGraw Hill,6th Eds.,431,446.
- Geankoplis, C., Transport processes and unit operations, Prentice Hall Eds.,267.

7. EKLER

Deney verileri ařağıdaki Çizelgelere işlenecektir.

Q_h: Sıcak akışkan akış hızı (L/min)

Q_c: Soğuk akışkan akış hızı (L/min)

T_{h,g}: Sıcak akışkan giriş sıcaklığı (°C)

T_{h,ç}: Sıcak akışkan çıkış sıcaklığı (°C)

T_{c,g}: Soğuk akışkan giriş sıcaklığı (°C)

T_{c,ç}: Soğuk akışkan çıkış sıcaklığı (°C)

Çizelge 1: Paralel akış konumunda okunan sıcaklık değerleri

Q_h (L/min)	Q_c (L/min)	T_{h,g} (°C)	T_{h,ç} (°C)	T_{c,g} (°C)	T_{c,ç} (°C)

Çizelge 2: Zıt akış konumunda okunan sıcaklık değerleri

Q_h (L/min)	Q_c (L/min)	T_{h,g} (°C)	T_{h,ç} (°C)	T_{c,g} (°C)	T_{c,ç} (°C)

SIVI-SIVI EKSTRAKSİYONU

1. AMAÇ

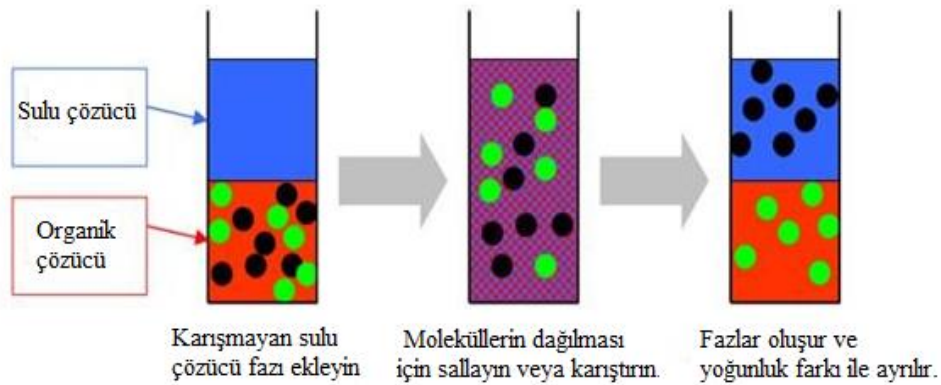
Tek kademeli, kesikli olarak işletilen bir ekstraksiyon sisteminde, ikili bir karışımdan istenilen bileşenin, uygun bir çözücü ile ekstraksiyon sürecinin incelenmesi.

2. GENEL BİLGİLER

Sabit sıcaklık ve basınç altında iki ya da daha fazla bileşenli bir karışımdan istenilen ürün veya ürünlerin uygun bir çözücü ile ayrılması işlemine ekstraksiyon denilmektedir. Ekstraksiyon işlemi, katı-sıvı ekstraksiyonu ve sıvı-sıvı ekstraksiyonu olmak üzere iki şekilde gerçekleştirilir.

Sıvı-sıvı ekstraksiyonu, bir sıvı içerisinde çözülmüş ve en az iki bileşenden oluşan bir karışımda (homojen çözelti) istenilen ürünü uygun bir çözücü yardımıyla bağl çözünürlük prensibine göre yapılan bir ayırma işlemidir. Sıvı- sıvı ekstraksiyonu birbiri içinde çözünmeyen, karışmayan, aynı kap içerisine konuldukların dışarıdan bir etki yapılmadığı takdirde ayrı fazlar halinde kalan iki sıvı arasındaki kütle aktarımı olarak da tanımlanabilir. Biri girdi, diğeri çözücü olarak adlandırılan bu ikili sistemde çözücü, girdi içerisindeki istenilen bileşene seçimli olarak etki etmektedir.

Sıvı sıvı ekstraksiyonu bir deney tüpü içerisinde veya ayırma hunisi kullanılarak yapılsa bile, birbiri ile karışmayan iki sıvı çalkalanarak moleküllerin birbiri ile temas etmeleri sağlanır ve böylece istenilen bileşenin çözücü fazına transfer olması sağlanır. Ekstraksiyon işlemi oluşturulan üç madde; ekstrakte edilecek olan bileşen, çözücü ve inert sıvı (rafinat çözücü) dır.



Sıvı-sıvı ekstraksiyonda kullanılan çözücünün sahip olması istenilen özellikler şunlardır:

- Çözücünün çözünen madde için çözme kapasitesi yüksek olmalıdır.
- Çözücü geri kazanılabilir olmalı
- Çözücünün seçiciliği yüksek olmalı
- Kimyasal olarak kararlı olmalı
- Korozif olmamalı
- Ucuz olmalı
- Zehirli ve yanıcı olmamalı
- Düşük viskoziteli olmalı
- Kaynama noktası düşük olmalıdır.

Çözücü seçiminde bir diğer önemli parametre ise dağılma katsayısıdır. Ekstraksiyonun teorisi dağılma kanununa dayanır. Dağılma kanunu, karışmayan aynı miktar iki sıvıda çözünen bir maddenin bu iki fazdaki derişimleri oranının belli bir sıcaklıkta sabit olduğudur. Burada istenilen bileşenin her iki fazda da yapısının değişmediği, aynı olduğu kabul edilir. Karışmayan iki faz A ve B, çözünen maddenin her iki fazdaki derişimi C_A ve C_B , mol kesirleri y ve x olmak üzere dağılma katsayısı, $K = y/x$ veya $K = C_A/C_B$ olarak tanımlanır.

Dağılma katsayısının ekstraksiyon işlemi için sanıldığı gibi aksine 1'den büyük olmasının şart olmamasına karşın, bu değer 1'den ne kadar büyükse ekstraksiyon işleminde o çözütüden o kadar az gerekeceğinden, potansiyel çütütüler arasından K değeri büyük olan seçilmelidir.

Çütütülen maddenin biribiri ile karışmayan iki faz (ekstrakt ve rafinat) arasındaki sıvı-sıvı ekstraksiyon dört aşamada gerçekleşir.

1-Temas: Besleme akımı ve çütütücü arasında kütle transferinin gerçekleşebilmesi için fazlar en iyi şekilde temas ettirilmelidir.

2- Transfer: İstenilen bileşenin seçici çütütüye transferidir

3- Faz ayrımı: Ekstrakt ve rafinat faz olmak üzere iki fazın oluşturulmasıdır.

4-Çütütücü eldesi: Ekstrakt fazdan çütütücünün geri kazanılmasıdır.

Bu işlemde, bir C çütütücüsünde çütütünmüş olan A bileşeninden oluşan bir çütüteltiyi; C çütütücüsünde çütütünmeyen veya kısmen çütütünen bir B çütütücüsü ile temas ettirilerek bu yeni çütütüye aktarılır. C çütütücüsüne rafinat çütütücü, B çütütücüsüne ise ekstrakt çütütücü veya kısaca çütütücü denir. İşlemin esasını çütütütülerin birbirinde çütütünürlüklerinin sınırlı olması oluşturur. Bu şekilde oluşan ve birbirinde çütütünmeyen iki sıvı fazı yoğunluk farkından dolayı birbirinden ayrılabilir. Bu sıvı fazlarından ekstrakt çütütücüsünü rafinat çütütüye göre daha fazla içerenine başka bir deyişle istenilen bileşeni almış olan çütütücünün fazla olduğu faza, **ekstrakt faz**; rafinat çütütücüyü ekstrakt çütütüye göre daha fazla içerenine yani, içindeki çütütünen maddeyi diğer çütütüye vermiş, dolayısıyla istenilen bileşen bakımından fakir olan faza ise **rafinat faz** denir. Duruma göre rafinat veya ekstrakt faz daha yoğun olabilir. Eğer temas süresi yeterli ve/veya karıştırma şiddeti yüksek olursa iki faz dengeye ulaşır. İşlem için ideali rafinat ve ekstrakt çütütütülerin birbirlerinde hiç çütütünmemeleridir. Ancak, bu durumla çok ender karşılaşılır. Genelde bu iki çütütücü de birbirlerinde kısmen de olsa çütütünürler. Bu durumda her iki fazda da her üç bileşen de bulunur. Dengede, ekstrakt fazda A'nın C'ye oranı, rafinat fazdaki A/C oranından daha büyük olduğundan, A bileşeninin C çütütücüsünden ayrılması belli bir oranda gerçekleşmiş olur. Bu işlem tekrarlanarak istenilen düzeyde bir ayırma sağlanabilir. Elde edilen ekstrakt fazdan A bileşeninin kazanılması için çütütücünün uzaklaştırılması gereklidir. Bu da genellikle distilasyon ile gerçekleştirilir. Bu demektir ki proste ekstraksiyon ünitesinden sonra, çütütücü ile istenilen bileşeni birbirinden ayırmak amacıyla bir adet daha ayırma ünitesinin yer alması gerekir. Bu genellikle bir distilasyon kolonudur.

A+C'den oluşan sıvı çütüteltisinin doğrudan damıtma metotları ile ayrılmamasının nedenleri ise fiziksel imkansızlıklar veya ekonomik nedenlerdir. Ayırma işlemi olarak distilasyon veya ekstraksiyon proseslerinden hangisinin seçileceği maliyet analizine bağlıdır. Ekstraksiyonda kullanılan çütütücünün geri kazanımı ekstra maliyet getirdiği için genellikle daha pahalıdır. Ancak, yukarda değinildiği gibi bazı fiziksel imkansızlıklar sıvı-sıvı ekstraksiyonu zorunlu kılmaktadır. Örneğin, azeotrop oluşturan sıvı çütüteltileri bilinen damıtma yöntemleri ile bileşenlerine ayrılamazlar. Bir diğer örnek olarak, ısıya hassas bileşenler içeren çütütelti gösterilebilir.

Ayrıca, kaynama noktası birbirine yakın olup, damıtma sıcaklıklarına vakum altında dahi dayanamayacak olan maddeler, içlerindeki safsızlık yapan bileşenlerinden sıvı-sıvı ekstraksiyon yolu ile ayrılırlar. Bu yol, buhar basıncı farklılıkları yerine kimyasal farklılıklardan yararlanılarak gerçekleştirilir.

Sıvı-sıvı ekstraksiyonun kullanılabileceği bazı durumlar şunlardır:

- i. Bileşenin düşük uçuculuğa sahip olması (uçucu olmaması)
- ii. Birbiriyle azeotrop karışım yapan maddeler olması
- iii. Çözelti içindeki bileşenlerin aynı uçuculukta olması
- iv. Bileşenlerin yüksek sıcaklığa karşı hassas olması
- v. Beslemedeki ayrılması istenen bileşenin çok az miktarda olması durumlarında sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemini kullanmak distilasyona göre daha avantajlıdır.

Dolayısıyla, sıvı-sıvı ekstraksiyonu distilasyonun kullanılmadığı durumlarda alternatif bir yöntem olmakta ve endüstride; ilaç, gıda, kozmetik bir çok alanda yaygın olarak kullanılan bir ayırma işlemidir. İlaç endüstrisinde penisilin gibi ürünler oldukça karmaşık olan mayalama karışımları içinde oluşur ve penisilini ayırmak için sıvı ekstraksiyonu kullanılabilir. Bakır-demir, uranyum-vanadyum ve tantalum-kolumbiyum gibi çoğu metal ayırmalar ticari olarak sulu çözeltilerin ekstraksiyonu ile yapılır. Sıvı-sıvı ekstraksiyonun en önemli kullanım alanlarından biri de, kimyasal yapıları farklı olduğu halde kaynama noktaları birbirine çok yakın petrol ürünlerinin ayrılmasıdır.

Sıvı-sıvı ekstraksiyonda damıtma ve gaz absorpsiyonunda olduğu gibi aralarında madde geçişinin olması için bu iki fazın çok iyi temas etmesi sağlandıktan sonra ayırma işlemi gerçekleştirilebilir. Absorpsiyon ve damıtmada karışma ve ayırmalar hızlı ve kolay olurken, sıvı-sıvı ekstraksiyonda iki fazın yoğunlukları birbirine yakın karıştırma ve ayırma için gerekli enerji küçüktür, hatta bir gazın bir sıvıdan ayrılması için gereken enerjiden daha küçüktür. Genellikle bu iki fazın ayrılmasında ve karıştırılmasında güçlük çekilir. Her iki fazın viskoziteleri yüksek ve çoğu ekstraksiyon cihazındaki lineer hızları düşüktür. Bu nedenle; bazı ekstraksiyon cihazı tiplerinde karıştırma ve ayırma için gereken enerji mekanik olarak dışarıdan verilir.

Ekstraksiyon işlemi kesikli ve sürekli olarak gerçekleştirilebilir. Birden fazla temas birimi gerektiğinde sürekli akım daha ekonomiktir. Çoğu ekstraksiyon cihazı ya parçalı (diferansiyel) ya da sürekli ardışık kademelerden meydana gelmektedir. Başlıca sıvı-sıvı ekstraksiyon yöntemleri şunlardır:

a) Karıştırma ve durulama tankları içeren

- i. Tek kademeli ve sürekli olmayan ekstraksiyon
- ii. Ters akın prensibi uygulanan çok kademeli ve sürekli ekstraksiyon
- iii. Çok kademeli paralel ve sürekli ekstraksiyon

b) Kule veya kolon ile yapılan ekstraksiyon

- i. Rafli kuleler
 - Delikli levhalı kuleler
 - Şaşırtma rafli kuleler
 - Fazların kule içinde geri ve ileri hareket ettiği sistemler
 - Karıştırıcı içeren kuleler
- ii. Dolgulu kuleler

iii. Püskürtmeli kuleler

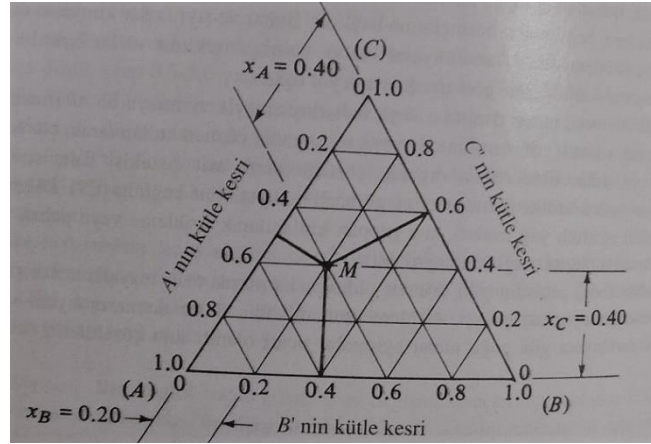
c) Santrifüjlü kuleler

Genel olarak bir sıvı-sıvı ekstraksiyon sisteminde A,B ve C gibi üç bileşen ve dengede iki faz bulunmaktadır. Gaz-sıvı sistemlerinde olduğu gibi, sıvı-sıvı sistemleri de Gibbs faz kuralı geçerlidir.

$$F = C - P + 2 \quad (1)$$

Burada, F: Serbestlik derecesi, C: Karışımı oluşturan bileşen sayısı ve P: faz sayısını ifade etmektedir. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu için faz kuralı eşitlik (1)'de yerine konulursa, serbestlik derecesi 3 olarak elde edilir. Değişkenler; sıcaklık, basınç ve dört derişim değeridir. Dört derişim söz konusudur, çünkü bir fazda üç kütle kesrinden sadece ikisi belirlenebilir. Üçüncüsü için, toplam kütle kesirleri 1'e eşitlenmelidir; $x_A + x_B + x_C = 1.0$. Genel olarak karşılaşılan bir durum olan sıcaklık ve basınç sabitlenmişse, dengede olan her iki fazdan birinde bir derişimi belirlemek sistemi belirler.

Sıvı-sıvı ekstraksiyon sisteminde, eşkenar üçgen koordinatlar üç eksene sahip olduğundan, üç bileşenli bir sistem için denge verilerini temsil etmek amacıyla sıkça kullanılmaktadır. Eşkenar üçgen koordinat diyagramı Şekil 1'de görülmektedir.



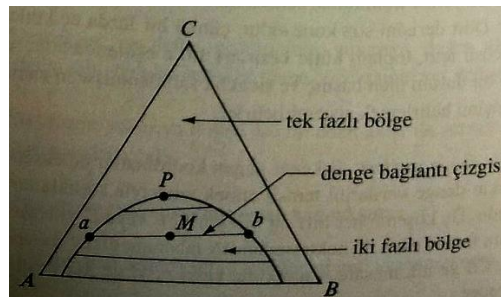
Şekil 1. Eşkenar üçgen diyagramı için koordinatlar

Üç köşegenin her biri saf bileşen A, B veya C'yi temsil etmektedir. M noktası, A, B ve C'nin bir karışımını temsil etmektedir. Birbirleriyle karışan ve iki fazlı bölgede bulunan bu üç bileşenli karışımının bileşimi, M noktasının karşı kenarlara olan dik uzaklıkları ile ölçülür. M noktasından AB tabanına dikey mesafe, M'deki karışımın C'nin kütle kesri x_C 'yi, CB'ye dik mesafe A'nın kütle kesri x_A 'yi ve AC'ye olan dik uzaklık B'nin kütle kesri x_B 'yi temsil eder.

Bir karışım içerisinde bulunan A;B; C bileşenlerinin mol kesirleri sırayla $x_A = 0.4$, $x_B = 0.2$ ise ve üç bileşen birbiri ile tamamen karışiyorsa;

$$x_A + x_B + x_C = 0.4 + 0.2 + 0.4 = 1.0 \quad (2)$$

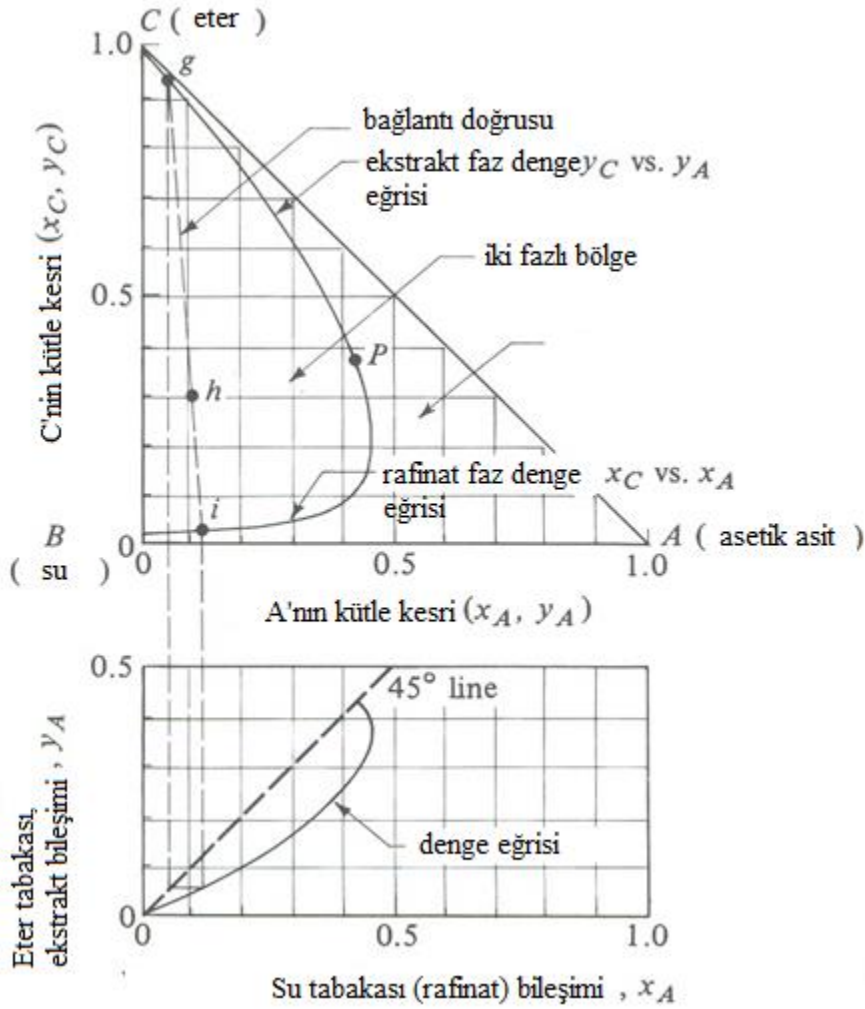
Bir A ve B bileşen çiftinin kısmen karışabilir olduğu faz diyagramı Şekil 2'de görülmektedir.



Şekil 2. A ve B bileşenlerinin kısmen karışabilir olduğu sıvı-sıvı faz diyagramı

Şekil incelenirse C bileşeni, A veya B içinde tamamen çözünmektedir. A bileşeni B’de çok az çözünmekte ve B bileşeni de A bileşeni içinde çok az çözünmektedir. İki fazlı bölge eğrinin altındaki kapalı alan içindedir. Orijinal M karışımı, iki faza ayrılmaktadır ve bu iki faz dengededir. a-b doğrusu M noktasından geçen denge bağlantı doğrusudur. P noktasında ise iki fazın bileşimi aynıdır.

Üçgen diyagramlar, özel koordinatlardan kaynaklanan bazı dezavantajlara sahip olduklarından, üç bileşenli verileri grafiğe geçirmenin bir yolu da kartezyen koordinatları kullanmaktır. Örnek olarak, asetik asit(A) B-su (B)- izopropileter (C)karışımının denge verilerinin dik üçgen koordinat diyagramında gösterimi Şekil 2’de görülmektedir.



Bu sistemdeki çözücü çifti B ve C kısmen karışmaktadır. C’ nin derişimi dik eksen, A’nın derişimi de yatay eksen üzerinde grafiğe geçirilir. B bileşeninin derişimi, eşitlik 1 veya 2’den fark alınarak elde edilir.

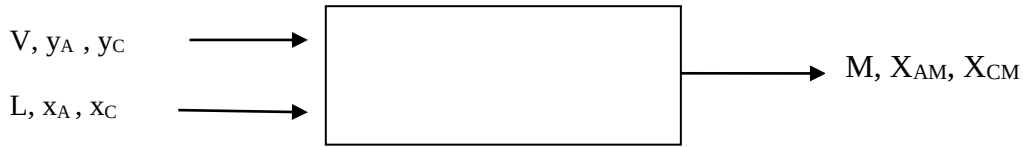
$$x_B = 1.0 - x_A - x_C \quad (3)$$

$$y_B = 1.0 - y_A - y_C \quad (4)$$

Denge eğrisinin dışında, tek faz söz konusu olup noktanın koordinatları karışımın bileşimini verir. Denge eğrisinin içinde ise iki faz mevcuttur. M (h) noktasından geçen denge bağlantı doğrusu çizilir.

Bağlantı doğrusunun denge eğrisini kestiği noktalardan biri ekstrakt fazın diğeri ise rafinat fazın bileşimini verir. Rafinat faz olarak adlandırılan su bakımından zengin tabaka i'yi, ekstrakt faz olarak adlandırılan eterce zengin çözücü faz g'ye bağlayan bir bağlantı doğrusu gösterilmektedir. Rafinat bileşimi x ve ekstrakt bileşimi y ile gösterilir. Dolayısıyla C'nin kütle kesri, ekstrakt fazda y_C ve rafinat fazda x_C ile gösterilir. gi bağlantı doğrusunu oluşturmak için öncelikle x_A , y_A denge eğrisi çizilir; g ve i noktalarından bu eğriye dik doğrular çizilir.

Tek kademeli denge ekstraksiyonunda, dik üçgen diyagramında kaldıraç kuralının uygulanması ile ekstrakt ve rafinat faz miktarları belirlenebilir. A, B ve C bileşenlerini içeren L kg ve V kg olan iki sıvı karışım, M kg toplam kütleyle sahip bir karışım elde edilmek üzere birbirine eklenmektedir. Kaldıraç kuralı uygulanarak,



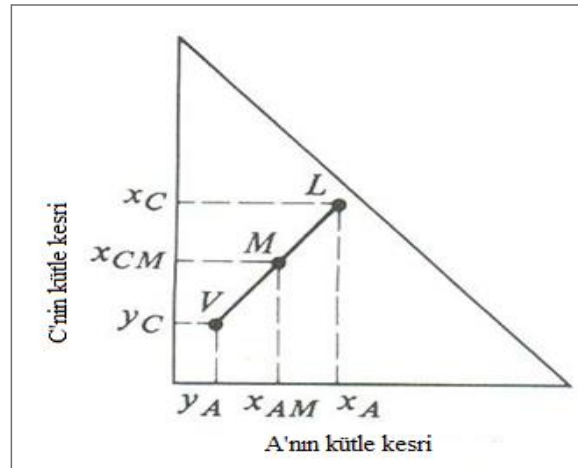
Tüm kütle denkliği ve bileşen kütle denkliği yazılabilir:

Toplam kütle denkliği: $V+L=M$ (5)

A bileşeni için kütle denkliği: $Vy_A+Lx_A=Mx_{AM}$ (6)

C bileşeni için kütle denkliği: $Vy_C + Lx_C = Mx_{CM}$ (7)

Burada, x_{AM} ve x_{CM} sırasıyla M karışımı içerisindeki A' nın mol kesri ve C' nin mol kesrini simgelemektedir.



Eşitlik (5) ve (6) birleştirilirse aşağıdaki eşitlik elde edilir.

$$\frac{L}{V} = \frac{y_A - x_{AM}}{x_{AM} - x_A} \quad (7)$$

Eşitlik (5) ve (7) birleştirilirse aşağıdaki bağıntı elde edilir.

$$\frac{L}{V} = \frac{y_C - x_{CM}}{x_{CM} - x_C} \quad (8)$$

Eşitlik (7) ve (8) eşitlenerek, yeniden düzenlenirse aşağıdaki eşitlik elde edilir:

$$\frac{x_C - x_{CM}}{x_A - x_{AM}} = \frac{x_{CM} - y_C}{x_{AM} - y_A} \quad (9)$$

Eşitlik (9) L, M, ve V noktalarının bir doğru üzerinde olduğunu göstermektedir. Dik üçgen benzerlik kuralından yararlanılarak aşağıdaki bağıntı elde edilebilir:

$$\frac{L \text{ (kg)}}{V \text{ (kg)}} = \frac{VM}{LM} \quad (10)$$

Bu bağıntı, kgL /kg V ‘nin “VM çizgisinin uzunluğu/LM çizgisinin uzunluğu” olduğunu belirten kaldıraç kolu kuralı olarak tanımlanmaktadır. Bu ifade aynı zamanda aşağıdaki şekilde de ifade edilebilir:

$$\frac{L \text{ (kg)}}{M \text{ (kg)}} = \frac{VM}{LV} \quad (11)$$

Bu eşitlikler kmol, mol kesri lbm birimleri için de geçerlidir.

4. DENEY ÖNCESİ HAZIRLIKLAR

Deneyde kullanılacak olan 0.05N’lik NaOH çözeltisi ile 0.03N’lik benzoik asit çözeltisi hazırlanacaktır.

5. DENEYİN YAPILIŞI

- Hazırlanan 0.03 N’lik benzoik asit çözeltisinden 10’ar mL numune alınarak ayırma hunilerine konulur. Numuneler üzerine kloroform, aseton, diklorometan, toluen ve dietileter çözücülerinden 10’ar mL ilave edilir.
- Ayırma hunileri 5’er dakika süre ile çalkalanır. Belirli aralıklarla musluk açılarak içerideki basınç fazlasının çıkması sağlanır. Fazlar birbirinden iyice ayrılınca alttaki fazlar bir toplama kabına alınır. İşlem 3 kez tekrarlanır.
- Sulu fazdaki benzoik asit miktarı daha önceden hazırlanmış olan NaOH çözeltisi ile titre edilir. İşlem 3 kez tekrarlanır. NaOH sarfiyatlarına dayanılarak sulu fazdaki ve organik fazdaki asit miktarları hesaplanır.

6. HESAPLAMALAR VE VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

- Benzoik asitin sulu fazdaki ve organik fazdaki miktarlarını hesaplayınız.
- Her bir çözücü için dağılım katsayısını hesaplayınız.
- Bulguları değerlendirerek benzoik asit ekstraksiyonunda çözücülerin ekstraksiyon güçlerini karşılaştırarak, farklılıkların nereden kaynaklandığı hakkında yorum yapınız.

7. KAYNAKLAR

- 1-) Geankoplis, C. J., Transport Processes and Unit Operations, 3rd ed., Prentice-Hall, New Jersey, 1993.
- 2-) Alpay, E., Demircioğlu, M., “Kütle Aktarımı ve Kütle Aktarım İşlemleri”, Ege Üniversitesi Yayınları, İzmir, 2005.
- 3-) McCabe, W. L., Smith, J.C., Unit Operations of Chemical Engineering, McGraw-Hill Book Co., 3rd ed., 1976.
- 4) Erişim: <http://www.yeniova.info/Subjects/1369146726.pdf> “Ayırma İşlemleri,Sıvı-sıvı ekstraksiyonu”.

KURUTMA DENEYİ

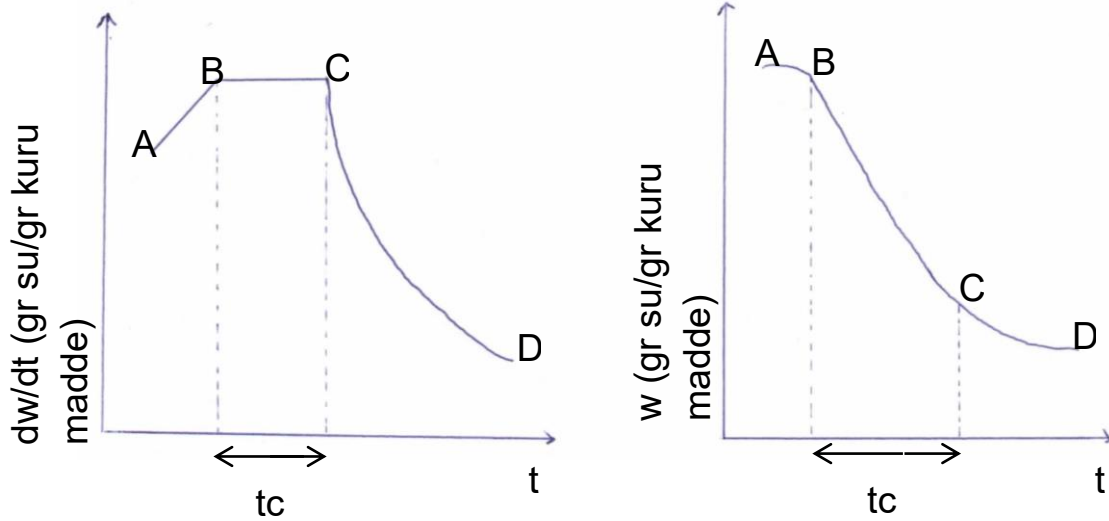
1. AMAÇ

Bu deneyin amacı, kesikli çalışan bir kurutma düzeneğinde, ısıya dayanıklı katı maddelerin kuruma eğrilerini gözlemek ve bu işlemde kütle ve ısı aktarım katsayılarını bulmaktır.

2. GENEL BİLGİLER

Su içeren katı bir maddenin sıcak hava ile kurutulması sırasında hava hem maddenin kurutulması için gerekli olan buharlaşma ısını sağlar hem de uçurulan suyu taşır.

Eylemsiz katı bir madde su ile nemlendirildikten sonra uygun bir düzeneğe yüzeyine paralel sıcak hava akımı ile kurutulur. Eğer katı yüzey üzerinden geçen hava akımının sıcaklık ve nemi kurutma işlemi boyunca değişmiyorsa kurutma için gerekli ısı aktarımı konveksiyonla oluyorsa katı maddenin nem yüzdesinin zamanla değişimi aşağıdaki grafiklerdeki (Şekil 1) eğilimi gösterir.



Şekil 1. Katı maddenin nem yüzdesinin zamanla değişimi grafikleri

Bu eğrilerden görüldüğü gibi kurutma işlemi üç basamaktan oluşur:

AB Basamağı: Bu basamakta katı yüzey şartları kurutucu hava şartları ile dengeye gelir. Tüm kurutma işlemi dikkate alındığında bu basamak çok kısa bir zaman aralığını kapsar.

BC Basamağı: Bu basamağa “Değişmez Hızda Kurutma Aralığı” denir. Bu kurutma aralığında katı madde yüzeyi su ile doymun durumdadır. Çünkü suyun katı yüzeyden buharlaşma hızı, suyun katı maddenin içinden yüzeye yükselme hızına eşittir. Kurutma, su buharının katı yüzeyden durgun bir film tabakası içinden geçerek ana hava akımına katılması ile olur. Katı yüzeyden hava akımına olan kütle aktarımı, hava akımından katı yüzeye olan ısı aktarımına bağlıdır. Kütle aktarımı, katı yüzey sıcaklığı değişmez kalacak şekilde ısı aktarımı ile dengelenir. Bu durumda, katı yüzey sıcaklığı kurutucu havanın “yaş hazne sıcaklığı” ile aynı alınabilir. Buharın karakterini sağlayan sürücü güç, katı yüzeydeki buhar basıncı ile kurutucu hava akımındaki buhar basıncı farkıdır. Materyalin iç kısımlarından yüzeye su iletim hızı, buharlaşma hızına göre azaldığında, yüzey üzerindeki su filmi yer yer ortadan kalkmaya başlar. Bu andan itibaren sabit hızla kuruma evresi sona erer. Materyalin söz konusu andaki nemi *kritik nem* oranı olarak tanımlanır. Sabit hızla kuruma evresi boyunca suyun buharlaşması, ürünün yüzeyinden serbest konveksiyon yoluyla meydana gelir.

Bu durumda kütle aktarımı için:

$(dw/dt)_c = K_g' \cdot A \cdot (H_s - H_a) \dots \dots \dots (1)$ şeklinde de yazılabilir. Bu eşitlikte ise,

$(dw/dt)_c$ = Kurutma hızı ((gr/gr kuru madde)/dk)

A=Kurutma yüzey alanı (cm²)

K_g' = Kütle aktarım katsayısı (gr/dk.cm², birim nem değ.)

H_s =Yüzey sıcaklığındaki havanın doygunluk nem miktarı (gr/gr kuru hava)

H_a =Havanın nemi (gr/gr kuru hava)

Kurutulan yüzeye aktarılan ısı miktarı:

$dQ/dt = h_c \cdot A \cdot (T_k - T_y) \dots \dots \dots (2)$ denklemi ile gösterilebilir.

Bu eşitlikte

dQ/dt = Isı aktarım hızı (cal/dk)

h_c = Isı aktarım katsayısı (konveksiyonla) (cal/dk.cm².°C)

A=Isı aktarım alanı (cm²)

T_k =Havanın kuru hazne sıcaklığı

T_y = Havanın yaş hazne sıcaklığı (Kurutulan yüzey sıcaklığı, °C)

Kütle ve ısı aktarım hızları arasında

$(dw/dt)_c \cdot L = -dQ/dt \dots \dots \dots (3)$ bağıntısı vardır. Burada,

$L = T_y$ sıcaklığında suyun buharlaşma entalpisi (cal/gr)

(2) ve (3) nolu eşitliklerden:

$(dw/dt)_c = -(h_c \cdot A / L) \cdot (T_k - T_y) \dots \dots \dots (4)$

(5) denkleminin integrasyonu ile, sabit debide kuruma için

$t_c = [(W_o - W_c) \cdot L] / [A \cdot h_c \cdot (T_k - T_y)] \dots \dots \dots (5)$ denklemi elde edilir. Bu eşitlikte,

W_o =Katı maddenin başlangıçtaki nem miktarı (gr/gr kuru madde)

W_c =Katı maddenin “değişmez hızda kuruma aralığı” sonundaki nem miktarı (gr/gr kuru madde)

t_c = “Değişmez hızda kuruma aralığı” süreci (dk)

CD Basamağı: Kurutma işlemi ilerledikçe, bir noktadan bir noktadan sonra suyun katı maddenin içinde yüze çıkma hızı suyun yüzeyden buharlaşma hızının altına düşer. Bu noktadan itibaren yüzey kurumaya başlar (C noktası) ve kuruma hızı gittikçe düşer. Bu basamağa “düşen hız aralığı” denir. C noktasından itibaren kuruma işlemi ilerledikçe yüzey sıcaklığı artar ve madde kurudukça bu sıcaklık, havanın “kuru hazne sıcaklığı”na yaklaşır. Azalan hızla kuruma evresi, materyalin nemi, kritik nem düzeyine ulaştıktan sonra başlar ve *denge nemine* ulaşınca kadar sürer. Bu evrenin başlarında materyal yüzeyinden suyun buharlaşması devam ederken, aynı zamanda, materyalin içinde de buharlaşma meydana gelir. Materyalin nemi belirli bir değere indikten sonra yüzeyden buharlaşma tamamen sona erer. Herhangi bir ortam içinde bulunan bir materyalin, o ortam içinde ulaşabileceği nem değerine denge nemi denir. Diğer deyişle denge nemi, ele alınan ürünün o koşullarda kazanacağı ya da kaybedeceği nem miktarını belirler.

Azalan debide kuruma için önerilen kılcal akım mekanizmasına göre,

$(dw/dt)_f = [(h_c \cdot A \cdot (T_k - T_y)) / L] \cdot [(W - W_e) / (W_c - W_e)] \dots \dots \dots (6)$ eşitliği yazılabilir. İntegrasyonu ile,

$t_f = [(L \cdot (W_c - W_e)) / (h_c \cdot A \cdot (T_k - T_y))] \cdot [\ln(W_c - W_e) / (W - W_e)] \dots \dots \dots (7)$ elde edilir. Burada,

t_f =Düşen hız aralığı kuruma zamanı (saat)

W_e =Denge nem miktarı (gr su/gr kuru madde)

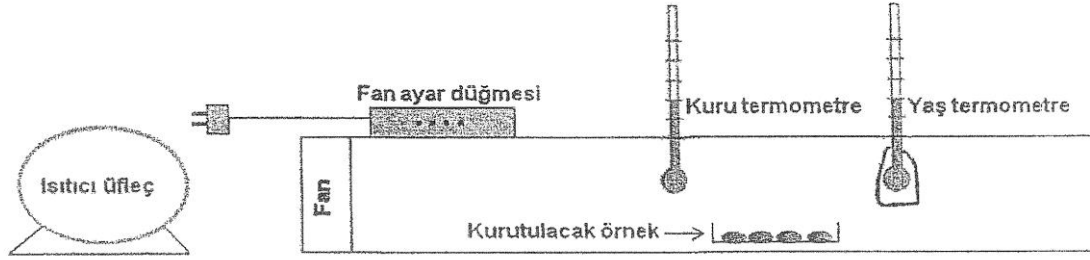
W = t anındaki nem miktarı (gr su/gr kuru madde)

W_c =Kritik nem miktarı (gr su/gr kuru madde) (Katı maddenin “değişmez hızda kuruma aralığı” sonundaki nem miktarı)

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

- Kurutma işlemleri ile ilgili bilgi toplayınız.
- Nem diyagramınızı yanınızda bulundurunuz.
- Suyun buharlaşma entalpisi tablosunu yanınızda bulundurunuz.
- Suyun değişik sıcaklıklardaki buhar basınçları tablosunu yanınızda bulundurunuz.

4. DENEY DÜZENEGİ



Şekil 2. Kurutma deney düzeneği

Şekil 2. Kurutma deney düzeneği

Kurutma deney düzeneği (Şekil 2) nem ölçüm tüneli, ısıtıcı üfleç, kuru termometre, yaş termometre ve kurutulacak örnek kabı ve kurutulacak örnekten oluşmaktadır.

5. DENEYİN YAPILIŞI

Kurutma deneyine başlamadan önce, ısıtıcı üfleç ve kurutucu çalıştırılır. 15 dakika kadar sistemin yatışkın hale gelmesi için beklenir. Kurutma havasının yaş ve kuru termometre sıcaklıkları ölçülüp kaydedilir. Kurutulacak maddenin kuru ağırlığını bulmak için madde uzun zaman etüvde kurutulur. Bu kurutma işlemi maddenin ağırlığı değişmeyinceye kadar devam etmelidir. Kuru maddenin ağırlığı kaydedilir. Kurutma kabının ağırlığı kaydedilir. Kuru madde su ile nemlendirilir. Kurutulacak maddenin ağırlığı ve % nem içeriği kaydedilir. Daha sonra belirtilen zaman aralıklarında kurutulacak maddenin ve kabının ağırlığı kaydedilip, kurutulacak madde sabit ağırlığa gelene kadar kurutma işlemine devam edilir. Belirtilen zaman aralıklarında w-t değerleri elde edilir.

6. HESAPLAMALAR ve VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Elde edilen w-t değerlerine göre, nem içeriği (gr su/gr kuru madde)-zaman (dk) (w-t) grafiğini çiziniz.

Kuruma hızı (dw/dt)-zaman (t) grafiğini çiziniz.

Çizdiğiniz grafikleri yorumlayınız.

Değişmez hızda kuruma aralığında kütle aktarım katsayısını (K_g') bulunuz.

Sabit debide kuruma ve azalan debide kuruma için ısı aktarım katsayısını (h_c) bulunuz.

Kaynaklar

McCabe, W.L., Smith, J.C., Harriot, P., "Unit Operations of Chemical Engineering, 4th Edition, Mc Graw Hill, 1985

BORULARDA SÜRTÜNME KAYBI

1. AMAÇ

Deneyin amacı, silindirik düz borulu bir akış sisteminde, sıkıştırılamayan akışkan için vanalar, dirsekler, ani daralma, ani genişleme, akış ölçerler ve pürüzlü boru gibi elemanlardan kaynaklanan sürtünme kayıplarının incelenmesidir.

2. GENEL BİLGİLER

Proses endüstrilerinde sıvıların bir noktadan diğer bir noktaya uzun mesafelerde taşınması gerekli bir işlemdir. Proseslerde hammaddeler depolama tankından reaktöre ve destilasyon kolonuna, ara ürünler bir fabrikadan diğerine pompalanır. Bu nedenle, en uygun akış sisteminin tasarlanması, boruların ekonomik biçimde boyutlandırılması, akış hızının yatışkın durumda sağlanması ve pompalama için enerji gereksiniminin belirlenmesi gereklidir.

Akışkanlar sıkıştırılmaz ve sıkıştırılabilir olarak sınıflandırılır. Sıkıştırılmaz akışkanlarda yoğunluk sabitken, sıkıştırılabilir akışkanlarda basınç ve sıcaklığa bağlı olarak değişir. Boru içinde veya bir yüzeyde akan akışkanın düzenli akış hızı, akışkanın fiziksel özellikleri ve yüzeyin geometrisi ile değişir.

Yüzeye yakın kısımlarda sürtünme kuvvetlerinin baskın olduğu ve yüksek hız gradyanlarının görüldüğü bölgelere sınır tabaka denir. Yüzeyden uzak kısımlarda, serbest akış alanında atalet kuvvetleri baskındır. Bu nedenle akış, hız ya da kuvvetler arasındaki orana göre sınıflandırılır. Atalet kuvvetlerinin viskoz kuvvetlere oranına Reynolds sayısı denir ve Re ile gösterilir. Reynolds sayısı, akışkanın laminar ve turbulent olduğunu tanımlamada kullanılan en basit ve en yaygın boyutsuz sayıdır.

$$Re = \frac{Dvp}{\mu} \quad (1)$$

Boru veya kanalın genişlediği veya akımın doğrultu değiştirdiği yerlerde hızın büyüklüğünün ve doğrultusunun değişmesi nedeniyle enerji kayıpları meydana gelir. Sıkıştırılamayan akışkanların mekanik enerji korunumu Bernoulli denklemi ile ifade edilebilir. Bernoulli denklemi, yatışkın koşullarda turbulent akış için uygulanan mekanik enerji denkleminin özel bir formudur:

$$z_1 + \frac{P_1}{\rho g} + \frac{V_1^2}{2} = z_2 + \frac{P_2}{\rho g} + \frac{V_2^2}{2} + h_f \quad (2)$$

Bernoulli denklemini, pratik uygulamada birçok durumu kapsar ve sıkıştırılamayan akışkanın iki nokta arasındaki akışında yataşkın durum kütle denklği ile birlikte kullanılır:

$$m = \rho_1 A_1 V_1 = \rho_2 A_2 V_2 \quad (3)$$

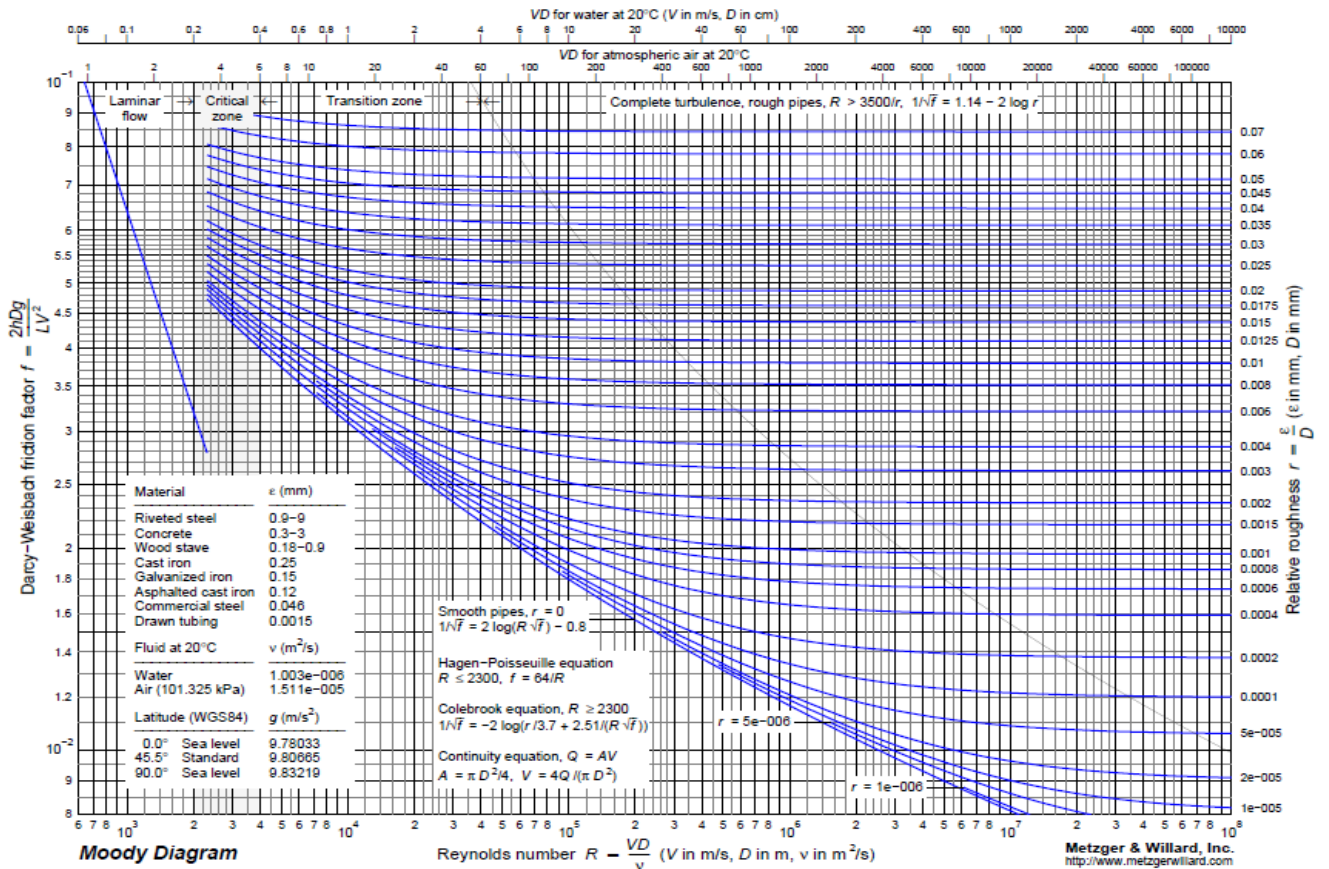
Akış sistemlerinde, akışkan ile akış yüzeyi arasındaki sürtünme, akışkan molekülleri arasındaki sürtünme ve tübülans, sistem giriş-çıkışları, pompa, vana, akış düşürücüler ve bağlantı ekipmanları gibi sistem bileşenleri basınç düşmesine neden olur.

2.1. Düz Borular İçin Sürtünme Kaybı

Silindirik düz borularda sürtünme kaybının kinetik enerji ve boru uzunluğu L ile doğru orantılı, boru çapı D ile ters orantılı olarak değiştiği belirlenmiştir:

$$h_{fp} = \frac{4fLV^2}{2gD} \quad (4)$$

Sürtünme faktörü f , akışkanın Reynolds sayısına ve borunun iç yüzey pürüzlülüğüne bağlı boyutsuz bir sabittir. Stanton-Pannell ve Moody, farklı çaplara ve yüzey pürüzlülüğüne sahip borularda birçok akışkan için sürtünmeye bağlı basınç düşmesini ölçmüşlerdir.



Şekil 1. Moody diyagramı

Sürtünme faktörü, $Re < 2100$ değerlerinde yüzey pürüzlülüğünden bağımsız, $Re > 2100$ değerlerinde yüzey pürüzlülüğünün fonksiyonudur. Sürtünme faktörü, farklı borular için turbulent akışta $Re > 3000$ olduğu durumlarda Colebrook denklemi ile hesaplanabilir. Eşitlikte, ε boyutsuz pürüzlülük parametresidir.

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = -4 \log \left(\frac{\varepsilon}{3.7D} + \frac{1.256}{Re\sqrt{f}} \right) \quad (5)$$

Eşitlik (5), pürüzsüz borular için ($\varepsilon/D = 0$) Prandtl denklemine indirgenir:

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = -4 \log \left(\frac{1.256}{Re\sqrt{f}} \right) \quad (6)$$

Eşitlik (5), çok pürüzlü borular için von Kármán denklemine indirgenir:

$$\frac{1}{\sqrt{f}} = -4 \log \left(\frac{\varepsilon}{3.7D} \right) \quad (7)$$

Akış hızı biliniyorsa, sürtünme faktörü Eşitlik (8)'den:

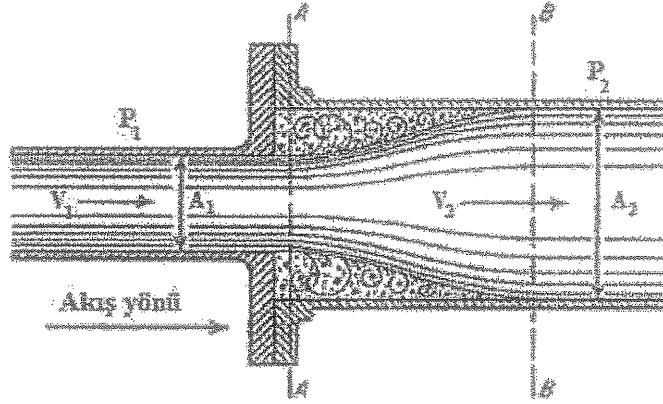
$$\frac{1}{\sqrt{f}} = 3.60 \log \left(\frac{Re}{7} \right) \quad (8)$$

veya $2500 < Re < 10^5$ için Blasius denkleminde hesaplanabilir:

$$f = \frac{0.0785}{Re^{0.25}} \quad (9)$$

2.2. Ani Genişleme İçin Sürtünme Kaybı

Akış kesit alanı ani olarak genişlediğinde akışkan akımı duvardan ayrılır ve genişleyen kısma jet akımı olarak girer; jet akımı genişler ve geniş borunun içini doldurur. Genişleyen jet akımı ve boru duvarı arasında kalan boşluk sınır tabaka ayrılmasının vorteks hareketi sonucunda akışkan ile dolar. Bu etki Şekil 2'de görülmektedir.



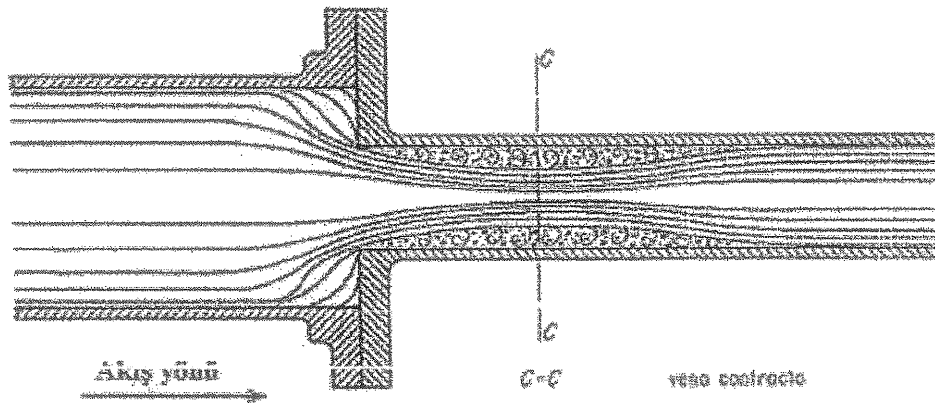
Şekil 2. Ani genişlemeden kaynaklanan sürtünme kaybı

Ani genişlemede sürtünme kaybının kinetik enerji ile doğru orantılı olarak değiştiği belirlenmiştir:

$$h_{fe} = \frac{(V_1 - V_2)^2}{2g} \quad (10)$$

2.3. Ani Daralma İçin Sürtünme Kaybı

Akış kesit alanı ani olarak daraldığında akışkan akımı duvardan ayrılır ve daralan kısma jet akımı olarak girer; jet akımı önce daralır ve daha sonra genişleyerek dar borunun içini doldurur. Dar borunun içinde jet akımının daralmadan genişlemeye geçtiği minimum kesit alanı *vena contracta* olarak adlandırılır. Şekil 3'te dar boru duvarı ve jet akımı arasında kalan boşlukta vorteks oluşumu görülmektedir. CC düzlemi *vena contracta*'da çizilmiştir.



Şekil 3. Ani daralmadan kaynaklanan sürtünme kaybı

Ani daralmada sürtünme kaybının kinetik enerji ve daralma kaybı katsayısı ile doğru orantılı olarak değiştiği belirlenmiştir:

$$h_{fc} = \frac{K_c V_2^2}{2g} \quad (11)$$

Eşitlik (11)'de K_c , daralma kaybı katsayısı olarak tanımlanır. Laminar akışta $K_c < 0.1$ 'dir ve daralmadan kaynaklanan h_{fc} kaybı ihmal edilebilir. Tablo 1'de ani daralma için kayıp katsayıları verilmiştir. A_1 ve A_2 , sırasıyla giriş ve çıkış kesit alanlarıdır.

Tablo 1. Ani daralma için kayıp katsayıları

A_1/A_2	0	0.1	0.2	0.3	0.4	0.6	0.8	1.0
K_c	0.50	0.46	0.41	0.36	0.30	0.18	0.06	0

Turbulent akış için, K_c Eşitlik (12) ile de hesaplanabilir:

$$K_c = 0.4 \left(1 - \frac{A_2}{A_1} \right) \quad (12)$$

2.4. Bağlantı Elemanları İçin Sürtünme Kaybı

Boru bağlantı elemanları akışta türbülansa neden olduklarından sürtünme kayıpları meydana getirir. Bağlantı ekipmanlarından kaynaklanan sürtünme kayıpları Eşitlik (13) kullanılarak hesaplanır:

$$h_{fb} = \frac{K_b V^2}{2g} \quad (13)$$

K_b , dirsek çapı/boru çapı oranına ve dirsek açısına bağlı boyutsuz sabittir.

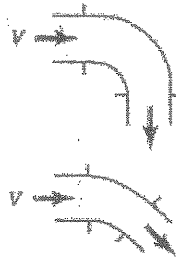
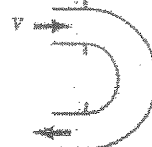
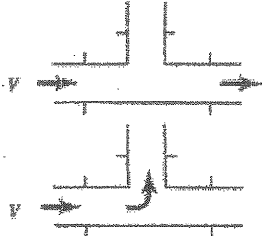
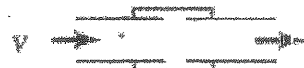
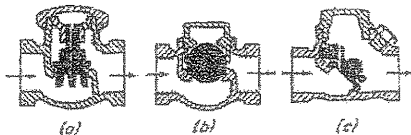
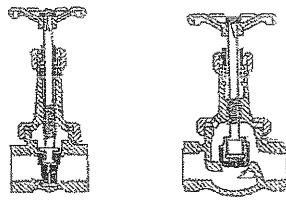
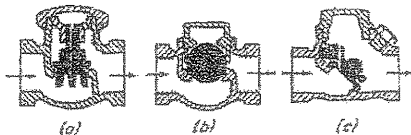
2.5. Vanalar İçin Sürtünme Kaybı

Vanalar akışta türbülansa neden olduklarından sürtünme kayıpları meydana getirir. Vanalardan kaynaklanan sürtünme kayıpları Eşitlik (14) kullanılarak hesaplanır:

$$h_{fv} = \frac{K_v V^2}{2g} \quad (14)$$

K_v , vana tipine ve vananın açıklık oranına bağlı boyutsuz sabittir.

Tablo 2. Boru bileşenlerinin sürtünme kayıp katsayıları

Bileşen	K_b	
a. Dirsekler		
Düzgün 90°, flanşlı	0.3	
Düzgün 90°, vidalı	1.5	
Uzun dairesel 90°, flanşlı	0.2	
Uzun dairesel 90°, vidalı	0.7	
Uzun dairesel 45°, flanşlı	0.2	
Düzgün 45°, vidalı	0.4	
b. 180° dönen bağlantılar		
180° dönen bağlantı, flanşlı	0.2	
180° dönen bağlantı, vidalı	0.5	
c. T borular		
Düz akış, flanşlı	0.2	
Düz akış, vidalı	0.9	
Dirsekli akış, flanşlı	1.0	
Dirsekli akış, vidalı	2.0	
d. Bilezik (boru), vidalı		
	0.08	
e. Vanalar		
Küresel, tam açık	10	
Açılı, tam açık	2	
Kapı tipi, tam açık	0.15	
Kapı tipi, 1/4 kapalı	0.26	
Kapı tipi, 1/2 kapalı	2.1	
Kapı tipi, 3/4 kapalı	17	
Bilyeli vana, tam açık	0.05	
Bilyeli vana, 1/3 kapalı	5.5	
Bilyeli vana, 2/3 kapalı	210	

2.6. Mekanik enerji denkleğinde toplam kayıp:

Düz borudan, ani genişlemeden, ani daralmadan, boru bağlantılarından ve vanalardan kaynaklanan sürtünme kayıpları birleştirildiğinde mekanik enerji denkleği (Eşitlik 2) için toplam sürtünme kaybı (h_f), hızın değişmediği kabul edilerek, Eşitlik (15)'deki gibi yazılabilir:

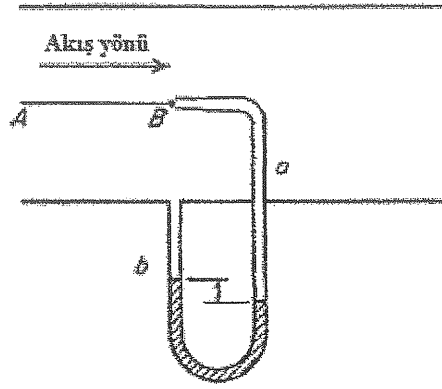
$$h_f = \frac{\frac{4fLV^2}{D} + (V_1 - V_2)^2 + K_c V_2^2 + K_b V^2 + K_v V^2}{2g} \quad (15)$$

2.7. Akış Ölçerler

Mühendislik uygulamalarında akışkan hızlarının ölçümünde çok sayıda ekipman kullanılmaktadır. Debi ölçümleri, orifisimetreler, pitot tüpleri, venturimetreler ve bunların çeşitli modifiye edilmiş ölçme aletleri ile yapılır.

2.7.1. Pitot tüpü:

Pitot tüpü bir noktadaki bölgesel hızı ölçmede kullanılan bir ölçüm ekipmanıdır. Pitot tüpünün çalışma ilkesi boru içerisinde eksene dikey hareket edebilen, bir ucu akış yönüne karşı, diğer ucu boru yüzeyine yerleştirilen manometredeki basınç farkının ölçümüne dayanmaktadır.



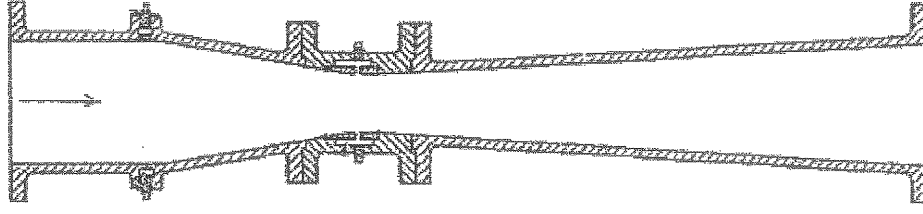
Şekil 4. Pitot tüpü

$$V = C_p \sqrt{\frac{2(P_1 - P_2)}{\rho}} \quad (16)$$

Pitot tüpünün katsayısı, C_p , 0.98 ile 0.995 arasında değişir.

2.7.2. Venturimetre

Akış ölçerlerin tasarımından kaynaklanan basınç kaybı venturimetrede minimize edilmiştir. Venturimetre boru hattına yerleştirilir ve basınç çıkışlarının olduğu noktalara bir manometre yerleştirilerek basınç farkı ölçülür. Venturimetre ortalama çizgisel hızı ölçer.



Şekil 5. Venturimetre

Venturimetre için temel eşitlik, sıkıştırılamaz akışkanlar için basınç farkı olan iki noktada arasında Bernoulli denklemi yazılarak elde edilir. Sürtünme kaybı ihmal edilir ve venturimetrenin yatay konumda olduğu kabul edilirse:

$$V_2^2 - V_1^2 = \frac{2(P_1 - P_2)}{\rho} \quad (17)$$

elde edilir. Süreklilik denkleminde:

$$V_1 = \left(\frac{D_2}{D_1}\right)^2 V_2 = \beta^2 V_2 \quad (18)$$

elde edilir. Eşitlik (18)'de; D_1 , borunun çapı, D_2 , venturimetrenin boğaz çapı, β , D_2/D_1 çaplarının oranıdır. Eşitlik (19)'da venturimetre sürtünme sabiti, C_v , boru çapı 0.2 m'den küçük olduğunda 0.98, büyük olduğunda 0.99 kabul edilir.

$$V = \frac{C_v}{\sqrt{1 - \beta^4}} \sqrt{\frac{2(P_1 - P_2)}{\rho}} \quad (19)$$

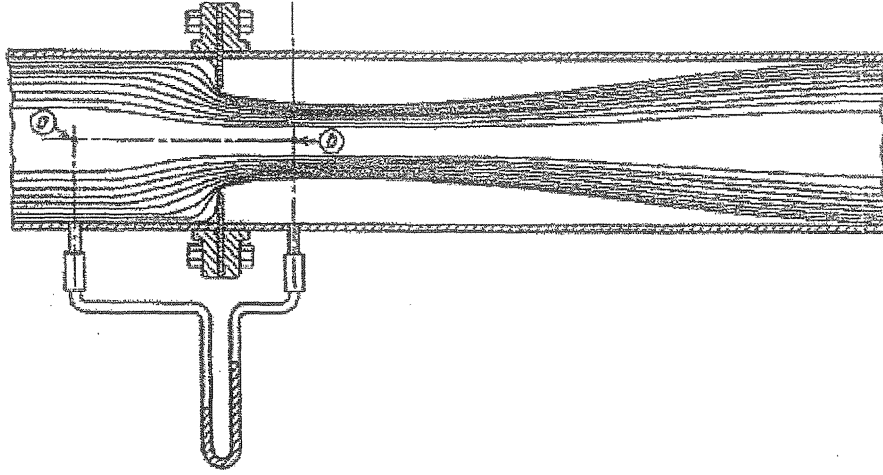
2.7.3. Orifisimetre

Orifisimetrenin akış ölçüm ilkesi venturimetre ile aynı temeldedir ve orifisimetre ile de ortalama çizgisel hız ölçülür.

$$V = \frac{C_o}{\sqrt{1 - \beta^4}} \sqrt{\frac{2(P_1 - P_2)}{\rho}} \quad (20)$$

Eşitlik (20)'de; D_1 , borunun çapı, D_2 , orifisimetrenin çapı olmak üzere, β , D_2/D_1 çaplarının oranıdır. C_o ,

orifisteki Reynold sayısına bağılıdır. $Re > 2000$ ve $D_2/D_1 < 0.5$ olduğu durumda $C_o = 0.61$ olarak kabul edilir.



Şekil 6. Orifismetre

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

- Akışkanlar Mekanik dersi bilgilerinizi tekrarlayınız.
- Sürtünme kayıpları ve bağlantı ekipmanları konusundaki bilgilerinizi tekrarlayınız.
- Akış ölçerler konusundaki bilgilerinizi tekrarlayınız.

4. DENEYSEL YÖNTEM

Üzerinde çeşitli donanımlar bulunan dairesel kesitli boru sisteminde sürtünme kayıplarını belirlemede kullanılan düzeneğin akım şeması Şekil 7’de verilmiştir.

4.1 Deney Sistemi



Şekil 7. Sürtünme kayıpları deney düzeneği

Deney sisteminde;

- Hem pürüzlü hem pürüzsüz **DN15, DN20 ve DN25** boruları
- Küresel vana, sürgülü vana, stop vana ve eğik vana (kovsa vana),
- Orifis metre.
- Pitot tüpü.
- Bernouilli tüpü.
- 45° ve 90° dirsekler ve r bağlantıları
- Ani genişleme ve daralma elemanları bulunmaktadır.

Bu elemanları gösteren akış şeması Şekil 8’de sunulmaktadır.

Şekil 8. Sürtünme kayıpları akış şeması

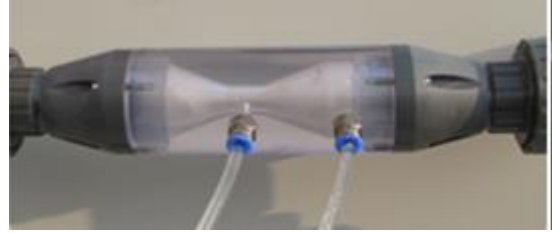
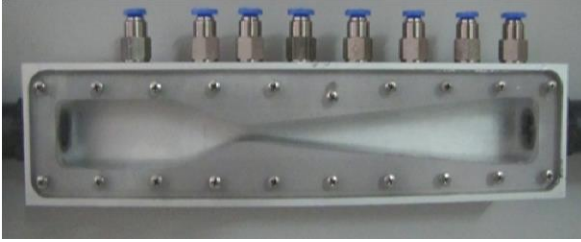
Sistemdeki bazı elemanların gösterimi aşağıdaki gibidir.



Basınç ve fark basınç ölçme cihazı (0-1000mBar)



Türbin Debimetre ve Rotametre (0-6m³/h)

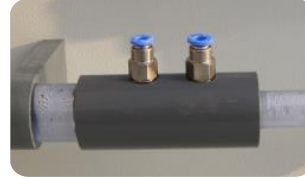


Kübik ve silindirik venturimetre

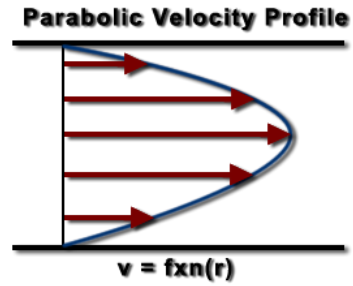
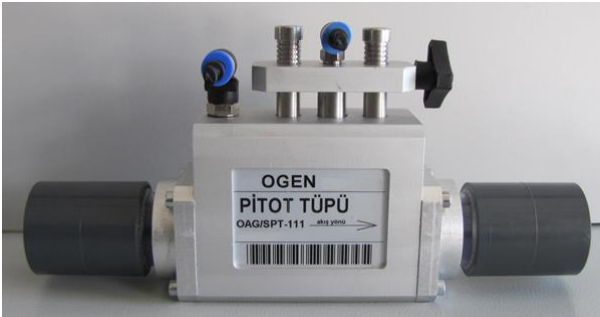


Orifismetre

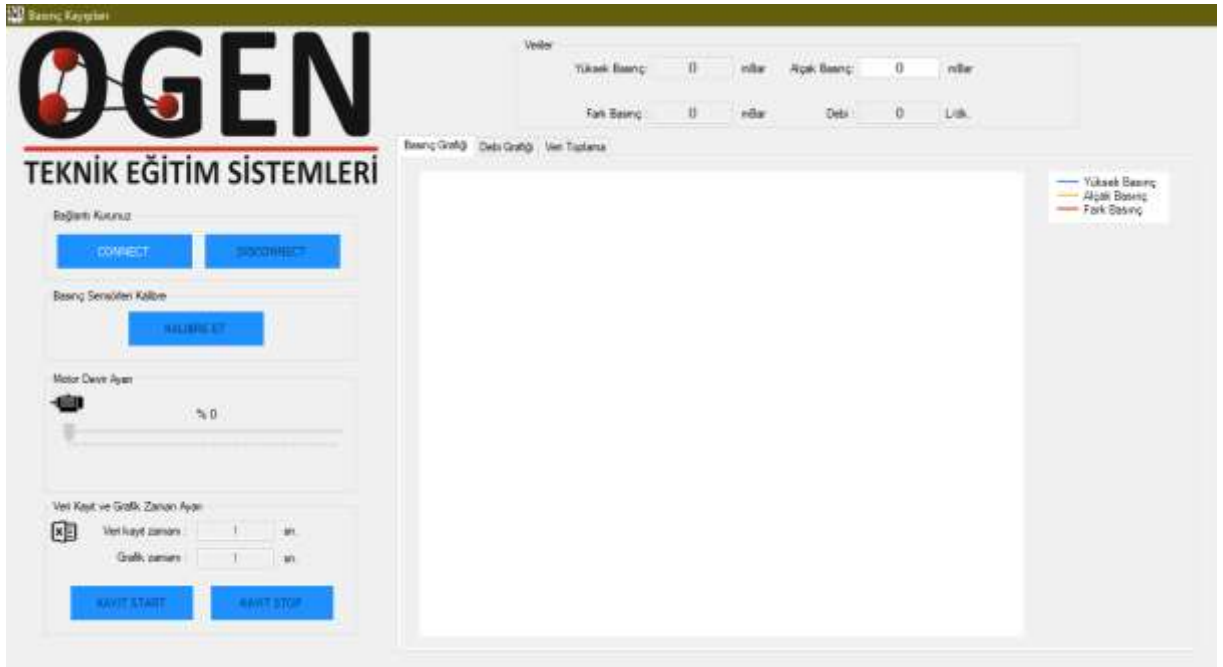
Orifis plakalar: Ø10mm, Ø12mm, Ø14mm, Ø16mm



**Ani daralma ve genişleme modülleri
(Ø28-Ø16)- (Ø16-Ø28)**



**Pitot tüpü
(Borularda hız profili oluşturmaya uygun yapıda)**



Şekil 9. Deney sistemi kontrol paneli

5. DENEYİN YAPILIŞI

- 1) Besleme tankının giriş ve çıkış bağlantılarının kontrolünü yapınız.
- 2) Pompayı çalıştırmadan önce kontrol panelinden sıfırlama yapınız. Daha sonra, besleme tankının çıkış vanasını açarak pompayı çalıştırınız. Sırasıyla her hattan birer dakika suyun akışını sağlayarak hatların içindeki havayı boşaltınız.
- 3) Deney düzeneğinin sadece 1 no.lu hattını açarak akış göstergesinde akışın kararlı hale gelmesini bekleyiniz.
- 4) Düzeneğin kararlı hale geldiğinden emin olduktan sonra sadece 1. hattı açık tutarak maksimum hacimsel akış hızında ve üç farklı debide, basınç farklarını kontrol panelinden takip ederek, kaydediniz.
- 5) Bu işlemleri sırasıyla diğer hatlar içinde tekrar ediniz.

6. HESAPLAMALAR VE VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

- 6.1. Her hatta sürtünme kaybına neden olan noktalar arasında ölçülen basınç farklarını mekanik enerji denkliğinde yerine yazarak deneysel sürtünme kayıplarını hesaplayınız.
- 6.2. Genel Bilgiler bölümünde farklı durumlar için verilen sürtünme kayıpları eşitliklerini kullanarak teorik sürtünme kayıplarını hesaplayınız.
- 6.3. Deneysel ve teorik sürtünme kayıplarını karşılaştırınız.
- 6.4. Hesapladığınız sürtünme kayıplarını, kaynakları açısından (ani daralma, ani genişleme, düz boru, bağlantılar ve vanalar) karşılaştırarak değerlendiriniz.

SİMGELER VE KISALTMALAR

A	alan
C	akışölçer katsayısı (p: pitot tüpü; v: venturimetre, o: orifis metre)
D	çap
f	sürtünme faktörü
g	yerçekimi ivmesi
h_f	sürtünme kaybı (p: boru; c: ani daralma; e: ani genişleme; b: bağlantı elemanları; v: vana)
K	sürtünme kaybı katsayısı (c: ani daralma; b: bağlantı elemanları, v: vana)
L	boru uzunluğu
m^o	kütleli akış hızı
P	basınç
Re	Reynolds katsayısı
V	akışkanın hızı
z	yükseklik
ϵ	pürüzlülük katsayısı
μ	vizkozite
ρ	yoğunluk

KAYNAKLAR

- 1) McCabe W.L., Smith J.C., Harriott P., "Unit Operations of Chemical Engineering", McGraw-Hill, New York, 1988.
- 2) Geankoplis C.J., "Transport Processes and Unit Operations", Prentice-Hall, Inc., New York, 1993.
- 3) Coulson J.M., Richardson J.F., Backhurst J.R., Harker J.H., "Chemical Engineering", Cilt 1. Pergamon Press, New York, 1977.
- 4) Perry R.H., Green D., "Perry's Chemical Engineers' Handbook", McGraw-Hill, New York, 1984.
- 5) Franzini J.B., Daugherty R.L., Finnemore E.J., "Fluid Mechanics with Engineering Applications", McGraw-Hill, New York, 1985.

VERİLER

1. HAT	ΔP (mm Hg)		
	Q =	Q =	Q =
$\frac{3}{4}$ inçten 2 inç ani genişleme			
2 inçten $\frac{3}{4}$ inç ani daralma			
45° açılı dirsek			

2. HAT	ΔP (mm Hg)		
	Q =	Q =	Q =
$\frac{3}{4}$ inç düz boru			

3. HAT	ΔP (mm Hg)		
	Q =	Q =	Q =
$\frac{1}{2}$ inç düz boru			

4. HAT	ΔP (mm Hg)		
	Q =	Q =	Q =
$\frac{1}{4}$ inç düz boru			
$\frac{1}{4}$ inçten $\frac{1}{2}$ inç ani genişleme			
$\frac{1}{2}$ inç küresel vana			
$\frac{1}{2}$ inçte 180° açılı vana			

5. HAT	ΔP (mm Hg)		
	Q =	Q =	Q =
$\frac{1}{2}$ inçten $\frac{3}{4}$ inç ani genişleme			
$\frac{3}{4}$ inçten $\frac{1}{2}$ inç ani daralma			
4 adet yumuşak 90° dirsek			
4 adet keskin 90° dirsek			
$\frac{1}{2}$ inç küresel vana			

GAZ ABSORPSİYONU

DENEYİN AMACI

Dolgulu kolonda basınç düşüşlerinin belirlenmesi ve CO₂'in sudaki absorpsiyonunun incelenmesi, toplam kütle transfer katsayılarının belirlenmesidir.

KURAMSAL TEMELLER

Bir gaz karışımında bulunan bileşenin, sıvı olan bir çözeltiye geçmesi esasına dayanan bu işleme gaz absorpsiyonu (soğurma) denir. Bu gaz karışımı genellikle inert bir gaz ve soğurulacak gazdan oluşur. Absorpsiyon difüzyon kanunlarına uyar, genel mekanizması hakkında bilgi edinilmesi için, durumu gaz – sıvı dengesi ve absorpsiyon hızı bakımından incelemek gerekir.

Absorpsiyon işleminin tersi yani sıvı fazda çözünmüş haldeki bir bileşenin, bu sıvı içersinden inert bir gaz geçirilmesi ile uzaklaştırılması işlemi ise desorpsiyon işlemidir. Örneğin NH₃, bir sulu çözeltisinden, bu çözelti içinden hava geçirilerek uzaklaştırılır. Gazların sıvılarda çözünürlüğü artan basınçla artar, artan sıcaklıkla azalır (Vurgun: Denizde yüksek basınçta insan vücudunda hava çözünmesi).

Absorpsiyon, gaz karışımındaki bileşenin sıvı içinde çözündüğü fiziksel absorpsiyon veya gaz karışımındaki bileşenin sıvı ile tepkimeye girdiği kimyasal absorpsiyon şeklinde olabilir.

Aynı sıcaklık ve aynı basınçta farklı gazların aynı sıvıdaki çözünürlükleri farklıdır. Bir başka deyişle, absorpsiyon gazın cinsine bağlı olarak değişmektedir. Buharların kolay sıvılaşabilmesi ile bazı gaz ve buharların çözücü sıvı ile kimyasal tepkimeye girmesi çözünürlüğün yükselmesine yol açmaktadır. Bir gazın bir sıvıdaki çözünürlüğünün düşük derişimlerde Henry Yasasına uyar. Bu durum $x_i = p_i/p^o \cdot K_i$ eşitliğine göre çizilen x_i - p_i grafiğinin her basınç aralığında bir doğru vermesinden anlaşılır.

Aynı sıcaklık ve basınçta aynı gazın farklı sıvılardaki çözünürlükleri de farklıdır. Bir başka deyişle, absorpsiyon çözücünün cinsine de bağlıdır. Saf sıvı yerine absorblayıcı olarak asidik ya da bazik özellikteki karışımlar da kullanılmaktadır. Amonyak gibi bazik gazlar asidik çözeltilerde; hidrojen klorür ve karbondioksit gibi asidik gazlar ise bazik çözeltilerde bir kimyasal tepkime eşliğinde tam olarak absorblanmaktadır.

İdeal bir gaz karışımı ya da buhar içindeki bileşenlerin bir sıvıdaki ideal çözünürlükleri birbirinden bağımsız olup yalnızca kendi kısmi basınçlarına bağlıdır. Bu nedenle, Henry yasası her bileşene bağımsız olarak uygulanarak hesaplama yapılabilir. Sıvılardaki absorpsiyon farklarına dayanılarak karışım halindeki gazlar birbirinden ayrılabilir. Bir gazın bir sıvıdaki absorpsiyonu sabit yükselen sıcaklıkla genellikle azalırken desorpsiyonu genellikle artar.

Dolgulu absorpsiyon kolonlarında dolgu maddesi olarak kullanılan maddeler aşağıdaki özelliklere sahip olmalıdır: Birim hacminin ağırlığı az olmalıdır; bu husus sadece kule tarafından taşınacak tüm ağırlığa etki etmekle kalmaz, aynı zamanda kulenin projelendirilmesine de etki eder. Kule içerisine gelişigüzel doldurulan dolgu malzemeleri kule duvarlarına basınç yapar ve birim hacminin ağırlığı daha fazla olursa, kule yapım fiyatına etki edebilir. Birim hacmin aktif yüzey alanı fazla olmalıdır; daha fazla temas sağlanabilir. Serbest kesit alanı büyük olmalıdır; kule içerisinde meydana gelen

basınç düşüşüne ve dolayısıyla sirkülasyonu için gerekli pompa gücüne etki eder. Bundan başka serbest kesit alanının küçük olması, gaz akım hızının bu serbest kısımlarda artmasına ve belirli bir limitin üzerinde, sıvı fazın kule dışına atılmasına sebep olur. Dolgu malzemesi tarafından tutulan sıvı az değildir; bu genel olarak istenilen bir husustur, çünkü kule yükünün azalmasını ve sıvı fazın kuleden mümkün olduğu kadar çabuk uzaklaşmasını sağlar. Gazın sıvı fazın içerisindeki çözünürlüğünün az olması veya gaz fazla sıvı faz arasında meydana gelen reaksiyonun yavaş olması halinde bu arzulanmayan bir özelliktir. Asit kulelerinde dolgu malzemesi tarafından sıvı miktarının az olması genellikle istenir, çünkü bu takdirde kulenin boşaltılması esnasında daha az kaza riski vardır. Ayrıca dolgu maddelerinin fiyatı ucuz olmalı, belirli bir dayanıklılığı olmalı, temasta bulunduğu gaz ya da sıvı faz ile reaksiyona girmemelidir.

Raschig halkaları; kule dolgu maddeleri olarak en fazla kullanılandır. Yüksekliği çapına eşit silindirik halkalardan ibaret olup, duvarların kalınlığı yapıldığı malzemenin cinsine bağlı olarak değişir. Seramik veya metalden yapılabilirler. Birim hacmin ağırlığı, serbest hacim, serbest kesit alanı ve birim hacmin yüzeyi bakımından en iyi kule dolgu malzemeleridir.

Berl eyerleri; bunlar porselenden yapılmış eyer seklinde malzemeler olup, kulelere gelişigüzel doldurulurlar. Bunların diğerlerinden üstün tarafı, gaz akımına karşı oldukça düşük sürtünme direnci vermeleri ve yeterli gaz – sıvı temas yüzeyine sahip olmalarıdır.

Spiral halkalar; içlerinde spiral bir bölme bulunan bu halkalar tamamen Raschig halkalarına benzerler, spiral bölme halka kesitini tamamen veya kısmen örter. Bu halkalar daima muntazam sıralar halinde dizilirler ve hiçbir zaman gelişigüzel kule içerisine doldurulmaz. Spiral bölme gaz-sıvı temasını önemli ölçüde artırır, fakat serbest kesit alanını ve serbest hacmi pek fazla azaltmaz. Buna rağmen hem kendi fiyatları hem de yerleştirme ücretleri oldukça yüksektir.

Kolonda Kütle Denkliği

Gaz absorpsiyonu inert bir bileşen ile gaz karışımı halinde bulunan çözünen bir maddenin, inert bir sıvı ile absorbe edildiği bir işlemdir. Yatışkın durumda, gaz fazdan absorplanan gazın transferi, sıvı faza transfer olana eşittir.

L_i ve L_o : Kolana giren ve çıkan sıvı fazın hacimsel akış hızları,
 G_i ve G_o : Kolana giren ve çıkan toplam gazın molar akış hızları,
 y_i ve y_o : Kolana giren ve çıkan gaz karışımı içindeki karbondioksit mol kesri

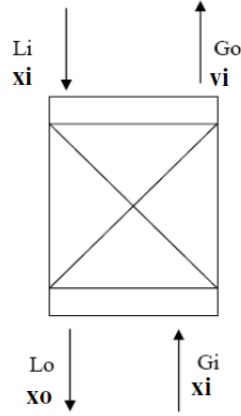
Havanın çözeltide çözünmediği (inert bileşen) durum için, gaz fazından uzaklaşan karbondioksit miktarı;

$$G_i - G_o \text{ (mol/s)}$$

sıvı faza absorbe edilen karbondioksit ise;

$$L_o C_{No} - L_i C_{Ni} \text{ (mol/s)}$$

olarak yazılır.



Sekil 1. Absorpsiyon kolonuna giren çıkan akımlar

Hava – karbondioksit – kostik çözeltisi sisteminde sıvı akış hızı kolon boyunca değişmemekle birlikte ($L_o = L_i$), gaz akış hızı, karbondioksit uzaklaşması ve kolon boyunca basınç düşmesinden dolayı değişmektedir ($G_o = G_i$). Gaz fazı akış hızındaki değişikliği belirlenmesinde madde denklighinden elde edilen aşağıdaki eşitlik kullanılabilir.

$$G_o (1 - y_o) = G_i (1 - y_i)$$

Gaz fazı toplam kütle transfer katsayısının (K_{OG}) belirlenmesi için, dolgulu adsorpsiyon kolonları için verilen eşitlikten yararlanılabilir.

y^* ve y : Kolonun herhangi bir noktasında sıvı ile dengede olan gazın mol kesri ve yığın fazın mol kesri,

A : Kolonun kesit alanı,

H : Dolgu maddesinin yüksekliği,

a : Dolgu maddesinin birim hacimdeki yüzey alanıdır

Seyreltik gaz karışımı için eşitlik aşağıdaki şekilde yazılabilir.

$$H = \frac{d[Gy]}{K_{OG} a A (y^* - y)}$$

$$K_{OG} = \frac{G dy}{H a A (y^* - y)}$$

Eşitliğin sağ tarafındaki teriminin integralini almak zor olduğundan, K_{OG} daha basit fakat daha az hassasiyet ile aşağıdaki eşitlikten belirlenebilir;

$$N = K_{OG} a A H \frac{(P_i - P_o)}{\ln \left(\frac{P_i}{P_o} \right)}$$

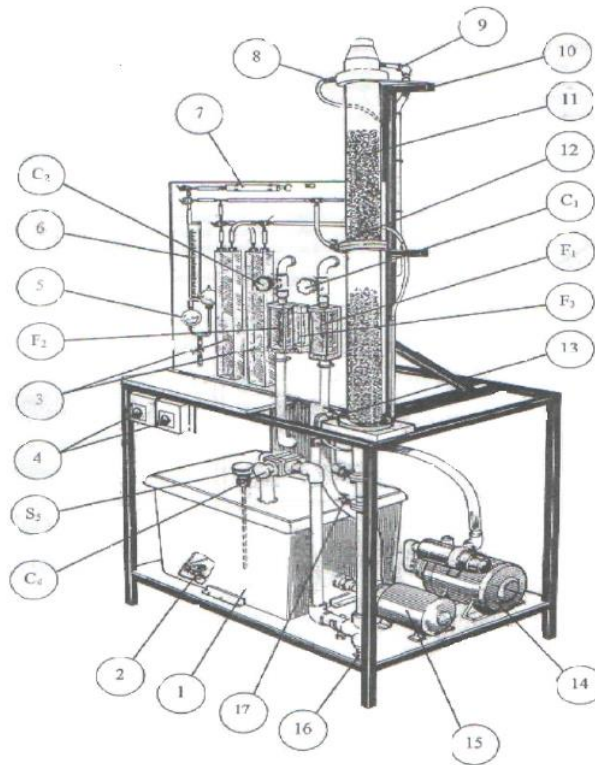
Bu eşitlik düzenlenirse;

$$K_{OG} = \frac{N \ln \left(\frac{P_i}{P_0} \right)}{a A H (P_i - P_0)}$$

elde edilir.

DENEY DÜZENEĞİ ve YÖNTEMİ

Şekil 2'deki düzenekteki tanka 20 Litre saf su doldurulur. CO₂ tüpü açılır ve reglatörü en düşük basınca ayarlanır. Hempl aparatına 0.01M sodyum bikarbonat çözeltisi doldurulur ve sıvı seviyesi göstergesi 0 noktasına ayarlanır.



Sekil 2. Deney düzeneği

Deney A: Dolgulu kolonda sadece gaz akısı varken basınç düşüşlerinin belirlenmesi

Sıvı pompası kapalı tutularak kuru dolgu maddeleri için farklı hava akış (20, 40, 60, 80, 100, 120, 140, 160 L/min) hızlarında basınç düşüşleri ölçülür ve kaydedilir.

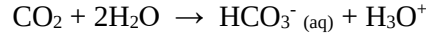
Deney B: Dolgulu kolonda gaz ve sıvı akısı varken basınç düşüşlerinin belirlenmesi

Farklı sıvı akışları için gaz akış hızı artırılarak basınç düşüşleri ölçülür ve kaydedilir.

Hava akış hızı (L/min) Su akış hızı (L/min)	20	40	60	80	100	120	140	160
1								
3								
5								
7								

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

Sıvı tankı saf su ile doldurulur. C2 ve C3 vanaları kapalıyken sıvı pompası çalıştırılır ve C1 vanasıyla F1 akış metresi üzerinde 6 L/min'lık akış hızı ayarlanır. Kompresör çalıştırılır ve C2 vanasıyla F2 akış metresi üzerinde 20 L/min'lık hava akış hızı ayarlanır. CO₂ tüpünün vanası açılarak C3 vanasıyla F3 akış metresi üzerinde 5 L/min'lık CO₂ akış hızı ayarlanır. Sisteme CO₂ verildikten 5 dakika sonra analiz için ilk örnek alınır. Örnekler, kolon sıvı çıkışından (S4) ve tanktan (S5) alınırdır (50'şer ml). CO₂'in sudaki absorpsiyonunda;



tepkimesi oluşur. Bu karışımdaki CO₂ miktarını belirlemek için titrasyon yöntemi uygulanacaktır.

Bu titrasyon için S4 ve S5'den alınan örneklerden 50'şer mililitre iki ayrı erlene konulur. Her bir erlen için yapılan işlemler aynıdır. Erlene iki damla fenolftalein indikatörü damlatılıp 0.0277 M NaOH çözeltisi ile dönüm noktasına) pembe renk oluşana kadar) kadar titre edilir. Kullanılan bazın hacmi kaydedilir (V_B).

Deney D: Gaz analiz aletini kullanarak absorplanan CO₂ miktarının belirlenmesi

Öncelikle Hempl aparatındaki göstergesinin 0 seviyesine ayarlanmalıdır. Sistemden şırınga yardımı ile alınan 100 ml örnek Hempl aparatına yavaşça gönderilir. Hempl aparatındaki NaHCO₃ çözeltisinin taşmamasına dikkat edilmelidir. Aynı yavaşlıkla şırınga geri çekilerek eski seviyesine getirilir. Hempl aparatındaki göstergedeki sıvı yükselmesi kaydedilir. İşlem birkaç kez tekrarlanır. Bu ölçüm yöntemi aşağıdaki şema ile açıklanmıştır.

HESAPLAMALAR

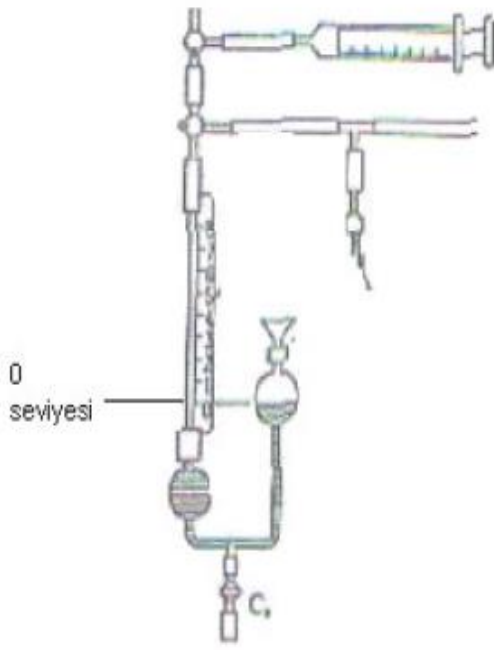
Yukarıda elde edilen deneysel verileri kullanılarak aşağıdaki hesaplamaları yapınız.

Deney A: Dolgulu kolonda sadece gaz akışı varken basınç düşüşlerinin belirlenmesi

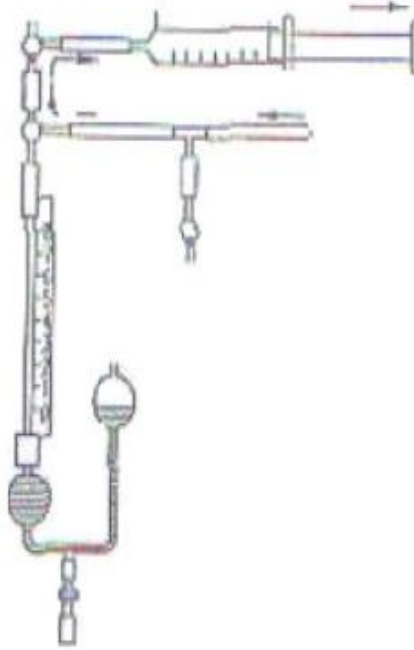
Gaz akış hızlarına karşı basınç düşüşlerini grafiğini çiziniz.

Deney B: Dolgulu kolonda gaz ve sıvı akışı varken basınç düşüşlerinin belirlenmesi

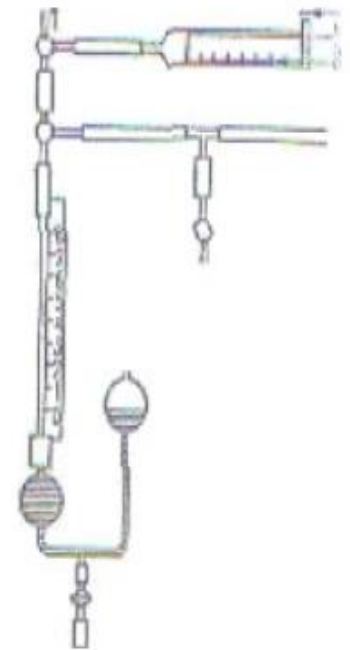
Her bir sıvı akışı için elde edilen gaz akışına karşı basınç düşüşlerini aynı grafikte gösteriniz.



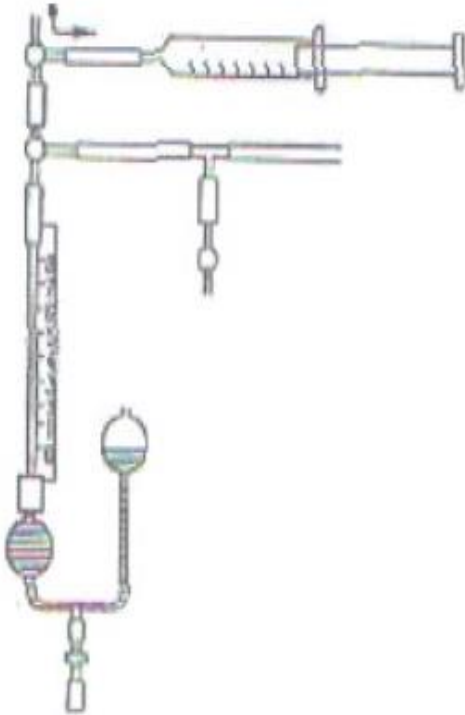
A Standart çözelti 0 seviyesine kadar doldurulur.



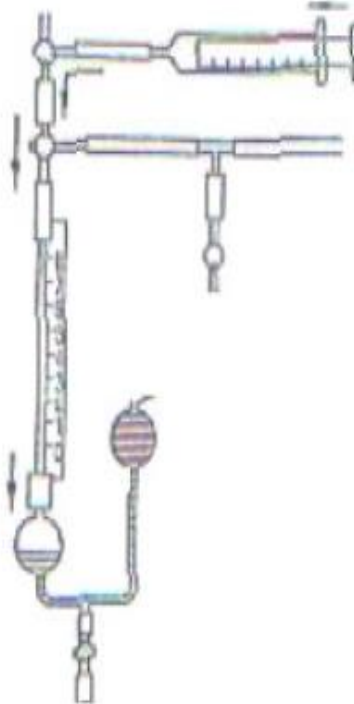
B Gaz örnek alınır.



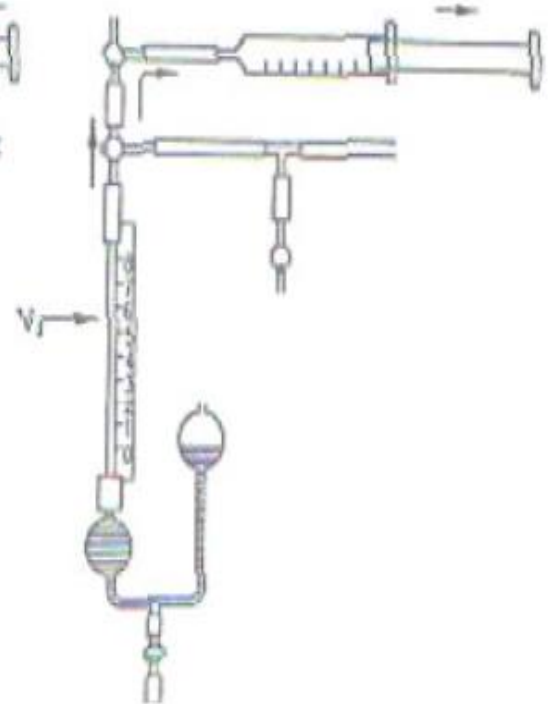
C Atmosfere atılır.



D Kolondaki gaz akıştan şırıngaya 100 ml çekilir.



E Alınan gaz Hempel Aparatına aktarılır.



F Şırınga eski seviyesine geçilir ve göstergedeki sıvı seviyesi okunur.

Sekil 4. Hempel Aparatı ile gaz akısındaki CO₂ miktarının belirlenmesi

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

- Aşağıdaki tabloyu doldurup gösterilen hesaplamaları yapınız.

Sudaki CO₂ derişimi;

$$C_d (\text{mol/L}) = \frac{V_B * 0.0277}{V_A}$$

V_A : Alınan örnek hacmi (ml)

V_B : Harcanan NaOH hacmi (ml)

F₁ :L/s

V_T :Sistemdeki su miktarı (L)

Süre (min)	Toplama Tankından Alınan S ₅ (Kule giriş akımı)		Kule çıkış akımından alınan S ₄	
	V _B (ml)	C _{di} (mol/L)	V _B (ml)	C _{di} (mol/L)
0				
15				
30				
45				
60				

- Ortalama CO₂ absorplama hızı;

$$\text{Ortalama hız} = \frac{C_{di(t=45)} - C_{di(t=15)}}{30 \times 60}$$

- Herhangi bir andaki CO₂ absorpsiyonu;

Giriş akımdaki CO₂ miktarı = F₁*C_{di}

Çıkış akımdaki CO₂ miktarı = F₁*C_{do}

Absorpsiyon hızı = F₁ [C_{di} - C_{do}]

Deney D: Gaz analiz aletini kullanarak absorplanan CO₂ miktarının belirlenmesi

- Öncelikle aşağıdaki tabloyu doldurunuz ve hesaplamaları yapınız.

Giriş Koşulları				Hesaplamalar	
F ₁ (CO ₂) L/s	F ₂ (hava) L/s	V ₁ (başlangıçtaki şırınga hacmi) ml	V ₂ (göstergede okunan hacim) ml	$\frac{F_3}{F_2 + F_3}$	$Y_i = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)_i$

Y = mol kesri = hacim kesri (ideal gaz denklemine göre)

Baslangıçtaki mol kesri;

$$Y_i = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)_i$$

Çıkıştaki mol kesri;

$$Y_0 = \left(\frac{V_2}{V_1} \right)_0$$

F_a : Absorplanan CO₂ miktarı (L/s)

$$F_a = \underbrace{[F_2 + F_3] Y_i}_{\text{Giren CO}_2} - \underbrace{[F_2 + (F_3 - F_a)] Y_0}_{\text{Çıkan CO}_2}$$

$$F_a = \frac{(Y_i - Y_0)(F_2 + F_3)}{1 - Y_0}$$

Absorplanan CO₂ miktarı aşağıdaki şekilde hesaplanabilir;

$$G_a = \frac{F_a}{22.42} \left(\frac{P_{a,ort} (\text{mmHg})}{760} \right) \left(\frac{273}{T_{ort} + 273} \right) \text{ mol/s}$$

Deney E: Toplam Kütle Transfer Katsayısının Belirlenmesi

Deney teorisinde nasıl elde edildiği gösterilen aşağıdaki eşitlikte ki veriler bulunur ve toplam transfer katsayısı hesaplanır.

$$K_{OG} = \frac{N \ln \left(\frac{P_i}{P_0} \right)}{aAH(P_i - P_0)}$$

N : Absorplanan CO₂ miktarı

A : Birim kule hacmine düşen birim dolgu maddesi alanı,
9 mm rasing halkası için bu değer 440 m²/m³'dür.

$$AH : \text{Kolon hacmi} = \frac{\pi}{4} (0.075)^2 1.4 = 0.0062 \text{ m}^2$$

P_i : Giriş akımı CO₂'in kısmi basıncı (=mol kesri* toplam basınç)

P_o : Çıkış akımı CO₂'in kısmi basıncı (=mol kesri* toplam basınç)

ROTARY EVAPORATOR

1. AMAÇ

Ayırma işlemlerinden Evaporasyon prosesinin temel prensiplerini kavramak ve rotary evaporator sisteminin tanıtılması

2. GENEL BİLGİLER

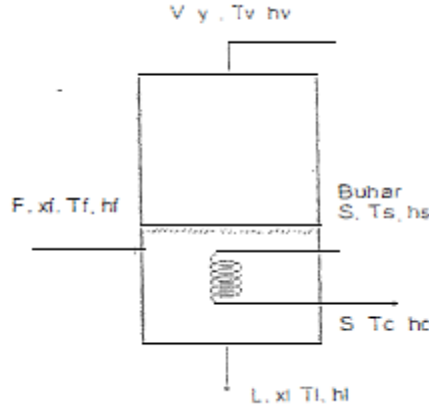
Buharlaştırma (evaporation) kimyasal proses endüstrilerinde kullanılan en yaygın işlemlerden biridir. Buharlaştırma, herhangi bir sıcaklıkta yüzeyde olan sıvı moleküllerinden kinetik enerjisi yüksek olan taneciklerin, tanecikler arası çekim kuvvetini yenerek sıvı halden gaz hale geçebilme olayına verilen isimdir. Buharlaştırmada ürün, çoğunlukla derişik çözeltilerdir. Buharlaştırma işlemi buharlaştırıcılarda (evaporatör) yapılır ve buharlaştırıcılar, ürün verimini arttıracak şekilde tasarlanmaktadır. En az evaporatör tasarımı kadar, seçilen çözeltilerin de buharlaştırma verimine etkisi önemlidir. Düşük basınç altında farklı kaynama noktalarına sahip maddeler döner buharlaştırıcı yardımıyla ayrılmaktadır.

Temel ayırma işlemlerinden olan destilasyon, kurutma ve kristallendirme işlemleri ile evaporasyon işlemi arasında birçok benzerlikler bulunabilirse de, bütün bu işlemler farklı prensiplere dayanırlar. Örneğin, destilasyon işleminde amaç, birbirleriyle her oranda karışabilen ve uçucu olan iki veya daha fazla sıvı madde karışımından, uçuculuğu fazla olan maddece zengin bir buhar fazı elde etmek ve bu buhar fazını yoğunlaştırmaktır. Kurutma işlemi esnasında çözücü maddenin buharlaşması meydana gelmekle beraber, sonuç evaporasyon işleminde olduğu gibi derişik bir çözelti olmayıp katı bir maddedir. Kristallendirmedeki amaç ise yine biri çözünen diğeri çözen maddeden oluşan bir çözeltide, çözünen maddenin kristallerinin meydana getirilmesidir.

Evaporasyonda; çözücüsü uzaklaştırılacak karışım, hacmine uygun dibi yuvarlak bir balona konulur. Balon bir sıkıştırma klempsi ile motor ünitesine tutturulur. Soğutucunun suyu açılır. Su banyosu istenilen sıcaklığa ayarlanır ve balon otomotik/mechanik asansör ile istenilen miktarda su banyosuna daldırılır. Döndürme motoru istenilen hıza ayarlanır. Vakum ünitesi çalıştırılır, yavaş ve dikkatli bir şekilde sistem havaya kapatılarak istenilen miktarda vakum sağlanır. Döndürme yapılmasının sebebi ise düşük basınç uygulanırken çözücü yüzeyinde vakum ile karşılaşan molekül sayısı artırmaktır. Vakum altında döndürme yapılmadan buharlaştırma yapılırsa köpürme, taşma ya da çözücü balonunda çatlama gerçekleşebilir. Vakum uygulaması ile düşürülen basınç sayesinde ise çözelti daha düşük sıcaklıkta kaynar, bu esnada çözücü bozunmadan buharlaşır ve soğutucudan geçerek yoğunlaşır, toplama balonunda birikmeye başlar. Çözücünün tamamının uzaklaştığından emin olduğunda vakum kapatılır ve içeride oluşan vakumu dışarı atmak için yoğunlaştırıcı üzerindeki vana açılır. Daha sonra buharlaştırılacak sıvının balonu su banyosundan çıkarılır. Sistemin sıcaklığı ve rotary kapatılır. Daha sonra balon sistemden çıkarılır.

2.1. Kütle ve Isı Denklemleri

Aşağıdaki şekilde tek kademeli bir buharlaştırıcı görülmektedir. Bu sistemin girdileri; besleme ve sıcak buhar olup çıktıları ise çözelti buharı, derişik çözelti ve yoğunlaşmış buhardır. Bu verilere göre genel toplam kütle ve enerji denklemleri yazılmak istenirse:



Şekil 1. Tek kademeli buharlaştırıcının şematik gösterimi

$$\text{Toplam Madde Denkliği: } F=V+L \quad (1)$$

$$\text{Bileşen Denkliği: } F.x_f = L.x_L + V.y \quad (2)$$

Toplam Enerji Denkliği:

Akışkanlarla giren enerji=Akışkanlarla çıkan enerji + Diğer kayıplar

Diğer kayıplar ihmal edilirse;

$$F.h_f + S.hs = V.h_v + L.h_L + S.h_c \quad (3)$$

Çözeltiliyi buharlaştırmak için kullanılan buhar kızgın su buharı halinde verilir ve doymuş su buharı halinde dışarı çıkmaktadır. Yoğuşma sırasındaki ufak kayıplar göz ardı edilmektedir. Buna göre h_s (Joule/kg) hem hissedilir hem de gizli ısıyı kapsamaktadır. Eğer buhar giriş sıcaklığı ve çıkış sıcaklığının doymuş su buharı sıcaklığında olduğu kabul edilirse, derişikleştirme işleminde kullanılan ısı buharın gizli ısısı olmaktadır.

$$S.hs - S.h_c = S.\lambda \quad (4)$$

$$F.h_f + S.\lambda = V.h_v + L.h_L \quad (5)$$

$$\Delta T_{\ln} = \frac{\Delta T_1 - \Delta T_2}{\ln \Delta T_1 / \Delta T_2} \quad (6)$$

Sıcaklık dengesi kurulurken kontrol hacmi olarak buharlaştırıcı borunun çevresi seçilir. Çözelti boru içerisinden akarken, derişikleştirmek için kullanılan kızgın buhar borunun dışından akar. Çözeltinin boruya giriş sıcaklığı ve kızgın buhar sıcaklığı olarak varsayılan boru yüzey sıcaklığı arasındaki fark ΔT_1 i ifade ederken, ΔT_2 ise derişik çözeltinin çıkış sıcaklığı ve boru yüzey sıcaklığı arasındaki farktır. Verilen tüm ısıyı kayıpsız sıvıyı derişikleştirmek için kullanıldığı varsayılır ise sistemde kullanılan ısı şu formülle hesaplanır:

$$Q = S.hs - S.h_c \quad (7)$$

Toplam ısı transfer katsayısı ise şu formülden bulunabilir:

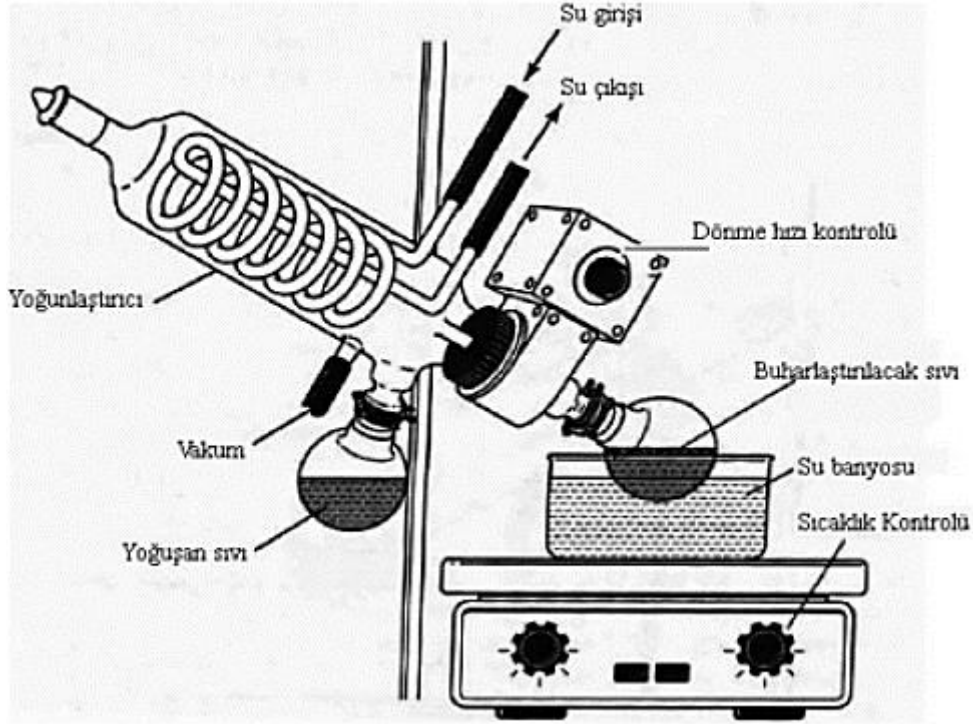
$$Q = U.A. \Delta T_{\ln} \quad (8)$$

Yapılacak olan deneylerde çözeltinin temel özelliklerinin çözücü ile aynı kabul edilmesi problem çözümlerini kolaylaştıracaktır. (Burada λ buharın gizli ısısı)

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

Evaporasyon konusu ve kütle ve enerji denklilikleri ile ilgili temel bilgilerin tekrarı.

4. DENEY DÜZENEGİ



Şekil 2. Döner Buharlaştırıcı (Rotary evaporatör)

5. DENEYİN YAPILIŞI

- Ayrılmak istenen çözeltinin bulunduğu karışım yarıyı geçmeyecek şekilde örnek haznesine alınır.
- Su haznesinin konumu yön tuşları ile ayarlanır. Su seviyesi besleme haznesinin içindeki çözelti seviyesi ile aynı olmalıdır.
- Su banyosunun sıcaklığı kontrol edilir. 27-30°C de kalması sağlanır. Etil asetat gibi daha az uçucu bileşenler için sıcaklık dikkatlice 30 °C veya biraz üstüne çıkarılabilir.
- Cihaz üzerindeki döndürme {rotation} tuşu yavaşça çevrilir. Döndürme işlemi daha fazla yüzey alanı kazandırarak, evaporasyonun daha hızlı gerçekleşmesini sağlar.
- Yoğuşturucu (condenser) kısmında gaz halindeki uçucu bileşen sıvı faza geçer.
- Toplama balonu, cihaza aşağıdan metal kelepçe ile bağlıdır. Yoğuşmuş olan bileşen burada biriktirilir.

6. HESAPLAMALAR VE VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Açıklamalar bölümünde verilen kütle ve enerji denkliliklerine benzer denklilikleri Rotary Evaporatör için türetiniz. Kütle ve enerjinin korunumu kanununu göz önünde bulundurarak yaptığınız deneyin sonuçlarını yorumlayınız.

7. KAYNAKLAR

Bedger, L. W., and J. T. Banchemo, Introduction to Chemical Engineering, McGraw-Hill, New York.

PROSES-KONTROL

1. AMAÇ

Deneyin amacı, model bir kontrol sistemi kullanarak proses kontrolündeki bazı temel bilgilerin uygulamasını yapmaktır. Deneyde çeşitli kontrol mekanizmaları (on/off, oransal-P, türev-D, integral-I ve bunların bileşimleri-PI, PD, PID) kullanılarak transfer fonksiyonları türetilmekte ve kullanılan mekanizma tipinin sistem cevabına etkisi incelenmektedir.

2. GENEL BİLGİLER

Otomatik kontrol artık bugün, giderek önem kazanan bir konu haline gelmiştir. En basit bir endüstriyel sistemden, en karmaşık endüstriyel sisteme kadar otomatik kontrol kavramı en yaygın bir biçimde ve teknolojinin tüm olanaklarını kullanarak yayılmaktadır. Fiziksel ve kimyasal herhangi bir değişkenin (variable) kontrol edilmesi ön görülen bir proseste otomatik kontrol söz konusudur.

Otomatik kontrole geçmeden önce prosesi kısaca tanımlayacak olursak, *proses*; materyallerde fiziksel ve kimyasal değişiklerin oluşmasındaki işlemlerin ve operasyonların tümü olarak tanımlanabilir. Örneğin bir tanktaki suya ısı enerjisinin verilmesi işlemi basit bir prosestir. Herhangi bir prosesin performansına iç veya dış bir takım faktörler etki eder. Bu faktörler “proses değişkenleri” (proses variable) olarak tanımlanabilir. Proses değişkenlerine örnek olarak sıcaklık, basınç, debi, pH, seviye, ağırlık, hız vs gibi bir takım parametreleri sayabiliriz.

Proseste ölçülen çıktı değişkene “kontrol edilen değişken” (*controlled variable*) denir. Proseslerde kontrol edilen değişken için ayarlanabilen değişkene, “ayar değişkeni” (*manipulated variable*) denir ve “ayar değişkeni” yardımı ile “kontrol edilen değişken” kontrol altında tutulabilir. Bu ayar değişkeni, kolay ayar edilebilecek nitelikte olmalıdır. Proseste “ayar değişkeni” ve “kontrol edilen değişken” haricindeki tüm bağımsız değişkenler “yük değişkenleri” (*load variables*) olarak adlandırılır. Yük değişkenlerini bozucu sinyaller (*disturbances*) diye tanımlamak da mümkündür.

2.1. Kontrol Sistemi

Kütle, enerji ya da diğer enerji kaynaklarının akışını düzenleyen elemanlardır. Başka bir deyişle kontrol elemanı; kendi ya da bir başka sistemi düzenlemek, kumanda etmek veya yönetmek üzere dizayn edilen fiziksel akım kümesidir.

Kontrol elemanının görevi; kontrol edilen değeri sabit tutmak ya da bu değeri önceden set edip ayarlamaktır.

Kontrol elemanları; bir takım elemanların karşılıklı şekilde birbirine bağlanmasıyla (girdi ve çıktı olarak) meydana gelmektedir. Burada "girdi – çıktı" ifadelerini tanımlayacak olursak;

Girdi; Kontrol edilecek düzeni, kontrol etmek amacıyla sisteme uygulanan uyarıdır.

Çıktı; Belli bir girdiye ilişkin sistemin bu uyarıya verdiği cevaptır.

Kontrol sistemi, kontrol etkisi açısından ikiye ayrılır;

- a) **Açık Döngü Kontrol Sistemi;** Kontrol faaliyetleri, kontrol sisteminin çıkışından bağımsız hareket eder. Yani çıktı ölçülemez ve feed-back kontrol mümkün değildir. Uygulama alanı daha çok girdi ve çıkışı önceden belli olan ve distürbansa (bozucu etki) maruz kalmayan yerlerde kullanılır. Yani hassasiyet gerektirmeyen yerlerde kullanılır. Eğer ortamda bozucu etki varsa bunu otomatik değil manuel olarak algılarız.
- b) **Kapalı Döngü Kontrol Sistemi;** Kontrol etkisi, sistem çıkışına bağlıdır. Sistemin çıkışı ölçülür ve geri besleme yoluyla (feed-back kontrol) girdi değeriyle karşılaştırılır.

Geri Besleme Etkisi

Geri besleme ikiye ayrılır;

- a) **Negatif Geri Besleme;** Kendi kendini dengeleyen (self-correcting) sistemlerdir. Yani; girdi veya çıktı değiştiğinde sistem değişikliğe direnç gösterir ve yeniden kararlı hale gelir.
- b) **Pozitif Geri Besleme;** Kendi kendini güçlendiren (self-reinforcing) sistemlerdir. Yani; girdi ya da çıktıdan biri değişirse sistem içi etkileşimler bunların giderek artmasına sebep olur.

2.2. Model Kontrol Sistem

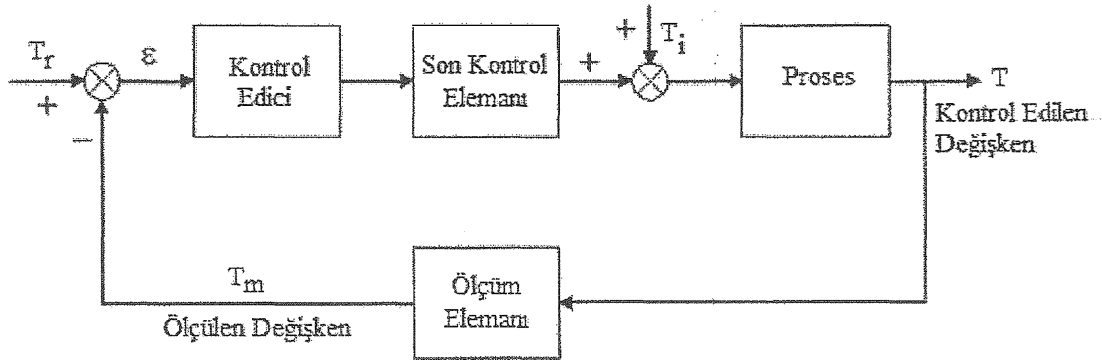
Model kontrol sistemi (deneyde kullandığımız kontrol sistemi) bir su ceketini ilet çevrili ve elektrikle ısıtılan alüminyum bloktur. Alüminyumun sıcaklığı, rezistans termometresi ile ölçülür. Bu sistemin transfer fonksiyonu Eşitlik (1) ile ifade edilir:

$$G(s) = \frac{A}{(\tau_1 s + 1)(\tau_2 s + 1)(\tau_3 s + 1)} \quad (1)$$

Eşitlikte τ_1 ; ısıtıcının, τ_2 ; metal bloğunve τ_3 ; termometrenin zaman sabitidir. Eşitlikte, ısıtıcının zaman sabitinin yanında metal blok ve termometreye ait zaman sabitleri ihmal edilebilir. Bu durumda sistemin birinci derece sistem olarak kabul edilmesi mümkündür.

Şartlama birimi (comparator), ölçüm elemanı (deneyimizde termometredir) ile kontrol edici (controller) arasındaki bağlantıyı sağlar. Gerekli proses sıcaklığı (set point, T_r) paneldeki kademeli düğme ile ayarlanır. Elektronik kontrol edici, sıcaklığa ait değişken sinyallerini (hata) giriş potansiyel farkını değiştirerek aktaran sabit bir birimdir.

Kontrol edicide uygun bağlantılar kurularak on/off, oransal, PD, PI ve PID kontrol algoritmaları incelenebilir. Kontrol sistemi Şekil 1 'de görüldüğü gibi blok diyagram olarak gösterilebilir.



Şekil 1. Kontrol sistemi için blok diyagram (Feedback Kontrol Sistemi)

Şekil 1 'de;

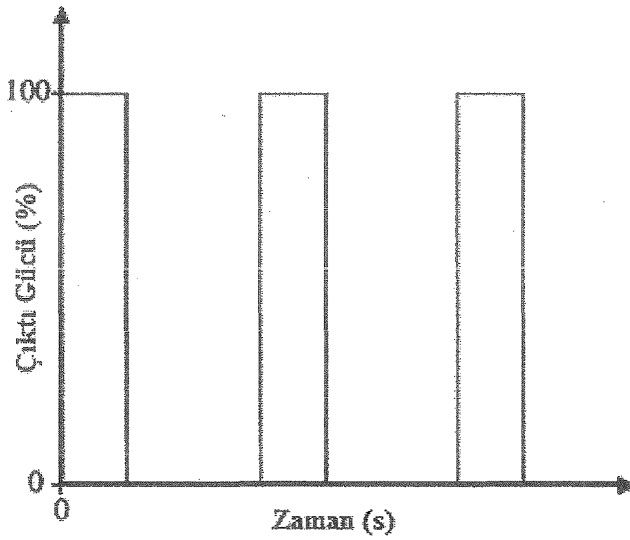
1. Proses (alüminyum blok)
2. Ölçüm elemanı (termometre)
3. Kontrolör
4. Son kontrol elemanı (ısıtıcı)

olarak belirlenmiştir. Ayar noktası (set point, T_r), kontrol edilen değişkene ait bir değerdir. T_r , yük, kontrol edilen değişkende (T) bir değişikliğe neden olabilecek herhangi bir değişkendeki fark (ε ; hata), ayar noktası ile ölçüm elemanından alınan sinyal arasındaki farktır. Şekil 1’de görüldüğü gibi, kontrol edici giriş sinyali, hata değeridir ve çıkış sinyali son kontrol elemanına gönderilmektedir. Son kontrol elemanı, kontrol edicinin çıkış sinyaline göre proses için gerekli düzeltmeyi sağlayan bir eleman gibi düşünülebilir.

2.3. Kontrol Mekanizmaları

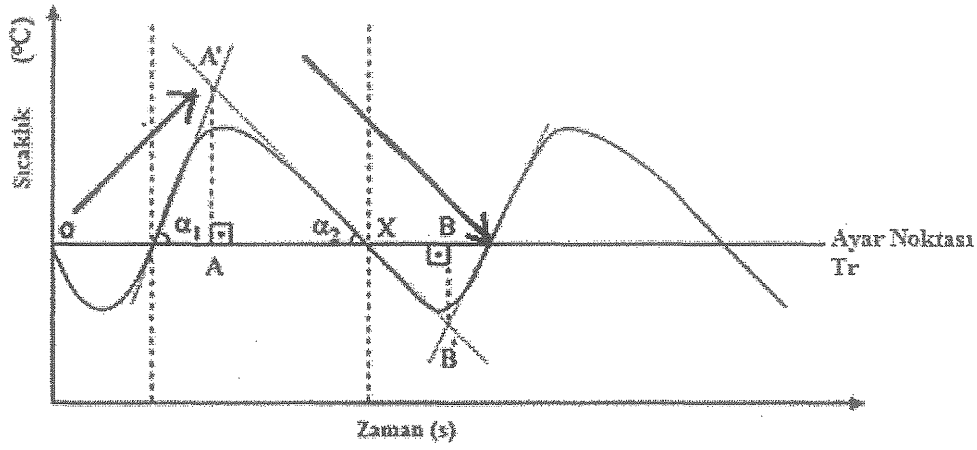
2.3.1. On/off Kontrolü

Çok yüksek K_c değerleri için oransal kontrolün özel bir şeklidir. Bu durumda son kontrol elemanı tamamen açık/kapalı olabilir. Ev ısıtma sistemlerinde kullanılan termostatlar gibi basit kontrol sistemleri örnek olarak verilebilir. On/off kontrolünde kontrol edilen değişken set değeri etrafında salınım yapar. Bu salınımların şiddeti ve periyodu proses gecikme zamanına bağlıdır. Bu kontrol sisteminde, soğutma suyunun akış hızı, termometre ayarı ve set değeri değiştirilerek bu parametrelerin sistem cevabına etkisi gözlenir. Isıtıcıya Şekil 2’de görüldüğü gibi pulsar verilmektedir.



Şekil 2. Zamana bağlı ısıtıcı güç değerleri

Isıtıcının fiziksel boyutlarına bağlı olarak, ortam sıcaklığı artma ve azalma eğilimindedir. Ölçüm elemanının sıcaklığı teorik bir “0” zamanı kadar gecikir ve ölçüm elemanının gerçek sıcaklığı Şekil 3’teki özellikleri izler.



Şekil 3. Ölçüm elemanının gerçek sıcaklığı

Alüminyum bloğun sıcaklığı OA eğrisi boyunca T_1 ($^{\circ}\text{C}/\text{dk}$) hızı ile artmaktadır. Alüminyum sıcaklığı T_r noktasına ulaştığında ısıtıcıya güç beslemesi kesilmez. Bunun nedeni ısıtıcı ile ölçüm elemanı arasındaki proses zaman gecikmesinin ölçülen sıcaklık T_r 'ye ulaşana kadar T_1 hızı ile artmasıdır.

Yükselme şiddeti AA' ;

$$AA' = \theta \times T_1 \quad (2)$$

olarak ifade edilir. θ proses gecikme zaman sabitidir.

Benzer şekilde, alttan aşma (undershoot) BB' ;

$$BB' = \theta \times T_2 \quad (3)$$

Toplam yükselme;

$$AA' + BB' = \theta(T_1 + T_2) \quad (4)$$

olarak ifade edilir. Salınım periyodu (Şekil 3'ten);

$$P = \frac{AA' + BB'}{T_1} + \frac{AA' + BB'}{T_2} \quad (5)$$

veya Eşitlik (4)'ten;

$$P = \theta \left(2 + \frac{T_1}{T_2} + \frac{T_2}{T_1} \right) \quad (6)$$

bulunur.

2.3.2. Oransal Kontrol

Oransal kontrol edici, hata sinyalini alan ve bununla orantılı bir sinyal üreten cihaz gibi düşünülebilir. Hatanın anlık değişimine orantılı olarak kontrol etkisi sağlar. Hata arttıkça, ayarlanan değişkenin ayarlanma oranı da artar.



$$MVp(t) = K_c * \varepsilon(t) + I_p \quad (7)$$

Eşitlik (7)'de; $MV_p(s)$ kontrol edici çıkış sinyali (ayarlanan değişken), ε hata (set edilen ve ölçülen değer arasındaki fark), I_p sabit terim ya da bias ($\varepsilon = 0$ olduğunda gereken değer), K_c proses kazanım değeridir. K_c , ölçülen değişkenin yüzdesi cinsinden ifade edilen ve son kontrol elemanını tamamen kapalıdan açık konuma getirmek için gerekli hata değeridir.

$$\text{Orantısal band (PB)} = \frac{1}{K_c} \times 100 \quad (8)$$

Eşitlik (7)'de verilen I_p aşağıdaki eşitlikten (7') bulunabilir;

$$I_p = [MVp(t) - K_c * \varepsilon(t)]t = 0 \quad (7')$$

Oransal kontrolün transfer fonksiyonunu;

$$G_c(s) = \frac{MVp(s)}{\varepsilon(s)} = K_c \quad (9)$$

2.3.3. Oransal + İntegral Kontrol (PI)

PI modu, hatanın zaman integrali ile orantılı sinyaller üretir ve Eşitlik (10) ile ifade edilebilir:

$$MV(t) = K_c * \varepsilon(t) + \frac{K_c}{\tau_I} \int_0^t \varepsilon(t) dt + I_s \quad (10)$$

Eşitlik (10)'da, τ_I integral zaman sabitidir ve PI-kontrolün transfer fonksiyonu aşağıdaki gibidir.

$$G_c(s) = \frac{MV(s)}{\varepsilon(s)} = K_c \left(1 + \frac{1}{\tau_I(s)} \right) \quad (11)$$

2.3.4. Oransal + Türev Kontrol (PD)

Türev kontrol mekanizması hatanın türevi ile orantılı bir sinyal üretir. PD kontrolün transfer fonksiyonu Eşitlik (12) ile ifade edilir:

$$MV(t) = K_c * \varepsilon(t) + K_c * \tau_D \frac{d\varepsilon(t)}{dt} + I_s \quad (12)$$

Eşitlik (12)'de τ_D türev zaman sabitidir ve PD-kontrolün transfer fonksiyonu aşağıdaki gibidir.

$$\frac{MV(s)}{\varepsilon(s)} = K_c (1 + \tau_D s) \quad (13)$$

2.3.5. Oransal + İntegral + Türev Kontrol (PID)

PID kontrol modu oransal-integral-türev modlarının bileşimidir ve aşağıdaki şekilde ifade edilir;

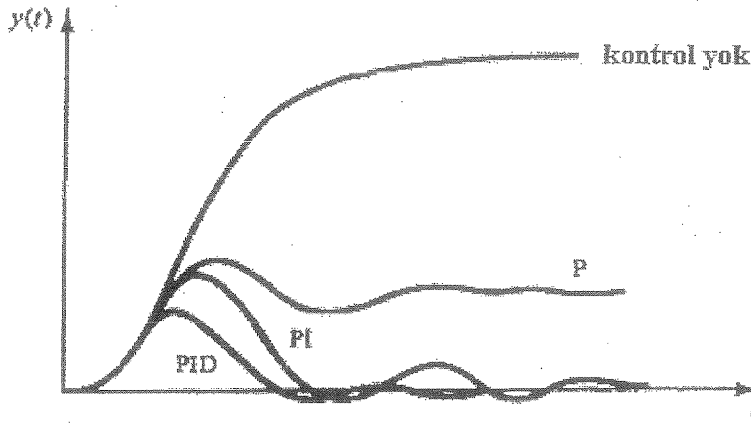
$$MV(t) = K_c * \varepsilon(t) + \frac{K_c}{\tau_I} \int_0^t \varepsilon(t) dt + K_c * \tau_D \frac{d\varepsilon(t)}{dt} + I_s \quad (14)$$

Transfer fonksiyonu ise;

$$\frac{MV(s)}{\varepsilon(s)} = K_c \left(1 + \frac{1}{\tau_I s} + \tau_D s \right) \quad (15)$$

2.4. Kontrol Modlarının Karşılaştırılması

Kontrol modlarının sistem cevabı üzerine etkisi Şekil 4'te verilmiştir. Offset, set değeri ile kontrol edilen değişkenin değeri arasındaki farktır.



Şekil 4. Tipik bir kontrol prosesinin farklı kontrol modlarına cevabı

Konuyu özetleyecek olursak;

P-kontrol;

- ✓ $G_c(s) = K_c$
- ✓ Oransal sadece K_c parametresi ayarlanır.
- ✓ Offset her zaman mevcuttur.
- ✓ K_c artırılarak offset azaltılır.

PI-kontrol;

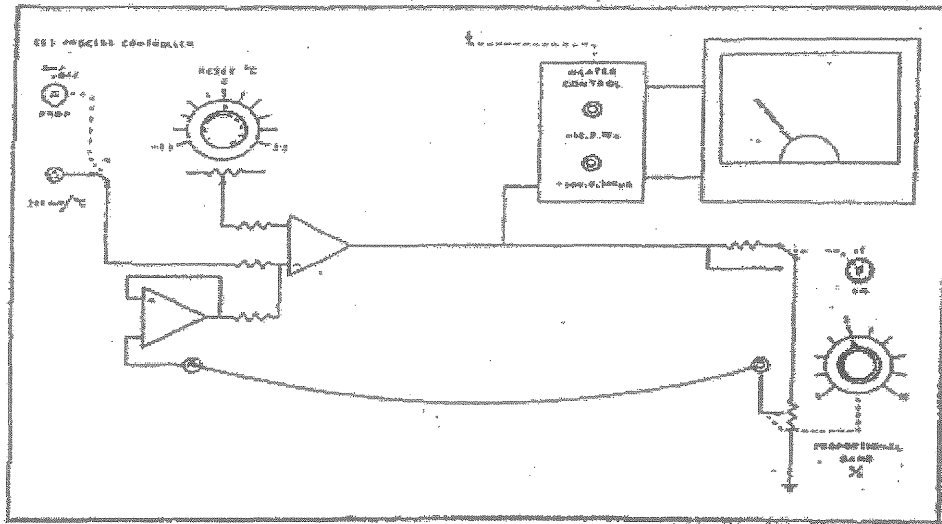
- ✓ $G_c(s) = K_c * \left(1 + \frac{1}{\tau_I s}\right)$
- ✓ K_c ve τ_I parametreleri ayarlanır.
- ✓ Offset integral sistemiyle elimine edilir ancak sistemin derecesi artar.
- ✓ K_c 'nin artırılması hızlı cevap sağlar ancak kararsız koşullara bağlı olarak proses salınımlı hale gelebilir

PID-kontrol;

- ✓ $G_c(s) = K_c \left(1 + \frac{1}{\tau_I s} + \tau_D s\right)$
- ✓ K_c , τ_I ve τ_D parametreleri incelenir.
- ✓ İntegral etkisi cevabı yavaşlatır ancak K_c 'nin artırılmasıyla durum telafi edilir.
- ✓ Türev etkisi gürültüyü şiddetlendirir.

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

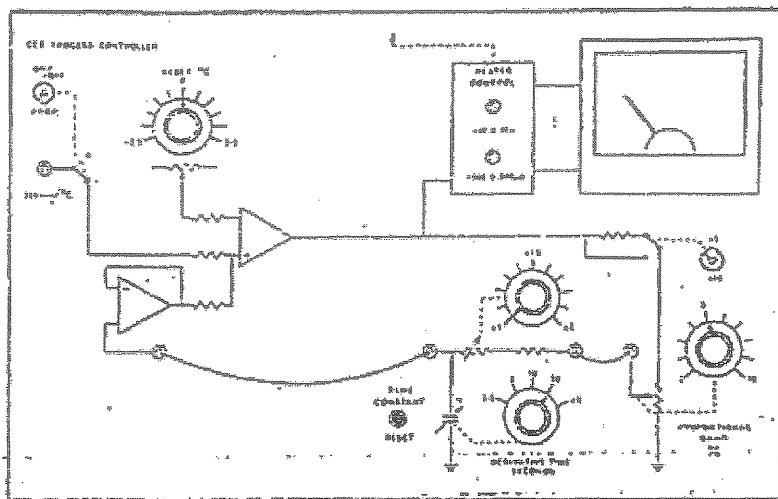
- Proses Kontrol dersi bilgilerinizi tekrarlayınız.
- Proses kontrol ediciler konusundaki bilgilerinizi tekrarlayınız.



Şekil 6. Oransal kontrol bağlantı diyagramı

5.3. Oransal + Türev Kontrol

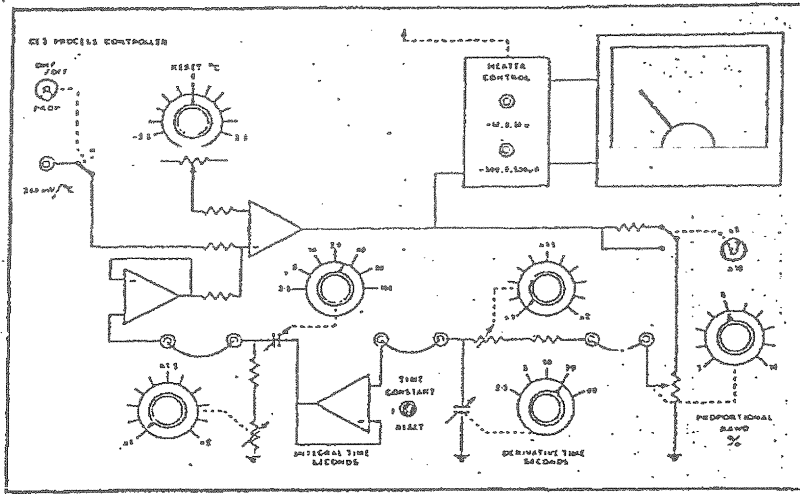
Cihaz Şekil 7’de görüldüğü gibi bağlanır. Deney oransal kontrol bölümündeki gibi yapılır. K_c değeri önceden belirlenen bir optimum değere set edilir. Deney önceki koşullarda farklı sıcaklıklarda yürütülerek optimum τ_D değeri belirlenir (bkz. transfer fonksiyonları ve hesaplamalar).



Şekil 7. PD kontrol için bağlantı diyagramı

5.4. Oransal + İntegral + Türev Kontrol

Cihaz Şekil 8’de görüldüğü gibi bağlanır. Deneyler önceden belirlenen K_c ve τ_D ’nin optimum değerleri kullanılarak benzer biçimde ancak aynı koşullarda farklı τ_1 değerleri için yürütülür.



Şekil 8. PID kontrol bağlantı diyagramı

6. HESAPLAMALAR VE VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

6.1. On/off Kontrol

Verilen tüm durumlar için (tüm data seti için) zamana bağlı güç ve hata değerlerinin grafiğini çizin. Zamana bağlı hata değerleri grafiğinden T_1 ve T_2 'yi (sırasıyla ısıtma ve soğutma sıcaklıkları), yükselme, alttan aşma (undershoot) ve salınım periyodu değerlerini hesaplayınız. Sonuçları birbirleri ile karşılaştırınız.

6.2. Oransal Kontrol

Zamana bağlı güç ve hata değerlerinin grafiğini çizin. Offset değerlerini hesaplayınız ve K_c 'nin optimum değerini bulunuz.

6.3. Oransal + Türev Kontrol

Zamana bağlı güç ve hata değerlerinin grafiğini çizin. Offset değerlerini hesaplayınız ve τ_D 'nin optimum değerini bulunuz.

6.4. Oransal + İntegral + Türev Kontrol

Zamana bağlı güç ve hata değerlerinin grafiğini çizin. Offset değerlerini kullanarak τ_D 'nin optimum değerini bulunuz.

SİMGELER VE KISALTMALAR

τ_D	Türev zaman sabiti
τ_I	İntegral zaman sabiti
K_c	Proses kazanımı
T_r	Ayar noktası (set noktası, gereken proses sıcaklığı)
T_i	Yük
ε	Hata
P	Salınım periyodu
T	Kontrol edilen değişken (sıcaklık)
t	Zaman değişkeni
s	Yatışkın durumu ifade eden alt indis

MV(s)Ayarlanan Değişken

KAYNAKLAR

- 1) Marlin T.E., “*Process Control*”, McGraw-Hill,2000.
- 2) SeborgD.E.,Edgar T.F., “*Process Dynamics and Control*”, John Wiley&Sons, 2011.
- 3) Bequette B.W., “*Process Control: Modeling, Design and Simulation*”, Prentice Hall, 2003.
- 4) Operation Manual of Process Controller CE.3 and Model Process, Tecquipment Limited, London, 1984.

SOXHLET EKSTRAKTÖRÜ İLE KATI-SIVI EKSTRAKSİYONU

1. AMAÇ

Bu deneyin amacı soxhlet ekstraksiyonu ile yağlı tohumların ve çekirdeklerin ihtiva ettiği rutubet ve yağ miktarının tespit edilmesidir.

2. GENEL BİLGİLER

Katı-sıvı ekstraksiyonu, çok bileşenli bir katıdan istenilen bileşenin bir çözücü ile çözülerek ayrılmasıdır. Katı-sıvı ekstraksiyonuna etki eden faktörler üç ana grupta toplanabilir.

Çözücü ile madde teması: Katının hazırlanması, kırma, öğütme, parçalara bölme veya yeniden şekillendirme olarak gerçekleştirilebilir. Çözünmesi istenen madde katı yüzeyinde ise, çözücü ile ekstrakte edilmesi kolaydır. Çözünmesi istenen madde katının içinde ise, katının bir ön işlemde geçirilerek parçacık boyutunun küçültülmesi ile katı-çözücü temas yüzeyi artırılarak ekstraksiyon verimi yükselir.

Kullanılan çözücünün seçimi: Katı-sıvı ekstraksiyonunda kullanılabilecek başlıca çözücüler hekzan, benzen, eter, kloroform, etil asetat, diklorometan, I-butanol' dür. Ekstraksiyon işlemi için seçilen çözücü istenilen maddeyi çözebilen yapıda olmalıdır. Çözücü ekstrakte edilen katıdan ve ekstre çözücünden (çözünen+çözücü) kolayca ayrılabilme özelliğine sahip olmalıdır. Ekstraksiyonda düşük kaynama noktasına sahip çözücülerin kullanılması tercih edilir.

Sıcaklık: Ekstraksiyon işleminde yüksek sıcaklıklarda çalışmak çözünen maddenin çözücüye geçişini hızlandırır. Ekstre edilecek katının yapısına bağlı olarak sıcaklıkla ekstraksiyon verimi artmasına rağmen, yüksek sıcaklıkta bazı bileşenlerin yapısında bozunmalar oluşabilir ve arzu edilmeyen bileşikler de çözünebilir.

Soxhlet ekstraksiyonunda, çekirdek veya tohumlarda bulunan yağ uygun bir çözücü vasıtasıyla ekstrakte edilerek çözücüye alınır. Ekstraksiyon işlemine tohumdaki yağın tamamen çözücüye geçmesine kadar devam edilir. Sonra çözücü buharlaştırılarak yağ elde edilir ve miktarı tayin edilir.

Bu işlem esnasında numunenin rutubeti de tayin edilmelidir. Nem miktarı % 10' dan fazla olan numuneler ekstraksiyondan önce 30-40 dakika 100 °C' de kurutulmalıdır.

Soxhlet ekstraksiyonu için gerekli cihazlar şunlardır:

- Rutubet tayini için kapaklı numune kabı,
- Soxhlet ekstraksiyon sistemi;
 - Yuvarlak altlı cam balon
 - Tohumun bulunduğu sifon tertibatlı ekstraksiyon bölgesi
 - Geri soğutucu
 - Elektrik ısıtıcısı
- Tohumları öğütmek için öğütücü
- Desikatör

Gerekli malzemeler ise şöyledir:

- Yağlı çekirdek veya tohumlar
- Çözücü (genel olarak petrol eteri kullanılır)

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

Soxhlet ekstraksiyonu hakkında bilgi toplanmalıdır. Deneyisel çalışmada kullanılacak yağlı tohum ya da çekirdek numuneleri hazırlanmalıdır. Bunun ile ilgili öğretim elemanından bilgi edinilmelidir.

4. DENEY DÜZENİĞİ

Soxhlet ekstraktörü ile katı-sıvı ekstraksiyonu deney düzeneği Şekil 1’de sunulmuştur. Soxhlet ekstraksiyon deney düzeneği yuvarlak altlı cam balon, ekstrakte edilecek katı maddenin bulunduğu sifon tertibatlı ekstraksiyon bölgesi, geri soğutucu ve elektrik ısıtıcısından oluşmaktadır. Ayrıca deney düzeneğinde kullanılacak olan diğer ekipman ve malzemeler, öğütücü, hekzan, kartuş, etüv, desikatör, kroze, hassas terazi, destilasyon balonu, geri soğutucu, pipet, termometre, havan, yağlı tohum, kaynama taşıdır.



Şekil 1. Soxhlet ekstraktörü ile katı-sıvı ekstraksiyonu deney düzeneği

6. DENEYİN YAPILIŞI

Nemi veya yağ miktarı tayin edilecek olan numune herhangi bir yağ kaybına sebebiyet vermeden uygun bir şekilde öğütülmelidir. Bu işlem için havan veya öğütücünden faydalanılır. Öğütülen numune için nem miktarı tespit edilir. Diğer taraftan soxhlet ekstraksiyonuna tabi tutulacak yağ miktarı bulunur.

A. Rutubet Tayini

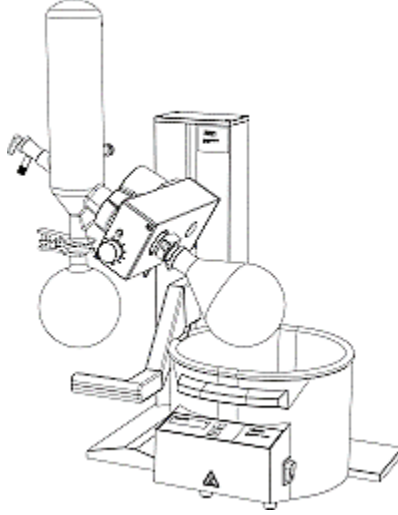
Ağız kapaklı porselen kroze iyice temizlendikten sonra etüvde 105 °C’ de sabit tartıma getirilir. Desikatörde soğutulduktan sonra darası alınır. Bu krozenin içerisine belirli miktarda öğütülmüş numune konarak tartılır. Kroze ağız açık olarak etüve konur. 30 dakika sonra etüvdeki numune ağız kapatılarak desikatöre alınır ve soğutularak tartılır. Tartım bir yere kaydedilir ve kroze ağız açık olarak tekrar etüve konur. 15 dakika sonra kroze ağız kapalı olarak desikatörde soğutulur bir daha tartılır ve son iki tartım arasındaki fark % 0,1 oluncaya kadar bu işleme devam edilir.

B. Yağ Miktarının Tayini

Ekstraksiyon işleminde çeşitli organik çözücüler kullanılabilir. Ancak 63-71 °C’ de kaynayan oldukça iyi bir solvent olan hekzan tercih edilir. Cam soxhlet balonu iyice temizlenerek içine 4-5 tane kaynama taşı ve yarısına kadar hekzan (125 ml) konularak tartımı alındıktan sonra elektrik ısıtıcısına yerleştirilir. Öğütülmüş numuneden 5-10 gram tartılarak kartuşa konur ve bu kartuş ekstraksiyon sisteminin sifon tertibatlı ekstraksiyon bölgesine yerleştirilerek cam soxhlet balonun üzerine takılır. Bu sifon tertibatının üzerine geri soğutucu takılarak giriş ve çıkış su bağlantıları yapılır, sistem sabitleştirilir.

Isıtıcının sıcaklık göstergesi 3’e ayarlanır ve sistem ilk sifonu yapana kadar değiştirilmez. (Bu sıcaklık derecesi 65-80 °C’ ye denk gelmektedir ve sistem ilk sifonu yapana kadar geçen süre yaklaşık 1 saattir.) İlk sifondan sonra sıcaklık göstergesi 5’e ayarlanır ve böylece sistem saatte 2-3 sifon yapar duruma

getirilir. Ekstraksiyon işlemi 2-2,5 saat kadar yürütüldükten sonra ısıtıcı kapatılır ancak sistem soğuyana kadar bir sifon daha yapması beklenir. Son sifonu da yaptıktan sonra ekstraksiyon işlemine tamamen son verilir. Cam balonda bulunan yağlı çözelti tartılır, ardından yağı çözücünden ayırmak üzere evaporatör kullanılır. Evaporasyon işlemi uygun cam malzemeler kullanılarak yapılır. Çözücünün tamamen ayrılmasından sonra evaporasyon işlemi sona erdirilir.



Şekil 2. Rotary evaporator (döner buharlaştırıcı) sistemi

7. HESAPLAMALAR ve VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

A. Rutubet Yüzdesinin Hesabı

N = Krozenin boşken ağırlığı (gr)

N₁ = Krozenin tohum ile birlikte ağırlığı (gr)

A = N₁ - N = Numunenin başlangıç ağırlığı (gr)

N₁' = Numunedeki rutubet çıktıktan sonra krozenin tohum ile birlikte ağırlığı (gr)

A' = N₁' - N = Rutubeti uçmuş maddenin ağırlığı (gr)

R₁ = A - A' = Uçan rutubet miktarı (gr)

$$\% \text{ Rutubet} = \frac{\text{Uçan rutubet miktarı}}{\text{Numunenin başlangıç miktarı}} \times 100 = \frac{R_1}{A} \times 100$$

B. Yağ Yüzdesinin Hesabı

B = Cam balonun çözücü ile birlikte ağırlığı (gr)

K = Boş kartuş ağırlığı (gr)

K₁ = Kartuşun numune ile birlikte ağırlığı (gr)

A = K₁ - K = Numunenin başlangıç ağırlığı (gr)

B₁ = Cam balonun ekstraksiyon çözeltisi ile birlikte ağırlığı (gr)

Y = B₁ - B = Elde edilen yağın ağırlığı (gr)

$$\% \text{ Yağ} = \frac{\text{Yağın miktarı}}{\text{Numunenin başlangıç ağırlığı}} \times 100 = \frac{Y}{A} \times 100$$

Numunenin % rutubet miktarını hesaplayınız.

Numunenin % yağ miktarını kuru temelde hesaplayınız.

Numunenin % yağ miktarını rutubetli temelde hesaplayınız.

Sistemle ilgili kütle denkliklerini yapınız.

Kaynaklar

McCabe, W.L., Smith, J.C., Harriot, P., “Unit Operations of Chemical Engineering, 4th Edition, McGraw Hill, 1985

KESİKLİ ve SÜREKLİ TEPKİME KAPLARI

1. Deneyin Amacı

Tersinmez bir tepkimenin kesikli ve sürekli düzenlerde çalışan bir karıştırmalı kapta incelenmesidir.

2. Genel Bilgiler

Reaksiyon, bir ya da birden fazla reaktanın farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip ürünler oluşturması olarak tanımlanır. Reaksiyon hızı, birim zamanda birim hacimde dönüşen maddenin mol sayısıdır. Reaksiyona ait k-hız sabiti özellikle sıcaklığın fonksiyonudur. Bir reaksiyonun hız ifadesi stokiyometrisi ile ilişkili ise böyle reaksiyonlar elementer reaksiyon olarak adlandırılırlar.

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**, aynı 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.

Reaksiyon hızı ve reaksiyon hız sabiti

Reaksiyon hızı; reaksiyona giren maddelerden veya reaksiyon sonucu oluşan maddelerden birinin molünün birim zamandaki değişimidir. Reaksiyon hızı, tepkimeye giren bileşen cinsinden ifade edilirse harcanma hızı, tepkimeden çıkan bileşen cinsinden ifade edilirse oluşum hızı olarak da adlandırılır.

a) Birinci mertebe tersinmez tepkime;

$A \rightarrow B$ tepkimesi elementer basit tepkime kesikli bir kapta gerçekleşirse A reaktanının harcanma hızı ve B ürününün oluşum hızı;

$$-r_A = -dC_A/dt = dC_B/dt = k \cdot C_A \quad \text{şeklinde ifade edilir.}$$

b) İkinci derecede tersinmez tepkimeler genellikle iki tiptir.

i) $A + A \rightarrow \text{Ürün}$

ii) $A + B \rightarrow \text{Ürün}$

Kesikli (batch) çalışan tepkime kapları için (i) durumundaki tepkime için hız ifadesi şöyledir.

$$-dC_A/dt = k \cdot C_A^2$$

İntegre edildiğinde;

$$1/C_A - 1/C_{A0} = kt \quad \text{bağlantısı elde edilir.}$$

(ii) durumundaki tepkimenin hız ifadesi ise şöyledir:

$-dC_A/dt = k.C_A.C_B$ şeklinde ifade edilir.

Sürekli sistemde; reaktanların tepkime kabına giriş hızları Q_A ve Q_B (hacimsel akış hızları) tepkime kabındaki karışımın hacmi V ise, yataşkın durumda; A bileşeni için;

$$Q_A C_{A0} - Q_A C_A - (-r_A)V = 0$$

$$\tau = (C_{A0} - C_A) / (-r_A)$$

İkinci derece tepkime, (i) durumu için: $(-r_A) = k.C_A^2$

$$\tau = (C_{A0} - C_A) / k.C_A^2 \quad \text{ifadesi elde edilir.}$$

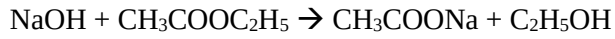
Dönüşüm hızı, birim zamanda dönüşen madde miktarı olarak ve birimi $gmol/dk$ 'dır.

$$\text{Kesikli düzende: } D.H. = V/t(C_{A0} - C)$$

$$\text{Sürekli düzende: } D.H. = Q_0 (C_{A0} - C_A)$$

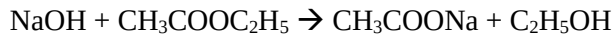
Alıkönma süresi: $\tau = V/Q_0$ olarak tanımlanır.

Bu deneyde gerçekleşen reaksiyon:



Sodyum hidroksit + Etil asetat $\rightarrow$ Sodyum asetat + Etil alkol

Stokiyometrik eşitlik ile gösterilir. Reaksiyona giren maddelerin başlangıç derişimleri (C_{A0} ve C_{B0}) eşit olduğu ve t zaman sonra harcanan reaktant derişiminin X olduğu varsayımı yapılırsa t zaman sonundaki derişimler aşağıdaki gibi olur.



$$\begin{matrix} C_{A0}-X & C_{B0}-X & X & X \end{matrix}$$

Kesikli bir kaptaki ikinci mertebeden genel ikinci mertebe kinetik ifadeden;

$$-dC_A/dt = C_{A0} dX_A/dt = k.C_A.C_B = k.C_A^2 = k.C_{A0}^2 (1-X_A)^2$$

İntegre edilirse;

$$k.C_{A0}.t = X_A/(1-X_A)$$

$$1/C_A = 1/C_{A0} + kt \quad \text{elde edilir.}$$

Son eşitliğe göre ortamda kalan NaOH derişiminin zamanla değışiminden belli bir sıcaklıktaki k -hız sabiti değeri hesaplanır. Tepkimeye ait aktivasyon enerjisi Arrhenius eşitliği yardımı ile bulunabilir.

Reaksiyonların gerçekleştiği özel tasarlanmış cihazlar reaktör olarak adlandırılırlar ve işletilme şekillerine göre farklılıklar içerirler. Kimyasal reaktörler çalışma prensiplerine göre üç ana gruba ayrılabilir. Bunlar kesikli, yarı kesikli ve sürekli reaktörlerdir.

Kesikli reaktörler en temel reaktör çeşididir. Kesikli reaktörler genelde küçük ölçekli üretimlerde veya yeni proseslerin test edilmesinde kullanılmaktadır. Aynı zamanda pahalı ürünlerin üretiminde ve sürekli sistemlere çevrilmesi zor olan proseslerde de kullanılırlar. Reaksiyonun gerçekleştiği süre boyunca reaktöre herhangi bir ürün giriş ve çıkışı olmaz. Reaktanlar reaktöre beslenerek reaksiyon başlatılır ve ürünün alınması için belli bir süre beklenir.

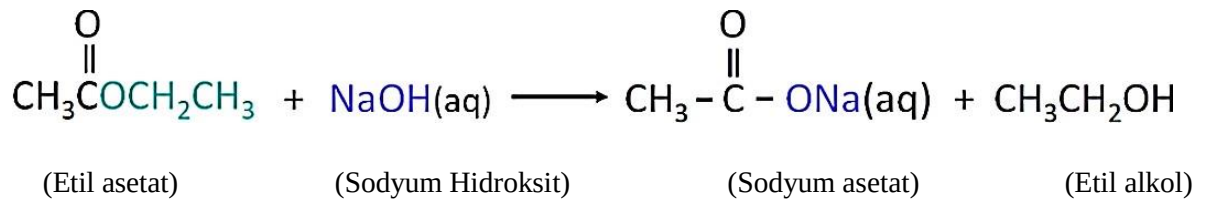
Yarı kesikli reaktörlerin çalışma prensibi hem kesikli hem sürekli reaktörlere benzer. Yarı kesikli bir reaktöre sürekli ham madde beslenirken oluşan ürün sürekli alınmak yerine kesikli bir şekilde alınabilir veya ham madde belli aralıklarla kesikli bir biçimde beslenirken, ürünün sürekli alındığı durum da yarı kesikli bir işlemdir. Yarı kesikli reaktörlerin en önemli kullanım alanlarından birisi, reaksiyonlardaki seçiciliği artırmaktır.

Sürekli çalışmakta olan reaktörler neredeyse her zaman yatışkın hâl koşullarında kesinti olmaksızın çalışır. Sürekli ham madde girişi ve ürün çıkışı olduğundan ve sabit operasyon koşullarında (sıcaklık, basınç vs.) tutulduğundan sürekli reaktörler büyük ölçekli endüstriyel üretimlerde kullanıma uygundur. Temel olarak iki tip sürekli reaktör vardır. Bunlar sırasıyla sürekli karıştırmalı tank reaktör ve piston akışlı reaktördür. Dolgu yataklı reaktörler prensip olarak piston akışlı reaktörlerle aynıdır, temel fark katalizör bulundurmalarıdır.

Sürekli karıştırmalı tank reaktörler (continuous stirred tank reactor), sürekli ham madde girişi ve ürün çıkışının olduğu ve reaksiyonun bir tank içerisinde gerçekleştirildiği reaktör çeşididir. Genelde sıvı hâlde gerçekleşen reaksiyonlar için kullanılırlar. Reaksiyonun reaktörün içinde her yerde eşit düzeyde gerçekleşebilmesi için bir karıştırıcıya sahiptirler. Sürekli karıştırmalı tank reaktörler yatışkın hâlde çalıştırıldığından ve karıştırıcıyla "tam" karışımın sağlandığı kabulü yapıldığından, reaksiyon hızının, sıcaklığın ve derişimin zamana ve konuma bağlı olmadığı kabulleri de yapılarak tasarım eşitlikleri reaktör hacmine bağlı olarak türetilir. Sürekli karıştırmalı reaktörler endüstrinin pek çok alanında kullanılmaktadırlar. Sabunlaşma reaksiyonlarında, stiren gibi birçok polimerin üretiminde, biyogaz ve biyodizel üretiminde, fermantasyonda ve diğer pek çok endüstriyel uygulamada kullanılırlar.

Endüstride sürekli karıştırmalı tank reaktör (CSTR) ve kesikli (Batch) reaktörlere ilaveten, kullanılan bir başka reaktör tipide borsal (Tübüler) reaktördür. Bu reaktörler genellikle uzun, ince, boru şeklinde yapılandırılmış olup, kimyasal reaksiyonların sürekli olarak gerçekleştiği sistemlerdir. Borsal reaktörde, reaktantlar reaktör boyunca akarken sürekli ürünlere dönüşecektir. Borsal reaktörde konsantrasyon aksnel yönde sürekli değiştiği ve radyal yönde bir değişim olmadığı, yani plug-flow reaktör olarak davrandığı göz önüne alınmaktadır. Borsal reaktörler diğer akış reaktörlerine göre reaktör hacmi başına genellikle yüksek dönüşümler elde edilir. Bu reaktörlerin dezavantajı, reaktör içerisindeki sıcaklık kontrolünün zorluğudur.

Bu deney için seçilen reaksiyon, etil asetatın sodyum hidroksit ile sabunlaşmasıdır.



Bu sabunlaşma reaksiyonu, 20–40 °C şartlarında, 0-0,1 M reaktant konsantrasyonu aralığında sodyum hidroksit ve etil asetata göre birinci dereceden; toplamda ikinci dereceden bir reaksiyondur. Bu reaksiyon

kesikli ve sürekli reaktörler kullanılarak gerçekleştirilecektir.

3.Deneysel Yöntem

3.1. Deney Sistemi



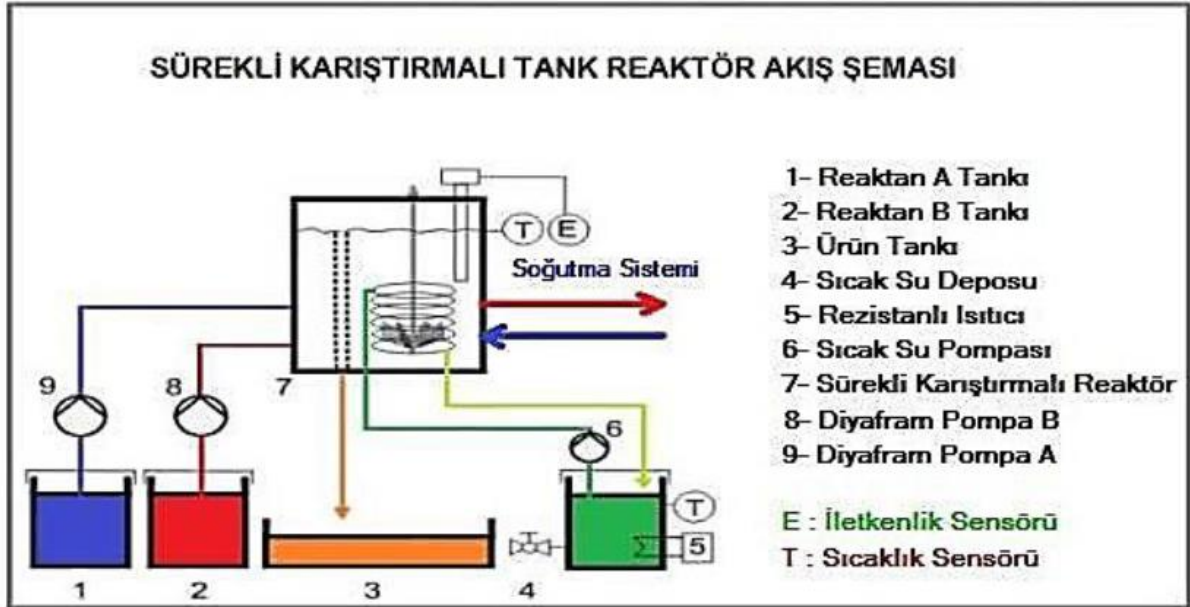
Şekil 3.1. PFR Reaktör deney sistemi



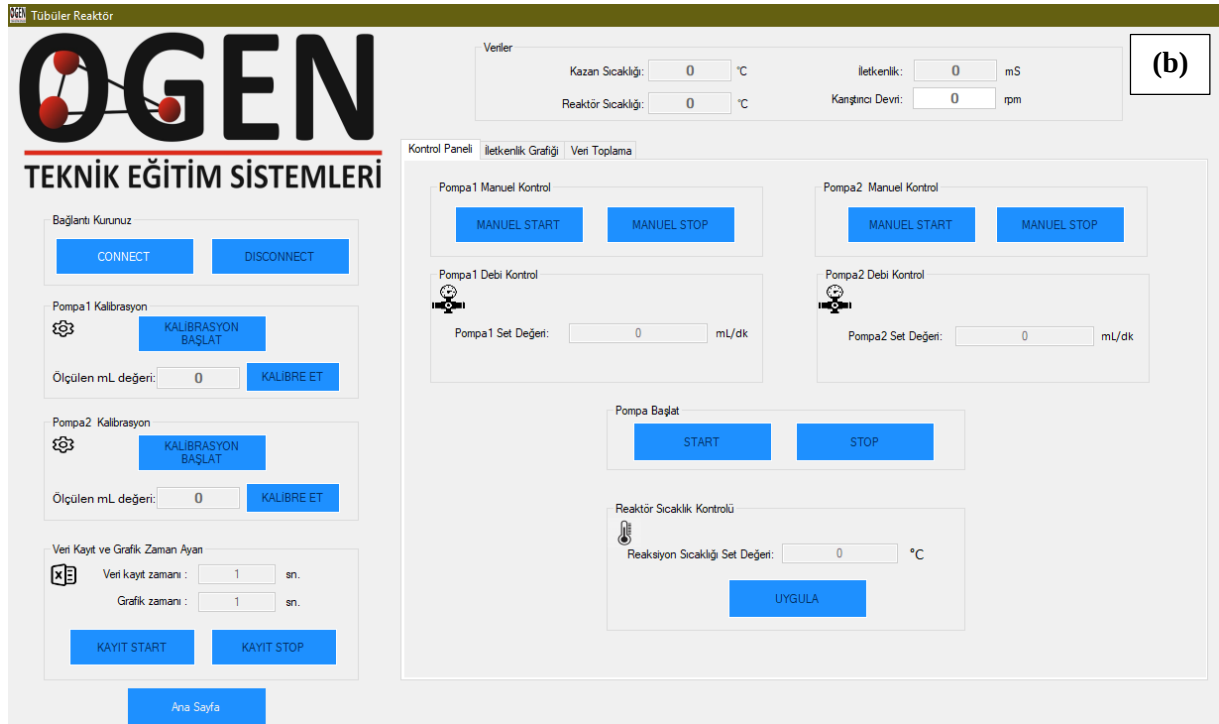
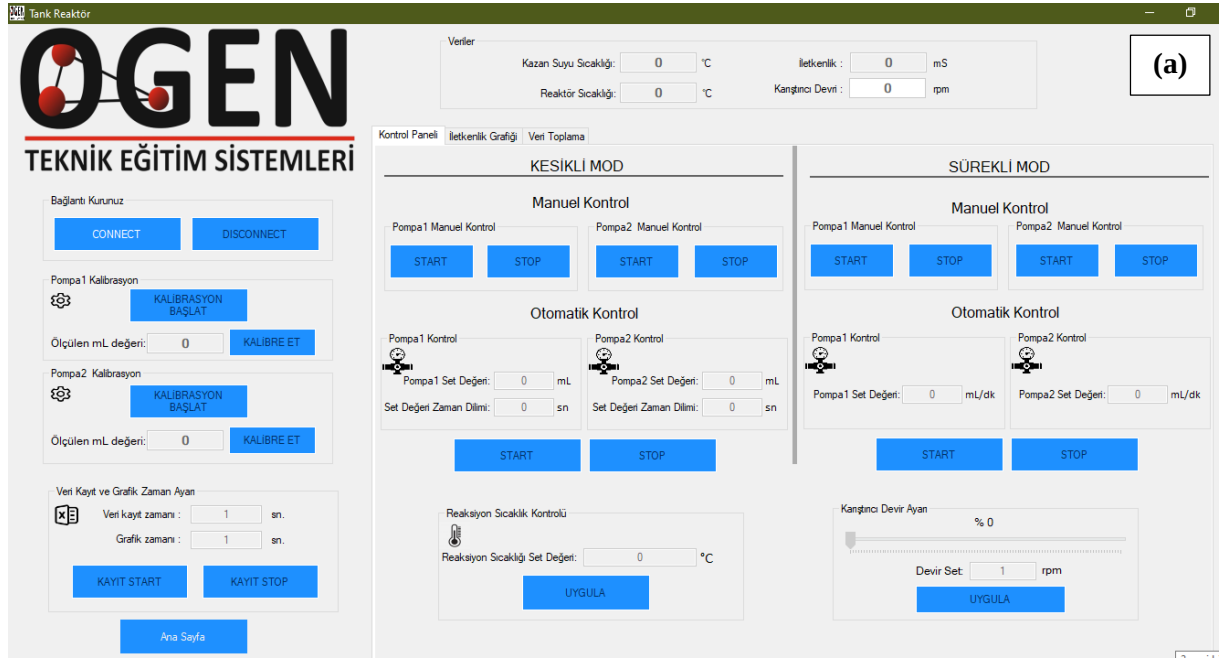
Şekil 3.2. Karıştırılmalı tank reaktör deney sistemi ve cihaz bölümleri

Cihazın Bölümleri:

1. Diyafram pompa I
2. Diyafram pompa II
3. Ana şalter
4. Cihaz tezgahı
5. Reaktan I girişi
6. Tespsi ürün boşaltma musluğu
7. Ürün tepsisi
8. Reaktan II girişi
9. Reaktörden numune alma musluğu
10. Reaktör taşıma kulpu ve sehpa
11. Reaktör seviye skalası
12. Reaktör ısıtma soğutma bobini
13. Reaktör hacim belirleme borusu
14. Karıştırıcı pervane
15. Reaktör hacim borusu sabitleme kolu
16. Reaktör hacim belirleme tutma kolu
17. Karıştırıcı motor
18. Karıştırıcı motor elektrik bağlantısı
19. Isıtma ve soğutma suyu girişleri
20. İletkenlik sensörü
21. Reaktan kapları
22. Reaksiyon sıcaklık sensörü bağlantısı
23. PC - USB bağlantısı
24. İletkenlik sensörü on-off
25. İletkenlik sensörü göstergesi
26. Karıştırıcı motor on-off
27. Karıştırıcı motor devir ayarı
28. Karıştırıcı motor devir göstergesi
29. Pompa II PC –OFF-Manuel anahtarı
30. Kazan suyu sıcaklık göstergesi
31. Kazan ısıtma rezistansı start-stop anahtarı
32. Pompa I PC –OFF-Manuel anahtarı
33. Sıcak su kazanı
34. Soğutma için şebeke suyu bağlantıları



Şekil 3.3. CSTR akış şeması



Şekil 3.4. Deney sistemi kontrol panelleri: (a) Kesikli reaktör ve CSTR, (b) PFR

3.2. Deneyin Yapılışı

Deneyde, sodyum hidroksit ve etil asetat arasındaki reaksiyonun farklı sıcaklık ve beslenme akış hızlarındaki kinetiği iletkenlik değişimi ile incelenecektir. Kullanılan NaOH çözeltisi ile etil asetat çözeltisi derişimleri eşit ve 0.1 M'dır **(Bu derişimler karışma sonucu yarıya inmektedir.)**

Deneye başlamadan önce cihaz açılır, bilgisayar ve usb bağlantıları yapılır, pompa anahtarları ve karıştırıcı açılır, iletkenlik sensörü yerleştirilir, reaktör hacmi ve taşma seviyesi ayarlanır.

Kesikli sistemde inceleme yapılması amacıyla, öncelikle kontrol panelinden reaktöre beslenecek reaktant hacimlerinin girişi yapılır. Daha sonra, sıcaklık ve karıştırma hızı ayarları yapılır. Reaktör içine yerleştirilen iletkenlik sensörü sayesinde belirli zaman aralıklarında cihazdan veya kontrol panelinden iletkenlik verileri kaydedilir. Reaksiyon sonunda reaktör boşaltılır, temizlenmesi yapılır. Aynı deney farklı sıcaklıklar için tekrarlanarak reaksiyona ait hız sabiti ve aktivasyon enerjisi değerlerinin hesaplamaları yapılır.

Sürekli sistemde (*CSTR ve PFR için*) inceleme yapılması amacıyla, kontrol panelinden reaktöre beslenecek reaktantların akış hızları ayarlanır. Daha sonra, sıcaklık ve karıştırma hızı ayarları yapılır. CSTR için reaktör içine yerleştirilen iletkenlik sensörü sayesinde belirli zaman aralıklarında cihazdan veya kontrol panelinden iletkenlik verileri kaydedilir. PFR için ise belirli zaman aralıklarında reaktör çıkışından örnekler alınarak iletkenlik ölçümleri yapılır ve veriler kaydedilir. Reaksiyon sonunda reaktör boşaltılır, temizlenmesi yapılır. Aynı deney farklı besleme akış hızları için tekrarlanarak alıkonma sürelerinin hesaplanması yapılır.

4. Sonuçlar ve Hesaplamalar

Sodyum hidroksit ve sodyum asetat, reaksiyon ortamında iletkenlik verilerine katkıda bulunmaktadır. Fakat, etil asetat ve etil alkolün reaksiyon ortam iletkenliğine etkileri yoktur. Reaksiyon boyunca kaydedilen iletkenlik verilerinden derişim hesaplamalarının yapılması amacıyla, öncelikle derişimi bilinen NaOH ve CH_3COONa çözeltilerinin iletkenlik ölçümleri yapılır. Daha sonra, bu veriler kullanılarak sodyum hidroksit ve sodyum asetata ait ayrı ayrı kalibrasyon doğruları oluşturulur. Ardından, bu kalibrasyon doğru denklemleri ve reaksiyonun ilerleme derecesinden yararlanılarak, belirli zaman aralıklarında istenen derişimler hesaplanır.

Derişim hesaplamalarının ardından aşağıda istenenleri yapınız;

- a) Deneyin 1. bölümünde, farklı sıcaklıklar için kesikli düzende NaOH derişiminin zamanla değişimini gösteren grafikleri çiziniz.
- b) Deneyin 2. bölümünde, çalışan sıcaklıktaki farklı besleme akış hızları için NaOH derişiminin zamanla değişimini gösteren grafikleri çiziniz.
- c) Farklı sıcaklıklarda ve kesikli düzende özgül tepkime hızlarını (k) bulup sıcaklığın k üzerine etkisini tartışınız.
- d) Bu tepkimenin aktivasyon enerjisini (E_A) bulunuz. Literatür ile karşılaştırınız.
- e) Kesikli ve sürekli düzenlerdeki dönüşüm hızlarını her bir sıcaklık için hesaplayarak karşılaştırınız.
- f) Sürekli düzende farklı akış hızları için alıkonma sürelerini hesaplayınız.
- g) Sürekli düzende çalışılan sıcaklıkta farklı besleme akış hızları için bulacağınız dönüşüm hızlarını kesikli düzende bulunan değerler ile karşılaştırarak; tepkime için en uygun sıcaklık ve akış hızı değerlerini tartışınız.

5. Kaynaklar

1. Rose J. "Advanced Physico-Chemical Experiments" sf. 193-195 Pitman, London (1964).
2. Smith J.M., "Chemical Engineering Kinetics", baskı, sf.54-55, 166, McGraw Hill (1970).
3. Levenspiel O., "Chemical Reaction Engineering" 2. baskı, John Wiley, New York (1972).

6. Ekler

Deney verileri aşağıdaki Çizelgelere işlenecektir.

[illegible]

[illegible]

DİSTİLASYON

1. DENEYİN AMACI

Bu deneyde etanol-su karışımının distilasyon yöntemi ile ayrılması ele alınarak, distilasyon işlemi hakkında uygulamalı bilgiler verilmesi amaçlanmıştır.

2. GENEL BİLGİLER

Distilasyon, uçuculukları veya buhar basınçları farklı olan bileşenlerden oluşan bir karışımın kaynatılarak buharının elde edilmesi ve daha sonra buharın yoğunlaştırılması işlemidir. Böylece, distilasyon işlemi ile en az “A” ve “B” gibi iki bileşen içeren bir karışım, “A” bakımından zengin bir ürün ile “B” bakımından zengin bir başka ürüne ayrılabilir. Distilasyon ile bu ayırma işlemi, buhar ve sıvı fazlarını temas ettirerek; daha uçucu “A” maddesinin buhar faza geçmesi ve daha az uçucu “B” maddesinin ise sıvı faza geçmesi sağlanarak başarılabılır. Dolayısıyla, distilasyon ile ayırma işleminin gerçekleşebilmesi için buhar ve sıvı fazın bileşimlerinin farklı olması gerekir. Fazlar arası kütle transferini etkileyen en önemli faktör ise buhar ile sıvı fazları arasındaki dengedir. Denge içeren bütün durumlarda gaz-sıvı veya sıvı-sıvı gibi iki faz söz konusudur. Gaz-sıvı sistemlerinde olduğu gibi, buhar sıvı sistemleri de Gibbs faz kuralı ile sınırlanır.

$$F = C - P + 2 \quad (1)$$

Burada, F: Serbestlik derecesi, C: Karışımı oluşturan bileşen sayısı ve P: faz sayısını ifade etmektedir.

Gibbs faz kuralı iki bileşenli bir distilasyon işlemi için uygulanırsa $C=2$ ve $P=2$ olduğundan, serbestlik derecesi $F=2+2-2=2$ olarak belirlenir. Yoğun (İntensif) değişkenler P_T , T ve x_A ve y_A dikkate alınırsa, bunlardan sadece ikisi bağımsız olarak değiştirilebilir. Buna göre distilasyon işlemi için, toplam basıncın sabit ve sıcaklık değişkeninin belirli bir değerde tutulduğu düşünülürse, bu şartlarda sıvı ve buhar bileşimleri (x_A ve y_A) de belirlenmiş olur.

Buhar-sıvı faz dengesi, ideal sistemler için Raoult yasası ile aşağıdaki gibi tanımlanabilir.

$$p_A = P_A \times x_A \quad (2)$$

Burada,

P_A : Saf A bileşeninin buhar basıncı (atm)

p_A : A bileşeninin buhar fazdaki kısmi basıncı (atm)

x_A : Sıvı fazdaki A'nın mol kesri

Bu yasa, yalnızca kimyasal yapı olarak birbirine çok benzer maddeler olan, benzen-toluen, heksan-heptan ve metanol-etanol gibi ideal çözeltiler için geçerlidir. Seyreltik çözeltiler durumunda, ideal ve ideal olmayan çoğu sistem ise Henry yasasına uyar.

Henry yasasına göre ise buhar fazdaki bir bileşenin kısmi basıncı (p_A), bileşenin sıvı fazındaki mol kesri (x_A) ile doğru orantılıdır.

$$p_A = H \times x_A \quad (3)$$

Burada H, belirtilen sistem için Henry yasası sabitidir (atm/mol kesri).

Sıvı çözeltisi ve buhar karışımlarının ideal davranmaları durumunda bu çözeltilerin sıvı-buhar denge ilişkileri bileşenlerin buhar basınçları yardımıyla hesaplanabilir. Bunun için kaynama noktası diyagramları ve x-y grafiklerinden yararlanılır. Bu diyagramların hazırlanmasında Raoult Kanunu'ndan faydalanılır.

$$p_A = P_A \times x_A \quad (4)$$

$$p_B = P_B \cdot (1 - x_A) \quad (5)$$

$$P_T = p_A + p_B \quad (6)$$

Toplam basınç:

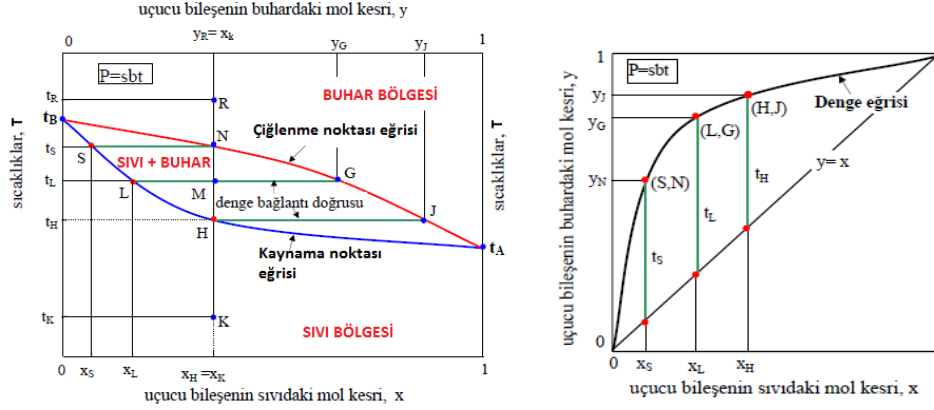
$$P_T = P_A \cdot x_A + P_B \cdot (1 - x_A) \quad (7)$$

$$x_A = \frac{P_T - P_B}{P_A - P_B} \quad (8)$$

A bileşeninin buhar fazdaki mol fraksiyonu:

$$y_A = \frac{p_A}{(p_A + p_B)} = P_A \times \left(\frac{x_A}{P_T}\right) \quad (9)$$

eşitliğinden elde edilebilir. Böylece sabit toplam basınç koşullarında, istenilen bir sıcaklıkta Antoine denklemi yardımıyla belirlenen buhar basınçları (P_A ve P_B) kullanılarak, eşitlik (8,9)'dan sırasıyla x_A ve y_A hesaplanabilir. Bu işlem değişik sıcaklıklar için tekrarlanırsa, ideal sistemler için Şekil 1.a' daki gibi sıcaklık-bileşim ($T-x,y$) diyagramı çizilebilir.



Şekil 2.1. a) Sıcaklık-bileşim ($T-x,y$) ve b) ($x-y$) diyagramı

Burada herhangi bir sıcaklık için kaynama noktası eğrisi (doğgun sıvı eğrisi) ile çığırma noktası eğrisi (doğgun buhar eğrisi) arasında çizilen yatay doğrular, denge halindeki doğgun sıvı ve doğgun buhar fazların bileşimlerini birbirine bağlar ve denge bağlantı doğrusu olarak adlandırılır.

Distilasyon ile ayırmada kademe, yoğunlaştırıcı ve kazan sıcaklıklarını hesaplamak için kullanılan yöntemler çığırma ve kaynama noktalarının hesaplanmasını gerektirmektedir. Kaynama noktasında bulunan sıvıya doğgun sıvı olarak tanımlanmaktadır. Sıcaklığın yükselmesiyle buhar kabarcıkları oluşur. Bir sıvı karışımının kaynama noktası, belirli sabit bir toplam basınçta sıvı ısıtıldığında buharların oluşturduğu ilk kabarcığın görüldüğü sıcaklıktır. Doğgun buhar ise çığırma noktasındaki buhardır. Bir buhar karışımının çığırma noktası, belirli sabit bir toplam basınçta buhar soğutulduğunda yoğunlaşan sıvının oluşturduğu ilk damlanın görüldüğü sıcaklıktır.

İkili bir A ve B karışım için denge diyagramı olan Şekil 1.b'de denge çizgisi ve 45° çizgisi arasındaki mesafe büyüdükçe, buhar bileşimi y_A ile sıvı bileşimi x_A , arasındaki fark da büyür. Dolayısıyla ayırma daha kolay bir şekilde yapılır. Bu ayırmanın sayısal bir ölçütü bağıl uçuculuk olup, aşağıda gösterildiği gibi daha uçucu bileşenin buhar basıncının daha az uçucu bileşenin buhar basıncına oranı olarak tanımlanır.

$$\alpha_{A,B} = \frac{P_A}{P_B} \quad (10)$$

Raoult yasasının geçerli olduğu hallerde,

$\alpha_{A,B} = \frac{y_A(1-x_A)}{x_A(1-y_A)}$ yazılabilir. $\alpha_{A,B}$ "A" ve "B" yi distilasyon ile ayırmanın kolaylığı ve zorluğu konusunda doğrudan fikir vermesi konusunda yarar sağlamaktadır. $\alpha_{A,B} = 1$ olduğunda, distilasyon ile "A" ve "B" yi ayırmanın mümkün olmadığı görülmektedir. $\alpha_{A,B}$ 'nin değeri 1'den ne kadar büyük olursa disitilasyon ile "A" ve "B" nin ayrılması o kadar kolay olmaktadır.

Özellikle çok bileşenli karışımlar için kullanımı pratik olan bir kavram ise dağılım katsayısıdır ve aşağıdaki gibi tanımlanır.

$$K_i = \frac{y_i}{x_i} \quad (11)$$

Küçük mol ağırlıklı hidrokarbonlar için dağılım katsayısı sadece sıcaklık ve basıncın fonksiyonu olduğundan, böyle maddeler için K_i değerlerinin bulunmasında kullanılabilecek nomogramlar geliştirilmiş olup Depriester diagramlarından okunabilir.

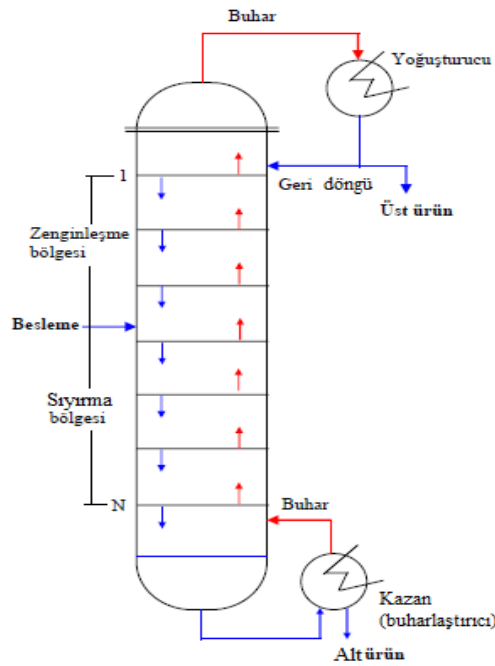
Tüm ayırma işlemlerinde olduğu gibi distilasyonda da amaç, besleme içerisindeki bileşenleri mümkün olduğunca saf bir şekilde ayırıştırabilmektir. Bu amaçla, geri döngü (reflaks) yapıp yapılmamasına göre iki tür distilasyondan yöntemi bulunmaktadır.

1-) Geri döngüsüz (reflakssız) distilasyon: Bu yöntemde buharlaşan bileşenin tamamı sistemden çekilir. Sistemde dengenin olup olmamasına bağlı olarak iki yöntem mevcuttur.

a-) Ani (flash) distilasyon : Flash distilasyon veya diğer bir ismiyle denge distilasyonu tek kademeli bir işlemdir. Bu işlemde sıvı kısmen buharlaştırılır, buharın artık ya da kalan sıvı ile dengeye gelmesi sağlanır. Sonuçta sıvı ve buhar fazlar ayrılır. Yöntemde, sıvı karışım borusal ısı değiştiricide ısıtılır ve basınç altında kaynama noktasında kolona gönderilir. Ani bir genişleme ile karşılaşan sıvı karışım birbiriyle dengede bulunan buhar ve sıvı fazlara ayrılır. Sistemde buhar-sıvı dengesinin her an mevcut olduğu bir yöntemdir.

b-) Diferansiyel (Basit kesikli) distilasyon: Sistemde buhar-sıvı dengesi söz konusu olmadığı, karışımı oluşturan bileşenlerin kaynama noktalarının birbirinden çok farklı olduğu durumlarda kaba ayırmalar için tercih edilen bir yöntemdir. Diferansiyel damıtmada, sıvı önce ısıtılan bir ısıtıcıya yüklenir. Sıvı yükleme yavaş bir şekilde kaynatılır, buhar oluşur oluşmaz ani bir şekilde bir yoğunlaştırıcıya çekilir; yoğunlaşan buhar (disitilat) buradan alınır. Yoğunlaşan buharın ilk kısmı daha uçucu bileşen A'ca en zengindir. Buharlaşma ilerledikçe, buharlaştırılan ürün A açısından daha fakir olur.

2-) Geri döngülü distilasyon: Flash distilasyon, uçuculukları çok farklı olmayan bileşenlerin ayrılması için etkin bir yöntem değildir; diferansiyel distilasyon ise kaba ayırmalar için uygundur. Bu nedenle, endüstriyel uygulamalarda ve laboratuvar ölçeğinde daha saf ürün eldesini sağlayacak, etkili ve başarılı bir ayırma için 'zenginleştirme' de denilen geri döngülü sürekli distilasyon uygulanmaktadır. Aşağıda Şekil 2'de tipik bir geri döngülü distilasyon kolonu şematize edilmiştir.



Şekil 2.2. Geri döngülü distilasyon kolonu

Bu yöntemde, kolonun orta kısmından bir yerden beslenen besleme akımı, daha uçucu olan “A” bileşeni açısından zengin bir üst ürüne (D) ve “B” bileşeni açısından zengin bir alt ürüne (B) ayrıştırılmaktadır. x_D ve x_B terimleri sırasıyla, A bileşeninin üst ürün D ve alt ürün B içindeki mol kesirlerini gösterdiği kabul edilirse, amaç A'nın besleme içerisindeki mol kesrinden (x_F) çok daha yüksek ve mümkün olduğunca 1'e yakın x_D derişimindeki A bileşeni içeren üst ürün ile yine mümkün olduğunca 0'a yakın x_B derişiminde bir alt ürün elde etmektir. Bunu başarabilmek için, kolonun üstünden elde edilen buharın yoğunlaştırıldıktan sonra bir kısmı kolonun tepesine birinci rafın üstüne geri döndürülmektedir. Raflar (her biri bir kademe olarak

düşünüldü) üstten itibaren numaralandırılırsa, yoğunlaştırıcıdan geri döndürülen akıma 'geri döngü' veya 'reflaks' denir. Kolonun altından alınan sıvının bir kısmı da tekrar buharlaştırılarak yine kolona en alt rafın altından geri beslenir. Böylece kolon içinde sürekli olarak yan yana ve ters yönde akan sıvı ve buhar fazları elde edilir. Besleme akımı da; soğuk sıvı, doymuş sıvı, buhar-sıvı karışımı veya kızgın buhar hallerinden hangi durumda ise, kolon içinde akan sıvı ve buhar akımlarına karışır. Şekil 2 incelendiğinde, buhar fazı aşağıdan yukarıya doğru yükselirken, sıvı faz yukarıdan aşağıya doğru indiği görülmektedir. Ayrıca sistemin en sıcak yerinin buharlaştırma kazanı olduğu ve en soğuk yerinin de yoğunlaştırıcı (kondensör) olduğu görülür. Böylece kolon boyunca yukarıya doğru çıkıldıkça, azalan sıcaklıklarda buhar fazında daha çok uçucu madde olan A bileşeni bulunmaktadır. Buhar fazdaki “A” bileşeninin miktarının artması, aşağı doğru akan sıvı fazın içerisindeki “A” bileşeninin buharlaşarak buhar faza geçmesiyle sağlanabilir. A bileşeninin buharlaşması için gerekli gizli ısı, kolon boyunca yukarıya çıkıldıkça azalan sıcaklıklarda buhar fazından uçuculuğu az olan B bileşeninin yoğunlaşarak sıvı faza geçmesiyle açığa çıkan enerjiden karşılanır. Bu şekilde kolon boyunca yukarıya çıkıldıkça, buhar fazı “A” cinsinden zenginleşmektedir. Besleme rafının üzerindeki kısımda akan buhar, içindeki uçucu bileşen A, bakımından besleme akımından daha zengindir. Bu nedenle, besleme rafının üstünde kalan kısma “zenginleştirme bölgesi” denir. Kolonun alt kısmında ise sıvının içindeki uçuculuğu az olan B bileşeni derişimi, kolonda aşağı doğru inildikçe artmaktadır ve bu da buhar fazının B bileşeninden sıyrılması ile gerçekleştiğinden, besleme rafı dahil kolonun alt kısmına “sıyırma bölgesi” denir. Kolon boyunca aşağı doğru akan sıvı fazından yukarıya doğru akan buhar fazına A bileşeni geçerken, buhar fazından sıvı fazına da B bileşeni geçmektedir. Fazlar arasındaki kütle transferinde verimi arttırmak amacıyla buhar ve sıvı fazlar defalarca raflar üzerinde temas ettirilip ayrılmaktadır. Her bir raf en basit haliyle delikli bir tepsi olarak düşünülebilir. Sıvı fazı bir rafın üzerinde bir tabaka halinde akarken, buhar fazı da rafın deliklerinden geçerek kabarcıklar oluşturur. Bu buhar kabarcıkları sıvı tabakası içinde yükselirken, fazlar arasında A ve B bileşenlerinin ters yönlü kütle transferi olmaktadır.

Distilasyonda geri döngü (reflaks) oranı, $R = (\text{Geri dönen akım})/(\text{alınan üst ürün akımı})$ olarak tanımlanır. Distilasyon ile ayırma işlemi için kullanılacak gerekli kademelerin sayısı kullanılan geri döngü oranına bağlıdır.

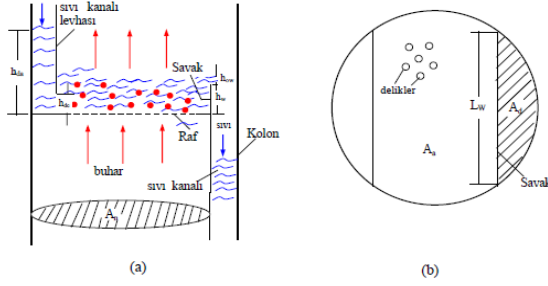
Toplam geri döngü: Tüm yoğunlaşmış maddenin, geri akım olarak kolona gönderildiği, hiçbir ürün alınmadığı ve besleme yapılmadığı koşullardaki geri akıma toplam geri döngü denir. Toplam geri döngü, istenilen ayırmayı yapabilmek için teorik olarak mümkün olan minimum kademe sayısıdır.

Minimum geri döngü: Geri döngü oranının maksimum oranda azaltıldığı ayırma işlemi ancak sonsuz sayıda kademeden oluşmuş kolonda yapılabilir. Distilasyon kolonlarının McCabe-Thiele metoduna göre analizinde, geri döngü oranı azaldıkça işletme doğrularının eğimleri denge doğrusuna göre hareket eder. Bu durumda kademe sayılarında artma olur. Sonuç olarak, geri döngü oranının gittikçe azalması ile kademe sayıları büyük değerlere ulaşır. Bu durumda geri döngü oranı minimumken, kademe sayısı maksimumdur. Bu istenilen bir ayırma için mümkün olan minimum geri döngü oranıdır.

Optimum geri döngü oranı: Optimum geri döngü oranları, istenilen bir ayırma için gerekli minimum ve toplam geri döngü oranları arasındadır. Optimum geri döngü oranı, en az yıllık işletme maliyetinin elde edildiği orandır. İstenilen ayırmanın minimum maliyetle yapılabilmesi için uygun bir değer seçmelidir. Geri döngünün artırılması, kademe sayısını azaltır, dolayısıyla yatırım maliyeti azalır; ancak işletme maliyeti artar. Birçok sistem için optimum geri döngü oranı, minimum geri döngü oranının 1.2 ile 1.5 katı arasındadır.

Distilasyon kolonları, fazlar arası teması sağlayarak etkin bir ayırmanın gerçekleştirilmesini sağlarlar. Distilasyon kolonları dolgu ve raflı olmak üzere ikiye ayrılır. Dolgu kolonlar, çeşitli dolgu malzemelerinin gelişigüzel veya düzenli olarak doldurulması ile hazırlanır. Sıkça kullanılan raflı kolonlar ise, tepsili kolonlardır. Eskiden sıkça kullanılan kampana raflı (bubble cap plate) kolonlar ise maliyetleri nedeniyle bazı özel durumlar dışında pek kullanılmamaktadır. Tepsili kolonlar, düşük maliyetleri ve geliştirilmiş tasarım kriterleri açısından neredeyse standarttır. Tek dezavantajları, buhar akış hızında tasarım değerinin altına düşülmesinde raf etkinliğinin olumsuz yönde etkileyen deliklerden sıvının dökülmesi; yani ağılama olayı ile

karşılaşılmasıdır. Çalışma esnasında böyle bir durumla karşılaşma durumu varsa tepsili kolonlar yerine valfli raflar tercih edilebilir. Tepsili bir kolon Şekil 3'te verilmiştir.



Şekil 2.3. a) Tepsili kolonun kesiti, b) tepsili kolonun üstten görünümü

Sıvının bir alttaki rafa akmasını sağlamak amacıyla, rafın bir kısmının kesilmesiyle oluşturulan kanala; sıvı kanalı denir. Bu kanalı oluşturmak için rafa tutturulacak olan metal levhanın bir kısmı raf seviyesinin üstüne çıkarılarak raf savağı oluşturulur. Bu savak yardımıyla, raf üzerinde belli bir yükseklikte tutulan sıvı içinde buhar fazı küçük kabarcıklar halinde dağıtılır. Sıvı yüksekliği arttıkça sıvı-buhar temasının artacağı için raf etkinliğinin de artması beklenmektedir. Ancak, sıvı seviyesinin gereğinden yüksek olması, sıvıdan geçen buharda yüksek basınç düşüşü gözlenmesi anlamına gelmektedir. Buradan, savak yüksekliğinin uygun bir seviyede tutulması gerektiği anlaşılmaktadır. Ayrıca, raf etkinliğini yüksek tutabilmek amacıyla, buharın sıvı içinden olabildiğince yüksek hızda geçmesi istenir. Fakat, buhar akış hızının fazla yüksek olması yine buhar fazında yüksek basınca neden olur ve buharın raf üzerindeki sıvının bir kısmını ince tabakalar halinde bir üstteki rafa taşıyarak raf etkinliğini azaltıcı yönde etki yapar. Buhar akış hızı, kazana verilen güç yani, kaynama hızı değiştirilerek kontrol edilmektedir. Basınç düşüşü – kaynama hızı grafiğinde (log/log) düşük kaynama hızlarında basınç düşüşü **köpürme** olana kadar sabit kalırken, yüksek kaynama hızlarında hızlı bir şekilde artmaktadır.

Raf boyunca buhar fazda meydana gelecek olan basınç düşüşü, sıvı taşıma kanalındaki sıvı seviyesini doğrudan etkiler. Çünkü buhar fazdaki yüksek basınç düşüşü bu kanaldaki sıvı seviyesinin daha da yükselmesi demektir. Artan basınç düşüşü sonucu kanalda yükselen sıvı seviyesi bir üstteki rafın sıvı seviyesine ulaşırsa; bütün kolon sıvı ile dolar, buhar fazı raflardan düzensiz bir şekilde geçmeye başlar. Bu olaya “**taşma**” denir. Dolayısıyla kolon içinde buhar akış hızının taşma gözlenmesine izin vermeyecek şekilde seçilmesi gerekmektedir. Bunlara ek olarak, buharın deliklerden geçiş hızının düşük olması da sıvının bir alt rafa akmasına neden olur. “**Ağlama**” olarak adlandırılan bu olay, yine raf etkinliği oldukça düşürmektedir. Düşük sıvı akış hızlarında ise “**konileşme**” adı verilen ve sıvı-buhar temasını azaltarak raf etkinliğini düşüren bir olay gerçekleşebilmektedir. Bu durumda, buhar sıvıyı delik çevresinden iter ve kendisi ters bir koni şeklinde raftan geçer.

Bir distilasyon kolonu etrafında toplam kütle denkliği

$$F=D+B \quad (12)$$

şeklinde yazılabilir

Daha uçucu bileşen A üzerinden bileşen kütle denkliği ise,

$$FX_F = DX_D + BX_B \quad (13)$$

şeklinde ifade edilebilir. Bu eşitlikler, hesaplamalarda bilinmeyen akış hızlarının veya uç derişimlerin hesaplanmasında pratik olarak kullanılmaktadır.

“n” zenginleşme bölgesindeki herhangi bir rafı ve “m” sıyırma bölgesindeki herhangi bir rafı göstermek üzere, zenginleşme bölgesi için yoğunlaştırıcı ile beraber üstten n adet rafı içine alan bir sistem için toplam kütle denkliği yazılırsa,

$$V_{n+1} = L_n + D \quad (14)$$

ve A bileşeni için,

$$V_{n+1} Y_{n+1} = L_n X_n + D X_D \quad (15)$$

elde edilir.

Herhangi bir kademeye giren buharla, o kademeyi terk eden sıvı fazın eş molar akış hızındadır, yani bir kademenin aynı yönündeki akımların akıları farkı (net akı) sabittir. Buna göre zenginleşme bölgesi için,

$$D = V_{n+1} - L_n \quad (16)$$

yazılabilir. (16) denklemi (15) denkleminde yerine konulup denklem (15) düzenlenirse, zenginleşme bölgesi işletme doğrusu denklemi elde edilir;

$$Y_{n+1} = [L_n / (L_n + D) X_n + D X_D] / (L_n + D) \quad (17)$$

Sıyırma bölgesi için kütle ve bileşen denklilikleri yazılırsa,

$$L_m = V_{m+1} + B \quad (18)$$

$$L_m X_m = V_{m+1} Y_{m+1} + B X_B \quad (19)$$

Bu bölge için net akı ifadesi,

$$B = L_m - V_{m+1} \quad (20)$$

şeklinde olup, bu ifade (19) denkleminde yerine konulup düzenlenirse,

$$Y_{m+1} = [L_m / (L_m - B)] X_m - B X_B / (L_m - B) \quad (21)$$

elde edilir. Bu denklem, sıyırma bölgesi işletme doğrusu denklemidir.

Zenginleşme ve sıyırma bölgelerinde bir kademeye giren buhar ile aynı kademeyi terk eden sıvı akımının bileşimleri arasındaki ilişkiyi veren (17) ve (21) denklemlerine işletme doğrusu denklemleri adı verilir.

Distilasyon kolonlarının McCabe-Thiele metoduna göre analizinde, buhar ve sıvı akımlarının akış hızlarının kademeden kademeye değişmediği varsayılmaktadır.

Böylece; $V_{n+1} = V_n$ ve $L_{n-1} = L_n$ kabul edilebilir. Bu duruma, 'sabit molal akı' denir.

Distilasyonda geri döngü oranı

$$R_D = L/D \quad (22)$$

olarak tanımlanmaktadır.

Zenginleştirme bölgesi işletme doğrusu denklemi, geri döngü oranı kullanılarak yazılırsa,

$$Y_{n+1} = [R_D / (R_D + 1)] X_n + X_D / (R_D + 1) \quad (23)$$

McCabe-Thiele yöntemine göre gerekli kademe sayısının bulunmasında (23) denkleminin eğim veya kesmesinden yararlanılarak zenginleştirme bölgesi işletme doğrusu çizilir.

Besleme rafının tayininde ise aşağıda verilen besleme doğrusu denklemi kullanılır,

$$Y = -q / (1 - q) X + X_F / (1 - q) \quad (24)$$

Burada q, giriş koşullarında 1 mol beslemeyi buharlaştırmak için gereken ısıнын, beslemenin gizli molar buharlaşma ısısına oranıdır. q değeri, beslemenin şekline bağlı olarak değişmektedir.

Besleme şekilleri için q' nun alacağı değerler;

Soğuk sıvı: $q > 1$, Kaynama noktasında doymuş sıvı: $q = 1$, Sıvı - buhar karışımı: $0 < q < 1$,

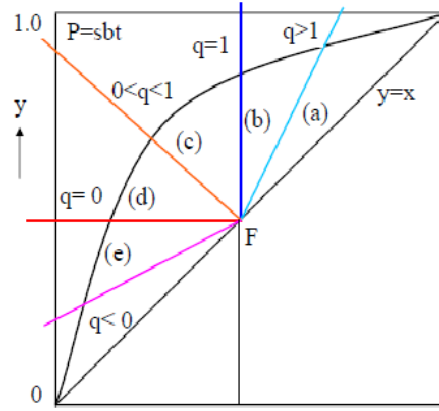
Doymuş buhar: $q = 0$, Kızgın buhar: $q < 0$ şeklindedir.

Besleme, soğuk ve kızgın buhar halindeki ise q' nun değeri sırası ile aşağıdaki denklemler ile bulunur.

$$q = 1 + C_{pL} (T_B - T_F) / \lambda \quad (25)$$

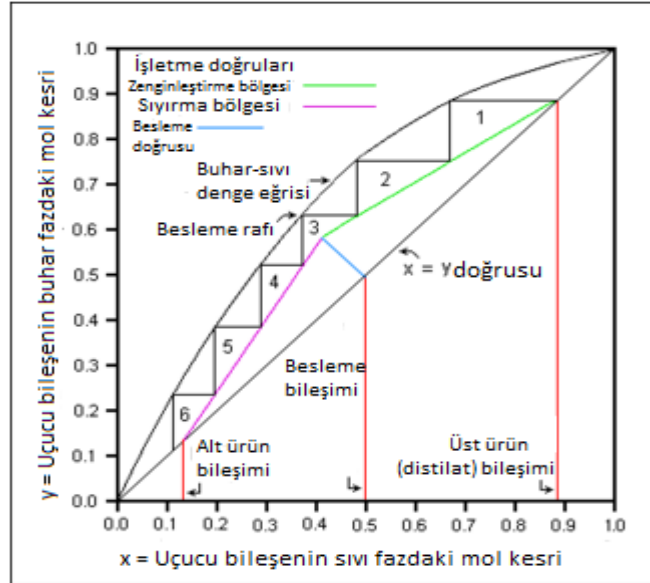
$$q = - C_{pV} (T_F - T_D) / \lambda \quad (26)$$

q doğrularının xy- diyagramında görünüşleri Şekil 4'te verilmiştir.



Şekil 2.4. q doğrularının xy- diyagramında görünüşleri

Besleme doğrusunun eğimi bulunarak, besleme doğrusu çizilir. Daha sonra, sıyırma bölgesi (alt işletme) doğrusu; köşegen üzerinde x_B değerine denk gelen nokta ile zenginleştirme bölgesi (üst işletme) doğrusu ile q doğrusunun kesim noktası birleştirilerek çizilir. Daha sonra x_D (üst ürün bileşimi) veya x_B (alt ürün bileşimi)' den başlayarak kademeler yerleştirilir. İkili bir karışımın distilasyonu için McCabe-Thiele diyagramının kullanımı Şekil 2.5'te sunulmuştur.



Şekil 2.5. İkili bir karışımın distilasyonu için McCabe-Thiele diyagramının kullanımı.

3. DENEYDEN ÖNCE YAPILMASI GEREKENLER

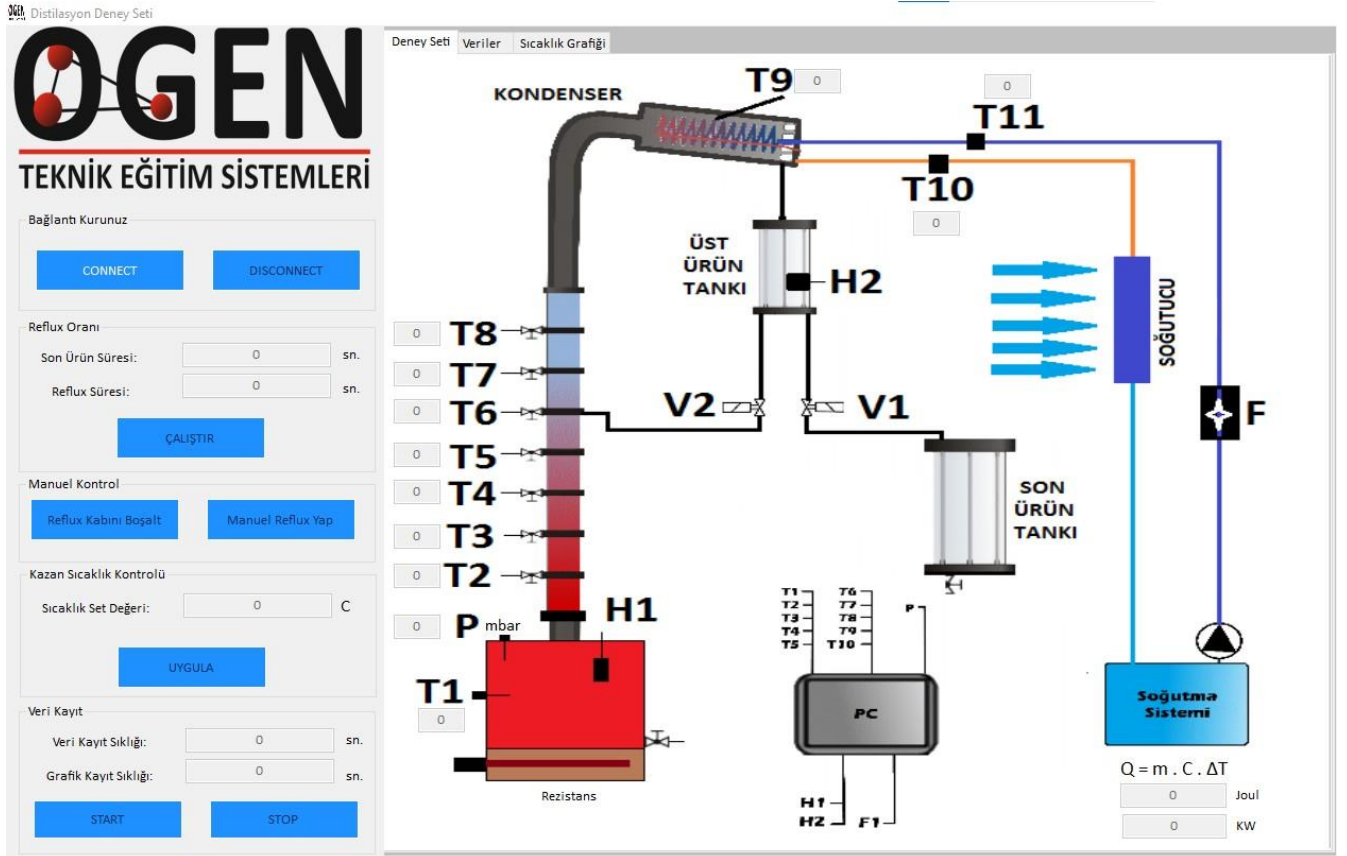
- Distilasyon işlemi hakkında bilgi toplayınız.
- Kesikli ve sürekli distilasyon işlemleri hakkında bilgi toplayınız.

4. DENEYSEL YÖNTEM

4.1. Deney Sistemi



Şekil 4.1. Deney düzeneği



Şekil 4.2. Distilasyon akış şeması ve veri kontrol yazılımı ara yüzü

4.2. Deneyin Yapılışı

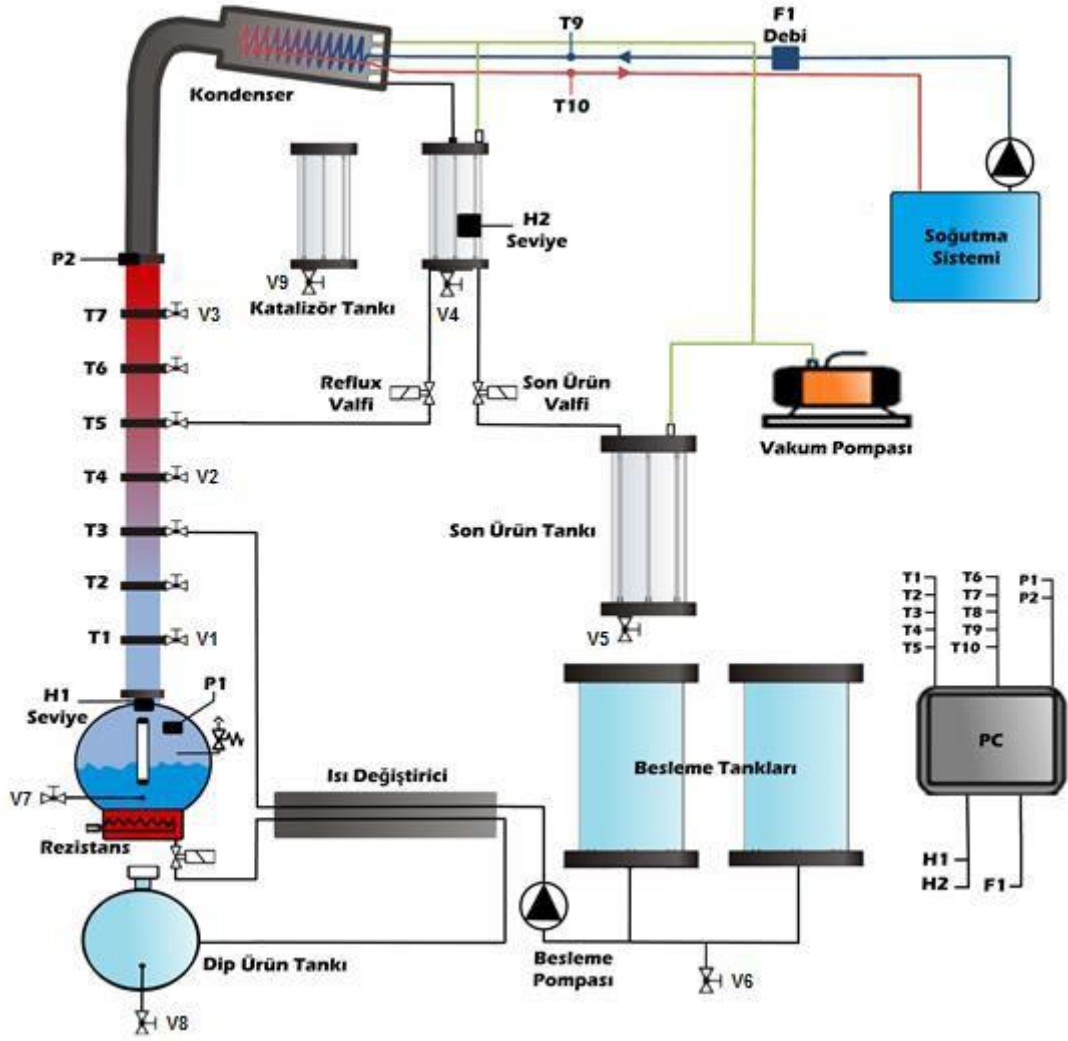
Deney A) Kesikli Distilasyon

Kolon basınç düşüşünün belirlenmesi:

- Deneylerde kullanılmak üzere %25 metanol %75 su içeren karışım hazırlanır.
- Öncelikle sistem toplam geri akım oranında yani oluşan buharın yoğunlaştırılıp tümünün sisteme geridönmesi 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 düşüşü oluşmaz.
- Kolonun tüm tepsileri dışarıdan görülebilmeleri 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 gözlemlenebilir. Buhar soğutucuya girer ve cam distilat kabında

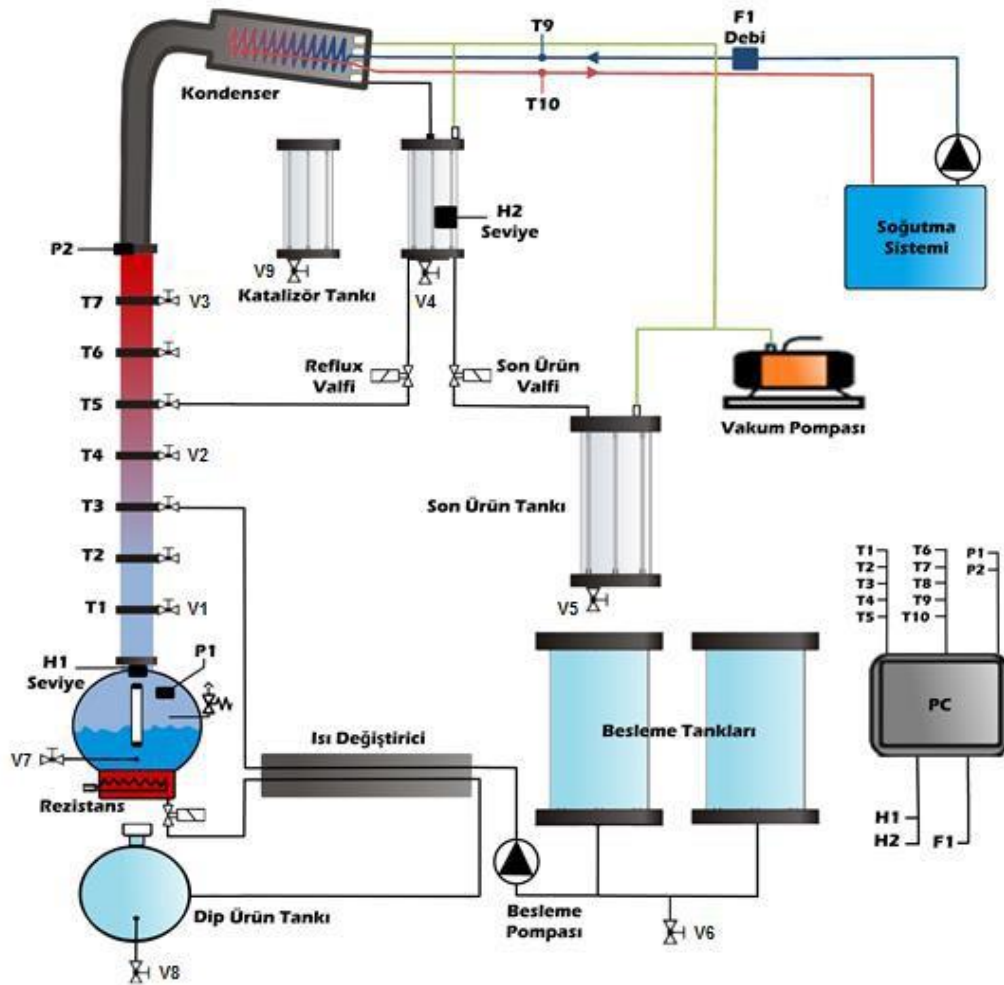
(Reflüks tankı) damlacıklar şeklinde görülür. Distilat bir miktar cam kapta birikir ve daha sonra geri akım regülatör vanasından (reflüks selonoid valfi) vasıtası ile kolon üzerinde bulunan V3 vanasına harici bir hortumla irtibatlandırılarak kolona geri akması sağlanır. Toplam geri akım oranında çalışıldığından 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 reflüks 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 bozmaz. 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 kapta 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 değer 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.



Şekil 4.3. Deney düzeneği

Kesikli distilasyonda tüm kolon veriminin belirlenmesi:



Şekil 4.4. Kesikli distilasyon akış sistemi

- 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 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.
- Üst ürünün kırılma indisi refraktometre ile ölçülür (Bunun amacı kırılma indisi ile karışımın kompozisyonu arasında bir bağıntı 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 modda 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.

- 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 (kcal/ m,h, °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 kapta birikir ve daha sonra geri akım (reflüks) 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. tepsiden). 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 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.
- 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 alınıncaya 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 tepsiden 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 tepsisinin 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

5. HESAPLAMALAR

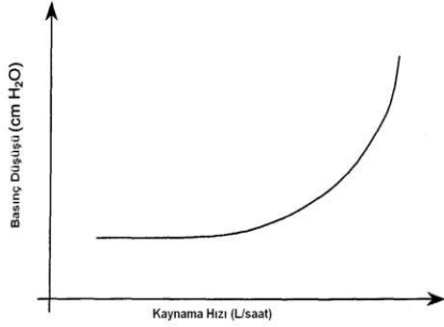
Deney A: Kesikli Distilasyon

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

Çizelge 1. Deneysel veriler

Güç (kW)	Kaynama hızı (L/saat)	Basınç düşüşü (mbar) (tüm)	Tepsilerdeki köpürme
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.

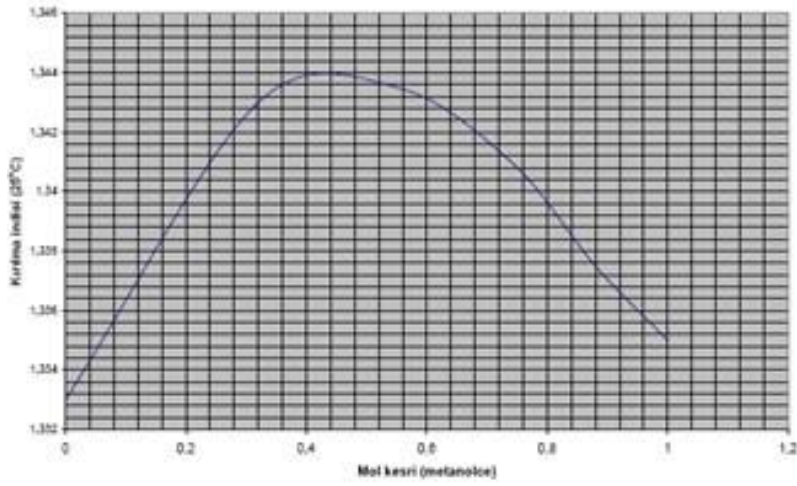


Şekil 5.1. Basınç düşüşü-kaynama hızı grafiği

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

Çizelge 2. Konsantrasyon-kırılma indisi

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



Şekil 5.2. Mol kesrine (metanolce) karşı kırılma indisi 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/saat

Üst ürün kompozisyonu (x_A)d =

-
-
-
-
-

Ortalama = molce%(metanol)

Alt ürün kompozisyonu (x_A)b =

-
-
-
-
-

Ortalama üst kolon sıcaklığı = °C

Ortalama alt kolon sıcaklığı = °C

Ortalama kolon sıcaklığı = °C

Çizelge 3. Üst ve alt ürün kompozisyonu (deneysel veriler)

Üst ürün kompozisyonu Molce	Alt ürün kompozisyonu Molce
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	

- Sabit geri akım oranında denge diyagramından (metanol-su) bileşenlerin her bir kademedeki kompozisyonu belirlenir (Çizelge 3’deki veriler elde edildikten sonra).

DENEY B: SÜREKLİ DİSTİLYASYON

Çizelge 4. Üst ve alt ürün kompozisyonu (deneysel veriler)

Üst ürün kompozisyonu Molce	Alt ürün kompozisyonu Molce yüzde (metanol)
1	
2	
3	
4	
5	
6	
7	
8	
9	
10	

- Sürekli distilasyon için molar olarak oranı ve miktarı bilinen besleme akımından ve deneysel olarak belirlenen alt ve üst ürünün kompozisyonlarından (Çizelge 4’deki veriler) yararlanılarak madde denkliği ile üst ve alt ürünün miktarı belirlenir.
- Denge diyagramından (metanol-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 konulur ölçülü bir kap alınarak pompa anahtarı manuel konumuna getirilir devir anahtarındaki her kademe için dakikadaki basma miktarı hesaplanır.

6. TARTIřMA

Deney A: Kesikli Distilasyon

- Kaynama hızı ve basınç düşüşü arasındaki ilişkiyi irdeleyiniz.
- Kolon verimini hesapladıktan sonra mevcut sistemdeki kolon verimini arttırmaya yönelik ne türlü iyileştirmeler yapılabileceğini tartışınız.

Deney B: Sürekli Distilasyon

- Deney sistemindeki kolon sekiz kademelidir. Bu kolon metanol-su karışımının birbirinden ayrıştırılmasında uygun mudur? İdeal kademe sayısı ve tasarımı elinizdeki verilere göre ne olmalıdır?
- %20 benzen, %80 toluen karışımını ayırmak için mevcut deney sistemi uygun mudur? Tartışınız..

6. KAYNAKLAR

- 1-) Geankoplis, C. J., Transport Processes and Unit Operations, 3rd ed., Prentice-Hall, New Jersey, 1993.
- 2-) Alpay, E., Demircioğlu, M., “Kütle Aktarımı ve Kütle Aktarım İşlemleri”, Ege Üniversitesi Yayınları, İzmir, 2005.
- 3 -) Uysal, B.Z., “Kütle Transferi Esasları ve Uygulamaları”, Gazi Üniversitesi Yayınları, Ankara, 2003.
- 4-) McCabe, W. L., Smith, J.C., Unit Operations of Chemical Engineering, McGraw-Hill Book Co., 3rd ed., 1976

