

KMB 310 KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI II

DENEY ADI: KATI-SIVI EKSTRAKSİYONU

Deneyin Amacı: Katı sıvı ekstraksiyon mekanizmasını, katı sıvı ekstraksiyonu prosesinin verimine etki eden parametrelerin neler olduğunu, katı sıvı ekstraksiyonun gerçekleştiği soxhlet cihazının çalışma prensibinin öğrenilmesidir.

Teorik Bilgi

Katı-Sıvı Ekstraksiyonu

Ekstraksiyon endüstride; altın, ilaç, petrol, kozmetik, gıda gibi birçok alanda kullanılan verimli bir ayırma işlemidir. Özellikle sıvı-sıvı ekstraksiyonu distilasyon kullanılmadığı birçok durumda alternatif yöntem oluşturmuştur. Karışım halindeki homojen uçucu sıvı bileşenlerin kaynama noktalarının birbirine çok yakın olması, bileşenlerin kaynama noktalarının elde mevcut olan ısıtma ortamına göre çok yüksek olması veya bir kısım bileşenin diğerlerinin kaynama noktasında bozunması gibi sakıncalar sebebi ile distilasyon işleminin uygulanması imkansız hale gelebilir.

Sabit sıcaklık ve basınçta bir maddenin iki fazdaki denge derişimlerinin farklı olmasından yararlanarak yapılan ayırma işlemine **ekstraksiyon** adı verilir. Fazlardan biri katı biri sıvı olabildiği gibi her ikisi de sıvı olabilir. Buna göre, sırayla katı-sıvı ve sıvı-sıvı ekstraksiyonlarından söz edilir. Katı-sıvı ekstraksiyonu ile katı içinde bulunan bir madde bu maddeyi büyük ölçüde çözebilen bir sıvı yardımıyla alınır. Fazlar ayrıldıktan sonra sıvının herhangi bir yoldan uzaklaştırılması ile katı içindeki madde ele geçer. Ayçiçeği ve pamuk çekirdeklerindeki yağın hekzanla ekstrakte edilerek çekilmesi tipik bir örnektir. Katı faza ekstrakte edilen, saf sıvıya ekstrakte eden, elde edilen sıvı karışıma ise ekstrakt adı verilir. Örneğin; katı çay yaprakları ekstrakte edilen, su ekstrakte eden ve çay ekstrakt olur. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu ile ilk sıvı faz içindeki bir madde bu maddeyi daha çok çözen ve ilk sıvı ile hiç karışmayan bir ikinci sıvı kullanılarak çekilir. Örneğin, suda çözünmüş olan bir organik madde daha çok çözünebileceği ve su ile hiç karışmayan eter ya da kloroform gibi organik sıvılarla ekstrakte edilir [1].

Katı-sıvı ekstraksiyon başlıca doğal ve biyolojik örneklerle ilgili uygulamalarda kullanılır. Katı-sıvı ekstraksiyonunda katının içerdiği maddelerden biri veya bir bölümü uygun bir çözgen ile ekstrakte edilir. Katıların ekstraksiyonu genellikle uzun zaman aldığı için sürekli ekstraksiyon yöntemleri tercih edilir. Maddenin katı içinden difüzlenmesi yavaş bir işlem olduğu için katı örnek ince toz haline dönüştürüldükten sonra ekstrakte edilmelidir. Böylece maddenin çözgenle daha fazla teması sağlanır [2].

Soxhlet Ekstraksiyon Cihazı

Soxhlet ekstraksiyon yöntemi narin bitkilerden yüksek miktarda fakat en basit ve en ucuz yolla esansiyel yağ elde etmek için kullanılır. Bunun için aşağıda görülen soxhlet ekstraksiyon cihazı kullanılır.



Şekil 1. Soxhlet ekstraksiyon cihazı

Soxhlet ekstraksiyon yöntemini uygulayabilmek için katı materyaller kurutulur. Küçük parçalara ayrılır ve bu katı parçacıklar selülozdan yapılmış olan ekstraksiyon kartuşuna doldurulur. Bu kartuş ekstraksiyon kolonunun içine yerleştirilir. Cam balona solvent olarak kullanılacak kimyasal madde konulur ve ısıtıcı yardımıyla bu maddenin buharlaşması sağlanır. Buharlaşan çözügen ekstraksiyon kolonundan geçerek geri soğutucuya ulaşır. Geri soğutucuda yoğunlaşan çözügen tekrar ekstraksiyon kolonuna gelerek kartuş içerisinde bulunan maddeyi çözer ve cam balona geri döner. Bu işlem sürekli tekrarlanarak ekstraksiyon işlemi tamamlanmış olur [2].

Deney Düzenegi: Soxhlet ekstraksiyon cihazı, ısıtıcı, ay çekirdeği, hekzan, selulozik hazne, etüv, döner kurutucu.

Deneyin Yapılışı

- Ufalanmış olan numunedan yaklaşık 5,0 g hassas olarak tartılıp süzgeç kağıdına sarılarak ekstraksiyon cihazının sifonlu haznesine yerleştirilir. (Filtre kağıdı yerine ekstraksiyon kartuşu da kullanılabilir.)
- Isıtıcının üzerinde bulunan cam balonun kapağı açılarak içinde yağlı tohum bulunan sifonlu ekstraksiyon haznesi balonun üzerine yerleştirilir.

- Sifon yapması için gerekli miktardan biraz daha az olmak üzere ekstraksiyon haznesine çözücü doldurulur.
- Sifonlu ekstraksiyon haznesinin açık ağzına geri soğutucu takıldıktan sonra cihazın tümü bir ayağa bağlanır.
- Geri soğutucunun su giriş ve çıkış bağlantıları yapılır.
- Elektrikli ısıtıcı sistem saatte 4-5 sifon yapacak şekilde ayarlanır.
- Sifon yaptıktan sonra yani çözücünün tamamı ekstraksiyon haznesinde balona boşaldığı zaman balon en fazla $\frac{3}{4}$ 'üne kadar dolmalıdır.
- Deney tamamlandıktan sonra ekstraksiyon haznesinde bulunan çözücünün tamamı cam balona sifonlanması sağlanır ve ısıtıcı kapatılır.
- Cam balonda bulunan çözeltideki yağı ve çözücüyü birbirinden ayırmak için döner kurutucu kullanılır.
- Çözücü uzaklaştırıldıktan sonra cam balon 105°C 'deki etüvde sabit tartıma gelene kadar kurutulur.

Veriler ve Hesaplamalar: Deneyde elde edilen yüzde verim ve hatayı hesaplayınız.

Kaynaklar

[1] Perry R.H., Green D., 1985, Perry's Chemical Engineers' Handbook, 6th ed., Mc Graw Hill., New York.

[2] Geankoplis C.J., 1983, Transport Processes and Unit Operations, 2nd ed., Allyn and Bacon Inc., Boston.