



**GAZİ ÜNİVERSİTESİ
MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ BÖLÜMÜ**

KM392 KİMYA MÜHENDİSLİĞİ LABORATUVARI I

SIVI-BUHAR FAZ DENGESİ DENEYİ (3B)

Prof. Dr. Nursel DİLSİZ

Öğr. Gör. Hatice Begüm MURATHAN

İÇERİK

AMAÇ

ÖN ÇALIŞMA

DENEYSEL ÇALIŞMA

VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

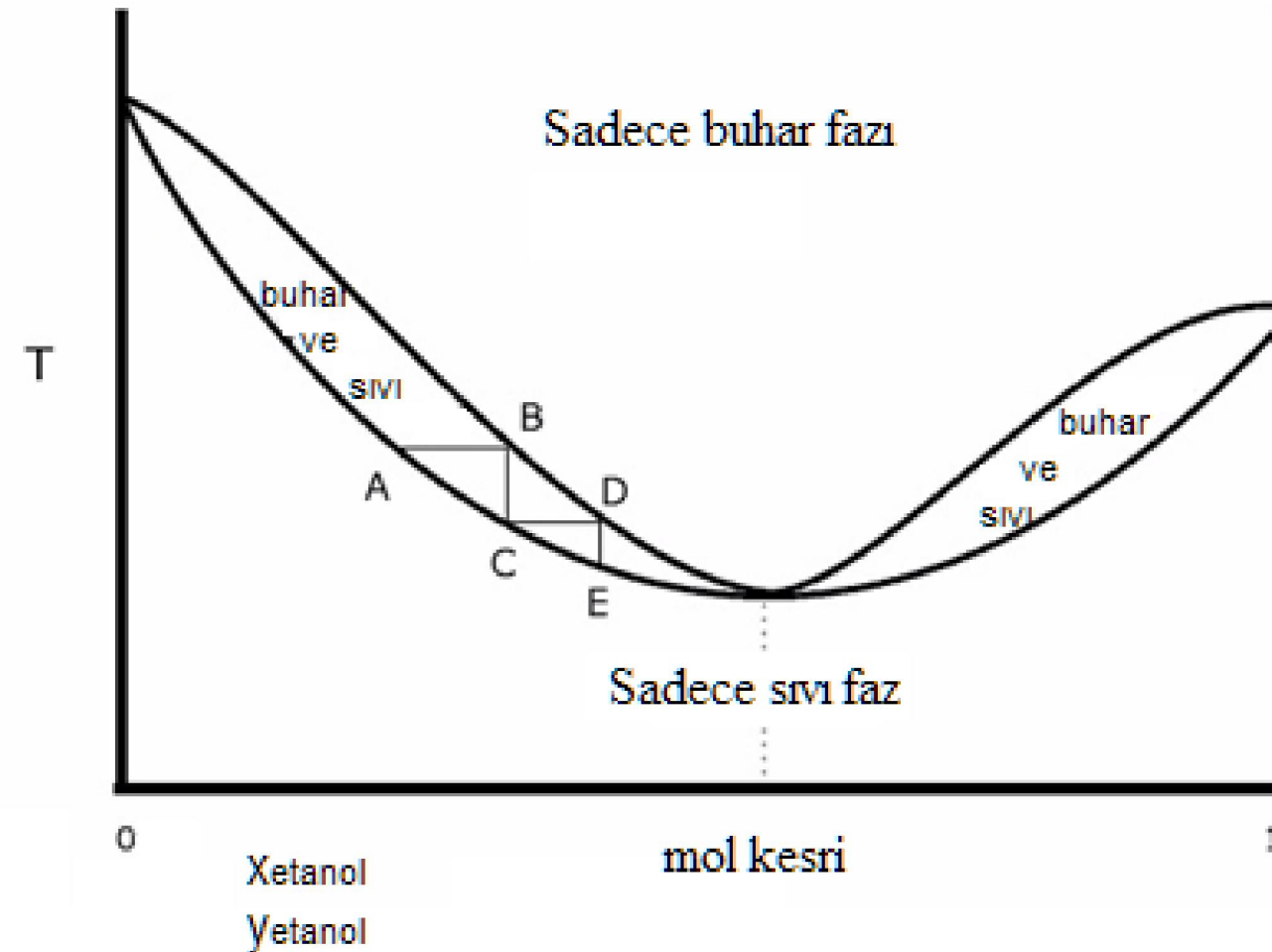
KAYNAKLAR

EKLER



AMAÇ

- İkili bir sistem için buhar-sıvı (sıcaklık-bileşim, T - x_{Etanol} , y_{Etanol}) faz diyagramını elde etmek.



ÖN ÇALIŞMA

- ▶ İkili sistem buhar-sıvı faz dengesi hakkındaki teorik bilgilerinizi ilgili kaynaklardan tazeleyiniz.
- ▶ Aşağıdaki soruların yanıtlarını grup içinde tartışınız:
 - ▶ a) İdeal ve ideal olmayan çözeltileri tanımlayınız.
 - ▶ b) Raoult ve Henry kanunlarını kısaca açıklayınız. Hangi durumlarda geçerli olduklarını tartışınız.
 - ▶ c) Azeotropik karışım nedir? Bu tür özelliği olan karışımlar için olası faz diyagramlarını kalitatif olarak çizin ve bu davranışın önemini tartışınız.
 - ▶ d) Faz kuralı nedir? Açıklayınız. İkili sistem buhar-sıvı faz dengesi için faz kuralını uygulayınız ve yorumlayınız.
 - ▶ e) Kırılma indisi (“Refractive index”) nedir? Karışımların kırılma indeksini ölçerek derişimini belirleyebilir misiniz? Açıklayınız.

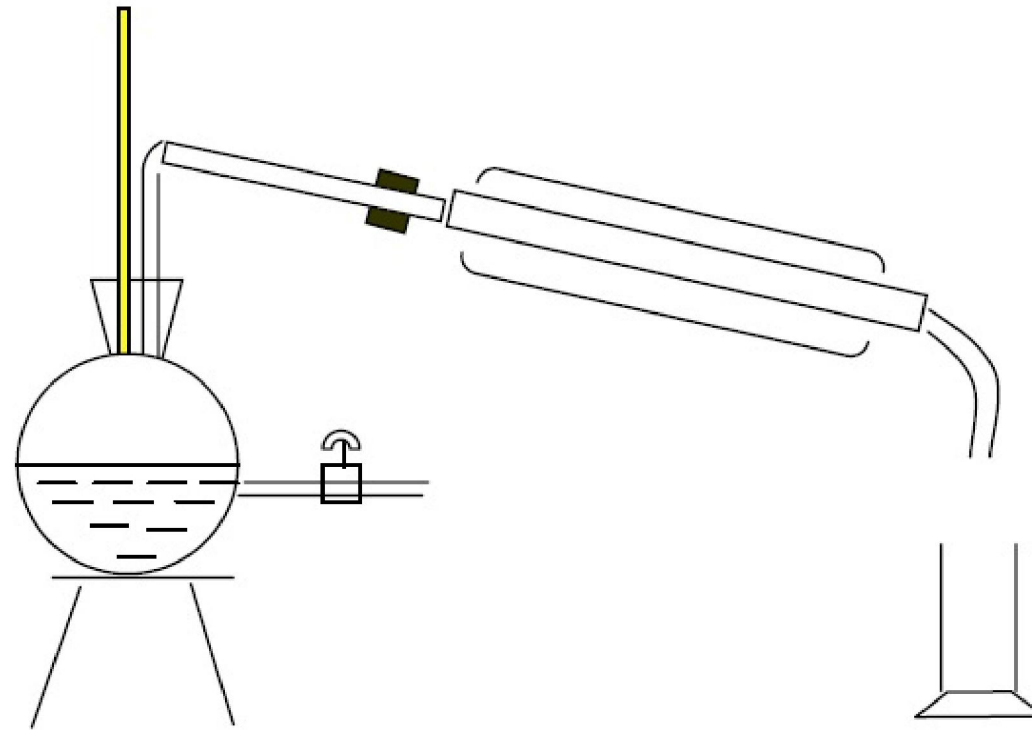
-
- ▶ Bu deneyde etanol-su sistemi için buhar-sıvı faz dengesi çalışılacaktır. Bu kapsamda etanol-su sistemi için literatürde verilen buhar-sıvı denge verileri* ile $T-x_{\text{Etanol}}, y_{\text{Etanol}}$ denge diyagramını çiziniz.
 - ▶ Derişim ölçümleri için laboratuarda bulunan refraktometre kullanılabilir. Abbe refraktometresini araştırınız. Bu kapsamda etanol-su karışımının kırılma indisini mol kesrine bağlı olarak literatürden bulunuz*.
 - ▶ Literatürden alınan etanol-su karışımının kırılma indis değerleri, birkaç noktada eldeki refraktometre kullanılarak ölçülebilir. Kalibrasyon niteliğindeki bu değerlerin literatürde verilen değerlerden çok sapma göstermesi durumunda nasıl bir yöntem izlemek gerekeceğini nedenleriyle tartışınız.
 - ▶ Kullanılan kimyasalların güvenlik bilgi formlarını (MSDS) inceleyerek gerekli önlemleri alınız.

DENEYSEL ÇALIŞMA

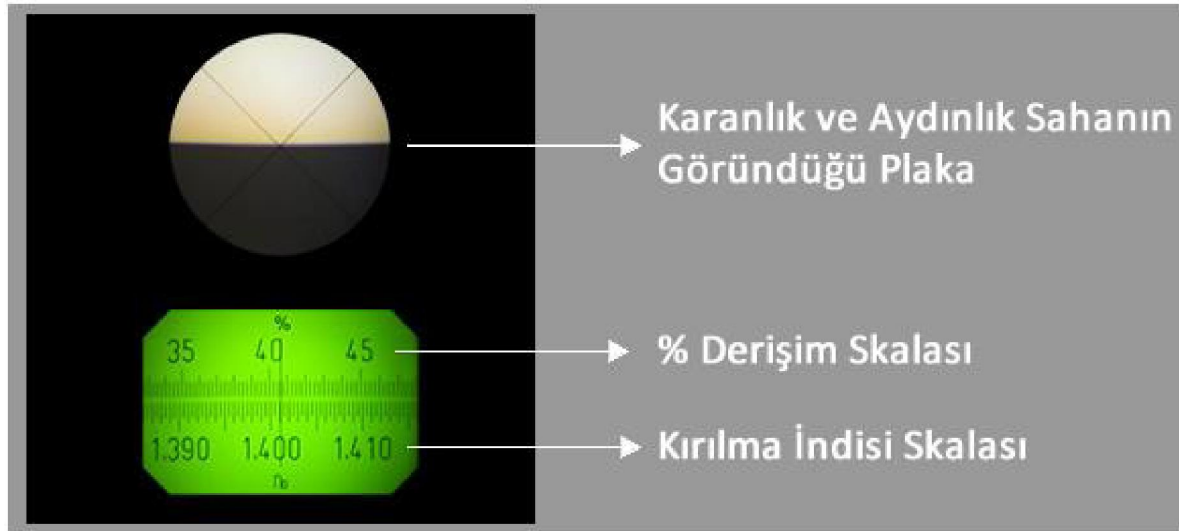
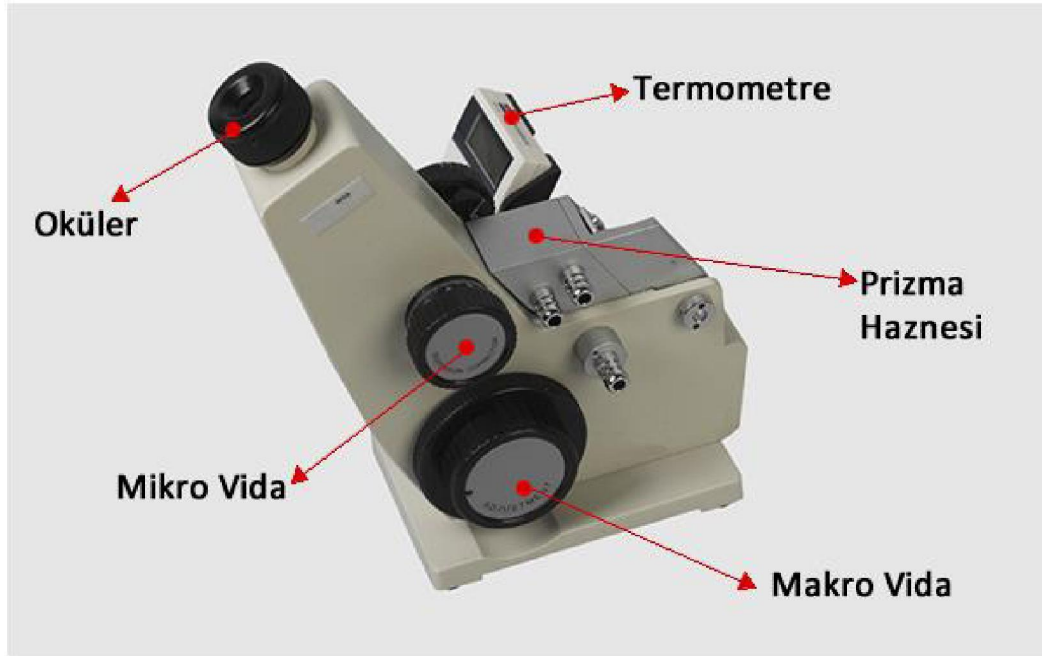
- ▶ Buhar-sıvı faz dengesi için etanol-su kullanılacaktır. Deney iki aşamadan oluşmaktadır.
 - ▶ 1) hacimce %0 arası %100 (%10 artışla) etanol-su karışımlarının kırılma indislerinin ölçümü ile kalibrasyon eğrisinin oluşturmak
 - ▶ **Kalibrasyon eğrisi kırılma indisinin-mol kesrine karşı grafiği çizilecektir.**
 - ▶ 2) hacimce %75'lik etanol-su karışımının distilasyonu ile sıcaklığa karşı kırılma indislerinin ölçümü

Deney düzeneđi, kullanılacak malzeme ve kimyasallar

- ▶ Çok giriřli balon
- ▶ Soğutucu ve soğutma suyu bağlantıları
- ▶ Isıtıcı
- ▶ Beher, test tüpü, pipet, kağıt mendil
- ▶ Soğutma suyunu sağlamak üzere musluk
- ▶ Refraktometre
- ▶ Etanol çözeltisi
- ▶ Saf su



Kırılma indisi ölçümü



- 1. Cihaz kutusundan dikkatlice çıkartılır,
- 2. Lambalar cihaz üzerine takılır ve yanıp yanmadıkları kontrol edilir,
- 3. Numune koyma yeri açılarak temiz kuru bir bez veya peçeteyle silinir. Bu işlem her ölçümden önce tekrarlanır.
- 4. 1-2 damla numune koyulduktan sonra numune koyma yeri kapatılır.
- 5. Okülerden bakılarak ilk önce üst bölümde görülen kalın çizginin netlik ayarı cihazın sağ yanında bulunan küçük ayar düğmesi (mikro vida) ile yapılır,
- 6. Netlik ayarı yapıldıktan sonra cihazın sağ yanında bulunan büyük düğme (makro vida) kullanılarak kalın çizginin \times simgesinin ortasına gelmesi sağlanır. Daha sonra altta görülen skaladaki, değer okunarak kaydedilir. Okülerden bakan kişi bir dairenin yarısı siyah, yarısı aydınlık görmeli ve bu iki yarım dairenin ayrılma sınırı keskin olmalıdır.
- 7. Ölçümler tamamlandıktan sonra, önce cihaz üzerindeki lambalar sökülür ve cihaz temizlenip kutusuna yerleştirilir.

I) Kalibrasyon eğrisi için yapılan çalışma

- ▶ Hacimce %10, %20, ...%90'lık etanol-su çözeltisi hazırlanır ve refraktometre ile kırılma indisleri ölçülüp kaydedilir.
- ▶ Toplam çözelti hacmi 10 ml;
 - ▶ %0 etanol → 10ml saf su
 - ▶ %10 etanol → 1ml etanol 9 ml saf su gibi
- ▶ Etanolün mol kesrine karşılık elde edilen kırılma indisleri grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi hazırlanır.

$$x_{\text{Etanol}} = \frac{n_{\text{Etanol}}}{n_{\text{Etanol}} + n_{\text{su}}}$$

Tablo 1. Farklı hacim yüzdelerinde hazırlanmış etanol-su karışımlarının kırılma indisi değerleri

Hacimce % etanol-su çözeltisi	Kırılma indisi değerleri
0	1,3316
10	1,3395
20	1,3464
30	1,3522
40	1,3577
50	1,3607
60	1,3632
70	1,3644
80	1,3648
90	1,3640
100	1,3614

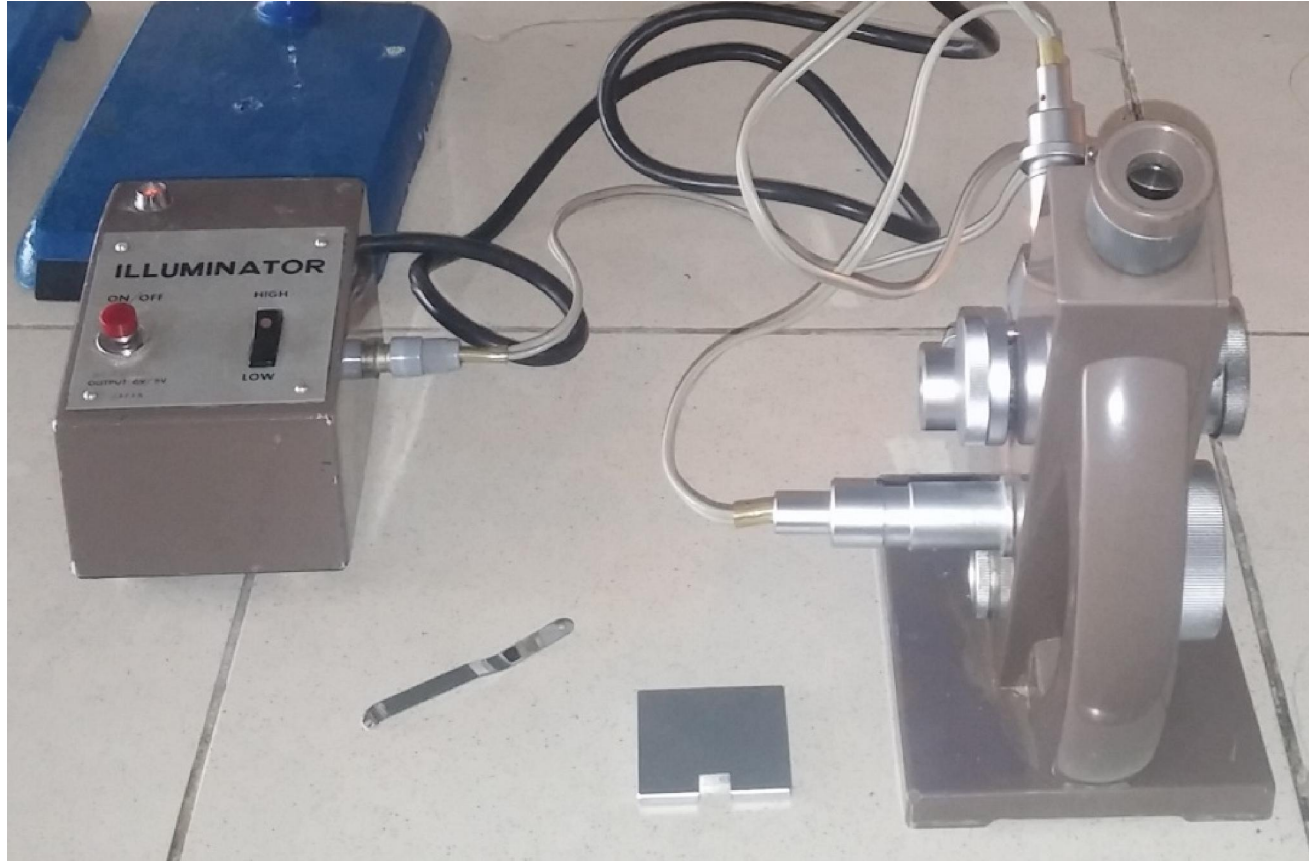
II) Buhar-sıvı faz dengesi deneyi

- ▶ Basit distilasyon sistemine %75'lik etanol-su çözeltisi alınır ve sıcaklık ayarlanır. İlk distilatın alınımı ile birlikte sıcaklık düzenli olarak 1-2°C arttırılır. Sıcaklık yaklaşık olarak 78-100°C arası değişmektedir.
- ▶ İlk destilat ile birlikte hem destilattan (buhar faz, y_{Etanol}) hem de balondaki karışımdan (sıvı faz, x_{Etanol}) birer pipet yardımı ile numuneler alınır. Hemen ardından refraktometre ile kırılma indisleri ölçülür ve veriler sıcaklığa karşı kaydedilir.

Deney düzeneđi ve işlevleri;

Balon ceketli ısıtıcı üzerinde bulunan 3 boyunlu balonun sağ tarafı buhar ile temas halinde olacak şekilde termometre bulundurulmakta, sol tarafı numune alınımında kullanılmakta, musluk suyu vasıtasıyla soğutulan geri soğutucu ve distilatın biriktiđi kaptan oluşmaktadır.





Refraktometrenin önce lambaları çıkarılır ve prizma haznesine 1-2 damla kadar numune damlatıldıktan sonra lambalar geri takılır ve okülerden bakılarak ayarlama yapıldıktan (Slayt 8) sonra kırılma indisi ölçülür.



Tablo 2. %75'lik Etanol-su karışımının sıvı ve buhar fazı deneysel kırılma indis verileri

Sıcaklık,°C	Sıvı faz kırılma indisi	Buhar faz kırılma indisi
79	1,3706	1,3704
80	1,3692	1,3704
81	1,3686	1,3702
82	1,3675	1,3701
84	1,3663	1,3692
85	1,3654	1,3684
87	1,3627	1,3684
90	1,3584	1,3663
96	1,3518	1,3564
100	1,3478	1,3478

VERİLERİN DEĞERLENDİRİLMESİ

- ▶ 1. Alınan veriler yardımı ile $T-x_{\text{Etanol}}, y_{\text{Etanol}}$ diyagramını oluşturunuz. Deney verilerinizden elde ettiğiniz diyagramı literatürle karşılaştırınız.
- ▶ 2. Deneysel buhar fazı eğrisini kullanarak teorik sıvı fazı bileşimlerini, deneysel sıvı fazı eğrisini kullanarak teorik buhar fazı bileşimlerini hesaplamaya çalışınız. Varsayımlarınızı açıkça belirtmeyi unutmayınız.
- ▶ 3. $T-x_{\text{Etanol}}, y_{\text{Etanol}}$ deneysel diyagramını kullanarak $y_{\text{Etanol}}-x_{\text{Etanol}}$ (buhar fazı mol kesri – sıvı fazı mol kesri) eğrisini oluşturunuz.

Hesaplama Yöntemi

- ▶ Antoine eşitliğinden sıcaklığa karşı etanolün saf haldeki buhar basıncı (P^o) elde edilir

$$\log P = A - \frac{B}{C + T}$$

- ▶ Etanol için Antoine sabitleri ($T=77-243^{\circ}\text{C}$)($T[=]^{\circ}\text{C}$; $P[=]$ mmHg)
 - ▶ $A=7,68117$; $B=1332,04$; $C=199,200$
- ▶ T sıcaklığında sıvısı ile dengede bulunan buharın bileşiminden (*Raoult yasası, sıvı-gaz dengesi, fazlar arası denge inceleyiniz*); deneysel buhar fazı verilerinden teorik sıvı faz ve deneysel sıvı fazı verilerinden teorik buhar fazı hesaplanır.

$$P_{\text{etanol}}^o \times x_{\text{etanol}} = P_T \times y_{\text{etanol}}$$

KAYNAKLAR

- ▶ SANDLER, S., I., Chemical and Engineering Thermodynamics, 3rd Edition, John Wiley&Sons Inc, 1989.
- ▶ GEANKOPLIS, C., J., *Transport processes and separation process principles:(includes unit operations)*, Prentice Hall Professional Technical Reference, 2003.
- ▶ YALÇIN, H., ve GÜRÜ, M., Mühendislik Termodinamiği, Palme Yayıncılık, 2. Baskı, 2004.
- ▶ UYSAL, B., Z., Kütle Transferi Esasları ve Uygulamaları, Gazi Üniversitesi, 1996.
- ▶ Cazes, J. (Ed.), *Analytical instrumentation handbook*, CRC Press, 2004.

EKLER: Etanol-Su sistemi için 1 atm'deki denge verileri

Sıcaklık (°C)	x_{Etanol} (sıvı fazın mol kesri)	y_{Etanol} (buhar fazın mol kesri)
100	0	0
95,5	0,019	0,17
89	0,0721	0,3891
86,7	0,0966	0,4375
85,3	0,1238	0,4704
84,1	0,1661	0,5089
82,7	0,2337	0,5445
82,3	0,2608	0,558
81,5	0,3273	0,5826
80,7	0,3965	0,6122
79,8	0,5079	0,6564
79,7	0,5198	0,6599
79,3	0,5732	0,6841
78,7	0,6763	0,7385
78,4	0,7472	0,7815
78,1	0,8943	0,8943

20°C deki etanol çözeltisinin kırılma indisleri

Konsantrasyon (% Kütlece)	(n) Kırılma İndisi						
0,00	1,3330	26,00	1,3511	50,00	1,3616	76,00	1,3657
2,00	1,3342	28,00	1,3524	52,00	1,3621	78,00	1,3657
4,00	1,3354	30,00	1,3535	54,00	1,3626	80,00	1,3658
6,00	1,3367	32,00	1,3546	56,00	1,3630	82,00	1,3657
8,00	1,3381	34,00	1,3557	58,00	1,3634	84,00	1,3656
10,00	1,3395	36,00	1,3566	60,00	1,3638	86,00	1,3655
12,00	1,3410	38,00	1,3575	62,00	1,3641	88,00	1,3653
14,00	1,3425	40,00	1,3583	64,00	1,3644	90,00	1,3650
16,00	1,3440	42,00	1,3590	66,00	1,3647	92,00	1,3646
18,00	1,3455	44,00	1,3598	68,00	1,3650	94,00	1,3642
20,00	1,3469	46,00	1,3604	70,00	1,3652	96,00	1,3636
22,00	1,3484	48,00	1,3610	72,00	1,3654	98,00	1,3630
				74,00	1,3655	100,00	1,3614