



T.C.  
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ-CERRAHPAŞA  
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ



## YÜKSEK LİSANS TEZİ

1-BÜTİL-3 METİLİMİDAZOLYUMHEKZAFLOROFOSFAT BİLEŞİĞİ  
KULLANILARAK KARBOKSİLLİ ASİTLERİN REAKTİF  
EKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE AYRILMASININ İNCELENMESİ

Ahmet ÇEVİK

DANIŞMAN  
Doç. Dr. Yavuz Selim AŞÇI

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Temel İşlemler ve Termodinamik Programı

İSTANBUL-2019

Bu çalışma 29.05.2019 Tarihinde ařağıdaki jüri tarafından Kimya Mühendisliğı Anabilim Dalı,  
Temel İşlemler ve Termodinamik Programı Yüksek Lisans Tezi olarak kabul edilmiştir.

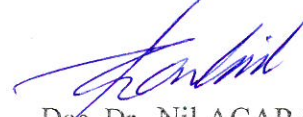
TEZ JÜRİSİ



Doç. Dr. Yavuz Selim AŐCI  
İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaőa  
Mühendislik Fakültesi



Prof. Dr. İsmail İNCİ  
İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaőa  
Mühendislik Fakültesi



Doç. Dr. Nil ACARALI  
Yıldız Teknik Üniversitesi  
Kimya Metalurji Fakültesi



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa’nın aboneli olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Lisansüstü Eğitim Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa Bilimsel Araştırma Projeleri Yürütücü Sekreterliğinin ..... numaralı projesi ile desteklenmiştir.

Bu tez, ..... numaralı ..... projesi ile desteklenmiştir.

## ÖNSÖZ

Yüksek lisans öğrenimim ve tez çalışmalarım sırasında her türlü bilgi, anlayış, destek ve yardımlarından dolayı çok değerli hocam Doç. Dr. Yavuz Selim AŞÇI'ya en içten ve sonsuz duygularıyla teşekkür ederim.

Kimya Mühendisliği Bölüm Başkanı Sayın Prof. Dr. İsmail İnci başta olmak üzere bana her zaman yardımcı olan tüm Temel İşlemler ve Termodinamik Ana Bilim Dalı değerli öğretim üyelerine ve araştırma görevlilerine teşekkür ederim.

Yüksek lisans tez çalışmalarım sırasında bana gösterdiği destek ve yardımlarından dolayı Biruni Üniversitesi Eczacılık Fakültesi Farmasötik Kimya Ana Bilim Dalında görevli Dr. Öğr. Üyesi Abdulilah ECE'ye, Ticaret Bakanlığı İstanbul Laboratuvar Müdürlüğündeki değerli mesai arkadaşlarımdan Yüksek Kimyager Gökhan ÇANKAYA'ya, Tekniker arkadaşım Sercan ÜSTÜN'e ve Ticaret Bakanlığı Mersin Laboratuvar Müdürü Serkan OKUR'a en içten dileklerle teşekkür ederim.

Hayatım boyunca desteklerini ve yardımlarını her zaman gösteren daima yanımda olan anneme, babama ve kardeşlerime, emeklerini hiçbir zaman ödeyemeceğim sevgili eşim Yasemen Salihoğlu Çevik'e en kalbi duygularıyla teşekkür ederim.

Mayıs 2019

Ahmet ÇEVİK

# İÇİNDEKİLER

Sayfa No

ÖNSÖZ .....	iv
İÇİNDEKİLER.....	v
ŞEKİL LİSTESİ .....	vii
TABLO LİSTESİ.....	ix
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ .....	x
ÖZET .....	xii
SUMMARY .....	xiv
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. GENEL KISIMLAR.....</b>	<b>3</b>
2.1. EKSTRAKSİYON .....	3
2.1.1. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyonu .....	3
2.1.2 Ekstraksiyonda çözücü seçimi .....	5
2.2. REAKTİF EKSTRAKSİYON .....	6
<b>3. MALZEME VE YÖNTEM.....</b>	<b>10</b>
3.1. ASİTLER .....	10
3.1.1 Laktik Asit .....	10
3.1.2. Propiyonik Asit.....	11
3.1.3. Süksinik Asit .....	13
3.2. REAKTİF .....	14
3.2.1. Tripropilamin.....	14
3.3 SEYRELTİCİLER .....	15
3.3.1 Toluen.....	15
3.3.2 1-Oktanöl.....	16
3.3.3 Dimetil Fitalat.....	17
3.3.4 2-Oktanön .....	18
3.3.5 Metil İzobütöl Keton .....	19
3.3.6 N-Pentan .....	20
3.3.7 İyonik Likit.....	21
3.4 DENEYSEL YÖNTEM .....	22
<b>4. BULGULAR.....</b>	<b>24</b>

4.1. LAKTİK ASİT DENEMELERİ .....	24
4.2. PROPİYONİK ASİT DENEMELERİ .....	29
4.3. SÜKSİNİK ASİT DENEMELERİ.....	34
<b>5. TARTIŞMA VE SONUÇ .....</b>	<b>39</b>
<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>42</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>46</b>



## ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 3.1: Laktik asidin moleküler yapısı.....	11
Şekil 3.2: Propiyonik asidin moleküler yapısı. ....	13
Şekil 3.3: Süksinik asidin moleküler yapısı. ....	14
Şekil 3.4: Tripropilamin'in moleküler yapısı.....	15
Şekil 3.5: Toluen'in moleküler yapısı. ....	16
Şekil 3.6: 1-Oktanol moleküler yapısı. ....	17
Şekil 3.7: Dimetil Fitalat'ın moleküler yapısı.....	18
Şekil 3.8: 2-Oktanon'un moleküler yapısı. ....	19
Şekil 3.9: Metil izobütül keton'un moleküler yapısı. ....	20
Şekil 3.10: N-Pentan'ın moleküler yapısı. ....	21
Şekil 3.11: İyonik Likit'in moleküler yapısı. ....	22
Şekil 4.1: Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılma katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi.....	26
Şekil 4.2: Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme deęerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	27
Şekil 4.3: Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimlilięinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	28
Şekil 4.4: Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılma katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	31
Şekil 4.5: Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme deęerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	32
Şekil 4.6: Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimlilięinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	33

<b>Şekil 4.7:</b> Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılma katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	36
<b>Şekil 4.8:</b> Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme deęerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	37
<b>Şekil 4.9:</b> Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimlilięinin tripropilamin derişimi ile deęişimi. ....	38





## TABLO LİSTESİ

	Sayfa No
<b>Tablo 3.1:</b> Laktik asidin fizikokimyasal özellikleri.....	10
<b>Tablo 3.2:</b> Propiyonik asidin fizikokimyasal özellikleri.....	12
<b>Tablo 3.3:</b> Süksinik asidin fizikokimyasal özellikleri. ....	14
<b>Tablo 3.4:</b> Tripropilamin'in fizikokimyasal özellikleri. ....	15
<b>Tablo 3.5:</b> Toluen'in fizikokimyasal özellikleri. ....	16
<b>Tablo 3.6:</b> 1-Oktanöl'un fizikokimyasal özellikleri. ....	17
<b>Tablo 3.7:</b> Dimetil Fitalat'ın fizikokimyasal özellikleri. ....	18
<b>Tablo 3.8:</b> 2-Oktanön'un fizikokimyasal özellikleri. ....	19
<b>Tablo 3.9:</b> Metil izobütöl ketön'un fizikokimyasal özellikleri.....	20
<b>Tablo 3.10:</b> N-Pentan'ın fizikokimyasal özellikleri. ....	21
<b>Tablo 3.11:</b> İyonik Likit'in fizikokimyasal özellikleri. ....	22
<b>Tablo 4.1:</b> Laktik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları. ....	25
<b>Tablo 4.2:</b> Propiyonik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları. ....	29
<b>Tablo 4.3:</b> Süksinik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları. ....	34
<b>Tablo 5.1:</b> Sıvı-sıvı ekstraksiyona ait elde edilen bulgular.....	39

## SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

Simgeler	Açıklama
$H^+$	: Proton (Hidrojen iyonu)
$^{\circ}C$	: Santigrat derece
0	: Başlangıç şartları
A	: Sıvı bir madde(asit)
B	: Sıvı bir madde(Amin)
C	: Herhangi bir sıvı madde
$CA_0$	: Başlangıç asit konsantrasyonu
$CA_{org.}$	: Organik fazdaki denge asit konsantrasyonu
$CA_{raf.}$	: Sulu fazdaki denge asit konsantrasyonu
$C_{amin\ org.}$	: Tripropilamin'in organik fazdaki konsantrasyonu
$C_B\ top$	: Organik fazdaki toplam amin konsantrasyonu
$CLA_0$	: Laktik asidin başlangıç asit konsantrasyonu
-COOH	: Karboksil grup
$CPA_0$	: Propiyonik asidin başlangıç asit konsantrasyonu
$CSA_0$	: Süksinik asidin başlangıç asit konsantrasyonu
D	: Seyreltici
HA	: Karboksilik asit
K	: Ekstrakt faz
$K_{pq}$	: Denge sabiti
M	: Rafinat faz
Mol	: Maddenin içindeki parçacık sayısına göre ölçülendiren ölçü birimi
Pq	: Kompleks bir bileşik
$R_3N$	: Tersiyer amin
RCOOH	: Organik karboksilik asitler
RCOON	: Karboksilik asitlerin metal tuzları
RCOOR	: Karboksilli asitlerin esterleri

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
<b>%E</b>	: Yüzde ekstraksiyon verimliliği
<b>cm<sup>3</sup></b>	: Santimetre küp(hacim birimi)
<b>mm<sup>2</sup>/s</b>	: Milimetre kare/saniye(kinematik viskozite birimi)
<b>ağ.</b>	: Ağırlıkça
<b>D</b>	: Dağılma katsayısı
<b>DMF</b>	: Dimetil Fitalat
<b>g</b>	: Gram kütle birimi
<b>HFC</b>	: Hidroflorokarbonlar
<b>hPa</b>	: Buhar basıncı birimi(hektopascal)
<b>IL</b>	: İyonik likit
<b>kg</b>	: Kilogram kütle birimi
<b>L</b>	: Litre hacim birimi
<b>MA</b>	: Kullanılan asidin molekül ağırlığı
<b>MİBK</b>	: Metil İzo Bütıl Keton
<b>ml</b>	: Mililitre hacim birimi
<b>mm Hg</b>	: Milimetre cıva(basınç birimi)
<b>mPa.s</b>	: Viskozite birimi(mili pascal saniye)
<b>N</b>	: NaOH'in normalitesi
<b>rpm</b>	: Sabit bir eksen de 1 dakika içerisindeki devir sayısı
<b>S</b>	: Titrasyonda sarf edilen NaOH'in miktarı(ml)
<b>T</b>	: Asit fazdan alınan miktar(g)
<b>TPA</b>	: Tri-propil amin
<b>Z</b>	: Yükleme değeri

## ÖZET

### YÜKSEK LİSANS TEZİ

#### 1-BÜTİL 3-METİLİMİDAZOLYUMHEKZAFLOROFOSFAT BİLEŞİĞİ KULLANILARAK KARBOKSİLLİ ASİTLERİN REAKTİF EKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE AYRILMASININ İNCELENMESİ

Ahmet ÇEVİK

İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman : Doç. Dr. Yavuz Selim AŞCI

Son dönemde karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinden ayrılması üzerine farklı yöntemler kullanılarak gerçekleştirilen çok sayıda çalışma yapılmıştır. Literatür incelendiğinde bu alanda yapılan araştırmaların başarılı sonuçlar veren reaktif ekstraksiyon yöntemi üzerine yoğunlaştığı görülmektedir. Reaktif ekstraksiyon yöntemi ile yapılan ayırma işlemlerinde sonuca etki eden en önemli parametrelerden ikisi çözücü ve reaktif seçimidir.

Tez çalışması kapsamında karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinden reaktif ekstraksiyon yöntemi ile ayrılması incelenmiştir. Bu kapsamda kullanılan reaktifin konsantrasyon değişimi ile verim arasındaki ilişki gözlemlenmiştir. Ayrıca organik faz için çözücü seçimi yapma üzere farklı çözücüler belirlenmiş, bu çözücülerin özellikle bir iyonik sıvı bileşiği olan 1-bütül 3-metilimidazolyum hekza florofosfat'ın etkinliği ile karşılaştırılması hedeflenmiştir.

Denemelerde propiyonik asit, laktik asit, süksinik asit olmak üzere üç farklı asit kullanılmıştır. Üç farklı asidin tripropilamin reaktifini kullanılarak reaktif ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Seyreltici olarak toluen, 1-oktanol, dimetil fitalat, 2-oktanon, metil izo bütül keton, n-pentan ve iyonik likit olmak üzere yedi tane farklı seyreltici kullanılmıştır. Organik faz karışımları amin konsantrasyonu 0, 0.35, 0.70, 1.05, 1.4 mol / L olacak şekilde 5 farklı set olarak hazırlanmıştır. Reaktif ekstraksiyon denemeleri sonucunda Dağılıma katsayıları (D), yüzde Ekstraksiyon verimi (% E) ve yükleme değeri (Z) parametreleri hesaplanmıştır.

Mayıs 2019, 46 sayfa.

**Anahtar kelimeler:** 1-BÜTİL 3-METİLİMİDAZOLYUMHEKZAFLOROFOSFAT,  
Karboksilli Asitler, Reaktif Ekstraksiyon Yöntemi, Organik Çözücü.



## **SUMMARY**

### **M.Sc. THESIS**

#### **Investigation of Separation Carboxylic Acids by Reactive Extraction Method using 1-Butyl 3-Methylimidazolium Hexafluorophosphate Compound**

**Ahmet ÇEVİK**

**Istanbul University-Cerrahpasa**

**Institute of Graduate Studies**

**Department of Chemical Engineering**

**Supervisor : Assoc. Prof. Dr. Yavuz Selim AŞÇI**

Recently, there have been many studies related with the extraction of carboxylic acids from aqueous solutions using different methods. According to the literature, research studies are focused on reactive extraction methods which yields successful results. Selection of solvent and reagent are among two critical parameters that affect the results in the separation processes using reactive extraction methods.

In this thesis, separation of carboxylic acids from aqueous solutions by reactive extraction method was investigated. In this context, the relationship between the change in concentration of reactive used and the yield was observed. Besides, different solvents were determined to be used as organic phase, and it was aimed to compare those solvents especially with the efficiency of 1-butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate which is an ionic liquid.

Three different acids, namely propionic acid, lactic acid and succinic acid were used in trials. Reactive extraction process was carried out using tripropylamin reactive of those three acids. Seven different diluting agents (toluene, 1-octanol, dimethyl phthalate, 2-octanone, methyl isobutyl ketone, n-pentane and ionic liquid) were used. Five organic phase mixtures having amine concentrations of 0, 0.35, 0.70, 1.05, 1.4 mol / L were prepared. Distribution constants (D), percent extraction yields (%E) and loading values (Z) were measured.

May 2019, 46 pages.

**Keywords:** 1-BUTYL 3-METHYLIMIDAZOLIUM HEXAFLUOROPHOSPHATE,  
Carboxylic Acids, Reactive Extraction Method, Organic solvent.



## 1. GİRİŞ

Karboksilik grup(-COOH) içeren karboksilik asitlerin, aktif olan hidrojen atomu ve serbest hidrojen iyonu şeklinde meydana gelir. Organik karboksilik asitler(RCOOH) alifatik,aromatik,alisiklik,doymuş,doymamış,monokarboksilik ve dikarboksilik gibi isimlendirilir.Karboksilik asitler (RCOON) şeklinde ifade edilen metal tuzlarını meydana getirdikleri gibi,asit katalizörleri kullanılan esterifikasyon reaksiyonları (RCOOR) şeklinde olan esterleri de meydana getirir[1,2].

Karboksilli asitler günümüzde hammadde olarak kullanılan kimyasal bileşiklerden biri olup;deterjan, gıda, ilaç, tekstil, polimer, kozmetik ve petrokimya rafineleri gibi birçok alanda kullanılır[2,3,4].

Karboksilli asitleri üretmek için en çok kullanılan yöntemlerden birisi fermantasyondur. Karboksilli asitlerin biyoteknolojik üretim prosesi ile oluşmaktadır. Çok eski üretim yöntemi olan fermantasyon karboksilli asitlerin üretimi için yoğun olarak kullanılmaktadır. Fermantasyon proseslerinde tepkime sulu ortamlarda olduğundan ve reaksiyonun hızlı bir şekilde devam etmesi için ortamda bulunan asidi uzak tutmak gerekir.Ürünün sulu fazdan ayrılması ve ürünün bozulmaması için,yüksek etkinlik ve verimle,düşük enerji tüketimi olması hedeflenir.Bu arada fermantasyon yöntemi asitlerin ağırlıkça % 10'luk sulu çözeltileri formunda üretilmesini imkan vermektedir. [3,5,6].

Elde edilen ürün ortamından karboksilli asitlerin ayrılması için yapılan çalışma ve uygulamaların pek çoğunda düşük verim veya yüksek maliyet sorunları ile karşılaşmaktadır.Bu yüzden dolayı da ekstraksiyon üzerine birçok çalışma ve araştırma yapılmıştır. Günümüzde ekstraksiyon yönteminin farklı uygulamaları üzerinde çalışmalar devam etmektedir[5,7,8].

Endüstride, maddelerin ayırma ve saflaştırılması çok önemlidir ve bunun için de, buharlaştırma, adsorpsiyon, absorpsiyon, membran ayırma teknikleri ve destilasyon gibi yöntemler bulunur. Bu ayırma yöntemi tek başına veya iyi bir verim sağlamak için arka arkaya birden fazla kullanılan ayırma çeşitleridir. Karboksilli asitlerin sulu çözeltilerden ayrılmasında kullanılan ekstraksiyon yöntemleri ekonomik olarak önemlidir[3,4].



Karboksilli asitlerin sulu çözeltilerden ayrılmasında kullanılan ekstraksiyon yöntemi ekonomik olarak önemlidir. Ekstraksiyon prosesinde, çözücünün seçimi ayırma verimi üzerine büyük etki yapan faktörlerden birisidir. Verimli bir ekstraksiyon sistemi tasarlamak için o sisteme ait sıvı-sıvı denge bilgilerine gereksinim duyulmaktadır[4,9-12].

Karboksilli asitler apolar olan organik çözücüler ile sulu çözeltilerden ekstrakte etmek çok zordur. Bu durum için birkaç proses ve süreç vardır. Bunlardan biri ise, sulu çözeltilerin fiziksel yöntemle karıştırılıp iki ayrı faz haline gelmesidir. Ardından başka bir yöntem olarak reaktif ekstraksiyondur. Burada organik çözelti içerisindeki ekstraktanlar sulu fazdakilerle reaksiyona girer. Bu esnada organik fazda çözünme gerçekleşir ve tepkime sonuçlanır. Bu yöntemde kullanılan en yaygın reaktif maddeler hidrokarbonlar, alifatik aminler ve fosfordur[13,14].

Karboksilli asitlerin uzun zincirli aminlerle ekstraksiyonu çok kullanılan yöntem olup, oldukça etkili ekstraktanlardır. Alifatik aminler ise, fizikokimyasal özelliklerine dayanarak organik seyrelticiler içerisinde çözülmüş olarak bulunmalıdırlar. Organik çözücüler aminlerin bazlığını büyük ölçüde tesir eder. Alifatik aminler ise, çözücü fazının viskozite ve yoğunluğunu kontrol eder. Ekstraksiyon karakteristik sistemini ve dengesini önemli ölçüde etkileyen durumlar vardır. Bunlardan üç önemli değişken ve durumlar ise, çözücünün çeşidi, reaktif derişimi ile ekstrakte edilen asidin yapısıdır[13,15].

Günümüzde, küresel ısınmanın insana ve çevreye zararlarının hatta dünya üzerindeki etkilerin bilinmesi üzerine çevre, insan ve diğer canlılara duyarlı üretim proseslerin üzerinde araştırmalar yapılmaktadır. Bu şekilde çevre kirliliğini dünya üzerindeki etkilerini en az indirgeyerek kimya sanayisinin faktörlerini kontrol altında tutulmalıdır. Böylece saflaştırma ve ayırma işlemlerinin öneminin giderek arttığı görülmektedir. [16,17].

Çalışmamızda hem karboksilli asitlerin yüksek verimle sulu ortamlarından ayrılması hem de çevreci çözücüler grubunda yer alan iyonik likitlerden 1-Bütül-3 Metilimidazolyumhekzaflorofosfat Bileşiminin etkinliğinin incelenmesi hedeflenmiştir.

## 2. GENEL KISIMLAR

### 2.1. EKSTRAKSİYON

Organik çözücü ile sulu çözelti arasında oluşan fazın kullanıldığı duruma “sıvı-sıvı ekstraksiyon” ya da “ekstraksiyon” denir [18]. Ekstraksiyon, homojen olan karışımları ayırmak, saflaştırmak ve fizikokimyasal özelliklerinden faydalanarak yapılır [4]. Heterojen ve homojen olmak üzere ikiye ayrılan bu karışımlardaki temeli, bir ya da birden fazla faz oluşturmak ve bu fazları, mekanik ve teknik yöntemlerle ayırmaktır[4]. Ekstraksiyon fazlarından biri katı diğeri sıvı ise katı-sıvı, her ikisi de sıvı ise, sıvı-sıvı ekstraksiyon adı verilir [3].

Ekstraksiyon işleminde kaç kez ve ne kadar hacim ile işlemin gerçekleştirileceğine karar verilir. Organik maddenin içerisindeki su fazını çekmek için iki ya da üç defa ekstraksiyon işlemi gerekmektedir. Bunun sebebi ise maddenin organik fazdaki çözünürlüğünün su fazından fazla olmasıdır. Özellikle, sıvı-sıvı ekstraksiyonda fazlardan biri su iken diğeri ise suyla karışmayan bir organik çözücüdür. Ekstraksiyon işlemindeki iyi bir çözücünün temel özellikleri; zehirli olmaması ve su ile karışmamasıdır. Ayrıca, kolay bir şekilde alev almayarak dayanıklı olmasıdır[18].

Bu şekilde ekstraksiyon işleminde organik faz içerisinde az miktar da olsa su bulunabilir. İstenmeyen bu durum karşısında organik fazı elde etmek sorun teşkil etmektedir. Su ile karışmış bir organik faz kabul edilemediğinden ekstraksiyon işlemini yaparken çok titiz çalışmalar yürütülmelidir[18].

#### 2.1.1. Sıvı-Sıvı Ekstraksiyonu

Çözelti içerisindeki organik maddeyi, bu maddeyle karışmayan veya reaksiyona girmeyen başka bir sıvı ile homojen karıştırılarak alma işlemine “sıvı-sıvı ekstraksiyon” denir. Ekstarksiyon işlemi sonrası çözünen zenginleşen faza organik faz, diğeri faza ise sulu faz adı verilmektedir. Ayrıca, sulu faz içerisinde çözülmüş maddeye ise çözünen denir. Birçok kimyasal üretiminde ve petrol işletmelerinde yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir [4,19].

Sıvı-sıvı ekstraksiyonun ilk uygulaması Romalılar tarafından sıvı haldeki bakırdan çözücü olarak kurşun kullanılarak altın ve gümüşün ekstrakte edilmesidir [20]. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu

genellikle 1920'li ve 1930'lu yıllarda daha da fazla önemli hale gelmiştir. Örneğin, ısıya duyarlı eczacılık(farmakolojik) maddelerinin ayrılması için kullanılmaktadır[21].

1960'lı yıllarda ise nikel, kobalt gibi metaller için ekstraktanlar zenginleştirilmiştir[21,22]. Günümüzde kullanım alanları daha çok petrol endüstrisindeki karışımları ayırmak, gıda endüstrisinde ısıya hassas olan gıda ürünlerinin saf hale gelmesinde ve kaynama noktası yüksek olan organik maddelerin sudan uzaklaştırma gibi alanları mevcuttur [4,23].

Sıvı-sıvı ekstraksiyonu şu basamaklardan oluşmaktadır;

- 1- Karışım veya çözelti solvent ile etkileşime getirilir.
- 2- İki faz oluşturulur.
- 3- Solvent veya çözgen fazı maddeden ayrılır.
- 4- İki fazdan da çözücü geri kazanılır [24,25].

Sıvı-sıvı ekstraksiyondan sonra gelen en önemli ayırma işlemi destilasyondur. Destilasyon ekonomik olarak yapılırsa ekstraksiyona ihtiyaç yoktur. Relatif uçuculukları düşük olan sıvıların, kaynama noktalarının çok yakın olması, yüksek maliyet ve ekonomik olarak işletme harcamalarının fazla olması halinde destilasyon yöntemi tercih edilmez [4]. Sıvı-sıvı ekstraksiyonun bir avantajı da destilasyon veya kristalizasyon gibi ayırma çeşitlerinin maliyeti fazla olduğu durumlarda en sık kullanılan bir yöntem olmasıdır [21].

Sıvı-sıvı ekstraksiyonda kullanılan çözücüler, bileşenlerle hiçbir şekilde tepkime vermemelidir. Oluşan karışımlar kolaylıkla ayrılmalı ve uzaklaştırılmaktadır. Çözücülerin kaynama noktası düşük ise destilasyon yöntemi ile rahat bir şekilde ayrılmalıdır. Çözücüler safsızlıkları hiçbir şekilde çözmemelidir. Bu şekilde organik olan çözücü bileşiklerin hidrokarbonlar ve onların klorür türevleridir. Dietil eter, karbon tetraklorür buna örnek olarak verilir. [26]

Sıvı-sıvı ekstraksiyonun kullanılabilirliği ve temel avantajlarını özetlemek gerekirse;

- a-) Yakın düzeyde kaynayan sıvıların birbirinden ayrılması,
- b-) Relatif uçuculukları zayıf olan sıvıların ayrılması,
- c-) Kaynama noktası fazla yüksek olan çözeltilerin veya karışımların ayrılması,
- d-) Pahalı bir yöntem olan buharlaştırma sistemi yerine kullanılması,
- e-) Fraksiyonlu kristalizasyon yerine de kullanılmasıdır.

Sıvı-sıvı ekstraksiyonun başarılı olmadığı durumlar ise;

- a-) Isıya duyarlı maddelerin birbirlerinden ayrılması,

b-) Azeotrop haldeki karışımların ve çözeltilerin ayrılması durumlarıdır[27].

### 2.1.2 Ekstraksiyonda çözücü seçimi

**1-) Seçicilik:** Buradaki amaç, çözücünün çözelti içindeki herhangi bir fazı veya bileşeni tercih edilip çözme ve ayırma işlemidir. Çözücü komponentlerden birini maksimum çözmeli diğerini ise, minimum çözmelidir. Ekstraksiyon prosesinde herhangi C çözücüsü veya solventin A ve B maddelerini ayırmadaki durumu (A çözünen olursa eğer), ekstrakt fazda A'nın B'ye oranının rafinat fazdaki oranına bölünmesiyle olmaktadır. Bu orana "seçicilik" denir. Bir çözücü komponentlerden birini kolay çözerken diğeri de zor çözmelidir. İyi bir şekilde ayırmanın olması için seçicilik 1'den büyük olması gerekmektedir. K ve M sırasıyla dengede olan ekstrakt ve rafinat fazlar ise;

$$\text{Seçicilik} = \frac{(A' \text{nin } K' \text{daki ağırlık Fraksiyonu}) / (B' \text{nin } K' \text{daki ağırlık Fraksiyonu})}{(A' \text{nin } M' \text{deki ağırlık Fraksiyonu}) / (B' \text{nin } M' \text{deki ağırlık Fraksiyonu})} \quad (2.1)$$

**2-) Dağılma katsayısı:** Çözeltiden çözücünün yüksek oranlarda geri kazanmak için yüksek dağılma katsayısı değerlerinin de büyük olduğunu göstermektedir.

$$\text{Dağılma Katsayısı} = \frac{\text{g mol çözelti/L ekstrakt fazda}}{\text{g mol çözelti/L rafinat fazda}} \quad (2.2)$$

$$\text{Denge Oranı} = \frac{\text{g mol su/L ekstrakt fazda}}{\text{g mol su/L rafinat fazda}} \quad (2.3)$$

Çözgen ve suyun dağılma katsayısı oranı ayırma faktörü şeklinde tanımlanmıştır. Bu oran tek başına fazlar arasındaki dağılımı değil, ekstraksiyondaki suyun orantısal durumunu ve miktarlarını belirtir. Daha sonra ayırma faktörüne geçilir.

$$\text{Ayırma faktörü} = \frac{\text{Dağılma Katsayısı}}{\text{Denge Oranı}} \quad (2.4)$$

**3-) Çözücü Çözünürlüğü:** Çözücü ile ekstrakte edilecek çözelti hemen hemen az bir oranda çözünmelidir. Ardından kullanılan çözücünün geri kazanımı sayesinde pahalı olan istenmeyen durumlardan uzaklaştırılır ve avantajlı bir hale gelinir.

**4-) Yoğunluk:** Birbirleri arasındaki etkileşim ne kadar fazla ise, fazların birbirinden ayrılması o ölçüde kolay olur.

**5-)Geri Kazanılabilirlik:** Deneyde kullanılan çözücü destilasyon analizi ile tekrardan geri kazandırılmalıdır. Aynı zamanda çözücü ile ayrılacak fazdan(bileşenin) relatif uçuculukları mümkün olduğu kadar büyük bir oranda olmalıdır. Ardından çözücünün kaynama noktası kullanılan diğer maddelerle yakın olmamalıdır. Aksi takdirde, sıvı-sıvı karışımı tek madde gibi kaynamaya başlayacaktır ve bu da geri kazanılabilirlik açısından dikkat edilmesi gereken hususlardandır.

**6-)Fazlar Arasındaki Yüzey Gerilim:** Fazlar arası yüzey gerilimi eğer azalacak olursa emülsiyonun gerçekleşmesi kolay olacağından bir sıvının diğerinin içeresine dağılması mümkün olmayacaktır. Yüzey geriliminin büyük olması yapacağımız işlemin ve deneyin hızlı olması demektir.

**7-)Kimyasal Reaksiyona Girebilme Kabiliyeti:** Çözücü ile çözelti arasında kesinlikle bir etkileşim veya reaksiyona girme eğilimi gerçekleşmemelidir. Çözücü, diğer bileşenlerle ve kullanılan cihazlara karşı da inert bir şekilde olmalıdır. Aksi takdirde ürün miktarında azalma ve çözücüde büyük bir kayıp olabilir. Çözücü seçimini etkileyen diğer durumlardan bazıları ise; buharlaşma ısısı, yüksek alevlenme, patlama noktası, düşük korrozivite, düşük viskozite, düşük donma noktası, düşük buharlaşma ısısı ve düşük maliyette olmasıdır [1,3,4,13,28-31].

## 2.2. REAKTİF EKSTRAKSİYON

Reaktif ekstraksiyon, çözücü ile ekstrakte edilecek kimyasal madde arasında olan tepkimeye dayanır. Burada çözücünün suda çözünürlüğü de az olmalıdır. Karboksilli asitler genel çözücü ekstraksiyonu deneyi ile ayrılır. Ekstraksiyon verimi su emebilme (hidrofilik) özelliğinden dolayı az olmalıdır. Bu şekilde asitlerin sulu faz ortamından ayrılabilmeleri için reaktif ekstraksiyon yönteminden faydalanılır[3,32].

Reaktif ekstraksiyon yönteminde reaktif olarak en yaygın aminler kullanılır. Bu yöntemdeki organik fazda asit-amin kompleksini oluşturur. Ayrıca, reaktif ekstraksiyon, sıvı-sıvı ekstraksiyona göre ayırma etkinliği daha fazladır. Hem zayıf hem de kuvvetli asitleri ekstrakte işlemi yapabildiğinden dolayı da daha iyi bir yöntem olarak kabul edilir[33,34].

Organik fazda bulunan ekstraktan, sulu fazdaki madde gibi davranır. Organik fazda kolaylıkla çözünebilir bir kompleks yapı oluşturur. Bu kompleks ( karmaşık bileşik) organik fazda

çözünür ve ekonomik olarak tekrardan geri elde etmek içinde yüksek dağılma katsayıları gereklidir [35].

Ekstraksiyon sonucunu belirleyen aminin kimyasal özelliğidir. Genellikle tri-n-oktalamın, trido desil amin, alamin 366 gibi tersiyer(uzun zincirli) aminler kullanılır. Bu işlem sırasında kullanılan amin organik çözücü ile seyreltilir. Burada amaç, çözücü fazın yoğunluk ve viskozitenin kontrol altına alınmasıdır[32,35,36].

Organik asitleri tekrardan elde etmek için kullanılan reaktif ekstraksiyona ait denge reaksiyonları aşağıdaki gibidir[35,36].



A: Asit

B: Amin

Oluşan kompleks  $p_q$  kompleksidir.

Denge sabiti;

$$K_{pq} = [A_p B_q]_{org} / [A]^p \cdot [B]^q \quad (2.6)$$

Şeklinde olmaktadır.

Ekstraksiyon sonucu elde edilen kompleks bileşik ile, burada kullanılan seyreltici arasında çok iyi bir etkileşimi aşağıdaki denge reaksiyonunda gösterebiliriz.



A: Asit

B: Amin

D: Seyreltici

$$K_{pqr} = [A_p B_q D_r] / [A]^p \cdot [B]^q \cdot [D]^r \quad (2.8)$$

Dağılım katsayısı (D) denge kurulduktan sonra ekstakt fazda bulunan çözünen (ekstrakte edilecek madde) miktarının rafinat fazda kalan çözünen miktarı oranı ile bulunur[33].

$$D = \frac{\text{Ekstrakt fazdaki çözünmüş madde konsantrasyonu}}{\text{Rafinat fazdaki çözünmüş madde konsantrasyonu}} \quad (2.9)$$

Yükleme değeri ise, organik fazdaki asit derişiminin organik fazdaki toplam amin derişimine oranıdır. Yükleme değeri, birim ekstraktan başına, organik fazdaki asit miktarı olarak açıklanabilir [33,35,37].

$$Z = \frac{C_{A \text{ org.}}}{C_{B \text{ top.}}} \quad (2.10)$$

Z= Yükleme değeri

$C_{A \text{ org.}}$  = Organik fazdaki asit konsantrasyonu

$C_{B \text{ top.}}$  = Organik fazdaki toplam amin konsantrasyonu

Sistemlere ait yüzde etkinlik veya verimlilik değerleri (%E) besleme fazındaki asit konsantrasyonu ( $C_{A \text{ raf.}}$ ) ile ifade edilip, aşağıdaki şekil ile ifade bulunur[33].

$$\%E = \left(1 - \left(\frac{C_{A \text{ raf.}}}{C_{A \text{ o}}}\right)\right) \cdot 100 \quad (2.11)$$

Daha sonra Haurer ve Marr 1994 yılında yapmış oldukları deneyler ile reaktif ekstraksiyonları aşağıdaki gibi özetlemiştir [29,38].

1-) Karboksilik asidin ayrışması,



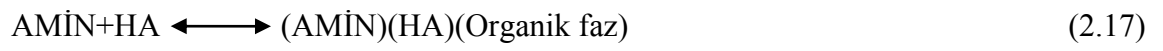
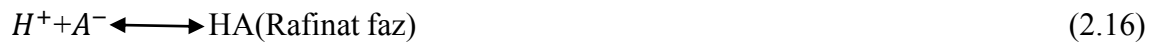
2-) Aminin Proton Aktarımı,



3-) Asit-Amin Kompleks Oluşumu,



4-) Toplam Reaksiyon.





### 3. MALZEME VE YÖNTEM

#### 3.1. ASİTLER

##### 3.1.1 Laktik Asit

1780 yılında Carl Wilhelm Scheele tarafından bulunan,  $\text{CH}_3\text{CHOH-COOH}$  formülü ile yazılan laktik asidin diğer ismi de 2-hidroksipropanoyik asittir. Hem alkol hem de asit özelliği göstermektedir. Daha çok ekşimiş süttten elde edilir [4,5,39,40].

Süt içerisinde olan laktoz laktik maya sayesinde laktik aside dönüşür. Laktik asidin en önemli özelliği karbon hidratin yıkımı ile oluşan bir yan üründür. Kristal, beyaz, kokusuz, insan cildinde herhangi bir irritasyona neden olmayan, daha çok nemsiz ortamlarda saklanabilen bir asittir. Laktak, laktik asit ile eşdeğer anlamdadır. Çünkü laktat, laktik asidin K, Na gibi elementlerin tuzunu oluşturmaktadır [4,39,40].

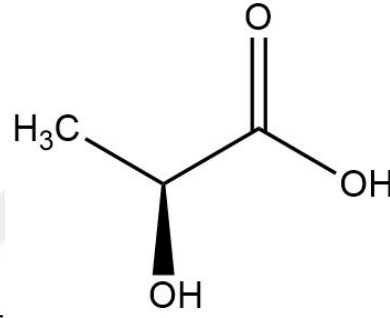
Laktik asidin hayatımızdaki rolü oldukça büyüktür. Sağlık alanında şurup ve damla şeklinde kullanılmaktadır. Kimya endüstrisinde ise, kalsiyum, demir, sodyum ve diğer laktik asit tuzları tümörü yok etmek için farmasötik endüstrisinde çeşitli formülasyonlarda bulunmaktadır. Laktik ve bunun tuzları, farmasötik üretim, preparatların PH'ını ayarlama ve tropikal verruka ilaçları için ara madde olarak etkindir. Gıda işleme ve gazlı içeceklerde aroma maddesi ve koruyucu olarak kullanılmaktadır. Turşularda ve diğer uygulamalarda asetik asitle birlikte kullanılan laktik asit, mikrobiyel stabilizeyi artırırken ılımlı bir aroma vermektedir. Süt sektöründe asitliği ayarlamak amacıyla kullanılır. Asitliği düşük olan sütlerin asitliğini yükseltmek amacı ile kullanılır. Tarımda organik gübre üretimlerinde bakteri olarak kullanılır [41,42].

**Tablo 3.1:** Laktik asidin fizikokimyasal özellikleri.

Molekül formülü	$\text{C}_3\text{H}_6\text{O}_3$
Molekül ağırlığı	90.03 g/mol
Erime noktası	53 °C
Kaynama noktası	119 °C

**Tablo 3.1 (devam):** Laktik asidin fizikokimyasal özellikleri.

Sudaki çözünürlüğü	Suda rahat çözünür.
Yoğunluğu	1.2 g/cm <sup>3</sup>
PH aralığı	1-2

**Şekil 3.1: Laktik asidin moleküler yapısı.**

### 3.1.2. Propiyonik Asit

Kapalı formülü  $C_3H_6O_2$  olan keskin kokulu, renksiz karboksilli bir asittir. Sistemli olarak propanoik asit olarak adlandırılır. Yağ asitleri içerisinde ilk asit bileşiği olması bakımından önemli bir yere sahiptir. Sulu tuz çözeltilerinde yağ molekülleri oluşturduğundan asit yağ tabakası şeklinde görülmektedir. Doğadaki serbest hali süt ve süt ürünlerinde bulunur. Ayrıca hayvanların sindirim sisteminde insanlarda ter olarak görülür. Suni olarak ise, doğalgaz, karbon mono oksit gibi bileşiklerin içinde bulunurken ayrıca şaraplarda ve unlu mamullerde bulunur. Hayvanların yemlerinde de bulunan propiyonik asit insanların ayak kısımlarında oluşan mantarları yok edici pudraların içinde bulunur. Böcek öldürücü ve eczacılıkta tıbbi malzemelerde kullanılmaktadır [30,31,43,44].

Propiyonik asidin üretim metodları şunlardır:

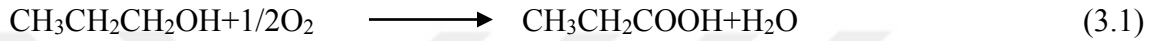
1-) Ester çözücüsü olarak meyve aromalarında, suni tatlandırıcılarda, plastik ve kauçuklarda kullanılır.

2-) Fotoğrafçılıkta fotoğrafları ıslatma amacı olarak amonyum propiyonat şeklinde ve viskozite düşürücü bir özelliğide sahiptir.

3-) Propiyonik anhidrit ve selüloz sonucu selüloz propiyatın maddesi olan bir termoplastiktir.

4-) Biyolojik şekilde ise, Koenzim A esteri şeklinde üretilmektedir. İsmi Propionil-CoA olan ve yağ asitlerinin tek numaralı karbonundan meydana gelir. Bu şekilde *propionibacterium* adı verilen bu bakteriler geniş getirmekte olan hayvanların mide kısmında bulunmaktadır.

5-) n-propanolün yükseltgenmesi ile,



bulunurken, Mangan ve kobalt gibi elementlerle reaksiyonu ise,

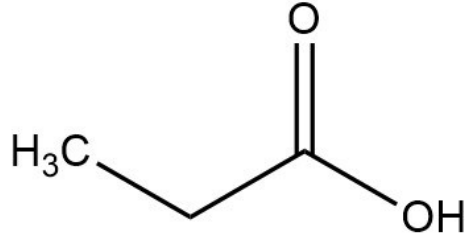


şeklinde oluşmaktadır [4,30,31,44].

Son zamanlarda propiyonik asit üretimi azalmış olup, bunun sebebi de asetik asidin yan ürünü olarak üretilen propiyonik asidin elde edilirken bazı yenilikler sonucu eldesi giderek azalmıştır[4].

**Tablo 3.2:** Propiyonik asidin fizikokimyasal özellikleri.

Molekül formülü	C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O <sub>2</sub>
Molekül ağırlığı	74.08 g/mol
Erime noktası	-21.5 °C
Kaynama noktası	(760 mm Hg) 141.1 °C
Sudaki çözünürlüğü	Çözünür(20°C )
Yoğunluğu	0.9934 g/cm <sup>3</sup> (20°C )
Dissosiasyon sabiti	1,336. 10 <sup>-5</sup> (25°C)



**Şekil 3.2:** Propionik asidin moleküler yapısı.

### 3.1.3. Süksinik Asit

Süksinik asit bir diğer ismi butandioik asit olan hayvansal ve bitkisel maddelerde bulunan dikarboksilik asittir. Kimyasal ismi ise amber ruhudur. İlk bulunduğu kehribar tozunu hızlı bir şekilde savurarak ve kum banyosu ile damıtılarak çıkarılır. İlk olarak romatizmal ağrılar için tüketilmiştir [18,45,46].

Sonsuz esterler ise karboksilik asitlerden üretilmiştir. Esterler, herhangi bir asidi alkol ile birleştirerek ve su molekülünü uzaklaştırarak kullanılmaktadır. Karboksilik asit esterleri, çeşitleri direkt olarak ve dolaylı bir biçimde uygulamalarda kullanılır [46].

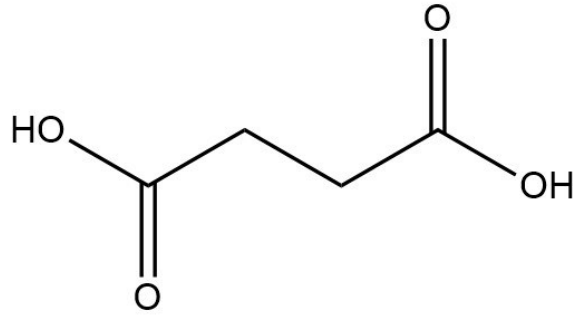
Yüksek zincirli bileşikler, metal işleme ve parlatma sıvıları, yüzey aktif maddeler, yağlayıcılar, deterjan maddeleri, yağlayıcı müstahzarları, ıslatma maddeleri, tekstil endüstrisinde ve yumuşatıcılardaki bazı bileşikler olarak üretilmektedir. Alt zincir esterler aroma bazlı maddelerde, plastikleştiriciler, çözücülerde ve aynı zamanda bağlama maddeleri olarak tüketilmektedir [46].

Esterler çeşitli bileşiklerin üretimi için ara maddeler olarak bulunmaktadır. Sonsuz esterleri uygun yöntemler için viskozite, özgül ağırlık, buhar basıncı, kaynama noktası, fiziksel ve kimyasal özellikler olarak görebiliriz [46].

Süksinik asit vücutta güçlü bağışıklık sistemini oluşturmaktadır. Bu şekilde tedavisi ise soğuk algınlığının önlenmesinde etkilidir. Eklem hastalıklarında, astım, siroz gibi hastalıkların tedavisinde kullanılmaktadır[46].

**Tablo 3.3:** Süksinik asidin fizikokimyasal özellikleri.

Yoğunluk	1,56 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Alevlenme noktası	206 °C
Erime noktası	185-190 °C
Tutuşma sıcaklığı	470 °C
Molar kütlesi	118.09 g/mol
PH değeri	2,7

**Şekil 3.3:** Süksinik asidin moleküler yapısı.

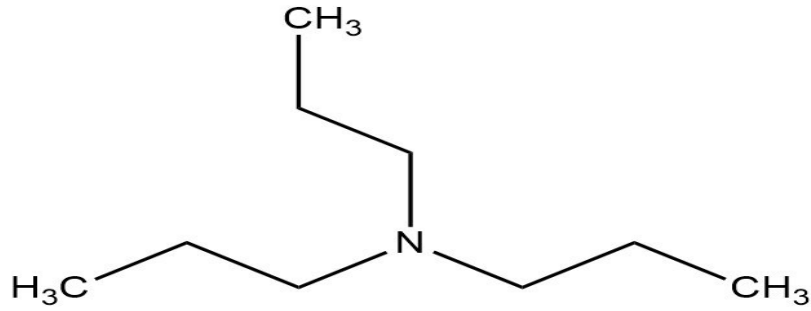
## 3.2. REAKTİF

### 3.2.1. Tripropilamin

Kimyasal formülü C<sub>9</sub>H<sub>21</sub>N olan, trialkilamin sınıfında olup üçüncül olan bir amindir. Alkilamin grubu içeren organik bileşiktir ve genellikle gıda maddesi olarak kullanılır. Sudan az yoğun ve su içerisinde çok az çözünen bir sıvıdır. Laboratuvar ortamında çözücü olarak kullanılır. Balıksı amonyak kokusuna sahiptir. Yanıcı, toksik, aşındırıcı olduğu için laboratuvar şartlarında dikkatli kullanılması gereken bir amindir [47].

**Tablo 3.4:** Tripropilamin'in fizikokimyasal özellikleri.

Molekül Ağırlığı	143.27 g/mol
Kaynama Noktası	156 °C
Yoğunluk	0.76 g/ml
Alevlenme noktası	32.5 °C
Tutuşma Sıcaklığı	180 °C
Suda Çözünürlük	2.6 g/l (20 °C )
Ph	11.8
Viskozite	0.627 mPa.s

**Şekil 3.4:** Tripropilamin'in moleküler yapısı.

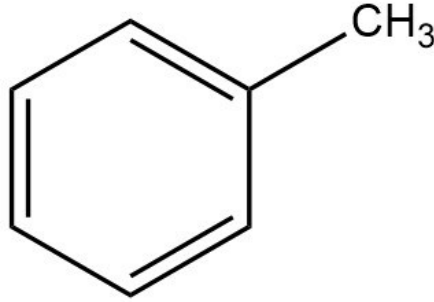
### 3.3 SEYRELTİCİLER

#### 3.3.1 Toluen

Kimyasal formülü  $C_7H_8$  olan toluen toluol, fenilmetan, metilbenzen şeklinde adlandırılır. Renksiz, hoş kokulu, karakteristik bir sıvıdır. Suda çözünürlüğü doğal olarak azdır. Petrokimyasal numunelerin üretim proseslerinde hammadde olarak kullanılmaktadır. Birçok organik madde için çok iyi bir çözücüdür [48].

**Tablo 3.5:** Toluen'in fizikokimyasal özellikleri.

Kimyasal formülü	$C_7H_8$
Kaynama Noktası	110.6 °C
Yoğunluk	0.87 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Moleküler Ağırlığı	92.14 g/mol
Çözünürlük	Suda çözünmez
Erime noktası	-93 °C
Fiziksel görünümü	Sıvı berrak renksiz
Viskozite	0.56 mPa.s (25 °C)

**Şekil 3.5:** Toluen'in moleküler yapısı.

### 3.3.2 1-Oktanol

Molekül formülü  $C_8H_{18}O$  olan renksiz, hafifçe yapışkan bir sıvıdır. 1-Oktanol, nüfuz edici bir aromatik kokuya sahip, berrak, renksiz sıvıdır. Su içerisinde çözünürlüğü oldukça düşüktür. Bu yüzden dolayı da su ile karıştırıldığında suyun yüzeyinde bulunur. Koruyucu kaplamalar, mumlar ve yağlar için bir solvent ve plastikleştiriciler için hammadde olarak kullanılmaktadır [49].

**Tablo 3.6:** 1-Oktanol'un fizikokimyasal özellikleri.

Moleküler formülü	$C_8H_{18}O$
Kaynama noktası	195 °C
Molar kütle	130.23 g/mol
Alevlenme noktası	86 °C
Tutuşma sıcaklığı	270 °C
Buhar basıncı	0.031 hPa (20 °C)
Kinematik viskozite	5.6 $mm^2/s$ (40 °C)
Yoğunluk	0.83 $g/cm^3$ (20 °C)

**Şekil 3.6:** 1-Oktanol moleküler yapısı.

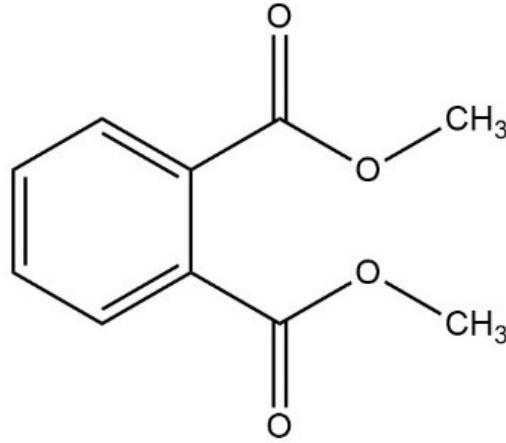
### 3.3.3 Dimetil Fitalat

Suda çözünmeyen ve daha yoğun olan bir maddedir. Bundan dolayı da su içine batar. Koku vermeyen, suda çözünmeyen berrak olan bir sıvıdır.  $C_{10}H_{10}O_4$  moleküler ağırlığına sahip dimetil fitalat plastik, böcek kovucu, vernik kaplamaları gibi birçok ürünlerin üretiminde kullanılmaktadır[50].



**Tablo 3.7:** Dimetil Fitalat'ın fizikokimyasal özellikleri.

Moleküler ağırlığı	194.184 g/mol
Kimyasal formülü	C <sub>10</sub> H <sub>10</sub> O <sub>4</sub>
Yoğunluk	1.19 g/cm <sup>3</sup>
Kaynama noktası	283 °C
Parlama noktası	148.88 °C
Çözünürlük	Suda çözünmez
Fiziksel görünüş	Berrak, kokusuz, renksiz sıvı

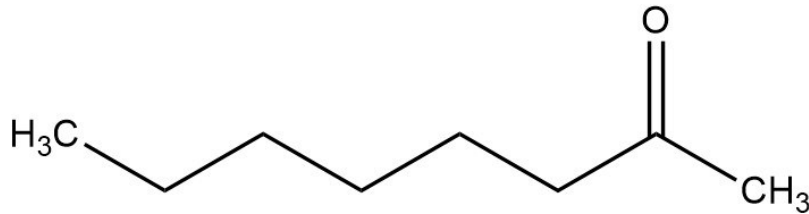
**Şekil 3.7:** Dimetil Fitalat'ın moleküler yapısı.

### 3.3.4 2-Oktanon

Moleküler ağırlığı C<sub>8</sub>H<sub>16</sub>O olan 2-oktanon keton ailesine aittir. Bundan dolayı karbonil grubunun iki karbon atomuna bağlandığı organik bileşiklerdir. Çok hafif sarı, yanıcı, kararlı, saydam, renksiz bir sıvıdır. Bitki yağlarının eser maddesidir. Genellikle alkollü içeceklerde bulunur. Alkol ve eter içinde çözünmektedir. Su içerisinde çözünürlüğü oldukça düşüktür[51].

**Tablo 3.8:** 2-Oktanon'un fizikokimyasal özellikleri.

Moleküler Ağırlığı	128.215 g/mol
Erime Noktası	-16 °C
Yoğunluk	0.820 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Alevlenme noktası	56 °C
Kaynama noktası	173 °C-175 °C
Çözünürlük	0.0899 g/100 ml (20 °C suda)
Fiziksel görünüşü	Renksiz,saydam,berrak yağlı bir sıvı
Molekül formülü	C <sub>8</sub> H <sub>16</sub> O

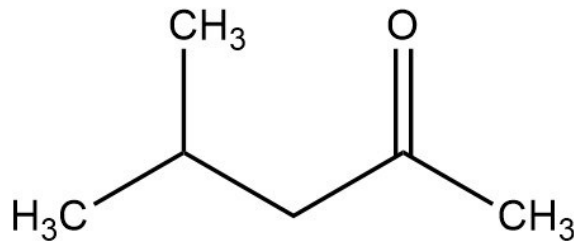
**Şekil 3.8:** 2-Oktanon'un moleküler yapısı.

### 3.3.5 Metil İzobütil Keton

Keton yapılı aktif olan organik solventtir. Kısmen suda çözünür ve pek çok solvent ile karışabilir. Asetonun çözdüğü polimer gruplarına, biraz daha düşük çözücülükle etki eden keton yapılı bileşiktir. Reçineler ve cilalar için kullanılırken, aynı zamanda verniklerde, boyalarda ve mürekkeplerde çözücülüğü yüksek olan bir solventtir. Diğer isimleri 4-methyl-2-pentanone, hexanone, hexone, mibk'dır [52].

**Tablo 3.9:** Metil izobütil keton'un fizikokimyasal özellikleri.

Molekül formülü	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O
Yoğunluk	0.80 g/cm <sup>3</sup> (20 °C suda)
Parlama noktası	14 °C-16 °C
Kaynama noktası	116 °C-118 °C
Donma noktası	-50 °C
Molar kütle	100.16 g/mol
Tutuşma sıcaklığı	460 °C
Çözünürlük	18-20 g/l (20 °C suda)

**Şekil 3.9:** Metil izobütil keton'un moleküler yapısı.

### 3.3.6 N-Pentan

N-Pentan C<sub>5</sub>H<sub>12</sub> moleküler formülüne sahip, petrol benzeri kokuya sahip ve renksiz berrak bir sıvıdır. Suda çözünmez ve suya göre daha az yoğundur. Bu yüzden dolayı suda yüzer. Buharı ise, havadan daha ağırdır. Genellikle alkollü içeceklerde bulunur. Laboratuvar da özel bir solvent olarak kullanılmaktadır [53].

**Tablo 3.10:** N-Pentan'ın fizikokimyasal özellikleri.

Moleküler formülü	C <sub>5</sub> H <sub>12</sub>
Kaynama noktası	36.1 °C
Molar kütle	72.15 g/mol
Yoğunluk	0.63 g/cm <sup>3</sup> (20 °C)
Erime noktası	-129.8 °C
Tutuşma sıcaklığı	285 °C
Çözünürlük	0.4 g/l (suda 20 °C)
Alevlenme noktası	-48 °C

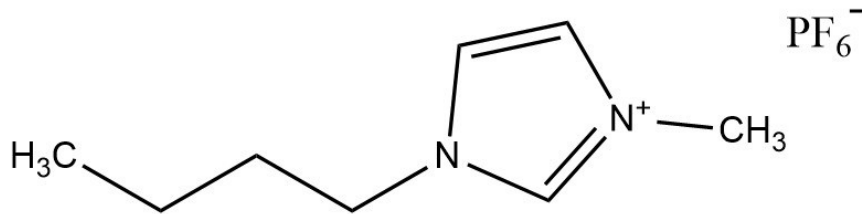
**Şekil 3.10:** N-Pentan'ın moleküler yapısı.

### 3.3.7 İyonik Likit

İmidazolyum esaslı, hidrofobik, oda sıcaklığında iyonik bir sıvıdır. 1-metilimidazolyum klorobütan ile reaksiyona girerek hazırlanabilir. Florometan, fluoroetan ve 1,1,2,2-tetrafloro etan ile gaz halindeki hidroflorokarbonlar (HFC'ler) 1-bütül 3-metilimidazolyum hekzaflorofosfat'da çözünür. Moleküler formülü C<sub>8</sub>H<sub>15</sub>F<sub>6</sub>N<sub>2</sub>P olan bu kimyasal madde, suda çözünürlüğü oldukça az olup, berrak, renksiz ve açık sarı renk de yapışkan bir sıvıdır [54].

**Tablo 3.11:** İyonik Likit'in fizikokimyasal özellikleri.

Moleküler formülü	C <sub>8</sub> H <sub>15</sub> F <sub>6</sub> N <sub>2</sub> P
Moleküler ağırlığı	284.18 g/mol
Yoğunluk	1.38 g/ml (20 °C)
Kaynama noktası	>340 °C
Erime noktası	6.5 °C
Alevlenme noktası	>350 °C
Suda çözünürlük	Su, di etil eter ve hekzan ile çözünmez.
Fiziksel görünüm	Berrak, renksiz ve açık sarı yapışkan sıvıdır.

**Şekil 3.11:** İyonik Likit'in moleküler yapısı.

### 3.4 DENEYSEL YÖNTEM

Denemelerde kullanılan %5'lik süksinik asit,%10'luk laktik asit,%10'luk propiyonik asit'in sulu çözeltileri ayrı ayrı hazırlandı. Amin olarak tripropilamin, diğer kimyasal bileşikler olarak toluen, iyonik likit, n-pentan, mibk, 1-oktanol, 2-oktanon, dimetil fitalat kullanıldı. Her bir kimyasal bileşimini farklı mililitreler de ve farklı amin hacimlerde erlenlere alınarak organik çözelti hazırlandı. Kullandığımız tripropilamin hacimleri 0:0.2:0.4:0.6:0.8 ml olurken, her bir kimyasal bileşiklerimizden her birinden toplam çözelti 3 ml olacak şekilde 3:2.8:2.6:2.4:2.2 ml alındı.50 mililitrelik erlenlere alınıp ve termostatlı bir çalkalıyıcı su banyosu(25°C) içerisinde,2

saat 170 rpm'de karıştırıldı. Yapılan çalışma ve deneylerde denge derişimi elde etmek için 2 saat sürenin yeteceğini belirlendi.

Bu işlemlerden sonra eşit şekilde alınan asit ve organik karışım (amin+kimyasal bileşik) fazlara ayrılarak her fazın asit miktarları literatürde önerildiği şekilde 0.1 N NaOH ile fenolftalein indikatörlüğünde titre edilerek her bir fazdaki asit miktarı bulundu. Suyun yoğunluğundan büyük olan iyonik likit, dimetil fitalat gibi kimyasal bileşikler oluşan fazın üst kısmından alınırken, diğer kimyasal bileşikleri ise suyun yoğunluğundan küçük olduğu için alt fazdan alındı.

$$\%Asit\ miktarı(g) = \frac{N(NaOH) \cdot MA(Asit) \cdot S(NaOH)}{T(asit\ fazdan\ alınan\ tartım)} \quad (3.3)$$

N : NaOH'in normalitesi(0.1 N)

MA : Kullanılan asidin moleköl ağırlığı(g/mol)

S(NaOH) : Titrasyonda sarf edilen NaOH'in miktarı(ml)

T : Asit fazdan alınan miktar(g)

Bağıntı yardımıyla yüzde (%) asit miktarlarına geçilip, organik faz içerisindeki asit miktarlarının, diğer asit miktarı yüzdeleri bu formöl ile bulunarak karşılaştırılır ve sonuçlar bulunarak kaydedilir.

## 4. BULGULAR

Bu kısımda üç farklı asit (Laktik asit, propiyonik asit, süksinik asit) çözeltisinin hazırlanan organik çözeltiler ile gerçekleştirilen reaktif ekstraksiyon sonuçları sunulmuştur. Tez çalışması kapsamında özellikle iyonik likitlerin reaktif ekstraksiyon işlemi esnasında da çözücü olarak etkinliğinin araştırılması hedeflenmiştir. Bu bağlamda 1-Bütül-3-metilimidazolyumhekzaflorofosfat bileşiği kullanılmış ve diğer çözücülerle verimi karşılaştırılmıştır. Bu bileşik iyonik likit kelimesi kısaltması ile “IL” şeklinde simgesel olarak gösterilmiştir.

Reaktif olarak tripropil amin bileşiği kullanılmıştır. Organik faz yedi farklı kimyasal çözücü (Toluen, 2-oktanon, DMF, MIBK, 1-oktanol, IL ve n-pentan) kullanılarak seyreltilmiştir.

### 4.1. LAKTİK ASİT DENEMELERİ

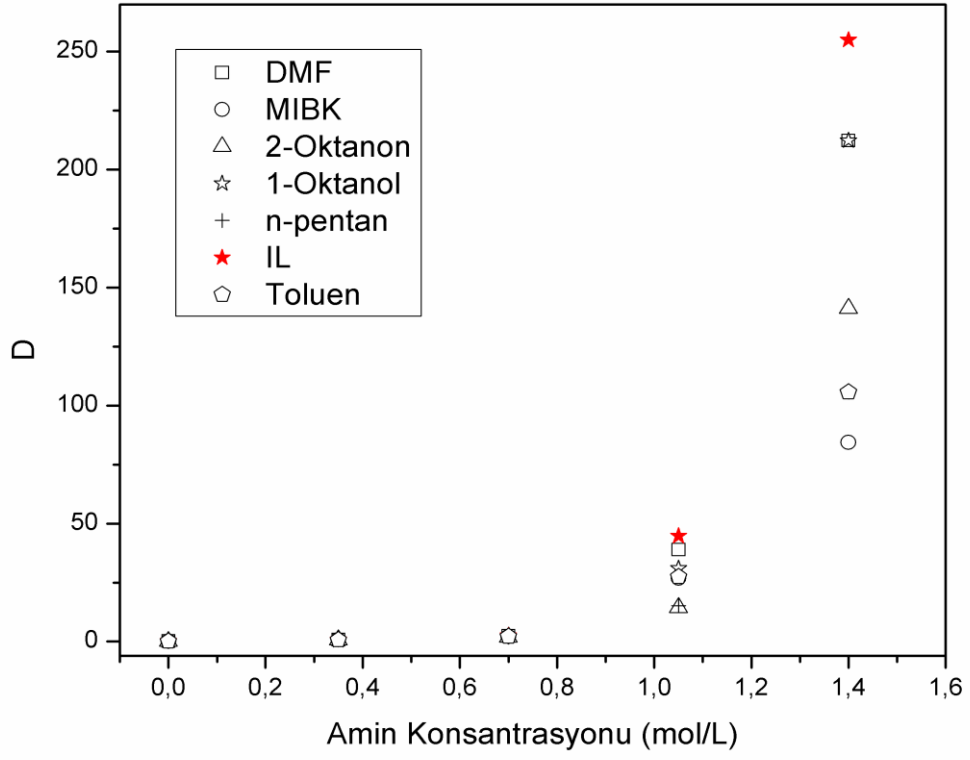
Laktik asidin sulu çözeltilerinden çeşitli organik faz karışımları kullanılarak reaktif ekstraksiyonu sonucunda elde edilen ayırma etkinliği verileri incelenmiştir. Denemelerde amin konsantrasyonunun ve çözücü türünün etkisinin incelenmesi hedeflenmiştir. Özellikle seçilen iyonik likidin verimi diğer çözücülerle karşılaştırılmıştır.

Denemeler laktik asidin 1.28 mol / L (ağ. % 10.275) başlangıç konsantrasyonlu sulu çözeltisi (CLA0) ile gerçekleştirilmiştir. Reaktif olarak kullanılan tripropil aminin organik fazdaki konsantrasyonu ( $C_{amin\ org.}$ ) 0-1.40 mol / L arasında değiştirilerek ayırma işlemindeki etkisi incelenmiştir. Organik fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ org.}$ ), sulu fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ raf.}$ ) deneysel olarak belirlenmiştir. Deneysel verilerden yararlanılarak dağılma katsayısı (D) , yükleme değeri (Z) , % ekstraksiyon verimliliği (%E) hesaplanmıştır. Ayrıca amin konsantrasyonu değişimine karşı D, Z ve %E değerlerinin değişimi sırasıyla şekil 4.1,4.2,4.3'te sunulmuştur.

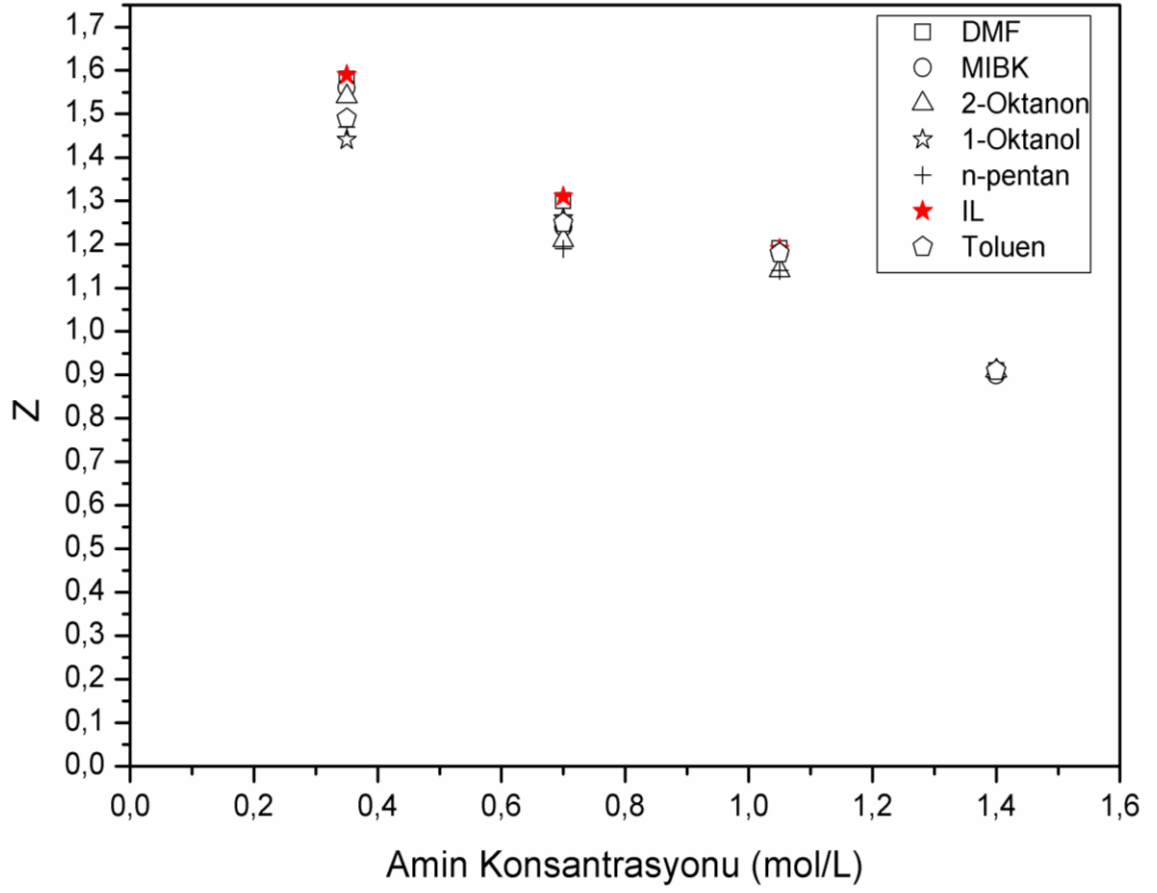
**Tablo 4.1:** Laktik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları.

<b>Solventler</b>	<b>C<sub>amin org.</sub></b> <b>(mol/L)</b>	<b>C<sub>A org.</sub></b> <b>(mol/L)</b>	<b>C<sub>A raf.</sub></b> <b>(mol/L)</b>	<b>D</b>	<b>Z</b>	<b>E %</b>
<b>DMF</b>	0.0	0.170	1.110	0.15		13.28
	0.35	0.553	0.727	0.76	1.58	43.20
	0.70	0.907	0.373	2.43	1.30	70.86
	1.05	1.248	0.032	39.00	1.19	97.50
	1.40	1.274	0.006	212.33	0.91	99.53
<b>MİBK</b>	0.0	0.158	1.122	0.14		12.34
	0.35	0.547	0.733	0.75	1.56	42.73
	0.70	0.865	0.415	2.08	1.24	67.58
	1.05	1.234	0.046	26.83	1.18	96.41
	1.40	1.265	0.015	84.33	0.90	98.83
<b>2-oktanon</b>	0.0	0.120	1.160	0.10		9.38
	0.35	0.540	0.740	0.73	1.54	42.19
	0.70	0.844	0.436	1.94	1.21	65.94
	1.05	1.197	0.083	14.42	1.14	93.52
	1.40	1.271	0.009	141.22	0.91	99.30
<b>1-oktanol</b>	0.0	0.153	1.127	0.14		11.95
	0.35	0.505	0.775	0.65	1.44	39.45
	0.70	0.882	0.398	2.22	1.26	68.91
	1.05	1.240	0.040	31.00	1.18	96.88
	1.40	1.274	0.006	212.33	0.91	99.53
<b>n-pentan</b>	0.0	0.071	1.209	0.06		5.55
	0.35	0.513	0.767	0.67	1.47	40.08
	0.70	0.831	0.449	1.85	1.19	64.92
	1.05	1.201	0.079	15.20	1.14	93.83
	1.40	1.268	0.012	105.67	0.91	99.06
<b>İL</b>	0.0	0.180	1.100	0.16		14.06
	0.35	0.555	0.725	0.77	1.59	43.36
	0.70	0.919	0.361	2.55	1.31	71.80
	1.05	1.252	0.028	44.71	1.19	97.81
	1.40	1.275	0.005	255.00	0.91	99.61
<b>Toluen</b>	0.0	0.081	1.199	0.07		6.33
	0.35	0.520	0.760	0.68	1.49	40.63
	0.70	0.873	0.407	2.14	1.25	68.20
	1.05	1.235	0.045	27.44	1.18	96.48
	1.40	1.268	0.012	105.67	0.91	99.06

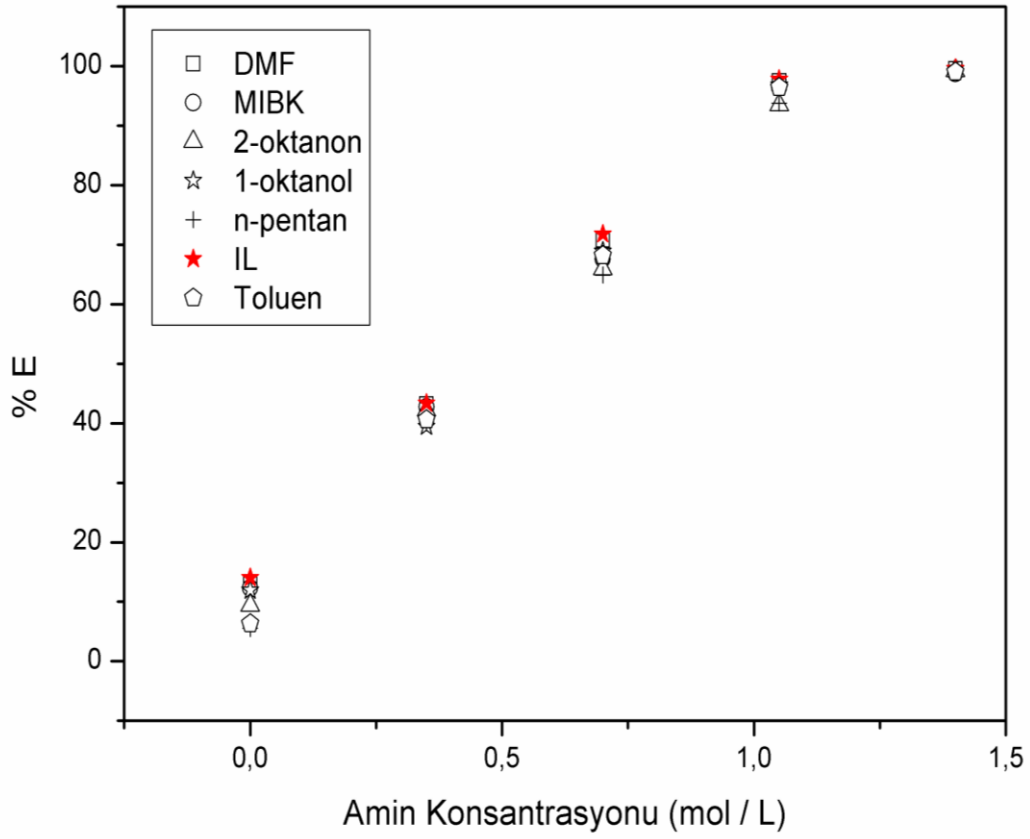




**Şekil 4.2:** Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılma katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.1:** Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme değerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.2:** Laktik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimliliğinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.

#### 4.2. PROPİYONİK ASİT DENEMELERİ

Propiyonik asidin sulu çözeltilerinden çeşitli organik faz karışımları kullanılarak reaktif ekstraksiyonu sonucunda elde edilen ayırma etkinliği verileri incelenmiştir. Denemelerde amin konsantrasyonunun ve çözücü türünün etkisinin incelenmesi hedeflenmiştir. Özellikle seçilen iyonik likidin verimi diğer çözücülerle karşılaştırılmıştır.

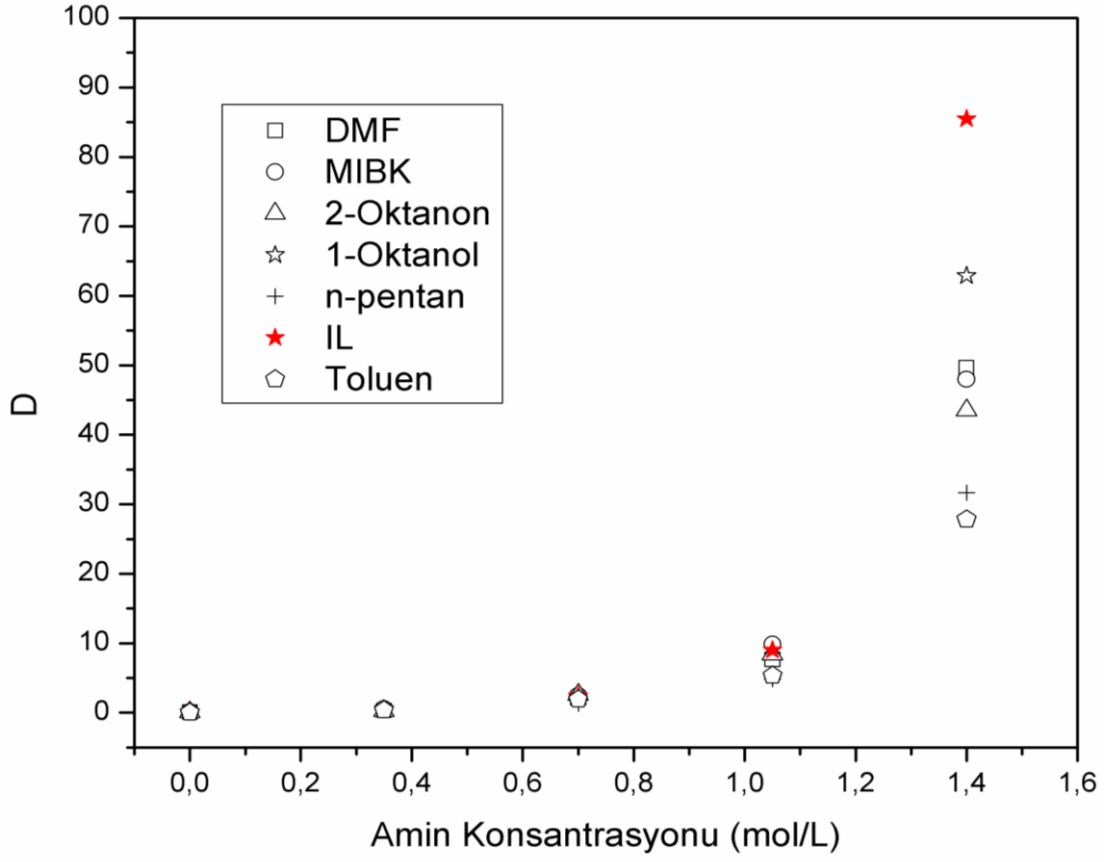
Denemeler propiyonik asidin 1.47 mol / L (ağ. %9.863) başlangıç konsantrasyonlu sulu çözeltisi ( $C_{PA0}$ ) ile gerçekleştirilmiştir. Reaktif olarak kullanılan tripropil aminin organik fazdaki konsantrasyonu ( $C_{amin\ org.}$ ) 0-1.40 mol / L arasında değiştirilerek ayırma işlemindeki etkisi incelenmiştir. Organik fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ org.}$ ), sulu fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ raf.}$ ) deneysel olarak belirlenmiştir. Deneysel verilerden yararlanılarak dağılma katsayısı (D), yükleme değeri (Z), % ekstraksiyon verimliliği (%E) hesaplanmıştır. Ayrıca amin konsantrasyonu değişimine karşı D, Z ve %E değerlerinin değişimi sırasıyla şekil 4.4,4.5,4.6'da sunulmuştur.

**Tablo 4.2:** Propiyonik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları.

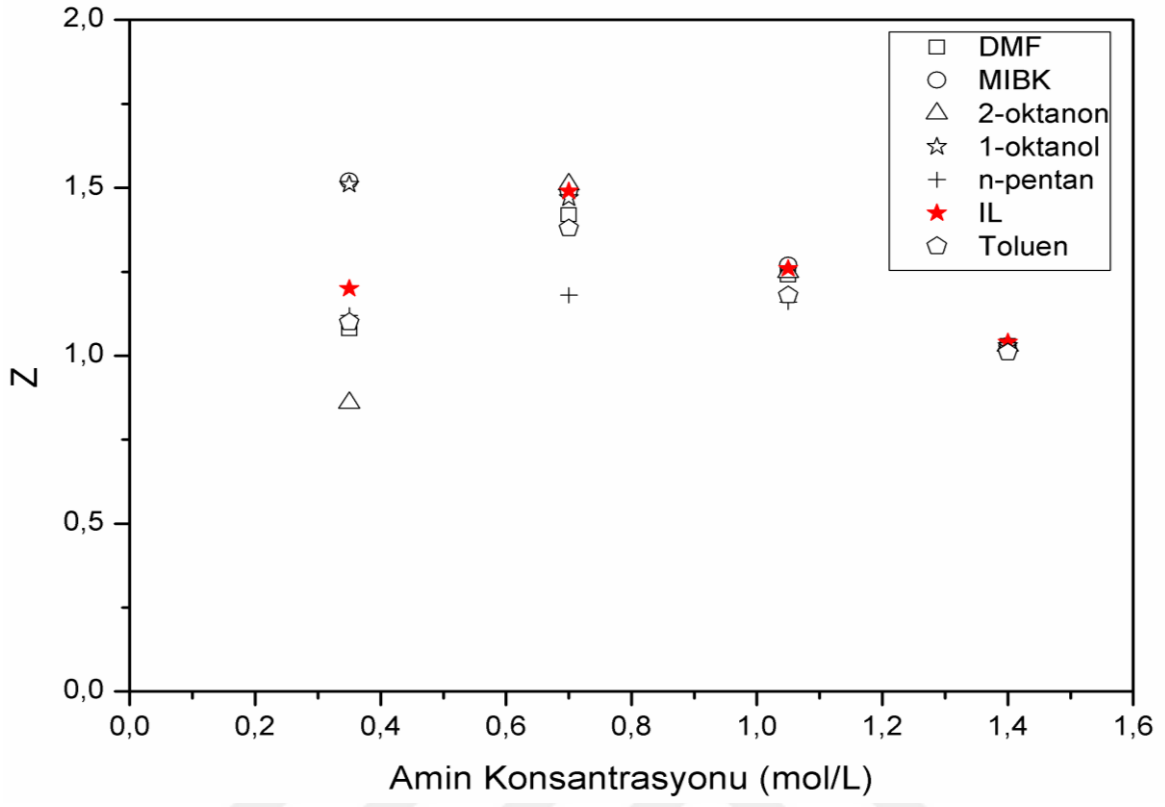
Solventler	$C_{amin\ org.}$ (mol/L)	$C_{A\ org.}$ (mol/L)	$C_{A\ raf.}$ (mol/L)	D	Z	E %
<b>DMF</b>	0.0	0.089	1.381	0.07		6.05
	0.35	0.377	1.093	0.34	1.08	25.65
	0.70	0.993	0.477	2.08	1.42	67.55
	1.05	1.300	0.170	7.65	1.24	88.44
	1.40	1.441	0.029	49.69	1.03	98.03
<b>MİBK</b>	0.0	0.144	1.326	0.11		9.80
	0.35	0.531	0.939	0.57	1.52	36.12
	0.70	1.041	0.429	2.43	1.49	70.82
	1.05	1.334	0.136	9.81	1.27	90.75
	1.40	1.440	0.030	48.00	1.03	97.96
<b>2-oktanon</b>	0.0	0.098	1.372	0.07		6.67
	0.35	0.300	1.170	0.26	0.86	20.41
	0.70	1.060	0.410	2.59	1.51	72.11
	1.05	1.314	0.156	8.42	1.25	89.39
	1.40	1.437	0.033	43.55	1.03	97.76
<b>1-oktanol</b>	0.0	0.101	1.369	0.07		6.87
	0.35	0.527	0.943	0.56	1.51	35.85

**Tablo 4.3 (devam):** Propiyonik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları.

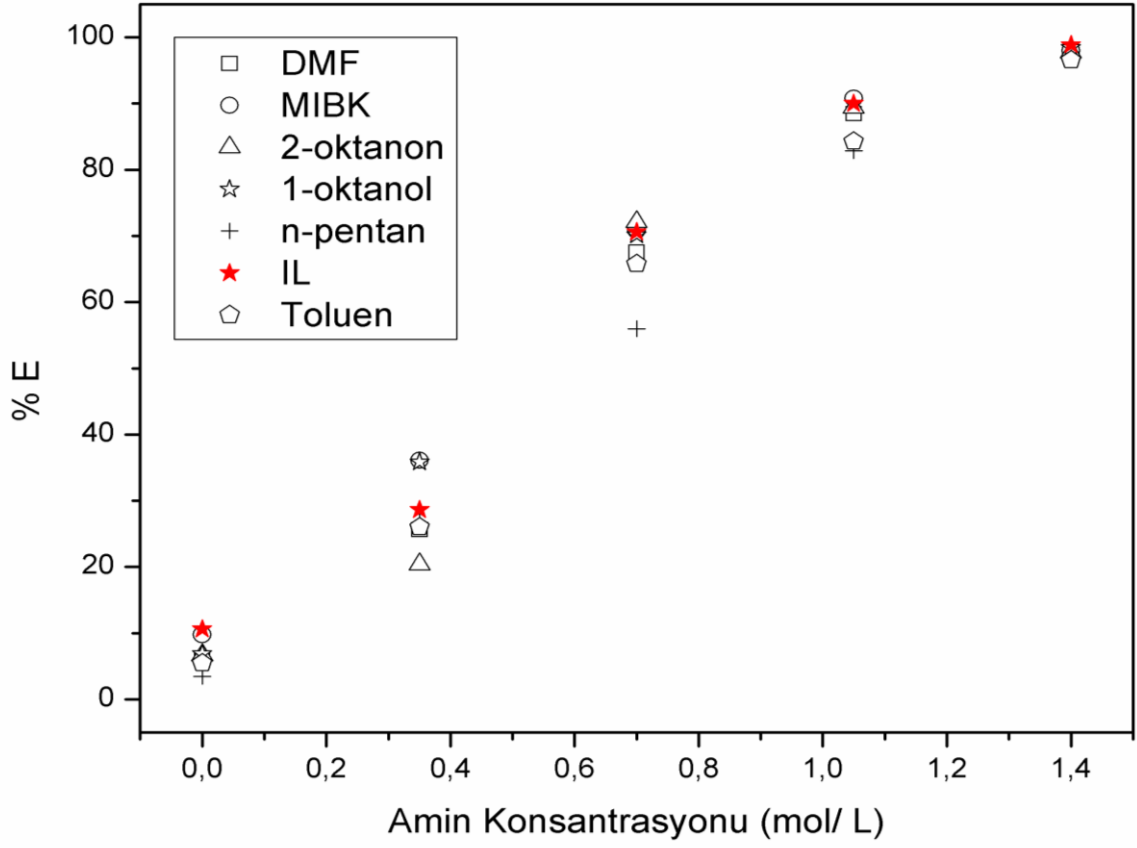
	0.70	1.031	0.439	2.35	1.47	70.14
	1.05	1.323	0.147	9.00	1.26	90.00
	1.40	1.447	0.023	62.91	1.03	98.44
<b>n-pentan</b>	0.0	0.051	1.419	0.04		3.47
	0.35	0.393	1.077	0.37	1.12	26.74
	0.70	0.823	0.647	1.27	1.18	55.99
	1.05	1.218	0.252	4.83	1.16	82.86
	1.40	1.425	0.045	31.67	1.02	96.94
<b>IL</b>	0.0	0.156	1.314	0.12		10.61
	0.35	0.421	1.049	0.40	1.20	28.64
	0.70	1.043	0.427	2.44	1.49	70.58
	1.05	1.323	0.147	9.00	1.26	90.00
	1.40	1.453	0.017	85.47	1.04	98.84
<b>Toluen</b>	0.0	0.081	1.389	0.06		5.51
	0.35	0.383	1.087	0.35	1.10	26.05
	0.70	0.967	0.503	1.92	1.38	65.78
	1.05	1.239	0.231	5.36	1.18	84.29
	1.40	1.419	0.051	27.82	1.01	96.53



**Şekil 4.3:** Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılım katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.4:** Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme değerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.5:** Propiyonik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimliliğinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.



### 4.3. SÜKSİNİK ASİT DENEMELERİ

Süksinik asidin sulu çözeltilerinden çeşitli organik faz karışımları kullanılarak reaktif ekstraksiyonu sonucunda elde edilen ayırma etkinliği verileri incelenmiştir. Denemelerde amin konsantrasyonunun ve çözücü türünün etkisinin incelenmesi hedeflenmiştir. Özellikle seçilen iyonik likidin verimi diğer çözücülerle karşılaştırılmıştır.

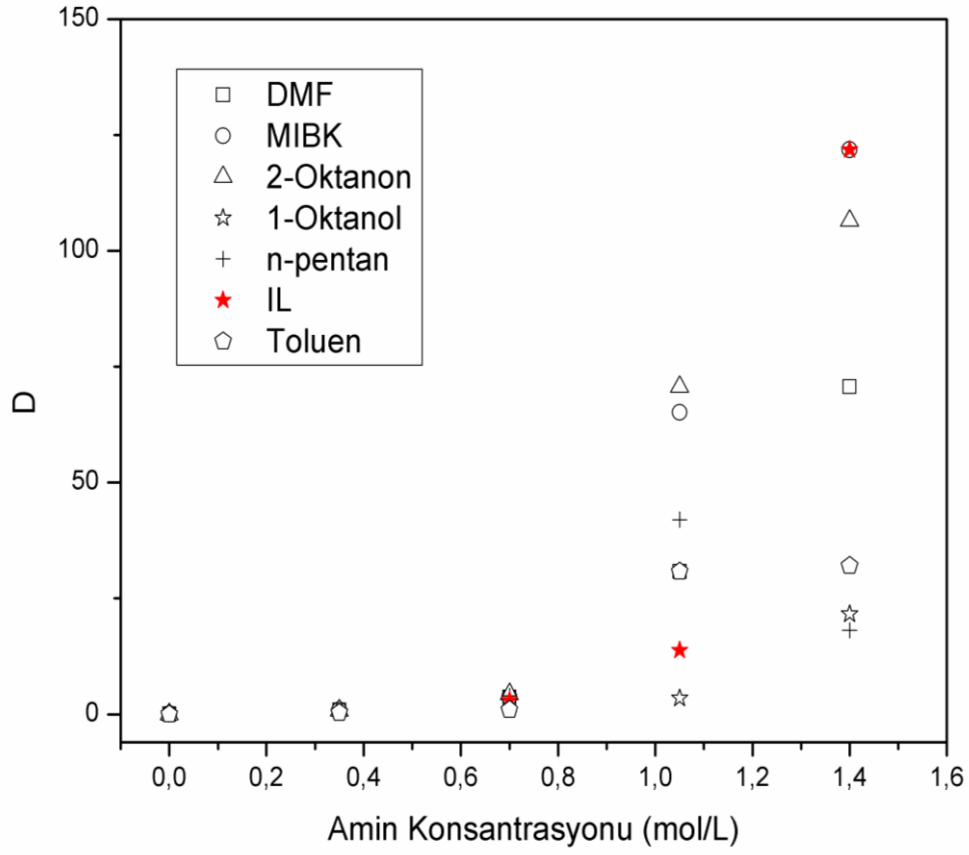
Denemeler süksinik asidin 0.86 mol / L (ağ. % 4.838) başlangıç konsantrasyonlu sulu çözeltisi ( $C_{SA0}$ ) ile gerçekleştirilmiştir. Reaktif olarak kullanılan tripropil aminin organik fazdaki konsantrasyonu ( $C_{amin\ org.}$ )0-1.40 mol / L arasında değiştirilerek ayırma işlemindeki etkisi incelenmiştir. Organik fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ org.}$ ), sulu fazdaki denge asit konsantrasyonu ( $C_{A\ raf.}$ ) deneysel olarak belirlenmiştir. Deneysel verilerden yararlanılarak dağılım katsayısı (D), yükleme değeri (Z), % ekstraksiyon verimliliği (%E) hesaplanmıştır. Ayrıca amin konsantrasyonu değişimine karşı D, Z ve %E değerlerinin değişimi sırasıyla şekil 4.7,4.8,4.9’da sunulmuştur.

**Tablo 4.4:** Süksinik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları.

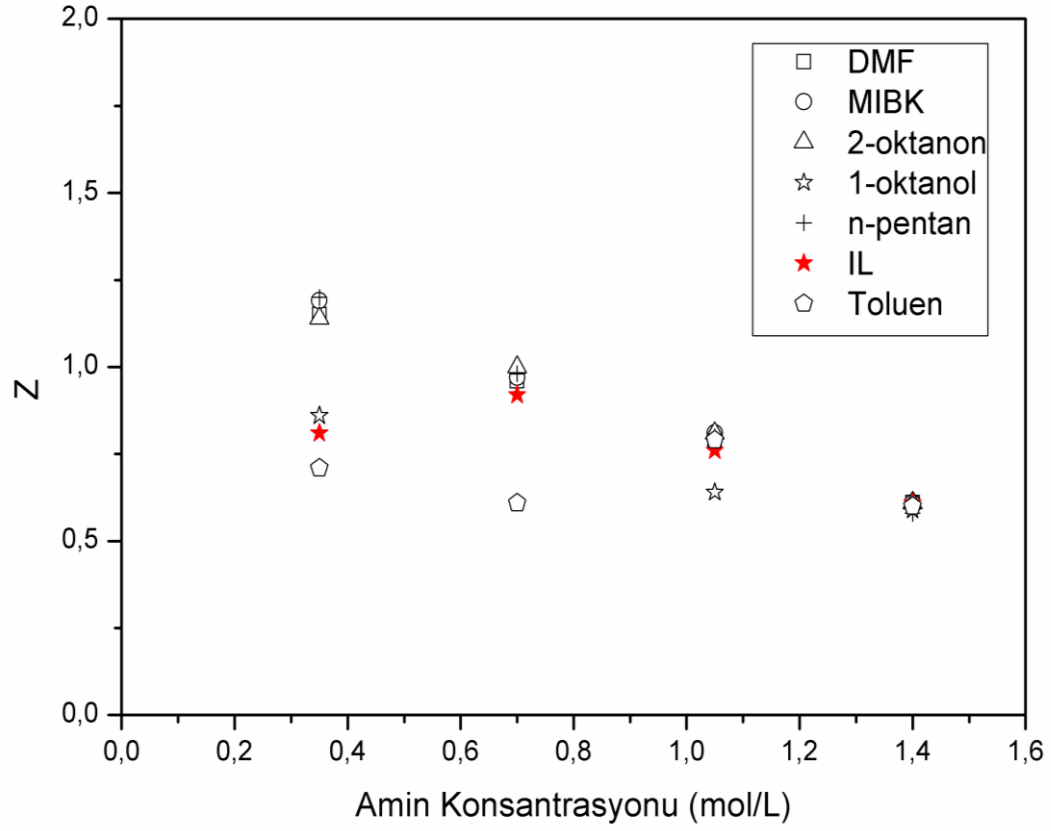
Solventler	$C_{amin\ org.}$ (mol/L)	$C_{A\ org.}$ (mol/L)	$C_{A\ raf.}$ (mol/L)	D	Z	E %
<b>DMF</b>	0.0	0.026	0.834	0.03		3.02
	0.35	0.404	0.456	0.89	1,15	46.98
	0.70	0.675	0.185	3.65	0.96	78.49
	1.05	0.833	0.027	30.86	0.79	96.86
	1.40	0.848	0.012	70.67	0,61	98.60
<b>MİBK</b>	0.0	0.084	0.776	0.11		9.77
	0.35	0.415	0.445	0.93	1.19	48.26
	0.70	0.677	0.183	3.70	0.97	78.72
	1.05	0.847	0.013	65.15	0.81	98.49
	1.40	0.853	0.007	121.86	0.61	99.19
<b>2-oktanon</b>	0.0	0.032	0.828	0.04		3.72
	0.35	0.398	0.462	0.86	1.14	46.28
	0.70	0.701	0.159	4.41	1.00	81.51
	1.05	0.848	0.012	70.67	0.81	98.60
	1.40	0.852	0.008	106.50	0.61	99.07
<b>1-oktanol</b>	0.0	0.114	0.746	0.15		13.26

**Tablo 4.3 (devam):** Süksinik asidin tripropilamin ve çeşitli seyrelticiler ile reaktif ekstraksiyon sonuçları.

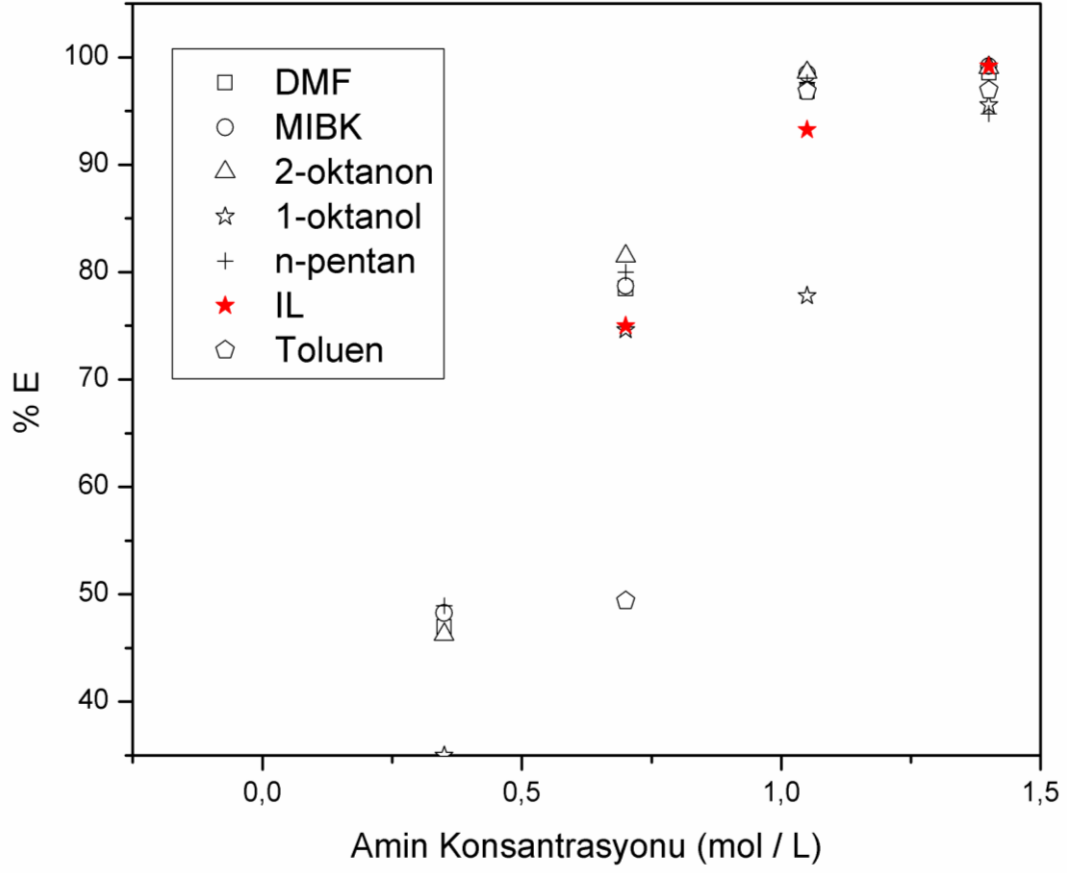
	0.35	0.301	0.559	0.54	0.86	35.00
	0.70	0.642	0.218	2.94	0.92	74.65
	1.05	0.669	0.191	3.50	0.64	77.79
	1.40	0.822	0.038	21.63	0,59	95.58
<b>n-pentan</b>	0.0	0.014	0.846	0.02		1.63
	0.35	0.421	0.439	0.96	1.20	48.95
	0.70	0.688	0.172	4.00	0.98	80.00
	1.05	0.840	0.020	42.00	0.8	97.67
	1.40	0.815	0.045	18.11	0.58	94.77
<b>İL</b>	0.0	0.093	0.767	0.12		10.81
	0.35	0.282	0.578	0.49	0.81	32.79
	0.70	0.645	0.215	3.00	0.92	75.00
	1.05	0.802	0.058	13.83	0.76	93.26
	1.40	0.853	0.007	121.86	0.61	99.19
<b>Toluen</b>	0.0	0.003	0.857	0.00		0.35
	0.35	0.247	0.613	0.40	0.71	28.72
	0.70	0.425	0.435	0.98	0.61	49.42
	1.05	0.833	0.027	30.85	0.79	96.86
	1.40	0.834	0.026	32.08	0.60	96.98



**Şekil 4.6:** Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için dağılma katsayılarının tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.7:** Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yükleme değerlerinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.



**Şekil 4.8:** Süksinik asidin tripropilamin ile reaktif ekstraksiyonunda kullanılan farklı çözücüler için yüzde ekstraksiyon verimliliğinin tripropilamin derişimi ile deęişimi.

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Tez çalışması kapsamında karboksilli asitler grubunda yer alan ve pek çok endüstriyel alanda yoğun kullanımları nedeniyle bu kimyasalların arasında önemli yere sahip olan propiyonik, laktik ve süksinik asidin sulu çözeltilerinden sıvı-sıvı ekstraksiyon ve reaktif ekstraksiyon yöntemleri kullanılarak ayrılması gerçekleştirilmiştir. Ayrıca bu yöntemin ana unsurlarından biri olan çözücü seçimi aşamasında iyonik likit bileşiklerinin etkinliğinin incelenmesi hedeflenmiştir.

İlk olarak sıvı-sıvı ekstraksiyon ile yapılan ayırma işlemi etkinlikleri değerlendirilmiştir. Elde edilen sonuçlar tüm asit ve çözücü sistemleri için Tablo 5.1’de özetlenmiştir. Sonuçlar incelendiğinde tüm dağılma katsayılarının çok düşük değerlerde olduğu ( $D < 0.17$ ) ve asitlerin sadece çok düşük bir oranda (% 0.35 - % 14.06) sulu ortamdan ayrılabilirdiği görülmektedir.

**Tablo 5.1:** Sıvı-sıvı ekstraksiyona ait elde edilen bulgular.

	<b>Solventler</b>	<b>CA org.</b> (mol/L)	<b>CA raf.</b> (mol/L)	<b>D</b>	<b>E %</b>
<b>Laktik asit</b>	DMF	0.170	1.110	0.15	13.28
	MİBK	0.158	1.122	0.14	12.34
	2-oktanon	0.120	1.160	0.10	9.38
	1-oktanol	0.153	1.127	0.14	11.95
	n-pentan	0.071	1.209	0.06	5.55
	IL	0.180	1.100	0.16	14.06
	Toluen	0.081	1.199	0.07	6.33
<b>Propiyonik asit</b>	DMF	0.089	1.381	0.07	6.05
	MİBK	0.144	1.326	0.11	9.80
	2-oktanon	0.098	1.372	0.07	6.67
	1-oktanol	0.101	1.369	0.07	6.87
	n-pentan	0.051	1.419	0.04	3.47
	IL	0.156	1.314	0.12	10.61
	Toluen	0.081	1.389	0.06	5.51

**Tablo 5.1 (devam):** Sıvı-sıvı ekstraksiyona ait elde edilen bulgular.

<b>Süksinik asit</b>	DMF	0.026	0.834	0.03	3.02
	MİBK	0.084	0.776	0.11	9.77
	2-oktanon	0.032	0.828	0.04	3.72
	1-oktanol	0.114	0.746	0.15	13.26
	n-pentan	0.014	0.846	0.02	1.63
	IL	0.093	0.767	0.12	10.81
	Toluen	0.003	0.857	0.00	0.35

Bu sonuçlar ışığında seçilen asitler için reaktif ekstraksiyon yönteminin gerekliliği deneysel olarak da kanıtlanmıştır. Reaktif ekstraksiyon yönteminde tripropil amin bileşiği reaktif olarak kullanılmıştır. Organik faz aynı çözücüler kullanılarak amin konsantrasyonu 0.35 - 1.4 mol /L olacak şekilde hazırlanmıştır.

Reaktif ekstraksiyon denemelerinde reaktif konsantrasyonu ve çözücü seçiminin ayırma etkinliğine etkisi incelenmiştir. Özellikle çevre dostu bir çözücü olan iyonik likidin verimliliği değerlendirilmiştir. Yapılan denemelerin sonuçlarından ayırma etkinliğini en fazla etkileyen parametrenin reaktif konsantrasyonu olduğu görülmektedir. Tüm çözücülerde reaktif bileşik olarak kullanılan tripropilamin miktarı arttıkça dağılma katsayısı ve % ekstraksiyon verimi değerlerinin önemli ölçüde arttığı görülmektedir.

Organik fazdaki tripropil amin konsantrasyonunun sırasıyla en düşük (0.35 mol/L) ve en yüksek olduğu (1.4 mol/L) denemelerde; proses verimliliği değerlerinin laktik asit için % (39.45 – 99.61), propiyonik asit için % (20.41 – 98.84) ve süksinik asit için % (28.72 – 99.19) arasında değiştiği görülmektedir. Bu sonuçlardaki geniş yüzde ayırma verimliliği aralığı amin konsantrasyonun optimum değerlerinin belirlenmesinin ne kadar önemli olduğunu göstermektedir.

Reaktif ekstraksiyon işleminin verimini etkileyen çözücü seçimi için çalışmada MİBK, toluen, 2-Oktanon, 1-Oktanol, DMF, N-Pentan, bileşikleri çözücü olarak kullanılmış ve bu çözücülere kıyasla IL bileşiğinin etkinliği incelenmiştir. Deneysel sonuçlar farklı çözücülerle hazırlanan organik karışımların ayrılması hedeflenen asitler için önemli bir parametre olduğunu göstermektedir. Çevreci nitelikte kabul edilen iyonik likitler sınıfında yer alan 1-Butil-3-metilimidazolyum hekzaflorofosfat bileşiğinin etkinliği incelendiğinde verimin en yüksek olduğu 1.4 mol/L TPA konsantrasyonu için çalışma kapsamında kullanılan tüm asitlerde en yüksek dağılma katsayısı ve yüzde ayırma verimliliği değerlerini elde ettiği görülmektedir.

Sonuç olarak karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinde ayrılması için reaktif ekstraksiyon prosesinin daha uygun olduğu görülmektedir. Ayrıca bu ayırma işlemi için çevre dostu olduğundan tercih ettiğimiz iyonik likit bileşiğinin ayırma verimi açısından en iyi sonuçları vermesi nedeniyle çözücü olarak kullanılmasının uygun olacağı söylenebilir. Bu çalışma iyonik likit bileşiklerinin yeni yapılacak reaktif ekstraksiyon uygulamalarında ki etkinliğinin incelenmesinin ne kadar önemli olduğunu göstermektedir.





## KAYNAKLAR

- [1]. Pehlivanođlu, N., 2010, *Tepkimeli özütleme yöntemi ile karboksilik asitlerin saflaştırılması*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [2]. Othmer, D.F., Kirk, R.E., 1947, *Encyclopedia Of Chemical Technology*, Vol. 1, 139-147.
- [3]. Demirel, M., 2010, *Butirik asidin sulu ortamlardan ayrılmasının incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [4]. Şahin, S., 2006, *Karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinden ekstraksiyonunda sıvı faz denge verilerinin incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [5]. Aşçı, Y.S., 2007, *Çeşitli karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinden hidrojel ile uzaklaştırılmasının incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [6]. Şenol, A., 2006, Liquid+Liquid equilibria for the system water+carboxylic acid+chloroform : Thermodynamic modeling, *Fluid phase Equilibria*, 243, 51-56.
- [7]. Wennersten, R., 1983, The extraction of citric acid from fermentation broth using a solution of tertiary amine, *J. Chem. Technology biotecnol.* 33B, 65-94.
- [8]. Kertes, A.S., King, C.J., 1986, Extraction Chemistry of fermentation product carboxylic acids, *Biotechnol. Bioeng.* 28, 269-282.
- [9]. Bilgin, M., 2006, Phase equilibria of liquid (water+butyric acid+ oleyl alcohol) ternary system, *Journal Of Chemical Thermodynamics*, 38, 1634-1639.
- [10]. Kırbaşlar, Ş.İ., 2006, Liquid+liquid equilibria of the (water+butyric acid+ dodecanol) ternary system, *Journal Of Chemical Thermodynamics*, 38, 696-700.
- [11]. Çehreli, S., Özmen, D., Tatlı, B., 2005, Liquid+liquid equilibria of the (water+propionic acid+diethyl phthalate) at several temperatures, *Journal Of Chemical Thermodynamics*, 37, 1144-1150.
- [12]. Çehreli, S., Özmen, D., Tatlı, B., 2005, Liquid+liquid equilibria of the (water+propionic acid+dimethyl phthalate) at several temperatures, *Journal Of Chemical Thermodynamics*, 37, 837-842.
- [13]. Gemici, A., 2014, *Bazı organik asitlerin sulu çözeltilerinden tepkimeli ekstraksiyonla ayrılması*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [14]. Hasan Uslu and S. İsmail Kırbaşlar, 2008, Equilibrium Studies of Extraction of Levulinic Acid by (Trioctylamine (TOA) +Ester) Solvents, *J. Chem. Eng. Data*, 53, 1557–1563.
- [15]. Wei Qin, Zhenyu Li and Youyuan Dai, 2003, Extraction of Monocarboxylic Acids with Trioctylamine: Equilibria and Correlation of Apparent Reactive Equilibrium Constant, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 42, 6196-6204.

- [16]. Aşçı, Y.S., 2013, *Çeşitli sentetik membranların karboksilli asitlerin sulu çözeltilerinden ayrılmasında kullanımının incelenmesi*, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi.
- [17]. Kaya, Y., 2007, *Nanofiltrasyon ile Proses Sularından Organik Maddelerin Geri Kazanımının Araştırılması*, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi.
- [18]. Durmaz, H., 2011, *Süksinik asidin sıvı membranlarla ekstraksiyonu*, Yüksek Lisans, Sakarya Üniversitesi.
- [19]. McCabe, W.L., Smith, J.C., 1956, *Unit Operations of Chemical Engineering*, McGraw-Hill Book Company, Inc. New York, 586.
- [20]. İnovatif kimya dergisi, 2015, *Ayırma Prosesleri Ekstraksiyon*, <http://inovatifkimyadergisi.com/ayirma-prosesleri-ekstraksiyon>, [3 Temmuz 2018].
- [21]. Uslu, H., 2009, *Karboksilik asitlerin sulu çözeltilerden reaktif çözücülerle ekstraksiyonu ve modellenmesi*, Doktora Tezi, İstanbul Üniversitesi.
- [22]. Othmer, K., 1980, *Encyclopedia Of Chemical Technology*, Vol. 9, 672-675.
- [23]. Treyball R.E., 1963, *Mass Transfer Operations*, McGraw-Hill, Inc. New York, 408-409.
- [24]. Batır, D., 2004, *Su-Karboksilik asit-Çözücü sistemlerinin sıvı-sıvı denge verilerinin incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [25]. Brown, G.G., 1955, *Unit Operations*, John Wiley & Sons, Inc. New York, 297
- [26]. Ulutürk, H., 2016, *Bazı eser düzey metallerin sıvı-sıvı mikroekstraksiyon yöntemi kullanılarak tayini*, Yüksek Lisans, Çankırı Karatekin Üniversitesi.
- [27]. İnci, İ., 2000, *Bazı hidroksikarboksilik asitlerin sulu çözeltilerinden ekstraksiyonlarının incelenmesi*, Doktora Tezi, İstanbul üniversitesi.
- [28]. Günyeli, S., 2012, *Bazı organik asitlerin tepkimeli özütleme ile ayrılması*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [29]. Çetinkaya, D., 2012, *Karboksilik asitlerin sulu çözeltilerinden ekstraksiyonla ayrılması*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [30]. Arısoy, Ç., 2005, *Karboksilli asitlerin ekstraksiyonunda çözücü seçimi ve sıvı-sıvı denge verilerinin incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [31]. Başlıoğlu, B., 2007, *Su-Karboksilik Asit Karışımı-Çözücü Dörtlü Sistemlerinin Sıvı-Sıvı Denge Verileri*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [32]. Sağlam, D.N., 2011, *Fermantasyon ortamından laktik asidin ayrılması*, Yüksek Lisans, Ankara Üniversitesi.
- [33]. Özparlak, N., 2014, *Bazı organik asitlerin sulu çözeltilerinden amin içeren yağın sıvı membranlarla ayrılmasının incelenmesi* Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.

- [34]. Kahya, E., 2000, *Laktik Asidin Fermentasyon Ortamından Reaktif Ekstraksiyon ile Ayrılması*, Yüksek lisans, Ankara Üniversitesi.
- [35]. Birman, İ., 2008, *Organik asitlerin fosforlu bileşiklerle ve aminlerle ekstraksiyon dengesinin incelenmesi*, Yüksek Lisans, İstanbul Üniversitesi.
- [36]. Joglekar, H.G., Rahman, I., Babu, S., Kulkarni, B.D. and Joshi, A. 2006, Comparative Assessment of Downstream Processing Options for Lactic Acid, *Separation And Purification Technology*, Volume 52; pp 1–17.
- [37]. İnci, İ., HASDEMİR, M., Bilgin, M., Aydın, A., 1998, Laktik Asitin Alamin336 İle Çeşitli Seyreltici Çözücüler Kullanılarak Ekstraksiyonunun İncelenmesi, *Journal of Engin. Environ. Sci. Tübitak*, 45-51.
- [38]. Hauer, E., Marr, R., 1994, Liquid Extraction in Biotechnology, *Int. Chem. Eng.*, 34, 178-187.
- [39]. Özeriş, S., 1993, *Temel Organik Kimya*, Fatih Yayınevi, İstanbul, 155.
- [40]. *Laktik asit*, <https://www.asit.gen.tr/laktik-asit.html>, [Ziyaret tarihi: 29 Haziran 2018].
- [41]. Yılmaz kimya, 2019, *Laktik asit*, <http://www.yilmazkimya.com.tr/urunler/detay/id/6/laktik-asit>, [Ziyaret tarihi: 29 Haziran 2018].
- [42]. Solver kimya, 2013, *laktik asit fiziksel özellikler*, <http://www.solverkimya.com/site/makaleler/tarim-hammadde-makaleleri.html/laktik-asit-nedir-fiziksel-ozellikleri-nerelerde-kullanilir.html>, [Ziyaret tarihi: 29 Haziran 2018].
- [43]. Cohen, J.B., 1930, *Practical Organic Chemistry*, McMillan Press Ltd., London.
- [44]. Othmer, K., 1953, *Encyclopedia Of Chemical Technology*, Volume 11, 173-177.
- [45]. Pubchem, *Süksinik asit*, [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/succinic\\_acid](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/succinic_acid), [Ziyaret tarihi: 30 Haziran 2018].
- [46]. Thechemco, *Süksinik asit*, <https://thechemco.com/chemical/succinic-acid/>, [Ziyaret tarihi: 30 Haziran 2018].
- [47]. Pubchem, *tripropylamine*, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/tripropylamine#section=Top>, [1 Temmuz 2018].
- [48]. Kimyasanal, *Toluene*, <http://www.kimyasanal.com/konugoster.php?yazi=yy1e1750qw>, [1 Temmuz 2018].
- [49]. Pubchem, *1-Octanol*, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/1-octanol>, [1 Temmuz 2018].
- [50]. Pubchem, *Dimethyl phthalate*, [https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Dimethyl\\_phthalate](https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Dimethyl_phthalate), [2 Temmuz 2018].

- [51]. Pubchem, *2-Octanone*, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/2-octanone>, [2 Temmuz 2018].
- [52]. Mikro Teknik, 2014, *Methyl Isobuthyl Ketone*, <http://www.mikroteknik.com.tr/metil-izo-butil-ke-ton-mibk--s164.html>, [3 Temmuz 2018].
- [53]. Pubchem, *n-Pentane*, <https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/n-pentan#section=Top>, [3 Temmuz 2018].
- [54]. Sigma Aldrich, *1-Butyl-3-methylimidazolium hexafluorophosphate*, <https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/sial/18122?lang=en&region=TR>, [3 Temmuz 2018].



## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı Ahmet ÇEVİK  
 Doğum Yeri İstanbul  
 Doğum Tarihi 26.05.1988  
 Uyruğu  T.C.  Diğer:  
 Telefon 05352649456  
 E-Posta Adresi ahmet-4410@hotmail.com  
 Web Adresi



### Eğitim Bilgileri

#### Lisans

Üniversite Beykent Üniversitesi  
 Fakülte Mühendislik Fakültesi  
 Bölümü Kimya Mühendisliği  
 Mezuniyet Yılı 14.08.2013

#### Yüksek Lisans

Üniversite İstanbul Üniversitesi-Cerrahpaşa  
 Enstitü Adı Lisansüstü Eğitim Enstitüsü  
 Anabilim Dalı Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı  
 Programı Kimya Mühendisliği Programı

### Makale ve Bildiriler