

T. C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ
KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

SİLİKAJEL DOLGULU KOLONDA HAVANIN KURUTULMASINA SİLİKAJELİN ÜRETİM KOŞULLARININ ETKİSİ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

HAZIRLAYAN : Feyiz ABUGALİYE
DANIŞMAN : Doç. Dr. Devrim BALKÖSE

Bornova — İZMİR

1988

ÖNSÖZ

Bu çalışma 050 Nolu "Silikajel Dolgulu Kolonda Havanın Kurutulmasına Silikajelin Üretim Koşullarının Etkisi", adlı Y.Ö.K projesinin bir parçası olarak yapılmıştır.

Çeşitli pH'larda üretilen silikajellerin nem tutma özellikleri ve dolgulu kolondaki adsorpsiyon davranışları incelenmiştir.

Bu konuda beni yönlendiren tez yöneticim Sayın Doç. Dr. Devrim Balköse'ye teşekkür ederim. Ayrıca bu çalışmada yardımını esirgemeyen Araştırma görevlisi Sayın Mustafa Demircioğlu'na teşekkür ederim.

Şubat 1988, İzmir

Feyiz Abugaliye

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ.....	i
İÇİNDEKİLER.....	ii
NOTASYON	iii
Abstract	vi
I Giriş	1
I.1. Adsorbsiyon	2
I.2. Adsorbsiyon izotermi.....	3
I.2.1. Freundlich izotermi.....	3
I.2.2. Langmuir izotermi	3
I.2.3. B.E.T Bağlantısı	4
I.3. Adsorpsiyon izotermilerinin sınıflandırılması.....	4
I.3.1. Lee ve Weber sınıflandırılması	4
I.3.2. Hall sınıflandırılması	4
I.3.3. Braunaver sınıflandırılması	7
I.4. Adsorpsiyon ve Desorpsiyon İzotermlerine pH'nin etkisi	10
I.5. Adsorpsiyon izotermine sıcaklığın etkisi.....	12
I.6. Adsorpsiyon Dalgası(Salıverme eğrisi)	12
I.7. Çıkış dalgası özellikleri	14
I.8. Kullanılmayan kolon boyu	15
I.9. Salıverme eğrilerinin teorik hesabı	16
I.9.1. Rosen'in çözümü	16
I.9.2. Rasmuson ve Neretmiks'in çözümü	18
I.9.3. Lee ve Weber modeli ve çözümü	19
I.9.4. Ortogonal Kollokasyon metodu	22
I.10. Kütle aktarım katsayısı	23
I.11. Etkin difüzyon katsayısı	24
I.12. Denge katsayısı	24
I.13. Ortalama tane çapı	24
I.14. Gözenek hacmi	26
I.15. Ortalama gözenek çapı	26
I.13. Salıverme eğrisini etkileyen faktörler	27
I.13.1. Adsorbent tipi	27
I.13.2. Gözeneklilik etkisi	28
I.13.3. Akışkanın giriş konsantrasyonu	28
I.13.4. Giriş hızın etkisi	29

I.13.5. Yatak gözenekliliği	30
II. MATERYAL VE METOT	31
II.1. Elek analizi deneyleri	31
II.12. Yoğunluk tayini deneyleri	31
II.3. Silikajelin renklendirme deneyi	31
II.4. Adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermlerinin tayini deneyi	32
II.5. Difüzyon Katsayısının tayini deneyi	32
II.6. Dinamik adsorpsiyon deneyleri	32
III. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA	33
III.1 Ortalama tane çapının jelleşme pH'ı ile değişimi	33
III.2. Yoğunluk jelleşme pH'ı ile değişimi	38
III.3. Gözenek hacmi jelleşme pH'ı ile değişimi	44
III.4. Ortalama gözenek çapı pH değişimi	52
III.5. Farklı bağıl nemlerde tutulan nem miktarının pH ile değişimi.....	55
III.6. Adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermleri	57
III.7. Dinamik adsorpsiyon	62
III.7.1. Farklı jelleşme pH'larında elde edilen sili- kajellerin Salıverme eğrisine etkisi	62
III.7.2. Kolon boyunun salıverme eğrisine etkisi....	66
III.7.3. Tanecik çapının salıverme eğrisine etkisi...68	
III.7.4. Giriş hızının salıverme eğrisine etkisi70	
III.7.5. Ortam sıcaklığının salıverme eğrisine etkisi72	
III.8. Teorik salıverme eğrisi	74
III.8.1. Deneysel ve teorik salıverme eğrilerinin kar- şılaştırılması	74
III.9. Sonuç ve öneriler	84
III.10. Özet	86
III.11. Kaynaklar	88
III.12. Ekler	90

NOTASYON

- a: Tanecik yarıçapı(m), (Alpay, 1984)
a: Gözeneklilik (Lee ve Weber, 1969)
A: Adsorbentin dış yüzey alanı
B₁: sabit
C: Adsorplanan madde konsantrasyonu(Üneri, 1969)
C₀: Kolon girişindeki akışkan derişimi ($\frac{\text{kg buhar}}{\text{kg hava}}$)
C_i: Kolon çıkışındaki akışkan derişimi($\frac{\text{kg buhar}}{\text{kg hava}}$) i=a,b,c,d
C_{Ao}: Başlangıçtaki katı derişimi
C_{At}: t anındaki katı derişimi
C_A: sonsuzdaki katı derişimi
C₁: Sabit
d: Hall sabiti
D_{AB}: Etkin difüzyon katsayısı
D_L: aksenal dağılma katsayısı
D_p: tanecik çapı(m), (Alpay,1984)
D_p: Ortalama tanecik çapı (mm)
h: Kütle aktarım katsayısı
I: Karakteristik yol
K: Denge sabiti
k: Freundlich sabiti
k_c: Kütle aktarım katsayısı
k_f: Kütle aktarım katsayısı
q: Adsorblanmış durumdaki derişim ($\frac{\text{gr mol adsorblanan}}{\text{cm}^3 \text{ akışkan}}$)
(Lee ve Weber,1969)
q: Adsorblanan madde miktarı ($\frac{\text{gr madde}}{\text{gr adsorbent}}$) (Ruthven,1984)
q_s: Tanecik yüzeyindeki adsorblanan derişim($\frac{\text{gr mol}}{\text{gr kuru katı}}$)

- m : Boşluk hacim oranı ($\frac{\text{dış boşluk}}{\text{cm}^3 \text{ pellet}}$), (Rosen, 1954)
- m : Adsorbentin kutlesi (Üneri, 1969)
- n : Sabit
- n_s : Pellet yüzeyindeki derişim
- N_{Re} : Reynold sayısı
- N_{Sc} : Schmit sayısı
- N_{Sh} : Sherwood sayısı
- P : Buar basıncı
- P_o : Doygun buhar basıncı
- P_a : Adsorbsiyon durumundaki buhar basıncı
- P_d : Desorpsiyon durumundaki buhar basıncı
- D_e : Peclet sayısı
- P_s : Doymuş buhar basıncı
- r : Silindir tanecik çapı (Ruthven, 1984)
- r : Ortalama gözenek çapı (A^o), (.....)
- r_o : Pellet çapı (ft)
- R : Gaz sabiti
- R : Dağılma oranı (Rasmous ve Netmieks, 1980)
- t : Zaman
- T : Ortam sıcaklığı
- U : C/C_o
- v : Kolon içindeki akışkan hızı
- V_f : Kolon girişindeki akışkan hızı
- V_m : Buharlaşan sıvının molar buhar hacmi
- V : Adsorbsiyon düzleminin ilerleme hızı
- X : Kolon uzunluğu parametresi (Rosen, 1954)
- X : Adsorblanmış maddenin kutlesi veya hacmi (Üneri, 1969)

- X_s : Pellet yüzeyindeki adsorblanan derişimi
 y : Temas zaman parametresi
 Z : Kolon boyu (cm)
 Z_s : s anındaki kolon yüksekliđi
 ϵ : Gözenek kesri
 γ : Film direnci parametresi
 θ : Yüzey gerilimi açısı
 θ_B : B anındaki zaman
 θ_m : Hall sabiti
 θ_s : s anındaki zaman
 λ : İntegral deđişkeni
 μ : Viskozite
 ρ : Akışkan yoğunluđu
 ρ_g : Katı görünür yoğunluğu
 ρ_{ger} : Katı gerçek yoğunluğu

ABSTRACT

Silikajel dolgulu kolonda havanın kurutulmasına etki eden faktörler incelenmiştir. Bu faktörler silikajel tipi hava debisi, kolon yüksekliği ve tanecik çapıdır. Hesaplanan kullanılmayan Kolon boyu (LUB) artan kolon yüksekliğinin artan hava debisi ile arttığı çok küçük tane çapları için azaldığı bulunmuştur.

Yapılan bu çalışma ile jelleşme pH'ı 1-2 arasında olan silikajellerin dolgulu kolonda kullanılmaya en uygun silikajel olduğu göstermiştir.

ABSTRACT

The effect of air flow rate, the packing height, particle size and the type of silicagel on the breakthrough curves for drying air in a silicagel packed column were studied. Length of unused bed (LUB) was determined and increased with increased flow rate and packing height; decreased for very small particle size.

In this work it is found that the silicagels prepared with gellation pH between 1-2 are the best silicagels which can be used in packed bed.

I. GİRİŞ

Sabit yataklı adsorbsiyon sistemleri araştırma konusu olmuş ve olmaya devam etmektedir. Bu çalışmada adsorbent olarak, Türkiye'de her geçen gün önemi artan silikajel kullanılmıştır. Bilindiği gibi silikajel yapısını etkileyen en önemli faktör jelleşme pH'dır. Bu nedenle çeşitli pH'larda hazırlanmış silikajellerin nem tutma özelliklerini incelemek için sabit yataklı adsorbsiyon düzeneği kurularak çeşitli deneyler yapılmıştır.

Bu deneylerde çeşitli parametreler incelenmiştir. Bunlar da silikajel tipi, giriş hava hızı, tanecik çapı, kolon yüksekliği ve bununla ilgili kullanılmayan kolon boyudur. Yapılan deneylerin sonuçlarını irdelemek için her deneye ait olan çıkış dalgası (salıverme eğrisi) çizilmiştir. Çıkış dalgalarını teorik olarak çizebilmek için bazı verilerin saptanması gerekmektedir. Örneğin; gözenek hacmi, yoğunluk, difüzyon katsayısı, kütle aktarım katsayısı, denge katsayısı ve elek analizleri ve onlarla ilgili hesaplar yapılmıştır.

Sabit yataklı adsorbsiyon sistemlerinde çeşitli teorik çalışmalar sürdürülmüştür. Çeşitli modeller ve çözüm yöntemleri incelenmiştir. Rosen'e(1954) ait olan bir modelin yaklaşık çözümünden yararlanarak, çıkış dalgaları çıkarılıp deneysel çıkış dalgalarıyla karşılaştırılmıştır.

I.1. Adsorbsiyon

Adsorbsiyon bir sıvı veya gaz fazında bulunan bir veya daha fazla komponentin katı bir yüzey üzerinde fiziksel olarak tutulmasıdır. Dolayısıyla kütle transferi akışkan fazından katı fazına doğrudur.

Adsorbsiyon olayı katı yüzeyindeki moleküllerarası kuvvetlerin denkleşmemiş olmasından dolayı, akışkan içindeki moleküllerle etkileşmesi sonucu meydana gelir. Fiziksel adsorbsiyonda rol oynayan kuvvetler, katı ve sıvılarda kohezyonu meydana getiren kuvvetler ile gerçek gaz molekülleri arasındaki kuvvetler cinsindedir. Bu tür adsorbsiyonda, adsorbent ve adsorblanan maddenin nitelikleri değişmez ve adsorblanan madde adsorbentten ayrıldığında (örneğin, ısıtılarak), tekrar eski haline döner. Eğer katı ile adsorblanan madde arasında kimyasal bir bağ oluşuyorsa, bu tür adsorbsiyona kimyasal adsorbsiyon veya kemisorbsiyon adı verilir.

Adsorbsiyon ısı veren (exotermik), adsorbsiyonun tersi olan desorbsiyon ısı alan (endotermik) bir olaydır. Adsorbsiyon ısı, adsorbent ile adsorblanan moleküller arasında etkileşimi meydana getiren kuvvetlerin büyüklüğünün bir göstergesi olarak kabul edilebilir. Bir adsorbent bir karışım ile temas ettirildiğinde, karışımı meydana getiren değişik türdeki moleküllerin adsorbsiyon enerjilerine bağlı olarak, adsorbent üzerindeki derişimleri farklı olur. Adsorbsiyon ile ayırma bu özellikten yararlanarak gazların gazlardan, sıvıların sıvılardan ve çözünenlerin çözeltilerden ayrılmasını içerir. Adsorbsiyon temel işlemi hem bir akışkanın istenmeyen bir bileşeninden arıtılmasında, hemde akışkan içindeki değerli bir bileşenin geri kazanılmasında kullanılır.

Adsorbsiyon işlemi ya kararlı hal şartlarında sürekli temaslı adsorbsiyon cihazlarında, ya da kararsız hal şartlarında sabit yataklı adsorbsiyon cihazlarında yapılır. Gazlardan çözücü buharlarının geri kazanılmasında, gaz maskelerinde havanın saflaştırılmasında gazların ve sıvıların tutulmasında, mineral ve bitkisel yağların agartılmasında ve sıvı

çözeltilerden değerli bileşenlerin ayrılmasında sabit yataklı adsorbsiyon cihazları kullanılır (Yoldaş, 1985).

I.2. Adsorbsiyon İzotermi

En çok kullanılan izotermeler aşağıda kısaca anlatılmıştır.

I.2.1. Freundlich izotermi

$$\frac{X}{m} = kP^{1/n} \quad \text{veya} \quad \frac{X}{m} = kC^{1/n} \dots\dots\dots-1-$$

Bu denklem sabit sıcaklıkta gaz ve çözünmüş maddelerin adsorbsiyonu için kullanılır. Burada

C : Adsorblanan maddenin konsantrasyonu (sıvı fazda)

P : Adsorblanan maddenin basıncı (gaz fazında)

X : Adsorblanmış maddenin kütlesi veya hacmi

m : Adsorbent kütlesini gösterir

k ve n herbir sıcaklık, adsorblanan madde ve adsorbent için deneyle tayin edilen sabitlerdir.

I.2.2. Langmuir Bağıntısı

Ampirik bir bağlantı olarak Freundlich denklemini faydalıdır. Fakat daha elverişli bir denklem Langmuir tarafından verilmiştir. Langmuir'e göre bir katı üzerinde adsorblanan gaz tabakasının kalınlığı en fazla monomoleküller, bir tabakalı olabilir. Adsorbsiyonda birbirine zıt iki etki vardır, Gaz fazındaki moleküllerin yüzeyde tutulması ve yüzeyde tutulan moleküllerin tekrar gaz fazına dönmesi. Adsorbsiyon ilk başladığında yüzeye çarpan her molekül yüzeyde tutunabilir. Fakat adsorbsiyon ilerledikçe ancak yüzeyin örtülmemiş kısmına çarpan moleküller adsorbe edilebilir. Yani başlangıçta adsorbsiyon hızı büyüktür, fakat adsorbsiyona elverişli kısmın yüzeyi küçüldükçe hız da küçülür. Diğer taraftan termik hareketlerle adsorblanmış moleküller gaz fazına geri dönebilirler. Bu adsorbsiyon hızı ise moleküller tarafından örtülmüş bulunan yüzeyin büyüklüğüne bağlıdır ve yüzeyin ne kadar geniş bir kısmı örtülürse adsorbsiyon hızı da o kadar artar. Bu bilgilerden yararlanarak Langmuir bağlantısını şöyle ifade etmiştir.

$$\frac{X}{m} = \frac{a b P}{1+bP} \dots\dots\dots-2-$$

$$\text{veya } \frac{P}{X/m} = \frac{1}{ab} + \frac{P}{a} \dots\dots\dots-3-$$

Burada a ve b deneysel sabitlerdir.

I.2.3. B.E.T. Bağıntısı:

Langmuir bağıntısı ancak monomoleküler adsorpsiyonlara uygulanabilir. Multimoleküler, çok tabakalı adsorpsiyon, Brunauer, Emmet ve Teller tarafından verilmiş olan ve B.E.T. denklemleri olarak anılan aşağıdaki bağıntı ile ifade edilmiştir.

$$\frac{P}{X/m (P_0-P)} = \frac{1}{ah} + \frac{(h-1) P}{ah P_0} \dots\dots\dots-4-$$

Burada,

P : buhar basıncı

P₀: buharın doymuluk basıncı

a ve b : sabitler (Üneri,1969) dir.

I.3. Adsorpsiyon İzotermelerinin Sınıflandırılması

Adsorpsiyon izotermeleri çok farklı şekiller almaktadır. Çeşitli adsorbentlere göre binlerce izoterm bulunmaktadır. Kolaylaştırmak için bazı sınıflandırmalar yapılmıştır, bunlardan en önemlileri :

1.3.1. Lee ve Weber Sınıflandırması

Adsorbende göre izotermeler 4 sınıfta toplanmıştır. Bu izotermeler Şekil 1 de gösterilmiştir(Lee ve Weber, 1969).

1.3.2. Hall sınıflandırması (1966)

İzoterm adsorbende göre çeşitli şekiller almaktadır, bunlar da dört sınıfta toplanabilir. Doğrusal, istenmeyen, istenen ve çok istenen izotermelerden ibarettir. Langmuir ifadesini şöyle yazmak mümkündür:

$$q = \frac{Q_m dC}{1+dC} \dots\dots\dots-5-$$

Burada

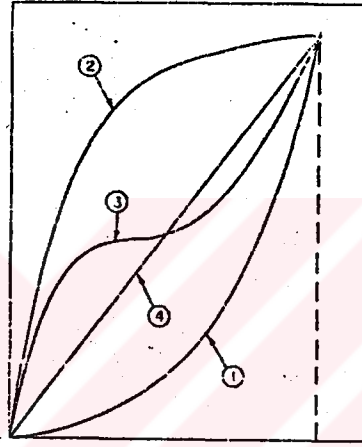
Q_m ve d birer sabit

q : adsorblanmış durumdaki konsantrasyon ($\frac{\text{gr mol adsorbent}}{\text{cm}^3 \text{ pelet}}$)

C : akışkan fazı konsantrasyonu ($\frac{\text{gr mol adsorblanan}}{\text{cm}^3 \text{ akışkan}}$)

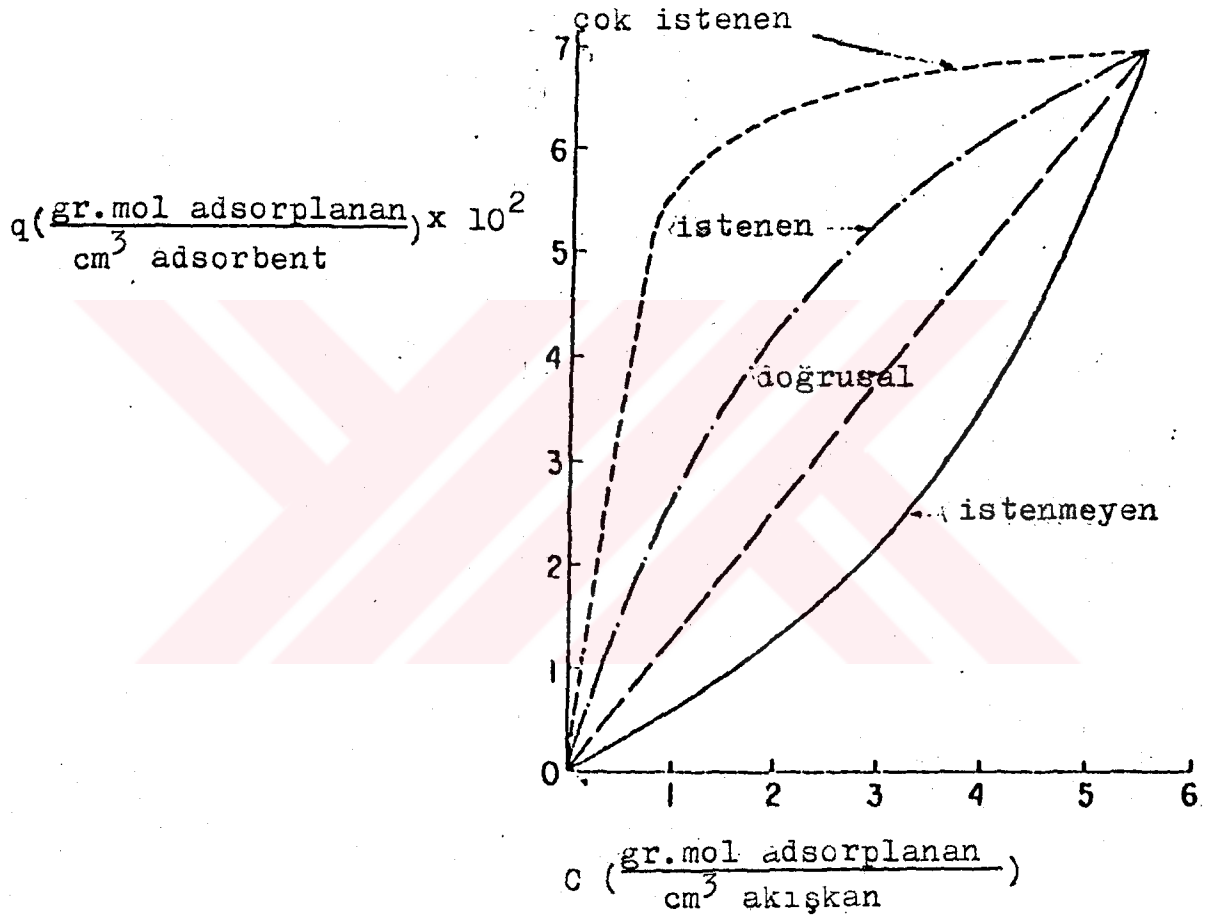
Hall Langmuir ifadesini boyutsuzlaştırıp farklı 4 izoterm elde etmiştir, izotermeler Şekil 2 de görülmektedir.

$\frac{\text{lb mol adsorplanan}}{\text{lb silikajel}}$



Kısmi basınç

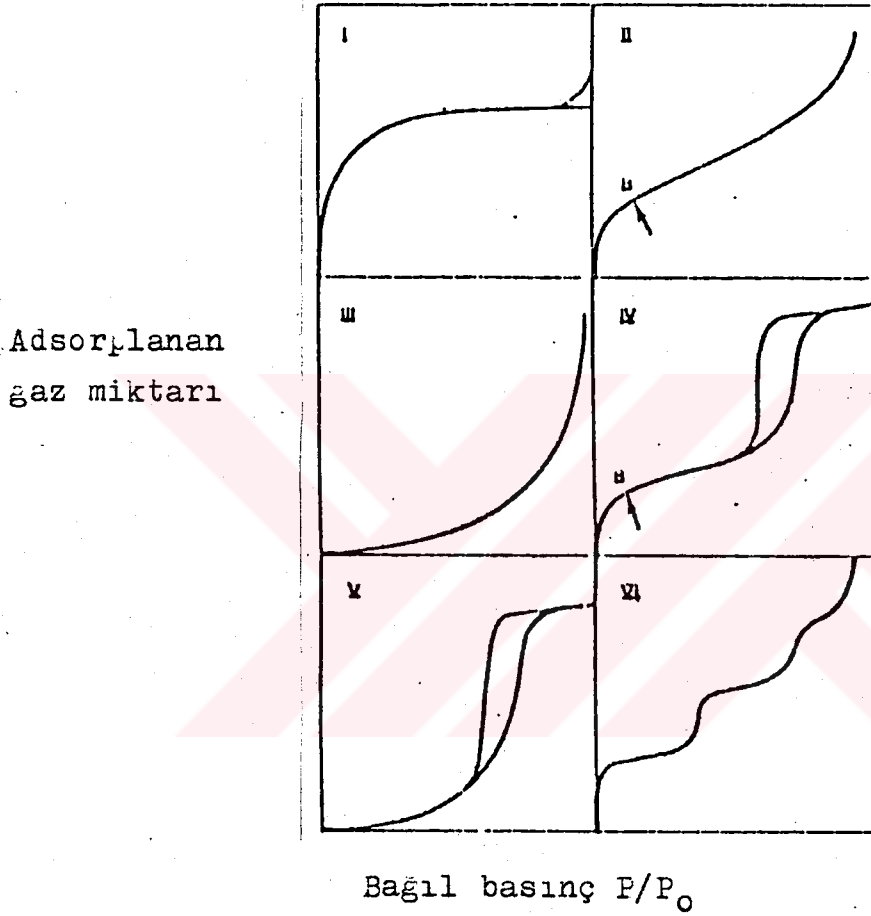
Şekil 1: Lee ve Weber(1969)'e göre izoterm sınıflandırması.



Şekil 2 Hall izoterm sınıflandırması (Weber ve Chacravorti, 1979).

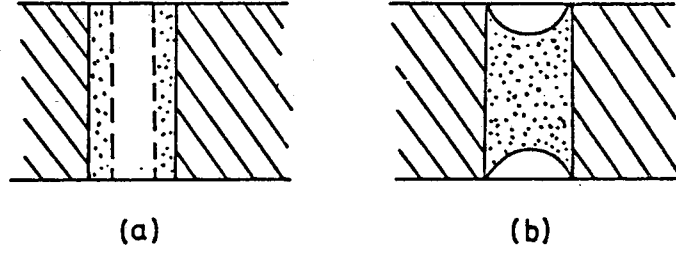
I.3.3. Brunauer sınıflandırması

Şekil 3'te görülen izoterm türleri 6 sınıfta toplanmıştır. IV ve V izoterm türlerinde görüldüğü gibi histeresis döngüleri (histeresisiz loop) meydana gelmektedir.



Şekil 3 : Brunauer izoterm sınıflandırması (Greg ve Sing, 1982)

Bunlar desorpsiyon durumunda ortaya çıkar. Bu konuda çeşitli yorumlar yapılmıştır. Şekil 4'te görüldüğü gibi adsorpsiyonda gözenekler radyal yönde dolmakta, desorpsiyonda ise gözenekler aksenal yönde boşalmaktadır.

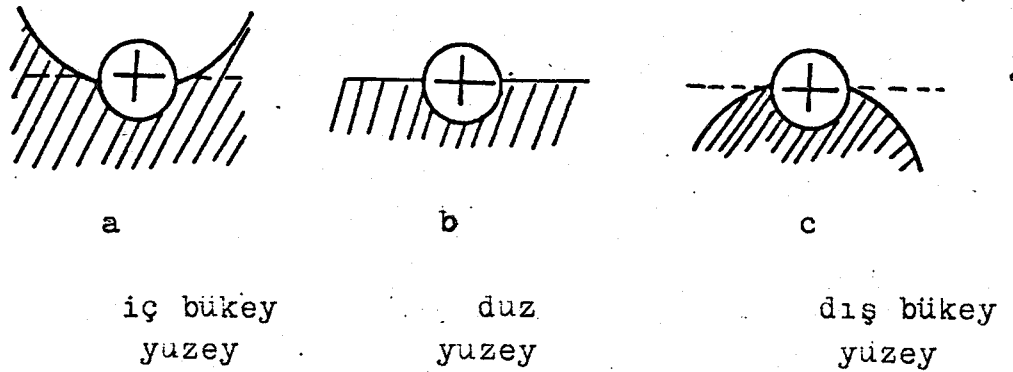


Şekil 4 : (a) Adsorbsiyon durumundaki gözenek radyal dolması

(b) Desorpsiyon durumundaki gözeneğin aksenal yönde dolması

Bu nedenle desorpsiyon izotermelerinde gecikme meydana gelmektedir. Bu olayı daha iyi bir şekilde kavramak için kapiler teorisi açıklanacaktır.

Kapiler kondenzasyonu : Bir damlanın yüzeyi gibi dış bükey yüzeylerin düz yüzeylerden daha yüksek bir buhar basıncına, iyi ıslanan bir kapilerde olduğu gibi iç bükey yüzeylerin ise daha alçak bir buhar basıncına sahip olduğu bilinmektedir. Bu olay moleküler görüşle Şekil 5'te açıklanmaktadır.



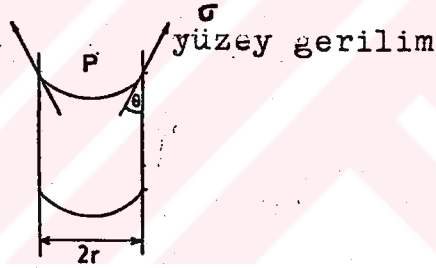
Şekil 5 : Buhar basıncı ile yüzey gerilim ilişkisi

Şekil 5'te görüldüğü gibi iç bükey yüzeydeki bir molekül (a) komşu moleküller tarafından düz (b) veya dış bükey (c) yüzeye nazaran daha iyi sarılır. İç bükey yüzeydeki bir

molekülün komşuları tarafından iyi tutulması sonucu buharlaşmaya karşı eğilimi az ve dolayısıyla buhar basıncı (a) da (b) ve (c) ye nazaran daha düşük olur. (a) dan (c) ye gidildikçe buhar basıncı büyür. Buhar basıncı ile yüzey gerilimi arasındaki bağıntı Kelvin tarafından verilmiştir (Ruthven, 1984).

Kapilerde buhar basıncının düşük olmasından ötürü eğer adsorblayıcı yüzey yarıklar ve kapillerler içeriyorsa adsorbsiyon olayı önemli olur. Zira yüzey adsorblanmış bir molekülün etrafını kuşatmak eğilimi gösterir, bu etki birbirini izleyen molekül tabakalarının meydana gelmesine sebep olarak kapillerlerin dolması ve iç bükey yüzeyler vermesi ile sonuçlanır, buna kapiler kondenzasyonu denir.

Kelvin denklemi : Kapiler kondenzasyonu açıklayan denklemdir (Ruthven, 1984).



Şekil 6 : Silindirik şekilde gözenekteki yüzey gerilimi

Kelvin gözenek şeklini silindirik olarak kabul edip şu ifadeyi türetmiştir.

$$\frac{P}{P_s} = \exp\left(\frac{-2\sigma V_m \cos \theta}{r R T}\right) \dots \dots \dots -6-$$

Burada

- P : Buhar basıncı
- P_s : Doymuş buhar basıncı
- σ : Sıvının yüzey gerilimi
- θ : Yüzey gerilim açısı

V_m : Buharlaşan sıvının molar hacmi
 r : Silindir çapı
 R : Gaz sabiti
 T : Ortam sıcaklığı
dır.

Şekil 4-a'ya göre gözenek radyal yönde dolarak silindir için Kelvin denklemi şöyle yazılabilir. ($\theta = 0$)

$$\frac{P}{P_s} = \exp \left(\frac{-\sigma V_m}{r R T} \right) \dots\dots\dots-7-$$

Şekil 4-b ye göre gözenek aksenal olarak yarım küre şeklinde boşalmaktadır. Kelvin denkleminde şu ifade türetilebilir

$$\left(\frac{P_a}{P_s} \right)^2 = \frac{P_d}{P_s} \dots\dots\dots-8-$$

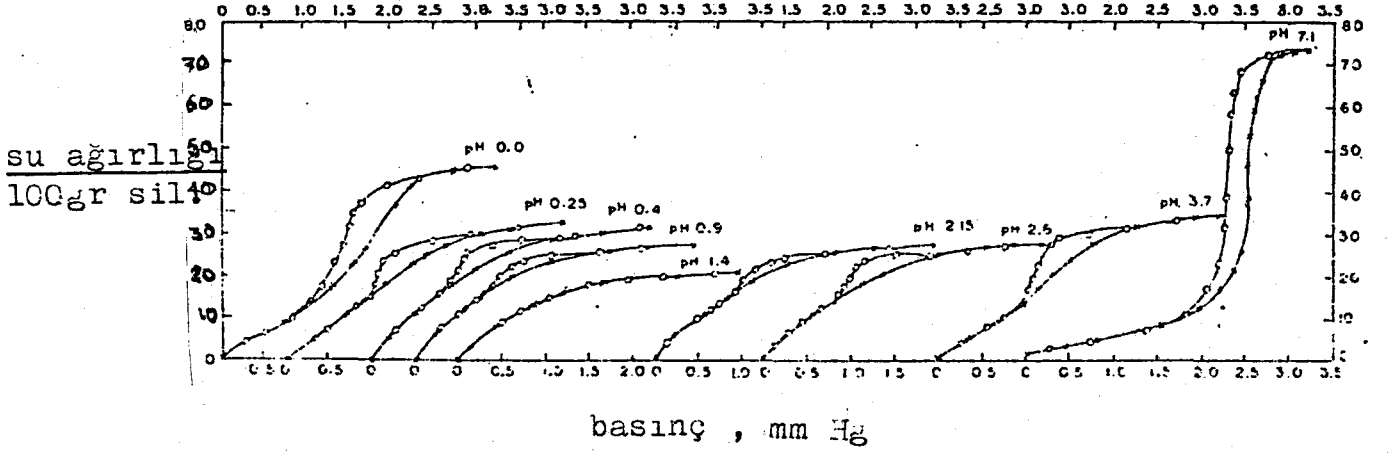
P_a, P_s adsorpsiyon ve desorpsiyon buhar basınçlarıdır. Bu ifadeden $P_a > P_d$ olduğundan desorpsiyonda buharlaşan sıvı miktarı adsorpsiyona nazaran daha az olduğu anlaşılmaktadır. Böylece desorpsiyon izotermelerindeki gecikme nedeni izah edilmektedir.

Genellikle kapiler kondenzasyonu küçük gözenekli adsorbentlerde meydana gelmektedir.

I.4. Adsorbsiyon Ve Desorpsiyon İzotermlerine pH'ın Etkisi

Rao ve Nayar(1978) farklı jelleşme pH'larında hazırlanmış silikajellere su buharı adsorbsiyonunu incelemişler. Şekil 7'de bu silikajellerin adsorbsiyon izotermeleri görülmektedir. 0.4 ve 0.9 pH değerlerinde adsorbsiyon ve desorpsiyon izotermelerinde hemen hemen farklılık gözlenmemektedir. Bu demektirki farklı jelleşme pH'larında aynı izotermelere sahip silikajeller meydana gelebilmektedir. 1.4 pH değeri hariç bütün izotermelerde histerezis olayı vardır(Rao ve Nayar, 1978)

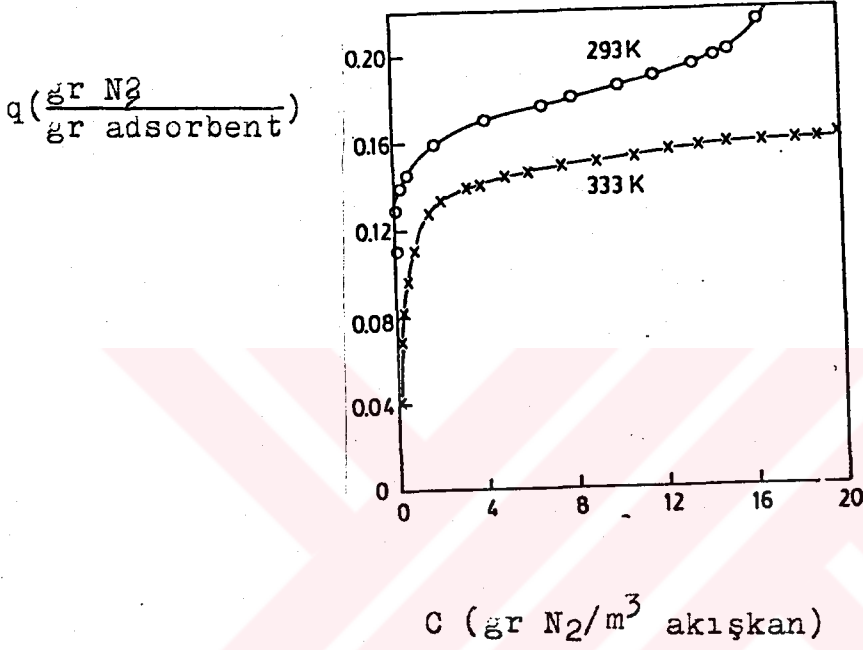
PH 1.4'te silikajellerin yalnızca mikro gözeneklere sahip olduğunu belirtmiştir.



Şekil 7 : Farklı pH'larda adsorpsiyon ve desorpsiyon izoterm-leri

I.5. Adsorbsiyon İzotermine Sıcaklığın Etkisi

Şekil 8'de görüldüğü gibi sıcaklık artarsa tutulan madde miktarı azalmaktadır (Ruthven, 1984).



Şekil 8 : Tutulan N₂ miktarına sıcaklığın etkisi

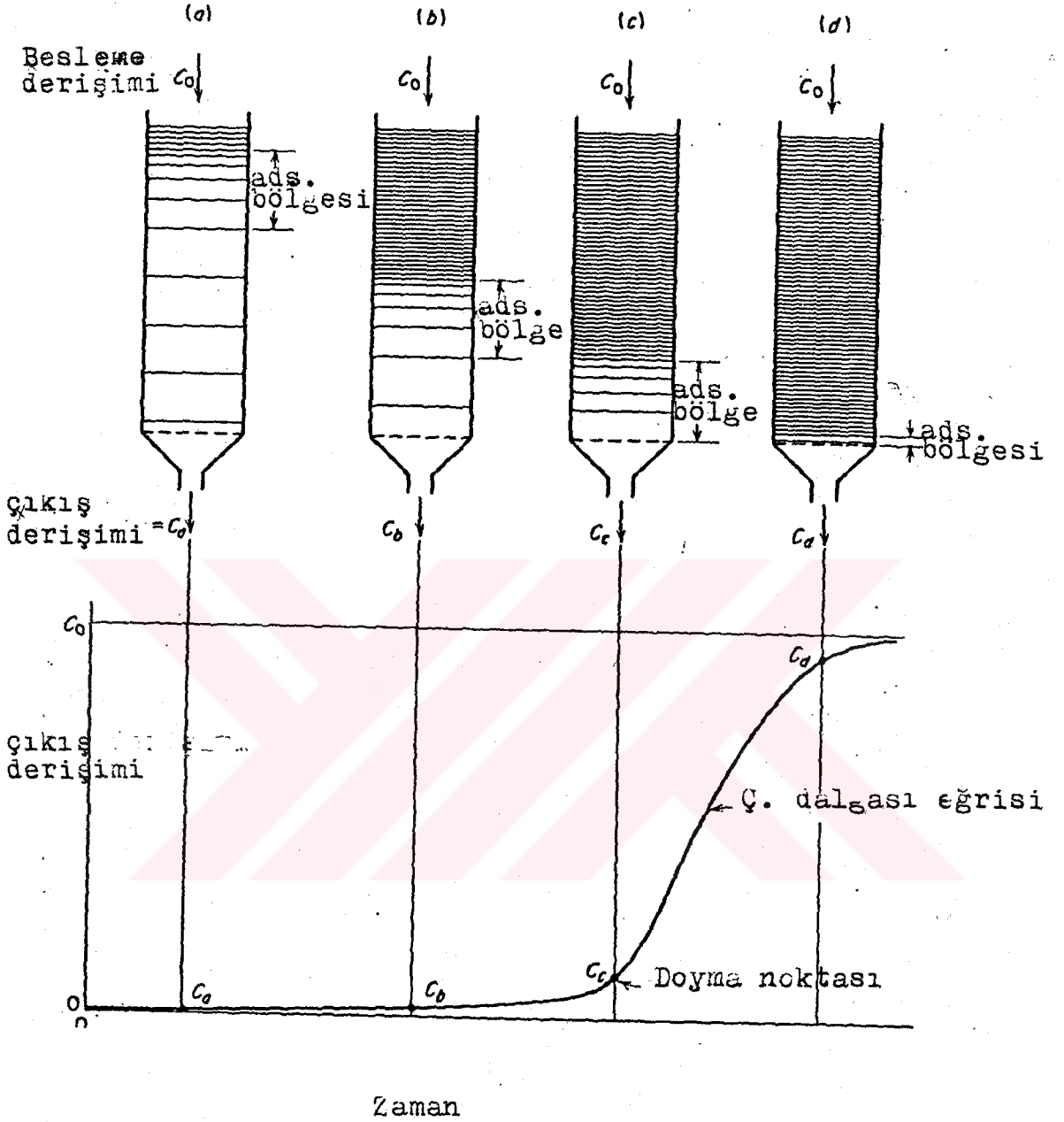
I.6. Adsorbsiyon Dalgası (Salıverme eğrisi)

C₀ derişiminde bir bileşen kuvvetle adsorplanan ikili bir akışkan karışımı, adsorplayıcı katı ile dolgulu bir kolonun üst ucundan sürekli olarak gönderildiğinde, yüksek derişimde akışkan ile karşıla an üstteki dolgu maddesi hızla ve etkin bir şekilde adsorblanacak bileşeni tutar. Çözeltide kalan az miktarda çözünen ise, kolonun alt kısımlarında tamamen tutulur. Dolgu yatağının üst kısmı hemen hemen doymuş durumdadır.

Adsorpsiyonun büyük bir kısmı Şekil 9'da görüldüğü gibi

derişimin hızla deęiřtięi adsorbsiyon bölgesinde yer alır. Kolonun altından çıkan gazın derişimi C_a sifıra yakındır. Çözelti akmaya devam ettikçe adsorbsiyon bölgesi bir dalga şeklinde ařaęıya doğru hareket eder. Őekil 9-b`de olduęu gibi kolonun hemen hemen yarısı doymuř olduęu halde çıkıř gazının derişimi C_b hala sifıra yakındır. Őekil 9-c`de adsorbsiyon bölgesinin üst ucu kolonun alt ucuna geldięinde çıkıř gazının derişimibirden C_c gibi bir değere yükselir. Sistem doyma noktasına (break point) eriřmiřtir. Çıkıř gazının derişimi adsorbsiyon bölgesi kolonun altından çıkarken hızla yükselir ve sonunda hemen hemen bařlangıç değeri C_0 `a ulařır. Çıkıř gazının derişiminin zamana göre deęiřimini gösteren eğrinin C_c ve C_d arasında kalan kısmına kolon çıkıř dalgası ve ya salıverme eğrisi (Breakthrough) adı verilir. Çözelti akmaya devam ederse, tüm kolon, giren çözelti ile hemen hemen dengede olduğundan çok az bir adsorbsiyon daha olur.

Çıkıř dalgasının Őekli ve görünüş zamanı sabit yataęın iřletilme Őartlarına baęlıdır.



Şekil 9 : Adsorbsiyon bölgesinin kolon boyunca ilerleyişi ve kolon çıkış dalgası

I.7. Çıkış Dalgası Özellikleri

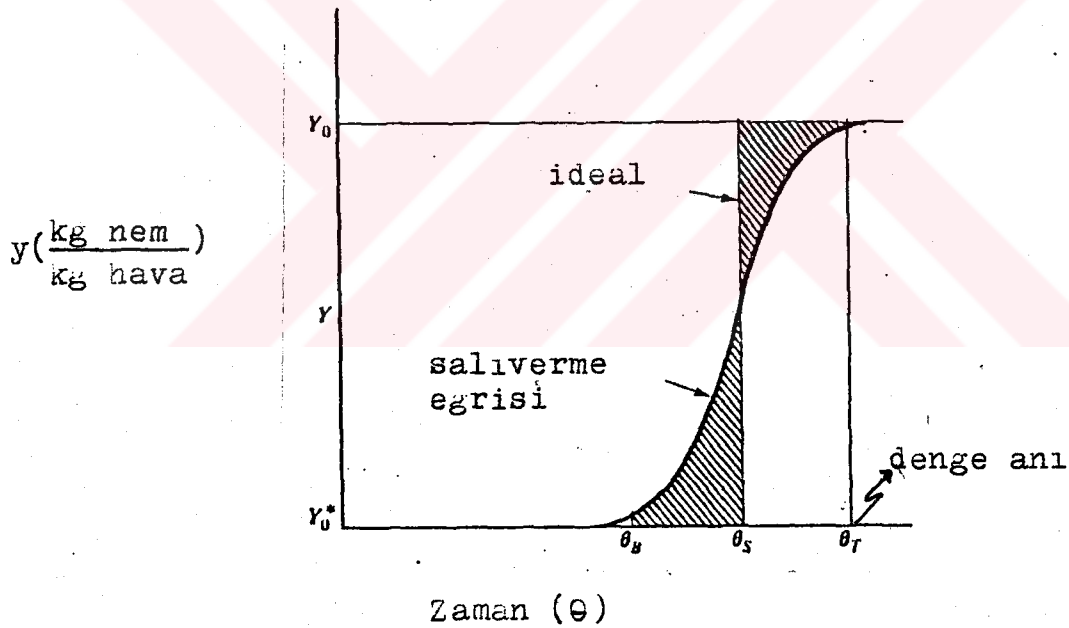
- 1- Çıkış dalgası genellikle S şeklindedir. Bazen dik, bazen düz, bazen eğilmiş olarak gözlenir.
- 2- Eğer adsorpsiyon süreci sonsuz derecede hızlı olsaydı adsorpsiyon dalgası bir doğru olarak görülürdü.
- 3- Adsorpsiyon prosesinin gerçek hızı ve mekanizması,

adsorpsiyon dengesinin doğası akışkan hızı, beslemede bulunan çözünen derişimi ve adsorplayıcı yatağın uzunluğu (özellikle beslemedeki çözünen derişimi yüksekse) adsorpsiyon dalgasının şeklini etkiler. Bazı sistemlerde çıkış noktası belirgin olarak gözlenir, bazılarında ise belirsizdir.

Çıkış zamanı genellikle azalan yatak boyu, artan dolgu maddesi tanecik boyutu, akışkanın yataktan akış hızının artması ve giren akışkanın derişiminin artışı ile azalır.

Yeni proseslerin tasarımı için proseste karşılaşılabilecek şartlara benzer şartlarda çıkış zamanı ve çıkış dalgasının saptanması gerekir(Treyball,1980).

I.8. Kullanılmayan Kolon Boyu



Şekil 10 : Sonsuz kütle transferi hızında çıkış dalgası eğrisi

Kütle transfer hızının sonsuz büyük olduğu düşünülürse çıkış dalgası θ_S anında bir dikey çizgiye eşit olur. θ_S şekil 10 daki taralı alanların eşitlenmesiyle bulunur(Treyball, 1980).

Adsorpsiyon bölgesi idealize olarak bir düzleme indirgenir. Bu düzlem denge derişimindeki Z_S kadar yukarıdadır.

Z - Z_s ise kullanılmayan kolon boyu LUB dir. Çıkış noktasında yatak uzunluğu, LUB ile giriş gazı ile dengede bulunan katıyı içeren kolon yüksekliğinin toplamıdır. V adsorpsiyon düzleminin ilerleme hızı, Z kolon yüksekliği ise;

$$Z_s = v\theta_B (\theta_B \text{ anında}) \dots\dots\dots-9-$$

θ_B çıkış dalgasının başlangıç noktası

$$Z = v\theta_s (\theta_s \text{ anında}) \dots\dots\dots-10-$$

$$\text{LUB} = Z - Z_s = v(\theta_s - \theta_B) = \frac{Z}{\theta_s} (\theta_s - \theta_B) \dots\dots\dots-11-$$

1.9. Salıverme Egrilerinin Teorik Hesabı

Dolgulu yataklı tutunma sistemlerinin geniş uygulama alanlarının bulunması, bu sistemlerin performansının belirlenmesi gereğini doğurmuş ve konu birçok araştırmacının ilgi konusu olmuş, üzerinde çeşitli teorik çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmaların en önemlileri aşağıda kısaca anlatılmıştır.

1.9.1 Rosen'in çözümü:

Film ve tanecik içi dirençlerinin önemli olduğu dinamik lineer tutunma problemi ilk defa Rosen (1954) tarafından çözülmüştür.

Rosen difüzyon denklemlerini şöyle çıkarmıştır;

a- Tanecik içinde difüzyon :

$$\frac{\partial q}{\partial t} = \frac{D}{r^2} \frac{\partial}{\partial r} \left(r^2 \frac{\partial q}{\partial r} \right) \dots\dots\dots-12-$$

b- Akışkan fazındaki difüzyon :

$$v \frac{\partial c}{\partial z} + \frac{\partial c}{\partial t} = - \frac{3h}{mb} (c - q_s/K) \dots\dots\dots-13-$$

c- Akışkan ve tanecik yüzeyi arasındaki bağıntı:

$$D \frac{\partial q}{\partial r} \Big|_{r=b} = h(c - q_s/K) \dots\dots\dots-14-$$

Burada

- q : Tanecik içinde adsorblananın konsantrasyonu (gr mol adsorblanan / cm³ pellet)
- t : Zaman (sn)
- D : Etkin difüzyon katsayısı (cm²/sn)
- r : Tanecik çapı (cm)
- V : Kolon içindeki akışkan hızı (cm/s)
- c : Akışkanın konsantrasyonu (gr mol adsorblanan/cm³ akışkan)
- h : Kütle aktarım katsayısı (cm/sn)
- q_s : Tanecik yüzeyindeki adsorblananın konsantrasyonu (gr mol adsorblanan/gr kuru katı)
- K : Lineer izoterme ait denge sabiti (cm³ hava/cm³ pellet)
- m : Boşluk hacim oranı (cm³ dış boşluk/cm³ pellet)

Rosen, izotermin lineer olduğunu kabul edip, probleme nümerik integrasyona uygun, sonsuz integral şeklinde bir tam çözüm ve tam çözüme kapalı trigonometrik ifadeler şeklinde yaklaşık bir çözüm getirmiştir.

Rosen büyük X değerleri için şöyle yaklaşık bir çözüm vermiştir;

$$U = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\frac{3y}{2x} - 1}{2\sqrt{\frac{1+5y}{5X}}} \right) \right] \quad \text{.....-15-}$$

Burada:

- $U = \frac{C}{C_0}$ C₀ : Kolon girişindeki akışkanın konsantrasyonu
($\frac{\text{gr mol adsorblanan}}{\text{cm}^3 \text{ akışkan}}$)
- C : Kolon çıkışındaki akışkanın konsantrasyonu
($\frac{\text{gr mol adsorblanan}}{\text{cm}^3 \text{ akışkan}}$)

$y = 2D(t-z/v)/b^2$, temas zamanı parametresi(birimsiz)...-16-

$X = 3kDz/mvb^2$, kolon uzunluğu parametresi(birimsiz)...-17-

$\gamma = 3DkR_f/b^2$, film direnci parametresi(birimsiz)...-18-

$R_f = b/3h$, etkin yüzey film direnci (sn)...-19-

$\gamma/X=0$ durumunda film direnci ihmal edilir, sistemi sadece Katı(tanecik) difüzyonu kontrol etmektedir. Buna göre denklem (15) şöyle ifade edilebilir.

$$U = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\frac{3y}{2x} - 1}{2/\sqrt{5X}} \right) \right] \dots\dots\dots-20-$$

$\gamma/X = \text{sabit}$ > 0 durumunda yüzey film difüzyonu göz önüne alınmalıdır, ve denklem (15) şu şekli almaktadır.

$$U = \frac{1}{2} \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\frac{3y}{2x} - 1}{2\sqrt{\gamma/X}} \right) \right] \dots\dots\dots-21-$$

I.9.2. Rasmuson ve Neretnieks'in Çözümü

Rasmuson ve Neretnieks(1980) Rosen modelindeki difüzyon denklemlerini inceleyerek tam analitik çözüm vermişlerdir, tek fark bu modelde eksenel dağılımı göz önüne almışlardır. Büyük değerdeki peklet sayıları için Rasmuson ve Neretnieks (1980) aşağıdaki analitik çözümü vermişlerdir; Integral ifadesi kompleks olduğundan integral özel nümerik yöntemlerle çözmüşlerdir.

$$U(z,t) = \frac{1}{2} + \frac{2}{\pi} \int_0^{\infty} \exp \left[-\delta H_1 + \frac{\delta^2}{Pe} \left(\frac{4}{q} \frac{\lambda^4}{R^2} + \frac{4}{3} \frac{\lambda^2 H_2}{R} + H_2^2 - H_1^2 \right) \right]$$

$$\sin \left[\sigma \theta \lambda^2 - \delta H_2 + \frac{2\delta^2}{Pe} \left(\frac{2}{3} \frac{\lambda^2 H_1}{R} + H_1 H_2 \right) \right] \frac{d\lambda}{\lambda} \dots\dots\dots-22-$$

Burada

$$H_1(\lambda, \gamma) = \frac{H_{D1} + \gamma(H_{D1}^2 + H_{D2}^2)}{(1 + \gamma H_{D1})^2 + (\gamma H_{D2})^2} \dots\dots\dots-23-$$

$$H_2(\lambda, \gamma) = \frac{H_{D_2}}{(1 + \gamma H_{D_1}) + (\gamma H_{D_2})^2} \dots\dots\dots-24-$$

$$H_{D_1}(\lambda) = \lambda \left(\frac{\sinh 2\lambda + \sin 2\lambda}{\cosh 2\lambda - \cos 2\lambda} \right) - 1 \dots\dots\dots-25-$$

$$H_{D_2}(\lambda) = \lambda \left(\frac{\sinh 2\lambda - \sin 2\lambda}{\cosh 2\lambda - \cos 2\lambda} \right) \dots\dots\dots-26-$$

$$\zeta = \frac{\gamma Z}{mV} \text{ kolon boyu parametresi} \dots\dots\dots-27-$$

$$R = \frac{K}{m} \text{ dağılma oranı} \dots\dots\dots-28-$$

$$Pe = \frac{ZV}{D_L} \text{ peklet sayısı} \dots\dots\dots-29-$$

$$\gamma = \sigma t \text{ temas zamanı parametresi} \dots\dots\dots-30-$$

$$\gamma = 3D_S K / b^2 (\text{sn}^{-1}) \dots\dots\dots-31-$$

K : hacim denge sabiti (m^3 adsorblanan/ m^3 katı)

D_L : Eksenel dağılma katsayısı (cm^2/sn)

I.9.3 Lee ve Weber modeli ve çözümü

Lee ve Weber(1969) nümerik olarak kolon çıkış dalgasını hesaplamıştır.

Bu modelin Rosen'inkinden farkı, kolon içindeki hız değişkendir ve herhangi izoterm şekline çözüm yapılabilir. Model denklemleri aşağıda basitleştirilmiştir(1969).

$$\left(\frac{dy}{dt} \right)_1 = - \frac{B_1}{\rho} (y - X_s) \dots\dots\dots-32-$$

$$\frac{\partial^2 n}{\partial R^2} = C_1 \frac{\partial n}{\partial t} \dots\dots\dots-33-$$

$$V = \frac{V_f (1 - y_f)}{(1 - y)} \dots\dots\dots-34-$$

$$\frac{\partial n}{\partial R} \Big|_{R=1} - n_s = \frac{r_o K_f}{D \rho} (y - n_s) \dots\dots\dots-35-$$

Burada

y : Akışkanın konsantrasyonu(mol adsorblanan/mol akışkan)

B₁: Sabit

ρ : Akışkandaki adsorblananın yoğunluğu (lb mol/ft³)

X_s: Pelet yüzeyindeki adsorblanan konsantrasyonu (mol adsorb-
lanan / mol katı)

r_o: Pelet çapı (ft)

r : Pelet çapındaki radyal yön (ft)

n : Rx, $R = \frac{r}{r_o}$

C₁: Sabit

v : Kolon içindeki akışkan hızı(ft/h)

v_f: Kolon girişindeki akışkan hızı(ft/h)

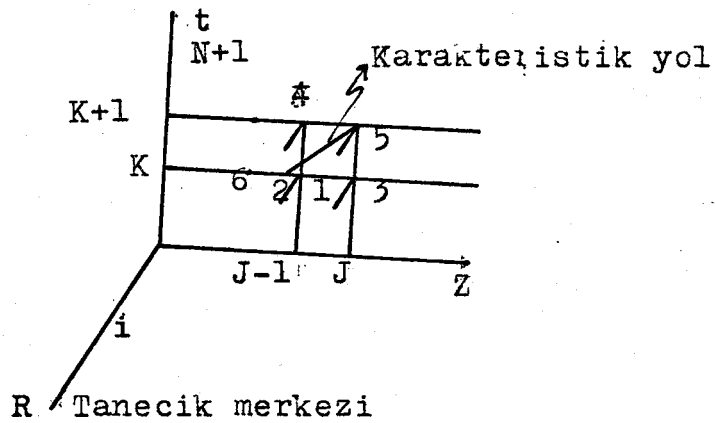
n_s: Pelet yüzeyindeki n değeri

K_f: Kütle transfer katsayısı(lb mol / ft³h)

D : Tanecik içinde difüzyon katsayısı

I : Karakteristik yol

Bu modelin çözümü aşağıdaki şekilde özetlenmiştir.



Şekil 11: Lee ve Weber'in nümerik çözümü

Yukarıdaki denklemlerden oluşan denklem sistemi şekil 11'de gösterildiği gibi nümerik olarak çözülmüştür. R koordinatı pellet içinde radyal pozisyon, başlangıç pellet merkezi, sonu pellet yüzeyidir. Z ve t koordinatları ise sırayla kolon içindeki aksenal pozisyon ve zamandır.

Çözüm en çok denklem (33) ile ilgilenmektedir. Çünkü bu denklem pellet içindeki difüzyonu izah eder. Bir ekplisit sonlu fark yöntemi kullanılmıştır, bunun yardımıyla, bir önceki zaman adımındaki n değerinden yararlanarak pellet içindeki n değerleri hesaplanmaktadır.

Nümerik çözüm adım adım Şekil 11'e bakılarak şöyle izah edilebilir: Başlangıçta R-Z alanında tüm değerler bilinmektedir, adsorbsiyon başlangıcında tüm konsantrasyonlar sıfırdır ve o andaki gazın hızı besleme hızına eşittir. Her zaman adımında, çözüm kolonun girişinden başlayıp aksenal olarak kolonun çıkışın doğru hareket etmektedir. Sonra ikinci zaman adımına hareket edip işlem tekrarlanır. Şekil 11'e bakıp 5. noktadaki değişkenlerin değerlerinin nasıl hesaplandığını görelim: K zaman adımındaki 6., 1. ve 3. noktaların değerleri bilinmektedir, önce 5. nokta ile ilgili tüm içerideki (pellet içinde) değerler ekplisit çözümden bulunmuştur. 32. denkleme göre 2. noktadaki değerlere (y,n) ihtiyaç olacaktır. 2. nokta bir önceki zaman adımı K ile 5. noktadan geçen karakteristik yol kesiminde yer almaktadır. 3. noktadaki hız, bu yolun eğimini hesaplamak için kullanılmaktadır. 2. noktadaki y ve n değerleri, 1. 3. ve 6. noktaların değerlerinin interpolasyonundan bulunmuştur. Sonra denklem 32'deki türevin değişkenleri 2. ve 5. nokta olarak temsil edilmektedir. Sonra denklem 32 ve 35 simültene olarak çözümlenip y ve n değerleri bulunur. En son denklem (34), 5. noktadaki hızı verir. 5. ve 3. noktalar sonra 4. ve 1. noktalar olacak ve K zaman adımı boyunca işlem devam edecektir. Sonra Z boyunca son zaman adımına kadar işlem devam edecektir.

İşlem sırasında şu kriterler göz önüne alınmaktadır.

$$\Delta t < \frac{2Pe(1-\epsilon)}{aA K_f} \dots\dots\dots-36-$$

$$\frac{\Delta Z}{v \Delta t} \leq 1 \dots\dots\dots-37-$$

a: Gözeeklilik

A: Adsorbendin dış yüzey alanı

I.9.4- Ortogonal Kollokasyon Metodu

Kollokasyon metodunda bilinmeyen çözüm Jacobi polinomları gibi bilinen keyfi katsayılı ortogonal polinomlar cinsinden açılır. Bu katsayılar daha sonra kollokasyon noktaları denilen ayrıcalı noktalarda çözümün diferansiyel denklemlerle karşılaştırılması suretiyle belirlenir. Bir gaz kromatograf kolonu için kollokasyon noktalarının en uygun sayısının kolon uzunluğu boyunca sekiz tanecik yarı çapı boyunca ise dört olduğu gösterilmiştir. Kollokasyon noktalarında bu sayıların ötesindeki herhangi bir artış çözümün doğruluğunu önemli ölçüde etkilemez(Gültop, 1985).

I.10. Kütle Aktarım Katsayısı

Çeşitli yöntemlerde bulunabilen bu katsayı aşağıdaki yaygın bir yöntemle hesaplanmaktadır. (Alpay,1984).

$$K_c = N_{sh} \frac{D_{AB}}{D_p} \dots\dots\dots-38-$$

$$N_{sh} = \frac{2.06}{\epsilon} (N_{Re})^{0.425} N_{sc}^{1/3} \dots\dots\dots-39-$$

$$N_{sc} = \frac{\mu}{\rho D_{AB}} \dots\dots\dots-40-$$

Burada:

K_c : Kütle aktarım katsayısı

N_{sh} : Sherwood sayısı

D_{AB} : Difüzyon katsayısı

D_p : Tanecik çapı

N_{Re} : Reynold sayısı

N_{sc} : Schmidt sayısı

ϵ : Porozite

μ : Viskozite

ρ :Yogunluk

dur.

I.11. Etkin Difüzyon Katsayısı

Katılarda difüzyon katsayısı aşağıdaki bağıntıdan yararlanılarak bulunmaktadır (Alpay, 1984).

$$Y = \frac{C_{At} - C_{A\infty}}{C_{A0} - C_{A\infty}} = f\left(\frac{D_A t}{a^2}\right) \dots\dots\dots-41-$$

Burada

- C_{At} : t anındaki katı konsantrasyonu
- $C_{A\infty}$: sonsuzdaki katı konsantrasyonu
- C_{A0} : başlangıçtaki katı konsantrasyonu
- D_A : difüzyon katsayısı
- t : zaman
- a : tanecik yarıçapı

Bu fonksiyonun çözümü grafik olarak Şekil 12'de görülmektedir.

I.12. Denge Katsayısı

Denge katsayısı tayininde Şekil 2'den yararlanmaktadır. Lineer izoterme ait olan aşağıdaki ifadenin K katsayısı (denge katsayısı) izoterm eğiminden bulunmaktadır.

$$q = K c \dots\dots\dots-42-$$

Burada

- q: Katı konsantrasyonu
- c: Akışkan konsantrasyonu

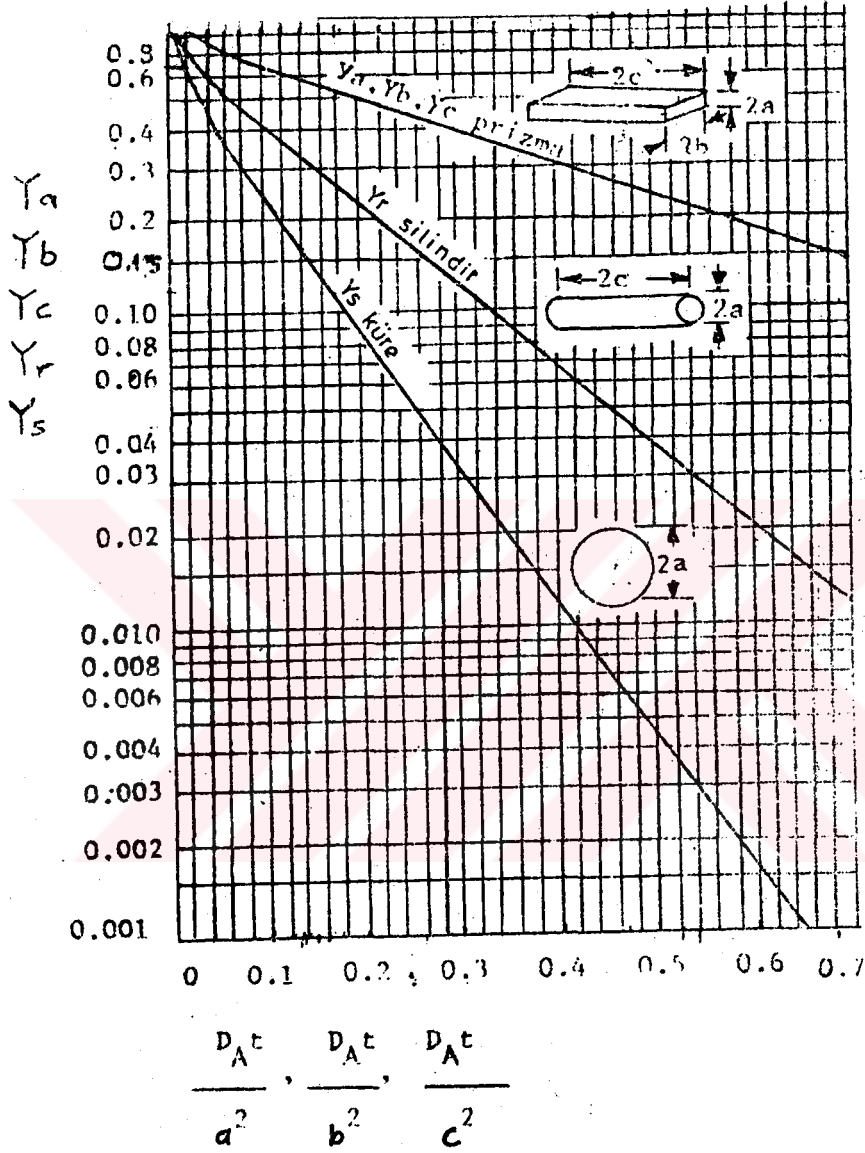
I.13. Ortalama Tane Çapı

Ortalama tane çapı (\bar{D}_p) denklem 43'ten hesaplanır.

$$\bar{D}_p = W_1 D_1 + W_2 D_2 + W_3 D_3 + W_4 D_4 \text{ veya } \sum W_i D_i \dots\dots\dots-43-$$

$$W_i = \frac{D_i \text{ çapındaki ağırlık}}{\text{Toplam ağırlık}}$$

$$D_i = \frac{\text{Alt elek boyutu} + \text{üst elek boyutu}}{2}$$



Şekil 12: Kararsız halde kütle aktarımı ve geride kalan kütle kesri (Alpay, 1984)

I.14. Gözenek Hacmi

Gözenek hacmi denklem 44 ten hesaplanır.(Tuba, 1984)

gözenek hacmi = $\frac{1}{\rho_g} - \frac{1}{\rho_{ger}}$ -44-

Burada:

ρ_g : görünür yoğunluk

ρ_{ger} : gerçek yoğunluk

dur.

I.15 Ortalama Gözenek Çapı

Gözenek şekli silindir olarak alınıp ortalama gözenek çapı denklem 45`ten hesaplanır.(Tuba, 1984)

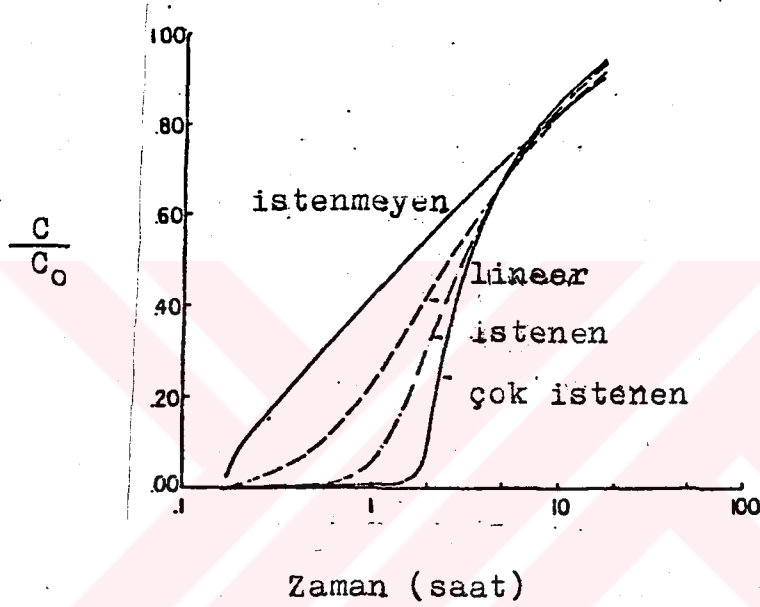
$r = \frac{2 \times \text{gözenek hacmi}}{\text{yüzey alanı}}$ -45-

r: ortalama gözenek çapı (A)

I.13. Salıverme Eğrisini Etkileyen Faktörler

I.13.1- Adsorbent tipi:

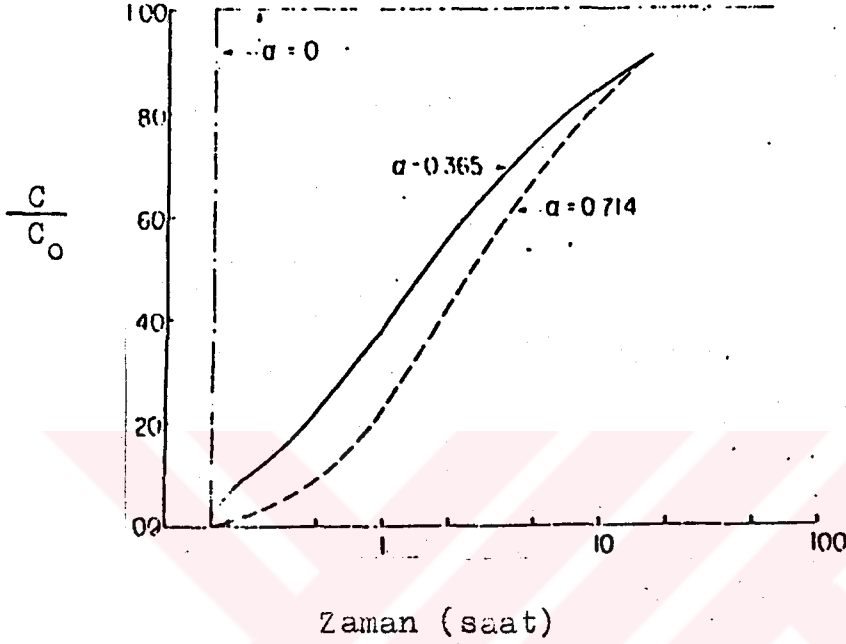
Farklı adsorbentler farklı izotermeler meydana getirir. Weber ve Chakravortı (1979) çeşitli izotermelerin salıverme eğrisine olan etkisini araştırıp aşağıdaki şekilde göstermişlerdir.



Şekil 13 İzoterm şekline göre salıverme eğrileri
Şekilden görüldüğü gibi izoterm istenen oldukça nem tutma kapasitesi artar.

1.13.2- Gözeneklilik etkisi:

Aynı arařtırmacılar 3 farklı gözenek kesrinin (α) salıverme egrisine etkisini ařağıdaki şekilde göstermişlerdir.

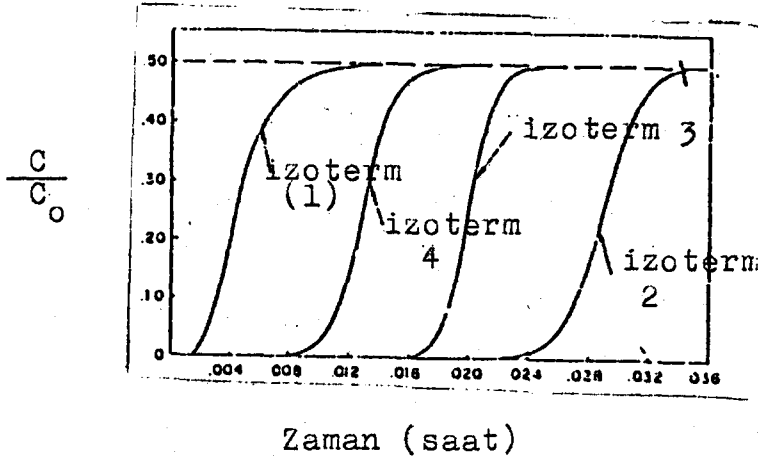


Şekil 14 : Gözenek kesrine göre salıverme egrileri

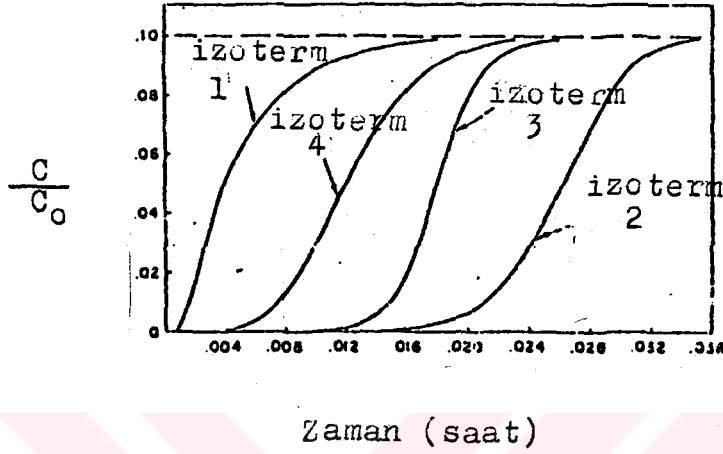
Katının gözeneksiz ($\alpha=0$) olduğı zaman dımdık bir salıverme egrisi görüldüğü Şekil 14'ten görülmektedir. Gözenek kesri büyüdükçe katı daha fazla nem tutmaktadır.

1.13.3- Akışkanın Giriş Konsantrasyonu

Lee ve Weber(1969) bu parametreyi inceleyerek iki ayrı giriş konsantrasyonu için salıverme egrileri bulmuşlardır.



Şekil 15 : 0.5 giriş konsantrasyonu için salıverme egrileri

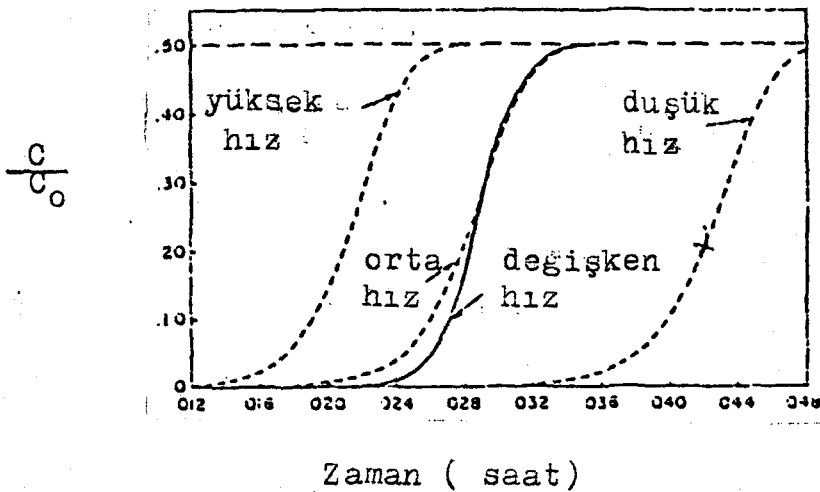


Şekil 16 : 0.1 giriş konsantrasyonu için salıverme eğrileri.

Bu çalışmada Şekil 1'de geçen izotermeler kullanılmıştır. Şekil 16 daki salıverme eğrilerinin meyilleri Şekil 15 teki eğrilere göre daha fazla azalmakta aynı anda daha az nem tutmaktadır (Lee ve Weber, 1969).

I.13.4. Giriş Hızının Etkisi

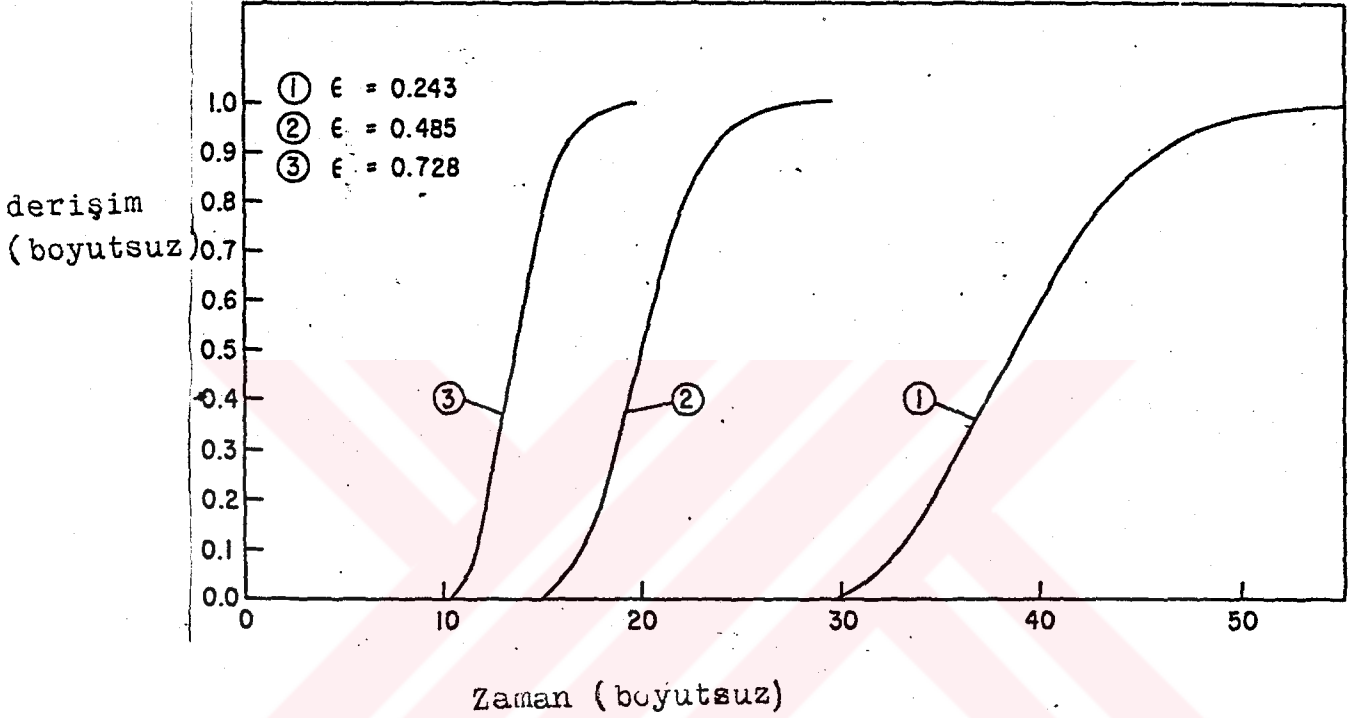
Lee ve Weber (1969) farklı giriş hızlarının salıverme eğrilerine olan etkisini Şekil 17 de göstermişlerdir.



Şekil 17: Giriş hızının salıverme eğrisi üzerindeki etkisi

Görüldüğü gibi hız azaldıkça işlem geç bitmekte, çalışma sırasında hızın değişmesi salıverme eğrisinin şeklini değiştirmektedir.

1.13.5 Yatak gözenekliliği:



Şekil 18 : Yatak gözenekliliğinin salıverme eğrisi üzerindeki etkisi.

Şekil 18'deyatak gözenekliliği arttıkça kolonda tutulan madde miktarı azaldığı görülmektedir.(Gültop, 1985).

II. MATERYAL VE METOT

Bu çalışmada Baltacıoğlu (1987) tarafından farklı jelleşme PH'larından hazırlanan silikajeller incelenmiştir. Silikajellerin karakterizasyonu için aşağıdaki deneyler yapılmıştır.

II.1. Elek Analizi Deneyleri

1,2,3 ve 4 mmlik elek sistemi ile silikajellerin tane boyutu dağılımları ve ağırlıklı ortalama tane çapı bulunmuştur.

II.2. Yoğunluk Tayini Deneyleri

3 farklı yoğunluk tayin edilmiştir. Bunlar yığın, görünür ve gerçek yoğunluklardır.

Yığın yoğunluğu; 2.5 cm çapında belirli bir miktar silikajel tartılıp, bir mezura konularak kapladığı hacim ölçülerek hesaplanmıştır.

Görünür yoğunluk; belirli bir miktar silikajel boş bir piknometreye konulup piknometre toluenle doldurularak tartılır ve toluen hacmi hesaplanır. Bundan da silikajel hacmi hesaplanarak yoğunluğu bulunur.

Gerçek yoğunlukların tayininde silikajelin gözenek hacmi bilinmesi gerekir. Bunu bulmak için vakum pompası kullanılmıştır. Silikajel örneğinden bir miktarı bir piknometreye konup toluenle doldurulduktan sonra, vakum pompasına bağlı bir desikatör içine yerleştirilir. Gözenekler içindeki hava çekildikten sonra, piknometredeki toluen seviyesinde azalma gözlenir. Sonra piknometre desikatörden çıkarılıp yeniden toluenle doldurulur. Gözenek hacmi eklenen toluen hacmine eşit olacaktır.

II.3. Silikajelin Renklendirme Deneyi

Silikajel ağırlıkça % 5 oranında $\text{CoCl}_2 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ile karıştırılarak 2 gün süre ile oda sıcaklığında nemli bir atmosferde bekletilmiştir. Silikajel nem çektikten sonra pembeleşir, kurutulduktan sonra mavileşir. Bu özellikten izoterm tayini ve kolon çalışma deneylerinde yararlanılmaktadır (Antebi, 1985).

II.4. Adsorbsiyon Ve Desorbsiyon İzotermlerinin Tayini Deneyi

Havayı çeşitli oranlarda nemlendirmek için desikatörlerde farklı doymuş tuz çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan çözeltiler bağıl nem sırasına göre şunlardır.

<u>Çözelti</u>	<u>Bağıl nem (%)</u>
LiCl	17.5
CaCl ₂	26.3
Zn(NO ₃) ₂	42
Na ₂ (NO ₂)	68
NH ₄ Cl	77.5
Na ₂ SO ₄ .nH ₂ O	92.5

Adsorbsiyon izotermlerinin tayini için, kuru silikajel örnekleri tartılıp küçük şişelere konduktan sonra yukarıdaki çözeltilerde sıra ile birer gün bekletilip yeniden tartılmıştır. Desorpsiyonda ise sıra tersten takip edilerek yukarıdaki işlemler tekrarlanmıştır.

II.5. Difüzyon Katsayısının Tayini Deneyi

Kuru bir miktar silikajel tartılıp doymuş NH₄Cl çözeltisi ile dengede olan atmosfere yerleştirilir. Yarım saatte bir silikajel tartılır. Ertesi gün (bazen iki gün sonra) son tartım alınır ve bu tartım değerinin sonsuzda ölçüldüğünü kabul edip, Şekil 12'den yararlanarak difüzyon katsayısı tayin edilir. Deneyler oda sıcaklığında yapılmıştır.

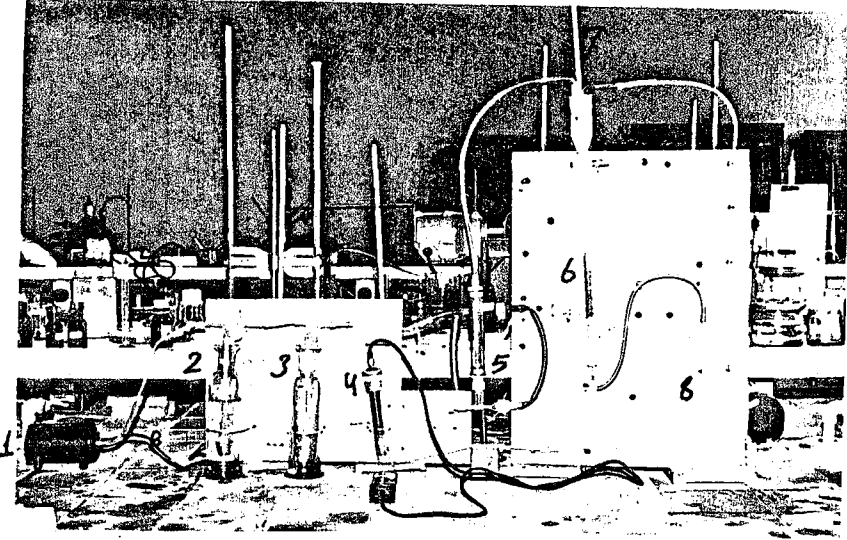
II.6. Dinamik Adsorpsiyon Deneyleri

Deney düzeneği; Şekil 18'de görüldüğü gibi akvaryum pompası, doyurucu, tuzak, debi ölçer, dolgulu kolon, ebro marka elektronik higrometre, termometre, manometre ve gaz toplama şişesinden ibarettir.

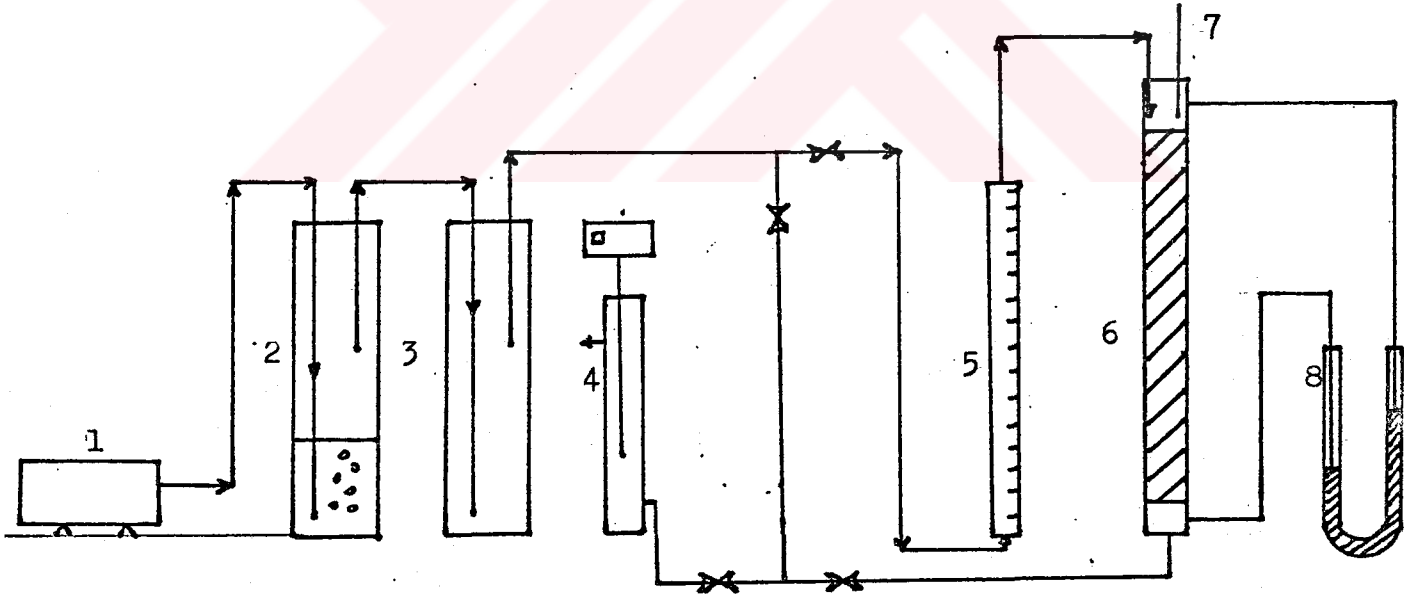
Dolgulu kolona gelen havayı nemlendirmek için pompadan çıkan hava doyurucuya verilir. Dozurucu içinde istenen buhar basıncına sahip sülfürik asit çözeltisi vardır. İstenilen oranda nemlendirme yapabilmek için, hava bir sünger

taşından küçük kabarcıklar halinde çözeltiye verilir. Doyurucudan çıkan istenilen neme sahip gaz, yine bir tuzığa verilir. Tuzanın amacı, doyurucudan dolgulu kolona nemli gazla birlikte ince tanecikler halinde sürüklenebilecek nemlendirme çözeltisinin tutulmasını sağlamaktır. Tuzaktan çıkan nemli gaz debi ölçerden geçerek kolona girer. Kolondan çıkan kuru gaz toplama kabına verilir ve nemi ölçülür.

Farklı silikajeller, hava hızları, tanecik çapları, kolon yükseklikleri ve farklı ortam sıcaklıkları ile ilgili kolon çalışmaları yapılmıştır.



Şekil 19 -a : deney düzenegi



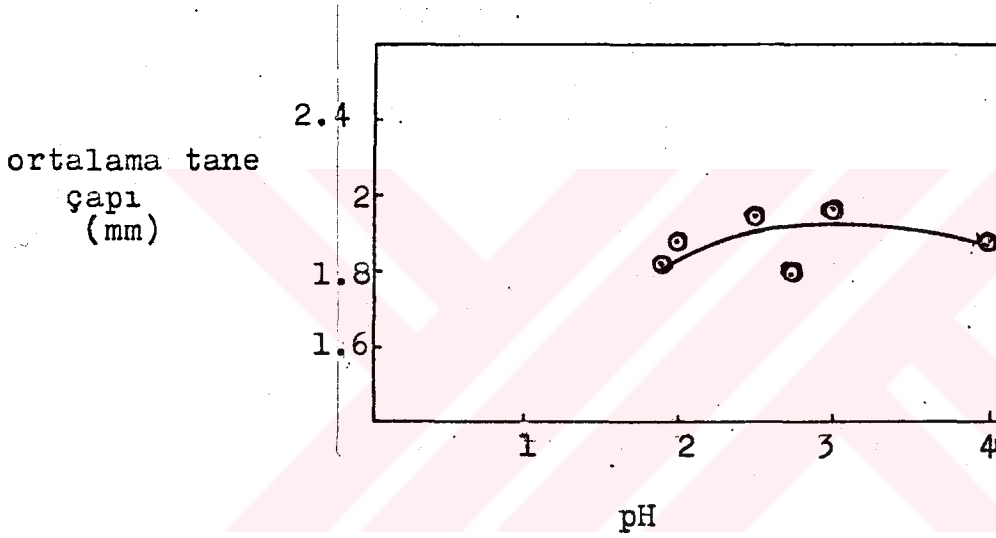
Şekil 19 : Deney düzenegi

1. akvaryum pompası 2. doyurucu 3. sis+uzağı 4. elektronik higrometre 5. debi ölçer 6. silikajel dolgulu kolon 7. termometre 8. manometre

III. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

III.1. Ortalama Tane Çapının Jelleşme PH'i ile Değişimi

Ortalama tane çapı uç üretim sistemi için hesaplanıp Tablo 1'den yararlanarak pH'a karşı grafikleri çizilmiştir. Hesap yöntemi ise denklem 43'e göre yapılmıştır.

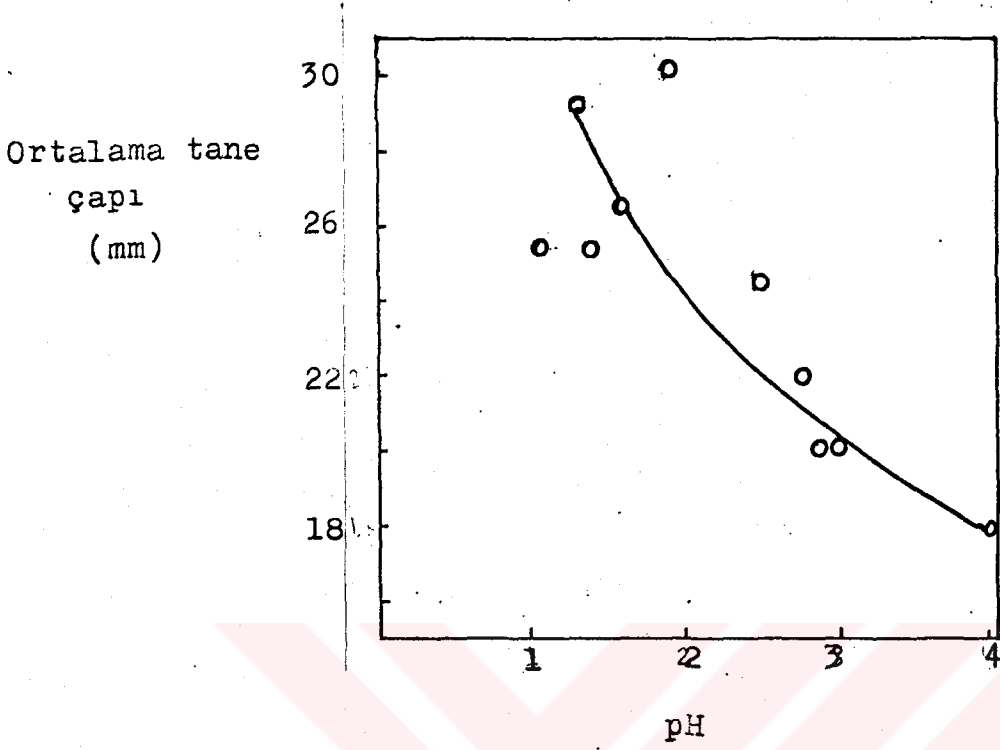


Şekil 20: 35°C de kesikli sistemde hazırlanan jellerde tane boyutunun jelleşme pH'ı ile değişimi.

Şekil 20'de görüldüğü gibi 35°C de kesikli sistemde hazırlanan jellerde ortalama tane çapının jelleşme pH'ı ile önemli ölçüde değişmediği, hatta lineer olarak değiştiği söylenebilir.

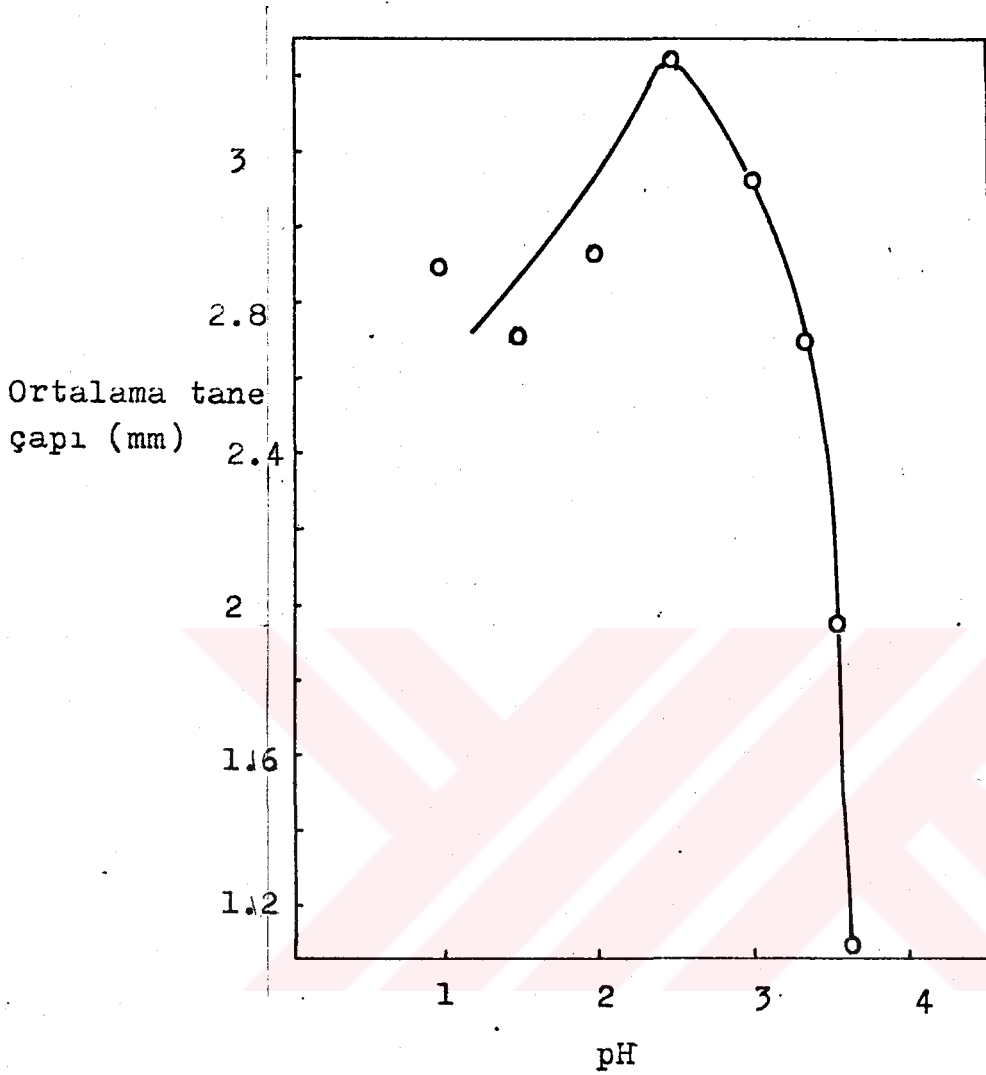
Tablo 1 : Jelleşme pH'ı ile tane çapı ilişkisi

Silikajel No	Jelleşme pH'ı	Ortalama tane çapı D_p (mm)	Silikajel No	Jelleşme pH'ı	Ortalama tane çapı D_p (mm)
1	2.00	1.88	16	1.80	3.14
2	2.50	1.97	17	1.14	2.55
3	3.00	1.95	21	1.00	3.07
4	4.00	1.88	22	1.00	2.80
5	2.76	1.80	23	1.50	3.70
6	1.88	1.82	24	1.50	3.73
7	2.50	2.45	25	2.00	2.90
8	2.76	2.20	26	2.00	2.95
9	3.00	2.07	27	2.50	3.78
10	4.01	1.80	28	2.50	3.14
11	2.86	2.10	29	3.00	3.16
12	2.19	2.05	30	3.36	2.70
13	1.30	2.93	31	3.53	1.96
14	1.40	2.55	32	3.65	1.10
15	1.60	2.66	--	--	--



Şekil 21: 25°C de kesikli sistemde hazırlanan jellerde tane boyutunun jelleşme pH'ı ile değişimi

Şekil 21'de ise 25°C 'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde pH artmasıyla ortalama tane çapı azalmaktadır. Başka bir deyişle ters orantılıdır.



Şekil 22: 25°C de sürekli sistemde hazırlanan jellerde tane boyutunun jelleşme pH'ı ile değişimi

Şekil 22'de görüldüğü gibi 25°C de sürekli sistemde hazırlanan jellerde pH, 2.5'ta maksimum değer gözlenmektedir. Ancak büyük pH değerlerinde örneğin (3 ve 4) ortalama tane çapı küçülür, bu da istenmeyen bir olaydır. Buna göre bu pH'larda silikajel üretimi tavsiye edilmez.

III.2. Yoğunluğunun jelleşme pH'ı ile değişimi

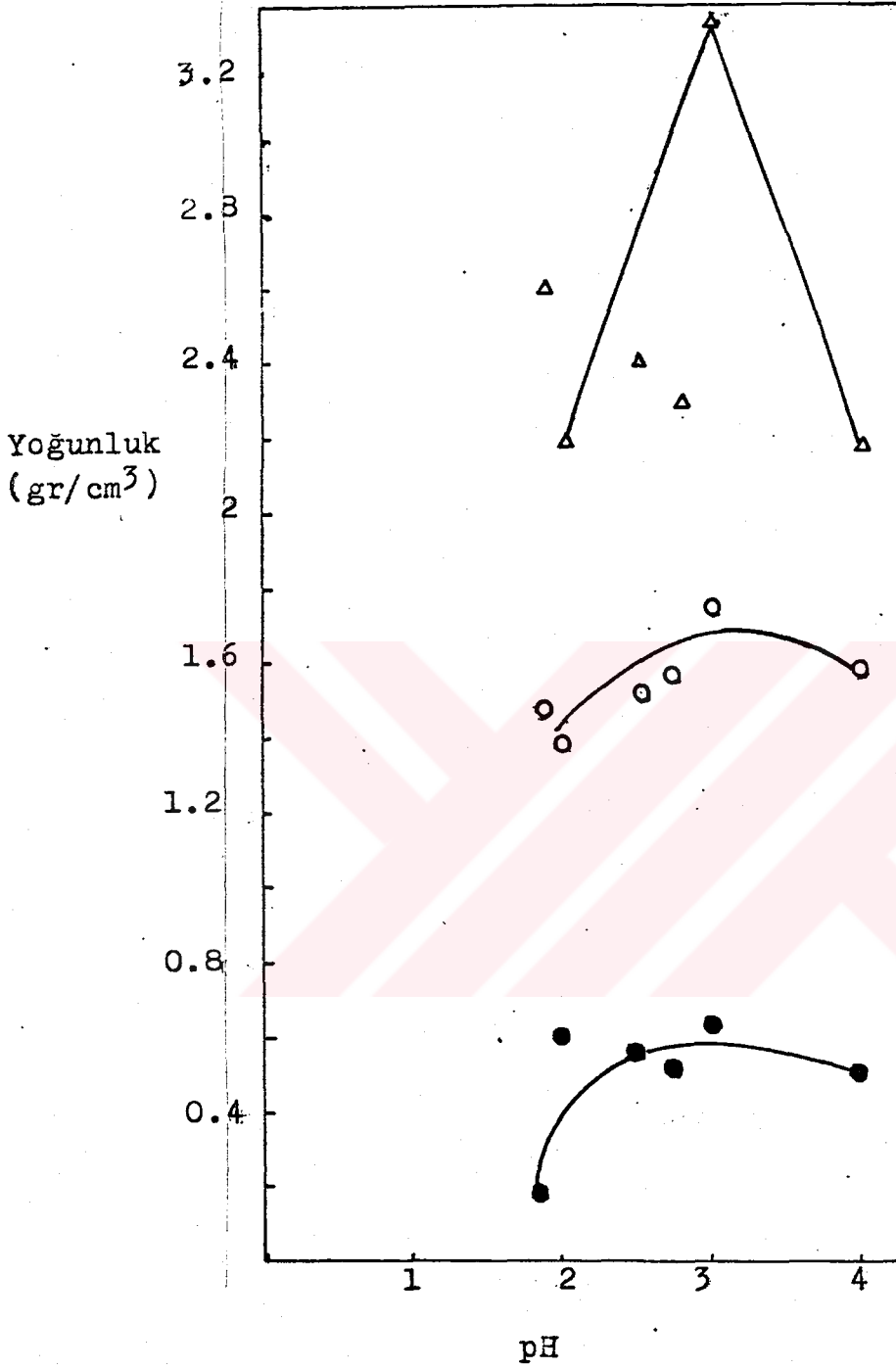
Tablo 2 ve 3'ten yararlanarak Şekil 23, 24, 25'te yoğunluk pH değişimleri gösterilmiştir.

Tablo 2: Jelleşme pH'ı ile silikajelin yığın, görünür ve gerçek yoğunluklarının değişmesi.

Örnek No	pH	Bulk Yoğunluk (gr/cm ³)	Görünür Yoğunluk (gr/cm ³)	Gerçek Yoğunluk (gr/cm ³)
1	2.00	0.61	1.39	2.18
2	2.50	0.56	1.53	2.40
3	3.00	0.63	1.77	3.31
4	4.00	0.30	1.48	2.18
5	2.76	0.91	1.47	2.32
6	1.88	0.18	1.48	2.63
7	2.50	0.63	1.55	2.21
8	2.76	0.64	1.55	2.53
9	3.00	0.66	1.50	2.25
10	4.01	0.63	1.56	2.24
11	2.86	0.27	1.39	2.30
12	2.39	0.32	1.15	2.16
13	1.30	0.70	1.70	2.17
14	1.40	0.74	1.77	2.29
15	1.60	0.69	1.78	2.36
16	1.80	0.69	1.78	2.46
17	1.14	0.49	1.73	2.28
18	11.39	0.50	2.66	2.75
19	11.54	0.53	2.47	2.53
20	11.46	0.52	2.46	2.60

Tablo 3: Jelleşme pH'ı ile silikajelin yığın görünür ve gerçek yoğunluklarının değişmesi

Örnek No	pH	Bulk Yoğunluk gr/cm ³	Görünür Yoğunluk gr/cm ³	Gerçek Yoğunluk gr/cm ³
21	1.00	0.70	1.55	1.80
22	1.00	0.50	1.45	1.63
23	1.50	0.70	1.51	1.82
24	1.55	0.67	1.49	1.43
25	2.00	0.69	0.88	1.00
26	2.00	0.77	1.44	1.95
27	2.50	0.62	1.67	1.79
28	2.50	0.51	1.69	1.90
29	3.00	0.65	1.86	1.94
30	3.36	0.33	1.54	1.72
31	3.53	0.21	1.43	1.87
32	3.65	0.21	1.39	1.76

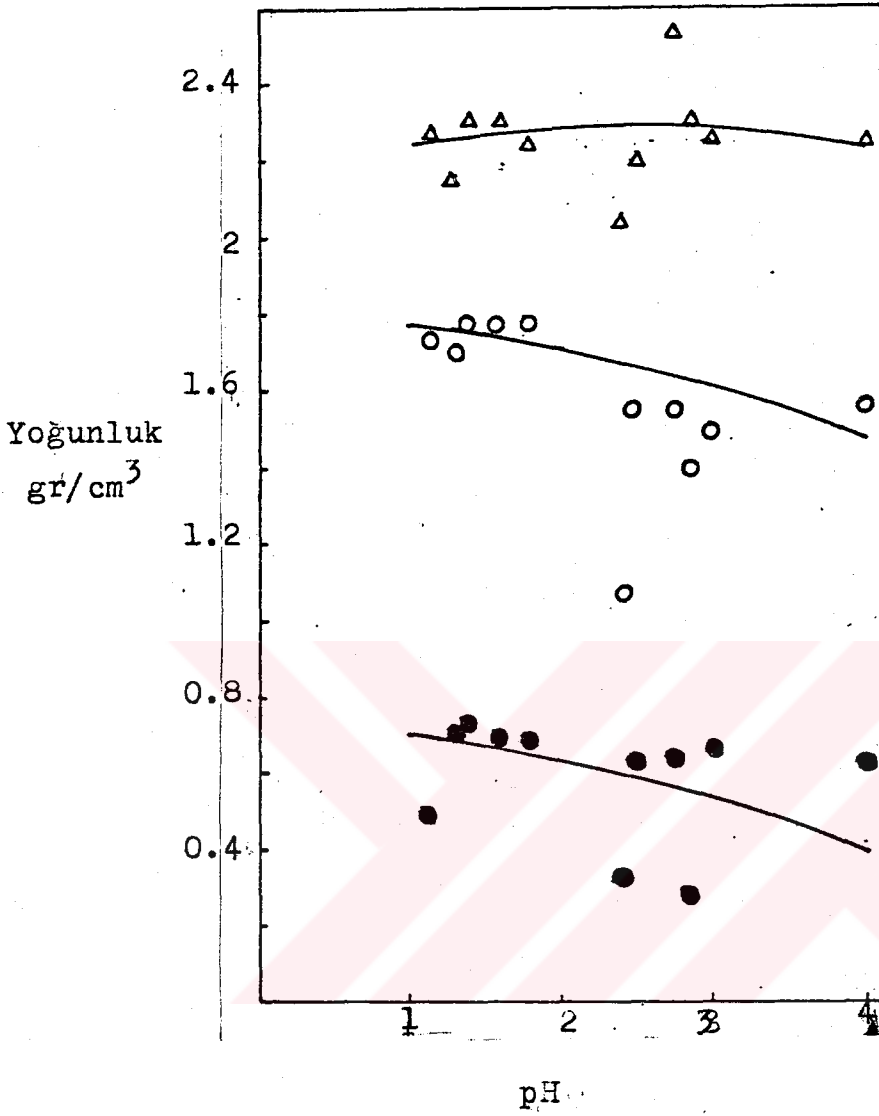


Şekil 23: 35°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde yağın yoğunluğunun (●), görünür yoğunluğunun (○) ve gerçek yoğunluğunun (△) jelleşme pH'ı ile değişimi.

Gerçek yoğunluğun tayininde gözenekler içindeki havayı vakumla boşaltırken, 5 veya 6 saat sonra vakum pompasının çok ısındığı görülmüş ve bunun için deney durdurulmuştur, fakat o sırada hava katı gözeneklerden tamamen boşalmamıştır. Çünkü gaz kabarcıkları toluen içinden çıkmaktaydılar. Ayrıca toluen uçucu bir madde olduğu için deney sırasında hassas sonuç elde edilmemiştir. Buna göre bu yöntemle ölçülen gerçek yoğunluk değerleri sağlıklı değildir.

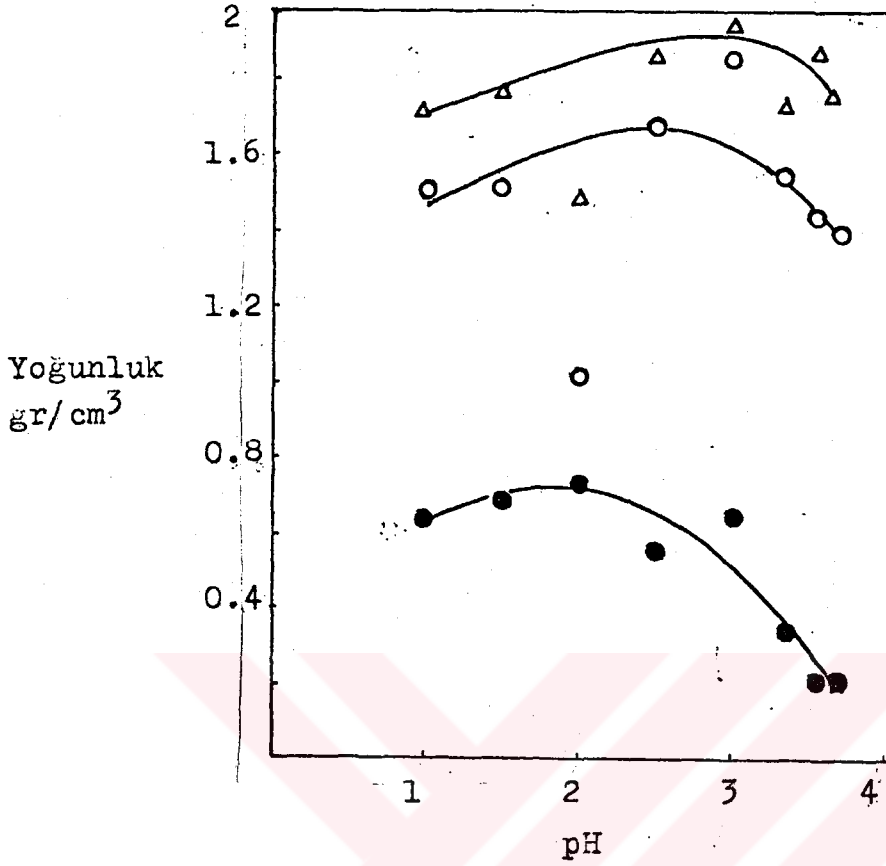
Bu sorunu çözmek için şöyle bir kabul yapılmıştır. Kaynaklarda silikajelin (SiO_2) gerçek yoğunluğu 2.2 gr/cm^3 bu değerlerden yararlanarak denklem 44'ten gözenek hacmi bulunmuştur.

Şekil 23'te görüldüğü gibi 35°C 'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde pH'a karşı önce artan sonra azalan yığın ve görünür yoğunluk değerleri vermektedir. Bu sonuç şekil 25 için yine geçirlidir.



Şekil 24: 25°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde yığın yoğunluğunun (●), görünür yoğunluğunun (○), gerçek yoğunluğunun (▲) jelleşme pH'ı ile değişimi.

Şekil 24'de ise azalan ve hemen hemen lineer bir bağıntı bulunmaktadır.



Şekil 25: 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde yığın yoğunluğunun (●), görünür yoğunluğunun(○), gerçek yoğunluğunun(Δ) jelleşme pH'ı ile değişimi.

III.3.Gözenek Hacminin jelleşme pH'ı ile değişimi

Jelleşme pH'ının gözenek hacmine etkisi Tablo 4'den yararlanılarak Şekil 26, 27, 28, 29, 30 ve 31'de gösterilmiştir. Şekil 27, 29 ve 31 deneysel gerçek yoğunluğa dayanarak çizilmiştir. Şekil 26, 28 ve 30 ise silikajelin gerçek yoğunluğu 2.2 gr/cm³ olduğu kabul edilerek çizilmiştir.

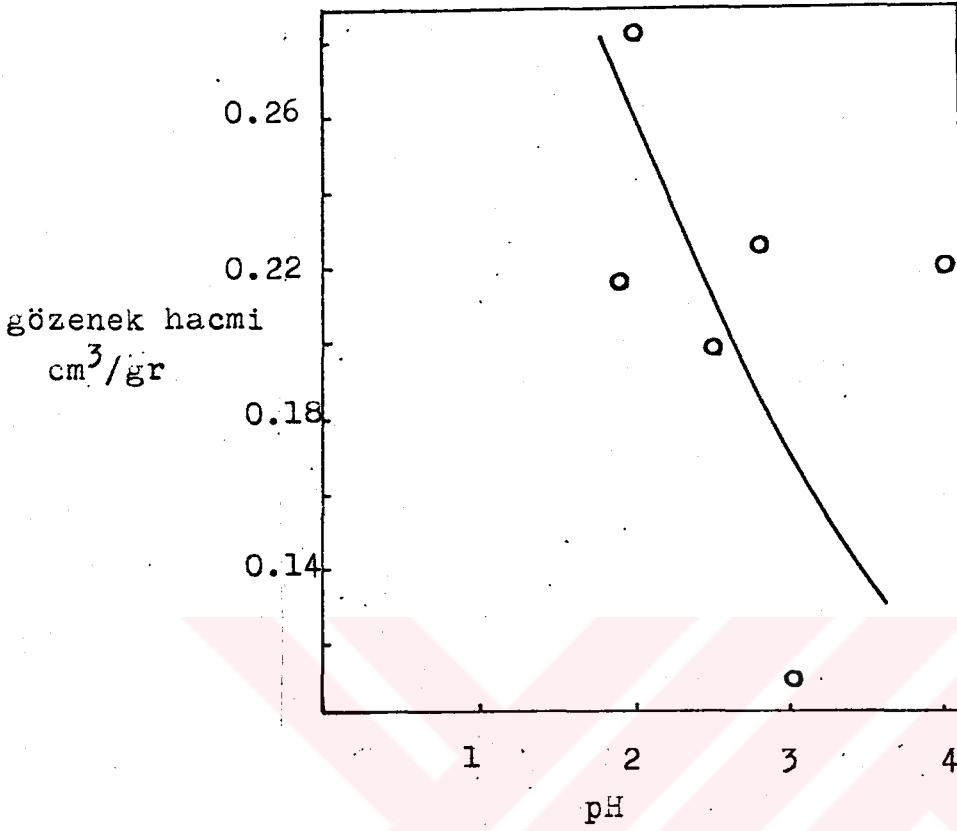
Şekil 26'da görüldüğü gibi jelleşme pH'ı arttıkça gözenek hacmi küçülmektedir. Aynı sonuç Şekil 27'de gözlenmektedir. Ancak Şekil 27'deki gözenek hacmi değerleri daha büyüktür, bu da toluenin uçucu olmasından kaynaklanmaktadır.

Tablo 4: Değişik pH'lardaki gözenek hacmi, yüzey alanı, gözenek çapı

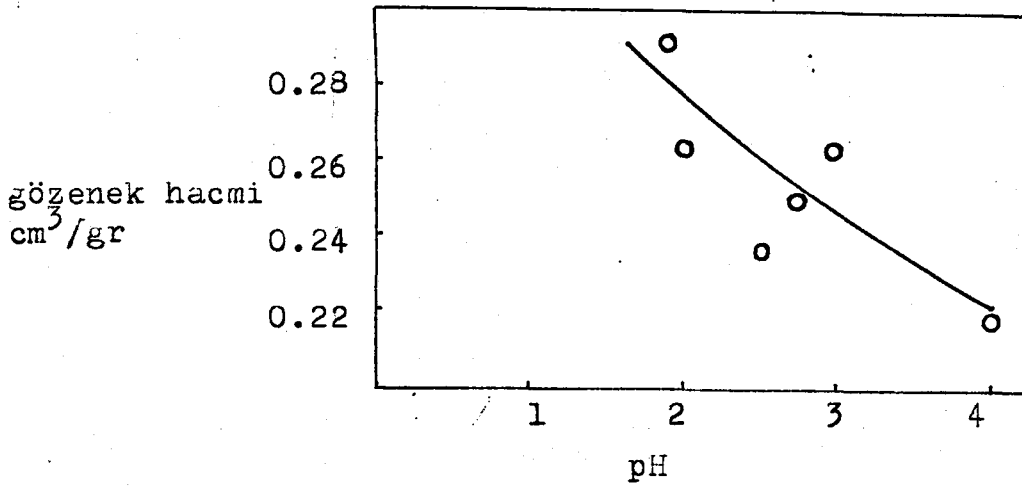
Örnek No	pH	Gözenek Hacmi (cm ³ /gr)	Yüzey Alanı (cm ² /gr)	Gözenek Çapı (Å)
1	2.00	0.28	149	37.80
2	2.50	0.20	403	9.87
3	3.00	0.11	363	6.07
4	4.00	0.22	391	11.32
5	2.76	0.23	444	10.18
6	1.88	0.22	240	18.08
7	2.50	0.19	180	21.21
8	2.76	0.19	373	10.18
9	3.00	0.21	200	21.30
10	4.01	0.19	459	8.17
11	2.86	0.26	405	13.00
12	2.39	0.42	485	17.00
13	1.30	0.13	287	9.32
14	1.40	0.11	301	7.30
15	1.60	0.11	193	1.10
16	1.80	0.11	246	8.70
17	1.40	0.12	451	5.55
18	11.39	0.00	14	0.00
19	11.54	0.00	43	0.00
20	11.46	0.00	29	0.00

Tablo 4'ün devamı

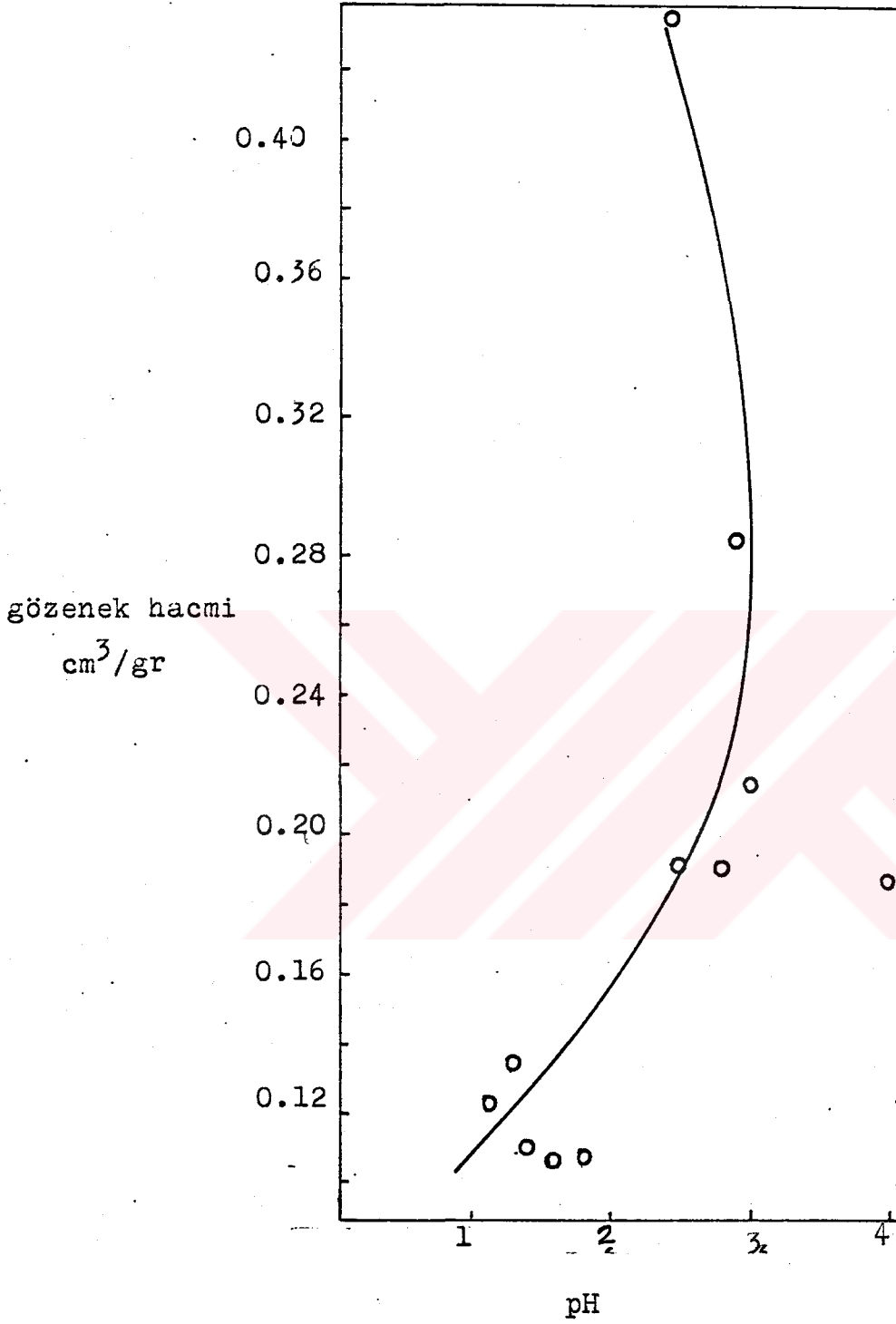
21	1.00	0.19	378	9.80
22	1.00	0.24	322	14.60
23	1.50	0.21	262	15.80
24	1.50	0.22	333	13.00
25	2.00	0.24	323	14.80
27	2.50	0.14	387	7.44
28	2.50	0.14	397	6.90
29	3.00	0.08	380	4.36
30	3.36	0.20	486	8.04
31	3.93	0.24	530	9.20
32	3.65	0.26	460	11.37



Şekil 26: 35°C`de kesikli sistemde hazırlanan jellerde teorik gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin jelleşme pH`ı ile değişimi

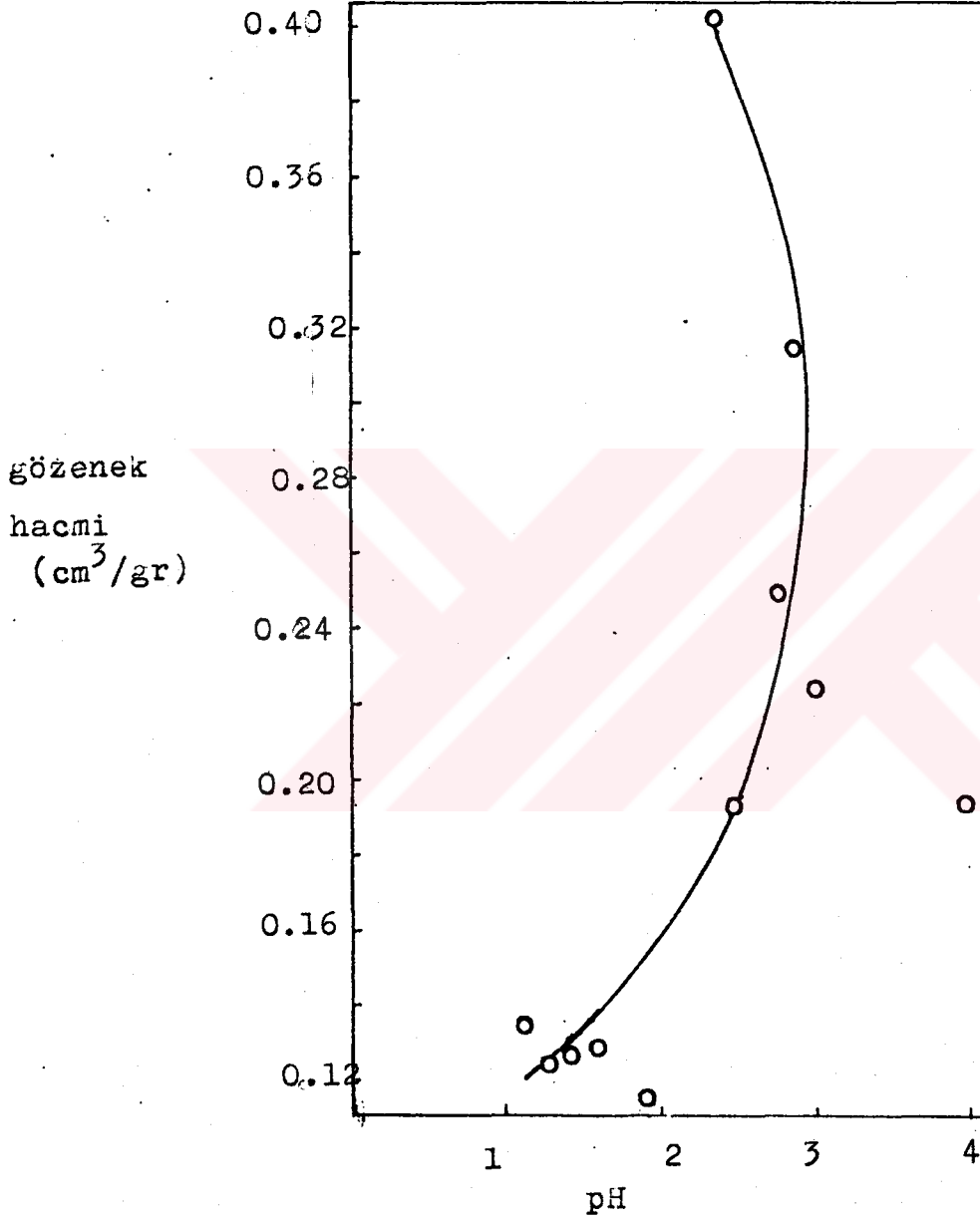


Şekil 27: 35°C`de kesikli sistemde hazırlanan jellerde deneysel gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin jelleşme pH`ı ile değişimi.



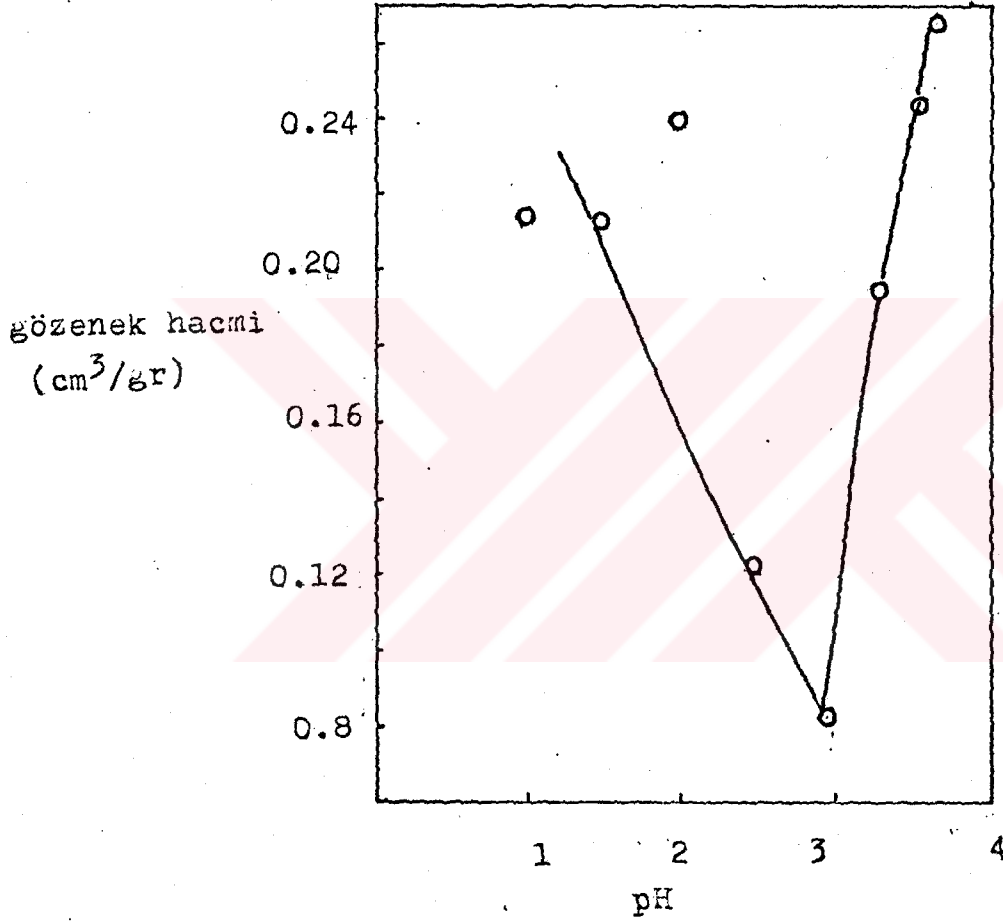
Şekil 28: 25°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde teorik gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin jelleşme pH'ı ile değişimi

Şekil 28 ve 29'da pH'a karşı gözenek hacmi değişimi görülmektedir, bulunan gözenek hacmi iki şekilde hemen hemen aynıdır.



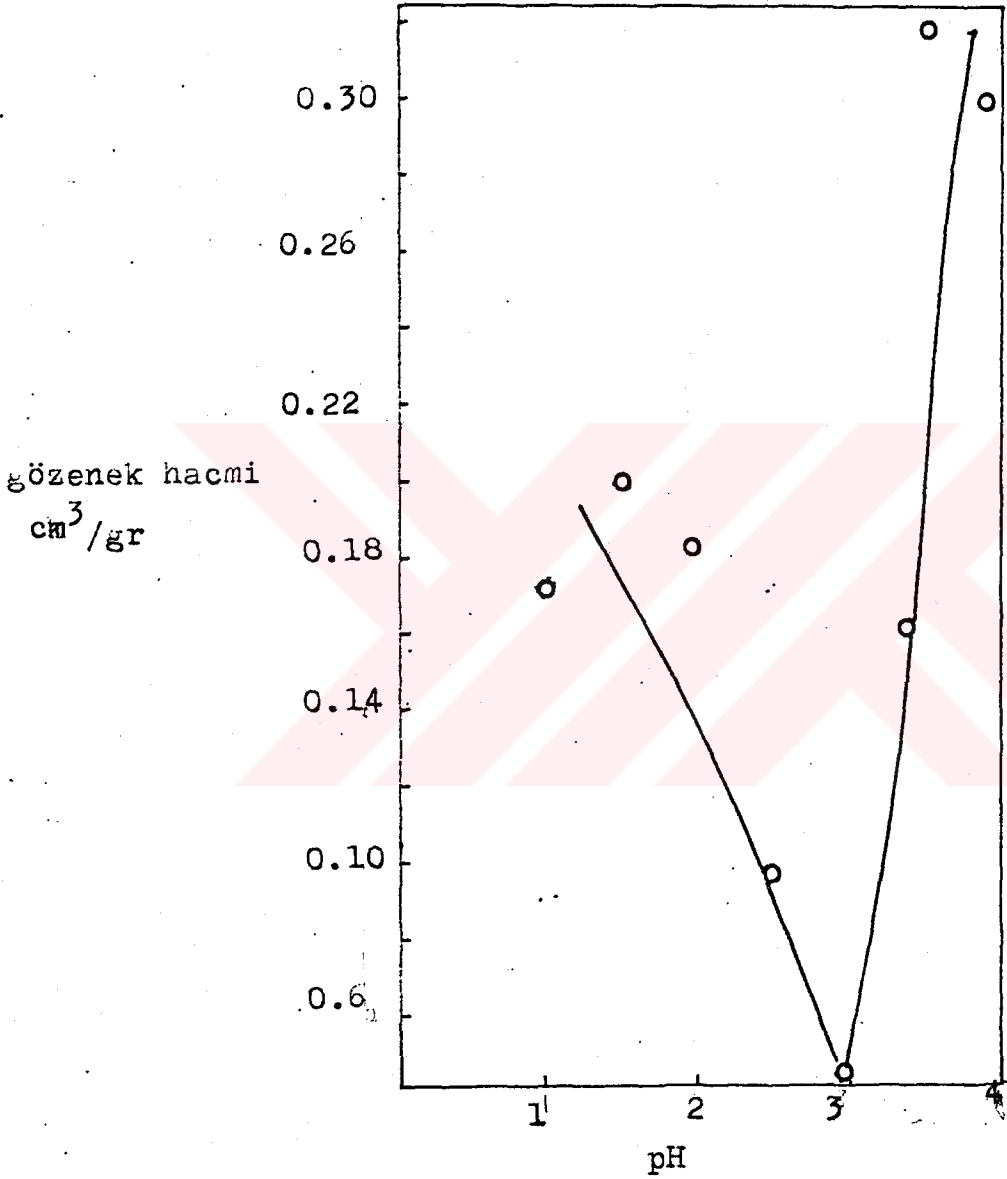
Şekil 29 : 25°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde deneysel gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin jelleşme pH'ı ile değişimi.

Tablo 4'te görüldüğü gibi bazık ortamda hazırlanan silikajellerin gözenek hacmi sıfırdır. pH'ı 4'ten 11'e kadar silikajel üretimi yapılmamış ve o arada pH gözenek hacmi değişimi bilinmediğinden bazık ortamdaki değerler Şekil 28 ve 29'a konulmamıştır.



Şekil 30 : 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde teorik gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin jelleşme pH'ı ile değişimi.

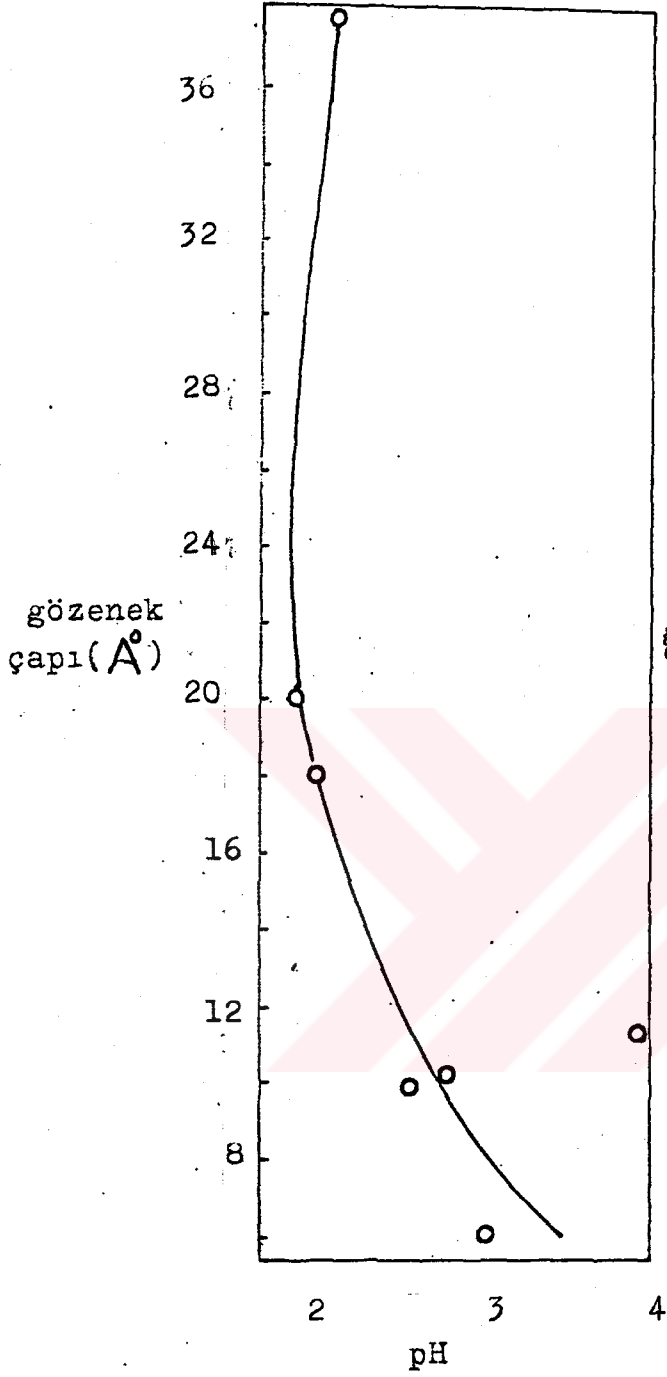
Şekil 30 ve 31 birbirine benzemektedir. Her iki şekilde pH artmasıyla önce azalan sonra artan gözenek hacmi gözlenmektedir. İkisinde de pH, 3 te minimum gözenek hacmi vardır. Ancak Şekil 30'da gözenek hacmi oldukça daha büyüktür.



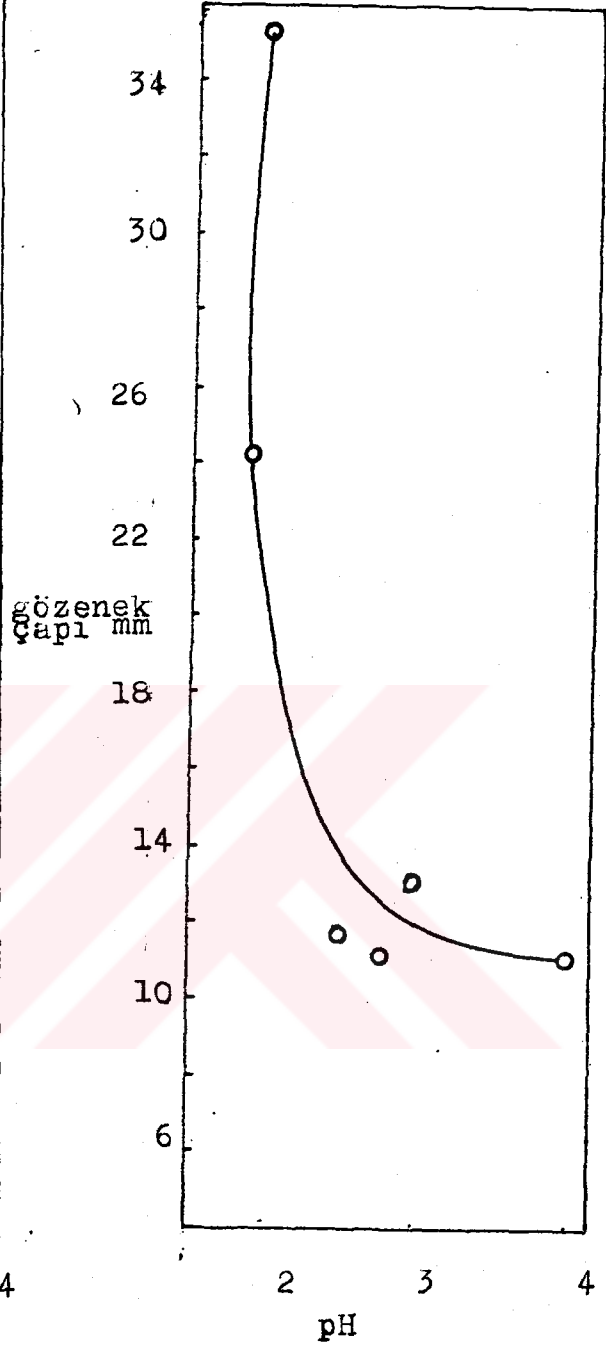
Şekil 31 : 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde deneysel gerçek yoğunluktan hesaplanan gözenek hacminin pH ile değişimi.

III.4. Ortalama Gözenek Çapı pH Değişimi

Ortalama gözenek çapı denklem 45 kullanarak bulunmuştur. Gözenek çapının hesaplanmasında Baltacıoğlu(1988)· nun yüzey alanı ölçümlerinden yararlanılmıştır. Deneysel ve teorik gerçek yoğunluktan bulunan gözenek çaplarının pH'la değişimi Tablo 4 ve şekil 32, 33, 34, 35, 36 ve 37 de görülmektedir.

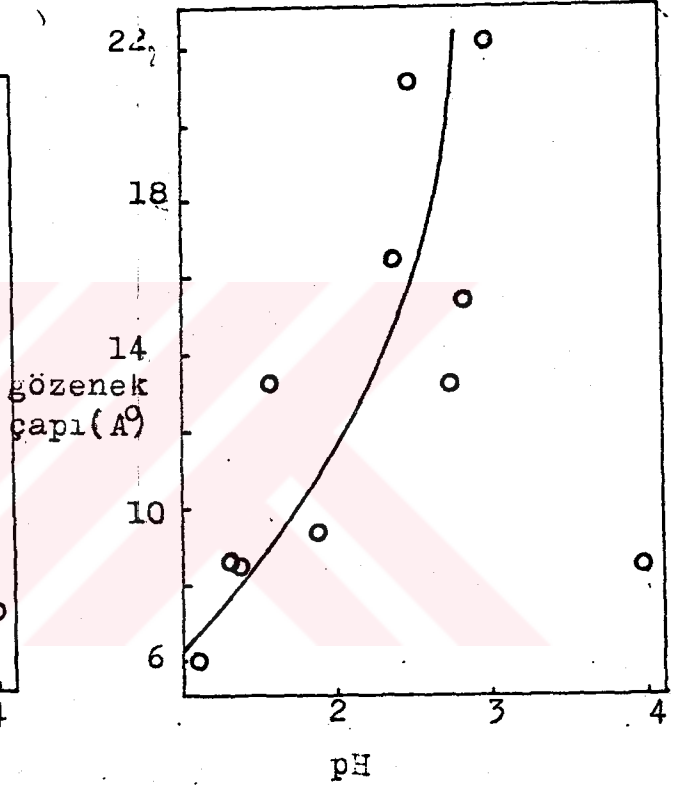
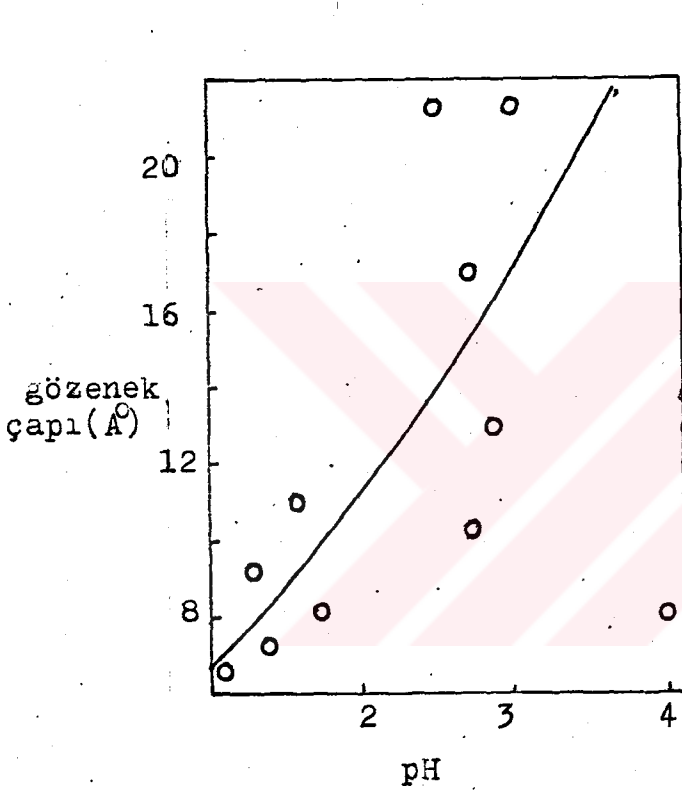


Şekil 32 : 35°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde bulunan teorik gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi.



Şekil 33: 35°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde bulunan deneysel gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi.

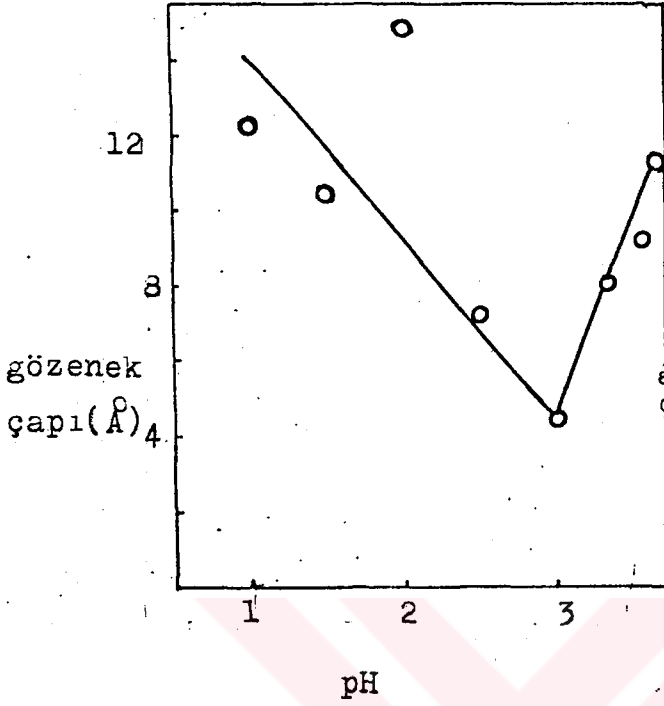
Şekil 32 ve 33'de görüldüğü gibi pH arttıkça ortalama gözenek çapı azalmaktadır. Şekil 32 ve Şekil 33'deki eğriler birbirine benzemektedir. Bu demektir ki o şekillere ait olan silikajellerin yüzey alanları gözenek hacimleriyle doğru orantılıdır. Oysa bir silikajelin yüzey alanı gözenek hacminden bağımsızdır.



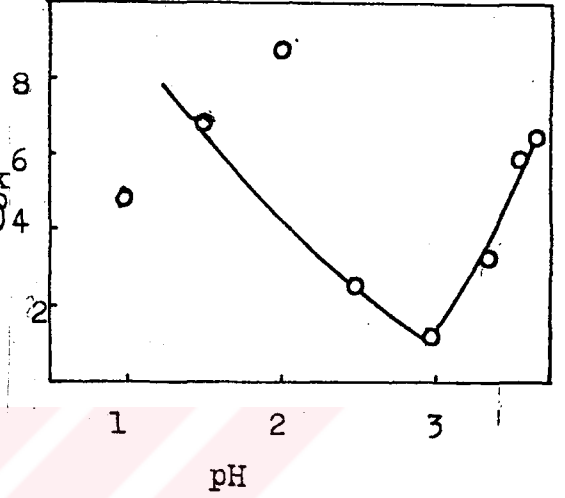
Şekil 34: 25°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde bulunan teorik gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi

Şekil 35: 25°C'de kesikli sistemde hazırlanan jellerde bulunan deneysel gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi

Şekil 34 ve 35'de görülen gözenek çapı-pH değişimi hemen hemen lineerdir. pH, 4 değerinde sapma vardır. pH, 3 ile 4 arasında deney yapılmadığından grafik çizerken pH, 4 deki gözenek hacmi göz önüne alınmamıştır. Aynı aralıkta iyi bir silikajel elde etmek mümkün değildir (Baltacıoğlu, 1988).



Şekil 36: 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde bulunan teorik gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi.

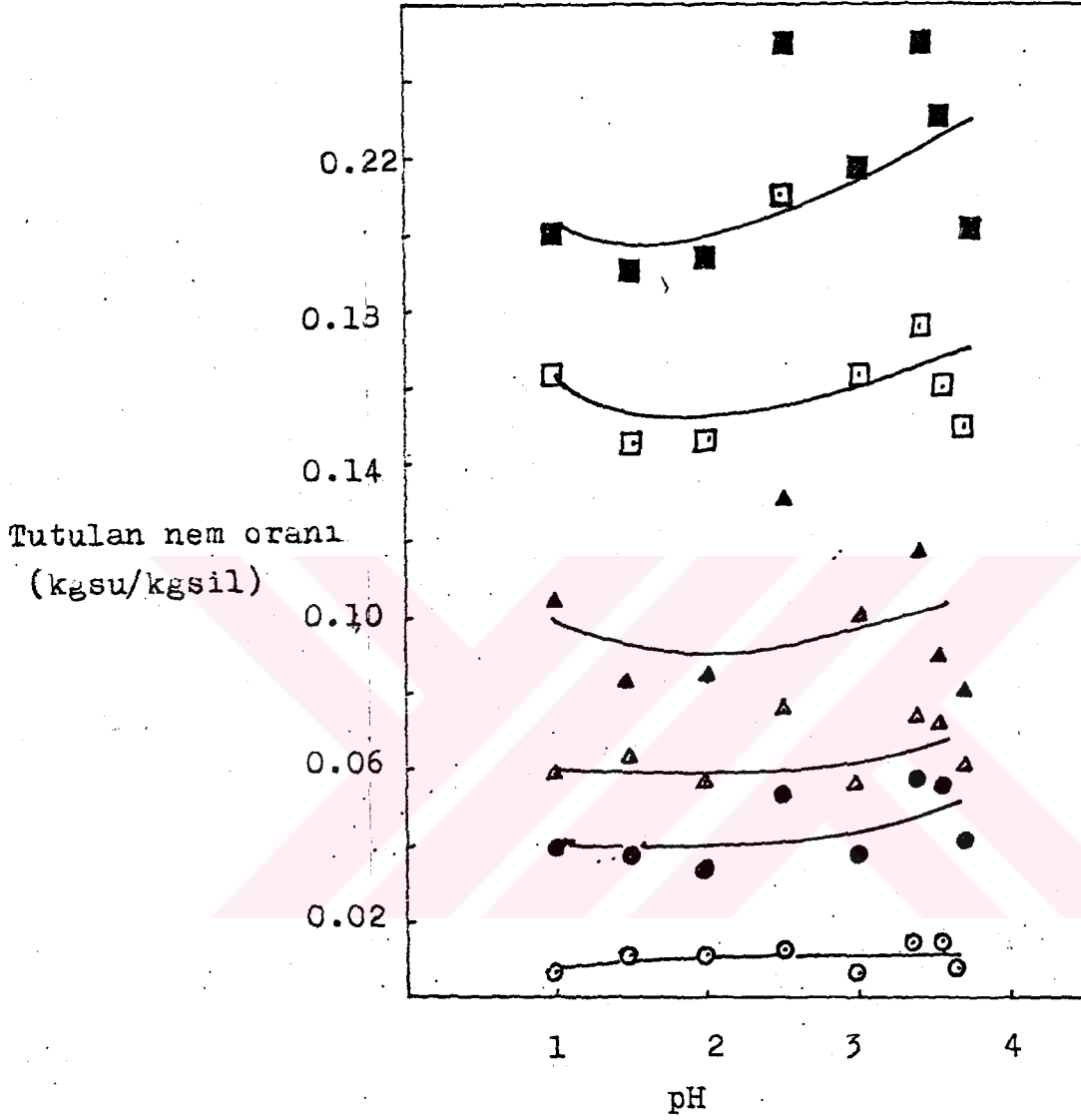


Şekil 37: 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde bulunan deneysel gözenek çapı jelleşme pH'ı ile değişimi.

Şekil 36 ve 37'den görüldüğü gibi pH, 3'te gözenek çapı minimum değerdedir. Ancak Şekil 36'daki gözenek çapı değerleri daha büyüktür. Bu demektir ki yoğunluk tayini deneyleride hava gözeneklerden boşalmış değildir.

III.5. Farklı Bağıl Nemlerde Tutulan Nem Miktarının pH ile Değişimi

Sürekli sistemde hazırlanan silikajeller için bu ilişki Şekil 38'de gösterilmiştir. Şekilde görüldüğü gibi bağıl nem arttıkça tutulan nem miktarı artmaktadır.



Şekil 38: 25°C'de sürekli sistemde hazırlanan jellerde tutulan nem miktarını farklı farklı bağıl nemlerde jelleşme pH'ı ile değişimi: (○): %17.5, (●): %26.5, (△): %42, (▲): %68, (◻): %77.5, (■): %92.5

III.6. Adsorpsiyon Ve Desorpsiyon İzotermleri

Tablo 5 ve 6'dan yararlanarak adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermleri Şekil 39 ve 40'da çizilmiştir. Genellikle gözenek hacmi tutulan su miktarından daha fazla veya aynısı olması gerekir, fakat bazı deneylerin sonucu bunu göstermiyor. Bunu şu nedenlere bağlayabiliriz.

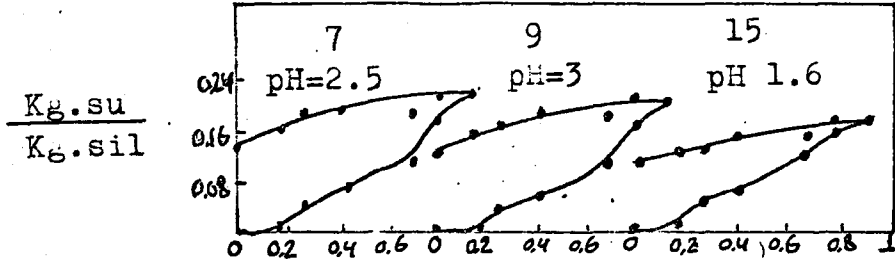
1- Görünür yoğunluk tayininde toluen kullanılmıştır. Toluen daha önce belirtildiği gibi uçucu bir maddedir. Dolaşısıyla tartarken bir kısmı uçmuş olabilir. Bu da görünür yoğunluk değerinde bir sapmaya neden olur.

2- Silikajel homojen bir yapıya sahip değildir. Aynı pH'ta üretilen silikajelden farklı özelliklerde numune alınabilir.

3- Silikajel tartarken oda neminden çabuk etkilenir. Hatta terazide iken nem çekip vermektedir (Silikajelin bulunduğu ortamın bağıl nemine göre).

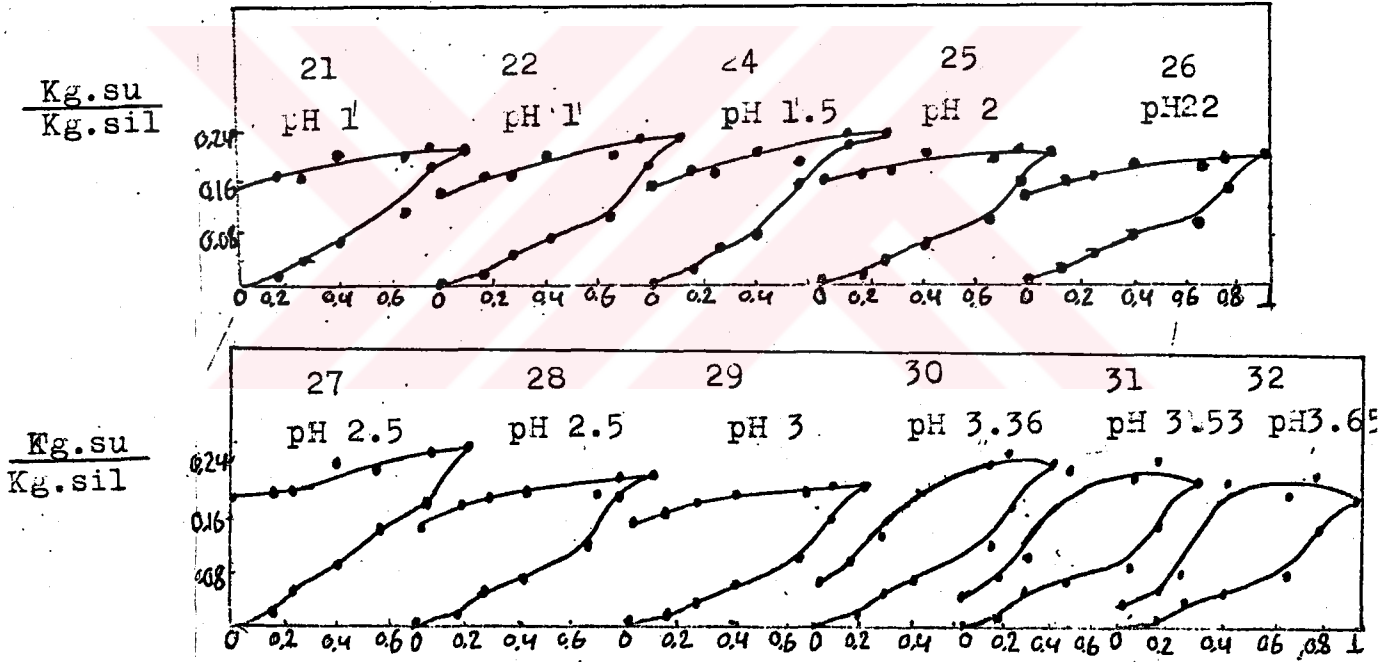
Desorpsiyon izotermlerinde Şekil 39 ve 40'da görüldüğü gibi histerezis olayı gözükmemektedir. Bu durum genellikle küçük çaplı gözeneklerde meydana gelir. Silikajellerin gözenek çapları küçük olması bunu doğrulamaktadır. Küçük çaplı gözeneklerde yoğunlaşan nem, yüzey gerilim nedeniyle buharlaşması engellenir. Bu da iç bükey yüzeylerde oluşur. Çünkü iç bükey yüzeylerde buhar basıncı azalır. Buna göre buharlaşan nem miktarı azalır ve gözeneklerde büyük bir kısım kalır.

Desorpsiyon izotermlerinde dikkati çeken başka bir nokta var. Bazen bağıl nem düştükçe adsorbentteki su miktarı ya aynı kalır veya artar. Bunun nedeni oda sıcaklığı değişmesinden kaynaklanmaktadır. Desorpsiyon ve adsorpsiyon deneyleri bir hafta boyunca yapılmıştır ve oda sıcaklığı hergün hatta gün boyunca değiştiği için desorpsiyon ve adsorpsiyon sonuçlarını etkilemektedir. Bu deneylerin su banyosunda yapılması denenmiş, ancak silikajelin bulunduğu kabın kapağında nem yoğunlaşarak yeniden silikajel üzerine damladığı için su banyosu kullanılmaktan vazgeçilmiştir.



bağıl nem

Şekil 39 : 25°C'da kesikli sistemde hazırlanan bazı silikajellerin adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermleri.



bağıl nem

Şekil 40: 25°C'da sürekli sistemde hazırlanan silikajellerin su buharı adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermleri.

Tablo 5 Adsorpsiyonda silikajel neminin ($\frac{\text{gr su}}{\text{gr kuru silikajel}}$)
havanın bağıl nemiyle değişimi (Adsorpsiyon izotermeleri)

Örnek No / Bağıl nem %	17.5	26.3	42	68	77.5	92.5
21	0.008	0.039	0.062	0.108	0.169	0.200
22	0.011	0.042	0.056	0.098	0.154	0.217
24	0.011	0.055	0.077	0.143	0.209	0.219
25	0.059	0.030	0.054	0.089	0.149	0.196
26	0.063	0.038	0.063	0.082	0.145	0.190
27	0.019	0.056	0.093	0.140	0.220	0.270
28	0.08	0.048	0.063	0.119	0.198	0.230
29	0.063	0.038	0.056	0.100	0.163	0.218
30	0.014	0.098	0.072	0.087	0.159	0.230
31	0.015	0.098	0.072	0.087	0.159	0.230
32	0.007	0.041	0.054	0.080	0.149	0.200
7	0.018	0.048	0.073	0.0113	0.177	0.219
9	0.008	0.043	0.060	0.103	0.162	0.205
15	0.009	0.047	0.066	0.123	0.160	0.179

Tablo 6 Desorpsiyonda silikajel neminin($\frac{\text{gr su}}{\text{gr kuru silikajel}}$)
havanın bağıl nemiyle değişimi
(Desorpsiyon izotermeleri)

Bağıl nem % Örnek no	92.5	77.5	68	42	26.3	17.5
21	0.200	0.208	0.192	0.200	0.162	0.162
22	0.217	0.217	0.189	0.196	0.161	0.161
24	0.220	0.209	0.187	0.198	0.166	0.169
25	0.196	0.196	0.189	0.190	0.167	0.667
26	0.190	0.190	0.170	0.180	0.158	0.158
27	0.270	0.250	0.234	0.243	0.196	0.196
28	0.238	0.230	0.198	0.210	0.183	0.183
29	0.213	0.218	0.206	0.206	0.193	0.175
30	0.250	0.279	0.250	0.265	0.147	0.103
31	0.232	0.260	0.230	0.246	0.116	0.073
32	0.200	0.240	0.200	0.230	0.080	0.067
7	0.218	0.209	0.185	0.194	0.185	0.170
9	0.205	0.214	0.179	0.188	0.171	0.160
15	0.179	0.179	0.151	0.151	0.130	0.130

Şekil 40'da adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermlerinin pH değişmesiyle pek fazla değiştiği gözlenmemektedir. Ancak büyük pH'larda (3.50, 3.53, 3.65) desorpsiyon izotermleri düşük bağıl nemlerde aysise doğru daha fazla eğilmektedir. Başka bir anlamda gözeneklerden daha fazla su buharlaşır.

Bu ise şekil 36'de bu jeller için verilen jelleşme pH'ının 3'den büyük olduğu durumlarda gözenek çapının artan jelleşme pH'ı ile artışına uygundur. Kelvin eşitliğine göre artan gözenek çapıyla P/P_s değeri azalmaktadır. Kelvin eşitliğinden P/P_s değeri $10A^0$ ve $2A^0$ gözenek çapları için hesaplanırsa 0.78 ve 0.95 bulunurki bu da gözlemlerimizi doğrulamaktadır.

Şekil 39 ve 40'da görülen izotermler, Rao ve Nayar'ın (1978) benzer şekilde ürettikleri silikajellere ait şekil 7'de verilmiş olan izotermlere benzemekle birlikte, bazı farklılıklara sahiptir. Örneğin Rao ve Nayar (1978) pH 1.4'den önce pH'ın azalması, pH 1.4 den sonra pH'ın artması ile yüksek bağıl nemlerde tutulan su miktarının arttığını gözlemiş ve pH 1.4'de oluşan jelde histerezis olayı görülmemesini bu jelin mikrogözenekli yapıda olması ile açıklamıştır. Rao ve Nayar (1978) adsorpsiyon izotermlerini öğütülmüş örneklerle, Mc Bain terazisinde elde etmişlerdir. Bu çalışmada dolgulu kolonda kolonda kullanacakları boyutlarda öğütülmemiş silikajellerin adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermleri saptandığından Rao ve Nayar'ın(1978) deneysel sonuçları ile aynı olan veriler elde edilememiştir.

Şekil 40'da görülen adsorpsiyon izotermleri Brauner sınıflandırılmasında IV gruba girmektedir.

III.7. Dinamik Adsorpsiyon

Kurulan dinamik adsorpsiyon düzenegi Şekil 19, 19'a da gösterilmiştir. Bu konuda geçecek olan bazı hesap yöntemleri şöyle açıklanabilmektedir. Deneysel veriler Ek'de verilmiştir.

Kullanılmayan kolon boyu: Deneysel salıverme eğrisinden ve denklem 11'den yararlanarak bulunmuştur (Treyball, 1980). Grafikten tutulan nem oranı (Miktarı): Çizilen salıverme eğrisinin üstündeki alan değeridir ki nümerik olarak Simpson kuralı ile hesaplanmıştır. (Aktaş ve ark., 1981)

Deneyden tutulan nem oranı: Dinamik adsorpsiyon deneyi bittikten sonra (Silikajeldeki nem dengeye geldiğinde) nemli silikajel tartılarak bulunmuştur.

Kütle aktarım katsayısı K_c : Denklem 38'i kullanarak bulunmuştur (Alpay, 1984).

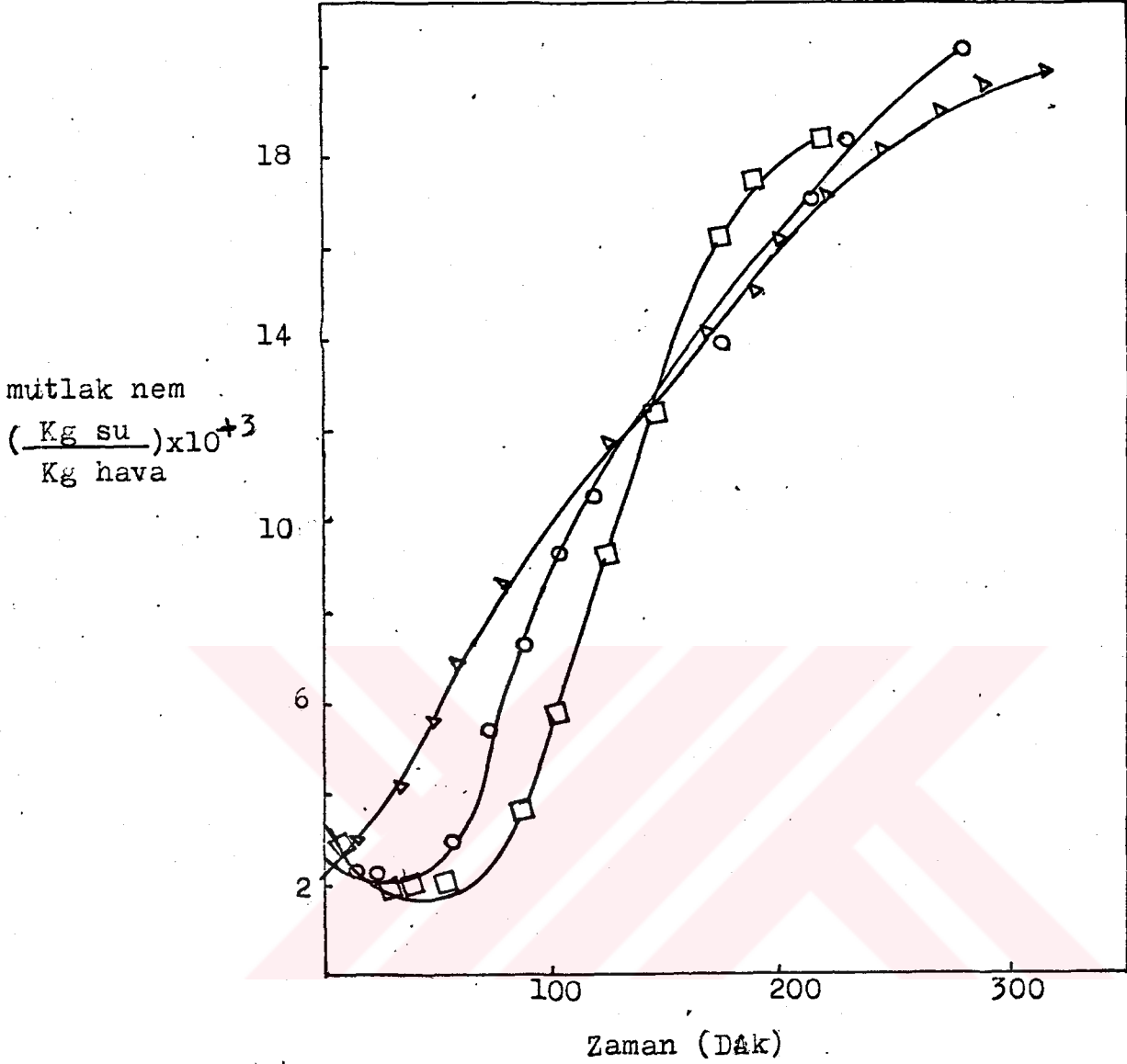
Etkin difüzyon katsayısı D: Silikajellerin ağırlık artışından ve Şekil 12'den yararlanarak bulunmuştur (Alpay, 1984). Bununla ilgili deneysel veriler Ek'de verilmiştir.

Denge katsayısı K: Deneysel adsorpsiyon izotermelerinden ve denklem 42 den yararlanarak bulunmuştur (Weber, 1974). Denge katsayıları ise Şekil 42, Şekil 43, Şekil 44 ve Şekil 45 de gösterilen doğruların eğimleridir. Bu doğrular deneysel verilerden en küçük kareler yöntemi ile elde edilmiştir.

Adsorpsiyon düzeneginde salıverme eğrisini etkileyen 5 faktör incelenmiştir.

III.7.1 Farklı Jelleşme pH'larında Elde Edilen Silika jellerin Salıverme Eğrisine Etkisi;

25°C'da kesikli sistemde hazırlama pH'ı farklı olan 3 silikajelle ilgili sonuçlar Tablo 7'de verilmiştir. Tablodaki LUB uzunluğu ve grafikten tutulan nem oranı ise Şekil 41'de çizilen salıverme eğrilerinden bulunmuştur.



Şekil 41: Farklı pH'lardaki silikajellerin salıverme eğrisine etkisi Örnek: (□)15, (Δ)9, (○) 7

Tablo 7 : Farklı pH'larda silikajelin adsorpsiyondaki etkisi

Örnek No	Giriş debisi (cm ³ /dak)	Kolon yüksekliği (cm)	Silika jel çapı (mm)	LUB (cm)	Sıcaklık (°C)	Grafikten tutulan nem oranı gr.su/grsil	Deneyden tutulan nem oranı gr.su/grsil
7	200	3.1	2	2.3	34.4	0.19	0.21
9	200	3.1	2	3.1	30.65	0.19	0.22
15	200	3.1	2	2.2	30.3	0.14	0.15

Şekil 41'de görüldüğü gibi 15. örnek daha hızlı nem tutmakta, örnek 7 ve 9 sıra ile daha düşük hızla nem tutmaktadır. Bu sonuç Tablo 8'de verilen difüzyon ve denge katsayılarıyla uyum sağlamaktadır. Çünkü difüzyon katsayısı büyük olan silikajel daha hızlı nem tutmakta ve dengeye daha çabuk gelmektedir. Bu sonuç yine giriş kısmındaki Şekil 13 ile uyum sağlamaktadır. Çünkü denge katsayısı ve difüzyon katsayısı büyüdükçe silikajelin salıverme eğrisi daha istenen duruma gelir.

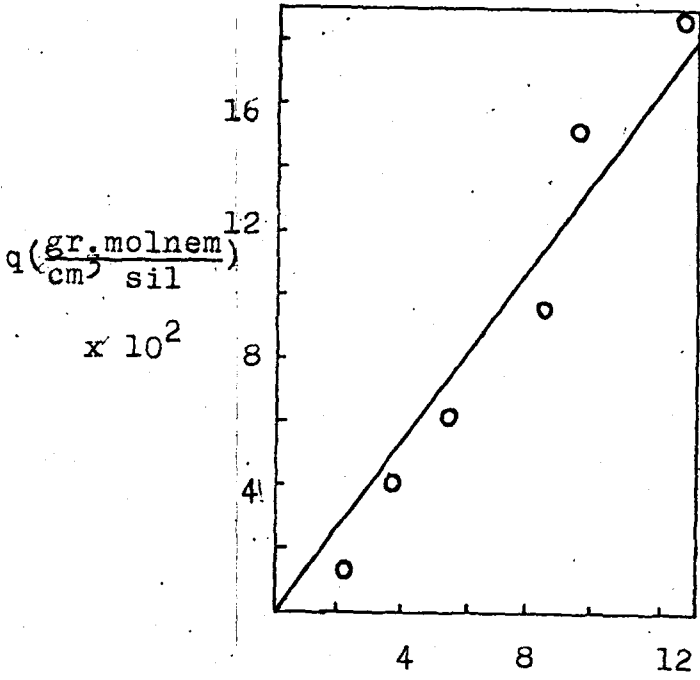
Tablo 8: Farklı pH'larda silikajellerin difüzyon ve denge katsayıları

Örnek No	pH	Difüzyon katsayısı $\times 10^{+11} (m^2/s)$	Denge katsayısı $\times 10^{-4} \left(\frac{cm^3 \text{ hava}}{cm^3 \text{ silikajel}} \right)$
7	2.5	1.35	1.47
9	3	0.84	1.24
15	1.6	3.86	1.44
24	1.5	5.70	1.50

Tablo 8'de verilen denge katsayıları Şekil 42, 43, 44 ve 45'deki doğruların eğimlerinden bulunmuştur.

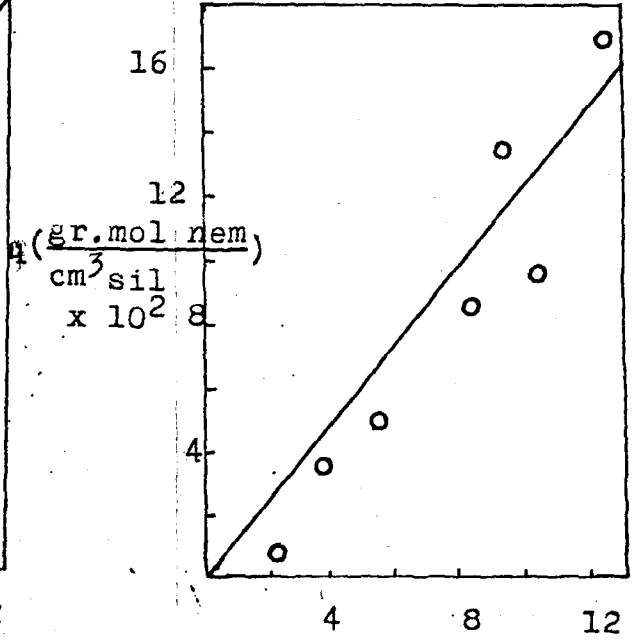
Tablo 7'de görüldüğü gibi grafikden ve deneyden bulunan tutulan nem oranları birbirine yakındır. Örnek 7 ile 9 hemen hemen aynı miktar, örnek 15 ise daha az nem tutmuştur. Bunun nedeni gözenek hacminden kaynaklanmaktadır. Örnek 7 ile örnek 9'un gözenek hacimleri birbirine yakındır (0.19-0.21 cm^3/gr). Örnek 15'inki ise daha düşüktür (0.10 cm^3/gr).

Kullanılmayan kolon boyu (LUB) ise farklı çıkmaktadır. Sabit kolon boyu için salıverme eğrisi başlangıçta ne kadar geçirse (eğimi küçülürse) kullanılmayan kolon boyu o kadar azalır. Başka bir ifade ile difüzyon katsayısı büyük olan silikajelin kullanılmayan kolon boyu azdır. Tablo 7'deki LUB değerleri bu sonuca uymaktadır.



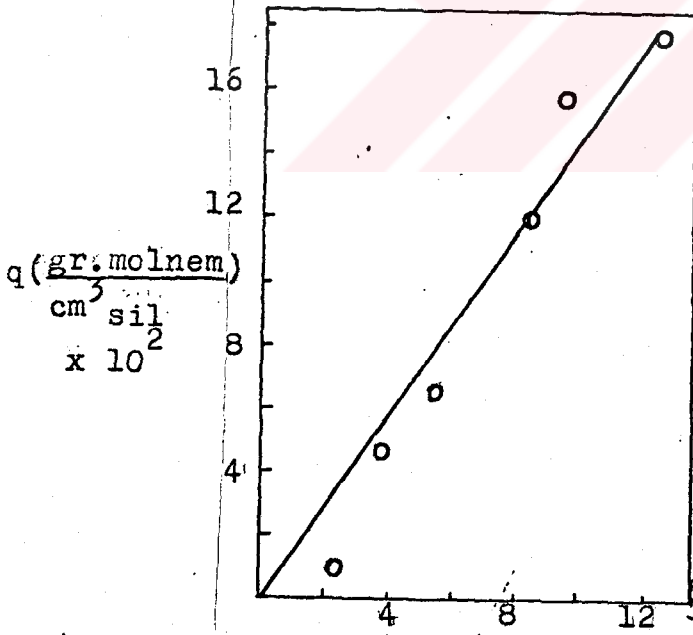
C Akışkan fazdaki su buharı derişimi $\left(\frac{\text{gr mol su}}{\text{cm}^3 \text{ hava}} \right) \times 10^7$

Şekil 42: Örnek 7'nin denge doğrusu, Korelasyon Katı 0.95



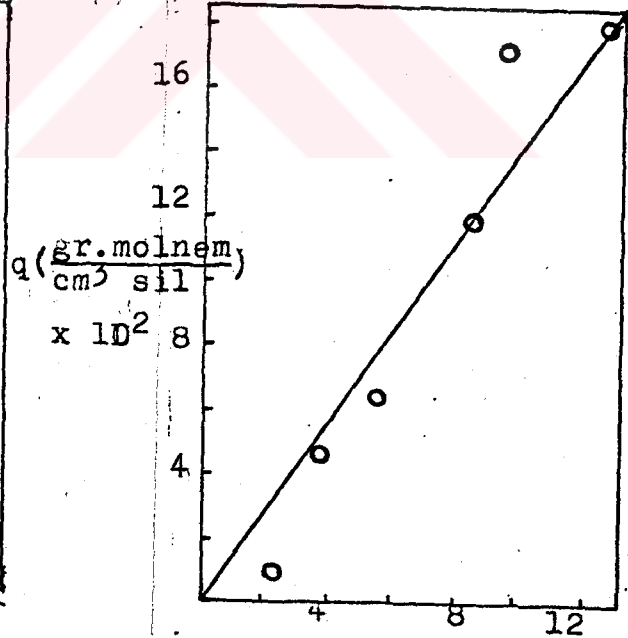
C Akışkan fazdaki su buharı derişimi $\left(\frac{\text{gr mol su}}{\text{cm}^3 \text{ hava}} \right) \times 10^7$

Şekil 43: Örnek 9'un doğru su, korelasyon katı 0.94



C Akışkan fazdaki su buharı derişimi $\left(\frac{\text{gr mol su}}{\text{cm}^3 \text{ hava}} \right) \times 10^7$

Şekil 44: Örnek 15'in denge doğrusu Korelasyon katı 0.96



C Akışkan fazdaki su buharı derişimi $\left(\frac{\text{gr mol su}}{\text{cm}^3 \text{ hava}} \right) \times 10^7$

Şekil 45: Örnek 24'un denge doğrusu, Korelasyon katı 0.94

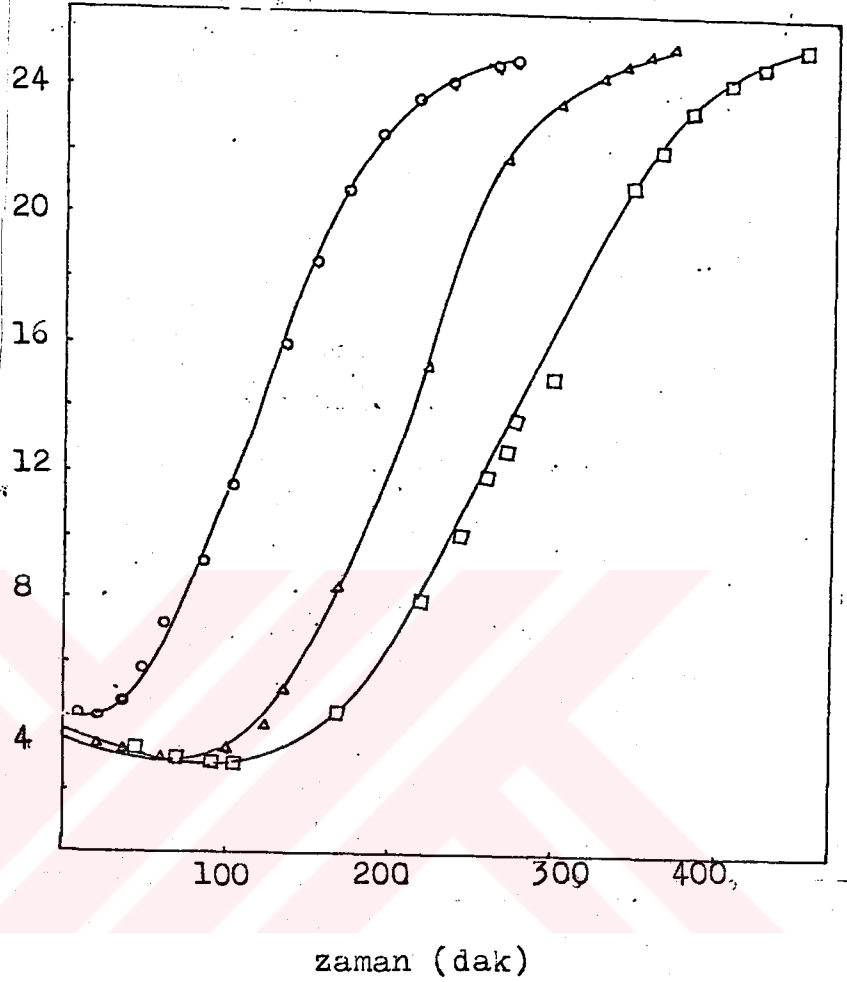
III.7.2. Kolon Boyunun Salıverme Eğrisine Etkisi

Örnek 24 kullanarak farklı kolon yükseklikleri (3.1-5-7cm) deneylerinde elde edilen sonuçlar Tablo 9'da, salıverme eğrileri ise Şekil 46'da gösterilmiştir.

Şekil 46'da görüldüğü gibi kolon boyu yükseldikçe salıverme eğrisi daha fazla gecikmektedir.

Tablo 9'da görüldüğü gibi kolon boyu artmasıyla LUB artar, nedeni ise denklem 11'de geçen ϵ_s 'in değeri artmasından kaynaklanır. Yine aynı Tablo'dan okunan grafikten ve deneyden tutulan nem oranları birbirine çok yakındır.

mutlak nem
 $\left(\frac{\text{Kg su}}{\text{Kg hava}} \right) \times 10^3$



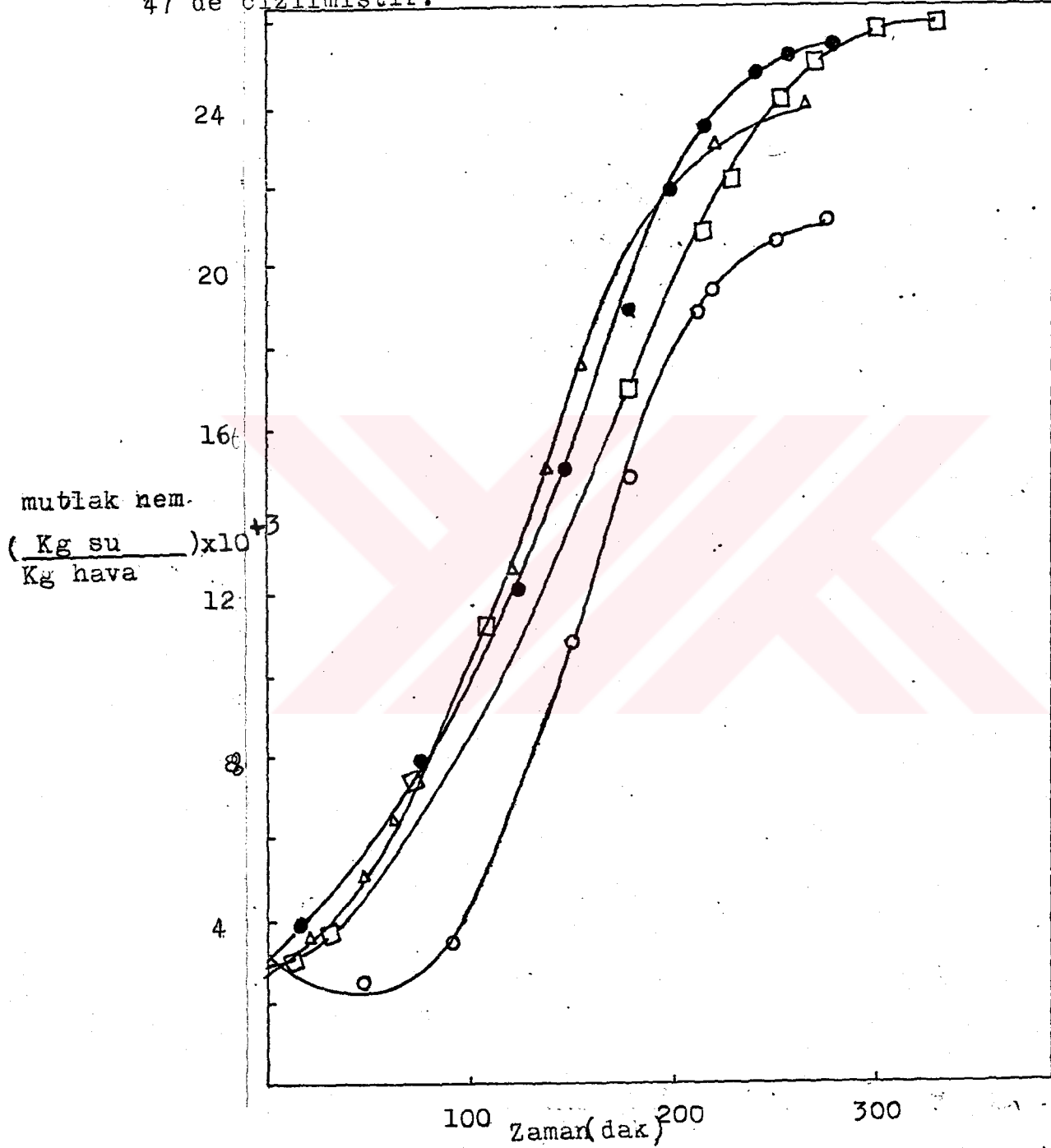
Şekil 46 : Kolon yüksekliğinin salıverme eğrisine etkisi
Yükseklik (cm): (□)7, (Δ) 5, (o) 3,1

Tablo 9 : Adsorpsiyonda kolon yüksekliği etkisi

Örnek No	Giriş debisi (cm ³ /dak)	Kolon yüksekliği (cm)	Silika jel çapı (mm)	LUB (cm)	Sıcaklık °C	Grafikten tutulan nem oranı gr.su/grsil	Deneyden tutulan nem oranı gr.su/gr.sil
24	200	3.1	2.5	3.1	33.6	0.21	0.20
24	200	5	2.5	3.15	35	0.22	0.22
24	200	7	2.5	4.6	34.4	0.20	0.20

III.7.3. Tanecik Çapının Salıverme Eğrisine Etkisi

Bu konu ile ilgili kolon çalışmasından elde edilen sonuçlar Tablo 10'da verilmiş, salıverme egrileri ise şekil 47'de çizilmiştir.



Şekil 47: Tanecik çapının salıverme eğrisine etkisi
(Tane çapı (mm), o:1.5, Δ:2.5, ●:3.5, □:4.5)

Şekil 47'de görüldüğü gibi tanecik çapı küçüldükçe 4.5 mm'lik hariç, salıverme eğrisi başlangıçta gecikir. Başka bir deyişle daha hızlı nem tutulur. Yine denklem 38 ve 39'dan tanecik çapının küçülmesi kütle transfer katsayısının büyümesine neden olur. Sonuç olarak kolondaki küçük tanecikler daha hızlı nem tutarlar. 4.5 mm çapındaki taneciklerin deneyinde sapma vardır. Yani başlangıçtaki gecikme sırasını takip etmemiştir. Nedeni ise giriş bağıl nem yüzdesi sabit kalmamasından kaynaklanır.

Şekil 47'de başka bir özellik vardır. Tanecik çapı büyüdükçe dengeye daha geç gelinir. Yine bu sonuç demin anlatılan kütle aktarım katsayısından kaynaklanmaktadır.

Küçük taneciklere ait LUB_1 küçük olduğu Tablo 10'da görülmektedir. Nedeni ise ϕ_3 'nin değeri okunabilmesinden meydana gelir. Daha büyük tanecikler için ϕ_B 'nin değeri sıfırdır. Grafikten ve deneyden okunan değerler birbirine yakındır.

Tablo 1D: Adsorpsiyonda tane çapı etkisi

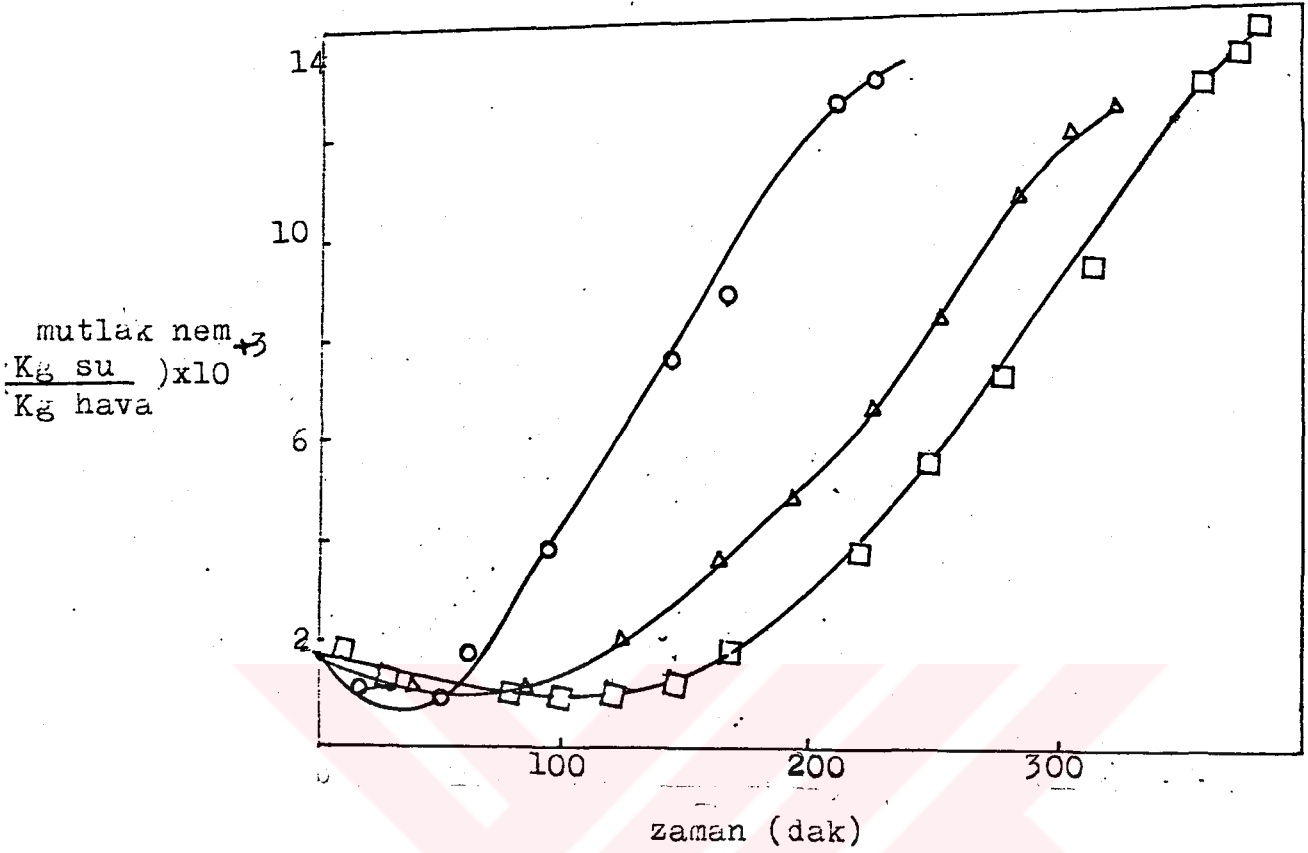
Örnek No	Giriş debisi (cm ³ /dak)	Kolon yüksekliği (cm)	Silika jel çapı (mm)	LUB (cm)	Sıcaklık (°C)	Grafikten tutulan nem oranı gr.su/gr.sil	Deneyden tutulan nem oranı gr.su/gr.sil
24	200	3.1	4.5	3.1	35.6	0.23	0.22
24	200	3.1	3.5	3.1	35.1	0.22	0.22
24	200	3.1	2.5	3.1	33.6	0.20	0.20
24	200	3.1	1.5	2.3	31.4	0.23	0.25

III.7.4. Giriş Hızının Salıverme Eğrisine Etkisi

Sonuçlar Tablo 11'de verilmiş salıverme eğrileri ise Şekil 48'de gösterilmiştir.

Şekil 48'de görüldüğü gibi giriş hızı arttıkça salıverme eğrisi dikleşir. Bu sonuç giriş kısmındaki Şekil 16 ile uyum sağlamaktadır.

Tablo 11'de görüldüğü gibi hız arttıkça LUB artar nedeni ise θ_s 'in artışı θ_B ninkine göre daha fazladır dolayısıyla arasındaki fark ($\theta_s - \theta_B$) artar ve LUB'un artmasına neden olur.



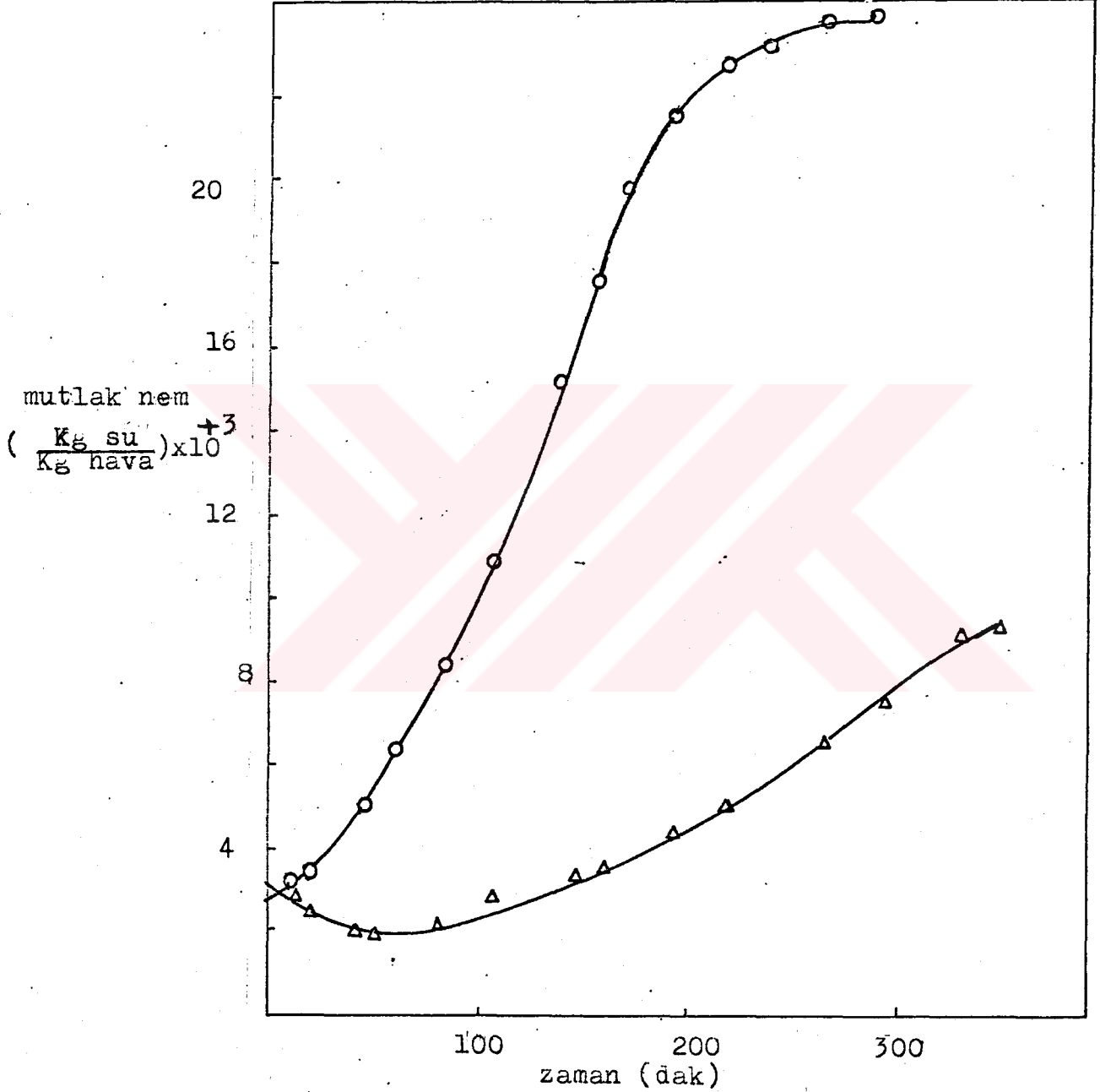
Şekil 48 : Giriş hızının salıverme eğrisine etkisi
(Giriş debisi (cm³/dak), (□):200, (△):400, (○):600)

Tablo 11 : Adsorpsiyonda giriş hız (debi) etkisi

Örnek No	Giriş debisi (cm ³ /dak)	Kolon yüksekliği (cm)	Silika jel çapı (mm)	LUB (cm)	Sıcaklık (°C)	Grafikten tutulan nem oranı gr.su/grsil	Deneyden tutulan nem oranı gr.su/grsil
24	200	5.5	2.5	3.4	25.2	0.17	0.19
24	400	5.5	2.5	3.9	23.6	0.21	0.19
24	600	5.6	2.5	4	24	0.21	0.18

III.7.5 Ortam Sıcaklığının Salıverme Eğrisine Etkisi

Bu konuda yapılan deneylerin sonucu Tablo 12'de salıverme eğrileri ise Şekil 49'da gösterilmiştir.



Şekil 49: Sıcaklığın salıverme eğrisine etkisi (Δ) 18°C (o) 33.6°C

Şekil 49'ten sıcaklık faktörünün çok önemli olduğu anlaşılmaktadır. Düşük sıcaklık derecesindeki salıverme eğrileri daha fazla gecikir.

Tablo 12 : Adsorpsiyonda ortam sıcaklığı etkisi

Örnek No	Giriş debisi (cm ³ /dak)	Kolon yüksekliği (cm)	silika jel çapı (mm)	LUB (cm)	Sıcaklık (°C)	Grafikten tutulan nem oranı gr.su/grsil	Deneyden tutulan nem oranı gr.su/grsil
24	200	3.1	2.5	3.1	33.6	0.20	0.20
24	200	3.1	2.5	2.3	18	0.12	0.15

Tablo 12`de görüldüğü gibi LUB sıcaklıktan etkilenmektedir. Düşük sıcaklıkta LUB düşer.

Düşük sıcaklıkta suyun buhar basıncı daha düşük olduğundan, yüksek sıcaklıktaki hava ile aynı bağıl nemde bulunan havanın mutlak nemi daha düşüktür. Bu nedenle aynı sürede düşük sıcaklıkta kolona giren su buharı yüksek sıcaklıkta kolona giren su buharından daha az olacaktır. Tablo 12`de düşük sıcaklıkta tutulan su miktarının daha az olduğu görülmektedir. Diğer taraftan sıcaklığın azalması denge katsayısının artmasına neden olacağından, sistem dengeye geldiğinde sili-kajelin daha fazla nem çekmesi beklenmektedir.

III.8. Teorik Salıverme Eğrisi

Giriş kısmında salıverme eğrisine ait çeşitli teorik çözümler anlatılmıştır. Bu çalışma başında Lee ve Weber'e (1969) ait bir nümerik çözümün bilgisayarla programı yapılmıştır. Ancak program okuldaki bilgisayarlarda (Amstrad, IBM) çok yavaş çalışıyordu ve bir salıverme eğrisini teorik olarak çıkarmak için bilgisayarın hemen hemen bir hafta çalışması gerekiyordu. Fakat böyle programlar genellikle çok hızlı (saniyede 2000 10x10 luk işlem) çalışan bilgisayar makinalarında gerçekleştirilir. Bu nedenle Rosen'e(1954) ait bir yaklaşık teorik çözüm benimsenmiştir. (Denklem, 15)

III.8.1. Deneysel Ve Teorik Salıverme Eğrilerinin Karşılaştırılması

Yapılan tüm dinamik adsorpsiyon deneyleri için teorik salıverme eğrileri çıkarılmıştır. Bazı deneylerde sapma vardır. Sapmanın nedenleri şöyle özetlenebilir.

1- Çözümün geçerli olması için X değeri büyük olması gerekir, $X > 0.2$

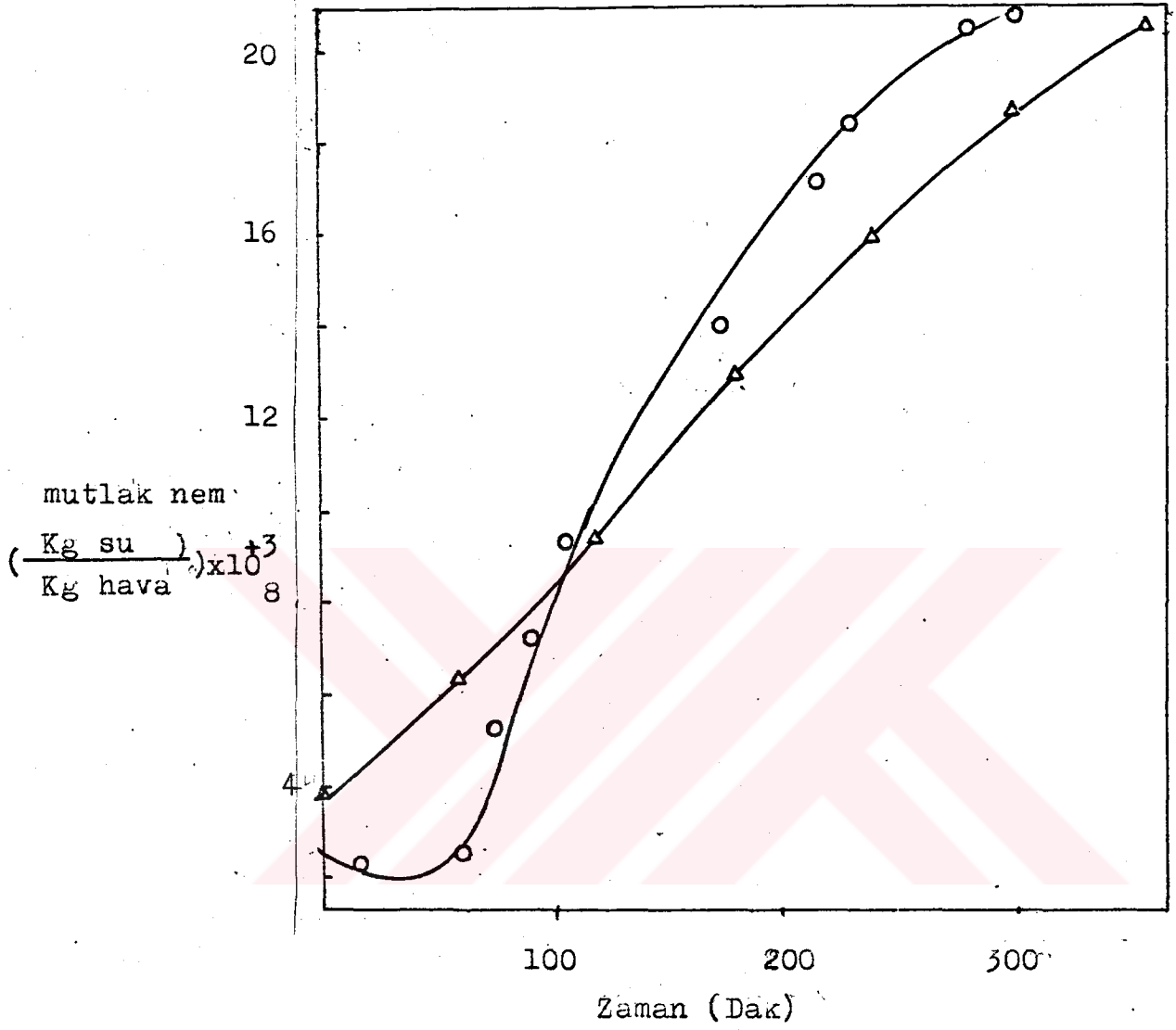
$$X = \frac{3kDz}{m^2v^2} \dots\dots\dots -17-$$

kullanılan kolon yüksekliği küçük olduğundan X değerini küçültür ama düşük hız (v), küçük tane çapı (b), X değerini büyütür. Bütün bu deneylerde $3.21 > X > 0.2$ çıkmıştır. Fakat bunun çok büyük olduğu söylenemez ve oradan belli bir sapma meydana gelir.

2- Etkin Difüzyon Katsayısı D : Difüzyon katsayısının hesaplandığı deney ile kolon çalışması deneyi aynı sıcaklıkta yapılmamıştır. Denklem 41'dan difüzyon katsayısı hesaplanırken logaritmik şekil kullanıldığı için okuma hatası vardır.

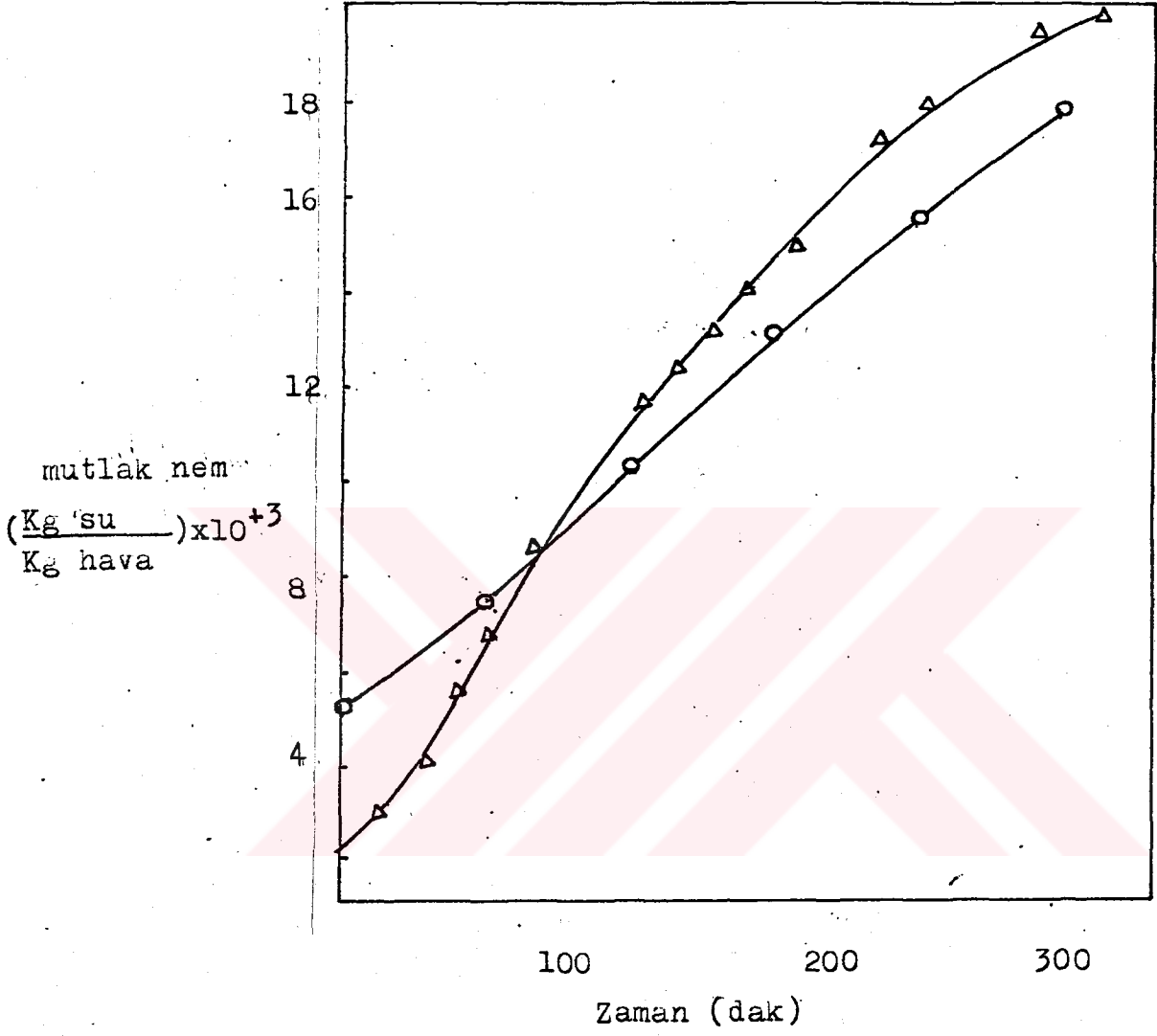
3- Denge Katsayısı K: Adsorpsiyon izotermi lineer olarak kabul edildiğinden belirli bir hata oranı verir. Şekil 42, 43, 44 ve 45'de verilen doğrular doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi olup, korelasyon katsayıları sırası ile 0.95, 0.94, 0.96 ve 0.94'dür.

- 4- Küttele Aktarım Katsayısı $K_{\text{ç}}$: Kolon içindeki basınç kaybı nedeniyle değişir. Halbuki $K_{\text{ç}}$ hesabında hızın sabit olduğu kabul edilmiştir.
- 5- Tanecik şekli küresel değildir, fakat teorik çözümde küresel olduğu kabul edilmiştir.
- 6- Yoğunluk hesabında anlatılan hata nedenleri.
- 7- Kolondan geçen nemli gazın kanallaşma nedeniyle her noktadaki silikajelle temas edemeyebilir.
- 8- Küçük silikajel örnekleri için bulduğumuz difüzyon ve denge katsayıları, artan örnek miktarlarında farklı olabilir. Elde edilen silikajellerin her noktadaki özellikleri aynı olmayabilir.



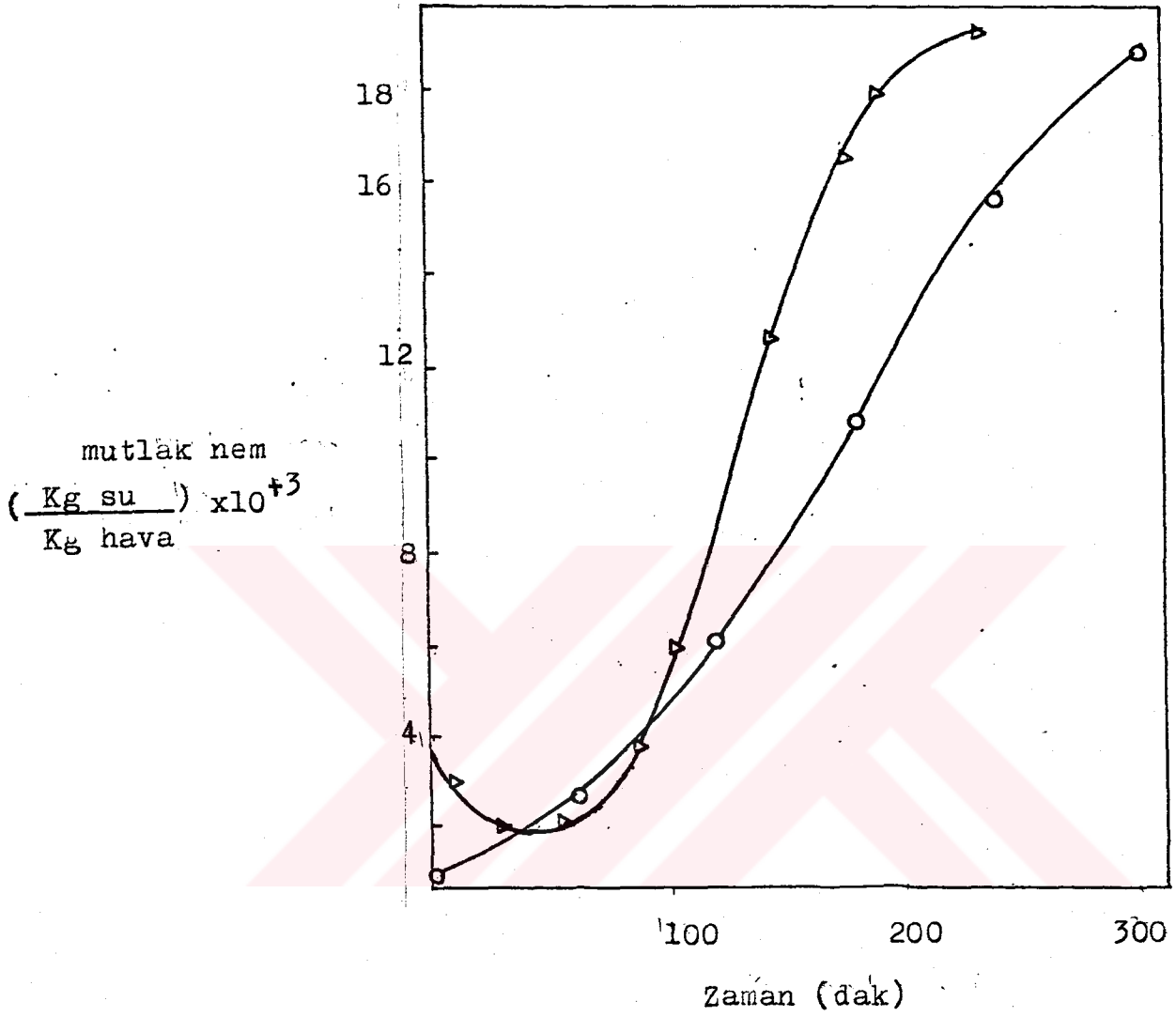
Şekil 50 : Deneysel ve teorik salıverme eğrileri

(Örnek 7: (o) Deneysel , (▲) Teorik)



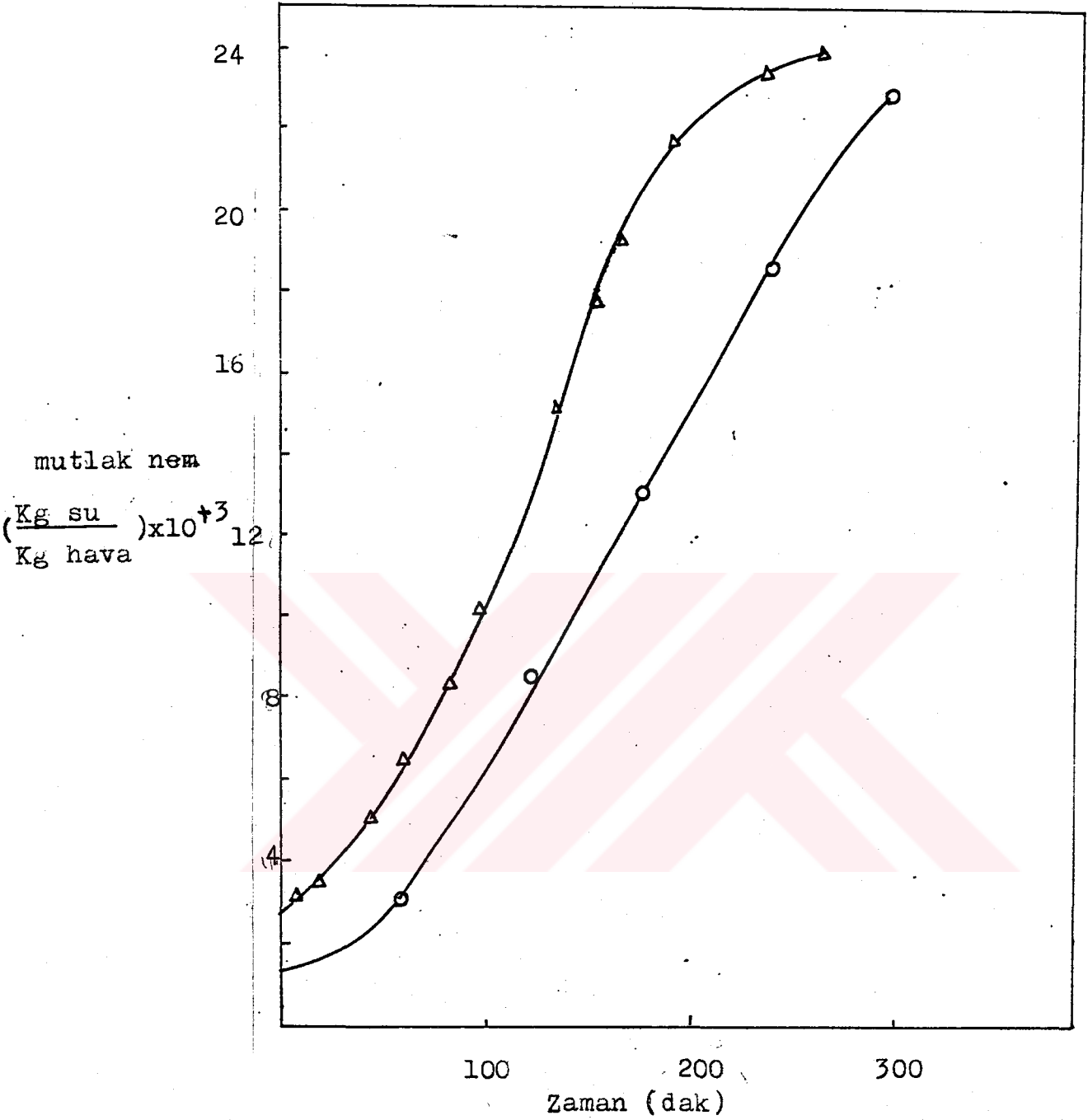
Şekil 51 : Deneysel ve teorik salıverme eğrileri

(Örnek 9 : Deneysel (Δ), Teorik (o))



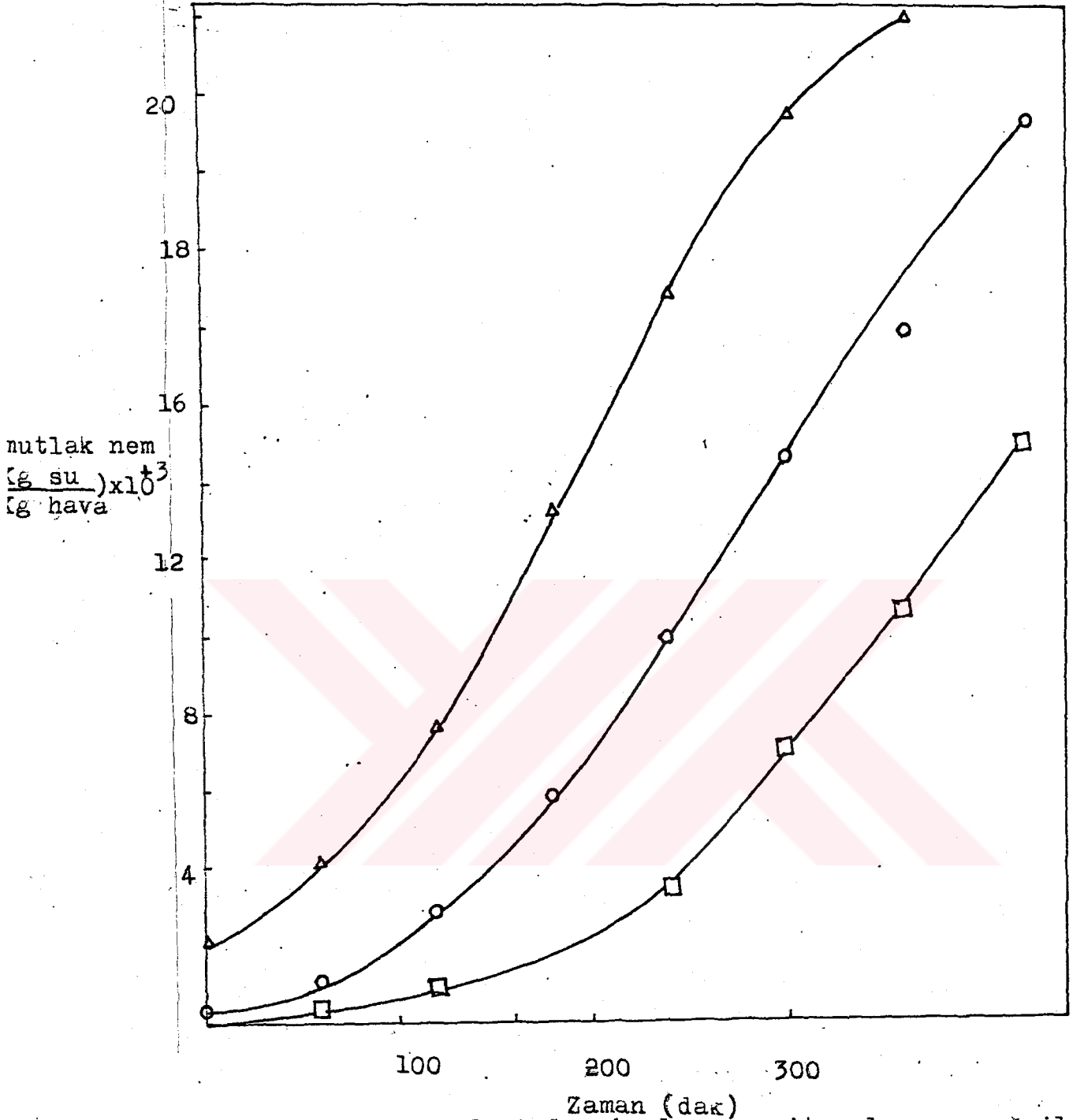
Şekil 52: Deneysel ve teorik salıverme eğrileri

(Örnek 15 Deneysel (Δ) , Teorik (o))



Şekil 53 : Deneysel ve teorik salıverme eğrileri
(Örnek 24 Deneysel (Δ), Teorik (○))

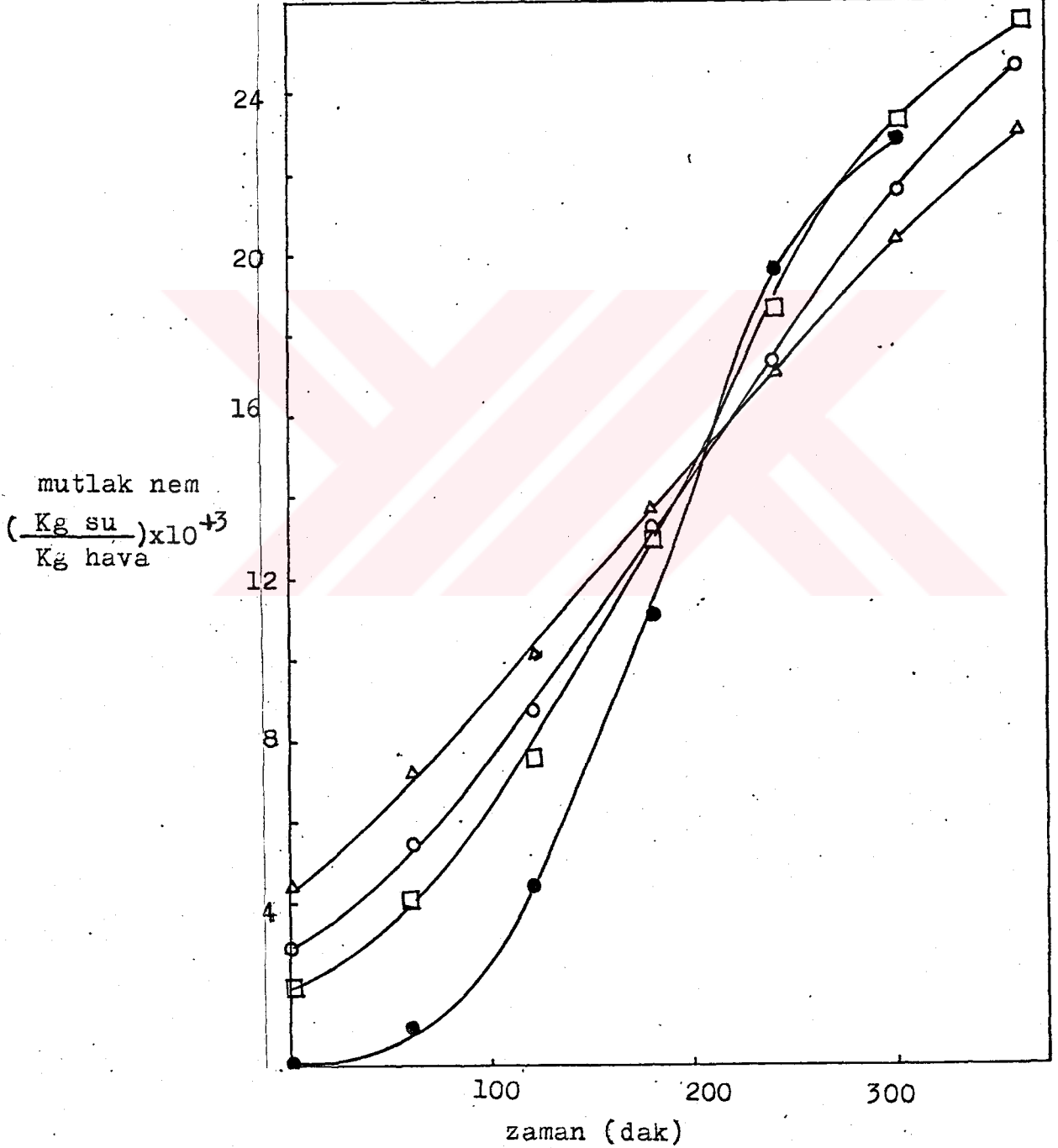
Şekil 50, 51, 52, 53'de farklı silikajeller için deneysel ve teorik salıverme eğrilerinin birbirine yakınlığı görülmektedir.



Şekil 54 : Farklı kolon boylarına ait salıverme eğrilerinin teorik çözümü (Yükseklik (cm): (A):3.1, (O):5, (□):7)

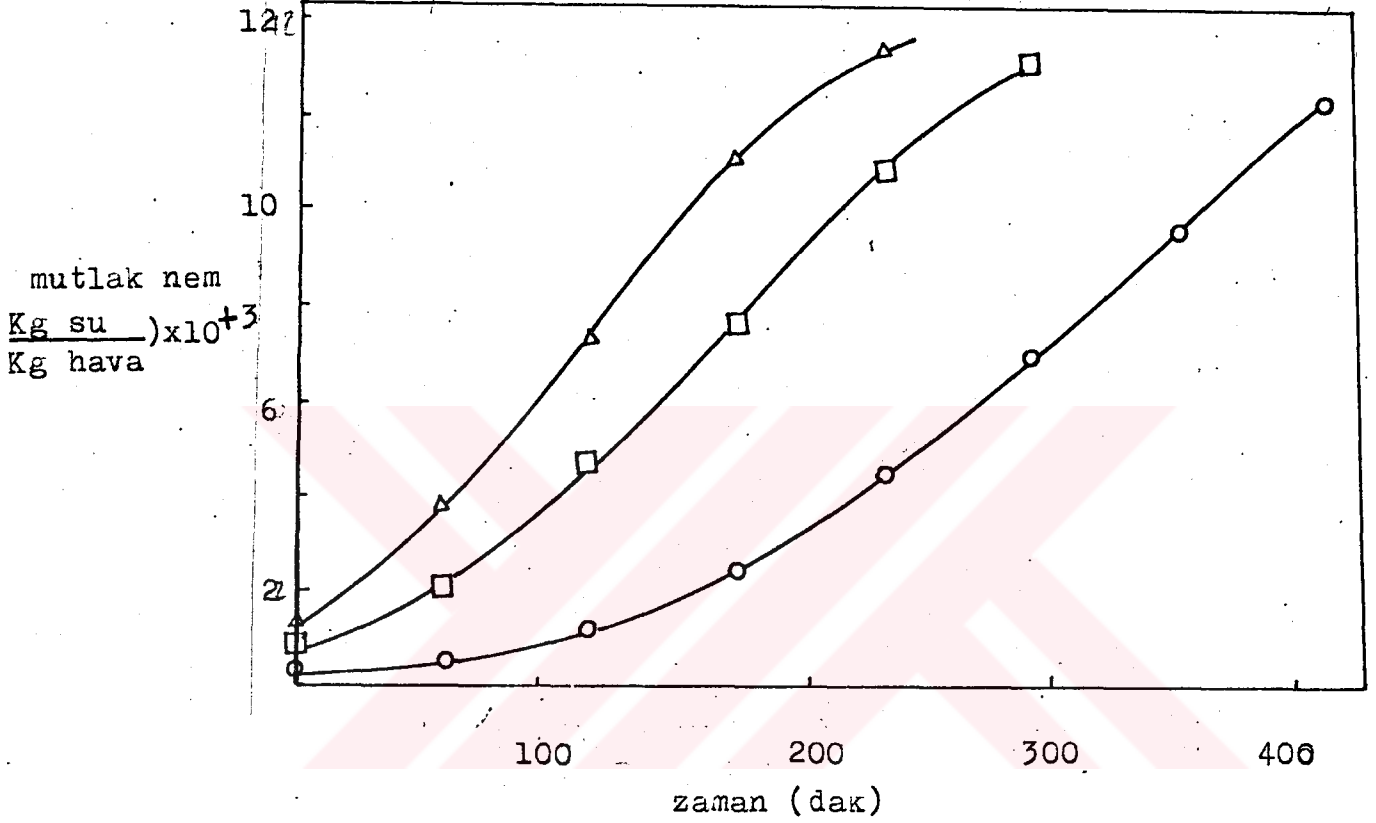
Şekil 54'de teorik olarak kolon boyu arttıkça, eğrilerin paralel olarak sağa kaydığı görülmektedir. Şekil 46'da verilmiş olan deneysel salıverme eğrileri de bu eğrilere benzerlik göstermektedir. Kolon boyuna ait teorik salıverme eğrilerinin deneysel salıverme eğrileri ile karşılaştırıldığında teorik çözüm, kolon boyu arttıkça, deneysel sonuçtan sapmalar

daha fazla artmaktadır. Kolon boyu uzadıkça kanallaşma olasılığında artmaktadır. Bu da deneysel olarak kolon çıkış havası neminin teorik olan değerden daima daha yüksek olmasına neden olur. Silikajelin her noktada aynı özellikte olmaması da dolgu yüksekliği arttıkça deneysel ve teorik veriler arasındaki farklılıklara yol açabilir.



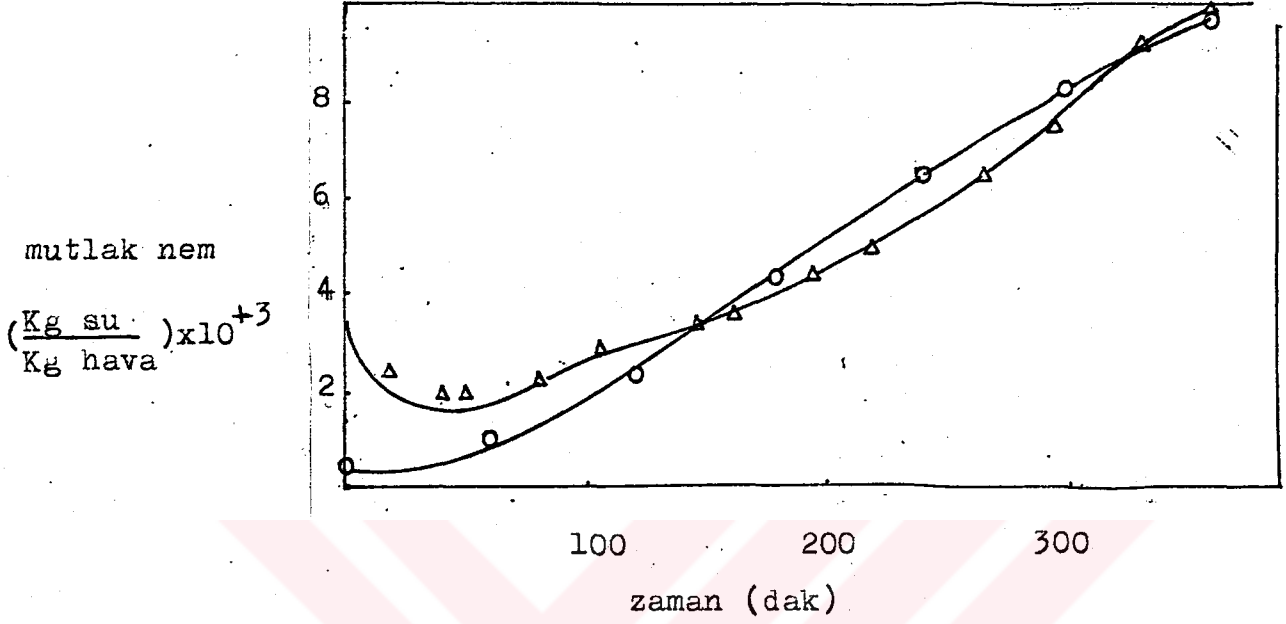
Şekil 55: Farklı tanecik çapına ait salıverme eğrilerinin teorik çözümü. (Tane çapı (mm); (●):1.5, (◻):2.5, (○):3.5, (Δ) 4.5)

Tane çapı etkisini gösteren Şekil 55'deki teorik salıverme eğrileri Şekil 47'deki deneysel salıverme eğrilerinden önemli ölçüde sapma göstermemektedir.



Şekil 56 : Farklı giriş hızlarına ait salıverme eğrilerinin teorik çözümü (Giriş debisi (cm^3/dak), (Δ):200, (\square):400, (\circ):600)

Şekil 55'de giriş debisinin etkisini gösteren teorik salıverme eğrileri deneysel salıverme eğrileriyle (Şekil 48) uyum sağlamaktadır. Salıverme eğrilerine giriş debisinin etkisini gösteren teorik ve deneysel veriler Lee ve Weber'in (1969) verileri ile uyum halindedir.



Şekil 57 : 18°C sıcaklıkta yapılan deneysel ve teorik salıverme eğrileri, Deneysel (Δ)- Teorik (o)

Silikajel içinde su buharının difüzyon katsayısı 18°C'da saptanmıştır. Kolondaki çalışmalarda ise sıcaklıklar 33°C a kadar çıkmıştır. Bu nedenle 18°C da saptanan difüzyon katsayılarının daha yüksek sıcaklıklarda çalışılan kolonlar için kullanılması deneysel ve teorik eğrilerinin birbirinden farklı olmasına neden olmaktadır. Difüzyon katsayısının saptandığı sıcaklık ile kolon çalışma sıcaklığının aynı olduğu durumda Şekil 57'de görüldüğü gibi teorik ve deneysel eğriler birbirine son derece benzemektedirler.

SONUÇ VE ÖNERİLER

25°C`da kesikli ve sürekli sistemde üretilen silikajellerde ortalama tane çapının 3.4 mm kadar çıktığı ve artan jelleşme pH`ı ile 1 mm nin altına kadar düştüğü görülmüştür. Dolgulu kolonda tane boyutunun 2 mm nin üstünde olması isten-
diğinden silikajel üretiminde pH 1 gibi düşük jelleşme pH`la-
rında çalışılmalıdır.

Örneklerin yığın yoğunluğunun 0.2-0.7 gr/cm³, görünür yoğunluğunun 0.9-1.9 gr/cm³, gerçek yoğunluğunun 1-2,5 gr/cm³ arasında olduğu saptanmıştır. Görünür yoğunluğu ve gerçek yoğunluğu daha doğru olarak saptanması için görünür ve ger-
çek yoğunluğun bir cıva porozimetresinde saptanması öne-
rilir. Böylece gözenek ve ortalama gözenek çapı değerlerindeki doğruluğu artacaktır. Gözenek hacmi 0.1-0.28 cm³/gr arasında, gözenek çapı 5-38 A^o arasındadır. Bazık ortamda (pH 11 gibi) üretilen silikajeller gözenek hacmi ve gözenek çapı sıfırdır.

Jelleşme pH`ı arttıkça yüksek bağıl nemde daha fazla su tutulmaktadır.

Adsorbsiyon ve desorbsiyon izotermlerinde bütün örnek-
lerde mikrogözeneklerde kondenzasyon işaret eden histerezis etkisi görülmüştür. Silikajellerin yüksek nemlerde % 18 ile % 24 arasında nem çektiği saptanmıştır. Silikajellerin adsorb-
siyon izotermlerinin Brauner sınıflandırmasında IV. tipe benze-
diği saptanmıştır.

Silikajellerin dinamik koşullarda en fazla % 22 nem çektiği saptanmıştır.

Dolgulu kolon çalışmalarında silikajel tipine göre tutulan nem 0.15-0.22 arısında bulunmuştur. LUB gaz hızı ile doğru, tanecik çapı ile ters orantılıdır. Sıcaklık artarsa LUB artmaktadır.

Farklı silikajellerde suyun etkin difüzyon katsayısı 0.84x10⁻¹¹-5.7x10⁻¹¹ m²/s arasında bulunmuştur.

Farklı silikajellerde denge katsayısı 1.2x10⁴-1.5x10⁴ cm³ hava/ cm³ silikajel arasında bulunmuştur.

Kolon salıverme egrilerinde, teorik ve deneysel sonuçlar belirli bir ölçüde birbirine yakındır. Kolonun çalışma sıcaklığında adsorbsiyon izotermi ve suyun etkin difüzyon katsayısı saptanmış deneylerde teorik ve deneysel sonuçlar birbirine çok daha yakındır.



ÖZET

Silikajel dolgulu kolonda havanın kurutulmasına etki eden faktörler incelenmiştir. Bu faktörler hava debisi, kolon yüksekliği, tanecik çapı ve silikajel tipidir. Dolgu maddesi olarak su camının sülfürik asit reaksiyonundan oluşmuş ve sürekli sistemde hazırlanan silikajel kullanılmıştır. Jelleşme ortamının pH'ını kontrol ederek değişik yüzey alanı, gözenek hacmi yığın yoğunluğu ve adsorbsiyon izotermleri olan silikajeller elde edilmiştir. Yüzey alanı Fisher areometrede, gözenek hacmi toluen sıvısını kullanarak bulunan yoğunluktan, adsorbsiyon izotermleri ise doymuş tuz çözeltileri ile denge bulunan hava kullanılarak bulunmuştur. Silikajelde suyun difüzyon katsayısı sabit nem ortamında ağırlık artışı oranından $0.84 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ ile $5.7 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ arasında bulunmuştur. Dolgu maddesi olarak kullanılan silikajellerin 1-5 mm arasında değişen tane boyutu 1 mm aralıklı elekler kullanılarak bulunmuştur.

1.6 cm çapındaki bir cam kolon 3-7 cm arasında değişen yüksekliklerde silikajel ile dolduruldu, 200-600³/dak arasında değişen hava debileri kullanıldı, giriş havasının nemi sülfürik asit su çözeltisinden havayı geçirerek % 80 bağıl nemde sabit tutuldu. Çıkış hava nemi ise elektronik higrometre (Ebro) kullanarak ölçülmüştür. Adsorblanan su miktarı silikajeli tartarak ve salıverme eğrisinden nümerik olarak bulunmuştur. Kullanılmayan kolon boyu LUB hesaplanmış artan giriş hızı, kolon yüksekliği ile arttığı, küçük taneciklerde azaldığı görülmüştür. Adsorbsiyon izotermleri lineer olduğu kabul edilerek teorik salıverme eğrileri çıkarılmıştır. Deneysel ve teorik salıverme eğrileri arasında iyi bir benzerlik elde edilmiştir.

Yapılan bu çalışma ile jelleşme pH'ı 1-2 arasında olan silikajellerin, dolgulu kolonda kullanılmaya en uygun silikajeller olduğunu göstermiştir.

SUMMARY

The effects of air flow rate, the packing height, particle size and the type of silicagel on the breakthrough curves for drying air in a silicagel packed column were studied. Silicagels used as a drying agent were synthesized by continuous mixing of water glass and sulfuric acid. Silicagels with different surface area, pore volume, bulk density and adsorption isotherms were prepared by controlling the pH of the gelation medium. The surface areas were determined by using a Fisher areameter, pore volumes were determined by measurement of the density of silicagels in nonwetting liquid toluen, adsorption isotherms were determined by using air in equilibrium with saturated salt solutions. Diffusion coefficient of water in silicagels were determined from the rate of increase in weight in constant humidity medium and found between $0.84 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$ and $5.7 \times 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$. Silicagels fractionated from 1-5 mm particle size by 1 mm intervals were used as packing materials.

A glass column of 1.6 cm diameter was packed with silicagels to a height of 3-7 cm. The air flow rates studied were between 200-600 cm^3/min . The inlet humidity of air were kept as 80% by passing air through sulfuric acid-water solution. The outlet humidity of air were measured by an Ebro electronic hygrometer. The mass of adsorbed water were determined both by weighing of silicagel and by numerical integration of breakthrough curves. Length of unused bed (LUB) were determined and increased with increased flow rate and packing height decreased with very small particle size. Solid diffusion controlled mass transfer with linear adsorption model were used in predicting breakthrough curves. A good correlation were obtained between experimental and theoretical curves


In this work it is found that the silicagels prepared in gelation pH between 1-2 are the best silicagels which can be used in packed bed.

KAYNAKLAR

1. Aktaş Z., Öncül-H., Ural S., " Sayısal Çözümleme ", O.D. T.Ü. Bilgisayar Mühendisliği Böl.(1981).
2. Alpay E., " Kütle Aktarımı ", Ege Üniversitesi Basımevi, İzmir, (1984).
3. Antebi Y., "Hava Nemi İle Renk Değiştiren Silikajelin Yapımı", Bitirme Ödevi, Yöneten Balköse D., E.Ü.,(1985)
4. Baltacıoğlu H., "Nem Çekici Silikajel Üretimi Prosesinin Geliştirilmesi ve Pilot Tesis Tasarımı", Yüksek Lisans Tezi, Yöneten Balköse D., E.Ü., (1988).
5. Gregg. S.J., Sing K.S.W., "Adsorption Surface Area And Porosity", Subsidiary of Harcourt Brace Jovanovich, London, (1982).
6. Gultop.T., "Modeling of Adsorption in Packed Beds", Yüksek Lisans Tezi, Yöneten Bağ N., O.D.T.Ü., Ankara (1985).
7. İler R.K., "The chemistry of Silica", John Wiley and Sons, Newyork,(1979).
8. Lee R.G. Weber.T.W, "İzotermal Adsorbtion in Fixed Beds", The Canadian Journal of Chemical Engineering, 47, 54-59, (1969)
9. Rao S.K, Nayar C.B., "Influence of PH of Gellation of Silikajel on its Sorption-Desorption Hysteresis With Water", Indian Journal of Chemistry Vol 16 A, 120-122,(1978)
10. Rasmuson A, Neretnicks I., "Exact Solution of a model for Diffusion in Particle and Longitudinal Dispersion in Packed Beds", AIChE J., 26, 686 (1980).
11. Rosen.J.B. "General Numerical Solution for Solid Diffusion in Fixed Beds", Industrial and Engineering Chemistry, 46, 8, 1550-1594, (1954).
12. Ruthven D.N, " Prenciple of Adsorbtion and Asorption Processes", John Wiles and sons., University of New Brunswick, Fredericion, (1984).
13. Treybal R.E. "Mass Transfer Operations", Mc Graw-Hill, Inc., Newyork,(1980).

14. Tuba K., " Silikajelde Gözenek Hacmi Yüzey Alanı ve Silikajel Üretiminde Kullanılan Yeni Yöntemler", Bitirme Ödevi, Yöneten Balköse D., E.Ü., (1984).
15. Üneri.S., "Kolloid Kimyası", A.Ü. Basımevi, Ankara,(1969).
16. Weast.R.C., Astle.A.N., "CRC Handbook of Chemistry and Physics ", CRC Press, Florida,(1981).
17. Weber T.W, Chakravorti R.K., " Pore and Solid Difussion Models for Fixed Bed Adsorpers ", AIChE, Journal, 20.2, 222-237, (1979).
18. Yoldaş S. " Silikajel Dolgulu Kolonda Havanın Kurutulması", Bitirme Ödevi, Yöneten Balköse D., E.Ü., İzmir, (1985).





EKLER

Tablo1: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 7
Kuru silikajel miktarı	: 3.73 gr
Silikajel yüzey alanı	: 180 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.6 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.55 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 4.52 gr
Nemlendirici giriş havası	: 29.5
Bağıl nem (%)	: 47.4
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 30.2
Bağıl nem : (%) 82	Tane çapı : 2 mm
Denge katsayısı K	: 1.4 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _g	: 5.23 cm/sn cm ³ pelet
X : 0.41	γ : 3.6 x 10 ⁻³

Kolon çıkış havası

Süre(dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
15	9	30
25	8.8	30.1
60	14.6	30.3
75	20	30.3
90	27	30.4
105	34.5	30.6
140	4.2	30.7
175	51	30.9
215	62.2	31
230	66.6	31.1
280	71.1	31.3
320	75	31.3

Tablo2: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 9
Kuru silikajel miktarı	: 3.52 gr
Silikajel yüzey alanı	: 200 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.57
Tane yoğunluğu	: 1.5
Kolon çapı	: 1.6
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 4.31 gr
Nemlendirici giriş havası	: 29.8 °C
Bağıl nem (%)	: 50
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 30.1 °C
Bağıl nem : (%) 82	Tane çapı : 2 mm
Denge katsayısı K	: 1.24 x 10 ⁴ ($\frac{\text{cm}^3 \text{ hava}}{\text{cm}^3 \text{ pelet}}$)
Kütle aktarım katsayısı K _c	: 5.16 cm/sn
X : 0.22	$\gamma : 2 \times 10^{-3} \text{g}$

Kolon çıkış havası

Süre(dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
15	11.3	29.9
35	15.5	29.8
50	22	29.9
60	25.8	29.9
80	32.6	29.9
125	44	30.1
140	46.6	30.2
155	49.5	30.2
170	52.5	30.3
190	56	30.4
225	64	30.5
245	67	30.6
271	69.9	30.5
289	72.2	30.5
317	73.3	30.5

Tablo3: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 15
Kuru silikajel miktarı	: 4.59 gr
Silikajel yüzey alanı	: 192.7 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.74 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.78 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 5.21 gr
Nemlendirici giriş havası	: 29.1
Bağıl nem (%)	: 518
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 29.5
Bağıl nem : (%)	82
Tane çapı	: 2 mm
Denge katsayısı K	: 1.44 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 5.4 cm/sn cm ³ pelet
X	: 1.26
γ	: 0.01

Kolon çıkış havası

Süre (dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	12	29.4
22	9	29.3
30	8	29.3
40	8	29.3
55	8.3	29.3
65	9.5	29.4
90	14.8	29.4
105	23	29.5
127	36.4	29.6
145	48.5	29.6
192	68.6	29.8
220	71	29.9
230	72.5	29.9
250	72.7	30
255	72.7	30.1

Tablo 4: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 3582 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.61 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 4.6 gr
Nemlendirici giriş havası	: 32.9 °C
Bağıl nem (%)	: 36.6
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 33.2
Bağıl nem : (%) 81	Tane çapı : 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 4.9 cm/sn cm ³ pelet
X : 1.24	γ : 0.014

Kolon çıkış havası

Süre(dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	10	33.1
20	11	33.1
37	12.5	33.1
45	15.5	33.1
60	20	33.2
85	26	33.3
105	33.5	33.3
137	46.5	33.5
157	54	33.6
175	61	33.7
197	66	33.7
220	69.5	33.8
240	71	33.9
268	72.6	34
288	73	34.1

Tablo 5: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 6.21 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.62 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 5 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 7.55 gr
Nemlendirici giriş havası	: 34.9 °C
Bağıl nem (%)	: 41.5
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 35 °C
Bağıl nem : (%)	81
Tane çapı	: 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _c	: 4.9 cm/sn cm ³ pelet
X	: 2.04
γ	: 0.014

Kolon çıkış havası

Süre (dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
20	7.7	34.5
35	7	34.2
60	6.5	34.3
75	6.3	34.4
100	7.3	34.5
126	10.7	34.7
135	13	34.8
170	22.1	35
225	42	35.2
275	60	35.4
305	65.5	35.4
320	66.3	35.3
333	67.3	35.2
345	68.4	35.2
360	69.4	35.2
375	70	35.1

Tablo6: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 8.59 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.64 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 7 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 10.32 gr
Nemlendirici giriş havası	: 34.2 °C
Bağıl nem (%)	: 46
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 34.8 °C
Bağıl nem : (%) 81	Tane çapı : 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 4.9 cm/sn cm ³ pelet
X : 2.8	γ : 0.014

Kolon çıkış havası

Süre (dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	10.8	34.2
30	8	34.2
40	7.5	34.2
70	6.5	34.3
90	6.2	34.3
105	6.2	34.3
170	11	34.3
220	21.2	34.4
245	27.2	34.5
275	35	34.6
302	41.2	34.6
352	58.3	34.6
390	65.6	34.5
412	67.5	34.5
432	68.5	34.5
465	70	34.5

Tablo 8: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 3.93 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.63 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 4.79 gr
Nemlendirici giriş havası	: 344 °C
Bağıl nem (%)	: 36.8
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 34.8
Bağıl nem : (%) 81	Tane çapı : 3.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 4.1 cm/sn cm ³ pelet
X : 0.66	γ : 0.12

Kolon çıkış havası

Süre (dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
15	11	34.4
35	12	34.5
45	14.6	34.5
75	22.5	34.7
125	35	35
145	43	35.1
180	54	35.2
200	62	35.2
215	65.8	35.3
258	70.7	35.5
275	71	35.5

Tablo9: Dinamik kurutma verileri

Silika jel No	: 24
Kuru silika jel miktarı	: 382 gr
Silika jel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.61 gr/ cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silika jel ağırlığı	: 4.67 gr
Nemlendirici giriş havası	: 34.8 °C
Bağıl nem (%)	: 35.5
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 35 °C
Bağıl nem : (%) 78	Tane çapı : 4.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 3.48 cm/sn cm ³ pelet
X : 0.39	γ : 0.01

Kolon çıkış havası

Süre (Dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	9	43.9
30	10.2	43.9
75	20.6	35.1
110	31	35.3
180	47	35.6
215	57	35.6
230	60.2	35.7
255	66.2	35.8
270	68	35.8
290	70	35.8
300	70.2	35.8
327	70.5	35.9

Tablo 6: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 6.91 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.62 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 5.5 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 8.23 gr
Nemlendirici giriş havası	: 26°C
Bağıl nem (%)	: 40.7
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /sn
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 25°C
Bağıl nem : (%)	84
Tane çapı	: 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 4.86 cm/sn cm ³ pelet
X	: 2.26
γ	: 0.014

Kolon çıkış havası

Süre (Dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	10	35.3
30	7	24.9
50	5.8	24.8
65	5.4	24.8
80	5.2	24.9
100	4.9	24.9
120	5.2	25
145	6.6	25.1
170	10.7	25.2
225	20.3	25.4
250	29	25.5
315	48.8	25.5
360	67.6	25.1
370	71	25.2
380	73.7	25.3
400	75	25.3

Tablo 11: Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 6.87 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.62 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm ³
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 5.5 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 8.18 gr
Nemlendirici giriş havası	: 28.3
Bağıl nem (%)	: 38.5
Kolon giriş havası debisi	: 400 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 24.6
Bağıl nem : (%) 80	Tane çapı : 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48 x 10 ⁴ $\frac{\text{cm}^3 \text{ hava}}{\text{cm}^3 \text{ pelet}}$
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 6.38 cm/sn
X : 1.15	γ : 0.01

Kolon çıkış havası

Süre(Dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık(°C)
10	9.4	26.1
40	7.4	24.6
85	7	24.2
125	12	23.9
165	20.8	23.8
195	28	23.6
225	37.5	23.5
255	47.8	23.3
285	61.3	23.2
295	65.7	23.2
305	69	23.2
325	71.5	23.1

Tablo 13 Dinamik kurutma verileri

Silikajel No	: 24
Kuru silikajel miktarı	: 4.16 gr
Silikajel yüzey alanı	: 333 m ² /gr
Yığın yoğunluğu	: 0.62 gr/cm ³
Tane yoğunluğu	: 1.49 gr/cm
Kolon çapı	: 1.6 cm
Dolgu yüksekliği	: 3.1 cm
Nemli silikajel ağırlığı	: 4.79 gr
Nemlendirici giriş havası	: 18°C
Bağıl nem (%)	: 54
Kolon giriş havası debisi	: 200 cm ³ /dak
Kolon giriş havası sıcaklığı	: 19.5°C
Bağıl nem : (%) 81	Tane çapı : 2.5 mm
Denge katsayısı K	: 1.48x10 ⁴ cm ³ hava
Kütle aktarım katsayısı K _ç	: 49cm/sn cm ³ pelet
X : 1.36	γ : 0.014

Kolon çıkış havası

Süre (dak)	Bağıl nem(%)	Sıcaklık (°C)
10	24.5	18
20	19.5	18
25	18	18
40	15.5	18
40	15.5	18.1
80	16.8	18.2
105	21.2	18.2
145	24.3	18.4
160	27	18.3
195	33.7	18
220	38.8	17
220	37.5	18
265	49.3	18.1
295	52.0	18.4
330	70	18.7
350	71.7	19
365	72.6	19

Tablo 14 : Etkin difüzyon katsayılarının hesaplanmasında kullanılan deneysel veriler

Süre (dak)	Örnek 7	Örnek 9	Örnek 15	Süre (dak)	Örnek 24
	Kuru ağırlık 0.4668 gr	Kuru ağırlık 0.4489 gr	Kuru ağırlık 0.2409 gr		Kuru ağırlık 2.07 gr
	Tane çapı 2.6 mm	Tane çapı 2.85 mm	Tane çapı 2.07 mm		Tane çapı 5 mm
	Artış mik- tari gr	Artış mik- tari gr	Artış mik- tari gr		Artış mik- tari gr
0	0	0	0	0	0
5	0.0044	0.0040	0.0033	88	0.24
10	0.0080	0.0069	0.0060	145	0.32
15	0.0153	0.0097	0.0086	210	0.38
23	0.0214	0.0147	0.0146	245	0.39
38	0.0291	0.0197	0.0202		0.46
53	0.0366	0.0247	0.0254	--	--
73	0.0447	0.0295	0.0291	--	--
113	0.0581	0.0392	0.0309	--	--
188	0.0717	0.0917	0.0309	--	--
	0.0861	0.0917	0.0309	--	--