

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**SÜPERKRİTİK AKIŞKAN EKSTRAKSİYONUNDA
BİR TASARIM ÇALIŞMASI**

Kimya Müh. Altuğ Bülent ERBİL

106272

F.B.E Kimya Mühendisliği Anabilim Dalında
Hazırlanan

106272

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Savunma Tarihi : 07/Şubat/2001
Tez Danışmanı : Prof. Dr. Salih DİNÇER (Y.T.Ü)
Jüri Üyeleri : Prof. Dr. Esen BOLAT. (Y.T.Ü)
: Prof. Dr. Ferdane YILMAZ (Y.T.Ü)

**T.C. YÜKSEKÖĞRETİM KURULU
DOKÜMANTASYON MERKEZİ**

İSTANBUL, 2001

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
SİMGE LİSTESİ.....	iv
KISALTMA LİSTESİ.....	v
ŞEKİL LİSTESİ.....	vi
ÇİZELGE LİSTESİ.....	vii
ÖNSÖZ	viii
ÖZET	ix
ABSTRACT	x
1. GİRİŞ	1
2. ESANSİYEL YAĞLAR ve LAVANTA ÇİÇEĞİ ESANSİYEL YAĞI.....	3
2.1 Esansiyel Yağlar	3
2.1.1 Genel Bilgi	3
2.1.2 Esansiyel Yağların Kimyası	4
2.1.3 Esansiyel Yağların Farmakolojik Etkileri.....	5
2.1.4 Esansiyel Yağların Üretim Yöntemleri.....	6
2.1.4.1 Destilasyon	6
2.1.4.2 Presleme	10
2.1.4.3 Çözücü Ekstaksiyonu	10
2.1.4.4 Soğuk Hayvani Yağ ile Ekstraksiyon	11
2.1.4.5 Sıcak Hayvani Yağ ile Ekstraksiyon.....	11
2.1.4.6 Hidrodifüzyon.....	11
2.1.5 Esansiyel Yağların Eldesinde Çözücü Olarak CO ₂ Kullanımı.....	13
2.2 Lavanta Çiçeği.....	13
2.2.1 Doğal Yerleşimi ve Dağılımı.....	14
2.2.2 Esansiyel Yağın Kalitesini Etkileyen Faktörler.....	14
2.2.3 Kullanım Alanları	15
2.2.4 Lavanta Çiçeğinin Esansiyel Yağı ve Bileşenleri.....	16
2.2.5 Türkiye’de Yetişen Lavanta Çiçeği	16
3. SÜPERKRİTİK AKIŞKANLAR VE UYGULAMALARI.....	18
3.1 Tarihsel Gelişim.....	18
3.2 Süperkritik Akışkan	19
3.3 Süperkritik Akışkan Bölgesi.....	20
3.4 Süperkritik Çözücüler	22
3.5 Süperkritik Akışkanların Uygulama Alanları.....	23
3.6 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu İşlemi.....	25
3.7 Çözünürlük ve Faz Dengesini Ölçme Yöntemleri.....	27
3.8 Süperkritik Akışkanlarda Kütle Aktarımı	28
3.9 Çözücü Akış Hızı, Basınç, Sıcaklık ve Tanecik Boyutunun Etkileri	29

4.	TASARIM ÇALIŞMALARI.....	32
4.1	Kimya Mühendisliğinde Tasarım Çalışması	32
4.2.	Alt Yapı.....	38
4.2.1	Ön Bilgiler	38
4.2.2	Ekstraksiyon İşleminin Modellenmesi.....	41
4.2.3	Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonunda Zaman	42
4.3	Tesisin Tasarlanması.....	42
4.3.1	Çap ve Boy Hesaplamaları	45
4.3.2	Ekipman Seçimi	48
4.4	Sistemde Bulunan Ekipmanlara Ait Teknik Verilerin Özeti.....	51
4.4.1	Ekstraktör	51
4.4.2	Ekstraktör Isıtma Ceketini.....	52
4.4.3	Ekstraktör Sepetleri.....	52
4.4.4	Ön Isıtma için Isı Değiştirici	52
4.4.5	Pompalar.....	52
4.4.6	Basınç Regulatorü.....	54
4.4.7	Akış Ölçer.....	55
4.4.8	Ön Isıtma Isı Değiştiricisi	55
4.4.9	Gaz için Isı Değiştirici	55
4.4.10	Separatör.....	55
4.4.11	CO ₂ Geri Döngüsü için Gerekli Olan Donanım	56
4.4.12	Geride Döngüde CO ₂ nin Saklanması	56
5.	SONUÇLAR ve TARTIŞMA	58
	KAYNAKLAR.....	62
	EKLER	66
Ek 1	Seçilen kapasite miktarına göre ekstraktör çap ve boyunu hesaplama yönteminin bilgisayar programı.....	67
Ek 2	Bilgisayar programı ve ekran görüntüleri	70
Ek 3	Ekstraktörün büyütülmüş görünümü.....	71
	ÖZGEÇMİŞ.....	72

SİMGE LİSTESİ

C_{doy}	Çözünen maddenin doymunluk derişimi (çözünürlük), kg/m^3
d_i	Tanecik boyutu, mm
L	Ekstraktör uzunluđu, m
P	Basınç, bar
P_c	Kritik basınç, bar
P_r	İndirgenmiş basınç
q_o	Katı tanecik başlangıç yağ derişimi, kg/m^3
T	Sıcaklık, K
T_c	Kritik sıcaklık, K
T_r	İndirgenmiş sıcaklık
t	Zaman, dak
ϵ	Ekstraktör yatak boşluk oranı
ρ	Yoğunluk, kg/m^3
ρ_c	Kritik yoğunluk
ρ_r	İndirgenmiş yoğunluk
v	Tanecikler arası akışkan hızı, m/s
V	Hacim değeri, litre
Q	Akış hızı, m^3/dak

KISALTMA LİSTESİ

SC	Süperkritik
SCF	Süperkritik akışkan
SCFE	Süperkritik akışkan ekstraksiyonu
BPR	Basınç regülatörü (Back pressure regulator)



ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa
Şekil 2.1 Laboratuvar tipi su destilasyon cihazı	7
Şekil 2.2 Laboratuvar tipi su-su buharı destilasyon cihazı.....	8
Şekil 2.3 Laboratuvar tipi su buharı destilasyon cihazı	9
Şekil 2.4 Schmid hidrodifüzerinin çalışma prensibi	12
Şekil 3.1 Saf bir madde için ρ_r 'nin P_r ile değişimi.....	20
Şekil 3.2 Saf bir maddenin faz diyagramı	21
Şekil 3.3 Süperkritik akışkan ekstraksiyonu prosesinin temel kısımları.....	25
Şekil 3.4 Çözünürlük verileri için statik sistem şeması	27
Şekil 4.1 Esansiyel yağ ekstraksiyonu için düzenek.....	40
Şekil 4.2 Tasarımı yapılan ekstraksiyon sistemi.....	44
Şekil 4.3 Lewa pompaları için performans grafiği (Lewa, 2000).....	53
Şekil 4.4 Regülatör karakteristik eğrisi 26-1700 serisi (Aksus,2000)	55

ÇİZELGE LİSTESİ

	Sayfa
Çizelge 2.1 Hidrodifüzyon ve su buharı destilasyonu ile yapılmış deneylere ait karşılaştırmalı sonuçlar.....	12
Çizelge 3.1 Çözücü olarak kullanılan bazı süperkritik akışkanların kritik özellikleri.....	23
Çizelge 3.2 Süperkritik akışkan uygulamaları.....	24
Çizelge 3.3 Akışkanların yoğunluk aralıkları ve kütle aktarım özellikleri	29
Çizelge 4.1 100 bar, 50°C, 1.2ml/dak çözücü debisi, 1.2 mm tanecik boyutunda yapılmış ekstraksiyon deney sonuçları.....	41
Çizelge 4.2 Değişik sıcaklıklarda en uygun ekstraksiyon süreleri	46
Çizelge 4.3 Thar Designs pompalarının türleri.	53



ÖNSÖZ

Bu tezin hazırlanması sırasında varlığımı yanımda, desteğini ise her zaman arkamda hissettiğim Bölüm Başkanımız, çok değerli hocam Sayın Prof.Dr. Salih DİNÇER'e;

Benden önce ortaya çıkarttıkları Doktora Tezleri ile çalışmamın temelini sağlayan, destek ve yardımlarını içtenlikle sunan Sayın Yrd.Doç.Dr. Nalan AKGÜN (Adaşoğlu) ve Sayın Yrd.Doç.Dr. Mesut AKGÜN'e;

Atlanta'da düzenlenen "5th International Symposium on Supercritical Fluids" toplantısında tanıştığım, Süperkritik Ekstraksiyon konusunun önde gelen isimlerinden Georgia Tech Üniversitesi'nden Charles Eckert, Aryn Teja ve Virginia Commonwealth Üniversitesi'nden Mark McHugh gibi kişilerle tanışmamı sağlayan, yakınlığımı esirgemeyen, Virginia Tech Üniversitesi'nden Sayın Prof. Dr. Erdoğan KIRAN'a;

İlk iş tecrübemde bana gerek iş hayatı için ve gerekse eğitimim için maddi ve manevi desteğini hiçbir zaman esirgemeyen, Sifar İlaçları Ticaret ve Sanayi A.Ş'nin Murahhas Aza'sı Sayın Ahmet MÜDERRİSOĞLU'na;

Her türlü desteğinden dolayı kuzenim Aslı Mutlu'ya,

Her zaman yanımda olan, beni bu günlere kadar getiren çok sevgili anneme ve babama,

Tezim boyunca bütün sıkıntılara katlanan, bütün dertlerimi dinleyen sevgili Başak'a;

Çok teşekkür ederim...

ÖZET

Gazlar yüksek basınç altında, sıvı veya süperkritik faz bölgesinde çözücü özellik kazanırlar. Bu özellik, basınç ve sıcaklık değişimleriyle istenildiği gibi yönlendirilebilir.

Süperkritik şartlarda CO₂'nin üstün çözme gücünden faydalanarak esans eldesi, bitkisel yağların eldesi, petrolün asfalttan ayrılması, kömürün sıvılaştırılması, tekstil boyaması, yarı iletkenlerin temizlenmesi, partikül oluşumu ve atık suların temizlenmesi gibi çalışmalar mümkün olabilmektedir.

Toksik çözücü kullanmaması, çevreyi kirletmemesi, çözücünün kolay geri kazanımı ve akışkan aktarım özellikleri bakımından klasik ayırma yöntemlerine (destilasyon, sıvı ekstraksiyonu) göre avantajlı olmasına rağmen, yüksek basınç kullanılması nedeniyle SCFE'nin yatırım maliyeti oldukça yüksektir. Dolayısıyla, prosesi kurma aşamasından önce ayrıntılı ekonomik fizibilite çalışmalarının yapılması gerekir. Bu çalışmalar, prosesin simülasyonu için matematiksel modellerin kurulmasıyla başarıya ulaşır.

Bu çalışmanın amacı, süperkritik ekstraksiyon prosesinin gerçekleştirildiği, esansiyel yağ eldesinin amaçlandığı bir tesisin tasarlanmasını kapsar. Tesisin tasarlanması sırasında, süperkritik akışkan ekstraksiyonu çalışmasının bir tesise uyarlanması incelenmiştir. Bu çalışma sırasında lavanta çiçeğine ait çözünürlük verileri literatürden alınmıştır. Daha önceden elde edilmiş olan çözünürlük verileri; burada çalışma koşullarının seçilmesini ve en uygun koşullarda çalışmasını sağlamıştır. Ekstraksiyonun tamamlanma süresinden hareketle, ekstraktör boyutunun belirlenmesine ve buna göre diğer ekipmanların seçimine geçilmiştir. Tesiste kullanılması gereken ekipmanların özellikleri, hammaddenin depolanması ve çözücünün saklanması üzerinde de durulmuştur.

Çalışma koşulları 50°C ve 100 bar olarak seçilmiştir. Bu koşullarda CO₂'nin lavanta çiçeği için doygunluk değeri 0.243 kg/m³ olarak bilinmektedir. Bu değere göre kullanılması gereken lavanta çiçeği miktarı ve CO₂ miktarı hesaplanmıştır. Kapasite olarak seçilmiş olan 1000 kg lavanta esansiyel yağı miktarını ekstrakte edebilmek için, 1.89 m yükseklik ve 30 cm çaplı, paslanmaz çelik iki adet ekstraktör tasarlanmıştır. Böylece, yılda yaklaşık 83 ton lavanta çiçeğinden 1 ton esansiyel yağ elde edilebilecektir. Elde edilmesi planlanan lavanta çiçeği esansiyel yağı, "Lavanta Kolonyası" üretiminde kullanılabilir.

Bu çalışma fizibilite çalışmasından çok, bir kimya mühendisliği tasarım çalışmasıdır. Bu yüzden, maliyet değerlerinden ziyade, sistemin tasarlanması üzerinde durulmuştur.

Anahtar Kelimeler: Süperkritik akışkan ekstraksiyonu, tasarım, ekstraktör, ekstraktör çap ve yüksekliği, lavanta esansiyel yağı.

ABSTRACT

Gases gain the solvent property, in liquid phase or in supercritical region, under high pressure. This property can be adjusted by small changes in temperature and pressure.

At supercritical conditions, by the help of high solvent skill of CO₂, it is possible to work on processes like extraction of essential oils and vegetable oils, removal of asphalt from petroleum, liquefaction of coal, dyeing of textiles, cleaning of semiconductors, formation of particles, purification of contaminated water.

Supercritical fluid extraction has the following advantages compared to conventional processes such as solvent extraction and distillation;

- It does not use a toxic solvent,
- It does not cause pollution,
- The solvent can easily be separated and
- Enhanced transport properties.

In spite of these advantages, due to use of high pressure, the capital costs are quite high. Therefore economic feasibility studies should be done before the process is set up. These studies will be successful only if the simulation of the process is mathematically modeled.

In this study the aim is to design a plant, in which essential oil of lavender oil is extracted by supercritical fluid extraction. During the design of the extraction plant, the adaptation of supercritical extraction to a high scale plant is studied. The solubility data for the lavender oil is used as it is found in literature. The solubility data were used to define the optimal operation conditions. Considering the estimated time required for the extraction to be completed, the height of the extractor was calculated. According to the height and the diameter of the extractor, the other required parts of equipment were selected. The specifications of the equipment used in the plant, the storage of raw materials, and the preservation of solvent were also discussed.

The operation conditions were selected as 50°C and 100 bars. The saturation point of CO₂ for lavender plant in this condition was 0.243kg/m³. By using this data, the required quantity of lavender plant and CO₂ were calculated. To extract 1000 kg of essential oil quantity, the selected capacity, two stainless steel extractors each 1.89 m high and 30 cm in diameter were designed. As the result of this design, 1 ton of lavender essential oil can be obtained per year of operation from 83 tons of lavender plant. The lavender oil that is planned to be obtained can be used to produce lavender cologne.

This is a design study in chemical engineering, rather than a feasibility study. Therefore the design study is mostly discussed rather than the cost.

Keywords: Supercritical fluid extraction, design, extractor, diameter and height of extractor, lavender oil.

1. GİRİŞ

Doğa hemen hemen limitsiz bir bitki kaynağıdır. Tahminlere göre yeryüzünde 800.000'den fazla sayıda bitki türü bulunmaktayken, bunlar arasında sadece %10'u bilinmektedir. İnsanlığın gelişiminin en başlarından itibaren, bitkiler insanlar tarafından beslenmek, giyinmek ve hastalıkları iyileştirmek üzere kullanılmışlardır. Bitkiler içerisinde aktif maddeler çok az miktarlarda ve katı formlarda bulunurlar.

Esansiyel yağlar günümüzde parfümeri, ilaç, kozmetik ve gıda endüstrisinde hammadde olarak kullanılmaktadırlar.

Doğal ürünlerden ekstraktlar, klasik yöntemlerle veya alternatif olarak süperkritik ekstraksiyonla, çoğunlukla sanayileşmiş ülkelerde üretilir. Hammaddeler, buldukları ülkelerden satın alınır ve ekstraksiyon faaliyetlerinin yürütülmekte olduğu Avrupa, Amerika, Japonya ve diğer ülkelere nakledilir. Gelişmekte olan ülkelerdeki ekstrakt ihtiyacı, çoğunlukla üretici ülkelerden yapılan ithalatlarla karşılanır. Düşük ücretteki hammaddenin ihracatı ve yüksek ücretli, kar eklenmiş ürünlerin ithalatı arasındaki fiyat farkı, gelişmekte olan ülkedeki son kullanıcı tarafından ödenilmesi zorunlu olur. Çeşitli nedenlerden, ekstraksiyon faaliyetlerinin hammaddenin menşei olan ülkede gerçekleştirilmesi çok daha akıllıca olacaktır.

Çözünenden kolaylıkla ayrılabilir olması, düşük sıcaklıklarda çalışmaya imkan vermesi, çevre kirliliği yaratmaması, yüksek oranda seçicilik sağlaması vb. nedenler, süperkritik akışkanların son yirmi yılda kullanım alanlarını genişletmiş ve hızlandırmıştır. Hatta süperkritik akışkanların bir sıvı çözücünden daha düşük viskozite ve daha yüksek difüzyon hızına sahip olması nedeniyle destilasyona, ve çözücü uzaklaştırma problemi olmaması ve düşük sıcaklıklarda çalışmaya imkan vermesi nedeniyle de klasik ekstraksiyona alternatif olarak gösterilmeye başlanmıştır. Pek çok uygulamada yanıcı olmaması, korozyona neden olmaması, ucuz olması, kontrolünün kolay olması ve ortam sıcaklığının hemen üstünde bir kritik sıcaklığa sahip olması nedeniyle CO₂ en çok tercih edilen akışkandır (Dinçer vd., 1996).

Süperkritik akışkanlar günümüz teknolojisinde çok yaygın olarak kullanılmamaktadır; bunun nedenleri ise, çözünürlük verilerinin azlığı, başlangıç ve işletme maliyetlerinin yüksek olması, çalışmaların laboratuvar aşamasından sanayiye taşınmasında yaşanan zorluklardır. Tüm bu sayılanlar bir dezavantaj değildir. Sadece üzerinde daha fazla çalışılması gereken konulardır (Tomasko vd., 1995).

Süperkritik akışkanlarla ilgili uygulamaların laboratuvar ortamlarından, daha büyük ölçekli tesislerde kullanımına geçilmesi, üzerinde çalışılması gereken konuların başında gelmektedir. Laboratuvar elde edilen çözünürlük verileri tesislerde çalışılması gereken koşulların seçimini sağlar. Çözünürlük verileri, ekstrakte edilecek olan maddenin karakteristik özelliklerinin belirlenmesi için kullanılabilir. Buradan elde edilecek bilgiler sayesinde bu maddenin, hangi sıcaklık ve basınç değerlerinde daha etkin olarak ekstrakte edilebileceği, tanecik boyutu değerine göre hammaddenin, yağı yoğun olarak tuttuğu boyutlar ve çalışılacak çözücü akış hızlarında çözücünün uygun miktarlarda kullanılmasını sağlamak için bilinmesi gereken akış hızı değerleri belirlenmiş olur.

Laboratuvar kořullarında gerekleřtirilmiř olan ekstraksiyon alıřmaları sayesinde, elde edilen ekstrakt verimlerine gre proseslerin iřlevselliđine karar verilebilir. Yani ekstraksiyon verimli bir řekilde gerekleřtirilemiyorsa bunun iin gerekli dzeltmelerin yapılarak ekstraksiyon veriminin arttırılması laboratuvar kořullarında daha kolaydır. Ekstraksiyon iřleminin uygunluđuna karar verildikten sonra laboratuvar leđindeki ekstraksiyon kořulları, daha byk leklerdeki tesislerde ekstraksiyonu gerekleřtirmek zere ekstrapole edilebilir. Ekstrapolasyon iin zellikle zc akıř hızı, ekstraktrdeki besleme ktlesi ve zc ktlesi kullanılır.

Burada yapılmıř olan alıřmada, lavanta ieđine ait znrlk verilerinden yararlanılarak, alıřma kořulları seilmiřtir. Seilmiř alıřma kořullarında, doyunluk deđerine gre belirlenmiř olan kapasiteyi elde etmek zere gerekli olan zc miktarı hesaplanmıřtır. Ekstraksiyonun tamamlanma sresi gz nnde bulundurularak, ekstraktr boyutları ve zc akıř hızlarına geilmiřtir. Belirlenen bu deđerlere gre ekipmanların seilmesi zerinde durulmuřtur. Bu alıřmanın amacı, yukarıda anlatıldıđı gibi laboratuvar kořullarında ekstrakte edilen lavanta ieđinin, sperkritik akıřkan ekstraksiyonuyla ticari tesis boyutlarında elde edilmesinin incelenmesidir. Bu tr alıřmaların ođalması ve deđiřik maddeler iin elde edilmiř olan znrlk verilerinin, bu alıřmalarda kullanılmasının yaygınlařması sayesinde, sperkritik akıřkan teknolođisi kimya mhendisliđinin temel iřlemlerinden birisi haline gelebilecektir.

2. ESANSİYEL YAĞLAR ve LAVANTA ÇİÇEĞİ ESANSİYEL YAĞI

2.1 Esansiyel Yağlar

2.1.1 Genel Bilgi

Esansiyel yağlar, elde edildikleri bitkinin kendine has koku etkisinin en az 100 katını içerecek şekilde konsantre olan ve büyük oranda karbon, hidrojen ve oksijenden bazen de atomik veya moleküler seviyede azot ve kükürtten oluşan uçucu bileşiklerdir (Heath,1981).

McNair'e göre doğadaki 295 bitki ailesinden sadece %87'si esansiyel yağ içerir ancak bunlardan sadece kırk kadarının ticari amaçlarla üretimi yapılır (Kirk ve Othmer, 1970). Esansiyel yağlar, bitkinin anatomisine bağlı olarak kök (zencefil), meyve (portakal, limon), yaprak (nane, defne), çiçek (yasemin, gül), gövde-kabuk (tarçın) ve tohum (biber, karanfil) gibi değişik kısımlarında bulunur. Bazılarında ise bitkinin her tarafına (lavanta, kekik) dağılmıştır (Wijesekera, 1983).

Çeşitli bitkilerdeki esansiyel yağların miktarları da göreceli olarak farklılık gösterir. Örneğin karanfil tohumlarında %15-18 düzeyinde esansiyel yağ bulunurken, soğanda %0.1'in bile altında esansiyel yağ bulunur. Aynı bitki üzerinde bile esansiyel yağ içeriği bakımından farklılıklar bulunabilir. Örnek olarak, nane bitkisinde en yoğun esansiyel yağ içeriği olan yapraklar sapın üst kısmındaki taç yapraklardır, aşağı doğru inildikçe esansiyel yağ oranı azalmaktadır. Bitkilerin esansiyel yağ içeriklerini etkileyen diğer etkenler, bitkinin fizyolojik yaşı, iklim koşulları ve mevsimler olarak sıralanabilir (Guenther, E., 1972).

Esansiyel yağların bitkilerde ne amaçla bulunduğu dair bazı teoriler üretilmiştir. Esansiyel yağların kaynak bitkinin varlığını sürdürebilmesi için polenleri taşıyacak böceklere karşı hoş kokuları ile cazibe sağladığı, zararlı haşere ve kemirgenleri uzak tutmak için buldukları ve sürekli buharlaşarak uçucu hale gelmeleri ile, bitkiden ısı çektikleri ve böylece bitkinin doğal su dengesini korumasına yardım ettikleri şeklinde değişik fikirler vardır (Karaali, A., 1987).

2.1.2 Esansiyel Yağların Kimyası

Naneden sarımsağa, gülden defneye kadar birçok değişik kokuların, bileşimleri ve kimyasal yapıları birbirinden çok farklıdır. Esansiyel yağ karışımlarında ortalama yüze yakın bileşenin varlığı saptanmış olmasına karşın, bunların sadece birkaçı yüksek oranda bulunurlar. En yüksek düzeyde bulunan kısım genelde terpenlerdir. Esansiyel yağlarda aromatik, heterosiklik sınıfların yanısıra daha çok terpen sınıfı bulunmasına rağmen bunların kokuya katkıları azdır (Mayo, 1959). Esansiyel yağın esas kokusunu veren bileşenler alkoller, aldehitler, ketonlar, esterler, asitler, asetaller, oksitler, laktonlar ve fenoller gibi oksijenli bileşikler olup bunların alkoldeki çözünürlükleri daha fazladır. Azotlu bileşenler, genellikle keskin kokuya sahiptir. Kükürt içeren bileşenler ise az miktarda bulunmalarına rağmen kokuları daha belirgindir (Kirk ve Othmer, 1970).

Esansiyel yağların kimyası konusunda yapılan çalışmalar daha çok kimyasal bileşimlerinin nicel ve nitel analizlerini, bileşenlerin tanımlanmasını ve izolasyonunu kapsar (Chu-tsin, 1983).

Esansiyel yağların kimyasal araştırması için geliştirilen yeni metotlar bile bazı problemlere henüz cevap verememiştir. Esansiyel yağların bileşiminde kararsızlık görülür. Çünkü toplama gününe, mevsimine, bitkinin kaynağına, deneysel metoda bağlı olarak esansiyel yağın kalitesi etkilenmektedir. Yeni geliştirilen teknikler bile bileşenlerin tanımlanmasında yetersiz kalabilir, ayrıca tüm bunlara ek olarak esansiyel yağın orijinal kimyasal bileşiminde saklanması zorunludur. Esansiyel yağlar ışık, ısı, asit, oksijen, enzim ve hatta sıcak sudan etkilendikleri için ekstaktlardan çözücünün geri kazanılması veya destilasyon, depolama ve gaz kromatografi analizleri sırasında özelliklerini kaybederler (Chu-tsin, 1983).

Taze bitkiler, hava etkisi ile kurutulmaları sırasında esansiyel yağlarının pek çoğunu buharlaşmayla, oksidasyonla, reçineleşmeyle ve diğer kimyasal yollarla kaybederler. Eğer bitkisel maddenin, üzerinde çalışılmadan önce, bir süre için depolanması gerekiyorsa, bitki düşük sıcaklıkta, kuru atmosfer altında, hava sirkülasyonundan uzak bir ortamda saklanmalıdır. Kurutma sırasında meydana gelen esansiyel yağ kaybı, depolama sırasındaki kayıptan daha büyüktür. Esansiyel yağdaki en büyük kayıp, destilasyon öncesinde bitkisel maddenin işlenmesi sırasında olmaktadır. Esansiyel yağ, kimyasal

olarak aktif ve enerji bakımından zengin bir salgıdır. Esansiyel yağ, bitki salgı bezlerinde toplandığı için tohumlarla çalışılırken bu salgı bezleri öğütme ve ezilme gibi işlemlerde parçalanır. Aslında bu esnada esansiyel yağın serbest kalması amaçlanmaktadır ama bu sırada yağ kaybı da meydana gelmektedir. Burada meydana gelen yağ kaybının miktarı öğütücünün büyüklüğüne ve uygunluğuna, öğütücüdeki hava sirkülasyon hızına, öğütme süresine bağlıdır (Guenther, 1972; Kirk ve Othmer, 1970).

Esansiyel yağ sanayiinde bitkilerden buhar destilasyonu yöntemiyle elde edilen uçucu kokulu bileşiklere “esansiyel yağlar”, bitkilerden petrol eter, hekzan gibi hidrokarbon çözücülerle ekstrakte edilen kokulu bileşiklere “oleoresin” veya “konkrete”, bunlardan alkol de çözünemeyen kısmın ayrıştırıldığı ürüne “absolut”, absolutların alkoldeki çözeltilerine de “tinktüre” denilir (Karaali, A., 1987).

2.1.3 Esansiyel Yağların Farmakolojik Etkileri

Esansiyel yağlar kolay çözünebilmektedirler. Bu nedenle deri altına emilme yetenekleri çok yüksektir. Çoğu esansiyel yağ, parfüm bileşiminde kullanıldığı için derinin tahriş olması ve alerjik durum yaratmaması gerekir. Bu nedenle, esansiyel yağların emilme yeteneklerini belirlemek üzere çeşitli deneyler yapılmıştır. Öncelikle lavanta, okaliptüs, limon, bergamot esansiyel yağları deneklerin deri altına enjekte edilmiştir. İki saat sonra domuzların nefes alışlarında gözle görülür bir değişim olmuştur. Beyaz farelerde ise bir mililitre yağın deri altına enjekte edilmesinden sonra bergamot yağı 20 dakika, yasemin 10 dakika, nane ve kekik yağı ise 1 saat sonra ölüme neden olmuştur.

Esansiyel yağların insan burnunda bırakacağı etki de önemlidir. Kokuyu oluşturan moleküllerin hava ile taşınması; moleküllerin büyüklüğüne, polaritesine ve şekline bağlıdır. Aynı zamanda bu faktörler, molekülün kokusu, hacmi ve minimum sayısına bağlı olarak her bir molekülün özel kokusunu belirler (Kirk ve Othmer, 1970).

2.1.4 Esansiyel Yağların Üretim Yöntemleri

Bitkisel kökenli esansiyel yağların üretiminde kullanılan başlıca yöntemler:

- Destilasyon,
- Soğuk pres (expression),
- Çözücü ekstraksiyonu,
- Süperkritik akışkanlarla ekstraksiyon.

Bunların içinde, destilasyon en fazla kullanılan yöntemdir. Üretim yöntemi seçilirken genellikle, esansiyel yağın ısı ve su etkilerine duyarlılığı, uçuculuğu ve sudaki çözünürlüğü gibi özellikleri göz önünde bulundurulur.

Isıya dayanıklı ve suda çözünmeyen esansiyel yağlar buhar destilasyonuna uygundur. Ancak, yumru köklü bitkiler veya menekşe ve yasemin gibi bazı hassas çiçeklerin yağları buhar etkisi ile zarar gördüklerinden, çözücü ekstraksiyonu ile elde edilirler. Baharatların birçoğu, çözücü ekstraksiyonu ile yağlı reçinelerine kadar işlenebilir. Portakal ve limon gibi turunçgillerin yağları ise, ısı ve nemden çabuk zarar görürler. Dolayısıyla ancak soğuk press tekniği ile elde edilebilirler.

2.1.4.1 Destilasyon

Esansiyel yağların üretiminde günümüzde en yaygın olarak kullanılan yöntem, destilasyondur. Destilasyona tabi tutulacak bitkisel hammaddeler, tohumlar için öğütücü değirmenler, yapraklar için ise kırma valsleri kullanılarak, homojen hale getirilir.

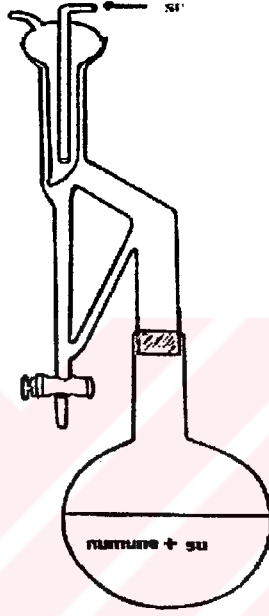
Destilasyon işlemi üç şekilde uygulanabilir:

- Su destilasyonu
- Su ve buhar destilasyonu
- Buhar destilasyonu

Su Destilasyonu

Su destilasyonu basit bir yöntemdir ve bitkilerden esansiyel yağların kazanılmasında bilinen en eski işlemdir. Bu yöntem uygunlandığında, madde tamamıyla daldırılmış halde kaynayan su ile doğrudan temas ettirilir. Bu durum, özgül ağırlığa ve kullanılan madde miktarına bağlıdır. Esansiyel yağlar, suyun kaynatılmasıyla oluşan buharla birlikte yoğuşturucuya taşınır.

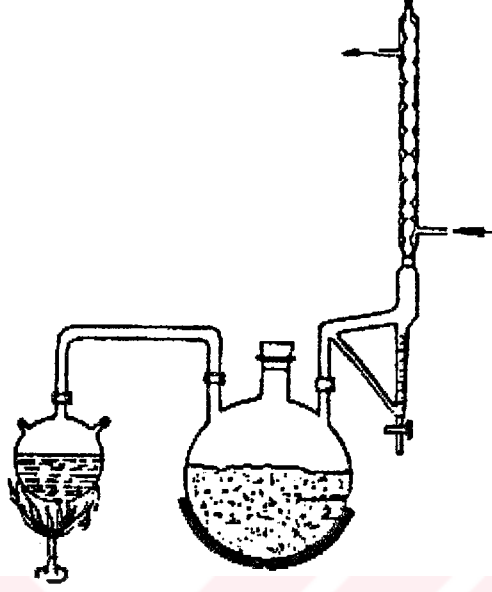
Su destilasyonunun, bitki maddesinin kaynatma kabının kızgın bölgelerine doğrudan temas etmesi nedeniyle esansiyel yağda kötü kokunun oluşması, sıcak suyun sürekli hareketinin bazen esansiyel yağın hidrolizasyonuna neden olması ve işlemin yavaş olması gibi sakıncaları vardır. Birbirlerine yapışarak nüfuz edilemez bir kütle halinde gelmeleri engellendiğinden, güllere, daima su destilasyonu uygulanır.



Şekil 2.1 Laboratuvar tipi su destilasyon cihazı (Baytop, 1986).

Su-Su buharı Destilasyonu

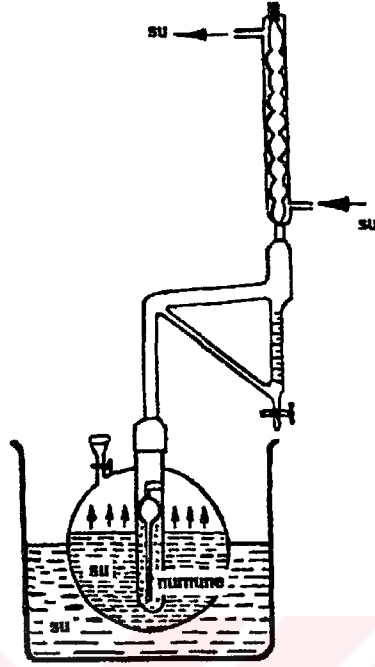
Bitkisel madde, altında su bulunan eleğin üzerine yerleştirilir. Isıtılan sudan yükselen doymuş buhar, bitkisel maddenin alt kısmından kazana verilir. Böylece doymuş buhar bitkinin içinden geçerek esansiyel yağlarını alır. Esansiyel yağ yüklü su buharı, yoğuşturucudan geçtikten sonra ayırma kısmında toplanır. Bu yöntemde bitkinin kaynayan suyla doğrudan teması yoktur. Özellikle yapraklardan (nane, defne gibi) destilasyon amacına uygundur. Şekil 2.2’de laboratuvar tipi bir su-buhar destilasyon cihazı görülmektedir.



Şekil 2.2 Laboratuvar tipi su-su buharı destilasyon cihazı (Karaali, 1987).

Su buharı Destilasyonu

Esansiyel yağ eldesinde daha çok kullanılan bu yöntem de, bitkisel madde doğrudan su buharı ile temas eder ve yoğuşan su buharı, ortamdan uzaklaştırılır. Bitki, 100°C gibi bir sıcaklıkla karşılaştığından ısıya karşı duyarlı olan esansiyel yağ bileşenlerinin kimyasal olarak bozunmasını önlemek için indirgenmiş basınçta çalışılmalıdır. Bazı doğal maddeler (gül, portakal çiçekleri, ıtır vb.) ise balonda büyük yığınlar meydana getirdikleri ve buhar geçişini önledikleri için buhar destilasyonu yöntemine tabi tutulamazlar. Ayrıca, bu yöntem, toz haline getirilmiş bitkilerin destilasyonu için de uygun değildir.



Şekil 2.3 Laboratuvar tipi su buharı destilasyon cihazı (Söyler, M., 1992).

Yukarıda laboratuvar tipi su buharı destilasyon cihazı gösterilmektedir.

Aşağıda sayılan bazı nedenler destillenmiş yağın, bitkinin orjinal kokusunu taşımasını engeller. Bu nedenler;

- esansiyel yağın hassas bileşenlerinin suyun veya su buharının uzun temasından etkilenerek hidrojen sülfür, amonyak, asetaldehit veya asetik asit gibi bozunma ürünleri oluşturması,
- esansiyel yağın hidrolizlenmeye, polimerizasyona ve reçineleşmeye yatkın olması,
- suda çözünebilen ve kaynama noktası yüksek olan bileşenlerin destilatta bulunmaması veya buharla taşınmaması,
- balonun (kazanın) dip kısmına yakın cidarlarda bitkinin doğrudan ateşle temasta olması sonucu, esansiyel yağın koku verici bileşenlerinin ciddi olarak etkilenmesi (Wijsekera, 1983).

Destilasyon sırasında daha çok esansiyel yağı oluşturan oksijence zengin kısımların, destilasyon suyunda kaldığı bilinmektedir. Bu bileşenlerin geri kazanılması, hem esansiyel yağ verimini artırır hem de oksijen içeren bileşikler geri kazanılacağından yağın orjinal kokusuna ulaşması sağlanır. Bu nedenle, destilasyon suyundan geri kazanımı arttırmak için yeni yöntemler geliştirilmeye çalışılmaktadır (Fleisher, 1983).

2.1.4.2 Presleme

Bu yöntem, ısıya ve neme karşı aşırı derecede hassas olan ve %3'den daha fazla esansiyel yağ içeren turunçgillerden (portakal, greyfurt, limon vb.) yağ eldesi için uygundur (Aksu, 1971). Esansiyel yağ, kabuğun dışındaki renkli kısımda, düzensiz dağılmış olan oval kesecikler içinde bulunduğu için buradan yağ çıkartmak, önce mekanik kopartma işlemi ile daha sonra da dekantasyon, santrifüjleme ve filtrasyon işlemleriyle mümkün olmaktadır. Preslenmiş yağlar, çok yüksek sıcaklıkla karşılaşmadıkları için bu yöntemde koku verici bileşenlerin ısıl bozunması söz konusu değildir. Fakat suda çözünebilen bileşenlerin kaybı bir dezavantaj oluşturur.

2.1.4.3 Çözücü Ekstaksiyonu

Çözücünün önce bitki ile karşılaştırıldığı, daha sonra destilasyon yöntemi ile geri kazanıldığı bu yöntemde en önemli faktörler, çözücünün kalitesi, bitkinin su içeriği ve bitkinin çözücüdeki şişme oranıdır. Gözenekliliğin artması ile hücre kapillerleri genişler, bu da çözücünün difüzyonunu artırır.

Çiçeklerden esansiyel yağ eldesi için genellikle, çözücü olarak hekzan veya pentan, aromatik bileşenlerin eldesi için toluen, fenolik bileşenlerin eldesi için alkol veya aseton, amin içeren bileşenlerin eldesi için ise klorlu çözücüler tercih edilir. Doğal maddelerin ekstraksiyonunda kullanılacak olan ideal bir çözücünün özellikleri şu şekilde sıralanabilir (Wijesekera, 1983):

- çiçeğin koku veren özünü tamamıyla ve hızlı bir şekilde, pigment, balmumu gibi inert maddeleri ise olabildiğince az çözmeli,
- kimyasal olarak inert olmalı, çiçeklerdeki suyu çözmeli,

- mümkün olduđu kadar düşük bir kaynama noktasına sahip olmalı, buharlaştığı zaman artık bırakmamalı,
- ucuz olmalı ve eđer mümkünse yanıcı olmamalı. Hava ile her orandaki karışımları mümkün olan en dar patlama sınırında olmalı.

2.1.4.4 Soğuk Hayvani Yağ ile Ekstraksiyon

Bu proses, daha çok su veya su buharı destilasyonu ile elde edilemeyen ve esansiyel yağ yüzdesi düşük olan yasemin, sümbül gibi çiçeklere uygulanır. Bu yöntemde, taze toplanmış çiçeklerin, özel bir sıkıştırma aleti içerisinde yaklaşık üç santimetre kalınlığındaki saf domuz veya sığır yağı üzerine serilmesi ile esansiyel yağlarını bırakmaları amaçlanır. İşlem, hayvansal yağ, esansiyel yağ ile doyunlaşınca kadar (yaklaşık 30 kez) tekrarlanır. Esansiyel yağca zengin kısım soğuk alkol ile işlenerek hayvansal yağdan ayrılırken, alkol destilasyon ile uzaklaştırılır (Aksu, 1971).

2.1.4.5 Sıcak Hayvani Yağ ile Ekstraksiyon

Bu yöntemde, hasattan sonra fizyolojik aktiviteleri sona eren bazı çiçekler, cinslerine bağlı olarak çok kısa bir süre için, 45-60°C'ye ısıtılmış olan domuz veya sığır yağına daldırılır. 10-20 daldırmadan sonra hayvani yağ "enfleurage" yönteminde olduğu gibi esansiyel yağdan ayrılır (Aksu, 1971).

2.1.4.6 Hidrodifüzyon

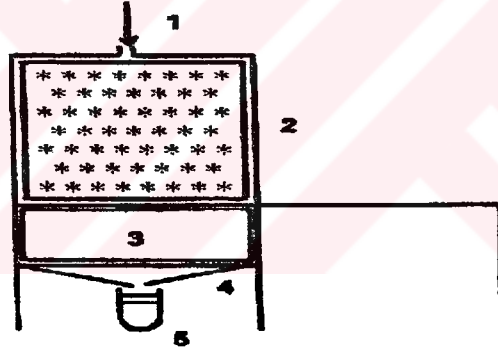
Hidrodifüzyon, esansiyel yağ üretiminde yeni bir teknolojidir. Şekil 2.4'te görüldüğü gibi hidrodifüzyonun gerçekleştirildiği Schmid hidrodifüzeri üst üste konmuş iki bölmeden oluşmaktadır. Taban kısmı ızgara şeklinde olan üst bölme, bitki ile doldurulur. Buhar, üst kısımdan gönderilir ve bitki ile temas haline geçerek daha soğuk olan bölmeye doğru ilerler. Kondensat ise yoğuşturucunun bulunduğu ikinci bölmenin alt kısmında toplanır. Bitkiden esansiyel yağ eldesi tamamlandığında üst bölme boşaltılır.

Bu sistem kullanılarak yapılan hidrodifüzyon deneylerine ait bazı sonuçlar, su buharı destilasyonu ile yapılmış deney sonuçları ile karşılaştırmalı olarak verilmiştir.

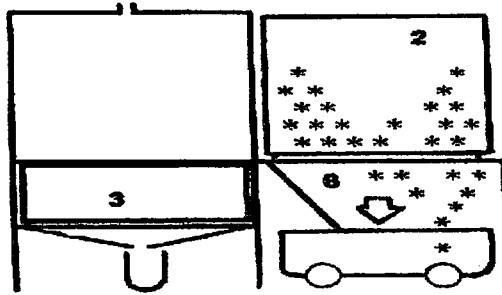
Çizelge 2.1 Hidrodifüzyon ve su buharı destilasyonu ile yapılmış deneylere ait karşılaştırmalı sonuçlar (Pellecuer ve ark., 1983).

BİTKİNİN CİNSİ	HİDRODİFÜZYON İLE EKSTRAKSİYON (Esansiyel Yağ %)	SU BUHARI DESTİLASYONU
Lavandula hybrida	4.4	3.37
Thymus vulgaris L.	1.8	1-2
Rosmarimus officinalis L.	0.75	0.6-0.8
Satureia montana L.	1.56	0.16-0.25

YÜKLEME



BOŞALTMA



- 1-Buhar
- 2-Yüklenmiş sepet
- 3-Soğutma bölgesi
- 4-Toplayıcı
- 5-Yoğuşturucu
- 6-Atık

Şekil 2.4 Schmid hidrodifüzörünün çalışma prensibi (Pellecuer ve ark., 1983).

2.1.5 Esansiyel Yağların Eldesinde Çözücü Olarak CO₂ Kullanımı

Sıvı CO₂ ile yapılan ekstraksiyonlara ilgi, özellikle Francis'in sıvı CO₂'deki uçucu bileşenlerin faz davranışını açıklamasından ve Schultz'un da sıvı CO₂'deki esansiyel yağ bileşenlerinin çözünürlüklerini bulmasından sonra artmıştır (Stahl vd., 1988). Hatta bazı araştırmacılar, sıvı CO₂'nin molekül ağırlığı 250'nin altında olan esansiyel yağ bileşenlerine sahip doğal maddeler için süperkritik CO₂'den daha fazla çözücü olduğunu bulmuşlardır (Stahl vd., 1988; Moyler, 1993; Sankar ve Monohar, 1988, Hyatt, 1984).

Her iki yöntem de aynı çalışma prensibine dayanmasına rağmen, aralarında büyük farklar mevcuttur. Numune otoklava yerleştirilir, CO₂ çalışma şartlarına getirilerek numune üzerinden geçirilirken ekstrakte edebileceklerini alır ve genişleme vanasındaki basınç düşüşü ile birlikte de taşıdığı ekstraktları bırakır.

Sıvı CO₂ (P<73 bar) ekstraksiyonunda, genişleme vanasında ayırmanın yapılabilmesi için gerekli sıcaklık ve basınç farkı çok fazla olduğundan çalışma şartlarında herhangi bir esneklik yoktur. Oysa süperkritik CO₂ (73-300 bar) ekstraksiyonunda, yüksek basınçta çalışılırken bile sıcaklıkta yapılacak 10-20°C'lik bir farkla yoğunluk yani çözünürlük kolaylıkla değiştirilebilir. Böylece istenildiği anda istenilen ürün otoklavdan alınabilir veya istenmeyen ürün ortamdan uzaklaştırılabilir (Vollbrecht, 1988).

2.2 Lavanta Çiçeği

Esansiyel yağı daha çok parfüm sanayinde kullanılan gerçek lavanta bitkisi; dayanıklı, sapı odunsu olmayan, düzgün çalılıklar halinde yetişen, yaklaşık bir metre yüksekliğinde bir bitkidir. Çiçekleri grimsi renkte, dört kenarlı ve tüylüdür. Yaprakları ise karşılıklı, uzun, dar, mızrak biçiminde, açık grimsi yeşil renkte ve ince tüylüdür. Çiçekler, her sapın ucunda, top halinde, helozonik olarak açar. Çiçekli kısımda yaprak yoktur. Uzun çiçek zarfı boru şeklindedir ve tüylüdür; üst kısmında 2-3, en altta 3 ucu vardır.

Başak lavanta bitkisi, çalı şeklinde olup yüksekliği 80 cm'den daha fazladır. Yaprakları lineer mızrak şeklinde veya dar eliptik şeklinde olabilir. Genç sürgün yaprakları 6 cm'den daha uzundur ve konik şeklindedir. Çiçekleri sık aralıklı, ince taneli olup ince uzundur. Bürgümler, lineer mızrak şeklinde, üzeri tüylü veya iğneli olup yeşil veya grimsi yeşil renktedir (Baytop, 1984; Yalçın, 1988; Wijesekera, 1983).

Gerçek lavanta ve başak lavantanın çaprazından üretilmiş bir hibrit olan lavandinin, görünüşü başak lavantaya benzeyen iki tipi (Spikevero ve Verospike) olduğu söylenirse de toprağın durumuna göre değişiklik gösteren türleri de vardır. Aynı zamanda bunlar, toprağa uygun olarak değişen yağ kalitesine sahiptirler. Esansiyel yağ kalitesi gerçek lavantanınki kadar olmasa da lavandin bitkisinin ekiminin kolaylığı ve yüksek yağ verimi nedeni ile üretimi, gün geçtikçe artmaktadır (Adaşoğlu, N., 1994)

2.2.1 Doğal Yerleşimi ve Dağılımı

Genellikle 600-1500 m yükseklikte yetişen gerçek lavanta bitkisi, daha çok Kuzey İtalya, İspanya, Fransa, İsviçre, Korsika ve Kuzey Afrika'nın doğu sahillerini ve Akdeniz'in batı yarısını içine alan Güney Avrupa'nın dağlık bölgelerinde görülür. Ayrıca Arjantin, Brezilya, Bulgaristan, Yunanistan, Kıbrıs, Japonya, İngiltere, Tasmanya ve Türkiye'de yetişir.

Bu bitki soğuk kış ve serin yaz mevsiminin özelliklerine sahip alanlardaki çamurumsu toprakları sever. Tohumdan yetiştirilmesi çok zor ve uzun zaman almasına rağmen donmaya ve kuraklığa karşı oldukça dayanıklıdır. İlk mevsim 30-40 cm boy atan bu bitkinin yetiştirildiği toprağın humus miktarı, büyümesi açısından büyük önem taşır (Foster, 1975). En iyi ürün ve yağ verimi nötr topraklarda (pH:7-8.4) elde edilmiştir (Wijesekera, 1983).

Başak lavanta bitkisi, Avrupa, İspanya ve Akdeniz bölgesinde (Balear adaları, Fransa, İtalya, Balkan Yarımadası ve Dalmaçya kıyıları vb.) (Husain vd., 1988) görülürken lavandin bitkisi ise daha çok Fransa'nın güneyinde, Yugoslavya, İspanya, Arjantin ve Macaristan'da yetişmektedir (Arctander, 1960).

2.2.2 Esansiyel Yağın Kalitesini Etkileyen Faktörler

Yüksek kalitede yağ eldesi, bitkinin yetiştiği yere, bu yerin yüksekliğine, toprağının özelliklerine, iklim şartlarına, çiçek açma mevsimine, günün uygun toplama saatlerine, hasat metoduna, kurutma, depolama ve taşıma gibi şartlara bağlıdır. Hasat, çiçeklerin %50'sinin açtığı dönemde başlar, %75-90'ının açtığı zamanlarda devam eder ve çiçek açma durduğu zaman ise biter. Hasat, kuru, ılık ve güneşli günlerde yapılmalıdır. Çok

soğuk havalar esterlerin gelişmesini önler, yağmur ise hasata zarar verir. Kurutma işlemi ise ince tabakalar halinde serilerek, gölgede, hava akımının bulunduğu ve sıcaklığın 35°C'yi geçmediği yerlerde yapılmalıdır (Berk, 1953).

2.2.3 Kullanım Alanları

En iyi kalitedeki lavanta yağı, parfüm sanayiinde kullanılır ve en az %50 ester içermesi istenir. Lavanta suyu, kolonya ve buna benzer ürünlerin üretiminde kullanılan daha düşük kalitedeki lavanta yağı %40, sabun yapımında kullanılan lavanta yağı ise %30 ester içerir (Husain vd., 1988).

Tıbbi amaçlar için, lavanta çiçeği esansiyel yağının mide ve sinir ilaçlarında kullanıldığı ayrıca sara, migren, hafıza kaybı, yükseklik korkusu, melankoli ve görme bozukluğu durumlarında etkili olduğu bilinmektedir. En pratik kullanımı halk arasında (sinirsel kökenli baş ağrıları, baygınlık, baş dönmesi ve çarpıntı halinde) şeker üzerine esansiyel yağın 1-3 damla damlatılması şeklindedir.

Kokusu lavanta, gül yağlarının karışımını andıran başak lavanta esansiyel yağı ile bundan daha fazla kafur içeren lavandin esansiyel yağı ikinci derecede verime sahip oldukları için ucuz parfümlerin ve sabunların yapımında, deterjanlarda, talk pudrasında, saç bakımı ile ilgili kozmetik ürünlerinde, temizleme ve yıkama sularında, cilalarda kullanılır (Yalçın, 1988; Hall, 1972).

Tıbbi amaçlar için, lavanta çiçeği esansiyel yağının mide ve sinir ilaçlarında kullanıldığı ayrıca sara, migren, hafıza kaybı, yükseklik korkusu, melankoli ve görme bozukluğu durumlarında etkili olduğu bilinmektedir. Sinirsel kökenli baş ağrıları, baygınlık, baş dönmesi ve çarpıntı halinde halk arasında şeker üzerine esansiyel yağın 1-3 damla damlatılması şeklinde kullanılır.

Lavanta yapraklarından elde edilen esansiyel yağ engerek yılanının zehrini nötralize edebilecek güçtedir. Mükemmel bir haşarat ilacı ve çok güçlü bir antiseptiktir. Yüksek dozlarda kullanımı ölüme bile neden olabilir (Hussain et al, 1988).

2.2.4 Lavanta Çiçeğinin Esansiyel Yağı ve Bileşenleri

Taze lavanta çiçekleri uzun zaman depolanmamalı ve su destilasyonu ile destillenmemelidir. Su destilasyonu, ester sabunlaşmasına neden olduğu için yağdaki ester içeriği azalacaktır (Wijesekera, 1983). Lavantanın farklı çeşitleri için esansiyel yağ verimi %1.1 ile %0.5 arasında değişir. Bulgaristan'da Kazanlık, Karlova, Hemus gibi bazı çeşitlerde esansiyel yağ miktarı %1.4-1.2 iken, Rusya'da aynı çeşitler %1.46-1.06 esansiyel yağ içermektedir (Husain et al, 1988).

Genellikle, gerçek lavanta esansiyel yağının en önemli bileşeninin linalil asetat, başak lavanta esansiyel yağının linalool ve sineol, lavandin esansiyel yağının ise linalool olduğu bilinmektedir (Lewis, 1989). Fakat esansiyel yağın en önemli bileşenleri ve bunların yüzde oranları, yöreye, yıllara, toprağın durumuna ve mevsim koşullarına bağlı olarak değişmektedir.

2.2.5 Türkiye'de Yetişen Lavanta Çiçeği (Adaşoğlu, N., 1994, Akgün, M., 1999)

Türkiye'de yetişen lavanta çiçekleri, gösterdikleri özellikler bakımından iki gruba ayrılır:

- Lavandula Angustifolia Miller; özellikle İstanbul yöresinde süs bitkisi olarak yetiştirilen Lavandula Angustifolia çiçeklerinin tamamen açılmadan önce tomurcuk halinde toplanması gerekir. Bu tür, 100 cm boyunda, çalı görünüşünde, yaprakları gümüşü, çiçekleri ise koyu mor renkte olan bir bitkidir. İdrar arttırıcı ve romatizma ağrılarını dindirici özelliklere sahiptir. Eczacılıkta bazı preparatlara koku vermekte ve parfümeri sanayinde kullanılır.

- Karabaş Lavanta Çiçeği; ilkbaharda açan mor çiçekleri büyük başaklar teşkil ettiği için halk arasında Karabaş (Öztüğ, 1959), Muğla yöresinde ise Gargan olarak bilinen Karabaş lavanta çiçekleri 45-50 cm boyunda, tüylü, kuvvetli kokulu, çalı görüntüsünde bir bitkidir. Yaprakları dar ve uzundur, kenarları biraz alta doğru kıvrıktır, çiçekleri ise siyahımsı mor renkte olup dalların ucunda silindirik durumlarda toplanmıştır.

Ağrı kesici, antiseptik, idrar yolları iltihaplarını giderici, yaraları iyileştirici, yatıştırıcı, balgam söktürücü, egzama yaralarını iyileştirici, sinir ve kalp kuvvetlendirici ilaçların yapımında kullanılır (Baytop, 1984).

Esansiyel yağların eldesinde bitkilerin kullanılması, geliřmekte olan ÷lkelerde oldukça sık uygulanan bir yöntemdir. Esans tüketen başlıca merkezler geliřmiş ÷lkelerde yer almasına rağmen esansların birçoęu ve büyük miktarı daha çok kökenlerinin olduęu ÷lkelerde üretilir. Ancak, esansiyel yağların bitkilerden ekstraksiyonu geliřmiş ÷lkelerde yapılır. Geliřmekte olan ÷lkelerin çoęunda bitkisel esans yağların üretiminde kullanılan teknoloji eskidir. Bu nedenle üretilen esanslar düşük kaliteli olmakta, ihraç edilememekte ve teknolojik özellikleri geliřtirilememektedir (Karaca, F., 1992).

Esansiyel yağlar, bitkilerin kendilerine has uçucu özellikteki bileřenleridir. Çoęu zaman “Uçucu Yaęlar” veya “Eterik Yaęlar” olarak da isimlendirilir. Her bir esansiyel yağın kalitatif ve kantitatif deęişimleriyle kendisine has özellikleri vardır. Esansiyel yağlar, birkaç büyük molekülü bileřenle birlikte, küçük molekülü bileřen de içerebilir; ayrıca, 100’ün üzerinde bileřenle karmařık bir yapı gösterebilir, hafif renklidir ve birbirlerine yakın özgül aęırlığa sahiptirler. Birçoęu oldukça dayanıklıdır ve doęal antioksidantlar içerirler.

3. SÜPERKRİTİK AKIŞKANLAR VE UYGULAMALARI

3.1 Tarihsel Gelişim

Cagniard de la Tour 1822'de bir maddenin kritik bir noktası oluşunu keşfetmiştir. Düşük buhar basıncına sahip katıların akışkan ile çözünebilirliğine ait ilk bilgiler ise Hannay ve Hogart tarafından 1879'da Royal Society of London isimli bir toplantıda verilmiştir (Hannay ve Hogart, 1879). Onlar deneylerini, basınçtaki küçük değişimleri gözleyebilecekleri küçük çaplı cam borularda ve inorganik tuzların süperkritik etanoldaki çözünürlüğü üzerinde, etanolun kritik sıcaklığının üzerinde, yani 234°C'de gerçekleştirmişlerdir. Yine bu yıllarda Amagat, civa kolonlarını kullanarak 400 atm'e kadar gazların sıkıştırılabileceğini bulmuştur (Amagat, 1879). 1896'da Villard, süperkritik akışkanlarda çözünürlükle ilgili bulguları yayınlayan ilk kişi olmuştur. Metan, etilen, karbondioksit ve nitrousoksidin karbondisülfid, kafur, stearik asit ve parafin reçineleri gibi bazı sıvı ve katı hidrokarbonları çözebilirliğini anlatmıştır. Kısacası bilim adamları ve mühendisler, süperkritik akışkanlara ait deneysel gerçekleri bir yüzyıldan fazla bir süredir bilmektedirler (McHugh ve Krukoniş, 1994; Stahl vd., 1988; Rizvi vd., 1986; King ve Bott, 1993).

19. yüzyılın sonlarında, süperkritik akışkanların çözünürlüğü ve kritik noktanın ölçülmesi konusunda deneysel teknikler geliştirilmeye çalışılmıştır. Tüm araştırmacıların problemleri, kritik bölge yakınlarında düğümlendiğinden, 1930'dan sonraki yıllarda bu konu üzerindeki araştırmalar yoğunlaşmıştır. Both ve Bidwell, kritik bölge yakınlarındaki çözünürlük olaylarını detaylı olarak ilk açıklayan araştırmacılarıdır (McHugh ve Krukoniş, 1994).

Süperkritik akışkan olarak CO₂'nin dikkat çekmeye başladığı sıralarda Dr.Thomas Andrews, CO₂'nin süperkritik özelliklerini 30.92°C ve 73 atm olarak belirlemiştir. Bugün geçerli olan değerler ise 31.1°C ve 72.8 atm.'dir (McHugh ve Krukoniş, 1994).

Tüm bu gelişmelere karşılık, süperkritik akışkanların 1980'den sonra ilgi görmeye başlamasının nedenlerini ise şu şekilde sıralamak mümkündür:

1. Destilasyon gibi enerjiye dayalı ayırma tekniklerinde enerji masraflarının giderek artması,
2. Tüm dünyada sanayi çözücülerinin iyileştirilmesinin istenmesi ve artan baskılar sonucu yapılan araştırmalarda, CO₂ gibi bir çözücünün çevre kirliliğine yol açmadan kullanılabilir olduğunun anlaşılması,
3. Kullanılan çözücülerin kritik basınçlarının 50 atm'e yakın olması ve bunların çözücü spektrumunda geniş rol oynaması,
4. Difüzyon ve viskozite gibi taşınım özelliklerinin gazlarınkine benzer olması,
5. Yüzey gerilimlerinin sıfır olması nedeni ile mikrogözenekli maddelere kolayca nüfuz edebilmeleri,
6. Yoğunluklarının sıvılarınkine yakın olması ve çözme gücünün basınçla artması.

3.2 Süperkritik Akışkan

Kritik sıcaklık ve basınçlarının üzerinde süperkritik özellik kazanan akışkanlar, yoğunluk ve çözme gücü bakımından bir sıvı gibi, taşınım özellikleri (difüzyon katsayısı ve viskozite) ve sıkıştırılabilirlik bakımından bir gaz gibi davranırlar. Basınç ve sıcaklığın değiştirilmesi ile fizikokimyasal özellikleri gaz-sıvı arasında sürekli değişen ama kimyasal yapısı etkilenmeyen süperkritik akışkanlar, ayırma ve fraksiyonlama işlemlerinde diğer çözücülere göre farklı özelliklere sahip olurlar (Franck,1984).

Süperkritik akışkan ekstraksiyonu yönteminde CO₂, etan, metan, propan, su, etilen, aseton, toluen, gibi pek çok çözücü rahatlıkla kullanılabilir.

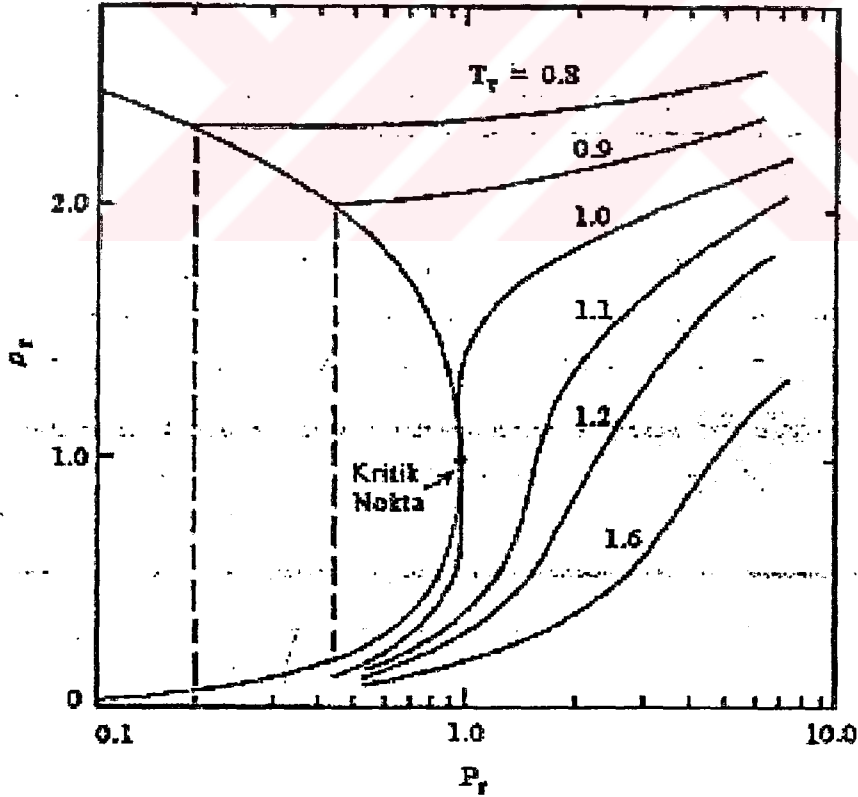
Süperkritik CO₂, polar özellikler göstermediği için su, şeker, protein, inorganik tuzlar, nişasta, meyve asitleri, polisakkarit, aminoasit gibi maddeleri çözememesine rağmen en çok ilgilenilen ve gıda endüstrisinde en çok kullanılan çözücüdür (Brogle, 1982; Sanders, 1993; Filippi, 1982; Eckert vd., 1986; McHugh ve Krukoniş, 1994; King ve Bott, 1993).

Bunun nedenleri şu şekilde sıralandırılabilir:

- Viskozitesinin düşük, difüzyon katsayısının yüksek olması nedeniyle uygun taşınım özelliklerine sahip olması,
- Kritik sıcaklığının ve basıncının kullanılan cihaza ve prosese kolaylıkla uygulanabilmesi,
- İdeal çözücüye ait özelliklerin tümünü bünyesinde toplamış olması,
- Yanıcı olmaması, kolay ve ucuz olarak elde edilebilmesi.

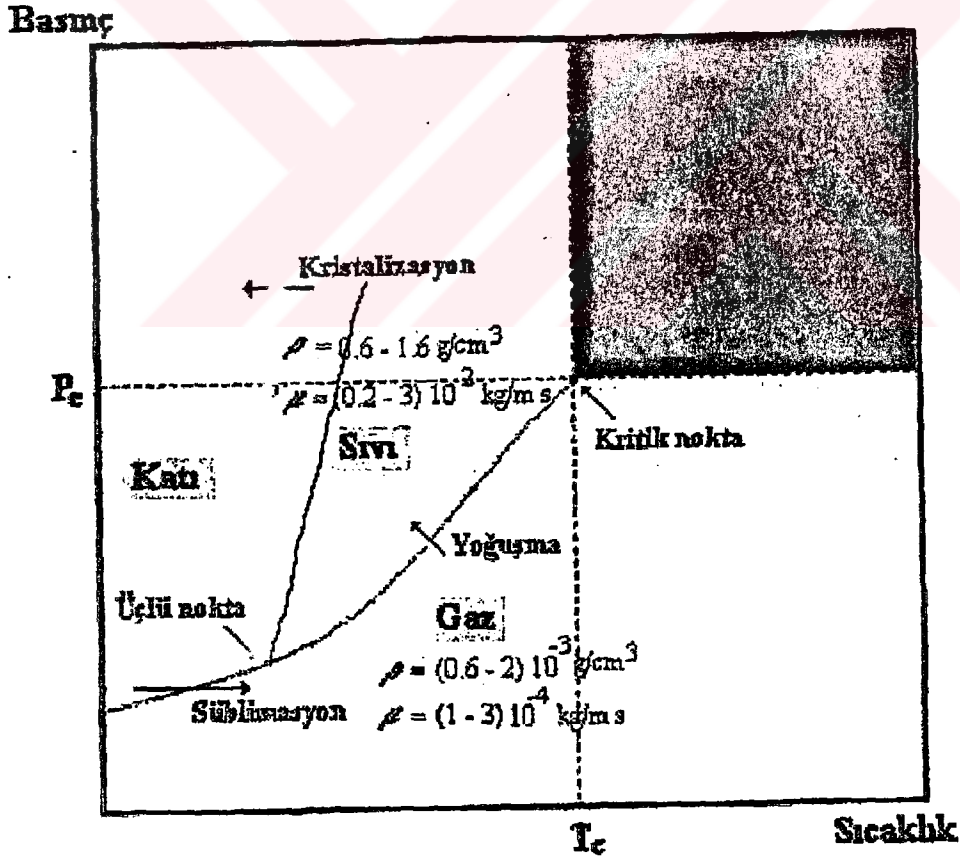
3.3 Süperkritik Akışkan Bölgesi

Saf bir maddenin sıcaklığı (T) ve basıncı (P), kendi kritik sıcaklığından (T_c) ve kritik basıncından (P_c) büyük veya eşitse, o madde süperkritik akışkan olarak tanımlanır.



Şekil 3.1 Saf bir madde için ρ_r 'nin P_r ile değişimi (McHugh ve Krukonis, 1994).

Şekil 3.1'de görüldüğü gibi, süperkritik bölgede P ve T'deki küçük değişimlerle akışkanın yoğunluğu değiştirilebilir (McHugh ve Krukoniş, 1994). Bilindiği gibi gazlar çözücü olarak değerlendirilmezler. İndirgenmiş sıcaklık 0.9-1.2 aralığındayken indirgenmiş basınç değeri 1'den büyük değerlere çıktığında, indirgenmiş çözücü yoğunluğu, gaz benzeri değeri olan 0.1'den sıvı benzeri değeri olan 2.5 değerine çıkar. Sıvıya yakın yoğunluklara ulaşıldığında, süperkritik akışkan bir sıvı çözücü gibi davranmaya başlar. Yüksek sıcaklıklarda ($T_r=1.6$), yoğunluktaki benzer bir değişimi sağlamak için daha yüksek basınçlara çıkmak gerekir. Yüksek sabit basınçlarda, sıcaklığı düşürerek de benzer değişim sağlanabilir. Böylece, belirli bir aralıkta sıcaklık ve basıncı değiştirerek yoğunluk değeri ayarlanabilir bu da süperkritik akışkanın çözme gücü ayarlamak demektir (McHugh ve Krukoniş, 1994).



Şekil 3.2 Saf bir maddenin faz diyagramı (Dinçer vd., 1996).

Şekil 3.2’de görüldüğü gibi bazı fiziksel özellikleri bakımından süperkritik akışkan, gaz ve sıvı haldeki özelliklerinin arasında yer alır. Dolayısıyla süperkritik akışkan ne bir gaz gibi, ne de bir sıvı gibi davranır. Ayrıca süperkritik akışkanların yoğunluk, viskozite ve difüzyon katsayısı gibi fiziksel özelliklerinin, basınç ve sıcaklıktaki değişikliklerle kolaylıkla istenen değerlere ayarlanabilir olması, uygulamada büyük bir esneklik sağlar.

3.4 Süperkritik Çözücüler

Bazı süperkritik çözücülerin kritik özellikleri Çizelge 3.1’de verilmiştir. Bu çözücülerin bazılarının T_c ve P_c ’si çevre koşullarına daha yakınken, bazılarınınki de oldukça yüksek değerlerdedir. CO_2 ’nin P_c ’si yüksek olmasına rağmen, T_c ’si oda sıcaklığı civarındadır. Çizelgede verilen çözücülerin bir çoğu insan sağlığına zararlı organik çözücülerdir. Dolayısıyla gıda endüstrisinde veya çevre kirliliği bakımından SCE uygulamalarında kullanımları sınırlıdır. Diğer taraftan, inorganik bir gaz olan CO_2 , apolar bir madde olması nedeniyle su, şeker, protein, inorganik tuzlar, nişasta, polisakkarid ve aminoasitleri çözmemesine rağmen, gıda sanayine yönelik SCE uygulamalarında geniş çapta kullanılmaktadır (Dinçer vd., 1996). Bazı uygulamalarda ise çözme gücünü arttırmak için ortama çok az miktarda (maksimum %5) yardımcı bir çözücü (etil alkol, hekzan, metil asetat, metanol vb.) ilave edilmektedir (Sunol vd. 1986; Kuk ve Hron, 1994).

Çizelge 3.1 Çözücü olarak kullanılan bazı süperkritik akışkanların kritik özellikleri
(Dinçer vd., 1996)

ÇÖZÜCÜ	T _c (K)	P _c (MPa)	ρ _c (g/cm ³)
Metan	190.6	4.60	0.162
Etilen	282.4	5.03	0.218
Klortriflor Metan	302.0	3.92	0.579
Karbon Dioksit	304.2	7.38	0.468
Etan	305.4	4.88	0.203
Propilen	365.0	4.62	0.233
Propan	369.8	4.24	0.217
Amonyak	405.6	11.3	0.235
Dietil eter	467.7	3.64	0.265
n-Pentan	469.6	3.37	0.237
Aseton	508.1	4.70	0.278
Metanol	512.6	8.09	0.272
Benzen	562.1	4.89	0.302
Toluen	591.7	4.11	0.292
Piridin	620.0	5.63	0.312
Su	647.3	22.0	0.322

3.5 Süperkritik Akışkanların Uygulama Alanları

Süperkritik akışkanlar uygulandıkları endüstrilere ve kullanım yerlerine göre sınıflandırılabilirler:

- Gıda,
- Kozmetik (koku ve esans),
- Eczacılık,
- Kimya, malzeme ve polimer,
- Hidrokarbon prosesleri,
- Kirlilik kontrolü,
- Analitik kullanım,

Çizelge 3.2 Süperkritik akışkan uygulamaları (Dinçer vd., 1996).

GIDA	Kahve çaydan kafeinin giderilmesi	Yağlı tohumlardan yağın ekstraksiyonu	Bitkisel yağların fraksiyonlanması	Baharat konsantrelerinin hazırlanması
KOZMETİK	Esansiyel yağların ekstraksiyonu	Doğal esans ve aromaların hazırlanması	Ağır yağların fraksiyonlanması, ayrılması	Renk ve tat maddelerinin ekstraksiyonu
ECZACILIK	Bitkilerden aktif maddelerin ekstraksiyonu	Biyoteknolojiye dayalı karışımların fraksiyonlanması	Yüksek molekül ağırlıklı ilaçların fraksiyonlanması	Etki süresi uzun ilaç üretimi
KİMYA, MALZEME ve POLİMER	Polimer ve monomerlerin fraksiyonlanması	Yüksek basınç polimerizasyonu	Biyokütle işleme	Kaplama işlemi
HİDROKARBON PROSESLERİ	Kömür sıvılaştırma	Kömürden gazlaşabilir maddelerin ve yağların eks.	Yağlardan asfaltın uzaklaştırılması	Kalıntı ekstraksiyonu
HAVA KİRLİLİĞİ KONTROLÜ	Sulu çözeltilerden organik atıkların uzaklaştırılması	Proses akımlarından toksinlerin ayrılması		
ANALİTİK KULLANIM	Süperkritik akışkan kromatografisi.			

Ekstraksiyon işlemi tersinmez bir desorpsiyon prosesidir. Süperkritik akışkan ekstraktör boyunca tanecikler arasından belirli bir akış hızında aksenel olarak akarken, tanecik içindeki çözünen maddeyi çözer. Süperkritik akışkan ekstraktöre saf olarak girer ve ekstraksiyon işlemi sabit bir sıcaklıkta gerçekleşir.

Süperkritik akışkanlarla ilgili uygulamalarda çözünebilirlik ve faz davranışı verileri, prosesin çalışma koşullarının belirlenmesinde önemli yararlar sağlar. Eğer uygulamalarda çözünen madde sıvı ise, sistemde bir karışım oluşturan akışkan ve çözünen madde, karışımın kritik değerlerinin altında sıvı ve buhar fazı halinde dengede bulunurlar. Belirli bir sıcaklıkta çözünen maddenin buhar fazı bileşimi, basınç arttıkça artarken, sıvı faz bileşimi azalır. Çünkü akışkanın sıvı faz içindeki çözünebilirliği artar. Belirli bir basınca ulaşıldığında sistemi oluşturan maddeler tam bir karışım hali gösterirler ve tek bir faz oluştururlar. Belirli bir sıcaklıkta ulaşılan bu noktaya karışımın kritik noktası denir. Daha yüksek sıcaklıklarda karışımın kritik noktası daha yüksek basınçlarda görülür. Karışımın kritik noktası üzerinde sıvı veya buhar fazından bahsetmek mümkün değildir. Sistem içinde oluşan tek faz hali, fiziksel özellikleri bakımından sıvı ve gaz fazı arasında yer alır. Faz yoğunluğu sıcaklık ve basıncın değerine göre değişkenlik gösterir.

Çözünen madde katı ise, aynı şekilde karışımın kritik noktası altında katı faz ve buhar fazı halinde dengede bulunurlar. Ancak katı faz içinde akışkanın çözünmediği kabul edilir. Çözünen maddenin buhar fazı bileşimi de belirli bir sıcaklıkta basınç arttıkça artar. Karışımın kritik noktası altında, katı çözünen maddenin gaz fazındaki çözünebilirliği, karışımın kritik noktası üzerinde de süperkritik akışkan içindeki katının çözünebilirliği şeklinde tanımlanır (Akgün, M., 1999).

Bir SCFE prosesinin sermaye ve işletme maliyeti; işletme basıncı ve ekstrakte edilen maddenin miktarı gibi parametrelerle, ya da çözücü içinde ekstrakte olan maddelerin çözünebilirliği ve dağılım katsayısı gibi ekstraksiyon parametreleriyle etkilenebilir. SCFE proseslerinin maliyetinin kestirimi değişken olabilir çünkü SCF teknolojisi ve bilimi hala gelişme aşamasındadır (McHugh ve Krukoniş, 1994).

Süperkritik akışkanlara yönelik uygulamaların giderek artış göstermesi, fizibilite ve tasarım aşamasında, çözücü ve çözünen madde faz davranışı hakkındaki bilgileri gerekli

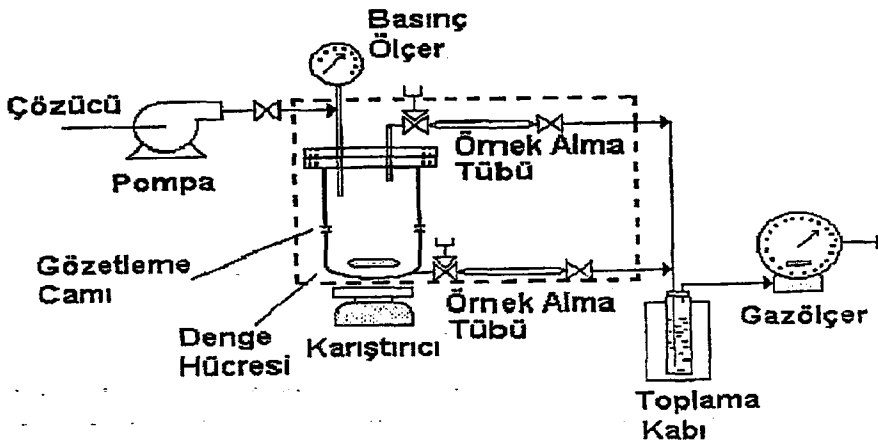
hale getirmiştir (Maxwell, 1996). Optimum çalışma koşulları, çözücü-çözünen madde besleme oranı ve ekstraksiyona yönelik uygulamalarda ekstrakte edilen maddenin seçiciliğinin kestiriminde de faz davranışı ve çözünürlük verilerine ihtiyaç duyulur.

3.7 Çözünürlük ve Faz Dengesini Ölçme Yöntemleri

Faz dengesi ve çözünürlük çalışmaları için amacın, iki faz arasında dengeye ulaşmak olduğu çeşitli yöntemler kullanılır. Bunlar dinamik, statik ve sirkülasyonlu düzeneklerdir. Dinamik akışlı yöntemde, belirli bir debide süperkritik akışkan numune üzerinden geçer ve akışkan numune arasında bir anlık bir denge olduğu varsayılır. Statik yöntemde ölçümler belirli miktarda çözünen içeren bir cihazda gerçekleştirilir ve süperkritik fazda numune çözünceye kadar sıcaklık ve basınçta ayarlamalar yapılır. Sirkülasyon yönteminde ise sistem dengeye ulaştığında her iki fazdan örnek alınarak fazların bileşimi tayin edilir. Bu deneysel tasarımların pek çok değişik çeşitleri mevcuttur numunenin durumuna bağlı olarak biri diğerine göre tercih edilir (Maxwell, 1996). Bunlar arasında statik yöntem en çok kullanılan olduğu için burada statik yönteme ait bilgi verilecek ve statik yöntemin akış şeması verilecektir (Şekil 3.4).

Statik Yöntem

Bu sistemde sabit hacimli ya da hacmi değişebilir bir denge hücresi kullanılır.



Şekil 3.4 Çözünürlük verileri için statik sistem şeması (Akgün, M., 1999).

Sistemde faz geçişlerini gözlemleyebilmek için yüksek basınca dayanıklı gözetleme camı bulunabilir. Gözetleme camı olarak genellikle safir kullanılır. Hücre çözünen bir madde ile doldurulur. CO₂, yüksek basınç pompasıyla eşsıcaklıklı bir ortamda bulunan denge hücresine pompalanır. Belli bir basınç ve sıcaklıkta, sistemin dengeye ulaşması için belli bir süre beklenir. Bu yaklaşık olarak 30 dakikadır. Fazlar arasında denge olduğu zaman, gaz sıvı fazlardan ayrı ayrı örnek alma tüplerine numune alınır. Örnek alma tüpleri içindeki numune atmosfer koşullarına genişletilirken çözünen madde toplama kabında toplanır. CO₂ miktarı gazölçer ile tespit edilir. Çözücü ve çözünen madde miktarı nicel olarak tayin edilir.

Avantajları şöyle sıralanabilir:

- Denge faz görsel olarak tayin edilebilir.
- Faz geçişlerini izlemek kolaydır.
- İkili sistemdeki çözünürlük verileri örnek almaksızın elde edilebilir.
- Çözünen ve CO₂ minimum miktarda harcanır.
- Ağır katılar, sıvılar ve polimerler ile çalışılabilir.
- Karışımın basıncı sürekli olarak belli bileşim ve sıcaklık için ayarlanabilir.
- Çok bileşenli karışımlardan örnek alınabilir,

Dezavantajı ise aşağıda verilmektedir:

- Gözetleme penceresi yüksek basınçlara dayanmayabilir. Ancak daha küçük pencere kullanılarak bu dayanıksızlık giderebilir.

3.8 Süperkritik Akışkanlarda Kütle Aktarımı

Gazların, sıvıların ve süperkritik akışkanların yoğunluk, difüzyon ve viskozite gibi termofiziksel ve taşınım özellikleri çizelge 3.3'de verilmiştir. Sıvıya yakın çöme gücüne ek olarak, süperkritik akışkanların, sıvılardan daha düşük viskozite ve daha yüksek difüzyon (gaz gibi) sahip olması, sıvı ekstraksiyonu ile karşılaştırıldığında daha yüksek bir ayırma verimliliğine sahip olduğu görülür. SCF'nin bu özellikleri, sıvı ekstraksiyonu ile karşılaştırıldığında, bir katının veya bir sıvının süperkritik akışkan ekstraksiyonu sırasında kütle aktarım hızını artırır. Ayrıca SCF'nin yüzey geriliminin sıfır olması, mikrogözenekli yapılar içine kolaylıkla difüze olabilmelerini sağlar (Akgün, M., 1999).

Çizelge 3.3 Akışkanların yoğunluk aralıkları ve kütle aktarım özellikler (Rizvi vd., 1986)

Akışkanın Durumu	Yoğunluk (g/cm ³)	Viskozite (g/cm.s)	Difüzyon (cm ² /s)
Gaz P=1 atm, T=15-30°C	(0.6-2).10 ⁻³	(1-3).10 ⁻⁴	0.1-0.4
Sıvı P=1 atm, T=15-30°C	0.6-1.6	(0.2-3).10 ⁻²	(0.2-2).10 ⁻⁵
Süperkritik i) P=P _c , T=T _c ii) P=4.P _c , T=T _c	0.2-0.5 0.4-0.9	(1-3).10 ⁻⁴ (3-9).10 ⁻⁴	0.7.10 ⁻³ 0.2.10 ⁻³

3.9 Çözücü Akış Hızı, Basınç, Sıcaklık ve Tanecik Boyutunun Etkileri

Bir tasarım çalışması yapılırken seçilmiş olan kapasiteyi elde etmek için yapılacak olan ekstraksiyon çalışmasının çalışma koşullarının seçilmesi gerekir. Çalışma koşullarının seçilebilmesi için de bunların ekstraksiyon üzerindeki etkilerinin iyice bilinmesi gerekir. Burada sırayla çözücü akış hızı, basınç, sıcaklık ve tanecik boyutunun ekstraksiyon hızı üzerindeki etkileri incelenecektir.

Çözücü Akış Hızının Etkisi

Esansiyel yağların uçucu maddeler olmasından dolayı, bunların buldukları katıdan süperkritik çözücü ekstraksiyonu oldukça kolaydır. Yapılan çalışmalarda çözücü akış hızının ekstraksiyon hızına pek bir etkisinin olmadığı görülmüştür. Bu, ekstraksiyon işlemini kontrol eden parametrenin, tanecik içi difüzyondan ziyade çözünen maddelerin çözünürlüğünün, dolayısıyla işlemin tüm kütle aktarım katsayısının olduğu anlamına gelir (Akgün, M., 1999).

Reverchon ve Poletto (1996) çeşitli çiçeklerle yaptıkları çalışmalarda ve Roy vd. (1994)'in domates çekirdeği ile yaptıkları çalışmada benzer yaklaşım vurgulanmıştır. Diğer taraftan Reverchon (1996), Catchpole vd. (1996), Roy vd. (1996) daha çok odunsu bir yapısı olan adaçayı, kereviz, kişniş otu ve zencefil ile yaptıkları çalışmalarda, ekstraksiyonu kontrol eden parametrenin tanecik içi difüzyon olduğunu vurgulamışlardır.

Çiçek miktarı başına harcanan CO₂ miktarına göre ekstrakte edilen yağ miktarı incelendiğinde, aynı miktarda yağ ekstraksiyonu için yüksek akış hızlarında daha fazla CO₂ harcandığı görülmektedir. Çözücü tasarrufu bakımından düşük akış hızlarında ekstraksiyon yapmanın daha avantajlı olduğu ortaya çıkmıştır (Akgün, M., 1999).

Basıncın Etkisi

Ekstraksiyon hızı, 50°C sabit sıcaklıkta basınç arttıkça artmaktadır. Bu artış süperkritik CO₂ yoğunluğunun basınç yükseldikçe artmasından kaynaklanmaktadır. Özellikle karışımın kritik basıncı civarında yoğunluk artışı maksimum seviyededir. Çözücü yoğunluğuna bağlı olarak ekstrakte edilen yağın çözünürlüğü de artar. Özellikle yüksek molekül ağırlıklı ve buhar basıncı düşük olan esansiyel yağ bileşenleri, CO₂ yoğunluğu arttıkça daha fazla çözünmeye başlar. 80 bar- 50°C deney koşulunda, sistem karışımın kritik noktasının altında olduğu için, buhar fazında esansiyel yağın çözünürlüğü düşüktür (Akgün, M., 1999).

Sıcaklığın Etkisi

Esansiyel yağlar uçucu maddelerdir ve buhar basınçları yüksektir. Esansiyel yağların süperkritik akışkan ile ekstraksiyonunda da buhar basınçlarının fonksiyonu büyüktür. Sabit basınçta sıcaklığın artmasıyla çözücü yoğunluğu düşmesine rağmen esansiyel yağların buhar basınçlarının artması ekstraksiyon hızını arttırmaktadır. Roy vd. (1996) zencefil ile yaptıkları çalışmada da zencefil esansiyel yağının sıcaklıkla arttığını tespit etmişler ve benzer şekilde zencefil yağı buhar basıncının sıcaklıkla artmasının, süperkritik CO₂ ile ekstraksiyonunda ekstraksiyon hızının arttığını vurgulamışlardır. Her sıcaklık koşulu için toplamda harcanan CO₂ ile daha fazla yağ ekstrakte edildiği görülmektedir (Akgün, M., 1999).

Tanecik Boyutunun Etkisi

Bir çok yazar tanecik boyutunu düşürmek suretiyle ekstraksiyon hızının arttığını yaptıkları çalışmalarda vurgulamışlardır (Roy vd., 1996; Catchpole vd., 1996; Subra vd., 1998). Ancak bu husus ekstraksiyonu kontrol eden belirleyici adımın tanecik içi difüzyon olduğu sistemlerde daha etkindir. Bu tür sistemlerde ekstrakte edilen katı odunsu yapıdadır ve ekstraksiyon hızının artmasında çözücü akış hızının yanısıra tanecik

boyutunun önemli bir etkinliği vardır. Büyük tanecik boyutunda (1.2 mm) daha küçük tanecik boyutlarına göre (1.0 mm ve 0.8 mm) ekstraksiyon hızı daha fazladır. Ancak 1.0 ve 0.8 mm tanecik boyutları arasında ekstraksiyon hızı bakımından belirgin bir fark yoktur (Akgün, M., 1999). Bunun nedeni, farklı tanecik boyutlarındaki örneklerin esansiyel yağ içeriği farklı olmasından kaynaklanmaktadır. Küçük tanecik boyutundaki çiçek numunelerinin düşük yağ içeriğine sahip olması, öğütmeden sonra serbest hale geçen çiçek yüzeyindeki tüycüklerin küçük tanecik boyutunda oldukça fazla olmasından kaynaklanmaktadır. Asıl yağ içeren çiçek parçaları oranının düşük olmasından dolayı da içerdiği yağ yüzdesi düşmektedir.



4. TASARIM ÇALIŞMALARI

4.1 Kimya Mühendisliğinde Tasarım Çalışması

Tasarım kimya mühendisliğinin temel konularından biridir. Tasarım çalışması istenen ürünü verecek bir tesisin kurulması amacıyla sürdürülür ve üretim prosesinin, kullanılacak cihazların üretimin sürdürüleceği binaların tasarımını içerir. Böyle bir çalışma, amaca uygun olan proses akışlarına, proses birimlerinin teknik özelliklerinin seçimine ve onların planlanmasına ayrıca tesisin yerleşimi ve gelişimine bağlı olan hacim gereksiniminin saptanmasına dayandırılan bir plana göre yapılır. Proses birimlerinin ve tesis binalarının tasarımı, prostedeki minimum malzeme kullanımı ile maksimum verim eldesi amacına dayandırılır.

Kimyasal tesislerin tasarımı amacın ortaya konduğu ve ön çalışmaların yapıldığı projenin geliştirilmesi, prosesin tasarımı, proses birimlerinin ve malzemelerinin seçimi, işletme, bina ve arazi maliyetinin kestiriminde kullanılmak üzere yapılan tesisin donanım ve yerleştirme incelemeleri, üretimin ekonomik analizi gibi çalışmalardan oluşur.

Bir tasarım projesinin gelişmesi bir fikir veya plan ile başlar. Çalışmalara başlamadan önce, projenin amacını tanımlayan bu fikir veya planın kısa ve öz açıklaması yapılır. Bu tanıtım özetinde prosesin özellikleri belirtilir, elde bulunan laboratuvar ve pilot tesis verileri ve tüm diğer kimyasal ve mühendislik verileri bildirilir. Teknik veriler ekonomik veriler ile birlikte değerlendirilir (Peters ve Timmerhaus, 1980; Sinnott, 1985).

Bir projenin gelişiminde aşağıdaki kademelerden geçilir:

Proses Araştırma

Proses araştırmada yazılı kaynak araştırması ve laboratuvar çalışması yapılarak ürünün yapılabirliliği araştırılır, dönüşüm hızı ve verimi saptanır, pilot tesisi çalışmalarında en kısa zamanı ve az sayıda cihazı gerektirecek ekonomik bir üretim prosesinin tasarımında gerekli olan tüm verilerin sağlanması amaçlanır.

Araştırma ve Geliştirme

Araştırmaların değerlendirilmesi ile laboratuvar ve pilot tesis çalışmalarından sağlanacak tasarım verilerinin elde edilmesi amacıyla sürdürülmesi gereken proses geliştirme çalışmaları saptanır.

Ön Mühendislik Çalışmaları

Laboratuvarda yürütülen çalışmalar küçük çapta cihazlar ve eşyalar ile sürdürülebilir. Ancak ticari bir tesis, sürekli olarak çalışabilecek büyük çapta cihazlar gerektirir, ayrıca yapı malzemeleri daha dayanıklı ama pahalıdır. Mühendislik çalışmaları, standart veya ticari birimlerin ve standart olmayan özel birimlerin geliştirilmesi ve çalıştırılması ile ilgili olabilir. Bu aynı zamanda pilot tesisin işlevlerinden birisidir.

Pilot Tesis

Pilot veya örnek tesis, kontrol dahil, tüm belli başlı üretim elemanlarını içeren orta boy, tamamlanmamış bir proses tesisidir. Pilot boyutta bir cihaz, büyük çapta tasarım ve çalışma verilerine çevrilebilen sonuçlar verebilen bir cihaz veya üretim modelidir, ayrıca normalde görülenden daha geniş çalışma sınırları arasında çalışabilecek şekilde tasarlanıp da yapılabilir. Laboratuvar verilerini tesis tasarım verilerine dönüştürmek, pilot tesisin işlevlerinden sadece birisidir..

Üretime geçmiş proses tesislerinde bulunan pilot tesisler, arıza giderme merkezleri olarak kullanılabilirler. Ayrıca normal çalışma sürelerinde araştırma geliştirme amacıyla kullanılabilirler, farklı hammaddeler denenir, ürünlerin ve yan ürünlerin geliştirilmesinde ve daha ucuz olarak eldesinde çalışılır, güvenlik ve modernleştirme gibi alanlarda araştırmalar yapılır.

Pilot tesis, ticari tesiste meydana gelebilecek hem teknik hem de ekonomik risklerin en aza indirilmesi veya ortadan kaldırılması amacıyla çalıştırılmalıdır. Pilot tesislerin sabit şartlarda, uzun süreler boyunca çalışması istenir. Tesisteki proses birimlerinin amaçlarına uygun olarak seçilmesine dikkat edilir.

Yarı Ticari Tesis

Pilot tesisten daha büyük olan yarı ticari tesiste, birinci amaç, yeni bir ürünün küçük miktarlardaki üretimidir. Üretim, bu kademedede hala deneyseldir ve amaçlar, pilot tesisteki amaçlar ile aynıdır.

Ticari Tesis

Prosesin çalışma testlerinde olumlu bulgular elde edilirse, ve üretim fiyatının yeterince düşük olacağı saptanırsa, tüm teknik ve ekonomik riskler en aza indirgenmiş şekilde, prosesin son gelişme kademesine yani ticari tesisin yapımına geçilir. Tesisin boyutu, daha önce belirlenen gereksinimlere bağlı olarak değişir. Tüm kimyasal ve mühendislik verilerinin eşgüdümü ve onların ayrıntılı ticari tesis tasarımına aktarılması olan bu son adımda, ticari veri kaynaklarından ve ayrıca, cihazların ve onların özel parçalarının seçiminde el kitaplarından yararlanmayı bilmek, önemlidir. Kapasiteler ve verimler incelenir. Cihazların yerleşim planları çıkartılır ve en uygun akış düzenlemeleri elde edilir. Çeşitli yerleşim ve çalışma modelleri kurulur ve en uygun duruma ulaşılır. Bu kademedede, tesisin planı çizilir yapım öncesi maliyet çıkarılır. Ticari bir birimin tasarımında,

- Cihazların özellikleri
- Malzemelerin özellikleri
- Ticari cihazın seçimi
- Cihazların yer planlaması ve yerleştirilmesi
- Tesisin yerleşimi
- İşletme esasları
- Personel seçimi
- Yapım öncesi maliyet
- Bir birim ürünün üretim maliyeti

çok önemlidir ve pek çok etken tarafından etkilenir.

Tesis tasarımı sadece teknik yönden değil, ekonomik yönden de yeterli olmalıdır. Burada amaç, en büyük karla çalışabilecek bir tesisin tasarlanmasıdır. Ayrıca, herhangi bir tesisin tasarımında güvenlik faktörleri de göz önünde bulundurulmalıdır. Bu çalışanların olduğu kadar, çevre halkının, cihazların, tesisin ve ürünlerin güvenliği için önemlidir.

- Proses Tasarımı

Proses tasarımı, ekonomik analiz veya ticari tesisin ayrıntılı tasarımı amacıyla yapılan ön tasarım çalışmalarında, temel bir adım sayılır. Prosesin temel kimyasal ve fiziksel işlemleri belirtilir ve akış şemaları yardımıyla gösterilir

- Proses Seçimi

Herhangi bir proses için aşağıdaki kademelerin tümü gerekli olmayabilir ve her kademelerin karmaşıklığı proses tipine göre değişir. Tasarım çalışması kademelerin seçimi ve düzenlenmesi ile ilgidir.

- Hammadde Depolama
- Besleme Hazırlama
- Reaktör
- Ürün Ayırma
- Ürün Safılaştırma
- Ürün Depolama

Çeşitli üretim yöntemleri arasında var olan şartlara göre en uygununun belirlenmeside yapılan karşılaştırmada, aşağıdaki maddeler göz önünde bulundurulur:

1. Teknik Etkenler

- Proses esnekliği
- Sürekli işlem
- İlgili özel kontroller
- Ticari verimler
- Teknik zorluklar
- Enerji gereksinimleri
- Gerekli özel yardımcı elemanlar
- Gelecekte gelişme olasılıkları
- İlgili sağlık ve güvenlik riskleri
- Hammaddeler
- Bulunabilirlik
- Gerekli işlemler
- Depolama gereksinimleri
- Madde işleme problemleri

2. Yan ürünler ve atıklar

- Üretilen miktar
- Değer
- Potansiyel pazarlar ve kullanımlar
- Boşaltma yöntemi

- Çevresel etkiler
3. Cihazlar
- Bulunabilirlik
 - Yapı malzemeleri
 - İlk maliyet
 - Bakım ve onarım masrafları
 - Değişirme gereksinimleri
 - Özel tasarımlar
4. Tesis Yerleşimi
- Gerekli alan büyüklüğü
 - Taşıma olanakları
 - Pazar ve hammadde kaynaklarına yakınlık
 - Hizmet ve güç sağlama kolaylığı
 - İş sağlama kolaylığı
 - İklim
 - Yasal sınırlamalar ve vergiler
5. Maliyet
- Hammaddeler
 - Enerji
 - Aşınma
 - Diğer sabit giderler
 - İşletme
 - Özel emek gereksinimleri
 - Taşınmazlar
 - Patent hakları
 - Çevre kontrolü
6. Zaman etkeni
- Proje tamamlama süresi
 - Proses geliştirme gereksinimi
 - Pazar durumu
 - Paranın değeri
7. Proses şartları
- Teknolojik kullanılabilirlik
 - Başka proseslere ortak hammaddeler
 - Ürün devamlılığı
 - Genel amaçlar

- Proses Süresi Seçimi

Yıllık üretim gereksiniminin saptandığı kabul edilirse, proses tasarımı karşılaşılan ilk problemlerden biri, belli bir zaman temelinde madde ve enerji denklıkları kurulabilecek ve gerekli tüm akış şemaları hazırlanabilecek şekilde bir proses süresinin seçimidir. Günlük 24 saat veya 8 saatlik bir çalışma ve sabit sürekli veya kesikli tasarımında ekonomik sebepler dolayısıyla genelde sürekli üretim tipi seçilir. Günde 24 saat çalışan bir tesiste daha küçük çapta ve daha ucuz olan cihazlar kullanılır. İşlem karardır ve otomatik kontrolü kesikli işleminkinden daha kolay yapılabilir. Böylece sermaye sabit harcamalar ve proses işçilik gereksinimleri en aza indirilir. Ancak, kesikli proses, kimya sanayinde tamamıyla terkedilmiş bir yöntem değildir. Pahalı ürünlerin sabit olmayan küçük hacimli taleplerin karşılanmasında, terkedilmiş bir prosesin cihazı geçerli bir proseste ucuz bir fiyatta kullanılabiliyorsa, acil hallerde, sürekli proseste istenilen değere ulaşamıyorsa, kesikli prosesler tercih edilir.

- Akış Diyagramları

Akış diyagramında proseste kullanılacak cihazların yerleşimi akış bağlantıları, akış debi ve bileşimleri gösterilir. Akış şeması prosesin diyagram halindeki modelidir. Kimyasal prosesin akış şeması halinde gösterimi, basitleştirilmiş veya ayrıntılı olarak hazırlanarak birkaç şekilde yapılabilir.

Mühendislikte, daha ayrıntılı olan ve cihazların basitleştirilmiş olarak sembollerle gösterildiği akış şemaları kullanılır. Veriler akış şemasında çeşitli şekillerde gösterilebilir. Sadece birkaç cihazın bulunduğu basit proseslerin akış şemalarında veriler dikkörtgenler içinde gösterilmektedir. Ancak bu şekilde sınırlı sayıda bilgi verilebilmektedir. Veri değişikliği veya ilavesi çok zordur.

- Proses Birimlerinin ve Malzemelerinin Seçimi

Proses kısmen veya tamamen yeni olduğunda, cihazların tipleri ve boyutlarının seçimi bu alanda özellikle tecrübe gerektirir. Proses daha önce denenmiş ise önceki deneyimlere dayandırılan geliştirme ve icatlar da dahil edilerek, cihazların yeni boyutlandırma hesaplamaları yapılır. Her yeni proses, ilgili temel işlemlerin ve proseslerin incelenmesini

gerektirir. Aşağıda, en uygun cihazların seçiminde takip edilen yollar açıklanır.

Akış diyagramlarında gereken cihazların listesi çıkarıldıktan ve gerekli tasarım hesaplamaları da yapıldıktan sonra, olanaklar çerçevesinde standart cihazlar kullanılarak, her önemli cihaz için bir özellikler cetveli çıkarılır. Bu standart cetveller genellikle üretici firmalarca sağlanır. Ancak standart dışı özellikler arandığında, ayrıntılı özellik cetvelleri hazırlanır.

Cihaz katalogları veya üretici firmalarla görüşmelere geçilmeden önce, cihazın istenen çalışma aralıkları ve önemli özellikleri belirten yazılı tanıtım formları hazırlanabilir. Bu tanıtım bilgileri, istenen maddenin bileşimi, fiziksel ve kimyasal özellikleri de dahil, gerekli servis tipi ve kalitesi, paketlenme ve taşıma gereksinimleri gibi tüm önemli özellikleri içermelidir.

4.2. Alt Yapı

Bir tasarım çalışması bir fikir veya bir plan ile başlar. Çalışmalara başlamadan önce, projenin amacını tanımlayan bu fikir veya planın kısa ve öz açıklaması yapılır. Bu tanıtım özetinde prosesin özellikleri belirtilir ve elde bulunan laboratuvar ve pilot tesis verileri ve tüm diğer kimyasal ve mühendislik verileri bildirilir. Teknik veriler, ekonomik veriler ile birlikte değerlendirilir.

4.2.1 Ön Bilgiler

Burada yapılmakta olan tesis tasarımında elde bulunan laboratuvar ve pilot tesis verileri ve hatta kimyasal ve mühendislik verileri için, Akgün, M., 1999 kaynak olarak alınmıştır.

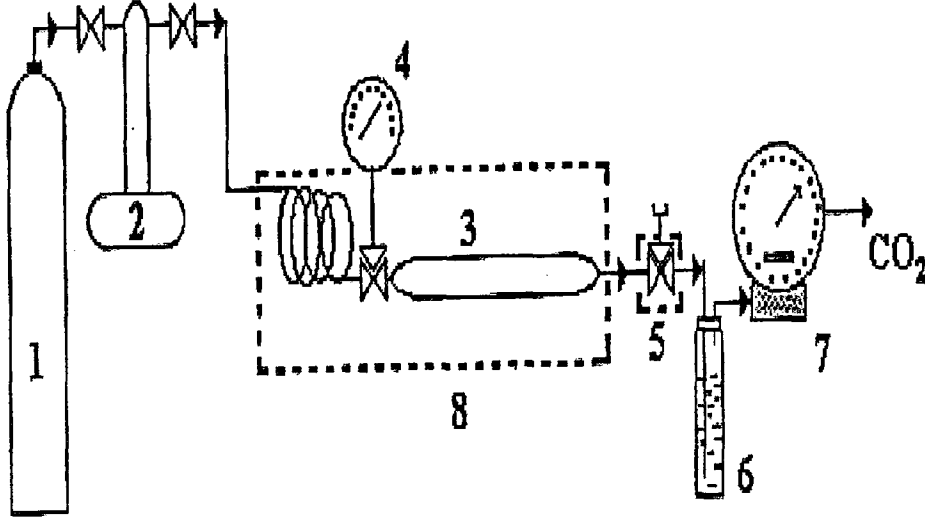
Lavanta çiçeğinin esansiyel yağ bileşenlerinin süperkritik CO₂ içindeki faz davranışı ile çözünürlüğü termodinamik açıdan araştırılmış ve bu esansiyel yağların çiçekten ekstraksiyonu sırasındaki kütle aktarımı incelenmiştir (Akgün, M., 1999). Karabaş lavanta çiçeğinin süperkritik CO₂ ile ekstraksiyonunda, sıcaklık, CO₂ akış hızı ve tanecik büyüklüğünün ekstraksiyon verimine etkisi araştırılmıştır. Karabaş lavanta çiçeği esansiyel yağında α -pinen, β -pinen, kamfen, limonen, fenkon, kafur, α -kadinol gibi bileşenler bulunur. Ana bileşeni kafur ve fenkon oluşturmaktadır (%80). Karabaş lavanta çiçeği ağrı kesici, antiseptik, idrar yolları iltihapları giderici, yaraları iyileştirici,

yatıştırıcı, balgam söktürücü, egzama yaralarını iyileştirici, sinir ve kalp kuvvetlendirici ilaçların yapımında kullanılır (Adaşoğlu, N., 1994).

Bir çalışmada, ekstraksiyon şartlarında ekstrakte edilen yağın ve çözücünün fiziksel özelliklerinden yola çıkılarak ekstraksiyon prosesinin modellenmesi amaçlanmıştır. Ekstraksiyon işleminin modellenmesinden önce faz dengesi ve çözünürlük deneyleri yapılmıştır (Akgün, M., 1999). Süperkritik akışkan içinde katıların çözünürlüğünün bilinmesi, operasyonun tasarımında en iyi şartların seçilmesini sağlar. Bunun için, statik yöntem kullanılarak süperkritik CO₂ içindeki α -pinen, limonen ve fenkon'un faz dengesi, ayrıca kafurun çözünürlüğü sıcaklık ve basıncın bir fonksiyonu olarak ölçülmüştür (Akgün, M., 1999).

Ekstraksiyon deneyleri laboratuvar koşullarında iç çapı 1 cm, boyu 50 cm ve hacmi 38 mL olan paslanmaz çelikten imal edilmiş boru tipi bir ekstraktörde gerçekleştirilmiştir. Deneylerde kullanılan karabaş lavanta çiçeği 1996 yılında yetiştiği yöreden toplanmış ve gölgede kurutulmuştur. Çiçeğin esansiyel yağ bileşenleri uçucu maddeler olduğu için, mekanik öğütücülerdeki muhtemel kızışmalardan dolayı meydana gelecek yağ kaybından kaçınmak için sıvı azot kullanılarak öğütülmüştür. Kısa bir süre için sıvı azot içinde bekletilen çiçeklerin yapısı donarak kristalize olması nedeni ile kolaylıkla öğütülebilmektedir. Öğütülen çiçekler tanecik boyutunun etkisini incelemek amacı ile eleklerde 1.2 mm, 1 mm ve 0.8 mm boyutlarına ayrılmıştır. Her bir fraksiyonun yağ içeriği diklormetan ile sokslet ekstraksiyonu sonucu tespit edilmiş ve sırasıyla % 1.513, % 1.017 ve % 1.118 olarak bulunmuştur (Akgün, M., 1999).

Her deneyde 10 g. çiçek numunesi ekstraktöre yüklendikten sonra, ekstraktör sabit sıcaklık banyosuna konmuştur.



Şekil 4.1 Esansiyel yağ ekstraksiyonu için düzenek (Akgün, M., 1999).

Çözücü olarak kullanılan SC-CO₂ şırınga pompasıyla sisteme beslenir ve istenilen basınca getirilmiştir. Sistemin sıcaklığı $\pm 0.1^\circ\text{C}$ ve basıncı ise pompa yardımıyla ± 0.01 MPa hassasiyette kontrol edilmiştir. Çözücü debisi ise hem laboratuvar koşullarında bir gazölçer ile, hem de pompa koşullarında pompa vasıtasıyla kontrol edilmiştir. Ekstrakte edilen esansiyel yağ ekstraktör çıkışında içinde metanol bulunan özel bir toplama kabında tutulmuştur. Atmosfer koşullarına genleşen CO₂, içinde çözülmüş olan yağ metanol içinde tutulduktan sonra bir gazölçerden geçtikten sonra atmosfere atılmıştır. Genleşme sırasındaki aşırı soğumadan dolayı esansiyel yağın donarak genleşme vanasını tıkamasını önlemek için bir ısıtma bantı ile vana makul bir sıcaklıkta ($40-50^\circ\text{C}$) tutulmuştur. Her örnek alıştır, vanada ve toplama kabındaki metanol miktarı 10 mL'dir ve derişim deęişiminin gözlenebilmesi için deney süresince sabit tutulmuştur. Deney başladıktan ilk 15 dakikadan sonra yarım saatte bir toplama kabındaki esansiyel yağ içeren metanolden 1 μL örnek alınarak kromatografide analiz edilmiş ve kalibrasyon eğrisi kullanılarak deney süresince ekstrakte edilen yağ miktarı ölçülmüştür. Harcanan CO₂ miktarı da gazölçerden her yarım saatte bir takip edilerek kaydedilmiştir. Çeşitli denemeler sonucunda elde edilen ekstraksiyon verilerine ait örnek bir çizelge aşağıda verilmiştir. Ekstraksiyon işlemi yaklaşık olarak 100-150'nci dakikalarda tamamlanmıştır. Bu dakikalardan sonra

esansiyel yağ çok az miktarda ekstrakte edilebilmekte ve kg örnek başına ekstrakte edilen yağ miktarı hemen hemen değişmemektedir (Akgün, M., 1999).

Çizelge 4.1 100 bar, 50°C, 1.2ml/dak çözücü debisi, 1.2 mm tanecik boyutunda yapılmış ekstraksiyon deney sonuçları (Akgün, M., 1999).

Ekstraksiyon Zamanı (dak.)	Geçen CO ₂ miktarı (Atm. Koşulu) (L)	Geçen CO ₂ miktarı (kg CO ₂ / kg örnek)	Ekstrakte Edilen Yağ (g yağ/kg örnek)
0	0	0	0
15	10	1.790	5.323
45	27	4.833	9.601
75	44	7.876	10.480
105	61	10.919	10.587
135	78	13.962	11.456
195	112	20.048	11.213
225	129	23.091	12.237
255	146	26.134	12.556

4.2.2 Ekstraksiyon İşleminin Modellenmesi

Çözücü, çözünen madde ve ekstraktörün deney koşullarındaki fiziksel verilerinden yararlanılarak, model kurma çalışmaları yapılmıştır (Akgün, M., 1999). Bu verilerin birçoğu kaynaklarda bulunan ilgili korelasyonlar kullanılarak hesaplanmıştır.

Deneylerde kullanılan 10 g çiçek numunesi bir mezür içinde sıkıştırılarak yaklaşık olarak 3.8 cm³ hacim kapladığı bulunmuştur. Buna göre ekstraktörün boşluk hacim oranı (ϵ) 0.9 olarak hesaplanmıştır. Süperkritik CO₂ içindeki yağ çözünürlüğü, çözünürlük deneylerinden elde edilmiş ve doygunluk derişimi, (C_{doy}) 100 bar ve 50°C için 0.243 kg/m³ CO₂ olarak hesaplanmıştır. 80 bar ve 50°C deney koşulları için doygunluk derişimi (C_{doy}) 0.0514 kg/m³ olarak hesaplanmıştır. Çünkü bu koşulda sistem, karışımın kritik noktası altındadır ve dolayısıyla buhar fazı doygunluk konsantrasyonu diğer koşullara göre düşük çıkmaktadır. Katıdaki yağ derişimi, q_0 , 10.42 kg/m³ olarak hesaplanmıştır (Akgün, M., 1999).

4.2.3 Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonunda Zaman

Süperkritik akışkan ekstraktör boyunca tanecikler arasından belirli bir akış hızında (interstitial velocity) aksel olarak akarken tanecik içindeki çözünen maddeyi çözer. Süperkritik akışkan ekstraktöre saf olarak girer ve ekstraksiyon işlemi sabit bir sıcaklıkta gerçekleşir. Ekstraksiyon işleminin tamamlandığı en uygun ekstraksiyon süresinin tayini için aşağıdaki eşitlikten yararlanılmıştır (Goto vd., 1996).

$$t = \frac{(1 - \varepsilon) \cdot L \cdot q_0}{\varepsilon \cdot v \cdot C_{\text{doy}} \cdot 60} \quad (4.1)$$

t= Zaman

e= Ekstraktör yatak boşluk oranı

L= Ekstraktör boyu

q₀= Katıdaki yağ derişimi oranı

C_{doy}= CO₂ içindeki doygunluk derişimi

v= Tanecikler arası akışkan hızı

4.3 Tesisin Tasarlanması

Ekstraktör çapı ve boyunun hesaplanması tasarımın ana noktasını oluşturmaktadır. Bu çalışmada, model parametrelerinin yardımıyla ekstraksiyon işleminin tamamlandığı en uygun ekstraksiyon süresinin tayin edildiği (4.1) eşitliğinden yola çıkılarak, ekstraksiyon işleminin gerçekleştirildiği ekstraktörün, boyunun ve çapının hesaplanmasına çalışılmıştır. Çözünürlük ve faz dengesi verilerinin yardımıyla, çalışma koşulları seçilerek bu eşitlikte kullanılması düşünülmüştür. Lavanta esansiyel yağının ekstraksiyonu için aşağıdaki kapasite ve çalışma koşulları seçilmiştir;

Kapasite = 1000 kg.

Çalışma Koşulları = 50°C ve 100 bar

Doygunluk Değeri = 0.243 kg esansiyel yağ/m³ CO₂ (50°C ve 100 bar'da)

q_o yağ derişimi = 10.42 kg/m³

e, ekstraktör boşluk oranı = 0.9

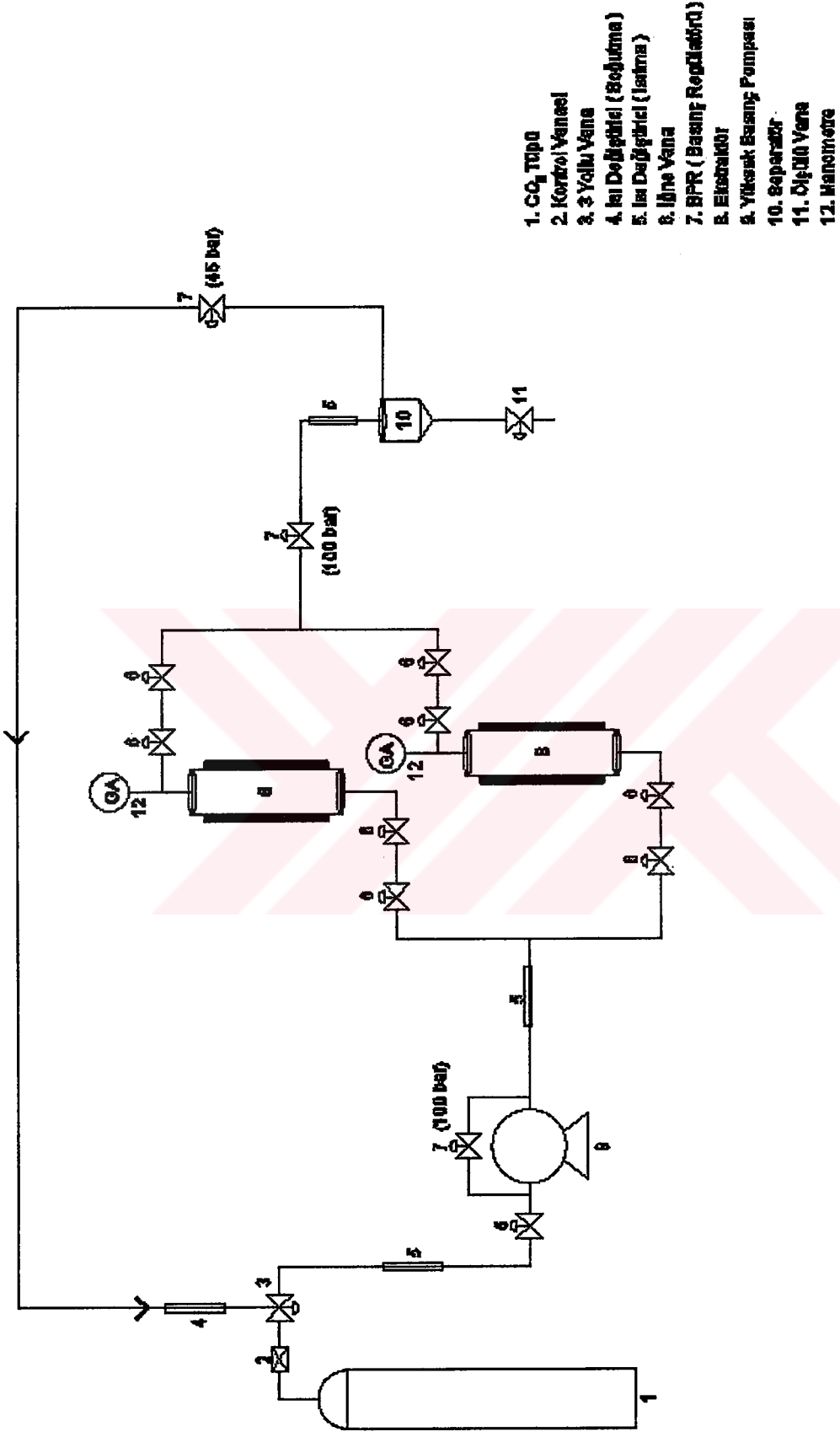
Sistemde düşünölen ekstraktör sayısı = 2

Bir gün içerisinde gerçekleştirilecek ekstraksiyon sayısı=2ekstraktör*12 ekstraksiyon =24

Yılda (300 gün) gerçekleştirilecek ekstraksiyon sayısı= 300 gün* 24eks/gün= 7200

Ekstraksiyon başına elde edilmesi amaçlanan yağ miktarı= 1000/7200= 0.139 kg.

Tanecik boyutu 1.2 mm olarak kullanılacaktır. Daha önce tartışıldığı gibi, değişik tanecik boyutlarının etkisi ekstraksiyon süresi ve elde edilen yağ miktarına göre Akgün, M., (1999) tarafından grafiksel olarak incelenmiş, **1.2 mm tanecik boyutunda 60 dakikalık bir ekstraksiyon işleminde en yüksek yağ miktarının elde edilebileceği görölmüşür.** Tasarımı amaçlanan sistem aşağıdaki şekilde gösterilmiştir.



Şekil 4.2 Tasarımı yapılan ekstraksiyon sistemi

4.3.1 Çap ve Boy Hesaplamaları

Şekilde de görüldüğü gibi paslanmaz çelikten yapılmış iki adet ekstraktör kullanılmıştır. Paslanmaz çelikten imal edilmiş olan ekstraktörlerin etrafında ısıtma ceketi vardır. Sıcaklık 50°C’de sabit tutulacaktır. Ekstraktörlerin, zaman kaybını önlemek için eş zamanlı çalıştırılmaması düşünülmektedir. Yani ekstraktörlerden bir tanesi ekstraksiyon işlemini gerçekleştirirken diğer ekstraktör, temizlenerek ve lavanta çiçekleri ile şarj edilerek bir sonraki ekstraksiyon işlemine hazır hale getirilecektir. Bir ekstraksiyon süresi 60 dakika olarak tasarlandığından bu süre diğer ekstraktörün deşarjı, temizlenmesi ve tekrar yüklenebilmesi için yeterli bulunmuştur. Bu tür bir çalışma sayesinde hem zaman kaybı önlenmiş olacaktır, hem de iki ekstraktörün eş zamanlı çalıştırılmasına nazaran pompa seçiminde daha düşük kapasiteli bir pompa yeterli olacağından, maliyet açısından da daha uygun olacaktır. Aynı tür bir çalışmada iki ekstraktör eş zamanlı çalıştırılsa şu anda tasarlanan pompanın iki katı güce sahip bir pompa gerekli olacaktır.

Çalışmalar sonucunda elde edilecek olan lavanta çiçeğinin esansiyel yağı “Esans Hammaddesi” olarak kullanılacaktır. Bu nedenle kapasite, kullanılması hedeflenen yıllık yağ miktarına göre hesaplanmıştır. Ekstraksiyon çalışması sonucunda elde edilmesi hedeflenen yıllık yağ miktarı **1000 kg**’dır.

Laboratuvar ve pilot tesis verilerinden bilindiği gibi, lavanta çiçeği içerisindeki yağın eldesi sırasında %80 verimle çalışılabilmektedir. Ayrıca lavanta çiçeği içerisindeki esansiyel yağ yüzdesi %1.513’tür (Akgün, M., 1999). Buradan hareketle bir ekstraksiyon işleminde ihtiyaç duyulacak lavanta çiçeği miktarı ağırlık olarak şöyle bulunur;

$$\frac{0.13889/0.8}{0.01513} = 11.475 \text{ kg.}$$

Bir günde 24 ekstraksiyon gerçekleştirileceği düşünülürse günlük lavanta çiçeği ihtiyacı 275 kg. olacaktır. Bu miktar yıllık olarak;

$$275\text{kg.} * 300 \text{ gün} = 82 \text{ 620 kg.}'ı \text{ bulacaktır.}$$

Bu miktarlarda fire verilebileceği de düşünülmelidir. Ayrıca lavanta çiçeklerini uzun

süreler bekletilirse kuruma sorunları ortaya çıkacaktır. Bu nedenle yağın saklanma koşulları iyice tetkik edilerek ne kadar süreli stok tutulacağına karar verilmesi gerekir. Tutulacak olan stok miktarına göre de bir depo düşünülmalıdır. Tasarım çalışmalarında asıl olan bu tür tesislerin hammaddeye yakın yerlerde konumlanmasıdır. Lavanta çiçeği ve özellikle karabaş lavantası Ege Bölgesinde ve ağırlıklı olarak Aydın civarlarında bulunduğu düşünülürse bu tür bir tesisin bu bölgelerimizde tasarlanması hem maliyeti düşürecek hem de bölge kalkınmasına faydalı olacaktır.

Ekstraksiyon işleminin tamamlandığı en uygun süre daha önceden (4.1) denklemi ile verilmiştir.

Bu eşitlik, bilinen veriler aracılığıyla en uygun süreyi bulmakta kullanılır. Yani bir ekstraksiyon ünitesinde, daha önceden tasarlanmış olan ekstraktör çapı, boyu, akışkan hızı, doygunluk değeri, katıdaki yağ derişimi ve ekstraktör boşluk oranı değerleri kullanılarak ekstraksiyon için en uygun zamanı çekmek mümkün olur. Oysa ki bu çalışmada zaman değeri için önceden bir değer vermek suretiyle çap ve ekstraktör boyu hesaplanmaya çalışılacaktır. Burada daha önceki teknik verilerden lavanta çiçeği ekstrakte edilmiş olduğu için CO_2 'nin doygunluk değeri C_{doy} , katıdaki yağ derişimi q_0 ve ekstraktör boşluk oranı ϵ bilinmektedir.

Zaman değeri olarak **ekstraksiyonun 60 dakikada tamamlandığı** düşünülerek bu değer kullanılacaktır. Ekstraktör boyu için bir değer atamak koşulu ile çözücünün tanecikler arasından aksenal akış hızı değeri hesaplanacaktır. Çizelge 4.2 de görüldüğü üzere 100 bar ve 50°C'de ekstraksiyon için en uygun süre 41 dakika civarındadır. Burada seçilmiş olan 60 dakikada ekstraksiyonun tamamen tamamlanmış olması düşünülmektedir.

Çizelge 4.2 Değişik sıcaklıklarda en uygun ekstraksiyon süreleri (Akgün, M., 1999)

Deney Koşulları	Ekstraksiyon için en uygun süre (dak.)
100 bar- 35°C – 1.7 ml/dak – di= 1.2 mm	85.92
100 bar- 40°C – 1.7 ml/dak – di= 1.2 mm	72.19
100 bar- 50°C – 1.7 ml/dak – di= 1.2 mm	40.95
100 bar- 60°C – 1.7 ml/dak – di= 1.2 mm	35.77

Kapasite olarak seçilen değerden; doygunluk değeri bilindiği için gerekli CO₂ miktarı hesaplanabilir. CO₂ miktarı belirlendikten sonra, bu CO₂ miktarının ne kadar süre içerisinde ekstraktörden geçirileceği tespit edilmiş olduğu için debi değeri hesaplanmış olur.

Laboratuvar verilerinden doygunluk derişimi 0.243 kg esansiyel yağ/ m³ CO₂ olduğu bilinmektedir. Buradan 0.139 kg. esansiyel yağı tutabilecek CO₂ miktarı hesaplanabilir;

$$\frac{0.139}{0.243} = 0.572 \text{ m}^3 \text{ CO}_2 \text{ gereklidir.}$$

Gerekli olan esansiyel yağı tutabilecek olan CO₂'nin 60 dakikada ekstraktörden geçirileceği daha önceden belirlenmişti. Buradan;

$$Q = \frac{0.572 \text{ m}^3}{3600 \text{ s}} = 1.59 * 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$$

Q değeri hesaplanmış olur.

Daha önceden en uygun zaman formülünden çekilmiş olan aksel hız değeri (v) akışkanın tanecikler arasındaki akış hızıdır. Bu değer ekstraktörün çap değeri ve ekstraktör boşluk oranı değerine göre aşağıdaki şekilde hesaplanabilir.

$$v = \frac{1}{\epsilon} \cdot \frac{Q}{\pi \cdot \left| \frac{D^2}{4} \right|} \quad (4.2)$$

v = akışkanın tanecikler arasındaki akış hızı

Q= CO₂ debisi

ε= Ekstraktör boşluk oranı

Bu formülde çap dışında kalan değerler daha önceden hesaplanmıştır. Bunlar formülde yerine yerleştirilerek çap değeri elde edilmiş olur.

$t=60$ dak, $L=1.89$ m için;

$$60 = \frac{(1-0.9) * 1.89 * 10.42}{0.9 * v * 0.243 * 60}$$

v , hız değeri 0.0025 m/s olarak hesaplanır.

Bulunan hız değeri (4.2) eşitliğinde yerine konulduğunda;

$$0.0025 = \frac{1}{0.9} * \frac{1.59 * 10^{-4}}{\pi * \frac{D^2}{4}}$$

Buradan D , çap değeri 29.9 cm olarak bulunur.

Buradan elde edilen çap değerinin uygunluğuna veya uygunsuzluğuna karar verilerek yeni bir çap değeri hesaplama yoluna gidilir. Bunun için ekstraktörün boyu değiştirilerek hız değerinin değişmesi sağlanır ve buna göre yeni hız değeri için yeni bir çap değeri hesaplanabilir. Bu nokta tasarım çalışmasının en önemli kısımlarından birisidir. Bu kararın verilebilmesi için laboratuvar değerlerine ve pilot tesisteki gözlemlere ihtiyaç vardır. Burada elde edilecek değerler optimum ekstraktör çap ve boy oranlarının elde edilmesini sağlamak içindir. Aksi takdirde ekstraksiyon veriminin düşük olması yanısıra yüksek maliyetlerle karşılaşma durumu da ortaya çıkabilir. Ekstrakte edilen yağın özellikleri göz önüne alınarak tasarım çalışması boyunca çap değeri 30 cm'yi aşmayacak şekilde ekstraktör boyu değeri ile denemeler yapılmıştır ve sonuç olarak 1.89 m ekstraktör boyu değerinin karşılığı olarak $29.9 \approx 30$ cm çap değeri kabul edilmiştir.

4.3.2 Ekipman Seçimi

Tasarımın bundan sonraki kısımlarında bulunan çap ve boy değerlerine göre karşımıza çıkan ekstraktörlerin ve diğer ekipmanların seçimi üzerinde durulacaktır. Ekstraktör çapı ve boyu belirlenmesiyle diğer tüm ekipmanların seçimi ortaya çıkmıştır. Çünkü kapasite, çalışma koşulları ve bunlara bağlı olarak gerekli olan çözücü miktarı, hızı, debisi belirlenmiştir. Çözücünün muhafaza edileceği ve depolanacağı yeri belirlemek, çözücü kaybını minimumda tutmak ve maliyet değerini küçültmek gerekir.

Çözücü miktarı belli olduğundan pompa seçimi yapılması gerekir. Pompa seçimine bağlı olarak sistemimizde kullanılması gereken vana ve boru sistemlerinin ortaya konması gerekir. Sistemimiz kesikli olarak çalıştırılacağı için çalışmanın aksamaması için vana sayısı artırılmıştır. Böylelikle ekstraktörlerden birisi ekstraksiyona devam ederken, diğeri rahatlıkla demonte edilerek temizlik ve yükleme işlemlerini yürütebilecektir. Böylelikle sistemde çalışma riski de azaltılacaktır çünkü ekstraktörde olabilecek basınç fazlasının önüne geçilmiş olunacaktır.

Ekstraktör boyu ve çapını belirlemede kolaylık olması açısından, girilen ekstraktör boyuna karşılık, ekstraktörün çap değerini hesaplayarak, tasarım aşamasında işimizi kolaylaştırabilecek bir bilgisayar programı Microsoft Visual Basic dili kullanılarak görsel olarak hazırlanmıştır (Ek.1).

Ekstraktör için yapılan gerekli hesaplamalar sonucunda 1.89 m ekstraktör boyuna karşılık 0.299 m ekstraktör çapı değeri hesaplanmıştır. Bu değer daha önceden ekstraksiyon verimi ve maliyet gözönüne alınarak düşünülen değerler için kabul edilebilir sınırlardadır. Ekstraktörler paslanmaz çelik olacaktır. Etrafında ısıtma ceketi olacaktır. Yükleme ve boşaltma için üst kısımda contalarla açılır kapanır bir kapak olacaktır. Diğer ekstraktör prosesi devam ettirirken yükleme boşaltma işlemleri gerçekleştirilecektir. Ekstraktör giriş ve çıkışlarında normalde bulunması gereken birer vana dışında fazladan birer vana sayesinde demonte halde bile proses emniyetli bir biçimde devam ettirilebilecektir.

Seçilmiş olan kapasitede esansiyel yağ tutmak için gerekli olan $0.572 \text{ m}^3 \cdot \text{CO}_2$ miktarı ekstraktörden 60 dakikada geçirileceği için $Q=1.59 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ olarak bulunur. Buna göre pompanın kapasitesi;

$1.59 \cdot 10^{-4} \text{ m}^3/\text{s}$ için gerekli birim dönüşümleri sağlanarak **572.4 litre/saat** bulunur.

Pompanın girişinden önce bulunan iğne vana dışında pompa dışında meydana gelebilecek basınç farklılıklarını önlemek üzere 100 bar yani çalışma basıncına ayarlanmış bir geri basınç regülatörü (BPR-Back Pressure Regulator) pompa çıkışına yerleştirilmiştir. Bu BPR sayesinde 100 bar basınç aşılması durumunda basınç düşürülebilmektedir. Pompa tarafından sağlanan çözücü ekstraktöre girer, burada istenen sıcaklığa ulaşır ve 60 dakika

boyunca proses devam eder. Ekstraktörlerin emniyet vanalarından sonra 100 bar basınca ayarlanmış bir adet daha BPR bulunmaktadır. Bunun sayesinde ekstraktörlerdeki basıncın ayarlanması sağlanmış olur.

CO₂ tarafından ekstrakte edilen yağ son kademe olarak separatöre gelir. Separatör çıkışında 45 bar basınca ayarlanmış BPR sayesinde separatörde basınç düşüşü sağlanmış olur ve esansiyel yağın çözücüden ayrılması kolaylıkla sağlanmış olur. Bir ekstraksiyon süresince 0.139 kg yağ tutulacağı ve günde 24 ekstraksiyon gerçekleştirileceği düşünülürse $24 \times 0.13889 = 3.33$ kg'lık bir separatör işimizi görecektir.

Sistemde kullanılması gerekli olan toplam 9 adet iğne vana, 1 adet 3 yollu vana ve 1 adet kontrol vanası vardır. Vana ve boruların hepsi 3/8 inç boyutunda düşünülmüştür. Vana ve borular Genel Sistem Dizaynı şirketinden temin edilecektir. DN 10 PN 100 model bu vanalar, yüksek basınç ve sıcaklıklara dayanıklı, gövde ve küresi paslanmaz çelikten, bağlantısı dişli olan TYCO markasının yüksek performanslı modelidir. Borular vanalar ile birlikte temin edilecektir.

Kullanılacak olan BPR'ların üçü de basınç ayarlaması yapılabilen türdedir. Seçilmiş olan BPR'lar 0-172 bar basınç aralıklarında çalışabilmektedir. Çalışma koşullarında meydana gelebilecek küçük sapmalar bu şekilde BPR'dan ayarlama yapılarak engellenebilecektir. BPR'lar 316 Paslanmaz çelikten imal edilmiştir. BPR'lar Aksus Otomatik Kontrol üniteleri için ürün sağlayan ve destek veren bir şirketten satın alınacaktır.

Burada maliyeti en önemli ölçüde etkilediğini düşünülen kısım, pompa seçimidir. Pompamız yurtdışından sipariş üzerine getirilebilecektir. Bunun için ihtiyaç duyulan pompa özellikleri ortaya konmuştur. Buna göre

$$Q = 572.4 \text{ litre/saat}$$

yani

$$9.54 \text{ litre/dakika}$$

kapasiteli bir pompa ihtiyacı karşılayacaktır.

Bu kapasite kg çözücü olarak birim ayarlandığında **3.89 kg/dak** olmaktadır.

Buradan hareketle 50°C ve 100 bar çalışma koşullarında istenen kapasiteyi sağlayabilecek iki adet pompa üzerinde durulmaktadır. Thar Designs ve Lewa şirketlerine ait pompaların teknik verileri aşağıda verilmiştir.

Sistemde bulunan diğer ekipmanlar (ekstraktörler, separatör ve CO₂ tüpü) paslanmaz çelikten yapılacaktır. Yüksek basınç koşullarında çalışılacağı için emniyet en önemli husustur. Bu ekipmanların boyutları daha önceden belirlenmiştir. Bu boyutlar doğrultusunda sipariş üzerine paslanmaz çelik tanklar yaptırılacaktır. Bu iş için de iki ayrı şirketle görüşülmüştür. Erikman Kardeşler ve Ender Makine yıllardır Türkiye pazarında paslanmaz çelik üretimi yaptıkları için güvenilir olarak bulunmuşlardır.

4.4 Sistemde Bulunan Ekipmanlara Ait Teknik Verilerin Özeti

4.4.1 Ekstraktör

Burada tasarımı yapılan ekstraktör 300 serisi paslanmaz malzemelere göre daha dayanıklı olan, 17-4-PH serisi malzemedan yapılacaktır. Bu malzeme 300 serisi paslanmaz malzemelere göre %60 daha güçlüdür. Ayrıca bu malzeme sayesinde ekstraksiyon hücreleri boyut olarak daha küçük, ağırlık olarak da daha hafif olacaktır. Açıp kapaması çok kolay olan kapaklarda grafitle güçlendirilmiş teflondan yapılacaktır.

Malzeme : 17-4-PH paslanmaz

Hacim : 133 Litre x 2

Çap ve Boy : 30 cm ve 1.89 m

Tasarım Basıncı : 680 Bar'a kadar

Çalışma Basıncı : 100 bar

Çalışma Sıcaklığı : 50°C

Akışkan : CO₂

Sensörler : Hücre içerisindeki akışkan sıcaklığını ve basıncını ölçmek için

Kapak : Contalı sistem

4.4.2 Ekstraktör Isıtma Ceketı

Bu çalışmada fırın yerine, ekstraktörlerin etrafında bulunan bir ısıtma ceketı tasarlanmıştır. Isıtılmış bir akışkan ceket boyunca akacaktır. Bunun için bir su banyosu veya başka bir sıcak su kaynağı kullanılacaktır.

4.4.3 Ekstraktör Sepetleri

Ekstraksiyon hücrelerini tam olarak kaplayacak, altında ve üstünde birer tutma kolu olan ekstraktör sepetleri kullanılacaktır. Böylelikle lavanta çiçeklerinin yüklenmesi ve boşaltılması kolaylaştırılmış olacaktır.

4.4.4 Ön Isıtma için Isı Değiştirici

CO₂'in ekstraktör hücrelerine girmeden önce ısıtılmasını sağlamak için bir ısı değiştirici konulacaktır. Böylelikle ısıtma ceketinden sağlanacak olan sıcaklığın sabit olarak tutulması sağlanmış olacaktır.

4.4.5 Pompalar

Pompa, ülkemizde bulunmadığı ve maliyetin artmasındaki en önemli etkenlerden birisi olduğu için burada iki adet seçenek sunulacaktır. Burada sunulan pompalar tasarlanan sistem için uygun olan iki modeldir.

Thar Designs Pompa Verileri

Türü	: Karşılıklı Çift Piston
Pistonlar	: Safir
Tasarım Basıncı	: 680 bar'a kadar.
İşletme Sıcaklığı	: Ortam (Max. 45°C)
Kontrol Metodu	: Akış Ölçer, Basınç Sensörü
Isıtma Soğutma	: Ortam (Max 45°C)
Malzeme	: Yüksek Dirençli Paslanmaz Çelik, 17-4-PH Paslanmaz

Basınç artışı sırasındaki sıcaklık artışını önlemek üzere soğutma sirkülasyonu pompanın içinde sağlanmaktadır.

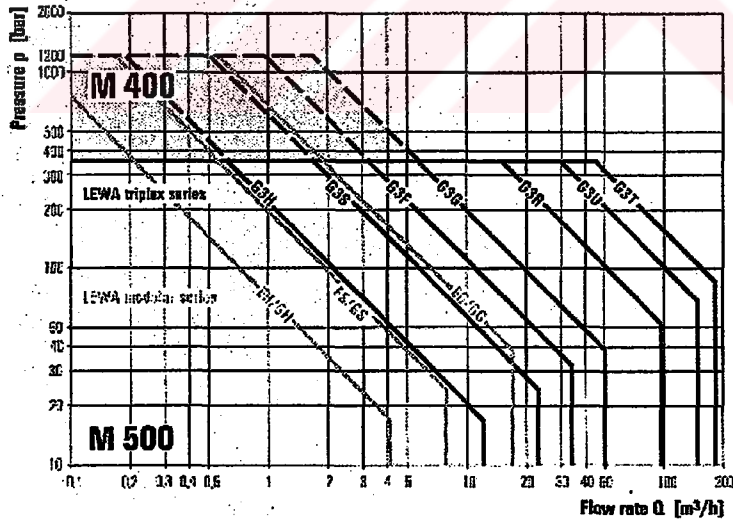
Çizelge 4.3 Thar Designs pompalarının türleri (Thar Designs, 2000).

Spesifikasyon	P-50	P-200	P-1K	P-5K
Min Akış Hızı	5 g/dak	20 g/dak	100 g/dak	0.5 kg/dak
Max Akış Hızı	50 g/dak	200 g/dak	1 kg/dak	5 kg/dak
Akış Ölçer	CFM-200	CFM-200	CFM-1K	CFM-5K
Ölçüler (H*W*D)	34*18*14	30*34*53	143*82*56	143*82*56
Ağırlık	25 kg.	36 kg.	240 kg.	250 kg.
Motor	0.5 hp	1.5 hp	5 hp	15 hp

H: yükseklik, W: genişlik, D: derinlik

Buradan görüldüğü üzere sistemde kullanılmak üzere seçilen model P-5K'dır. Bu model pompa ihtiyaç olan debiden daha fazlasını sağlayabilmektedir. Akış ölçer ve basınç sensörleri bulunması sayesinde istenen akış ve basınçlar ayarlanabilir.

Lewa Pompalarına Ait Veriler



Şekil 4.3 Lewa pompaları için performans grafiği (Lewa, 2000).

Türü	: Diyafram
Akış Hızı	: 0.1-180 m ³ /h
Boşaltma Basıncı	: 20-1200 bar
Akışkan Sıcaklığı	: -80-200°C

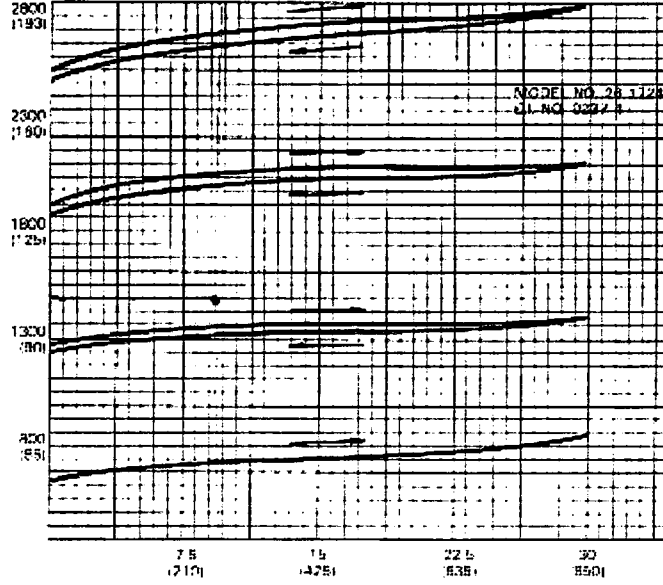
Yukarıdaki performans eğrisine bakılarak bizim çalışma koşulumuz olan 100 bar basınç şartını sağlayan ve saatte 0.57 m³/h debi sağlayan pompa olarak EH/GH modeli seçilmiştir.

4.4.6 Basınç Regulatorü

Türkiye’de Aksus Kontrol Sistemleri şirketi tarafından sağlanacak olan basınç regulatorü Drager Tescom ürünüdür.

Süperkritik akışkanların ters basınç kontrolü için tasarlanmış olan BPR’lar seramik oturaklar ve pistonlardan üretilmiştir. Böylelikle uzun ömürlü olmaları ve tam doğru kontrol sağlamaları mümkün olmaktadır. Basınç düşüşlerinde soğumaların önüne geçilebilmesi için ısıtılmalı olarak tasarlanmışlardır. Seramik safir oturaklar, erozyon problemlerini engelleyerek çözücünün kaybını engellemektedir. Basınç sensörü sayesinde ters basınç ayarlamasını mümkün hale getirmektedir.

Malzeme	: Paslanmaz Çelik
Akış hızı	: 8-16 kg/dak.
Tasarım Basıncı	: 300-680 bar
Sıcaklık	: 75°C’ye kadar
Akışkan	: CO ₂



Şekil 4.4 Regulator karakteristik eğrisi 26-1700 serisi (Aksus,2000)

4.4.7 Akış Ölçer

CO₂'nin akış hızını ölçmek üzere tasarlanmış bir akış ölçerdir. Pompanın giriş ağzına yerleştirilmiştir. Kütle akış hızına göre çalışacak bir akış ölçer olması sayesinde, türbin tipi akış ölçerlere nazaran kütlenin doğru olarak ölçülmesini sağlar.

4.4.8 Ön Isıtma Isı Değiştiricisi

CO₂'nin pompadan önce ısıtılması için tasarlanmıştır. Pompaya CO₂'nin soğuk girmesinden önce sıcak girmesi çok daha verimli çalışmasını sağlayacaktır.

4.4.9 Gaz için Isı Değiştirici

CO₂ ters basınç regülatöründe basınç düşüşünden dolayı soğuyacaktır. Bu ısı değiştirici sayesinde CO₂ ısıtılacak ve separatöre gaz olarak girmesi sağlanacaktır.

4.4.10 Separatör

Tasarımı yapılan sistemde 3.33 kg esansiyel yağ bir gün içerisinde toplanmaktadır. Buna istinaden 10 litrelik bir separatör ihtiyacı karşılayacaktır.

Malzeme	: Paslanmaz çelik malzeme
Hacim	: 10 litre
Çap	: 14 cm
Uzunluk	: 60 cm
Tasarım Basıncı	: 100 bar
Sıcaklık	: 5-75°C
Akışkan	: CO ₂

4.4.11 CO₂ Geri Döngüsü için Gerekli Olan Donanım

CO₂ sistemde geri döndürülerek tekrar kullanılacağı için bir adet filtre, seviye sensörü ve soğutma sistemi gereklidir. Yaklaşık olarak 45 bar ve 25°C'de CO₂ sıvılaştırılabilmektedir. Bu nedenle sistemdeki BPR'lar da 45 bar basınca ayarlı olarak çalıştırılmaktadır. CO₂ tüpü içerisinde bulunan CO₂'nin seviyesinin tespiti için de bir sensör gerekir. Ayrıca tüp çıkışında CO₂'nin pompalanmadan önce gaz halden sıvı hale getirilebilmesi için soğutulması gerekir.

4.4.12 Geri Döngüde CO₂ nin Saklanması

Daha önceden ihtiyacımız olarak tespit edilen 0.57 m³ CO₂ çalışma koşulları olan 50°C ve 100 bar basınçta ihtiyaç duyulan miktardır. CO₂'nin tüp içerisinde saklanacaktır ve bu tüp içerisindeki koşullar 20°C ve 45 bar olarak düşünülmüştür. Buna göre bu koşullarda CO₂'nin kaplayacağı hacim yaklaşık olarak şu şekilde hesaplanır;

$$\frac{P_1 \cdot V_1}{T_1} = \frac{P_2 \cdot V_2}{T_2}$$

Buradan;

$$\frac{100 \cdot 0.57}{323} = \frac{45 \cdot V_2}{293}$$

V₂'değeri şöyle bulunur;

$$V_2 = 1.15 \text{ m}^3 \text{ CO}_2$$

Malzeme	: Paslanmaz Çelik
Çap	: 1 m
Uzunluk	: 2 m
Hacim	: 1500 litre
Tasarım Basıncı	: 45 bar
Sıcaklık	: 5-70°C
Akışkan	: CO ₂



5. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Geçmişte ağır petrol ürünlerinden asfalt giderme, yüksek basınç polietilen üretimi gibi uygulamalarda farkında olarak veya olmayarak süperkritik akışkan teknolojisi kullanılmış olmasına karşın, son yirmi yıl içinde süperkritik akışkan teknolojisindeki gelişmeler hep gıda endüstrisi çerçevesinde CO₂ gazı kullanılarak gerçekleşmiştir. Dünya üzerinde otuz yakın, doğal ürünleri ekstrakte eden tesis vardır. Kahve ve çaydan kafeinin uzaklaştırılması, baharatların ekstraksiyonu, esans ekstraksiyonu en yaygın uygulamalardır. Bu tesislerin çoğu Avrupa ve Asya'da konumlanmıştır. Amerika'da da üç büyük tesis bulunmaktadır. Ancak son yıllarda tekstil boyama, atık suların temizlenmesi, partikül oluşumu, yarı iletkenlerin temizlenmesi, kuru temizleme, biyoteknoloji, çeşitli yağların eldesi gibi reaksiyonlu veya reaksiyonsuz ortamlarda süperkritik akışkan teknolojisi uygulamalarına rastlanmaktadır. Bu çalışmada, Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu yöntemiyle laboratuvar koşullarında ekstrakte edilen lavanta çiçeği esansiyel yağının, büyük ölçekli ticari tesiste elde edilmesi için bir tasarım çalışması yapılmıştır.

Tasarım çalışmasının yapılması için sırasıyla, esansiyel yağların ve lavanta çiçeği esansiyel yağının özellikleri üzerinde durulmuştur. Çözünürlük verilerinin nasıl elde edilebileceğinden bahsedilmiştir.

Esansiyel yağa ait faz dengesi ve çözünürlük verilerinin çalışma koşullarının seçimine olan önemi vurgulanmış ve bunlara bağlı kalınarak sistemin çalışma koşulları saptanmıştır.

Süperkritik ekstraksiyonun genel tanımı ve kullanım alanları ortaya konmuştur. Bu teknolojinin neden kullanılması gerektiği ve diğer ayırma teknolojilerine göre avantajları anlatılmış, en büyük dezavantaj olan kurulum maliyeti ve laboratuvardan sanayiye taşınmasındaki zorluklar üzerinde durulmuştur.

Sıcaklık, basınç, tanecik boyutu ve akışkanın akış hızı gibi fiziksel değerlerin ekstraksiyon hızı üzerindeki etkileri anlatılmış ve faz dengesi ile çözünürlük verilerine göre seçilmiş ekstraksiyon çalışma koşulları fiziksel etkilere göre belirlenmiştir.

Kimya mühendisliği uygulamalarında tasarım çalışması yapılırken nelere dikkat edilmesi gerektiği, tasarımın aşamaları, proses seçiminden tesisin yerinin seçimine kadar tüm aşamalarıyla anlatılmıştır.

Esansiyel yağların, süperkritik akışkan ekstraksiyonunun ve tasarım çalışmalarının temelleri oluşturulduktan sonra, sıra bunları bir araya getirerek “Lavanta Çiçeği Esansiyel Yağının Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu yöntemiyle eldesinde bir Tasarım Çalışmasına” gelmiştir.

Daha önceden elde edilmiş Lavanta Çiçeğine ait çözünürlük verileri kullanılarak tasarım çalışmasının temelini oluşturan çalışma koşulları seçilmiştir. 50°C ve 100 bar basınç olan çalışma koşulları içerisinde ekstraksiyonun laboratuvar ortamındaki ekstraksiyon verilerine göre tamamlanma süresi olarak 60 dakika seçilmiştir. Tüm bunlardan sonra geriye laboratuvar verilerini tesis verilerine ekstrapole etmek kalmıştır. Bu çalışma sırasında, CO₂'nin doygunluk değeri, ekstraktör yatak boşluk oranı laboratuvar verilerinden alınarak kullanılmıştır.

Pilot tesiste elde edilen deneysel verileri, ekstrapole etmenin en kolay yolu çözücü akış hızının (kg/saat), ekstraktördeki besleme kütlesine oranını ve ekstraksiyon için gerekli olan çözücü kütlesinin, ekstraktördeki besleme kütlesine oranlarını sabit tutmaktır (Perrut M., 1996).

Bu bilgiler ışığında elimizde olan ekstraksiyon için en uygun zamanı veren (4.1) bağıntısı sayesinde çözücünün tanecikler arasındaki akış hızına, buradan da ekstraktörün boyu ve çapı değerine ulaşmak mümkün olmuştur. Elde edilen çap ve boy değerleri kimya mühendisliği deneyimleriyle değerlendirilmiş ve uygun olduğuna karar verilene dek çap ve boy değerleri bulunmaya devam edilmiştir.

Yapılan çalışma sonucunda 50°C ve 100 bar çalışma koşullarında, 30 cm çapında, 1.89 m uzunluğundaki iki adet ekstraktörden, bir yıl sonunda 1000 kg lavanta çiçeği esansiyel yağı ekstrakte edilmesi hedeflenmiştir. Bu yağı elde etmek üzere bir ekstraksiyon süresinde 11.475 kg lavanta çiçeği işlenerek, bu miktar çiçekten 0.139 g esansiyel yağ elde edilir. Yıllık lavanta çiçeği ihtiyacı, yaklaşık olarak 83 tondur. CO₂ sistemde geri döndürülerek kullanılacağından, bir ekstraksiyon süresince harcanacak CO₂ miktarının

depolanması yeterlidir. Bu da yaklaşık olarak $1.5 \text{ m}^3 \text{ CO}_2$ demektir.

Çap ve boy değerleri birbirlerine bağlı olarak bulunan değerlerdir, yani öngörülen boy değerine karşılık bir çap değeri elde edilebilmektedir. Burada işlemi kolaylaştırmak amacıyla bir bilgisayar programı yazılmıştır.

Burada büyük ölçekte gerçekleştirilen tasarım çalışmasının sonucu olarak ekstraktör sayısı, boyu, çapı, pompanın gücü, kullanılması gereken vana sayısı, basınç regülatörlerinin sayıları belirlenmiştir ve tüm bu ekipmanlar için temin edilebilecekleri yerler seçenekli olarak verilmiştir. Bu çalışma sırasında maliyet çıkartılmasından uzak durulmuştur, çünkü halen ülkemizde yüksek basınç ekipmanları bulunmamaktadır. Pompa, vana, BPR gibi ekipmanlar yurtdışından getirilmesi gerektiği için ortaya çıkacak maliyetlerin yüksek olduğu bilinmektedir. Bu çalışmanın bir fizibilite ve maliyet çalışmasından ziyade kimya mühendisliğine ait bir tasarım çalışması olması hedeflenmiştir.

Burada yapılan çalışmanın sonucu olarak sistemi gözden geçirmek gerekirse; CO_2 'nin depolandığı bir tank mevcuttur. CO_2 'nin sistemde sürekli kullanılabilmesi için geri dönüşümlü bir sistem tasarlanmıştır. Aksi halde CO_2 'nin lavanta çiçeği ekstraksiyonunda doygunluk değeri düşünülduğünde $1 \text{ m}^3 \text{ CO}_2$ 'nin, 0.243 kg esansiyel yağ tutabildiği göz önüne alınırsa, ne kadar büyük miktarlarda CO_2 ihtiyacı olacağı ortaya çıkacaktır. Kabaca bir hesap yapıldığında CO_2 'nin sürekli atmosfere atılması durumunda seçilen kapasite miktarı için ihtiyaç duyulacak CO_2 miktarı 4115 m^3 'tür. Oysa ki bu sistemde sadece bir ekstraksiyon süresinde ihtiyaç duyulacak CO_2 miktarını depolamak gerekmektedir. Burada unutulmaması gereken önemli bir nokta ekstraktörlerin deşarj sırasında içinde kalacak CO_2 miktarının fire olarak düşünülmesi gerekir. Ayrıca depolanacak CO_2 , süperkritik koşullarda değil 45 bar ve 20°C 'de depolanacaktır. Bunun sonucunda BPR'in çıkış basıncı 45 bara ayarlanarak, atık CO_2 'nin sisteme geri dönmesi sağlanmıştır.

Ekstraktörlerin çap ve boy değerleri, çalışmanın içerisinde, hesaplanması ve tasarımıyla birlikte verilmiştir. Hesaplama yöntemi, detaylı çizim ve bilgisayar programı ek kısmında ayrıca verilmiştir.

Pompanın kapasitesi seçilmiş buna baęlı olarak iki deęişik pompa önerilmiştir. Bunların seçimi kullanıcıya ait olacaktır.

Vanalama ve borulama ile ilgili veriler verilmiş ve ilgili açıklamalar yapılmıştır.

Burada yapılan tasarım çalışması dięer bitkilerden elde edilebilecek ekstraktların tasarımına da uyarlanabilir. Günümüzde çözünürlük verilerine ait bir çok çalışmayı bulmak mümkündür. Bu çözünürlük verileri kullanılarak laboratuvar çalışmaları geliştirilebilir ve tesis tasarımları gerçekleştirilebilir.

Süperkritik akışkan teknolojisi, kimya endüstrisi içerisinde önümüzdeki yıllarda standart bir temel işlem olma potansiyeline sahiptir. Bu amaç doğrultusunda özel uygulamalardan, kimya endüstrisinin ana akımlarına kayması gerekmektedir. Bu da endüstriyel uygulamalarda çok başarılı bir şekilde hareket edilmesine baęlıdır. Bu şekilde endüstrinin harekete geçmesi, deneyimli personelin bu projelerde sorumluluk almasını ve yönetimlerinde yeni teknolojilerin riskini yüklenmelerini mümkün kılacaktır. Endüstrinin yanında üniversitelere bu konularda büyük görevler düşmektedir.

Süperkritik akışkan ekstraksiyonu teknolojisi gelecekte çok önemli uygulama alanları bulacaktır. Bu nedenle endüstriye yönelik projelerin geliştirilmesi ve bunların uygulamaya konmasına yönelik çalışmaları üniversitemizin görevi olmalıdır.

KAYNAKLAR

- Adaşođlu, N., (1994), "Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonu", Yıldız Teknik Üniversitesi Doktora Tezi, İstanbul.
- Akgün, M., (1999), "Süperkritik Akışkan Ekstraksiyonunda Termodinamik ve Taşınım Özelliklerinin İncelenmesi" Yıldız Teknik Üniversitesi Doktora Tezi, İstanbul.
- Aksu, S., (1971), "Bitkisel Maddeler Kimya Teknolojisi", Tekel Enstitüleri Yayınları, 133-166, İstanbul.
- Aksus Temsilcilik, (2000), "Dragor Tescom Ürün Broşürleri".
- Amagat, E.G., (1879), "Researches on the Compressibility of gases as elevated pressures", Comptes Rendus des Seances de L'Academie des Sciences 88 (I): 336.
- Arctander, S., (1960), "Perfume and Flavor Materials of Natural Origin", Denmark, 338-349.
- Baytop, T., (1986), "Farmokognozi", İ.Ü 3399, 156-165.
- Berk, A., (1953), "Esanslar", Eczacı Kütüphanesi Neşriyatı, İstanbul, 15-22.
- Bott, T.R., (1982), "Fundamentals of Carbon Dioxide in Solvent Extraction", Chemistry and Industry, 394-396.
- Brogle, H., (1982), "CO₂ in Solvent Extraction", Chemistry and Industry, 385-390.
- Catchpole, O.J., Grey, J.B., Smallfield, B.M., (1996), "Near-Critical Extraction of Sage Celery and Coriander Seed", J.Supercritical Fluids, 9: 273-279.
- Chu-tsin, L., (1983), "Some Progress and Problems in Chemical Research of Essential Oils", IX International Congress of Essential Oils, 90-96.
- Dinçer, S., Akgün, N., Akgün, M., Akgerman, A., (1996), "An Overview of Supercritical Fluid Extraction", Emerging Technologies, Current Practices, Quality Control, Technology Transfer and Environmental Issues in Proceedings of the World Conference on Oilseed and Edible Oils Processing, (Eds.) Köseođlu, S.S., Rhee, K.C., Wilson, R.F., (1): 235-242.
- Eckert, C.A., Alsten, J.G., Stoicos, T., (1986), "Supercritical Fluid Processing Envir." Sci. Tech., Vol 20, no 4: 319-324.
- Filippi, R.P., (1982), "CO₂ as a Solvent: Sppliation to Fats, Oils and Other Materials", Chemistry and Industry, 390-394.
- Fleisher, A., (1983), "A New Method for Oil Recovery from Distillation Water", IX International Congress of Essential Oils, 13-17 March, 74-78.
- Foster, G.B., (1975), "Herbs for Every Garden", Dent and Sons Ltd., 136-140, USA.

Franck, E.U., (1984), "Physicochemical Properties of Supercritical Solvents", Ber. Bunsenges. Phys. Chem., 88: 820-825.

Genel Sistem Dizaynı, (2000) "TYCO Ürün Broşürleri".

Goto, M., Bhuprest, C.R., irose, T., (1996), "Shrinking-Core Leaching Model for Supercritical Fluid Extraction", J.Supercritical Fluids, 9:128-133.

Guenter, E., (1972), "The Essential Oils", Robert Krieger Publishing CO., 1-2, New York.

Guenther, E., (1960), "The Essential Oils, Vol 1", Van Nostrand Company Inc., 142-187, Princeton.

Hall, D., (1972), "The Book of Herbs", Angus and Robertson Publishers, 131-133, Australia

Hannay, J.B., and Hogarth, J., (1879), "On the Solubility of Solids in Gases", Proc. R. Soc., 29-324, London.

Heath, H.B., (1981), "Source Book of Flavors", Saybrook Press Inc., 81-95.

Husain, A, Virmani, O.P., Sherma, A., Kumar, A., Misra, L.N., (1988), "Major Essential Oil-bearing Plants of India", Central Institute of Medicinal and Aromatic Plants, Lucknow, India.

Hyatt, J.A., (1984), "Liquid and Supercritical CO₂ as Organic Solvents", Journal of Organic Chemistry, Vol:49, 5097-5101.

Karaali, A., (1987), "Çeşitli Bitkisel Kaynaklardan Elde Olunan Esans Yağlarının Üretim Teknolojileri ve Kullanım Alanları", Tübitak 1986 İlkbahar Dizi Seminerleri, Cilt 1, 85-95.

Karaca, F., (1992), "Defne Yapraklarından Süperkritik Ekstraksiyon Yöntemi ile Esansiyel Yağ Eldesi", Yıldız Teknik Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi.

Kerrola, K., (1995), "Literature Review: Isolation of Essential Oils and Flavor Compounds by Dense CO₂", Food Rev. Int., 11: 547-573.

King, M.B., Bott, T.R., (1993), "Extraction of Natural Products Using Near Critical Solvents" Edited by King, M.B., Bott, T.R., Chapman and Hall, Great Britain, 1-33.

Kirk, C., Othmer, F., (1970), "Encyclopedia of Chemical Technology, 2nd Edition Vol.9, Vol 14", 336-368, 178-190.

Kuk, M.S., Hron, R.J., (1994), "Supercritical CO₂ Extraction of Cottonseed with Cosolvents", JAOCS, 71:1353-1356.

Lewa, (2000), "Lewa Pompalara Ait Katalog".

Maxwell, R.J., (1996), "Supercritical Fluid Technology in oil and lipid chemistry", Eds: King, J.W., List, G.R., AOCS Press, Champaign, Illinois: 20-21.

- Mayo, P., (1959), "The Chemistry of Natural Products: Mono and Sesquiterpenoids", Interscience Publishers Inc., New York.
- McHugh, M.A., Krukonis, V., (1994) "Supercritical Fluid Extraction", Butterworth Publishers, 2nd Edition, USA.
- Moyler, D.A., (1993), "Extraction of Natural Products Using Near Critical Solvents" Edited by King, M.B., Bott, T.R., Chapman and Hall, Great Britain, 140-183.
- Öztiğ, F., (1959), "Bitki Anotomisi Praktikum", İ.Ü Yayın no: 835, 21-22,39.
- Pellecuer, J., Lauzun, V., Attisto, M., Buochberg, M.S., Jacob, M., Iderne, M., (1983), "A Study of Producing and of the Quality of Essential Oils Obtained by a New Process of Extraction: Hydrodiffusion", IX International Congress of Essential Oils, 13-17 March, 115-120.
- Perrut, M., (1996) "Extrapolation from Pilot Plant to Industrial Scale SFE: a Case Study", High Pressure Chemical Engineering, Chapter 4.
- Peters, M.S., Timmerhaus, K.D., (1980), "Plant Design and Economics for Cemical Engineers", McGraw-Hill Inc., Singapore.
- Reverchon, E., Osseo, L.S., Gorgoglione, D., (1994), "Supercritical CO₂ Extraction of Basil Oil: Characterization of Products and Process Modelling", J. Supercritical Fluids, 7: 185-190.
- Reverchon, E., Poletto, M., (1996), "Mathematic Modelling of Supercritical CO₂ Fractionation of Flower Concretes", Chem. Eng. Sci., 51(15): 3741-3753.
- Rizvi, S.S.H., Daniels, J.A., Benado, A.L., Zollweg, J.A., (1986), "SCFE: Operating Principles and Food Applications", Food Technology, Vol.40, 57-64.
- Roy, B.C., Goto, M., Hirose, T., (1996), "Extraction of Ginger Oil with SC CO₂ Experiments and Modelling.", Ind. Eng. Chem. Res., 35: 607-612.
- Roy, B.C., Goto, M., Hirose, T., Navaro, O., Hortacsu, O., (1994), "Extraction Rates of Oil from Tomato Seeds with Supercritical Carbon Dioxide", Journal of Chemical Engineering of Japan, 27 (6) : 768-772.
- Sanders, N., (1993), "Extraction of Natural Products Using Near Critical Solvents" Edited by King, M.B., Bott, T.R., Chapman and Hall, Great Britain, 33-39.
- Sankar, K.U., Monohar, B., (1988), "Extraction of Essential Oils Using Supercritical CO₂", Proceedings of International Symposium on SCF, Vol 2, Nice, 807-814,.
- Sinnott., R.K., (1985), "An Introduction to Chemical Engineering Design", Chemical Engineering, Vol.6, J.M. Coulson and J.F. Richardson (ed.), Pergamon Press, Oxford.
- Söyler, M., (1992), "Anason Tohumlarından Süperkritik Ekstraksiyon Yöntemiyle Esansiyel Yağ Eldesi", Yıldız Teknik Üniversitesi Yüksek Lisans Tezi.

Stahl, E., Quirin, K.W., Gerard, D., (1988), "Dense Gases for extraction and refining", 1-29, Germany, 119-163.

Subra, P., Castellani, S., Jestin, P., Aoufi, A., (1998), "Extraction of β -Carotene with Supercritical Fluids, Experiment and Modelling", J.Supercrit. Fluids, 12: 261-269.

Sunol, A.K., Hagh, B., Chen, S., (1986), "Supercritical Fluid Technology", Eds.: Penniger, J.M.L., Radosz, M., McHugh, M.A., Krukoniš, V.J., Elsevier, Amsterdam, 451-464.

Thar Designs, (2000), "Thar Designs Pompalara ait Katalog".

Tomasko, D.L., McNaughton, S.J., Foster. N.R., Eckert, C.A., (1995), "Removal of Pollutants from Solid Matrices Using Supercritical Fluids", Sep.Sci. Tech. 30: 1911-1915.

Vollbrecht, R., (1988) "Supercritical Carbon Dioxide Extraction Its Application to the Food and Flavor Industries", Proceedings of International Symposium on Supercritical Fluids, 669, Nice.

Wijsekera, R.O.B., (1983), "Practical Manual on the Essential Oils Industry", 47-53, 100-121, Austria.

Yalçın, S., (1988), "Türkiye'de Uçucu Yağlar Üretimi ve Dış Pazarlama İmkanları", IGEME Yayınları, 13-14.

EKLER

- Ek 1 Seçilen kapasite miktarına göre ekstraktör çap ve boyunu hesaplama yönteminin bilgisayar programı
- Ek 2 Ekran görüntüleri
- Ek 3 Ekstraktörün büyütülmüş görünümü



Ek 1 Seçilen kapasite miktarına göre ekstraktör çap ve boyunu hesaplama yönteminin bilgisayar programı

```
Attribute VB_Name = "frmEkstraktor"  
Attribute VB_GlobalNameSpace = False  
Attribute VB_Creatable = False  
Attribute VB_PredeclaredId = True  
Attribute VB_Exposed = False  
Option Explicit  
Dim Epsilon As Double  
Dim q0 As Double  
Dim Kapasite As Double  
Dim Cs As Double  
Dim t As Double  
Dim Q As Double  
Dim V1CO2 As Double  
Dim Pi As Double  
Dim Hiz As Double  
Dim Lavanta As Double  
Dim D As Double
```

```
Private Sub cmdCikis_Click()  
    Form_Unload (0)  
End Sub
```

```
Private Sub cmdTekrar_Click()  
    txtEsans.Text = ""  
    lblLavanta2.Caption = ""  
    txtBoy.Text = ""
```

```
lblKapasite2.Caption = ""  
lblCO22.Caption = ""  
lblHiz2.Caption = ""  
lblCap2.Caption = ""  
txtEsans.Enabled = True  
txtBoy.Enabled = True  
txtEsans.SetFocus
```

End Sub

Private Sub Form_Load()

```
txtEsans.Text = ""  
lblLavanta2.Caption = ""  
txtBoy.Text = ""  
lblKapasite2.Caption = ""  
lblCO22.Caption = ""  
lblHiz2.Caption = ""  
lblCap2.Caption = ""  
txtEsans.Enabled = True  
txtBoy.Enabled = True  
Epsilon = 0.9  
t = 60  
q0 = 10.42  
Cs = 0.243  
Pi = (22 / 7)
```

End Sub

Private Sub Form_Unload(Cancel As Integer)

End

End Sub

Private Sub txtBoy_KeyPress(KeyAscii As Integer)

If KeyAscii = 13 Then

txtBoy.Enabled = False

Hiz = ((1 - Epsilon) * txtBoy * q0) / (Epsilon * t * Cs * 60)

lblHiz2 = Hiz

Q = V1CO2 / 3600

D = Sqr((Q * 4) / (Epsilon * Pi * Hiz))

lblCap2 = D

cmdTekrar.SetFocus

KeyAscii = 0

End If

End Sub

Private Sub txtEsans_KeyPress(KeyAscii As Integer)

If KeyAscii = 13 Then

txtEsans.Enabled = False

Kapasite = txtEsans / 7200

lblKapasite2 = Kapasite

V1CO2 = Kapasite / 0.243

lblCO22.Caption = V1CO2

Lavanta = (Kapasite / 0.8) / 0.01513

lblLavanta2.Caption = Lavanta

txtBoy.SetFocus

KeyAscii = 0

End If

End Sub

Ek 2 Bilgisayar programı ve ekran görüntüleri

SUPERKRITİK AKISKAN EKSTRAKSİYONU TASARIMI

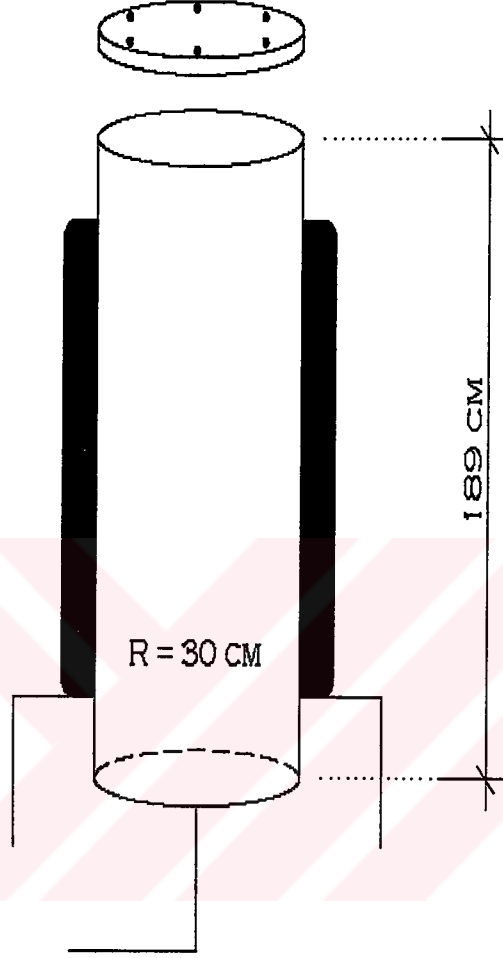
Yıllık İstenilen Esansiyel Yağ Miktarını Giriniz =	
Lavanta Çiçeği Miktarı =	
Kapasite =	
Gerekli Karbondioksit Miktarı (Superkritik Kosullarda) =	
Ekstraktor Boyunu Giriniz =	
Karbondioksit'in Eksenel Akis Hizi =	
Ekstraktor Capi =	

Yeniden Başlat Cıkis

SUPERKRITİK AKISKAN EKSTRAKSİYONU TASARIMI

Yıllık İstenilen Esansiyel Yağ Miktarını Giriniz =	1000
Lavanta Çiçeği Miktarı =	11.4746273041052
Kapasite =	0.138888888888889
Gerekli Karbondioksit Miktarı (Superkritik Kosullarda) =	0.671659213534522
Ekstraktor Boyunu Giriniz =	1.89
Karbondioksit'in Eksenel Akis Hizi =	2.50137174211248E-03
Ekstraktor Capi =	0.299596451718943

Yeniden Başlat Cıkis

Ek 3 Ekstraktörün büyütülmüş görünümü

ÖZGEÇMİŞ**Doğum Tarihi** : 05.10.1975**Doğum Yeri** : İstanbul**Lise** : 1987-1993 Özel Eyübođlu Lisesi**Lisans** : 1993-1998 Y.T.Ü Kimya-Metalurji Fakültesi
Kimya Mühendisliđi Bölümü**Yüksek Lisans** : 1998-2001 Y.T.Ü Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliđi Anabilim Dalı**Çalıřtıđı Kurum** : 1998- Devam Ediyor Kimya Mühendisliđi Bölümü
Sifar İlaçları Tic. ve San. A.Ş.