|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
|  | **TNKÜ**  **ÇORLU MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ**  **ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ**  **YAĞ & GRESS CİHAZI KULLANMA TALİMATI** | Doküman No: | EYS-TL-325 |
| Hazırlama Tarihi: | 13.04.2022 |
| Revizyon Tarihi: | -- |
| Revizyon No: | 0 |
| Toplam Sayfa Sayısı: | 4 |

|  |  |
| --- | --- |
| Cihazın Markası/Modeli/ Taşınır Sicil No | Soxhlet Ekstraksiyon cihazı, VELP Scientifica SER 148 |
| Kullanım Amacı | Su ve atıksuda Yağ&gress tayini için |
| Sorumlusu | Prof.Dr.Lokman Hakan TECER (Bölüm Başkanı) |
| Sorumlu Personel İletişim Bilgileri (e-posta, GSM) | lhtecer@nku.edu.tr |

**CİHAZIN KULLANMA TALİMATI**

1. Kontrol panelindeki ana anahtarı açın
2. Soğutma suyu için musluğu açın
3. Kulanılan çözücüye göre ısıtma plağının sıcaklığını ayarlayın (Bak sayfa 7 deki Tablo) . Uygun contayı belirleyin.
4. Teslim edilen cihazda Viton contalar vardır. Kullanılan çözelti için butil contalar gerekiyorsa, "Bakım" kısmında anlatıldığı şekilde değiştirin.
5. Numuneninizi yüksüğün içine yerleştirin. Yüksüğü yüksük adaptörüne (C3) yağ bulaşmasını önlemek için eldiven ile tutarak takın.
6. Yüksük ve yüksük adaptörünü ünitenin içine manivela düğmesi daldırma konumunda iken yerleştirin (C4). Sonra manivela düğmesini yıkama konumuna getirin (C5).
7. İçinde kaynama boncuğu, çözücü olan darası alınmış ekstraksyon kabını ısıtma plağın üzerindeki yerine yerleştirin (C6).
8. Seviye kolunu kuvvetle aşağı doğru çekerek ekstraksyon kabı üzerine oturmasını sağlayın.
9. Kondenser üzerindeki cam musluğu dikey (açık) konumuna getirin (C7).
10. Ön taraftaki manivela düğmesini "Daldırma" konumuna getirin.
11. Isıtmaya başlayın.
12. Kaynayan çözelti içindeki ekstraksiyon işleminin sonunda manivela düğmesini "Yıkama" konumuna getirin.
13. Yıkama işleminin sonunda kondenser üzerindeki cam musluğu yatay (kapalı) konuma getirin ve cam kondenserin alt kısmında çözücünün toplanarak geri kazanımı için bekleyin
14. Seviye kolunu yukarı alarak cam ekstraksyon kabını çıkarın. Ekstraksyon yüksüğünü ve yüksük adaptörünü çıkarın. Çözücüyü geri almak için ısıtma plağının üzerine temiz ve boş bir beher koyun cam musluğu açarak çözücüyü behere alın

# Çalışmanın sonundaki işlemler

Alet kullanıldıktan sonra :

1. Soğutma suyu musluğunu kapatınız.
2. Cihazın ana anahtarını kapayınız.

Isıtma plağının üzerine damlamalardan sakınmak için daima boş bir cam beher koyunuz.

# Bakım

**Soğutma suyu filtresinin temizlenmesi**

Aletin fişini çekiniz. Musluk bağlantısını sökünüz. Soğutma suyu hortumunu aletten çıkarınız. Küçük bir pense kullanrak filtreyi dışarı doğru çekerek çıkarınız. Filtreyi akan su altında veya basınçlı hava ile temizleyiniz **(A11).**

**Çontanın değiştirilmesi**

Contalar ekstraksyon kabı ile cam kondenserler arasındadır. Kullanılan çözücüye göre değiştirilmesi gerekebilir. Cihaz üzerindeki veya işletme talimatındaki tabloya bakın. Eğer esnekliğini kaybetmiş veya aşınmış ise conta yenilenmelidir. Küçük bir tornavida veya pens vasıtası ile contayı tutun ve aşağı doğru çekerek çıkartın, yerine yenisini koyun.

# Cam kapların temizlenmesi için oksidasyon yöntemi

Cam kaplar normal olarak litrede 30 g sodyum hidroksit (NaOH), 10 g Sodyum trifosfat (Na5P3O10) ve 2 g Sodyum lauryl sülfat (C12H25NaSO4) içeren çözelti ile yıkanırlar.(ticari karışım)

Cam kaplar kromik asit (dikromat+konsantre sülfürik asit) veya nitözoksit oksidasyonu (sodyum nitrit ve konsantre sülfürik veya hidoklorik asit) yada sülfonitrik asit oksidasyonu (sıcak konsantre sülfürik asite az miktarda potasyum veya sodyum nitrat yada nitrik asit ilave edilir) ile temizlenebilir.

Kromik-sülfürik asit karışımı 1 litre konsantre sülfürik asite (d=1,84) 35 ml doygun sodyum dikromat çözeltisinin (200C'de %73 w/w Na2Cr2O7) yavaş yavaş karıştırılarak ilave edilmesi yöntemi ile hazırlanır.

Soğuk yıkama çözeltisi karışımının cam kapların temizlenmesi için en az 15 dakika, tercihen bir gece temas halinde kalması istenir. Birçok kullanımdan sonra çözeltinin koyu portakal rengi Cr VI'nin Cr III'e indirgenmesinden dolayı yeşile dönerse, yeni yıkama çözeltisi hazırlanır.

Organik kalıntıların nitrözasit ile oksidasyonu; cam kapların sıcak konsantre sülfürik asit (%70'lik, d=1,62) ile yıkanması sırasında bir kaç damla doygun sodyum nitrit çözeltisinin (100 g NaNO2 100 ml suda çözülür) yıkamadan önce aside damlatılması yöntemi ile yapılır.

Diğer bir yöntem de konsantre nitrik asit oksidasyonuna dayanır; Sodyum nitrit ilavesinden sonra bir kaç damla etanol ilavesi birkaç dakika içinde ekzotermik bir reaksiyon oluşturur ve oksitleyici azot oksitlerin çıkmasını sağlar.

**Dikkat:** Bütün bu işlemler yüksek zehirlilikte azot oksit dumanlarının çıkmasına neden olacağından çeker ocak içinde yapılmalıdır. Oksidasyon işleminden sonra filtreler musluk suyu ile çalkalanmalı ve deiyonize su ile yıkandıktan sonra kurutulmalıdır. Ellerin nitrik asitten korunması için PVC eldiven giyilmelidir. Kauçuk eldivene nitrik asit etki eder.

## Parçaların paslanması

Klorlu hidrokarbonlar ısıtma yüzeylerinde çok aşındırıcı olan hidroklorik asitin açığa çıkmasına neden olurlar. Sonuçta yüksük tutucu ve adaptörü bir miktar paslanma yapabilir. Bu parçalar için hidroklorik asidin çok yavaş etki ettiği çok özel bir çelik kullanılmıştır.

Bu parçaların pası 2 hacım konsantre nitrik asit, 1 hacım konsantre hidroklorik asit, 5 hacım sudan oluşturulan çözeltiye daldırılarak ve 50-600C de ısıtılarak bir kaç dakikada giderilebilir. Parçalar su ile yıkandıktan sonra kurutulur.

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| A |  | Numuneyi öğüt ve homojenize et |
|  |  |  |
| B |  | Ekstrakte edilebilecek madde miktarı tahminine göre 3 - 10 g numune tart |
|  |  |  |
| C |  | Bitkisel veya hayvansal protein içeren ürünler analiz edilecek ise hidroklorik asit ile bir ön hidroliz işleminin yapılması gereklidir. Numuneyi hidroklorik asit ile bir saat bir erlende kaynatın ve kalıntıyı filtre kağıdından süzerek ayırın. |
|  |  |  |
| D |  | Numuneyi veya hidroliz kalıntısını filtre kağıdı ile birlikte ekstraksyon yüksüğüne kantitatif olarak yerleştirin ve üstünü yağsız pamuk tıkaçla örtün. |
|  |  |  |
| E |  | Ekstraksyon yüksüğünü alete yerleştin |
|  |  |  |
| F |  | Daha önceden kurutularak sabit tartıma getirilmiş içinde bir kaç çam boncuk bulunan ekstraksyon toplama kabını tartarak darasını alın ve ekstraksyon aletine yerleştirin. |
|  |  |  |
| G |  | Çözücü ilave edin (30-100 ml) |
|  |  |  |
| H |  | Ekstraksyon cihazını kapatın, soğutma suyunu açın ve ısıtın. Çözücü kaynamaya başladığında yüksüğü aşağı doğru indirerek "*Daldırma*" konumuna getirin |
|  |  |  |
| I |  | 15-60 dakika sonra yüksüğü yukarı doğru çekerek çözücüden çıkarın ve "*Yıkama*" konumuna getirin |
|  |  |  |
| L |  | 30-60 dakika yıkama yapıldıktan sonra su soğutmalı kondenserin üzerindeki cam musluğu kapatın ve ekstraksyon kabındaki çözeltiyi tamamen buharlaştırın  Eğer buharları yoğun bir çözücü kullanılıyorsa hava pompasını açarak kondenserdeki yer değiştirmenin iyileşmesini sağlayın |
|  |  |  |
| M |  | Ekstrakt toplama kabını kaynama boncukları ile birlikte 30 dakika bir etüvde kalan çözücünün tamamen buharlaşabileceği bir sıcaklıkta kurutun |
|  |  |  |
| N |  | Ekstrakt toplama kabını desikatörde soğutun ve tartın |
|  |  |  |
| O |  | Sonuçları, ekstraksyon kabının ağırlık artışına ve alınan numune miktarına dayanarak hesaplayın |