

MİKRODALGA İLE BİTKİSEL YAĞLARIN TRANSETİLASYONU VE TRANSBÜTİLASYONU

Gülizar KÖRÇOBAN, Meltem KILIÇ

Özet - Mikrodalga tekniği özellikle organik reaksiyonlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Normal ısıtma tekniğine göre mikrodalga ışınlarıyla gerçekleştirilen reaksiyonlar çok daha hızlı olmaktadır. Bu çalışmada geleceğin yenilenebilir enerji kaynağı olarak gösterilen yağ asiti etil esterleri ve sanayinin birçok alanında kullanılan bütil esterleri mikrodalga ışınlar kullanılarak bitkisel yağların transesterleştirilmesi suretiyle sentezlendi. Transesterifikasyon sonucu elde edilen ürünler gaz kromatografisi yardımıyla analiz edildi.

Anahtar Kelimeler – Transesterleşme, mikrodalga, bitkisel yağ, potasyum etoksit-bütoksit

Abstract Microwave technique is particularly used in organic reaction in common. According to the traditional heating technique, the reactions that are realized by microwave irradiation, are much more faster. In this study, fatty acid ethyl esters which is shown the renewable energy source for the future and fatty acids butyl esters in many fields on the industry transesterifications with vegetable oil and make synthesis with the usage of microwave irradiation gas chromatography-mass spectrometry, the experimental study is made.

Key Words – Transesterification, microwave, vegetable oil, potassium ethoxide-butoxide

I.GİRİŞ

Transesterifikasyon bir esterin alkoksi grubunun farklı alkoksi grubuyla yer değiştirdiği organik reaksiyonların önemli bir sınıfını teşkil eder. Transesterifikasyon reaksiyonları, esterifikasyon reaksiyonlarına göre daha avantajlıdır. Karboksilik asitlerin organik çözücülerde çözünürlüklerinin az olması, oluşan ester ürünlerinin organik çözücülerde iyi çözünmesi uygulamada zorluklara sebep olmaktadır[1].

G.Körçoban, M.Kılıç; SAÜ FBE, YLS Öğrencisi, Sakarya.



Transesterifikasyonun uygulaması sadece laboratuvar ile sınırlı değildir. Pek çok endüstriyel proseste kullanılan transesterifikasyon reaksiyonları ile farklı ürünler elde edilmektedir[2].

Yağ asitleri esterleri esterlerinin dizel motorlarında alternatif yakıt olarak kullanılması nedeniyle son yıllarda yağların transesterifikasyon reaksiyonlarının önemini artırmıştır. Özellikle yağ asitleri etil esterlerinin, metil esterlere nazaran dizel motorlarında yakıt olarak daha uyumlu olması bu esterlerin önemini artırmıştır [3]. Yağ asitleri butil esterleri ise tereyağının kalite kontrolünde kolaylık sağladığı için tereyağı analizinde kullanılmaktadır [4-5]. Mikrodalga ışınların organik reaksiyonlarda kullanılması, normal ısıtma ile gerçekleşen reaksiyonlara göre pek çok avantaj sağlamaktadır. Bunlardan başlıcaları, reaksiyon süresinin kısalması yan ürünlerin oluşmamasıdır [6-7].

Bu çalışmada piyasadan temin edilen ayçiçeği yağının, potasyum etoksit ve potasyum bütoksit ile mikrodalga tekniği kullanılarak etil ve butil esterleri hazırlanmış ve gaz kromatografisi ile analizleri yapılmıştır.

II. MATERYAL VE METOD

II.1 Kullanılan Reaktifler

Toluen, hekzan, susuz sodyum sülfat, sodyum karbonat, potasyum, asetik asit, butanol ve metalik potasyum Merck firmasından temin edildi. Piyasadan temin edilen ayçiçek yağı ve reaktifler yeniden saflaştırılarak kullanıldı.

II.2 Kullanılan Cihazlar

Gaz kromatografisi, GC-17A model Shimadzu (25 m uzunluk, 0.25 mm çapta kapiler silika kolon) taşıyıcı gaz azot, alev iyonlaştırıcı dedektör (FID dedektör), kolon sıcaklığı 120-320°C, split ratio (enjekte edilen madde/gaz oranı) 1/20 oranında çalışılmıştır.

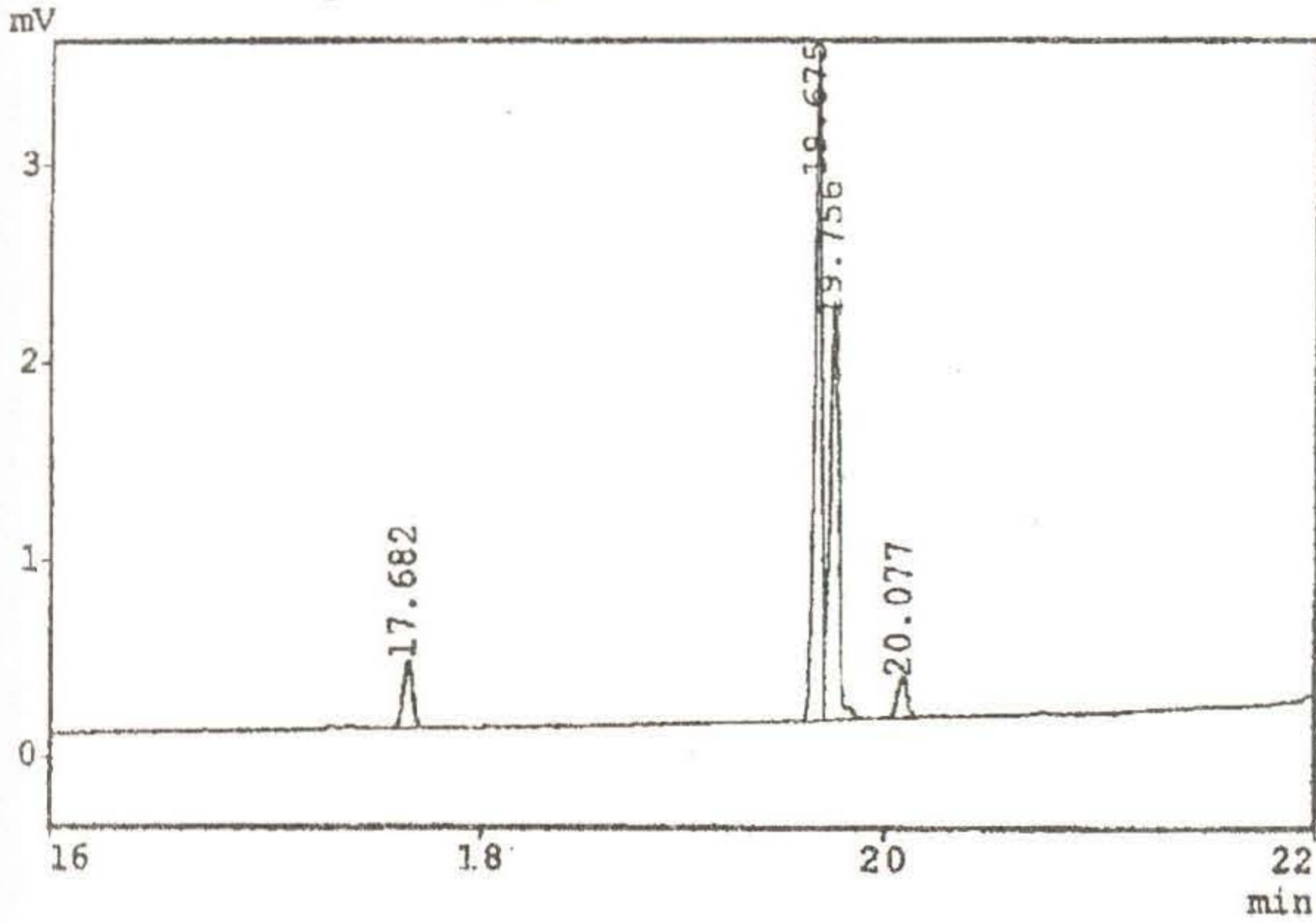
Mikrodalga ışın kaynağı olarak 2480 MHz BOSCH marka mikrodalga fırın kullanıldı.

II.3 Transetilasyon ve Transbütilasyon

1 gr ayçiçek yağı 100 ml toluende çözüldü. Transetilasyon ve transbütilasyon çözeltileri 3 ml yağ-toluen çözeltilerinden 1 ml %4'lük potasyum etoksit ve bütoksit çözeltilerinden alınıp vidalı tüp içinde hazırlandı. Her biri mikrodalga ışımaya belli süreler için (10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 sn) maruz bırakıldı. Reaksiyon 1-2 damla asetik asitle sonlandırılıp çeşme suyunda soğutuldu. Organik faz % 1'lik Na₂CO₃ (3x3ml), destile su (2 x3 ml) yıkandı. Ele geçen organik faz susuz Na₂SO₄ ile kurutuldu ve gaz kromatografi cihazında analize verildi.

III. SONUÇLAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada mikrodalga kullanılarak serbest olmayan yağ asitlerinin baz katalizörlüğünde transesterleşmesi incelendi. Bulgular aşağıda şekil ve tablolarda verilmiştir



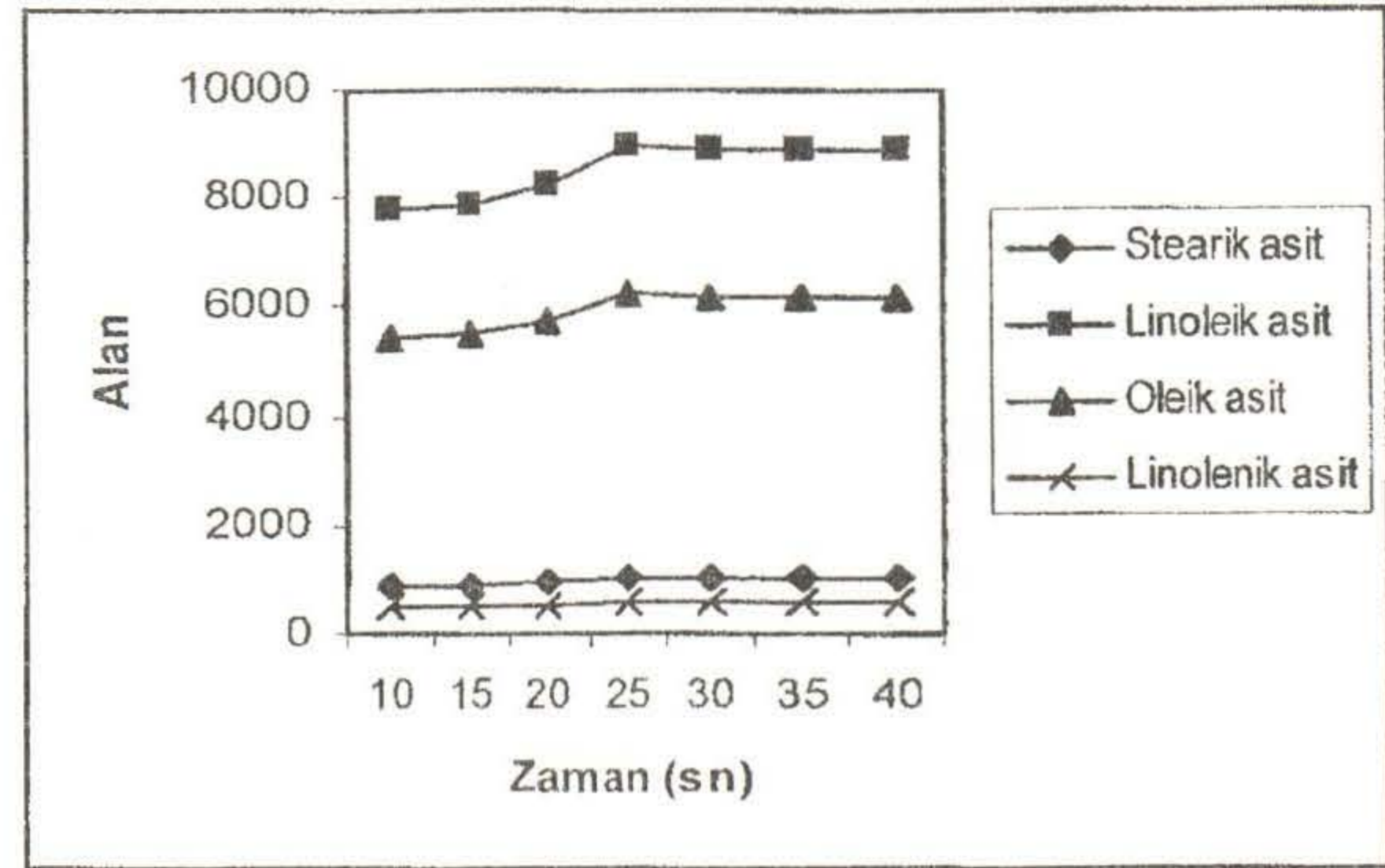
Şekil 3.1. Bütil yağ asitlerinin gaz kromatografisi spektrum görünümü

Tablo 3.1. Yukarıdaki spektruma ait gaz kromatografisi sonuç değerleri

Pik Numarası	Alıkonma Süresi	Pik Alanı	Yağ Asitleri
1	17,682	1004	Stearik
2	19,675	8914	Linoleik
3	19,756	6098	Oleik
4	20,077	558	Linolenik

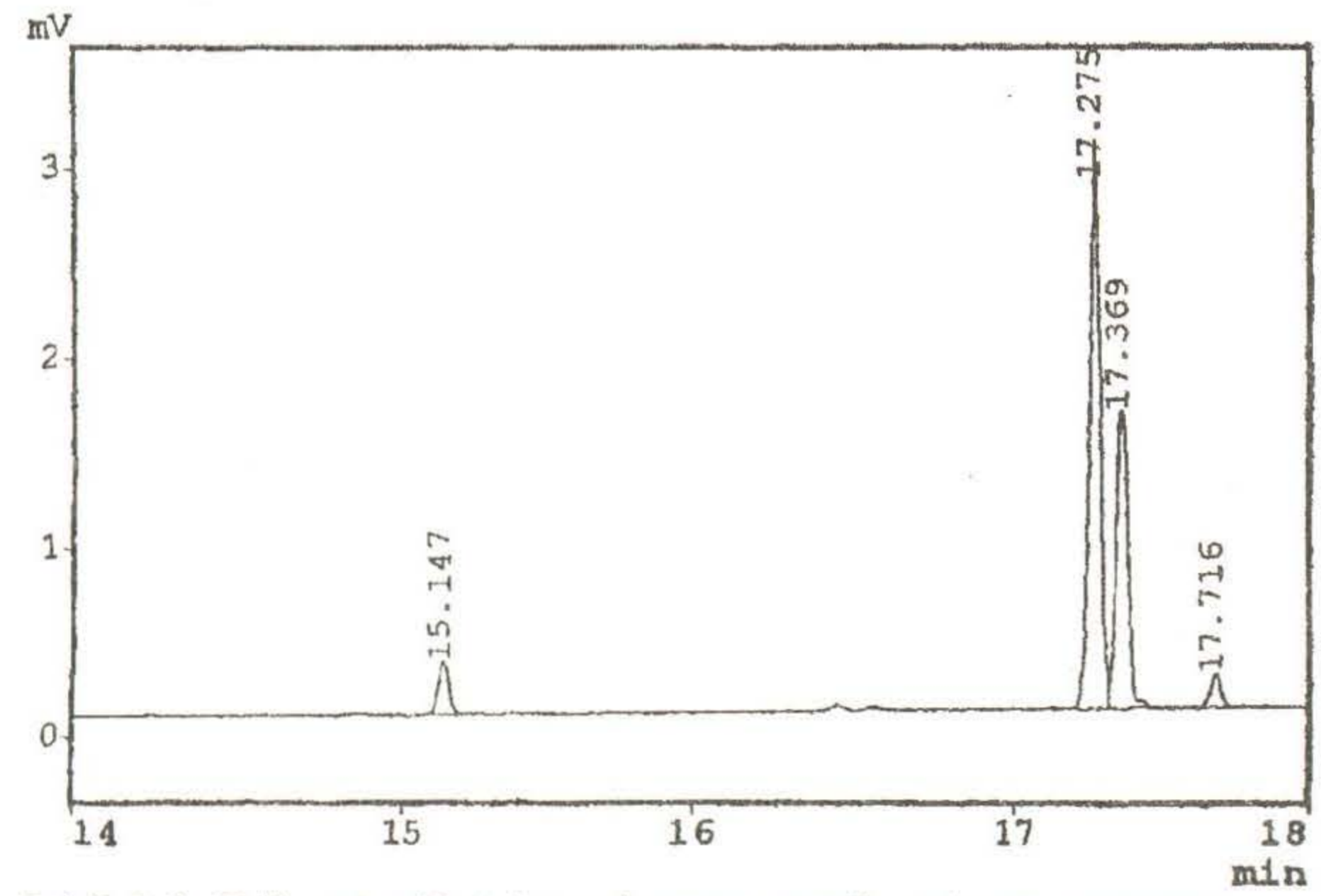
Tablo 3.2. Yağ asitlerinin bütil esterlerinin GC pik alan değerleri

Zaman(sn)	Stearik	Linoleik	Oleik	Linolenik
10	893.25	7798.25	5405	503.75
15	917.5	7882	5526	507.75
20	953.5	8272	5754.25	529.75
25	1034.5	8975.5	6224.5	571.25
30	1033.25	8889.5	6161.25	569.75
35	1030.5	8893.25	6185.5	570
40	1030.75	8880	6195	571



Şekil 3.2. Bütil esterlerin ortalama pik alanları ile oluşturulan grafik

Yağ asitlerinin bütil esterlerinin GC pik alan ve zaman değerleri arasında çizilen grafikte bütil esterleri 20.sn de artış göstermektedir.



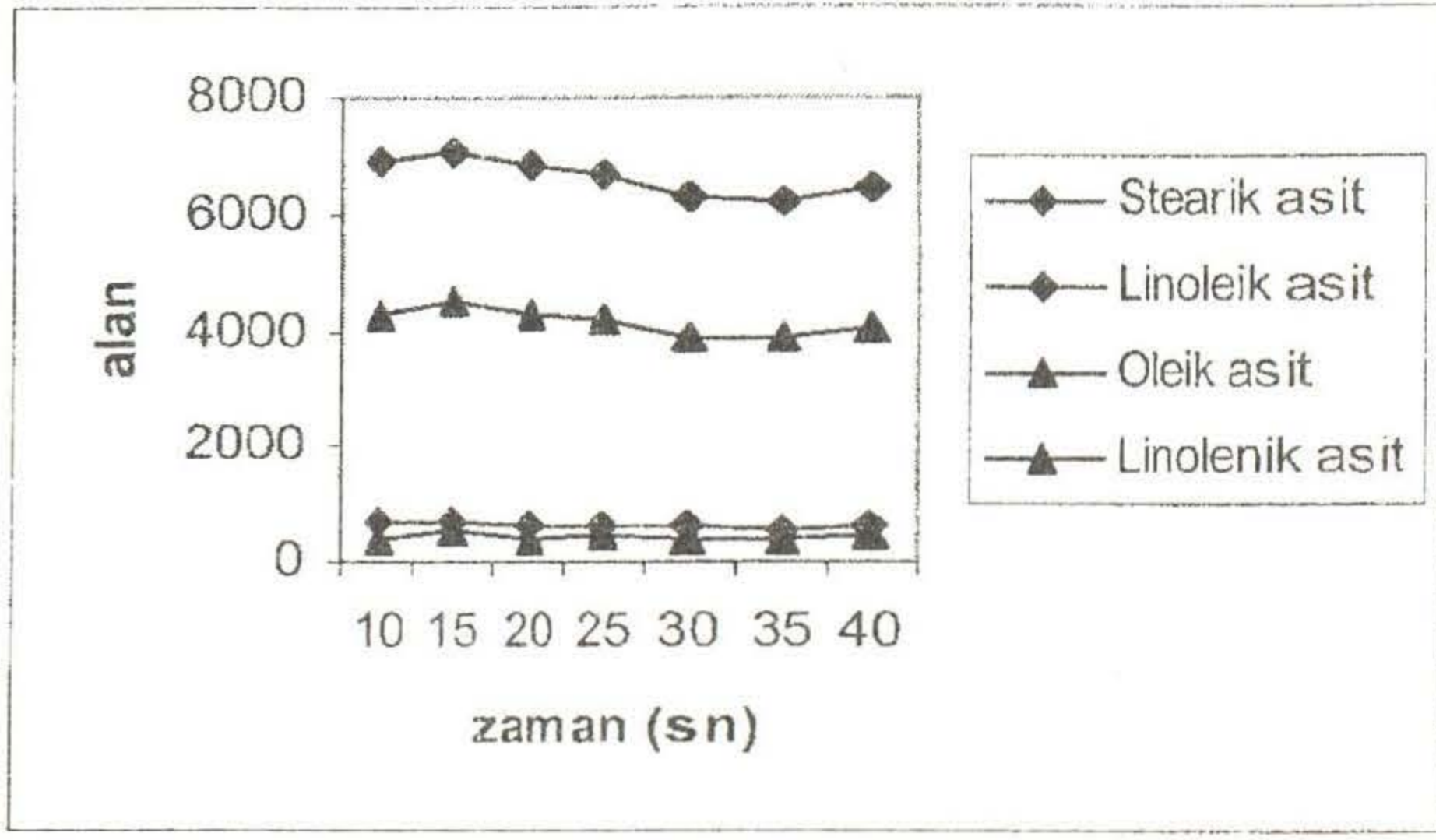
Şekil 3.3. Etil yağ asitlerinin gaz kromatografisi spektrum görünümü

Tablo 3.3. Yukarıdaki spektruma ait gaz kromatografisi sonuç değerleri

Pik Numarası	Alıkonma Süresi	Pik Alanı	Yağ Asitleri
1	15,147	751	Stearik
2	17,275	7733	Linoleik
3	17,369	4728	Oleik
4	17,716	450	Linolenik

Tablo 3.4. Etil esterlerinin ortalama pik alan değerleri

Zaman(sn)	Stearik	Linoleik	Oleik	Linolenik
10	662.5	6920.75	4265.25	402.75
15	697.25	7030.75	4503.5	513.25
20	642.25	6863.5	4260.75	364
25	623.5	6686.5	4158.25	458.5
30	592.5	6294.5	3897.5	365
35	581	6217	3885.25	362.25
40	601.75	6446.75	4014.5	428.75



Şekil 3.4. Etil esterlerin ortalama pik alanları ile oluşturulan grafik

Yağ asitlerinin etil esterlerinin GC pik alan ve zaman değerleri arasında çizilen grafikte etil esterleri 15.sn de artış göstermektedir.

IV.SONUÇ

Yağ asitlerinin esterleşme reaksiyonları büyük öneme sahiptir. Transesterleşmiş yağlar otomotiv sanayinde direk olarak yakıt olarak kullanımı bu alanda yapılan çalışmaların değerini artırmaktadır[3]. Diğer sebep ise yağ asitlerinin etanol ve bütanol ile verdiği transesterleşme reaksiyonları sanayide birçok kimyasalın çıkış bileşiği olarak kullanılması reaksiyonun önemini artırmaktadır. Literatürde serbest olmayan yağ asitlerinin metil esterleri bilinmektedir[7]. Bu çalışmada etanol ve bütanol ile serbest olmayan yağ asitlerinin transesterleşmeleri mikrodalga tekniği ile gerçekleştirildi. Isıtmayla gerçekleştirilen transesterifikasyon reaksiyonları[2] bu çalışmayla karşılaştırıldığında, reaksiyon süresinin kısaldığı, verimin yükseldiği görüldü.

Yağ asitlerinin etil ve bütül esterleri konusundaki bu çalışmanın özellikle sanayi alanında geniş kullanım imkanı bulması beklenmektedir.

Sonuçta, mikrodalga fırınlar üzerinde yapılacak olan bazı küçük değişiklikler ile sanayide yaygın olarak kullanılabilceği ortaya çıkmıştır.

KAYNAKLAR

- [1]. OTERA, J., "Transesterifikasyon" Chem.Rev. 93, 1993, 1449-1470.
- [2]. SCHUCHART, U., SERCHELİ, R., VARGAS, R.M., "Transesterification of Vegetable Oils: a Review" Braz. Chem.Soc., Vol. 9, 1998,199-210.
- [3]. ALLEN, C:A:W., WATTS, K.C., ACKMAN, R.G., PEGG, M.J., "Predicting the Viscosity of Biodiesel Fuels from Their Fatty Acids Composition", Fuel, 78, 1998, 1319-1326.
- [4]. ANTONELLİ, A., CONTE, L.S., LERCKER, G.,

"Application of Capillary Gas Chromatography to the Quality Control of Butter and Related Products", Journal of Chromatography A, Volume 552 (9), 1991, 273-279.

- [5]. JACOBSEN, S.S., BECKER, C. C., HOLMER, G., "A more accurate gas chromatographic method for the analysis of butter oil fatty acids by estimation of relative response factors", Chemometrics and Intelligent Laboratory Systems, Volume 23, Issue 1, 1994, 231-234.
- [6]. LINDSTRÖM, P., TIERNY, J., WATHEY, B., WESTMAN, J., "Microwave Assisted Organic Synthesis", Tetrahedron 57, 2001, 9225-9283.
- [7]. JEYASHOKE, N., KRISNANKURA, K., CHEN, S., "Microwave Induced Rapid Transmethylation of Fatty Acids For Analysis of Food Oil", Journal of Chromatography A, 818, 1998,133-137.