

## İKİ KUTUPLU DAMLAMALI REAKTÖRDE KOBALT III ASETAT SENTEZİ ve TOZ KOBALT III ASETAT ÜRETİMİ

Dr. Zakir POYRAZ\*

### Özet

Bu çalışmada Kobalt III Asetatının iki kutuplu damlamalı reaktörde; granül kok kömür elektrot kullanılarak elektrokimyasal sentezi yapılmış ve organik madde için yükseltgenmelerinde katalizör olarak kullanıldıktan sonra rejenerasyonu araştırılmıştır.

Sentez verilerine; uygulanan gerilim, akım elektrolit akış hızlarının etisi incelenmiştir. Zamanın bir fonksiyonu olarak akım verimi, zaman verimi, enerji, tüketimi ve hacim zaman verimi hesaplanmıştır.

Kobalt III asetatı %27'lik bir dönüşümle elde edilmiş, çözelti halindeki bu ürün %89.2 Kobalt III asetatı içeren toz ürüne dönüştürülmüştür.

### 1. GİRİŞ

Organik bileşikler, yirminci yüzyılın başından beri örnek yada laboratuvar ölçüsünde elektrokimyasal olarak yapılmaktadır. Laboratuvar ölçüsünde yapılan bu sentezlerin zamanla büyük proseslere dönüştürülmesinde;

- Elektronik endüstrisinin hızla gelişmesi ve modern elektrokimya cihazlarının yapılmasının,
- Daha önce elektrokimyasal reaktör tasarımında karşılaşılan engellerin teknolojik gelişme ile giderilmesinin,
- Geliştirilen elektrokimyasal reaktörlerde değişik iyon değiştirici diyafram ve değiştiricilerin kullanılmasının,
- Kimyasal proseslerle karşılaştırıldığında çok az basınç ve sıcaklık gerektiğinin,
- Petrol krizinden doğan yeni enerji kaynaklarının kullanılması zorunluluğunun,
- Elektrokimyasal teknolojinin çevre açısından temizliğinin; büyük rolü vardır.

Birçok prosesle katalizör olarak kullanılan  $Co^{3+}$  bileşiklerinin endüstriyel açıdan önemi büyüktür. Sikloheksandan oksijen atmosferinde adipik asitin oluşması, paraksilenin yine oksijen atmosferinde tereftalik asite yükseltgenmesi proseslerinde Kobalt III asetat kullanılmıştır [1-2]. Endüstride genellikle Kobalt II asetat katalizör olarak kullanılmaktadır.

**Anahtar Kelimeler:** Kobalt III Asetat, Kobalt II Asetat, Sentez, Damlamalı Reaktör

Ancak proseste oksijen olduğundan Kobalt II asetat oksijenle birleşerek Kobalt III asetata dönüşmekte, oluşan Kobalt III asetat organik maddeleri yükseltgenmede kullanılmaktadır.

Bu nedenle doğrudan Kobalt III asetat kullanmak reaksiyon hızına ve ürünlere doğrudan etki etmektedir. Bu özellik Kobalt III asetat üretimini ön plana çıkarmaktadır [3].

Değişik yöntemlerle Kobalt III asetat üretiminde tehlikeli, patlayıcı ve zehirli ara ürünler oluşmakta ve oluşan Kobalt III asetatin ortamdaki uzaklaştırılması oldukça zor olmaktadır. Elektrokimyasal yöntemde ise bu güçlüklerin ortadan kalkması yanında oldukça saf Kobalt III asetat elde edilmektedir [4-5-6-7-8].

## 2. DENEYSSEL ÇALIŞMA

Bu çalışmada elektrot olarak kok kömürü kullanarak, iki kutuplu damlamalı bir reaktörde Kobalt III asetat sentezi yapılmış, üretim esnasında uygulanan gerilimin, akımın, elektrolit akış hızının ve konsantrasyonunun, dönüşüm yüzdesine, akım verimine etkileri incelenmiştir.

Elektrolit olarak içerisinde %5 su, 0,2M Sodyum asetat, 0,1 M veya 0,006 M Kobalt III asetat bulunan asetik asit çözeltisi kullanılmıştır.

Deneyler sonucu üretilen Kobalt III asetat dönüşümleri ayarlı sodyum tiyo sülfat çözeltisi ile titrimetrik olarak tayin edilmiştir.

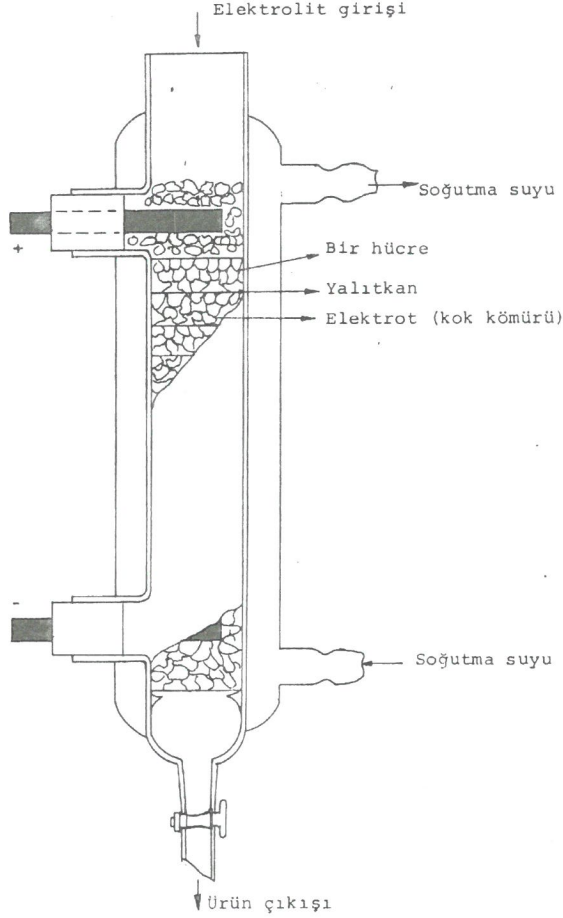
### 2.1. İki Kutuplu Damlamalı Reaktörlerde Sürekli Proses

Reaktör olarak 45 cm uzunlukta ve 2.5 cm çapında, su soğutma ceketli, anot ve katot girişi bulunan silindiri cam hücre kullanılmıştır. Reaktörlerde anot-katot açıklığı 41 cm'dir. Birbirleri ile yalıtkanlarla ayrılmış 21 bölmeden meydana gelen reaktörlerde elektrot olarak 7 meshlik kok kömürü kullanılmıştır. Elektrolit reaktörlerden geçerken bu bölmeler ufak bir hücre halini almaktadır [Şekil 1.1]

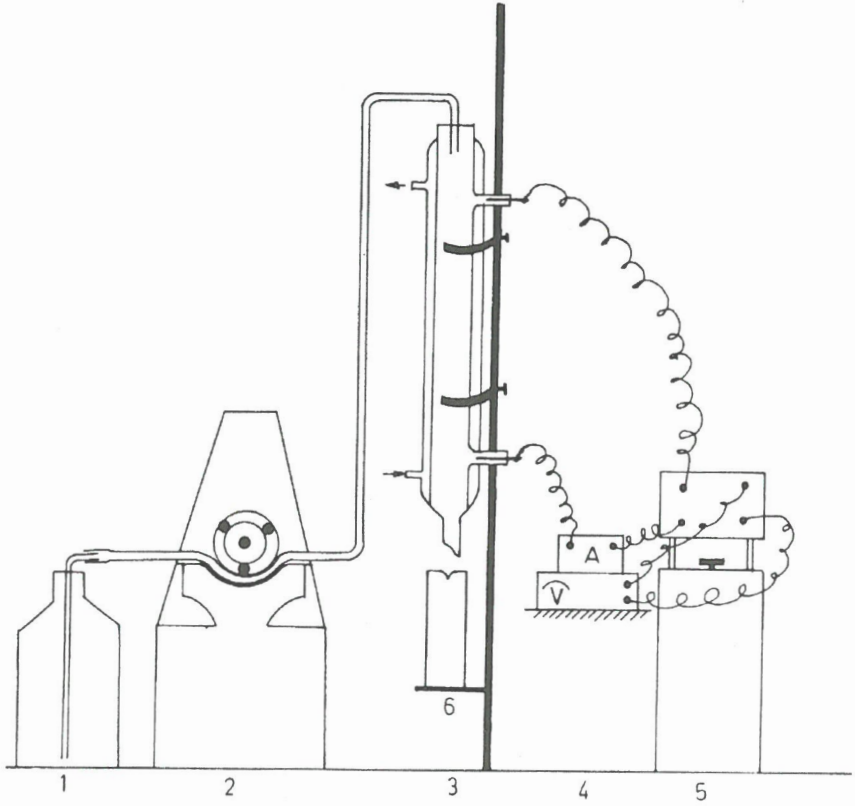
Proseste elektrolitin, peristaltik pompa yardımı ile PVC hortumlar kullanılarak reaktöre üstten ve çalışma koşullarına göre reaktöre damla damla verilerek elektrot üzerinde bir film halinde akması sağlanmıştır. Elektrolit için gerekli doğru akım bir doğru akım üreticiden sağlanarak, gerilim voltmetreden, devreden geçen akım mA olarak ampermetreden okunmuştur. Reaktördeki ceketten devamlı soğutma suyu geçirilerek sıcaklık sabit tutulmaya çalışılmıştır [Şekil 1.2].

Kobalt III asetat üretiminde ön denemeler sonucunda 0,06 M Kobalt III asetat çözeltisinin en uygun elektrolit çözeltisi olduğu anlaşıldığından çalışmalar 0,06 M Kobalt III asetat çözeltisi ile yapılmıştır.

Hazırlanan sistemde, sabit akış hızı, değişik gerilimlerde ve sabit gerilim değişik akış hızlarında olmak üzere bir seri Kobalt III asetat üretimi gerçekleştirilmiştir [Ek 1]



Şekil 1.1 İki Kutuplu Damlamalı Reaktör



- 1- Elektrolit deposu  
3- Reaktör  
5- Doğru akım üretici

- 2- Peristaltik pompa  
4 Ampermetre - Voltmetre  
6- Toplama kabı

Şekil 1.2. Deney Düzenegi

## 2.2. Toz Kobalt III Asetat Üretimi

Sürekli prosesler ile üretilen çözelti halindeki Kobalt III asetat çözeltisinin, değişik konsantrasyonlarda olması kullanım sakıncalarına neden olmaktadır. Yükseltgenme reaksiyonu sonucu elde edilen seyreltik çözeltilerde reaksiyon ürünlerinin ayrılması ve katalizörün geri kazanılması güçleşmektedir. Aynı zamanda yükseltgenme ortamında bulunan Kobalt II asetatın reaksiyon hızına etki ederek reaksiyonu yavaşlattığı bilinmektedir [7].

Çözelti halinde stabil olmayan Kobalt III asetat konsantrasyon artırımında eter ekstraksiyonuna uygun olduğu bilinmektedir [9].

Kobalt III asetat çözeltisi hacminin on katı kadar eter ilavesi ile, Kobalt III asetat ortamdan yeşil renkli koloidal pullar halinde çökerek ayrılmıştır. Eter fazı bekletildiğinde Kobalt II asetatı kristallerinin çöktüğü, beherin üst cidarında Sodyum asetat kristallerinin ayrıldığı belirlenmiştir. Kobalt II asetat, Sodyum asetat, asetik asit ve suyun eterli forma geçtiği anlaşılmıştır.

Eterli faz döner buharlaştırıcı ile geri kazanılmıştır. Kalan çökeltinin UV spektrumu alındığında da Kobalt II asetat, asetik asit, Sodyum asetat ve su olduğu görülmüştür.

Beherde kalan madde, yüzeyden kazınarak çıkarılmış, elde edilen toz madde de titrimetrik Kobalt III asetat tayini yapılmış ve %89,2 Kobalt III asetat içerdiği görülmüştür.

### 3. SONUÇ

İki kutuplu damlamalı reaktörde, kok kömür elektrot kullanılarak yapılan Kobalt III asetat sentezinde:

- 1- Üretim için optimal gerilimin 120 Volt civarında olmakta, bu değer altıda ve üstünde akım verimi değişmektedir.
- 2- Elektrolit akış hızının artması ilk 9 olarak akım veriminin arttığı (dönüşüm oranında az bir düşüş olmasına rağmen) enerji tüketiminin düştüğü, akım şiddetinin arttığı hacim-zaman veriminin en yüksek değere ulaştığı gözlemlenmiştir. Buda göstermektedir ki akış hızındaki artışla orantılı olarak reaktörde bipolar hücreler arasındaki direnç düşmektedir. Ohmik direncin düşmesine karşılık Faradaik akımda herhangi bir değişme olmamasının nedeni ise hacim-zaman verimindeki, artış olmaktadır.
- 3- Çözeltide eter ekstraksiyonu yöntemi ile %89,2 saflılık toz Kobalt III asetat üretimi gerçekleştirilmiştir.

## KAYNAKÇA

- [1] K. Tanaka, *Hydrocarbon Processing*, Nov 114, (1974)
- [2] W. F. Brill, *Ind. End. Chem.*, (1960), 52,837.
- [3] E.J.Y. Scott, ve A.W Chester, *Tow. Phys., Chem.*, (1972), 52-76.
- [4] J.A. Sharp ve A.G. White, *Ibd. Jour. Ch. Cos.*, (1952), 29-30.
- [5] Z. Poyraz, *Yükseklisans Tezi*, Anadolu Üniversitesi, (1983).
- [6] A. Güvenç, *Yükseklisans Tezi*, Anadolu Üniversitesi, (1983).
- [7] Ü. Bakır, *Doktora Tezi*, Ankara Üniversitesi, (1983).
- [8] S. Öztapak, *Yükseklisans Tezi*, Anadolu Üniversitesi, (1987).
- [9] M. Ebeğolu, *Yükseklisans Tezi*, Anadolu Üniversitesi, (1984).

## SYNTHESIS OF COBALT III ACETATE IN BIPOLAR TRICKLE REACTOR AND PRODUCTION OF POWDER COBALT III ACETATE

Dr. Zakir POYRAZ

### Abstract

In this study, Cobalt III acetate was electrochemically synthesized by using granule coke electrodes in a bipolar trickle reactor and its regeneration was researched after using as a catalyst in the oxidation of organic compounds.

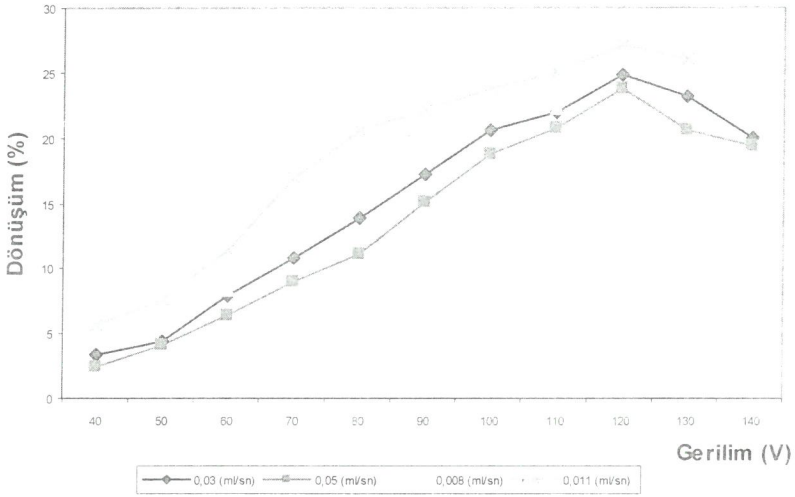
The influence of applied voltage, current and the flow rates of electrolyte on the synthesis data. Current efficiency, time efficiency, energy consumption and volume-time yield were calculated as a function of time.

Cobalt II acetate was obtained by %27 conversion, the product in the form of solution was converted into powder product containing %89.2 Cobalt III acetate.

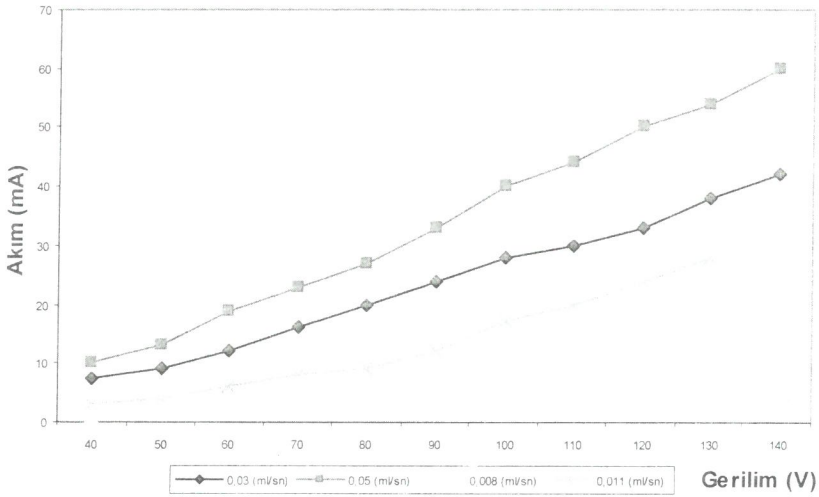
**Keywords:** Cobalt III Acetate, Cobalt II Acetate, Synthesis, Trickle reactor.

\* Anadolu Üniversitesi Bilecik Meslek Yüksekokulu, Bilecik, Türkiye  
[zpoyraz@anadolu.edu.tr](mailto:zpoyraz@anadolu.edu.tr)

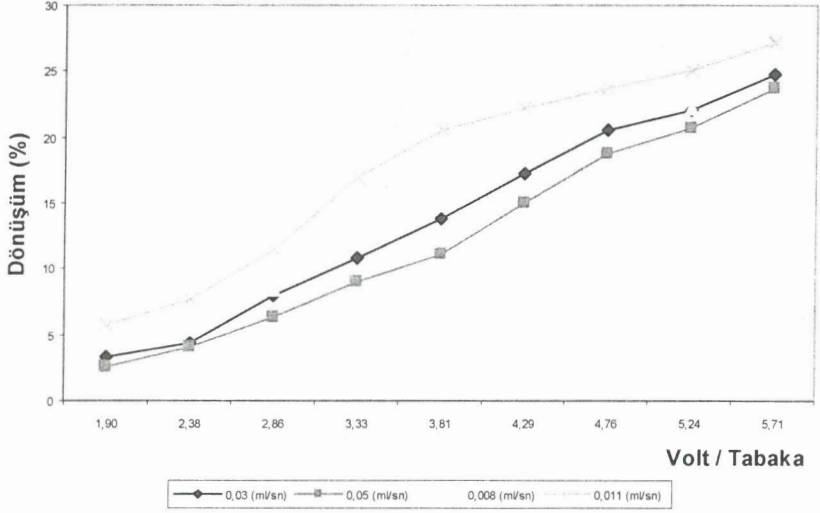
EK 1:



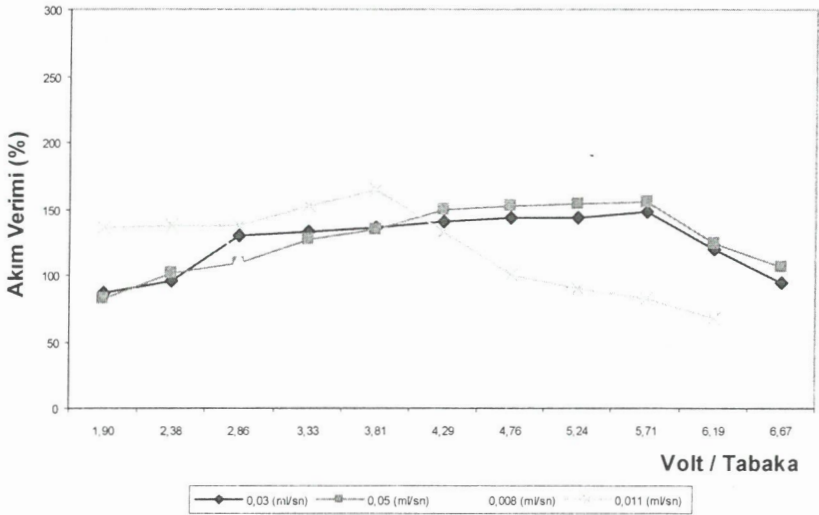
Grafik 1. Sabit Akış Hızlarında, % Dönüşüm – Gerilim Değişimi



Grafik 2. Sabit Akış Hızlarında, Akım – Gerilim Değişimi

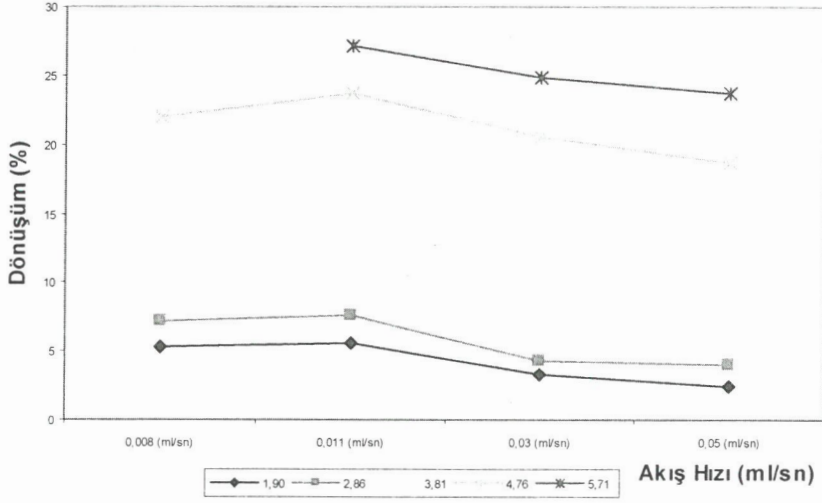


Grafik 3. Sabit Akış Hızlarında, Volt / Tabaka - % Dönüşüm Değişimi

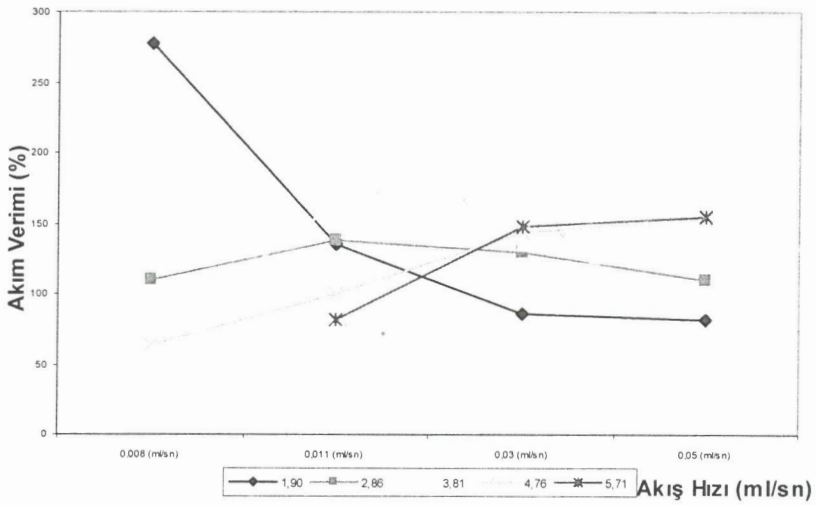


Grafik 4. Sabit Akış Hızlarında, Volt / Tabaka – Akım Verimi Değişimi





Grafik 5. Sabit Gerilimlerde % Dönüşüm – Akış Hızı Değişimi



Grafik 6. Sabit Gerilimlerde Akım Verimi - Akış Hızı Değişimi

