

KÖMÜR KÜKÜRT TÜRLERİNİN BELİRLENMESİNDE MİKRODALGA ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME SİSTEMİNİN

Hazırlayan

KULLANIMI

Danışman

Emine Gonca PEHLİVAN - İnci ALADAĞ

Doç. Dr. Gül AKAR ŞEN - Doç. Dr. Özge GÖK

Dokuz Eylül Üniversitesi Mühendislik Fakültesi

Maden Mühendisliği Bölümü

2021-2022 Bahar Yarıyılı



ÖZET

Enerji bireylerin yaşantılarında en temel ihtiyaçlardan biri olduğu gibi ülkelerin endüstriyel gelişimlerini tamamlama, bilgi ve teknoloji toplumu dönüşme yolunda büyük önem taşıyan bir girdidir. Ülkelerin enerji ihtiyacı; nüfus, sosyal, ekonomik ve endüstriyel gelişmişlik düzeyleri gibi bazı faktörlere bağlı olarak şekillenmektedir. Kalkınmanın önemli girdilerinden biri olan elektrik enerjisinin çevresel etkilerinin de gözlemlenerek yeterli miktarda ve yüksek verim değerleri ile üretimi büyük önem taşımaktadır.

Üretim aşamaları açısından güvenli ve yan etkileri açısından güvenilir, yeni sistemlerin geliştirilmesi var olan ve bu aşamada vazgeçilmez gibi görünen sistemlerin çevre ile uyumlu, daha verimli bir hale getirilmesi şeklinde özetlenebilir. Bu amaçla bu sektörlerde enerji üretimi için kullanılan kömürlerin kimyasal bileşimleri özellikle yanma sonrası oluşan kükürt salınımlarının belirlenmesi açısından çok önemlidir.

AMAÇ VE KAPSAM

Yapılan bu çalışmada; Çanakkale bölgesinden temin edilen, yüksek kükürt içeriğine sahip kömürün kimyasal analizleri ve kükürt türleri belirlenmiştir. Kükürt türlerinin (piritik, organik ve sülfatik) daha kısa sürede belirlenebildiğini araştırmak üzere alternatif bir yöntem olan mikrodalga çözünürleştirme sistemi iki aşamalı olarak kullanılmış ve klasik yöntemle elde edilen analiz sonuçları karşılaştırılmıştır.

MİKRODALGA ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME SİSTEMİ

Mikrodalga yöntemi ile çözünürleştirme, son yıllarda temiz kimya prensibiyle diğer yöntemlerin yerini almaya başlamıştır. Çözünürleştirme için kapalı kapların kullanılması zararlı asit buharlarının yayılmasını ve örnek kirlenmesini engellerken, uçucu bileşenlerin de örnekten uzaklaşmasını önlemektedir. Şekil 1'de verilen mikrodalga çözünürleştirme sisteminde basınç ve sıcaklık programı yardımıyla çözünürleştirme yapılabilmektedir.

Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemi ile Kömürde Kükürt Analiz Yöntemi



Kömürde kükürt analizinin daha kolay ve zamandan tasarruf edilerek yapılabileceği bir diğer yöntem yukarıda anlatılan mikrodalga çözünürleştirme sistemi ile analiz yöntemidir. Hazırlanan numuneleri analiz etmek için 650 W gücünde ve içerisi korozyondan korunmak için polimer flurokarbon ile kaplanmış fırın kullanılır. Bu yöntemle çözünme süreleri, mikrodalga kaplarında oluşan yüksek basınç ve yüksek sıcaklığın etkisiyle önemli derecede azalmıştır.

Şekil 1. Mikrodalga çözünürleştirme sistemi

DENEYSEL ÇALIŞMALAR VE DEĞERLENDİRME

1. Malzeme

Bu proje kapsamında Çanakkale bölgesinden alınan linyit kömürleri kullanılmıştır. Çalışmanın ilk aşamasında sahadan alınan kömür numuneleri ön hazırlama işlemlerinden (kıırma-öğütme-numune azalma) geçirildikten sonra öğütülüp ağzı kilitleti poşetlerde etiketlenerek saklanmak üzere ayrılmıştır.



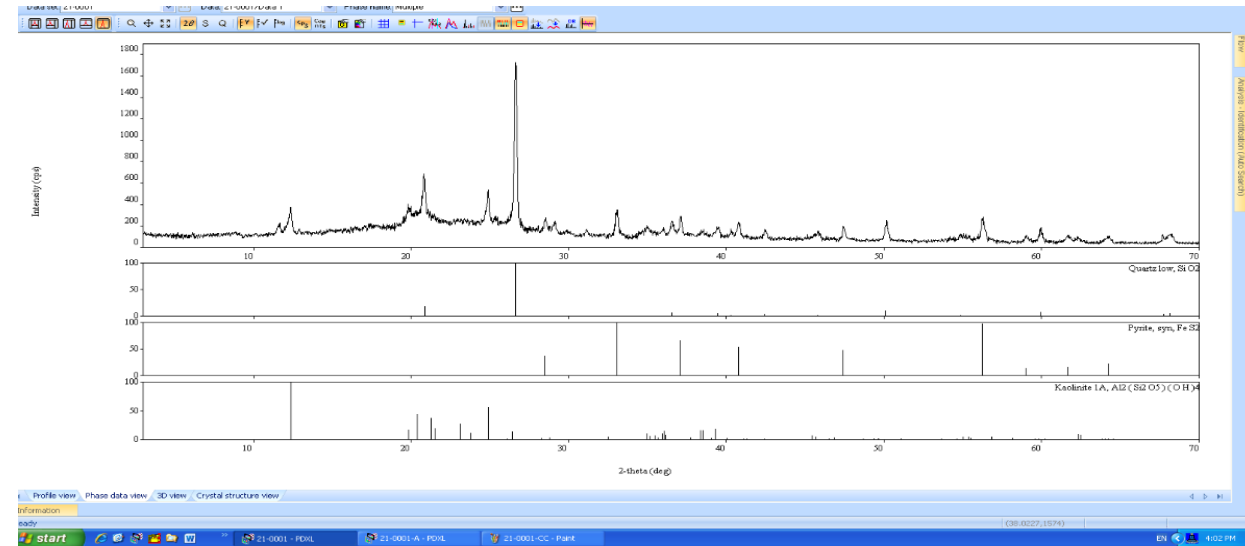
Şekil 2. Örnek Alma Ve Hazırlama

2. Metod ve Test Yöntemleri

Kullanılacak malzemelerin kimyasal ve mineralojik yapısını belirlemek üzere numuneler bir dizi kimyasal ve mineralojik analizden geçirilmiştir.

2.1. Mineralojik Analiz

Kömür örneklerinin X-Ray difraksiyon analizleri Rigaku Miniflex 2 (XRD) cihazı kullanılarak yapılmıştır. Bunun için malzeme analiz boyutu olan 100 mm tane boyutuna öğütülmüştür. Difraksiyon için toz örnek cam aparat üzerine yerleştirilmiştir. XRD analizleri 30 kV, 15 mA'de Cu K α filtre kullanılarak gerçekleştirilmiştir.



Yandaki şekildenden görüldüğü üzere kömürün XRD analiz sonucunda ana bileşenin kalsit (CaCO₃) olduğu takiben kuvars (SiO₂) ve piritin (FeS₂) geldiği görülmektedir. eser miktarlarda kaolinite rastlanmıştır.

Şekil 3. Çanakkale Kömür Numunesi XRD Analiz

2.2. Kimyasal Analiz

Bu çalışmada kullanılmak üzere iki bölge kömürü düşünülmüş ve bu bölgelere ait farklı kömür yataklarından getirilen kömür örneklerine ASTM D2013 M-12'ye uygun olarak numune hazırlama işlemi yapıldıktan sonra yöntemlerine uygun olarak nem (ASTM D7582), kül alt ısı (ASTM D5865) ve kükürt analizleri (ASTM D4239, TS 329 ISO) analizleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar minimum ve maksimum değerlere göre optimize edilerek aşağıda çizelge 1 ve 2'de sunulmuştur.

Çizelge 1. Kömür analizi sonuçları

Numune Adı	Orj. Nem %	Orj. Kül %	AİD kal/g	Kuru Kükürt%
Çanakkale Kömürü	15,56	25,69	3194	18,41

Bu numunelere ait sülfat kükürdü, piritik kükürt ve organik kükürt değerlerinin belirlenmesi için kükürt türleme prosedürlerine uygun olarak yapılan analiz sonuçları ve alternatif bir yöntem olan mikrodalga çözünürleştirme sistemi yardımı ile iki aşamalı olarak yapılan analiz çalışmaları aşağıdaki bölümde verilmiştir

Çizelge 2. Kömür külü kimyasal

Oksitler	Çanakkale Kömür Külü (%)
SiO ₂	45,10
Al ₂ O ₃	11,11
Fe ₂ O ₃	7,05
CaO	12,42
MgO	5,07
Na ₂ O	0,21
K ₂ O	1,23
MnO	0,02
TiO ₂	0,67
SO ₂	16,01
K ₂ K'	1,01

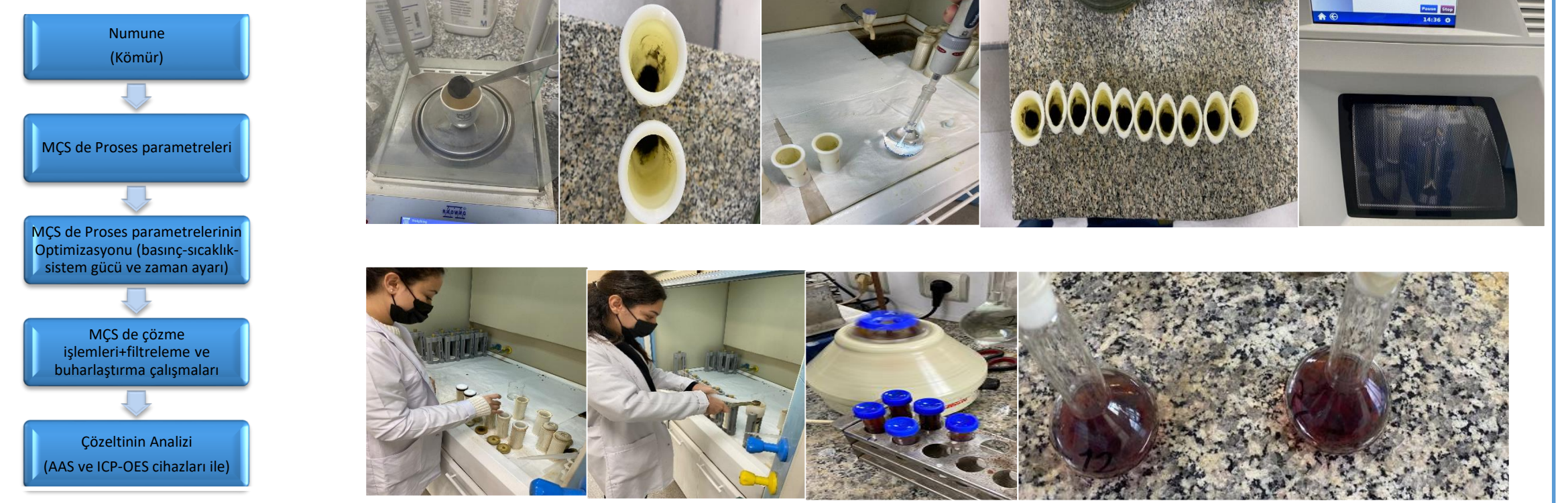
3. Geleneksel Metotlar ve Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemiyle Analiz Yöntemi ile Yapılan Kükürt Türleri Analiz Sonuçları

Geleneksel Metotlar Kükürt Türleri Analiz Sonuçları

Örnekler	Organik %S	Sülfat %S	Piritik %S	Toplam %S
Çanakkale Kömürü	5.65	3.18	9.53	18.41



Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemiyle Analiz Yöntemi ile Yapılan Kükürt Türleri Analiz Sonuçları



Şekil 3. Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemi Akım Şeması

Şekil 4. Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemi Deneysel Aşamaları

Çizelge 3. Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemi Deneysel Şartları

İşlem Basamağı	Sülfat Kükürdü Tayini İşlemleri	Piritik Kükürdü Tayini İşlemleri	Organik Kükürdü Tayini İşlemleri
Örnek Tekrar Sayısı	10	10	10
Güç (%)	85	85	85
Zaman (dak.)	15	15	15
Soğut. süresi (dak.)	5	5	5
Örnek Tekrar Sayısı	10	10	10
Güç (%)	90	90	90
Zaman (dak.)	15	15	15
Soğut. süresi (dak.)	5	5	5
Örnek Tekrar Sayısı	10	10	10
Güç (%)	95	95	95
Zaman (dak.)	60	60	60
Soğut. süresi (dak.)	5	5	5

Çizelge 4. Sülfat Kükürdü İşlemi Deneysel Sonuçları

İstatistik	SARM 19	SARM 20	C	D
Tekrar sayısı	10	10	10	10
Medyan*	4392.45	1095.78	2111.89	5758.18
En düşük değer	4367.45	1045.47	2056.47	5716.23
En yüksek değer	4497.40	1149.45	2138.32	5812.69

* Ağırlıkça milyonda sülfür değeri (ppmw)

Mikrodalga çözünürleştirme sistemi yardımı ile yapılan testler sonucu elde edilen verilerin doğruluğu ilk olarak kullanılan standartlara ait literatür verileri ile karşılaştırılmıştır. Buna göre karşılaştırma sonucunda yapılan analiz sonuçlarının doğruluk derecesi %98,87 olarak bulunmuştur.

Çizelge 5. Pirit Kükürdü İşlemi Deneysel Sonuçları

İstatistik	SARM 19	SARM 20	C	D
Tekrar sayısı	10	10	10	10
Medyan*	7671.01	2723.15	5183.816	9935.5
En düşük değer	7536.26	2546.13	5097.57	9847.36
En yüksek değer	7702.36	2894.58	5214.79	10003.49

Mikrodalga çözünürleştirme sistemi yardımı ile yapılan testler sonucu elde edilen verilerin doğruluğu ilk olarak kullanılan standartlara ait literatür verileri ile karşılaştırılmıştır. Buna göre karşılaştırma sonucunda yapılan analiz sonuçlarının doğruluk derecesi %99,89 olarak bulunmuştur.

Çizelge 6. Organik Kükürt İşlemi Deneysel Sonuçları

İstatistik	SARM 19	SARM 20	C	D
Tekrar sayısı	10	10	10	10
Medyan*	3091	1441	1340.62	3325.156
En düşük değer	2987.12	1403.95	1299.47	3145.69
En yüksek değer	3159.47	1499.22	1401.23	3475.32

Mikrodalga çözünürleştirme sistemi yardımı ile yapılan testler sonucu elde edilen verilerin doğruluğu ilk olarak kullanılan standartlara ait literatür verileri ile karşılaştırılmıştır. Buna göre karşılaştırma sonucunda yapılan analiz sonuçlarının doğruluk derecesi %97,78 olarak bulunmuştur.

SONUÇLAR

Bu çalışma kapsamında ülkemizin özellikle enerji ihtiyacını karşılamak üzere kullanılan, Çanakkale bölgesine ait farklı ocaklardan temin edilen kömür örnekleri alınmıştır. Özellikle kömürün kimyasal yapısı içerisinde bulunan kükürt değerinin saptanmasında geleneksel yöntemlerde yaşanan sıkıntıların giderilmesi ve zaman kaybının en aza indirilmesi için son dönemde geliştirilen mikrodalga çözünürleştirme sistemi kullanılarak hem toplam kükürt hem de kükürt türlerinin analizleri yapılmıştır. Elde edilen veriler; geleneksel yöntemle saptanan değerler ve kullanılan standart numunelerin literatür değerleri ile karşılaştırılmıştır. Bulguların doğruluk derecelerinin yaklaşık %97'nin üzerinde olduğu saptanmıştır. Yapılan analizlerin verileri aşağıda tablo halinde kısaca özetlenmiştir.

Çizelge 7. Geleneksel Ve Mikrodalga Çözünürleştirme Sistemi Kullanılarak Yapılan Kükürt Türleri Analiz Sonuçları

Örnekler	Geleneksel		Yöntem	
	Organik %S	Sülfat %S	Piritik %S	Toplam %S
C	2.08	1.38	4.98	8.43
D	5.65	3.18	9.53	18.41
Örnekler	Mikrodalga		Çözünürleştirme Sistemi	
	Organik %S	Sülfat %S	Piritik %S	Toplam %S
C	2.11	1.34	5.18	8.65
D	5.76	3.33	9.94	19.04

Yapılan araştırma ve deneyler sonucunda kömür içerisindeki kükürdün tayini için kullanılan geleneksel yöntemde çok fazla iş ve zaman kaybı olduğu görülmüştür. Bu yöntemlere alternatif olarak kullanılabilir durumda olan mikrodalga çözünürleştirme sisteminin kullanımı aktif hale getirilmesi uygun görülmüştür.

KAYNAKLAR

Kömürdeki Major ve İz Elementlerin Kimyasal Analizi İçin Alternatif Analiz Yönteminin Geliştirilmesi Projesi, (2022)

TSE 329, (1966). Maden Kömüründeki Kükürt Bileşiklerinin Tayini. Türk Standartları

TEŞEKKÜR

Cevher Hazırlama Anabilim Dalı'nda yaptığım çalışmalarda bilgi ve tecrübelerinden yararlandığım, bize destek olan Sayın hocalarım Doç. Dr. Özge GÖK' e ve Doç. Dr. Gül AKAR ŞEN' e; Kimya Laboratuvarı çalışmalarımızda bizlerden yardımlarını esirgemeyen Öğr. Gör. Fatih TURAN ve Kimyager Ziya ÇOBAN' a teşekkürlerimizi sunarız.