

**ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJELERİ  
KOORDİNASYON BİRİMİ KOORDİNATÖRLÜĞÜNE**

**Proje Türü** : Lisansüstü Tez Projesi (Yüksek Lisans)

**Proje No** : 14L0443002

**Proje Yürütücüsü** : Prof. Dr. Süleyman KARACAN

**Proje Başlığı** : Biyodizel üretiminin yapılacağı tepkimeli bir damıtma kolonunun sıcaklık kontrolü

Yukarıda bilgileri yazılı olan projemin sonuç raporunun e-kütüphanede yayınlanmasını;

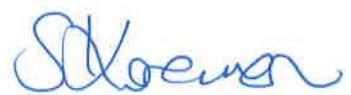
**İSTİYORUM**

**İSTEMİYORUM**

GEREKÇESİ:

24.07.2017

Proje Yürütücüsü  
İmza



ANKARA ÜNİVERSİTESİ  
BİLİMSEL ARAŞTIRMA PROJESİ  
SONUÇ RAPORU

Proje Başlığı

Biyodizel üretiminin yapılacağı tepkimeli bir damıtma kolonunun sıcaklık kontrolü

Proje Yürüttürçüsünün İsmi

Prof. Dr. Süleyman Karacan

Araştırmacıların İsmi

Damla Gül

Proje Numarası

14L0443002

Başlama Tarihi

29.04.2014

Bitiş Tarihi

29.04.2017

Rapor Tarihi

24.07.2017

Ankara Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri  
Ankara - "2017 "

## **SONUÇ RAPORU**

### **I. Projenin Türkçe ve İngilizce Adı ve Özeti**

**Proje Adı:** Biyodizel üretiminin yapılacağı tepkimeli bir damıtma kolonunun sıcaklık kontrolü

## **ÖZET**

Biyodizel bitkisel ve hayvansal yağılardan elde edilen alkil esterleri içeren yenilenebilen bir enerji kaynağıdır. Biyodizel genel olarak uygun bir katalizör kullanılarak alkil esterleri ve gliserol üretmek için bitkisel yağların kısa zincirli alkollerle reaksiyonu olan transesterleşme yolu ile üretilir. Petrolün her geçen gün azalması, petrol krizleri ve çevre bilincinin artması ile yenilenebilir enerji kaynaklarına olan ilgi artmıştır. Doğada kolay bozulabilmesi, çevre dostu olması, herhangi bir modifikasyon gerekmeden dizel motorda kullanılabilmesi, yenilenebilmesi gibi özellikleriyle biyodizel, alternatif olarak görülen kaynaklardan biridir. Biyodizel üretim tepkimesi, dengenin sınırladığı bir tepkimedir. Burada tepkimenin yönü sadece ürünler tarafında olmayıp girdiler yönünde de olabilmektedir. Bu ise tepkimenin sonunda ayırma için de başka bir üniteye ihtiyaçlı doğurmaktadır.

Tepkimeli damıtma (RD) kimyasal reaksiyonun ve ayırma işleminin tek bir üitede gerçekleşmesi ile meydana gelir. Tepkimeli damıtma özellikle bitkisel yağ transesterleşmesi veya ardışık kimyasal reaksiyonlar olduğu durumlarda geleneksel reaktör ve ayırma ünitelerinin birlikte olduğu proseslerin bir alternatifidir. RD'nin geleneksel ardışık proseslere göre önemli avantajları yüksek kimyasal dönüşüm oranı, düşük sermaye ve minimum işletim maliyetidir.

Bu çalışmada, ayçiçeği tohumundan elde edilen bitkisel yağıdan, tek bir üitede ( tepkimeli damıtma kolonunda ) metil alkol ile katı katalizör (CaO) ortamında trans-esterleşme tepkimesi ile yüksek dönüşüm oranına ulaşarak yüksek saflıkta biyodizel üretim prosesi geliştirmek ve kontrolünü sağlamak amaçlanmıştır. Tepkimeli damıtma kolonunun performansı, reaksiyon kinetiği, ayırma ve reaksiyon bölgelerinin boyutu, geri döngü oranı, besleme akış hızları ve besleme noktaları gibi birçok parametreye bağlıdır. Maksimum kolon performansı ve yüksek ürün verimi için sistemin optimum işletme parametreleri Aspen HYSYS paket programı kullanılarak belirlenecektir.

Tepkimeli damıtma ile biyodizel üretim prosesi, çok girdili ve çok çıktılı bir sistem olup yüksek derecede doğrusal olmayan yapıya sahiptir. Bundan dolayı tepkimeli damıtma kolonu kontrol edilmelidir. Bu çalışmada reaksiyon bölgesinin kontrolü için ayarlanabilen değişken olarak besleme akış hızı, alt ürün sıcaklığını kontrol etmek için ayarlanabilen değişken olarak kazana verilen ısı miktarı kullanılacaktır. Bu tür prosesler için etkin bir kontrol sağlayan çok girdili - çok çıktılı (MIMO) Model Öngörmeli Kontrol (MPC) kullanılacaktır.

Ayçiçeği tohumu Türkiye'de en fazla üretilen yağlı tohum olmasına rağmen literatürde hammadde olarak ayçiçeği yağı kullanarak tepkimeli damıtma ile biyodizel üretimi hakkında bir çalışma bulunmamaktadır. Bu çalışma ile literatürün bu alandaki boşluğu da doldurulmuş olacaktır. Literatürle karşılaştırıldığında bu şekilde bir kolonda daha önce biyodizel üretimi yapılmadığından tepkimeli damıtma kolonunun tasarıımı konusunda da bu çalışma özgün olacaktır. Ayrıca bu çalışmada tepkimeli damıtma kolonunda biyodizel üretimi için yapılacak olan deneysel kontrol ve yöntemi literatürde bulunmadığından özgünlük sağlayacaktır.

**Anahtar Kelime:** Tepkimeli damıtma, biyodizel, benzetim, MPC

**Projenin İngilizce Adı:** Temperature control of a reactive distillation column for biodiesel production

## ABSTRACT

Biodiesel is a renewable fuel source that consist of alkyl esters obtained from vegetable oil and animal fats. Biodiesel is typically produced via transesterification, which is the reaction of vegetable oils with a short-chain alcohol to produce alkyl esters and glycerol by using an appropriate catalyst. Reduction of oil every day, with the oil crisis and increasing environmental awareness has increased interest in renewable energy sources. Biodiesel is one of the sources seen as an alternative features such as easily deteriorate in nature, eco-friendly, can be used in any diesel engine without modification and renewal. The reaction of biodiesel production is the equilibrium of a limiting reaction. Here, the direction of the reaction can be not only in the direction of the products but also in the direction of the inputs . This is the end of the reaction, separation leads to the need for another unit.

Reactive distillation is integrated operations that conveniently combine reaction and separation into a single unit. It is an effective alternative to the traditional combination of reactor and separation units especially when involving in reversible reactions, such as vegetable oil transesterification, or consecutive chemical reactions. The significant advantages of the RD over the conventional sequential process are the high chemical conversion rate and low capital and operational cost.

The aim of this project is to develop a process and maintain control of the process to produce high purity biodiesel reaching a high conversion rate via transesterification, which is the reaction of sunflower oil with methyl alcohol by using a solid catalyst (CaO) into a single unit. Reactive distillation column performance depends on many parameters such as the reaction kinetics, the size of the separation and reaction zones, reflux ratio, feed low rates and feed points. The optimum operating parameters of the system will be determined using Aspen HYSYS software package for maximum column performance and high product yield.

Biodiesel production process by reactive distillation is a high degree nonlinear structure and multi-input and multi-output system. Because of this state, reactive distillation systems should be controlled. In this study, the feed flow rate will be used as a manipulated

variable to control of the reaction temperature and reboiler heat duty can be adjusted to control the temperature of the bottom product. Multiple input- multiple output (MIMO) Model Predictive Control (MPC) which is an effective control algorithm will be used to control the system.

Although the most Sunflower oil seed is produced in Turkey, there are no studies which are Sunflower seed oil as a raw material for the production of biodiesel from sunflower oil, in a reactive distillation in the literature. In this study, the gap of this field will be filled in the literature. Compared to the literature about the design of the reactive distillation column, this study will be the original. It is also original that there are no experimental control studies to produce of biodiesel by the reactive distillation in the literature.

**Key Words:** Reactive distillation, biodiesel, simulation, MPC

## **II. Amaç ve Kapsam**

Tepkimeli damıtma, hem endüstriyel hem de bilimsel alanda gün geçikçe daha çok ilgi uyandırmaktadır. Esterler kimya sektöründe geniş kullanım alanına sahiptirler. Hammadde olarak çeşitli proseslerde kullanılmaktadır. Etil asetat ve metil asetat geniş kullanım alanına sahip ve endüstriyel önem taşıyan esterlerin başında gelmektedir. Esterleşme reaksiyonları dengenin sınırladığı reaksiyonlardır ve reaksiyon sonrasında bir dizi ayırmaya işlemeye tabi tutulmaları gerekmektedir. Tepkimeli damıtma bu problemi ortadan kaldırmaktadır. Kimyasal reaksiyonun ve ayırmaya işleminin tek bir birimde toplanması dengeyi ürünler yönüne kaydırarak dönüşmeyi ve ürün seçimi liliğini artırmaktadır. Bir cihazda reaksiyon ve damıtmanın birlikte entegrasyonu, esterleşme ve eterleşeme gibi özellikle denge sınırlamalı reaksiyonlarda önemli ekonomik avantajlar sağlamaktadır. Diğer bir avantajı ekzotermik reaksiyonlu prosesler için reaksiyon ısısı sıvı bileşenlerin buharlaştırılması için kullanıldığından ilave bir ısiya gereksinim duyulmadığı için enerji tasarrufu sağlamaktadır. Bazı durumlarda tepkimeli damıtma azeotropik karışımının ayrılması veya meta ve para ksilen gibi kaynama noktası yakın bileşenlerin ayrılmasında kullanılabilir.

Biyodizel, kolza (kanola), ayçiçek, soya, aspir gibi yağlı tohum bitkilerinden elde edilen bitkisel yağların veya hayvansal yağların bir katalizör eşliğinde kısa zincirli bir alkol ile (metanol veya etanol) reaksiyonu sonucunda açığa çıkan yenilenebilir bir enerji kaynağıdır. Dizel yakıtlar birçok alanda kullanılmakta ve ülke ekonomisinde önemli bir yer teşkil etmektedir. Petrolün her geçen gün azalması, petrol krizleri ve çevre bilincinin artması ile yenilenebilir enerji kaynaklarına olan ilgi artmıştır. Biyodizel petrol içermez; fakat saf olarak veya her oranda petrol kökenli dizelle karıştırılarak yakıt olarak kullanılabilen dizel motorları için alternatif bir yakıttır. Biyodizel, yağlı yapısı, yenilenebilir olması, biyobozunur olması, daha az yanmamış hidrokarbon, sülfür ve CO<sub>2</sub> emisyonu, daha düşük parlama noktası gibi özelliklerinden dolayı petrol kökenli dizel yakıta göre üstünlük göstermektedir [1].

Biyodizel üretim tepkimesi, dengenin sınırladığı bir tepkimedir. Burada tepkimenin yönü sadece ürünler tarafından olmayıp girdiler yönünde de olabilmektedir. Bu ise tepkimenin sonunda ayırmaya için de başka bir üniteye ihtiyaçlı doğurmaktadır. Tepkimeli damıtma Kimyasal reaksiyonun ve ayırmaya işleminin tek bir üitede gerçekleşmesi ile meydana gelir. Tepkimeli damıtma dengeyi ürünler yönüne kaydırıp dönüşümü ve ürün seçimi liliğini artırtarak yukarıda belirtilen dezavantajlı durumu ortadan kaldırmaktadır [2]. Kimya sanayisinde damıtma en çok kullanılan ayırmaya işlemidir. İstenilen ayırmayı sağlamak

icin enerjiye ihtiyaç duyulmaktadır.Termodinamiğin 2. yasası da göz önüne alınırsa damıtma kulanılan enerji göz ardı edilemez. Kimya endüstrisinde bütün sıvıların %95 ini ayırmak için damıtma kulanılmakta, buda dünyadaki enerji tüketiminin %3 ünün damıtma kolonlarında harcandığını göstermektedir[3].Son zamanlarda kimya mühendisliğinde yeni proseslerin tasarımları yapılrken ‘*Process Intensification*’ olarak adlandırılan bir politika izlenilmektedir. Bu politika, kimya endüstrisinde daha küçük, daha temiz, yüksek enerji verimliliği olan, hızlı ürün değişikliğine elverişli, kompakt ve esnek üretim süreçleri geliştirmekten bahsetmektedir. Bütün bunlar göz önüne alındığında tepkimeli damıtma, yüksek dönüşüm, seçimlilik ve verim artışı, kulanılan katalizör miktarının, harcanan enerjinin, işletme maliyetinin ve sermaye yatırımının azaltılması gibi avantajlarıyla proses tasarımlarında son yıllarda izlenilen politikaya uygun olarak biyodizel üretimi için uygun bir proses olduğu ortadadır [4]. Bir prosesin kontrol edilebilirliği en az ekonomik avantajlar kadar önemlidir. Bu gibi proseslerde serbestlik derecesinin küçük olması reaksiyona girecek akımların doğru oranda beslenmesine dolayısıyla ürünlerdeki yüksek saflığa engel teşkil etmektedir. Dolayısıyla bu prosesin kontrolün daha çok önem kazanmaktadır[5]. Tepkimeli damıtma kolonunda biyodizel üretimi hakkında literatürde son yıllarda yapılan çeşitli çalışmalar bulunmaktadır. Matallana, L. G. et al. [6] Aspen Plus benzetimi yaparak oleik asit ve laurik asitten teorik olarak %98 saflıkta biyodizel üretimi yapmışlardır. E. Cossio-Vargas et al.[4] tek bir organik yağ asiti yerine birden çok yağ asidinden meydana gelen karışımının beslendiği tepkimeli damıtma kolonunda biyodizel üretim prosesinin benzetimini Aspen Plus programında yapmışlardır. I. Noshadi et al.[7] katı heteropoli asit kullanarak atık yemeklik yağılarından tepkimeli damıtma kolonunda biyodizel üretim prosesinde, toplam besleme akış hızı , besleme sıcaklığı, kazan ısısı ve metanol : yağ oranı parametrelerinin yanıt yüzey yöntemiyle (RSM) optimizasyonunu yapmışlardır. B.B.He et al. [8] tepkimeli damıtma kolonunda Kanola yağından biyodizel üretimi için kulanılan fazla alkol oranını azaltmak amaçlı deneysel çalışmalar yapmışlardır. Burada tepkimeli damıtma kolonunun üst ürününüde elde edilen metanol geri döngü olarak kolona beslenmiştir. Costin S. Bildea et al. [9] biyodizel üretiminin yapıldığı bir tepkimeli absorpsiyon kolonunda Aspen Plus paket programı kullanılarak yüksek ürün derişimini amaçlayan etkili bir kontrol yapısı elde etmek için çalışmışlardır. Çalışmalarında geri beslemeli PI kontrol konfigürasyonunu kullanmışlardır. Radu M. Ignata et al. [10] Aspen Plus benzetimi yapılarak bölme duvarlı (dividing- wall) tepkimeli damıtma kolonunda besleme akış hızındaki değişimeler ve katalizörün aktifliğinin azalması gibi endüstriyel sorunların üstesinden gelebilecek bir kontrol yapısı elde etmek için çalışmışlardır. Anton A. Kiss et al. [11] ürünlerini sürekli reaksiyon

bölgesinden uzaklaştırarak denge tepkimesini tamamen istenilen yöne kaydırın tepkimeli damıtma, tepkimeli ekstraksiyon, tepkimeli absorpsiyon ve membran reaktörleri gibi tepkimeli ayırmaya sistemlerini detaylı bir şekilde ele almış ve bunların kontrol çalışmalarını Aspen Plus paket programı kullanarak yapmışlardır. Xuejun Liu et al. [12] katı alkali katalizör olarak CaO kullanmışlar ve methanol : yağ oranı, tepkime sıcaklığı, katalizör kütle kesrinin dönüşüm etkileri araştırmışlardır. CaO katalizörünün 65 °C sıcaklıkta, % 95 dönüşüm oranıyla yüksek seçimlilik ve aktiflik özellikleriyle avantajlı olduğunu ancak tepkime süresinin uzun olduğunu ortaya koymuşlardır. Anton A. Kiss et al [13] tepkimeli damıtma için metal oksit katalizörlerini kullanarak Aspen Tech-Aspen One programı ile benzetim yapmışlar; niobik asit, sülfat zirkonyum, sülfat titanyum, sülfat kalay oksit katalizörleri bu proses için uygun ve avantajlı olduğunu bulmuşlardır.

Bu çalışmada, ayçiçeği tohumundan elde edilen bitkisel yağıdan, tek bir ünitede metil alkol ile katı katalizör ortamında trans esterleşme tepkimesi ile yüksek dönüşüm oranına ulaşarak yüksek saflikta biyodizel üretim prosesi geliştirmek ve kontrolünü sağlamak amaçlanmıştır. Laboratuar ölçekli bir tepkimeli damıtma kolonunda reaksiyon sıcaklığı reaksiyon bölgesindeki kalma süresini dolayısıyla dönüşüm oranını büyük oranda etkilemektedir. Dolayısıyla yukarıda belirtilen amaç doğrultusunda reaksiyon bölgesinin sıcaklığının kontrol altında tutulması hedeflerimizden biridir. Bu hedef doğrultusunda kazan sıcaklığının kontrolü için ayarlanabilen değişken olarak kazana verilen ısı miktarı kullanılmıştır.

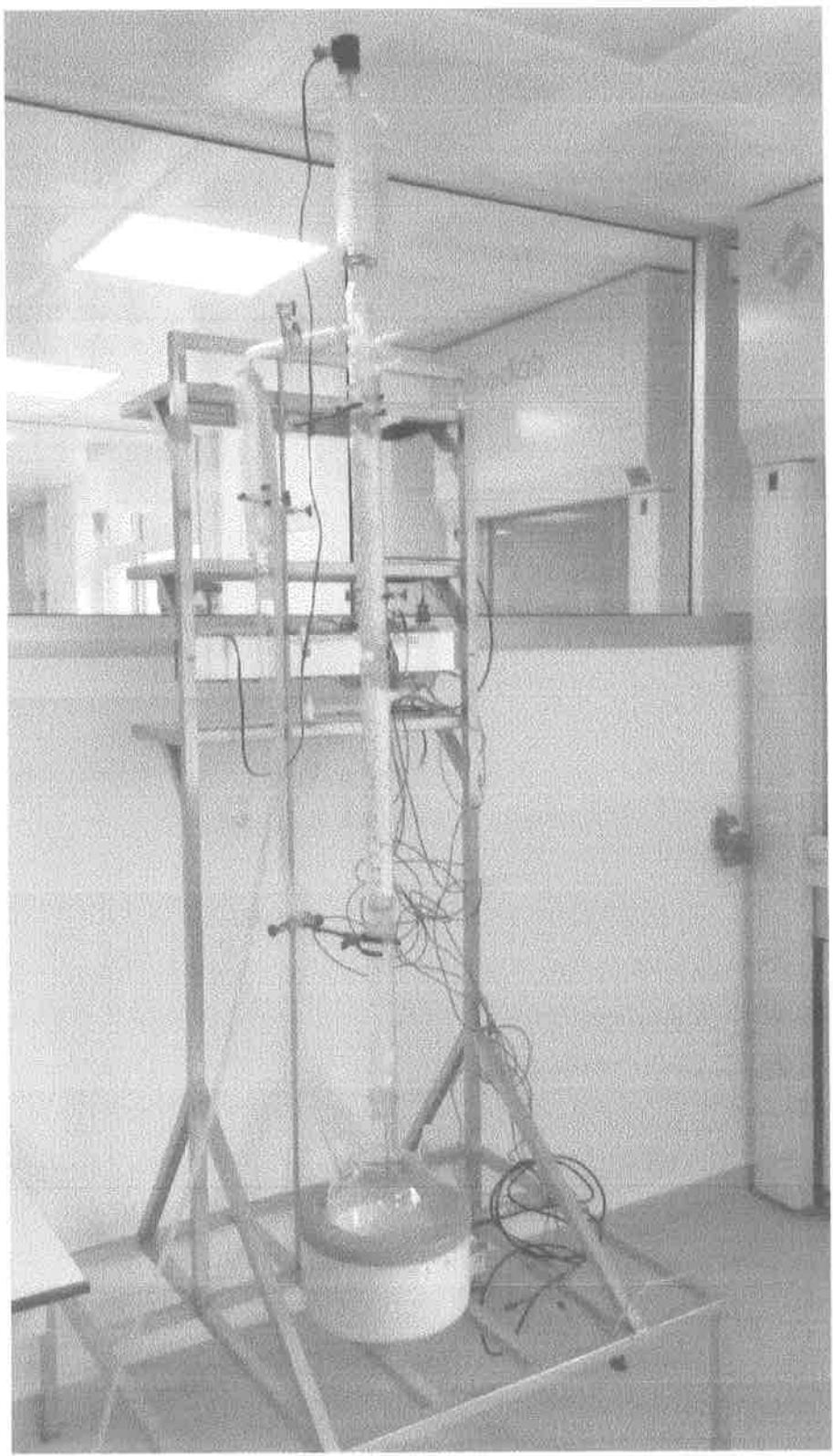
Tepkimeli damıtma kolonunun performansı, reaksiyon kinetiği, ayırmaya ve reaksiyon bölgelerinin boyutu, geri döngü oranı, besleme akış hızları ve besleme noktaları gibi birçok parametreye bağlıdır. Kolonun maksimum performansta çalışması ve yüksek ürün derişimi için optimum işletme parametrelerinin belirlenmesi amaçlanmıştır. Bu amaç doğrultusunda deneysel çalışmalarla başlamadan önce Aspen HYSYS paket programı kullanılarak önerilen prosesin yatkınlık hal ve dinamik benzetimleri yapılmıştır.

### **III. Materyal ve Yöntem**

Deneysel Şekil 1'de verilen laboratuar ölçekli camdan yapılmış bir dolgulu kolonda yapılmıştır. Sistem genel olarak yağ ve metanolu bir karıştırıcıya (ön ısıtma, ön reaktör) beslemek amacı ile iki tane besleme hattı, karıştırıcıdan çıkan akımı kolona beslemek için bir tane besleme hattı, kolonunun kaynatma kazanı, dolgulu kolon, yoğunlaştırıcı, kolonun altından çıkan ve ürün olarak aldığımız biyodizel ve gliserin toplama ünitesi, kolonun üstünden alınan fazla metanolün bir kısmını kolona geri göndermek ve bir kısmını da ürün olarak almak amacıyla bir geri akma oranı cihazı, ve üst ürün toplama hattından oluşmuştur.

Kolon tepkime ve sıyırmaya bölgesi olmak üzere iki bölüme ayrılmıştır. Beslemenin yapıldığı kolonunun üst bölümü 5 cm çapında ve 100 cm boyunda camdan yapılmış bir kolon ve içi CaO katalizörü ile doldurulmuş ve tepkime bu bölgede gerçekleşmiştir. Tepkime sonucu oluşan maddeleri birbirinden ayırmak amacıyla tepkime bölgesinin altında 50 cm boylarında ve içleri rashing halkalı dolgu maddeleri ile doldurularak sıyırmaya bölgesi kurulmuştur. Sistemde 4 L hacminde cam balon kazan olarak kullanılmıştır. Cam balon içindeki çözeltiyi kaynatma işlemi için bir balon ısıtıcısı vardır. Kolonun reaksiyon ve sıyırmaya bölgelerindeki sıcaklıklarını ölçmek için 2 tane; alt ve üst ürün sıcaklıklarını ölçmek için de iki olmak üzere toplam 4 adet ısil çift kullanılmıştır. Bu sıcaklık değerleri okunarak on-line olarak bilgisayara kontrol modülleri ile aktarılmıştır. Ayrıca geri akma oranını ve kazana verilen ısı yükünü bilgisayardan ayarlanması amacıyla kontrol modülleri kullanılmıştır. Bu modüller, bilgisayara bağlanarak sistem ile bilgisayar arasındaki veri alış verişleri, MATLAB ortamında yazılan program ile sağlanmıştır. Ayrıca görsel olarak da prosesin işleyişini Matlab Simulink ortamında da yapılmıştır. Tepkimeli damıtma alt ürün sıcaklığıının kontrolü için kazan sıcaklığı kullanılmıştır. Bunun için ayarlanabilir değişken olarak kazana verilen ısı değeri seçilmiştir. Bilgisayardan balon ısıtıcısına verilen ısıyı ayarlamak amacıyla proses kontrol ünitesinde Triac Kontrol Modül'ü kullanılmıştır. Böylece ısıtma gücü otomatik olarak ayarlanmıştır. Ayrıca otomatik olarak geri akma oranının bilgisayardan ayarlanabilmesi için proses kontrol ünitesinde Geri Beslemeli Kontrol Ünitesi de yer almıştır. Yukarıda bahsedilen tüm on-line işlemler için Bilgisayar on-line kontrol edici olarak sisteme bağlanmıştır. Deneysel çalışmalara başlamadan önce Aspen HYSYS paket programı kullanılarak

önerilen prosesin yatışkin hal ve dinamik benzetimleri yapılmıştır. Böylece sistemin yatışkin koşul optimum işletim parametreleri bulunmuştur. Bu işletim parametreleri yatışkin koşul deneysel çalışmaları için kullanılmıştır. Daha sonra deneysel çalışmalar dinamik ve kontrol deneyleri temelinde sürdürülmüştür. Tepkimeli dolgulu damıtma kolonunun alt ürün sıcaklığının kontrolü model öngörülu kontrol yöntemi ile gerçekleştirılmıştır Deneysel çalışmalarda ürünlerdeki maddelerin derişimleri FITIR 'de analiz edilmiştir.



Şekil 1. Deney sistemi

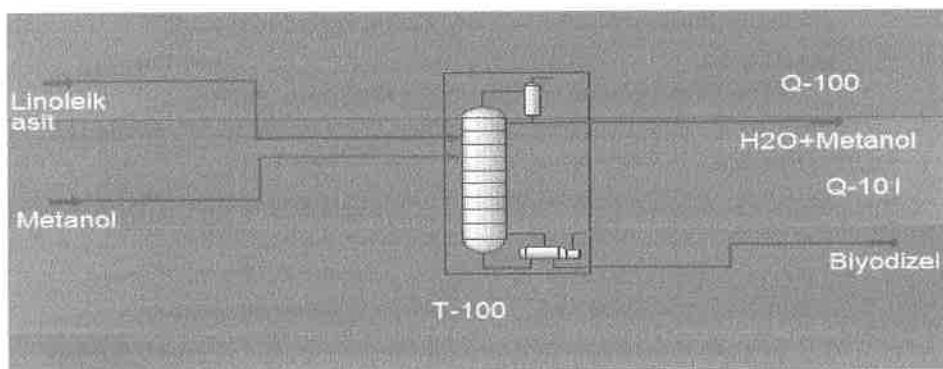
#### IV. Analiz ve Bulgular

#### V. Sonuç ve Öneriler

##### Tepkimeli Damıtma Kolonunda Biyodizel Üretiminin Aspen HYSYS Benzetimi

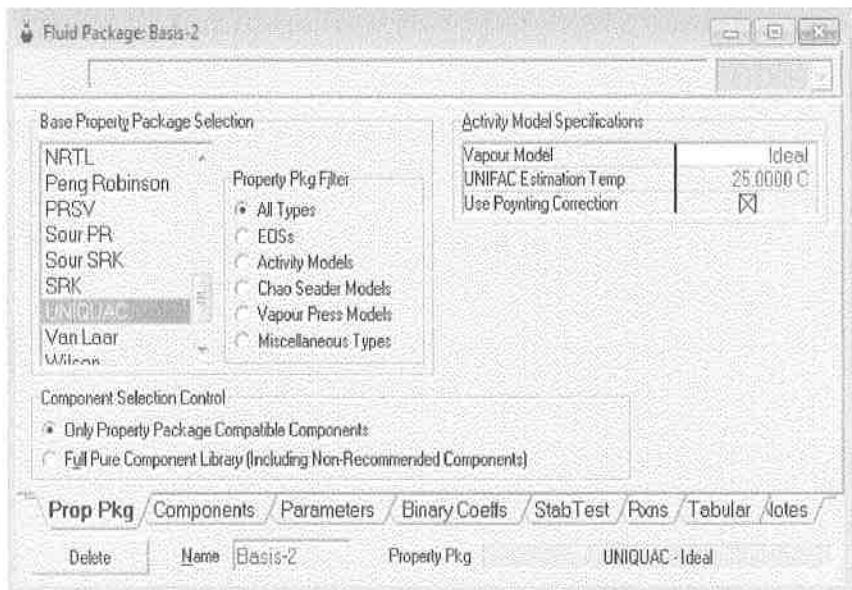
Biyodizel üretiminin benzetimi Aspen HYSYS programı [14] yardımıyla yapılmıştır.

Şekil 2'de çizilen proses akım diyagramı görülmektedir.

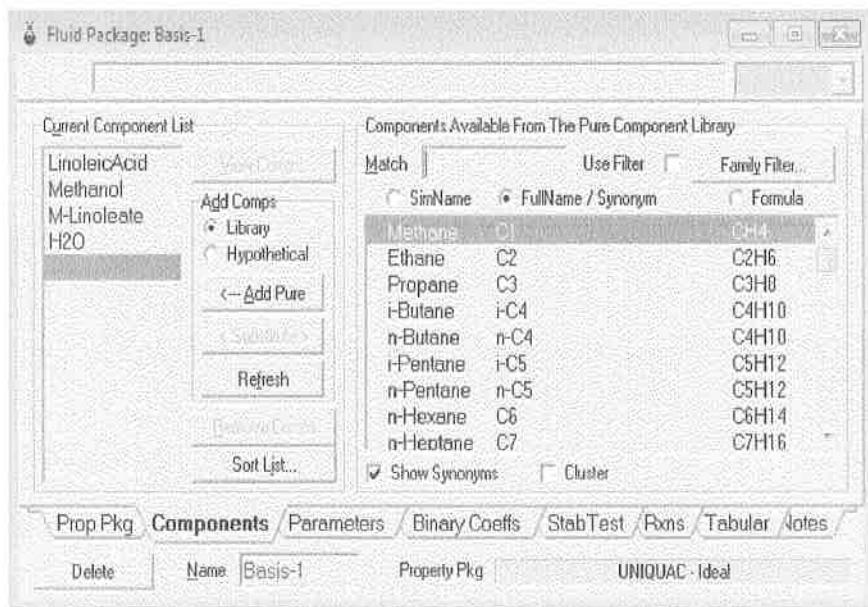


Şekil 2. Biyodizel üretimi için Aspen HYSYS programında oluşturulan proses akım diyagramı.

Sistemin benzetimi yapılırken ilk olarak sistemin termodinamik modeli UNIQUAC ve sonra bileşenler seçilir. Bu aşamalar sırasıyla Şekil 2 ve Şekil 3'de gösterilmiştir.

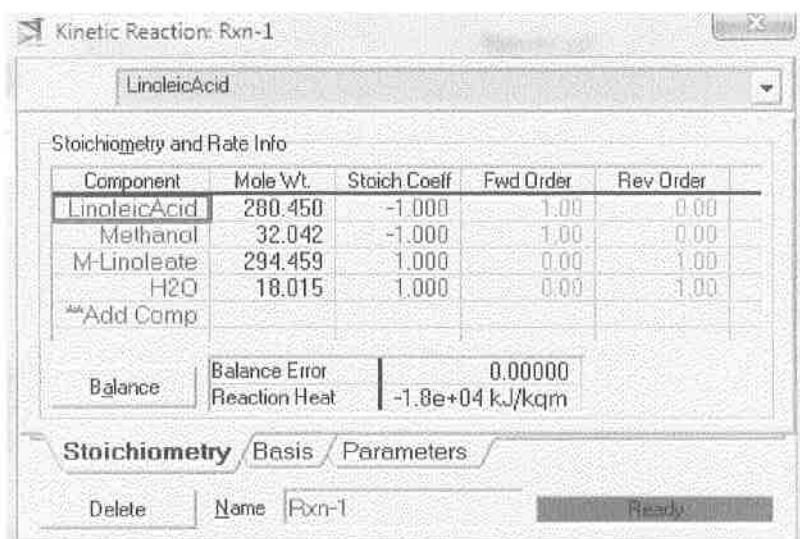
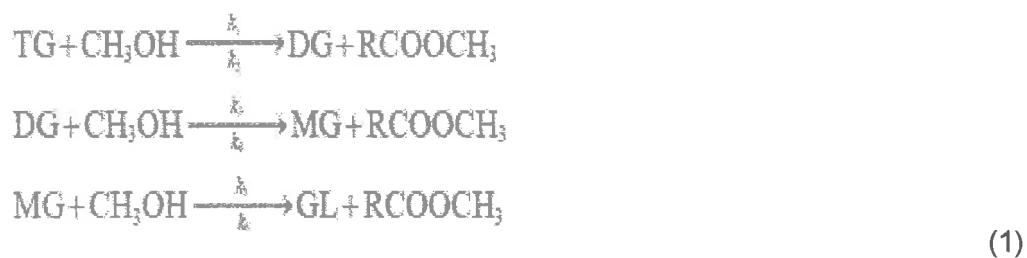


Şekil 3. Termodinamik model seçimi

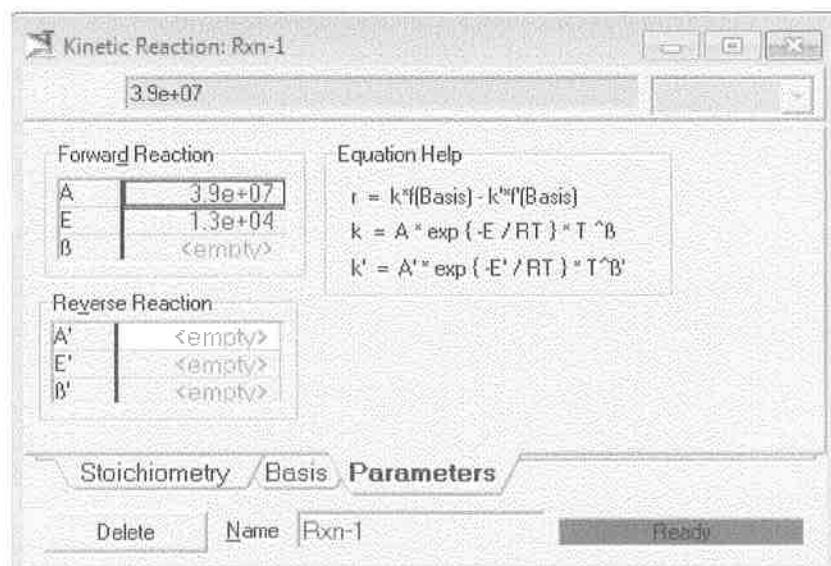


Şekil 4. Bileşenlerin seçimi

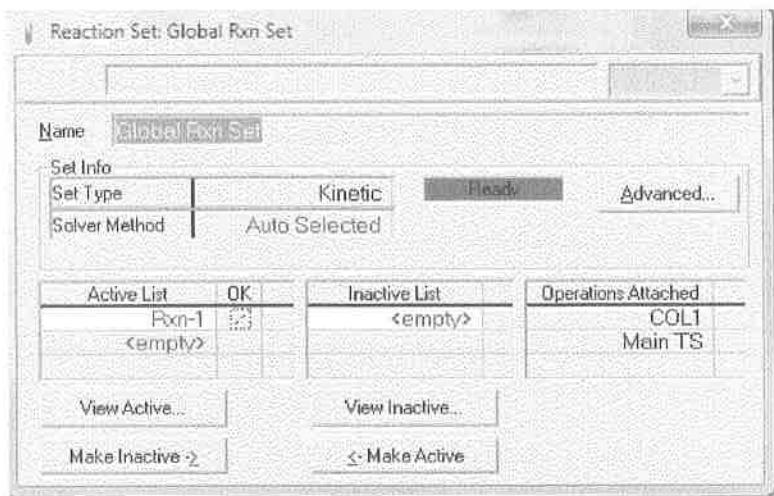
Bu işlemler yapıldıktan sonra sisteme reaksiyon Şekil 4, 5 ve 6'da olduğu gibi tanımlanır. Reaksiyonun kinetik verileri  $A=3.9 \times 10^7 \text{ L}/(\text{mol} \cdot \text{s})$  ve  $E_a=13145 \text{ cal/mol}$  olarak yazılır [2]. Uygulanan reaksiyon ile çalışma sırasında uygulanan reaksiyonlar birbirinden farklıdır ve bunlar Eşitlik 1 ve 2'de verilmiştir [2].



Şekil 4. Sisteme reaksiyonun girilmesi



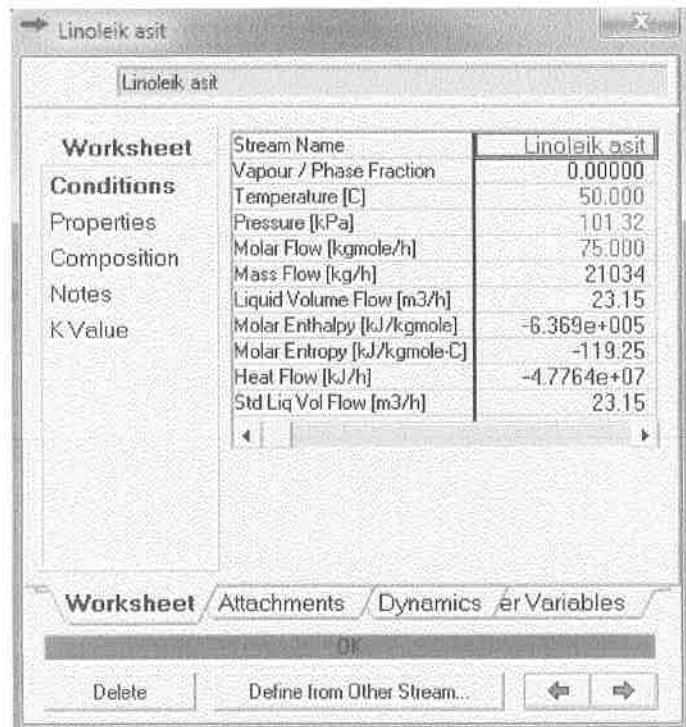
Şekil 6. Reaksiyonun kinetik verilerinin girilmesi



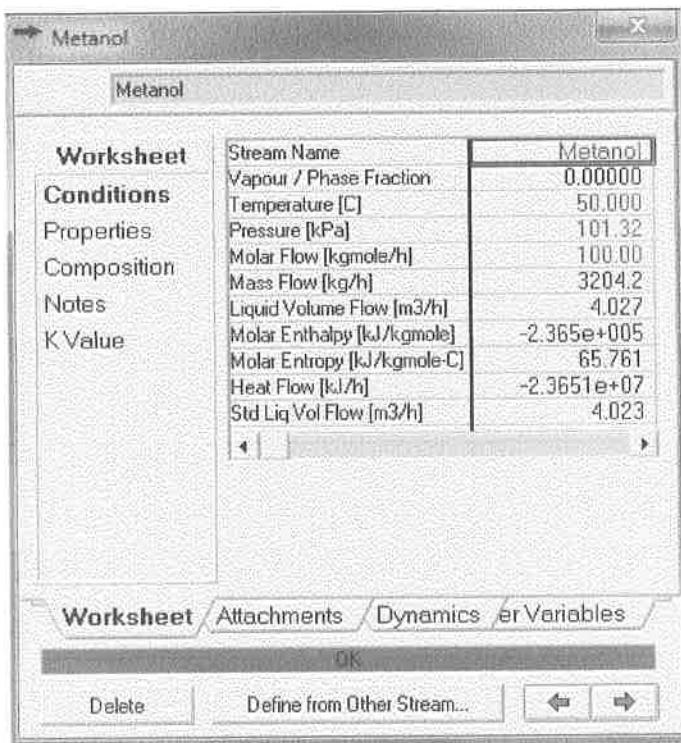
Şekil 7. Reaksiyonun aktive edilmesi

Reaksiyon aktive edildikten sonra sistemin akış diyagramı çizilir ve akım özelliklerini

Şekil 7 ve 8'de olduğu gibi girilir.

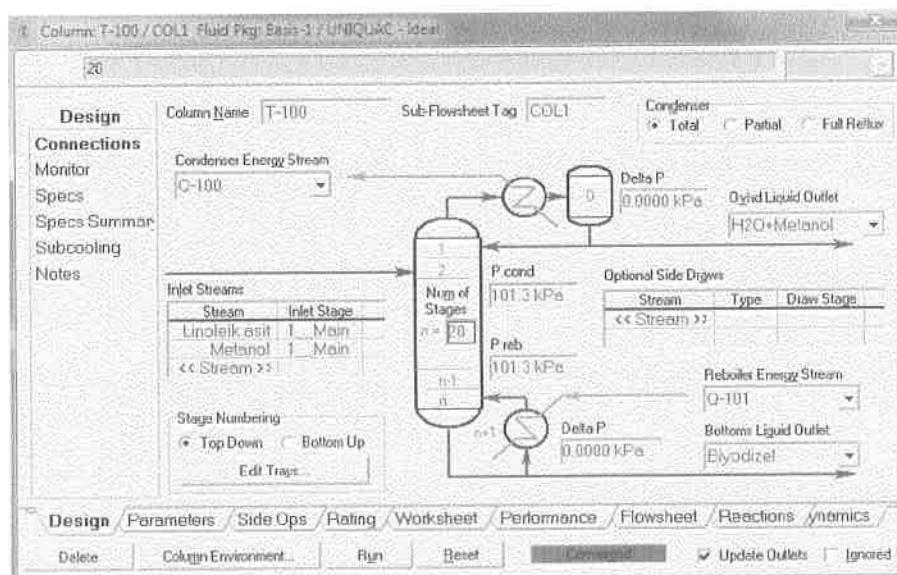


Şekil 8. Linoleik asit akımının özelliklerinin girilmesi

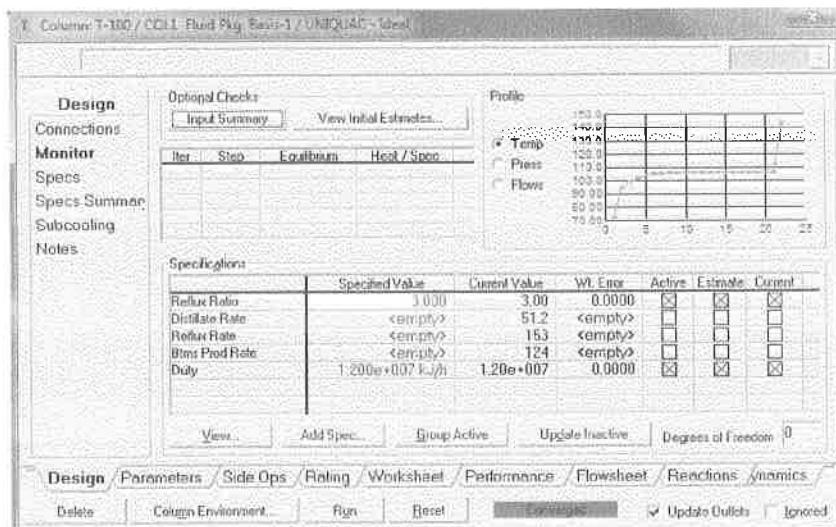


Şekil 9. Metanol akımının özelliklerinin girilmesi

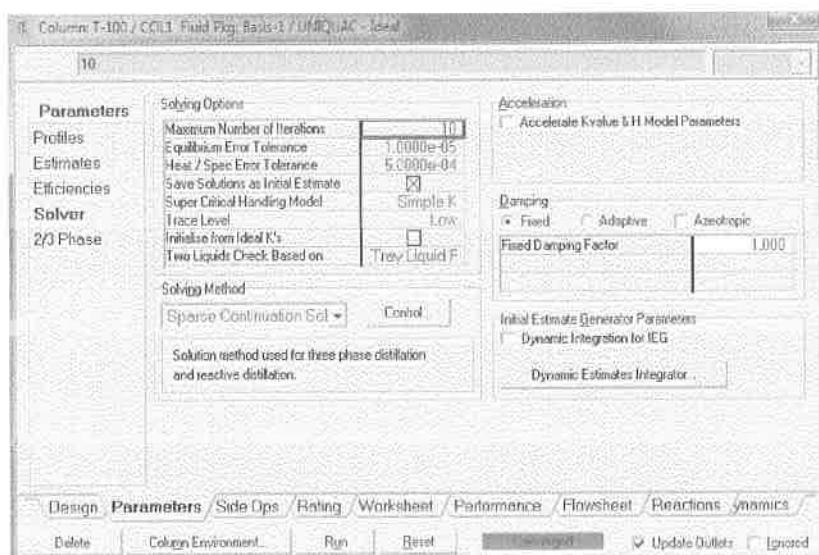
Akımların özellikleri girildikten sonra tepkimeli damıtma kolonunun özellikleri Şekil 9, 10 ve 11'de gösterildiği gibi girilir. Daha sonra Şekil 12'da olduğu gibi kolona reaksiyon tanıtılır.



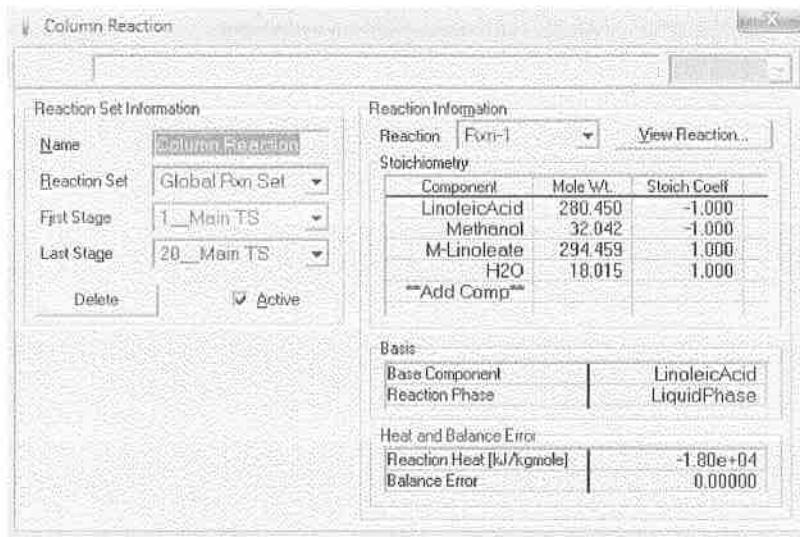
Şekil 10. Tepkimeli damıtma kolonunun özellikleri



Şekil 11. Tepkimeli damıtma kolonunda kazana verilen ısının girilmesi



Şekil 12. Tepkimeli damıtma kolonu sayısal metodunun seçilmesi



Şekil 13. Tepkimeli damıtma kolonuna reaksiyonun tanıtılması

Biyodizel üretiminin benzetimi için Aspen HYSYS programı ile yukarıdaki özellikler girildikten sonra program çalıştırılmıştır. Benzetim sonucu programdan alınan çıktılar Şekil 14 ve Şekil 15'de gösterilmiştir.

The screenshot shows the 'Worksheet' tab of the Column T-100 properties. The table displays the following data across four columns (1 @ COL1, 2 @ COL1, 3 @ COL1, 4 @ COL1):

	1 @ COL1	2 @ COL1	3 @ COL1	4 @ COL1
Name				
Vapour	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Temperature [C]	50.00	50.00	72.74	143.1
Pressure [kPa]	101.3	101.3	101.3	101.3
Molar Flow [kgmole/h]	75.00	100.0	51.16	123.8
Mass Flow [kg/h]	2.103e+004	3204	1272	2.296e+004
Liq/Vol Flow [m <sup>3</sup> /h]	23.15	4027	1.479	25.73
Molar Enthalpy [kJ/kgmole]	-6.363e+005	-2.365e+005	-2.581e+005	-4.206e+005
Molar Entropy [kJ/kgmol]	-119.3	65.76	54.53	329.7
Heat Flow [kJ/h]	-4.776e+007	-2.365e+007	-1.320e+007	-5.209e+007

Below the table are tabs for Design, Parameters, Side Ops, Rating, Worksheet (highlighted in blue), Performance, Flowsheet, Reactions, Dynamics, and a toolbar with buttons for Delete, Column Environment..., Run, Reset, Save, and Update Outlets.

Şekil 14. Benzetim sonuçları

E: Column: T-100 / COI.1\_Fluid Pkg: Basic-1 / UNIQUAC - Ideal

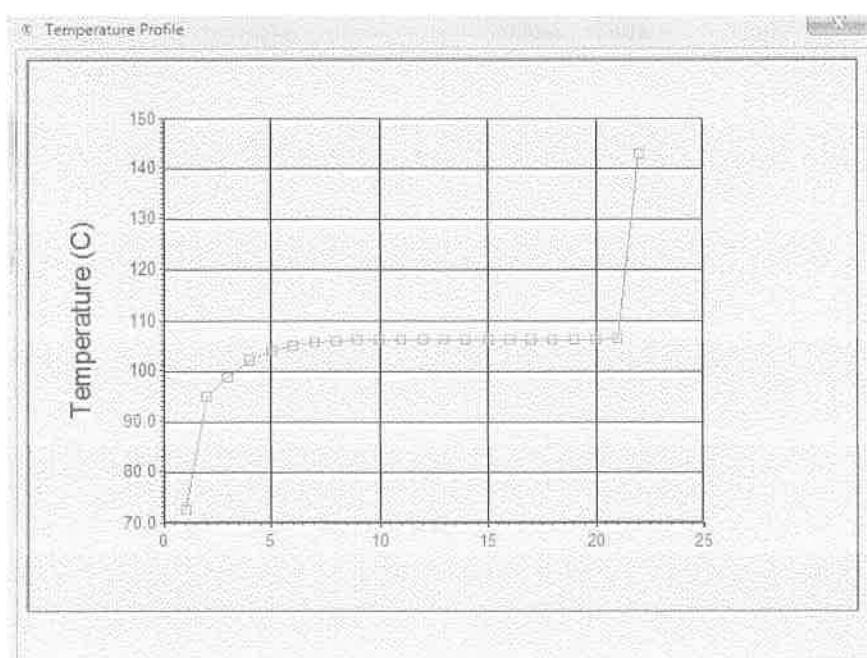
Worksheet		1	2	3	4
Conditions	LinoleicAcid	1.0000	0.0000	0.0000	0.0000
Properties	Methanol	0.0000	1.0000	0.4887	0.0000
Compositions	M-Linoleate	0.0000	0.0000	0.0000	0.6056
PF Specs	H2O	0.0000	0.0000	0.5113	0.3944

Design / Parameters / Side Ops / Rating / **Worksheet** / Performance / Flowsheet / Reactions / Dynamics /

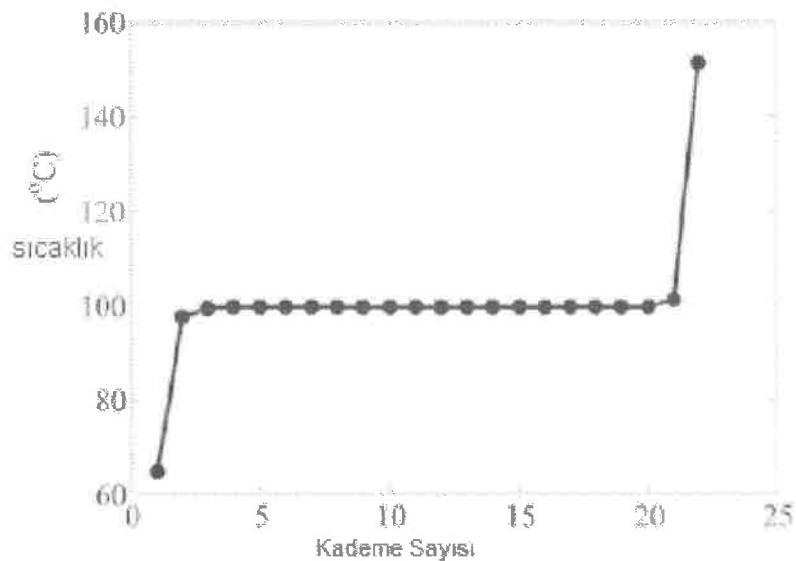
Delete    Column Environment    Run    Reset    Download     Update Outlets     Ignored

Şekil 15. Benzetim sonuçları

Program çıktıları olarak alınan sıcaklık-kademe grafiğinin literatürdeki sonuçlarla uyumu gözlenmiştir [2]. Bu grafikler Şekil 16 ve Şekil 17'de verilmiştir.

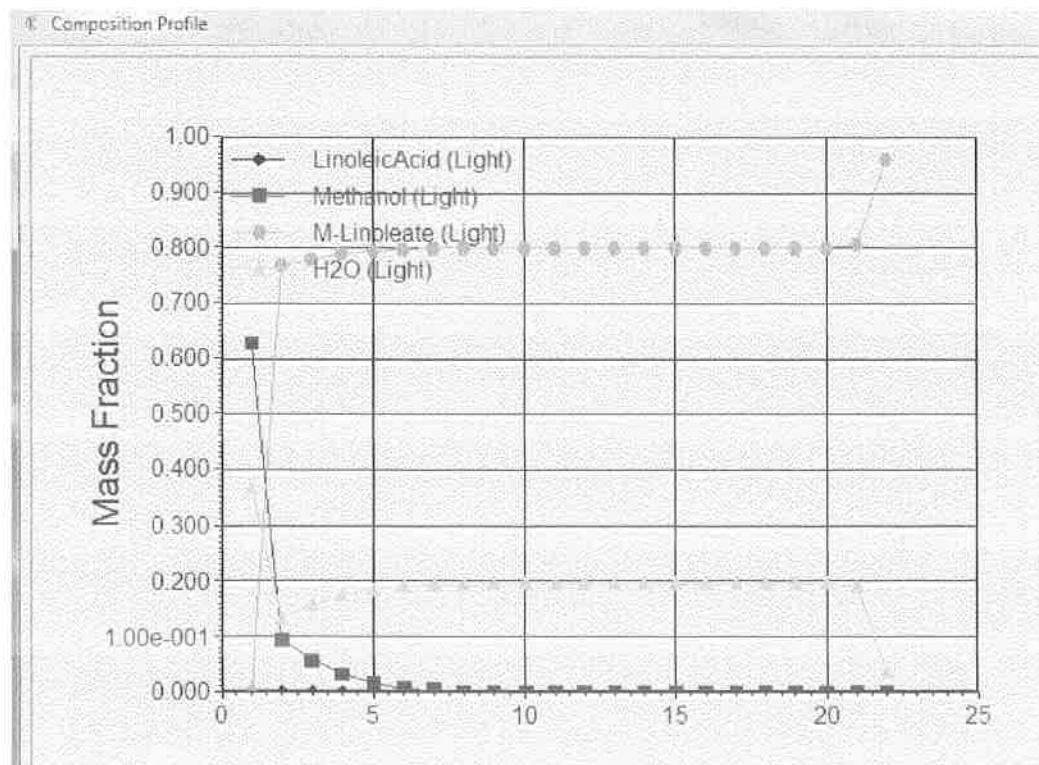


Şekil 16. Sistem çıktıları olarak alınan kademe sayısına karşı sıcaklık grafiği

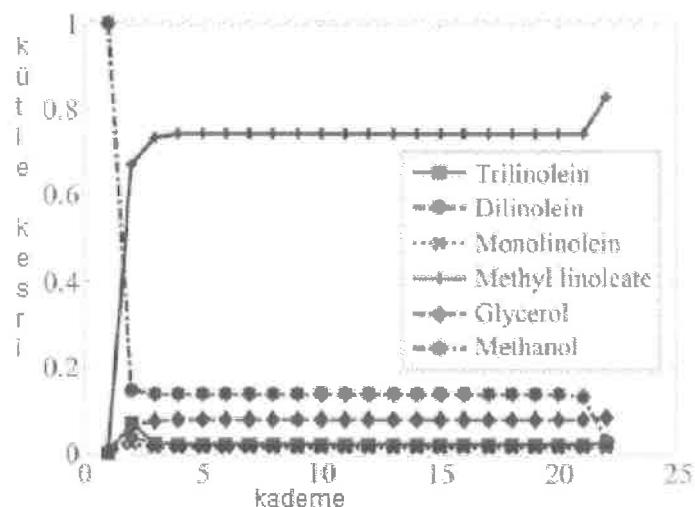


Şekil 17. Literatürden elde edilen kademe sayısına karşı sıcaklık grafiği [2]

Sıcaklık-kademe grafiği uyumu olmasına rağmen bileşim-kademe grafiğinin literatür sonuçlarına uymadığı görülmektedir. Bunun sebebinin makalede kullanılan trilinolein yerine linoleik asit olduğu düşünülmektedir. Apsen HYSYS programında tanımlı olarak trilinolein bulunmadığı için bunun yerine linoleik asit kullanılmıştır. Sistem çıktısı olarak alınan ve literatürde bulunan bileşim-kademe grafikleri Şekil 18 ve 19'da verilmiştir.



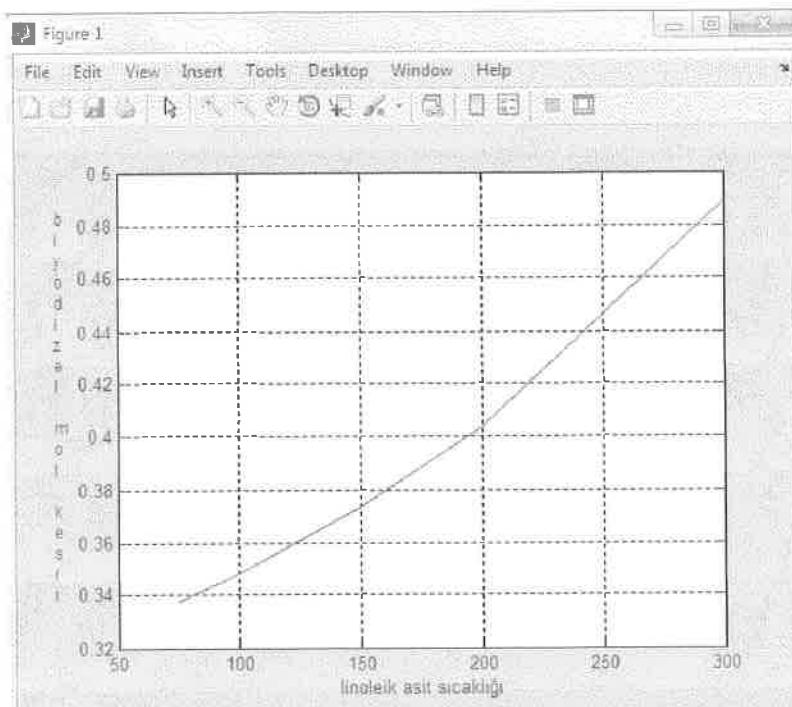
Şekil 18. Sistem çıktısı olarak alınan bileşim-kademe grafiği



Şekil 19. Literatürden elde edilen bileşim-kademe grafiği [2]

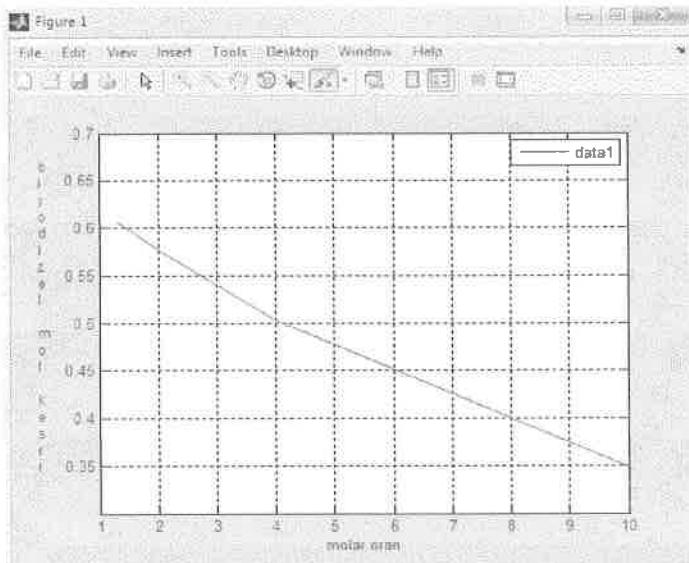
Elde edilen sıcaklık verileriyle literatürdeki sıcaklık verilerinin uyum halindeyken kütle kesi verilerinde farklılıklar olduğu görülmüştür. Bunun sebebi olarak ise gerçekleştirilen çalışmanın literatürden farklı koşullar altında gerçekleştirilmiş olması düşünülmektedir.

Çalışma esnasında molar oranın 2:1 kazana verilen ısının  $1.2 \times 10^6$  kj/h olduğu durumlarda linoleik asit besleme sıcaklığının etkisi incelenmiştir ve Şekil 20'de görüldüğü gibi sıcaklık arttıkça ürün içerisindeki biyodizel mol kesri artmıştır.



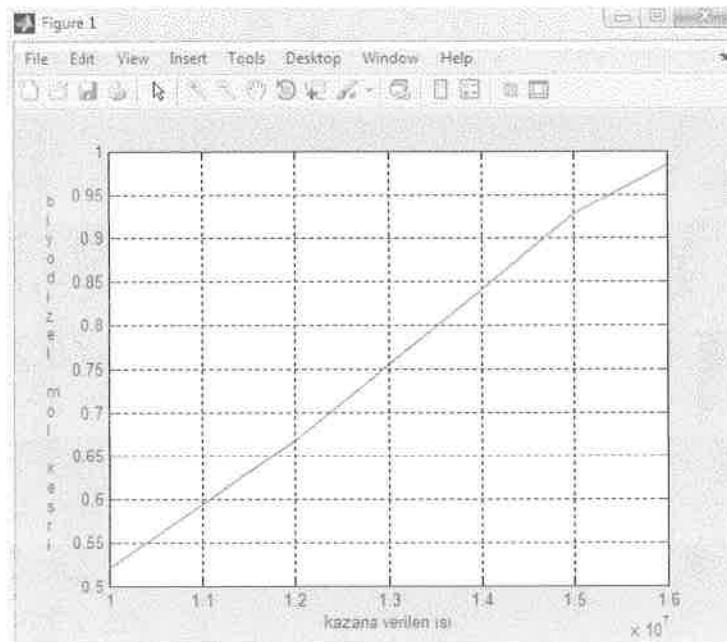
Şekil 20. Sıcaklığın etkisinin incelenmesi

Çalışmada molar oranın etkisini araştırmak amacıyla sıcaklığın 50°C, kazana verilen ısının  $1.2 \times 10^6$  kj/h olduğu durumda sonuçlar alınmıştır ve Şekil 21'de gösterilmiştir. Grafiğe bakıldığında alkol/yağ oranının arttırılmasının ürün içerisindeki biyodizel miktarına azaltıcı etkide bulunduğu sonucuna varılmıştır.



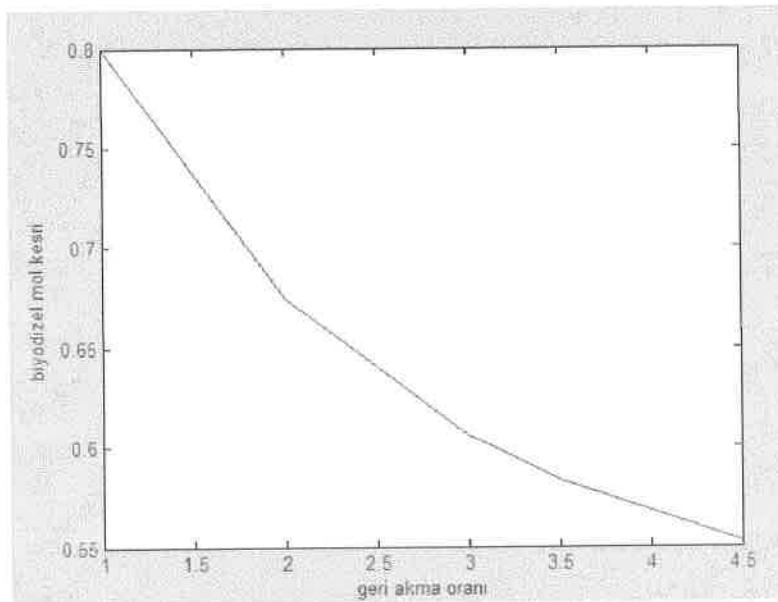
Şekil 21. Molar oranın etkisi

Kazana verilen ısı değeri değiştirilerek yapılan çalışma 2:1 molar oran, yağ sıcaklığı 200°C metanol sıcaklığı 50°C olduğu durumlarda yapılmıştır ve Şekil 22'daki sonuç elde edilmiştir. Bu grafiğe bakarak kazana verilen ısının artırılmasıyla üründeki biyodizel mol kesrinin arttığı görülmektedir.



Şekil 22. Kazana verilen ısının etkisi

Besleme sıcaklığının  $50^{\circ}\text{C}$ , yağ akış hızının  $75 \text{ kmol/h}$ , metanol akış hızının  $100 \text{ kmol/h}$ , kazana verilen ısının  $1.2 \times 10^7 \text{ kJ/h}$  olduğu koşullarda geri akma oranının etkisi incelendiğinde, Şekil 23'de gösterildiği gibi geri akma oranının artırılmasının ürün içerisindeki biyodizel kütle kesri üzerinde olumsuz bir etkiye neden olduğu görülmüştür.

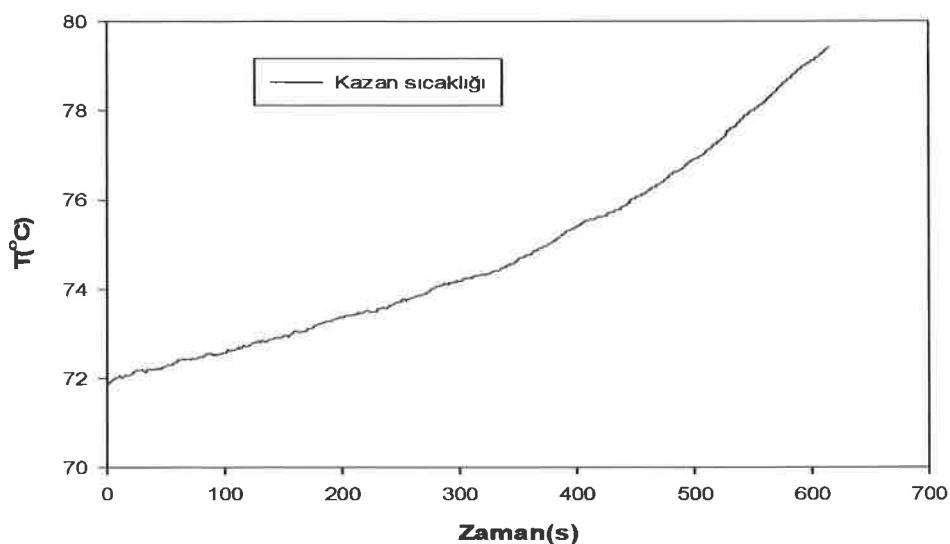


Şekil 23. Geri akma oranının etkisi

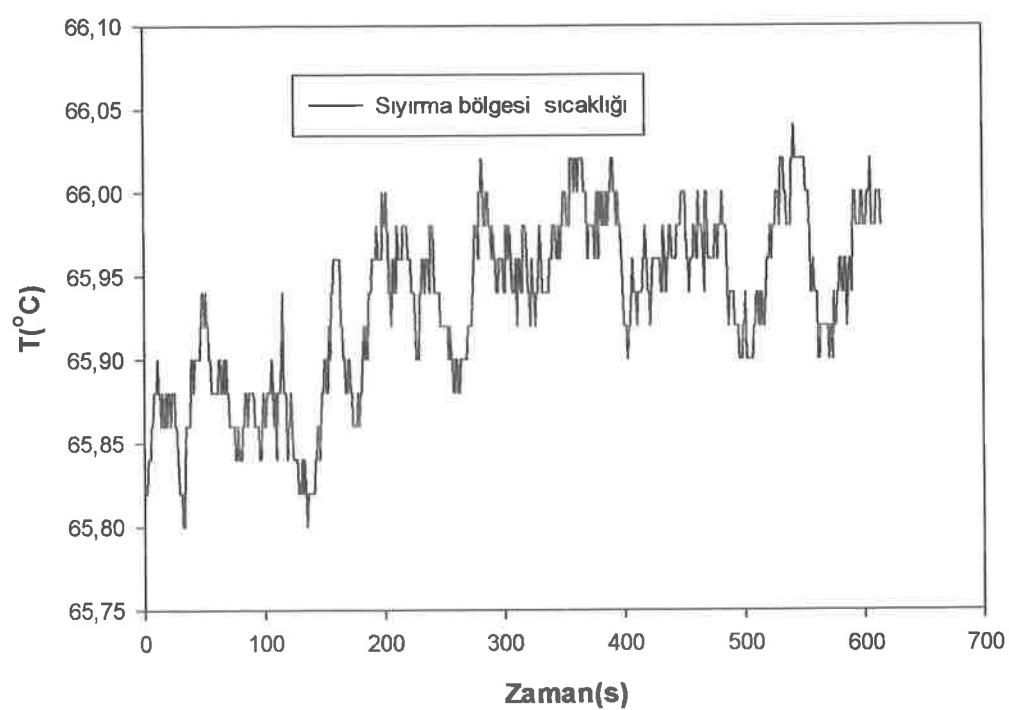
Çalışmalar boyucunda, m-linoleat (biyodizel) üretimi için, literatüre paralel olarak gidilmeye çalışılmış, ancak literatürde yapılan benzetim programının farklı olması, üretim prosesinin birbirine bağlı üç reaksiyon içermesi, kullanılan kolonların özelliklerinin farklı olması gibi çeşitli nedenlerden dolayı, Aspen HYSYS'le yapılan tepkimeli damıtma kolonunda biyodizel üretiminde, kütle kesri literatür araştırmasıyla aynı çıkmamıştır. Maksimum dönüşüm oranı elde etmek için yapılan spesifikasyon değişikleriyle, kütlece %99.52 bileşimli m-linoleat elde edilmiştir.

## DENEYSEL SONUÇLARI

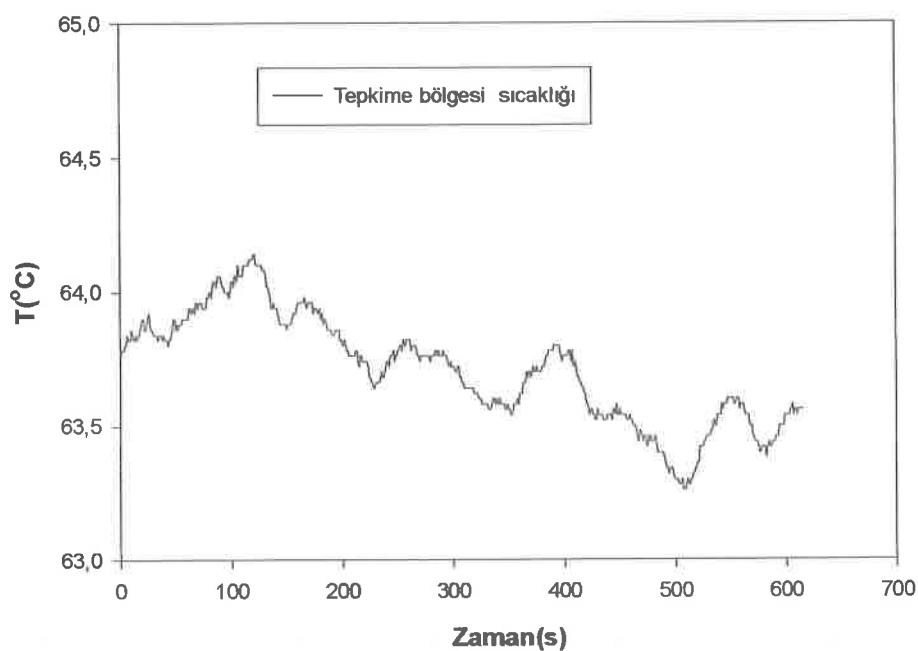
Deneysel çalışmalar Şekil 1'de verilen pilot ölçekli tepkime damıtma kolonunda yapılmıştır. Benzetim çalışmalarından elde edilen yatkın hal işletim parametreler olarak besleme molar oranı  $MOH/Yağ=6/1$ , kazana verilen ısı yükü 560 W ve geri akma oranı 3 seçilerek deneylere başlanmıştır. Deney sisteminde kazan sıcaklığı, sıyırmalı bölgesi sıcaklığı ve tepkime bölgesi sıcaklıklarını ölçülmüştür. Bu koşullarda elde edilen sonuçlar Şekil 24-26 'da verilmiştir. Şekillerden de görüldüğü gibi sıcaklıklarda yatkın-hal elde edilememiştir. Bunu sebebi tepkime ve ayırmadan aynı zamanda gerçekleşmiş olması ve devam eden bir süreç olduğundan sıcaklıklar sabit hale gelememiştir.



Şekil 24 Kazan sıcaklığının zamanla değişimi

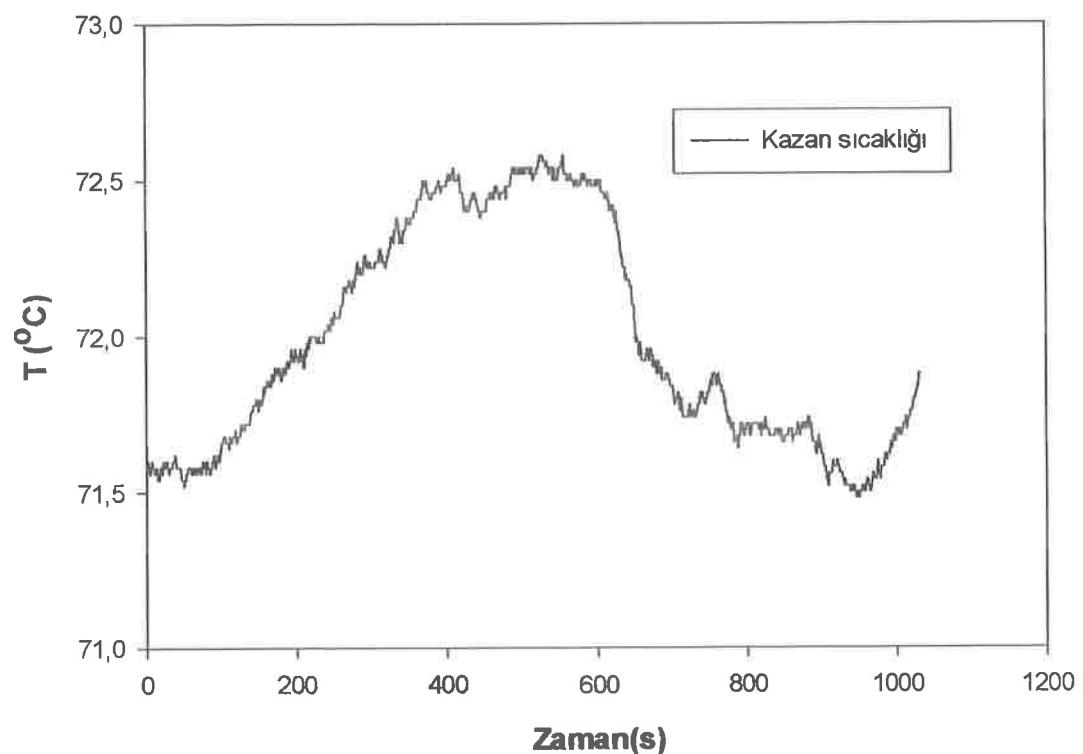


Şekil 25 Kolon siyırma bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

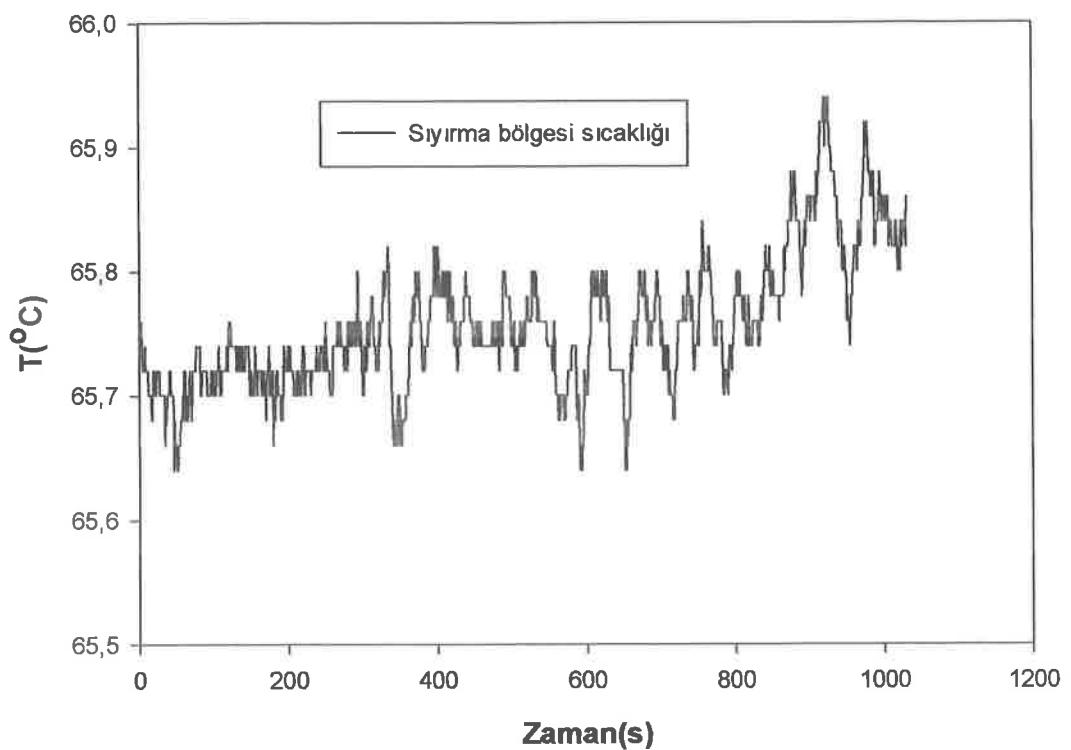


Şekil 26 Kolon tepkime bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

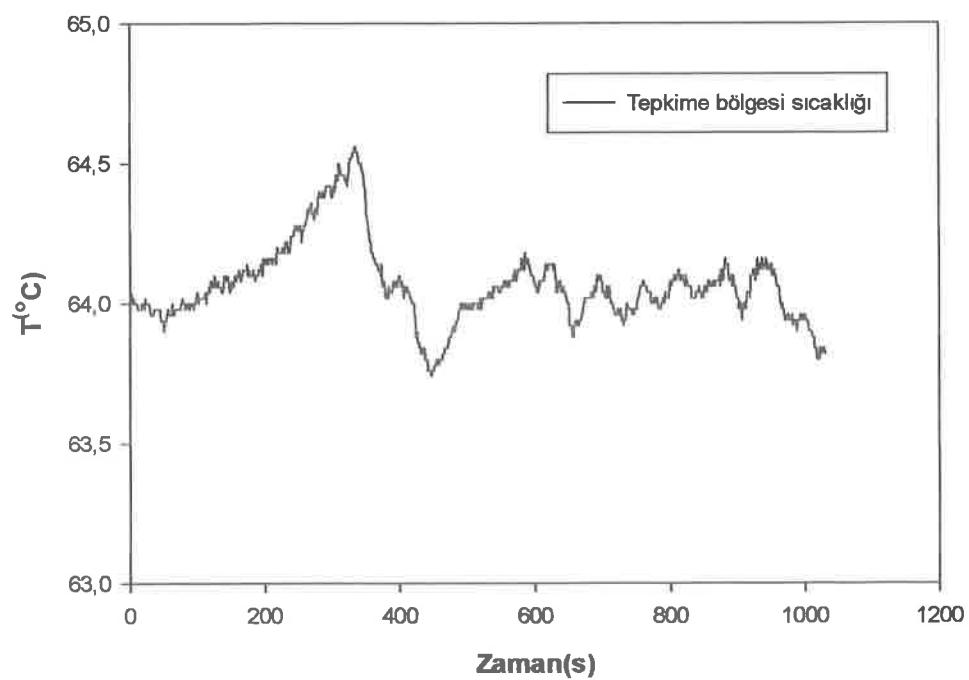
İşletim parametrelerinden kazana verilen Q ısısının etkisini görmek amacıyla değişik Q değerlerinde deneye devam edilmiştir. Metanol ve ayçıceği yağı besleme akış hızları 4 ml/dak (MOH/Yağ molar oran: 6/1), Q ısısı 320 W, besleme yağ sıcaklığı 32°C olarak ayarlanarak yapılan deney sonucunda elde edilen sıcaklık verileri Şekil 27-29'de verilmiştir.



Şekil 27 Kazan sıcaklığının zamanla değişimi

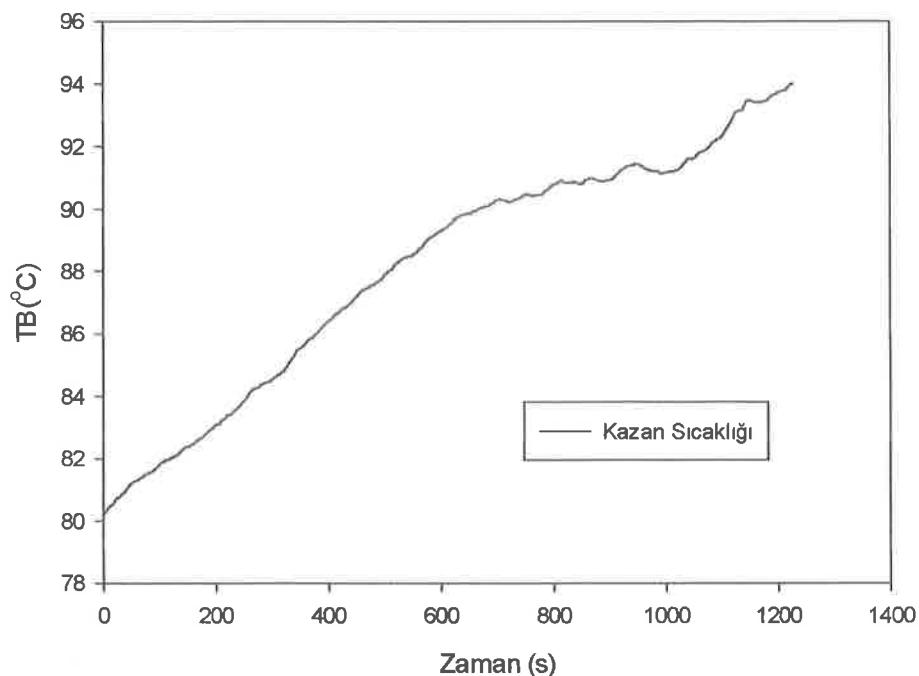


Şekil 28 Kolon siyırma bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

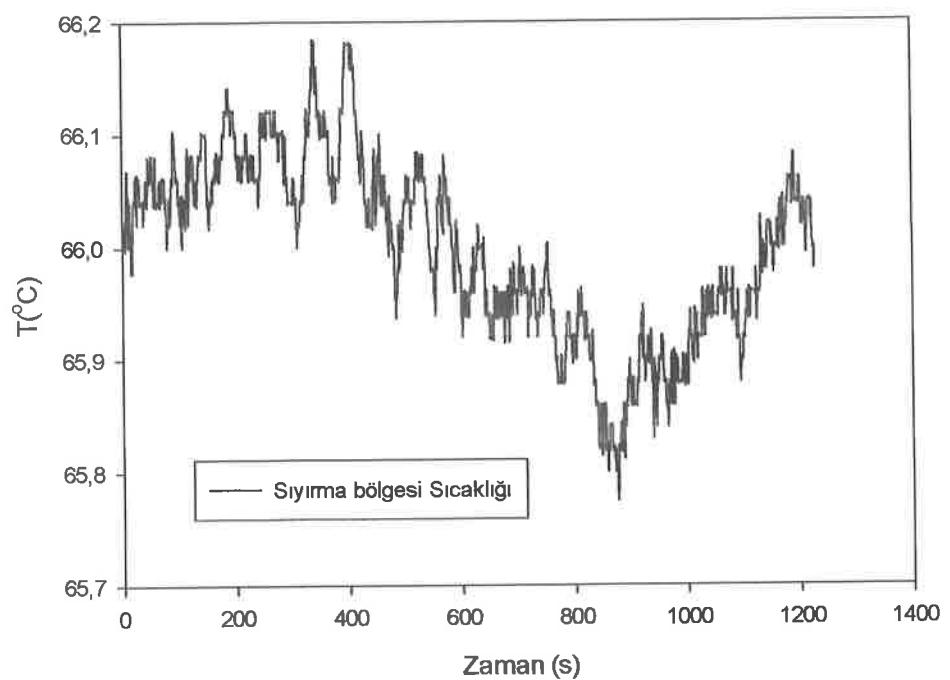


Şekil 29 Kolon tepkime bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

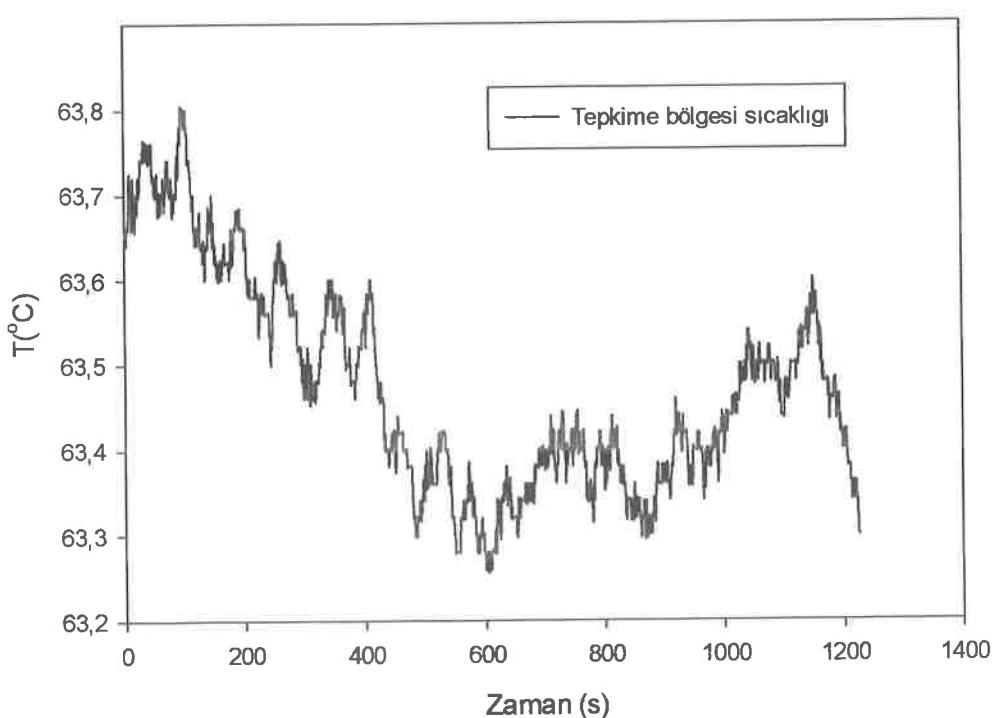
Düzenleme koşulları aynı kalmak üzere  $Q$  ısısına pozitif kademe etkisi verilerek kolon sıcaklıklarının üzerindeki etkisi incelenmiştir. Burada yapılan deneysel çalışmada  $Q$  ıısı  $630\text{ W}$  değerine çıkarılmıştır. Bu durumda elde edilen sonuçlar Şekil 30-32'de verilmiştir. Şekillerde de görüldüğü gibi özellikle kazan sıcaklığında büyük artışa sebep olmuştur. Sıırma ve tepkime bölgelerinde fazla bir değişim olmamıştır.



Şekil 30 Kazan sıcaklığının zamanla değişimi

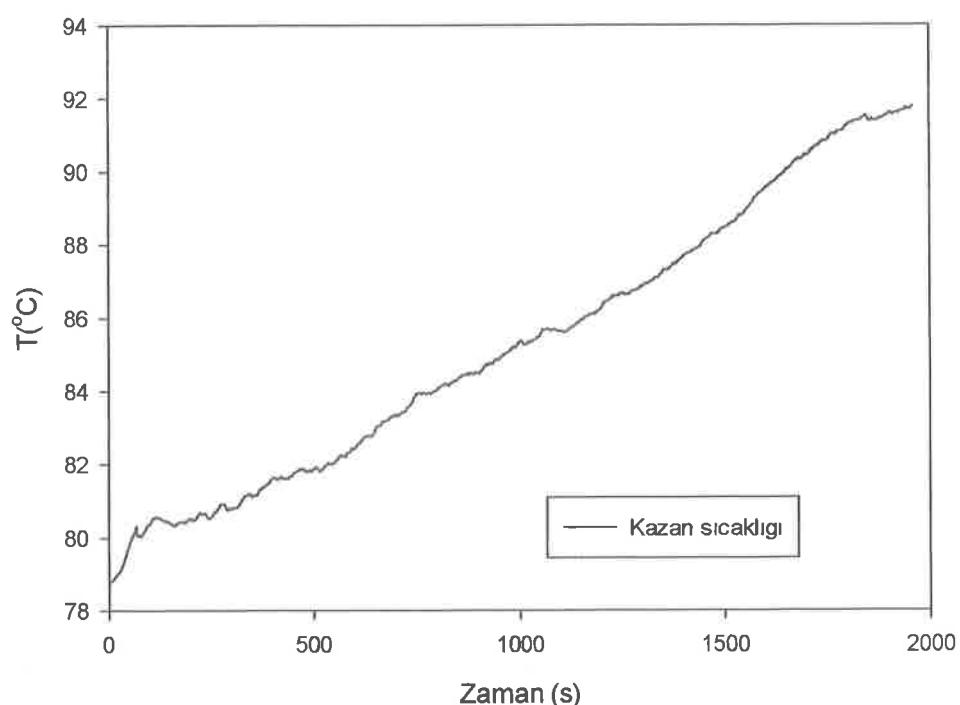


Şekil 31 Kolon siyırma bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

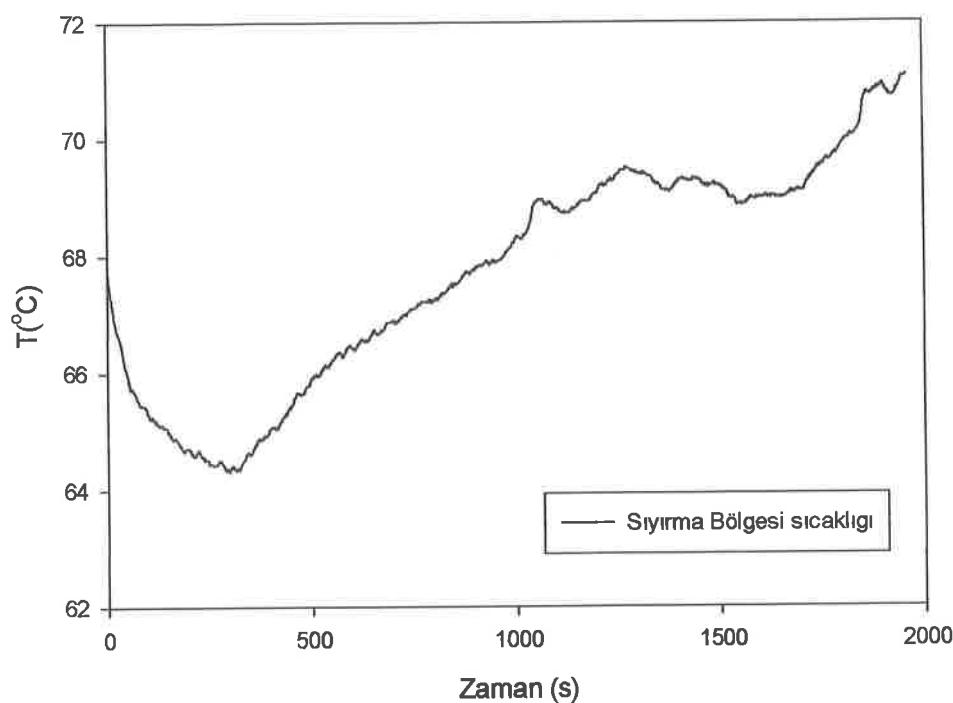


Şekil 32 Kolon tepkime bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

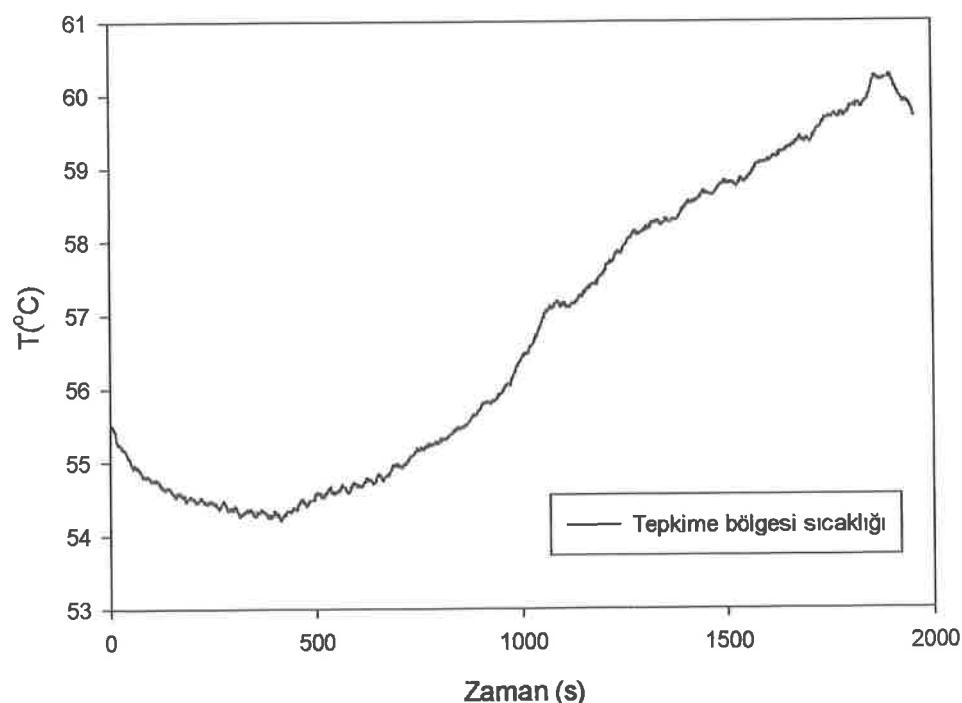
Besleme akış hızı oranının sistem üzerindeki etkilerini görmek açısından yağ akış hızı sabit tutulup metanol akış hızına pozitif etkiler verilerek dinamik deneysel çalışmalar yapılmıştır. Sürekli yatkın koşulda  $Q$  ısı değeri 490W,  $F_{Y\acute{a}g}=F_{MOH}=4$  ml/dak, geri akma oranı  $R=3$  olarak alınmıştır. Sistemi dinamik duruma getirmek için ilk önce  $F_{MOH}=5$  ml/dak hızında 600 s çalıştırılmıştır, daha sonra  $F_{MOH}=6$  ml/dak değerine çıkarılarak 600 s ve  $F_{MOH}=7$  ml/dak değerinde ise 760 s çalıştırılarak sonuçlar elde edilmiştir. Elde edilen deneysel veriler Şekil 33-35'da verilmiştir. Şekillerden de görüldüğü gibi metanol akış hızına verilen pozitif etkilerde sıcaklıklarda artış görülmüştür. Literatürden elde edilen bilgilere göre  $F_{MOH}/ F_{Y\acute{a}g}$  oranının artması ile sıcaklık artışının olduğunu ve biodizel derişiminde de artış olduğu gözlenmiştir. Deney sonunda kazanдан alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %90.33 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 36'de verilmiştir.



Şekil 33 Kazan sıcaklığının zamanla değişimi



Şekil 34 Kolon siyırma bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi



Şekil 35 Kolon tepkime bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi

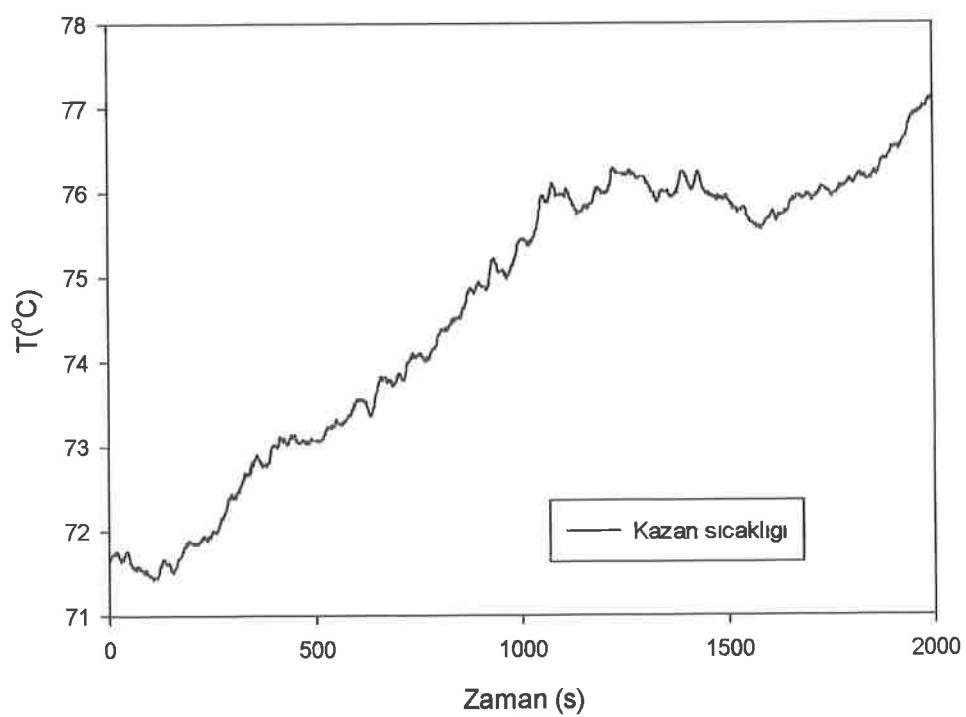


AB-0316-T
2017-0566
02.06.2017

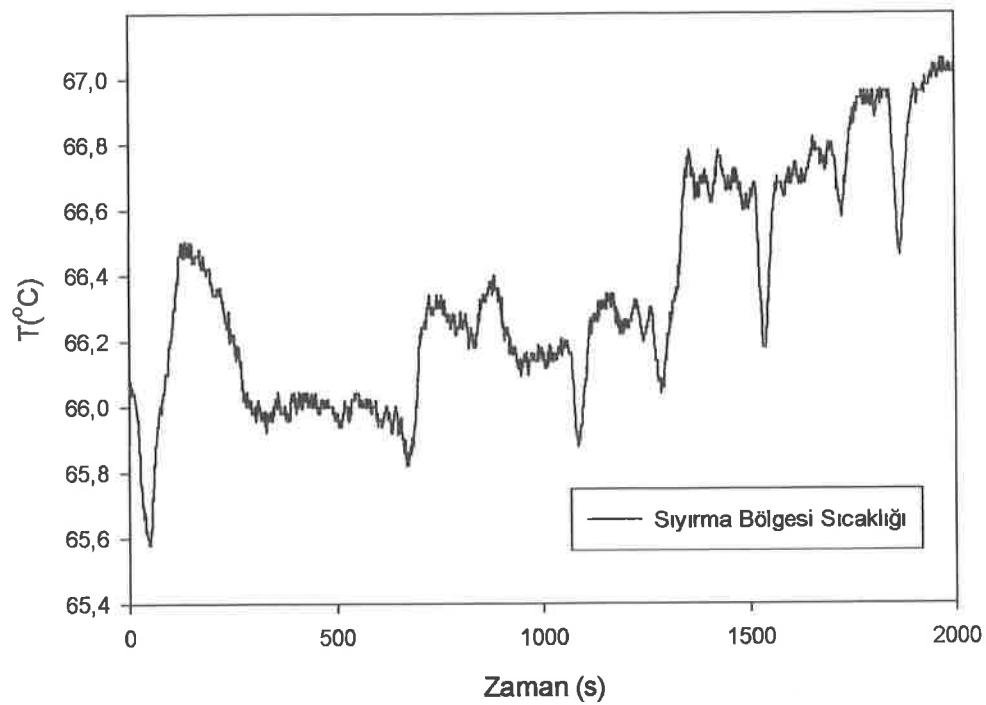
Analiz Talep Yazısının Tarih ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Alınan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (Ş)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 5 (Alt Faz)		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 09.03.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtiçi Kargo	Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017	
Analiz Başlama/Bitiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%ml/m)	±2,89	90,33	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak; Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (I):Laboratuvar iç metodudur. (Ş):Şahit numune.			
Sorumlu İmzalar T.C. İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ AKARYAKIT/PETROL ANALİZ LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL) 44280 - KAMPÜS - MALATYA			
Bu rapor ve sonuçları talepte bulunan kuruluş ve müşterilerince ticaret ve reklam amaçları ile kullanılmaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılamaz/yayınlanamaz. Raporda (*) işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müşteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

### Şekil 36 MOH akış hızına verilen etki için FTIR analiz sonucu

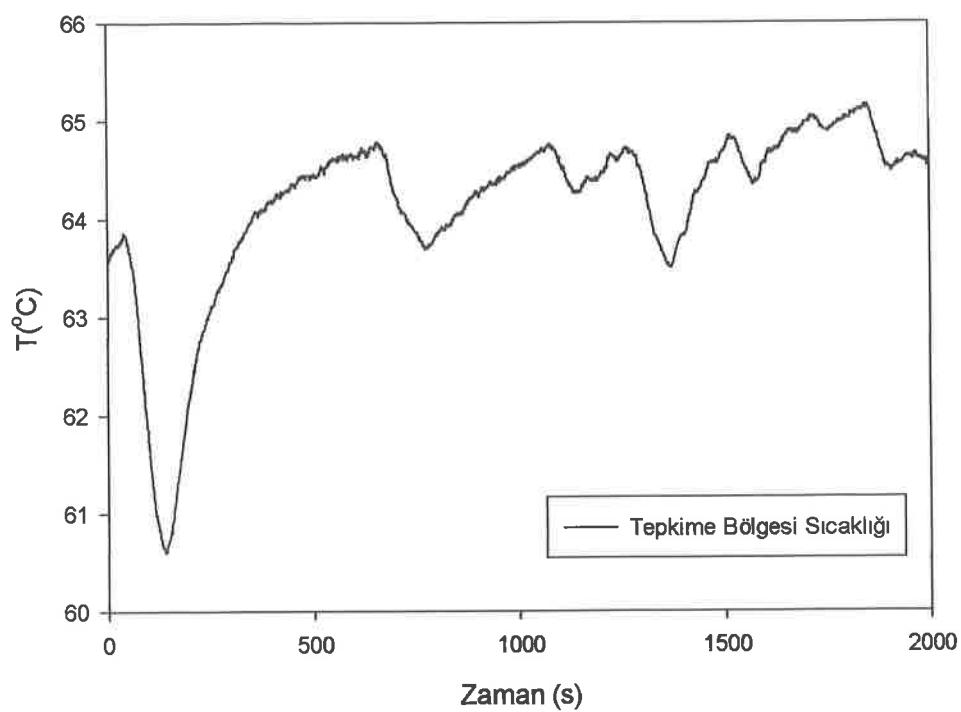
Kolona beslenen yağ ön ısıticiden geçirildikten sonra beslenmektedir. Metanol ise ön ısıtılmadan kolona normal oda sıcaklığında beslenmektedir. Yağ ön ısıtmasının ürün spesifikasyonu üzerinde etkisini görmek amacıyla deneyel çalışmalar yapılmıştır. Yapılan çalışmada yağ ön ısıtma sıcaklığı ilk 900 s için 20°C'den 30°C'ye ve 900 s'den sonra ise 40°C'ye çıkarılmıştır. Kolonda ölçülen sıcaklıklar Şekil 37-39'de ve deney sonunda kazandan alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %88.61 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 40'de verilmiştir.



Şekil 37 Kazan sıcaklığının zamanla değişimi



Şekil 38 Kolon siyırma bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi



Şekil 39 Kolon tepkime bölgesi sıcaklığının zamanla değişimi



AB-0316-T
2017-0568
02.06.2017

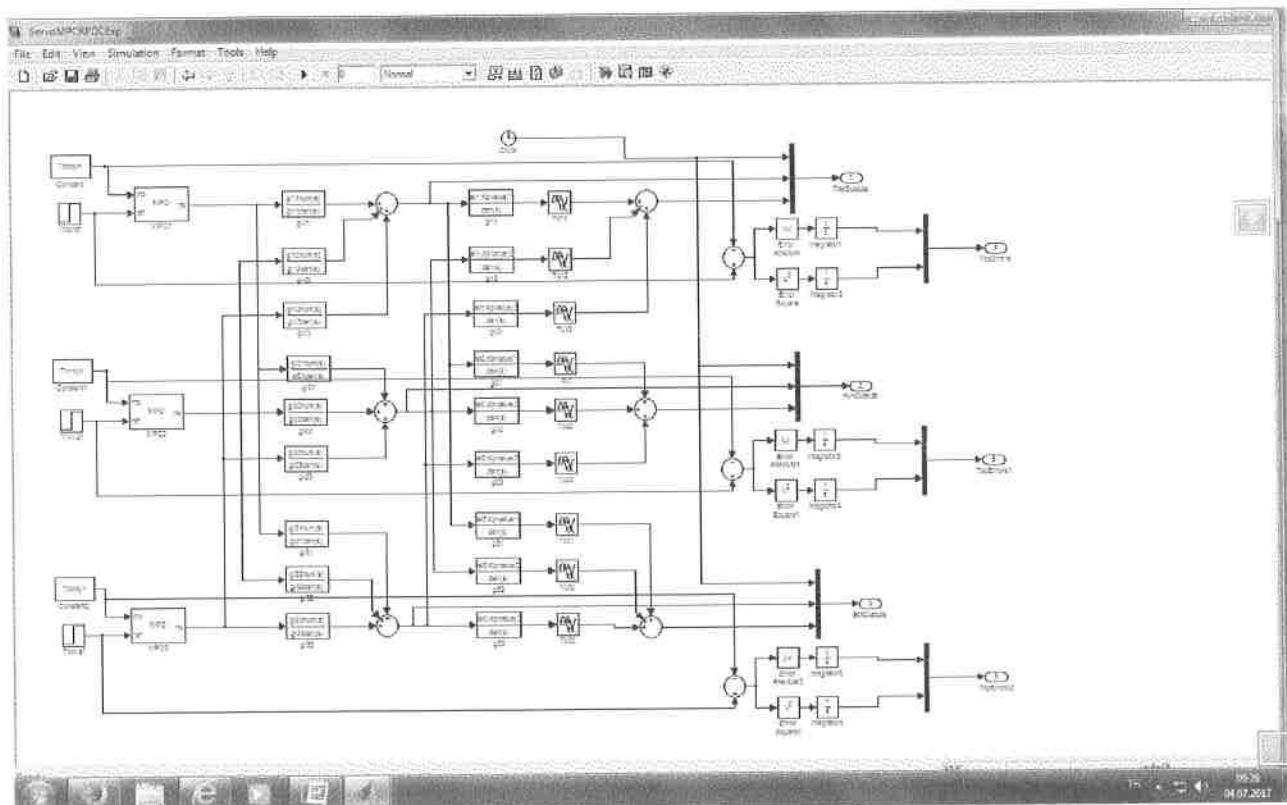
Analiz Talep Yazısının Tarih ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Alınan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (S)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 7 (Alt Ürün 1)		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 22.03.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtiçi Kargo	Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017	
Analiz Başlama/Bittiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%m/m)	±2,84	88,61	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak: Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (1):Laboratuvar iç metodudur. (S):Şahit numune.			
Sorumlu İmzalar T.C. İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ MİARYAKIT/PETROL ANALİZ LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL) 44280 KAMPÜS - MALATYA			
Bu rapor ve sonuçları talepte bulunan kuruluş ve müşterilerince (icaret ve reklam amaçları ile) kullanılmamaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılamaz/yayınlanamaz. Raporda (*) işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müşteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

Şekil 40 Yağ Besleme sıcaklığına verilen etkiler için FTIR analiz sonucu

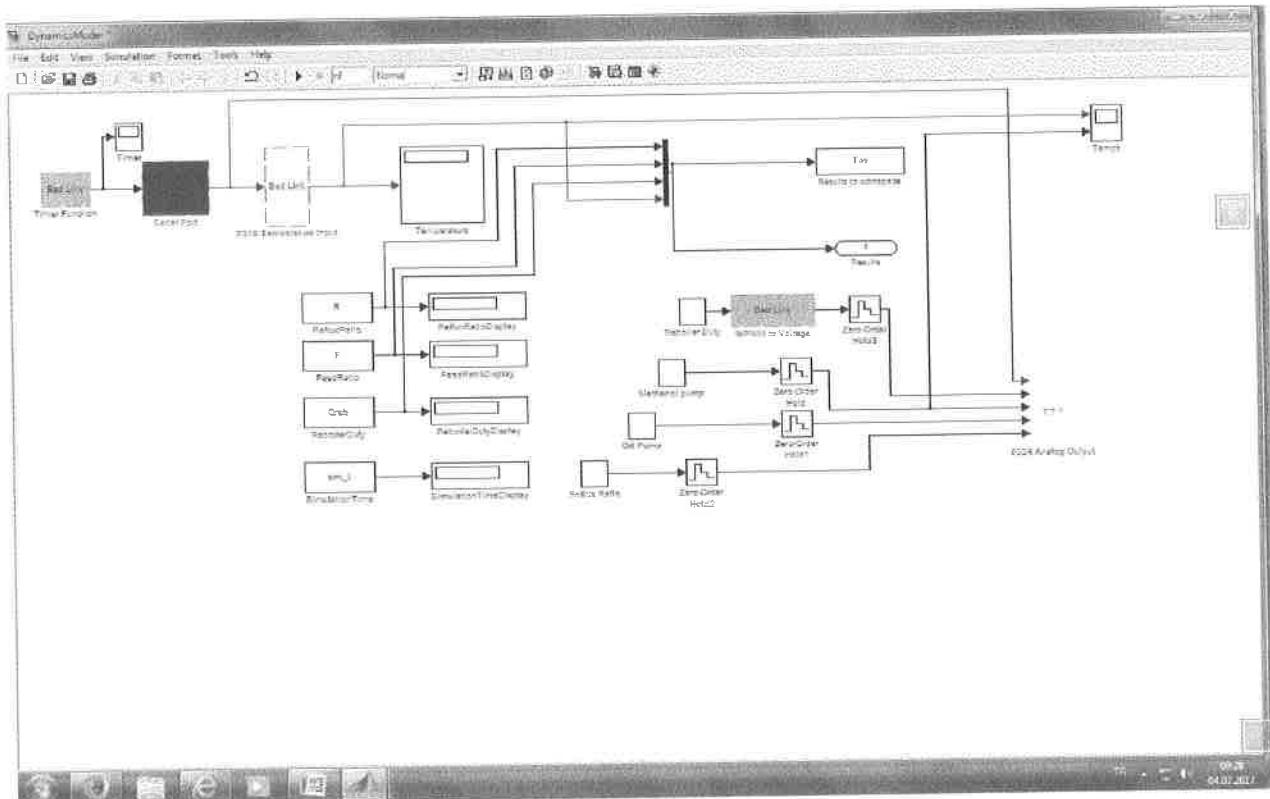
## Model Öngörmeli Kontrol (MPC) Sonuçları

Dinamik deneysel çalışmalarдан sonra, istenilen ürün derişiminin elde etmek için sistemin kontrol edilmesi gereği sonucuna ulaşılmıştır. Derişim kontrolu pratik olarak mümkün değildir. Çünkü ölçümler off-line olarak yapılabilir olması ve bu da sistemde oldukça gecikmelere sebep olduğundan kontrol performansı açısından iyi olmamaktadır. Bundan dolayı sıcaklık kontrolu yapılmaktadır. Bu çalışmada biodiesel alt ürününden alındığından sistemin kazan sıcaklığını kontrol etilmiştir. Kazan sıcaklığını kontrol etmek için ayarlanabilir değişken olarak kazana verilen Q ısisı seçilmiştir. Deneysel çalışmalarla sistem bilgisayarla kontrol edilmektedir. Matlab Simulink'de hazırlanan MPC kontrol blok diyagramı

Şekil 41'de verilmiştir. Ayrıca deney verilerinin on-line olarak alınıp kaydedildiği blok diyagramı da Şekil 42'da gösterilmiştir.

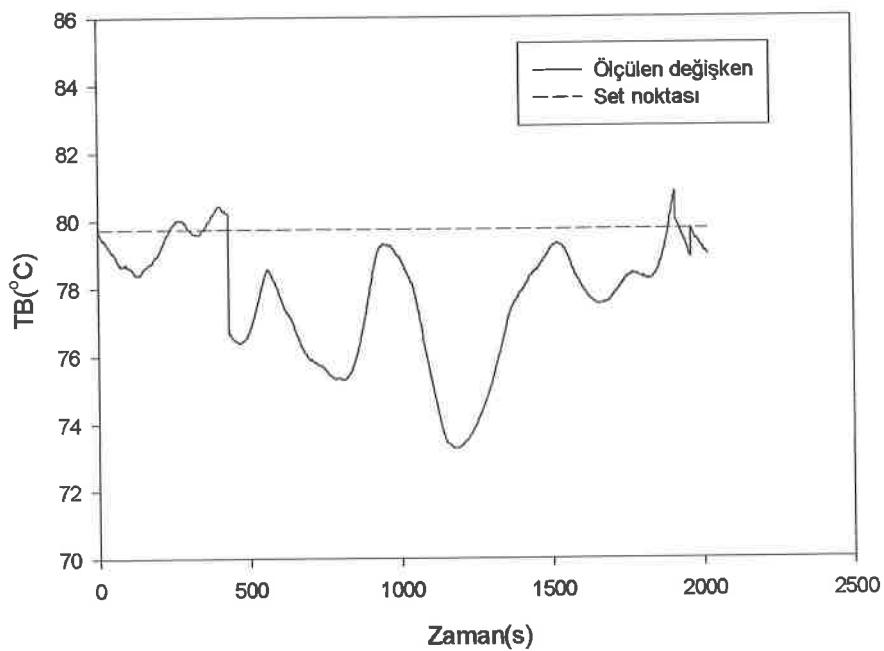


Şekil 41 Deneysel çalışmalarında kullanılan MPC blok diyagramı

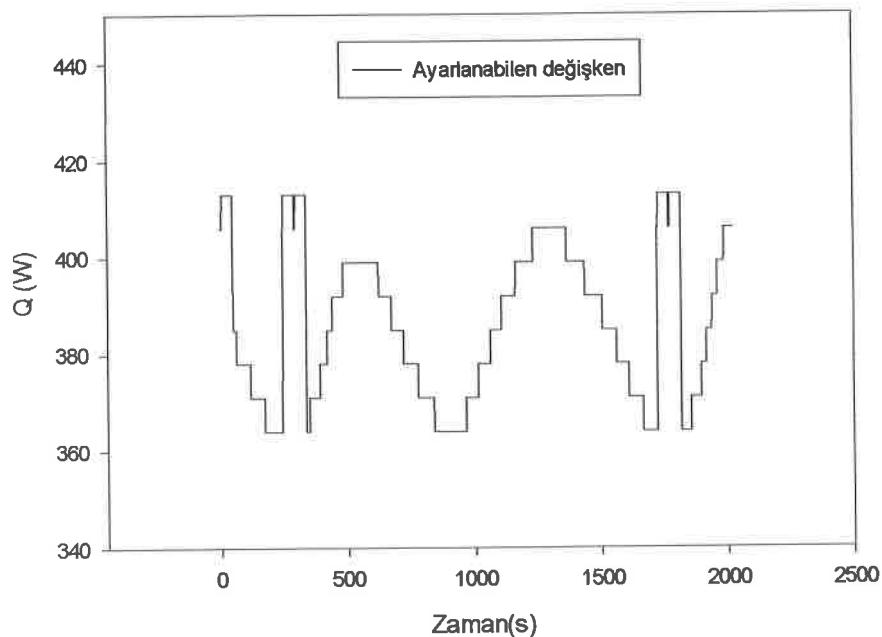


Şekil 42 Deneysel verilerin alındığı ve kaydedildiği blok diyagramı

Deneysel MPC kontrol çalışmaları için kontrol edilen değişken olarak Kazan Sıcaklığı ve ayarlanabilen değişken olarak Kazana verilen ısı değeri seçilmiştir. Birinci kontrol çalışması için sistem yataşın koşul değerlerinde öncelikle çalıştırılmıştır. Kazan yataşın koşul sıcaklığı olan  $80^{\circ}\text{C}$  set noktası olarak seçilmiştir. Sistem giriş değişkenlerinden yağ besleme sıcaklığı  $30^{\circ}\text{C}$ 'den  $40^{\circ}\text{C}$ 'ye çıkarıldığında MPC kontrol sistemi devreye girmiştir. Yaklaşık 2000 s için yapılan deney sonunda sistemin kontrolü sağlanmıştır. Kontrol edilen kazan sıcaklığının değişimi Şekil 43'de, ayarlanabilir değişken olan kazan ısı değeri ise Şekil 44'de gösterilmiştir. Deney sonunda kazandan alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %83.81 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 45'de verilmiştir.



Şekil 43 Besleme sıcaklığına verilen yük etkisi için kazan sıcaklığının MPC kontrol sonucu



Şekil 44 Besleme sıcaklığına verilen yük etkisi için ayarlanabilir değişken olan kazana verilen ısı değerinin değişimi

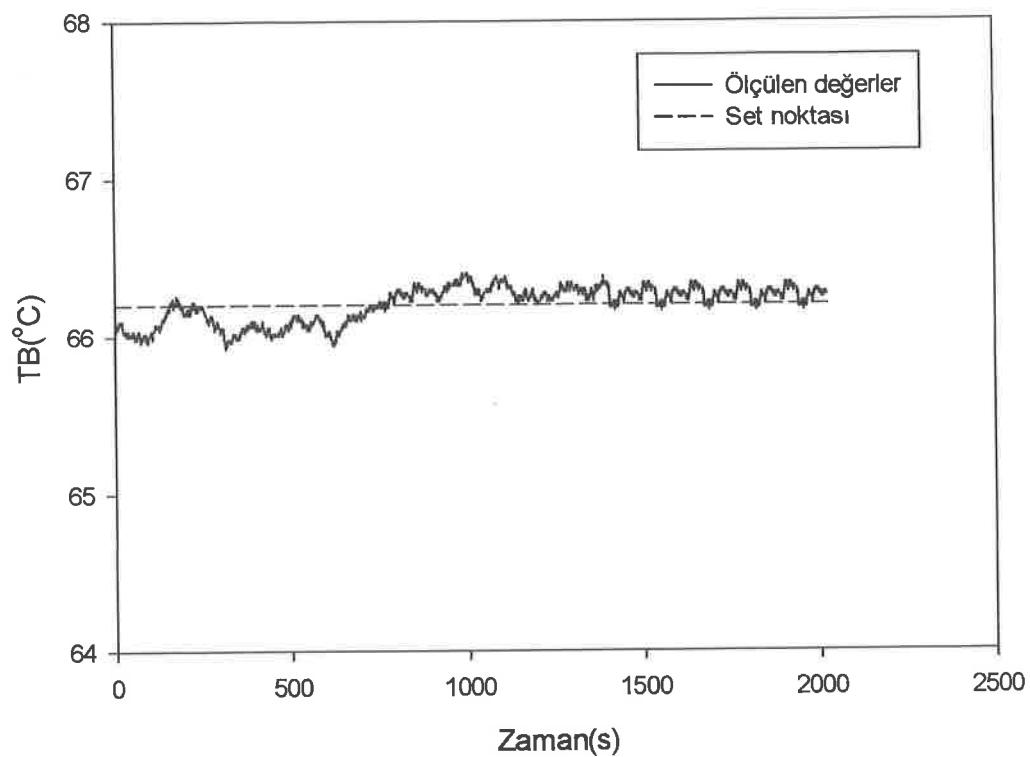


AB-0316-T
2017-0574
02.06.2017

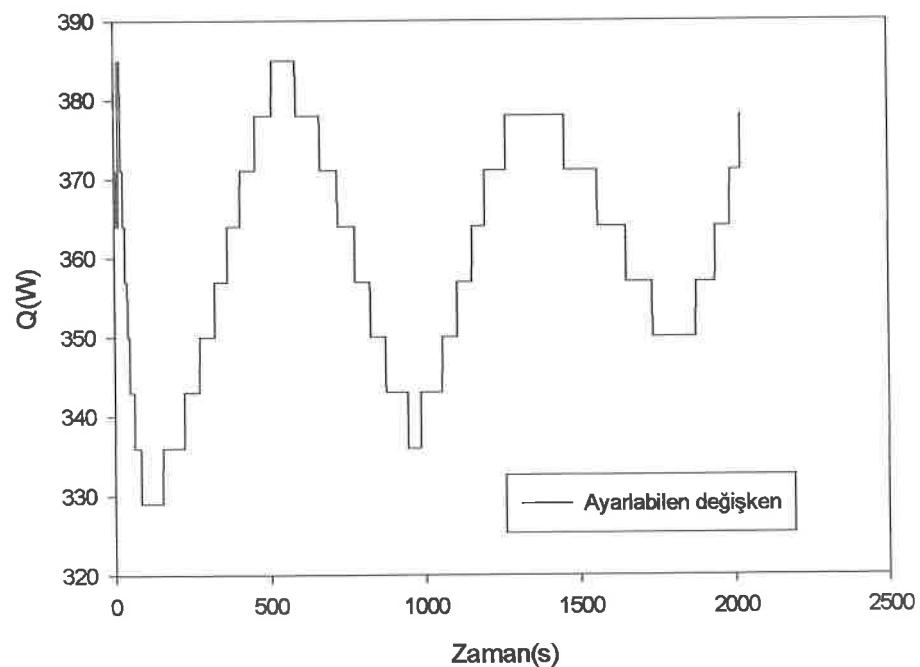
Analiz Talep Yazısının Tarih ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Alınan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (Ş)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 13		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 29.03.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtiçi Kargo	Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017	
Analiz Başlama/Bitiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%m/m)	±2,68	83,81	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak; Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (I):Laboratuvar iç metodudur. (Ş):Şahit numune.			
Sorumlu İmza: <b>T.C.</b> <b>İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ</b> <b>AKARYAKIT/PETROL ANALİZ</b> <b>LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL)</b> <b>44280 - KAMPÜS - MALATYA</b>		A-4761 	
Bu rapor ve sonuçları talepte bulunan kuruluş ve müşterilerince ticaret ve reklam amaçları ile kullanılmaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılamaz/yayınlanamaz. Raporda (*) işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müşteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

Şekil 45 Yağ Besleme sıcaklığına verilen etkide MPC kontrol için FTIR analiz sonucu

Bir başka MPC kontrol çalışması servo problem için kontrol edilen değişken olan kazan sıcaklığının set noktasına etkiler verilerek deneyler yapılmıştır. Bu çalışmada kazan sıcaklığı 66°C'de yatkın koşulda iken set noktası 65°C değerine indirilerek kazan sıcaklığının MPC kontrolü yapılmıştır. Elde edilen kontrol sonuçları Şekil 46-47'de verilmiştir. Ayrıca deney sonunda kazandan alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %83.81 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 48'de verilmiştir. Bu analiz sonucunda da görüldüğü gibi kazan sıcaklığının azalmasıyla biodizel derişiminde bir azalma olmuştur.



Şekil 46 Set noktasına verilen yük etkisi için kazan sıcaklığının  
MPC kontrol sonucu



Şekil 47 Set noktasına verilen yük etkisi için ayarlanabilir değişken olan kazana verilen ısı değerinin değişimi

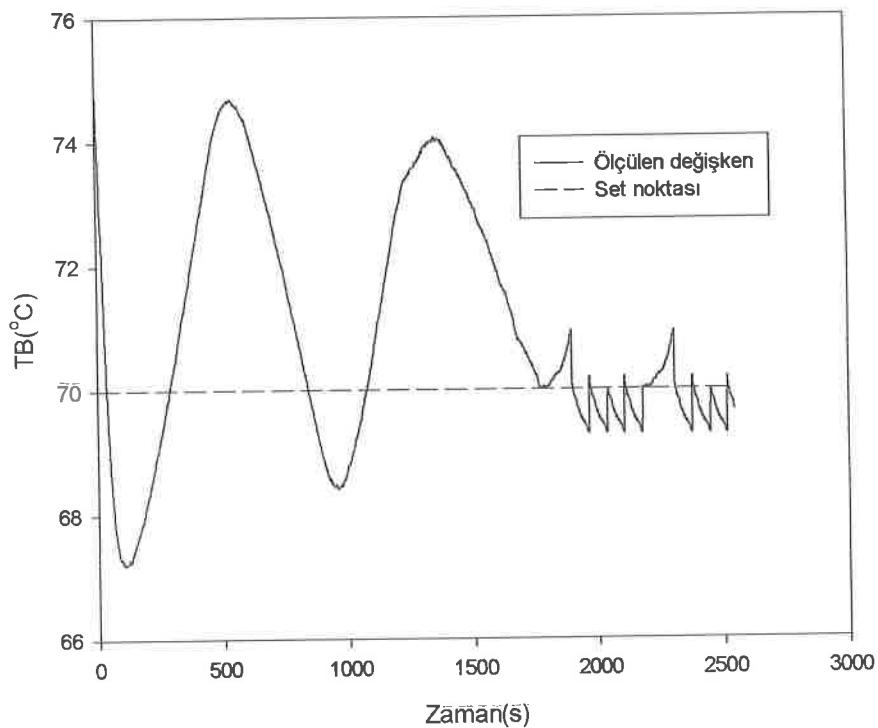


AB-0316-T
2017-0563
02.06.2017

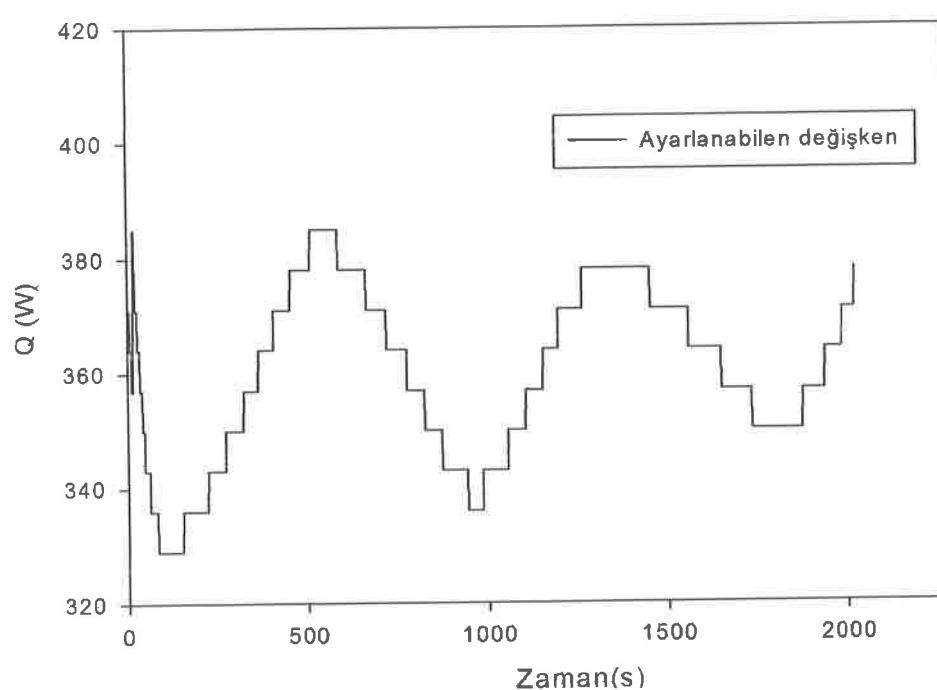
Analiz Talep Yazısının Tarih ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Adnan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (\$)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 2 (Alt Faz)		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 26.04.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtiçi Kargo		Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017
Analiz Başlama/Bitiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%m/m)	±2,44	76,39	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak; Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (1):Laboratuvar iç metodudur. (\$):Şahit numune.			
Sorumlu İmzalar T.C. İNÖNÜ ÜNİVERSİTESİ AKARYAKIT/PETROL ANALİZ LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL) 44280 - KAMPÜS - MALATYA			
Bu rapor ve sonuçları talepte bulunan kuruluş ve müşterilerince ticaret ve reklam amaçları ile kullanılmaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılmaz/yayınlanamaz. Raporda <input checked="" type="checkbox"/> işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müşteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

Şekil 48 Set noktasına verilen etkide MPC kontrol için FTIR analiz sonucu

Servo problem için bir başka MPC kontrol çalışması ise kontrol edilen değişken olan kazan sıcaklığının set noktasına negatif etki verilerek deneyel çalışma yapılmıştır. Bu çalışmada kazan sıcaklığı 74.72°C'den yatkın koşulda iken set noktası 70°C değerine indirilerek kazan sıcaklığının MPC kontrolü yapılmıştır. Elde edilen kontrol sonuçları Şekil 49-50'de verilmiştir. Ayrıca deney sonunda kazandan alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %83.81 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 51'de verilmiştir. Bu analiz sonucunda da görüldüğü gibi kazan sıcaklığının azalmasıyla biodizel derişiminde bir azalma olmuştur.



Şekil 49 Set noktasına verilen yük etkisi için kazan sıcaklığının MPC kontrol sonucu



Şekil 50 Set noktasına verilen yük etkisi için ayarlanabilir değişken olan kazana verilen ısı değerinin değişimi

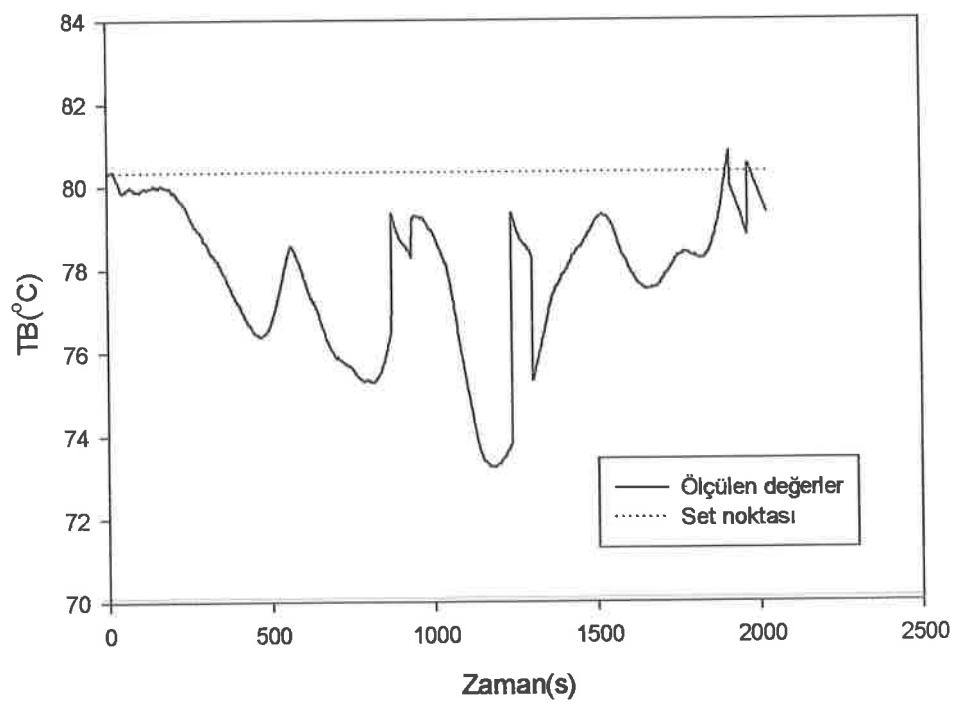


AB-0316-T
2017-0562
01.06.2017

Analiz Talep Yazısının Tarib ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Alınan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (\$)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 1 (Üst Faz 1)		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 05.05.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtçi Kargo	Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017	
Analiz Başlama/Bitiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%m/m)	±2,53	78,96	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak; Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (1):Laboratuvar iç metodudur. (\$):Şahit numune.			
Sorumlu İmzalar			
<p style="text-align: center;">T.C. KARABÜK ÜNİVERSİTESİ AKARYAKIT/PETROL ANALİZ LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL) 44280 - KAMPÜS - MALATYA</p>			
Bu rapor ve sonuçları talepte bulunan kuruluş ve müşterilerince ticaret ve reklam amaçları ile kullanılmaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılamaz/yayınlanamaz. Raporda (*) işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müşteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

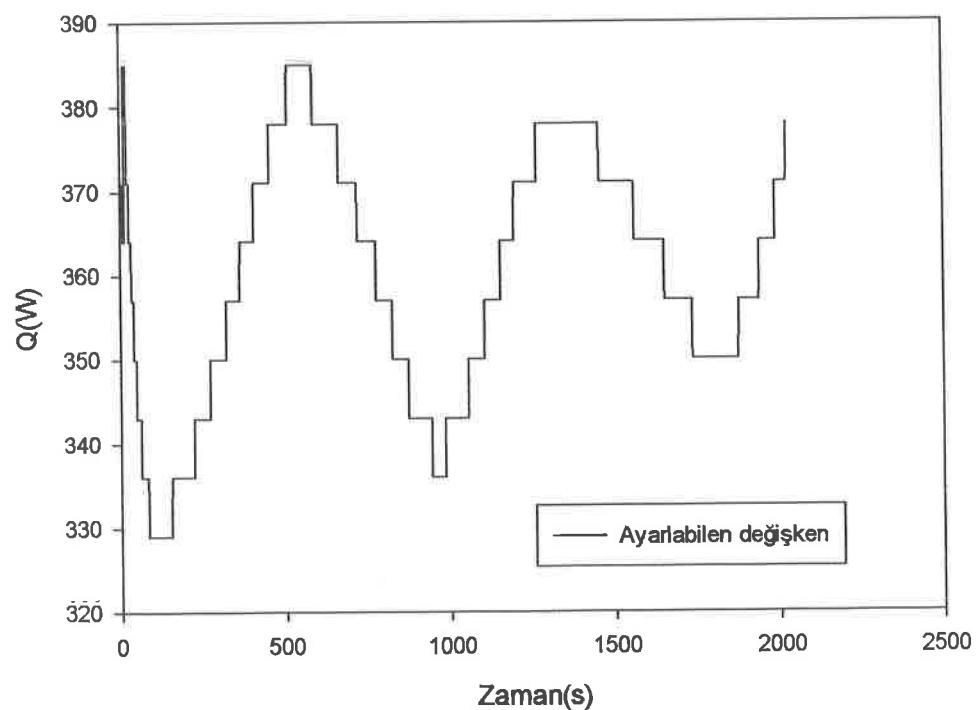
Şekil 51 Set noktasına verilen etkide MPC kontrol için FTIR analiz sonucu

Son yapılan deneysel MPC kontrol çalışması beslenen yağ sıcaklığı yatkın koşul değeri 25°C'den 50°C'ye çıkarılması durumu için yapılmıştır. Bu durumda sistem MPC kontrol altına alınarak kazan sıcaklığının değeri yatkın koşul değeri olan 80.34°C'de tutulmaya çalışılmıştır. Elde edilen kontrol sonuçları Şekil 52-53'de verilmiştir. Ayrıca deney sonunda kazandan alınan numunenin FTIR analizi yapılmış ve %93.18 derişimde YAME (Yağ Asidi Metil Esteri=Biodizel) elde edilmiştir. Analiz Sonucu Şekil 54'de verilmiştir. Bu analiz sonucunda görüldüğü gibi beslemenin ön ısıtmaya tutulması ürün spesifikasyonu açısından önemli olduğunu ve en yüksek Biyodizel derişimi bu çalışmadan elde edilmiştir.



Şekil 52 Besleme sıcaklığına verilen etki için kazan sıcaklığının

MPC kontrol sonucu



Şekil 53 Besleme sıcaklığına verilen etki için ayarlanabilir değişken olan kazana verilen ısı değerinin değişimi



AB-0316-T
2017-0567
02.06.2017

Analiz Talep Yazısının Tarih ve Sayısı: 25.05.2017/Analiz Başvuru Formu			
Numune Alınan Gerçek veya Tüzel Kişinin Adı/Ticaret Ünvanı:			
Numune Alma Tutanak No:	Numune Etiket No:	Mühür No: (Ş)	
Numunenin Alındığı Yer: SK 6 (7.2)		Numunenin Alındığı Tarih/Saat: 04.06.2017	
Numuneyi Teslim Eden: Yurtçi Kargo	Teslim No: X-C 837262	Teslim Tarihi: 25.05.2017	
Analiz Başlama/Bitiş Tarihi: 26.05.2017/26.05.2017			
Analizler	Ölçüm Belirsizliği	Sonuç	Metot
YAME (%m/m)	±2,98	93,18	TS EN ISO 14078
Sonuç olarak; Söz konusu numune için istenen analiz yapılmış olup sonuç yukarıda verilmiştir.			
Açıklamalar: (1):Laboratuvar iç metodudur. (Ş):Şahit numune.			
Sorumlu İmzalar <b>T.C. KANÖNÜ ÜNİVERSİTESİ AKARYAKIT/PETROL ANALİZ LABORATUVARI (İNÖNÜ-PAL) 44280 - KAMPÜS - MALATYA</b>  A-4761			
Bu rapor ve sonuçları talepte buhunan kuruluş ve müşterilerince ticaret ve reklam amaçları ile kullanılmaz. Rapor tamamen veya kısmen çoğaltılamaz/yayınlanamaz. Raporda (*) işaretli analizler akredite değildir.			
Bu rapor 2 sayfa olup, 2 asıl (1 asıl müsteriye ve 1 asıl İNÖNÜ-PAL arşivine) olarak hazırlanmıştır. Sayfa 2/2			

Şekil 54 Besleme sıcaklığına verilen etkide MPC kontrol için FTIR analiz sonucu

## **VI. Geleceğe İlişkin Öngörülen Katkılar**

Bu çalışmanın amacı, saflik ve dönüşüm oranlarının arttırılabileceği, laboratuar ölçekli bir tepkimeli damıtma kolonunda ayçiçeği tohumundan elde edilen bitkisel yağıdan, biyodizel üretimi yapmak ve bu prosesin kontrolünü sağlamaktır. Biyodizel, esterleşme reaksiyonu sonucu oluşan dizel motorları için yenilenebilir alternatif bir yakıttır. Biyodizel üretimdeki en önemli nokta üretim maliyeti ve biyodizelin saflik derecesidir. Bu nedenle rafinasyon aşaması önem kazanmaktadır. Bu çalışmada biyodizel yaklaşık olarak %94 derişim oranında üretilmiştir. Piyasa koşullarında bu değer daha yüksek değerlerde olması kalitesini artırmaktadır. Gelecekte yapılacak çalışmalarla bu oran yükseltilebilir. Ayrıca sistem doğrusal olmayan bir yapıda olduğundan doğrusal olmayan kontrol sistemleri ile de kontrol edilebilir. Hammadde maliyetini azaltmak açısından saf bitkisel yağ kullanımı yerine, yemeklerde kullanılmış bitkisel atık yağlar kullanılarak biyodizel üretim çalışmaları yapılabilir.

## **VII. Kaynaklar**

- [1] Anton A. Kiss, Florin Omota, Alexandre C. Dimian, and Gadi Rothenberg, 2006. The heterogeneous advantage: biodiesel by catalytic reactive distillation. Springer Science+Business Media, Inc. Vol.40, Nos.1–4
- [2] Kulchanat Prasertsit, Chokchai Mueanmas, Chakrit Tongurai, 2013. Transesterification of palm oil with methanol in a reactive distillation column. Chemical Engineering and Processing , Volume 70, Pages 21–26
- [3] Salvador Hernández, Juan Gabriel Segovia-Hernández, Vicente Rico-Ramírez, 2006. Thermodynamically equivalent distillation schemes to the Petlyuk column for ternary mixtures. Energy, Volume 31, Issue 12, Pages 2176–2183
- [4] E. Cossio-Vargas, S. Hernandez\*, J.G. Segovia-Hernandez, M.I. Cano-Rodriguez, 2011. Simulation study of the production of biodiesel using feedstock mixtures of fatty acids in complex reactive distillation columns. Energy 36 (2011) 6289–6297

- [5] Costin S. Bildea, Anton A. Kiss, 2010. Plantwide Control of a Biodiesel Process by Reactive Absorption.20th European Symposium on Computer Aided Process Engineering
- [6] Matallana, L. G; Gutiérrez, L. F., Cardona, C, A., Biodiesel Production By Reactive Distillation. Carrera 27, No. 64 - 60 of. 505
- [7] I. Noshadi, N.A.S. Amin, Richard S. Parnas, 2012. Continuous production of biodiesel from waste cooking oil in a reactive distillation column catalyzed by solid heteropolyacid: Optimization using response surface methodology (RSM). Fuel 94 (2012) 156–164
- [8] B. B. He, A. P. Singh, J. C. Thompson, 2006. A novel continuous-flow reactor using reactive distillation for biodiesel production. American Society of Agricultural and Biological Engineers ISSN 0001–2351
- [9] Costin Sorin Bildea , Anton A. Kiss, 2011. Dynamics and control of a biodiesel process by reactive absorption. Chemical engineering research and design 89 ( 2011 ) 187–196
- [10] Radu M. Ignata, Anton A. Kiss , 2013. Optimal design, dynamics and control of a reactive DWC for biodiesel production. Chemical Engineering Research and Design,2013;ISSN: 02638762
- [11] Anton A. Kiss and Costin Sorin Bildea, 2012. A review of biodiesel production by integrated reactive separation Technologies. J Chem Technol Biotechnol 2012; 87: 861–879
- [12] Xuejun Liu, Huayang He, Yujun Wang, Shenlin Zhu, Xianglan Piao, 2008. Transesterification of soybean oil to biodiesel using CaO as a solid base catalyst. Fuel, Volume 87, Issue 2, 216–221
- [13] Anton A. Kiss, Alexandre C. Dimian, Gadi Rothenberg, 2008. Biodiesel by Catalytic Reactive Distillation Powered by Metal Oxides. Energy & Fuels, 22 (1), 598–604
- [14] Aspen (2003) HYSYS 3.2 installation guide. U.S.A: Aspen Technology.

## X. Ekler

### a. Mali Bilanço ve Açıklamaları

Bölge No.	Bütçe Kodu	Açıklama	Detaylar									
			Önceli Yılın Devr.	Bugüne Kadar Ödenen	Ödelenen Altarına	Dügulen Altarına	Ödelenen Ödenek	Net Ödenek	Harcanan	Bloke Edilen (Aksam)	Bloke Edilen (Düzen)	Kalan
2014	03.2	TÜKETİME YÖNELİK MAL VE MALZEME ALIMLARI	0,00	4.376,62	0,00	0,00	0,00	4.376,62	2.542,70	0,00	0,00	1.733,92
	03.5	HİZMET ALIMLARI	0,00	1.200,00	0,00	0,00	0,00	1.200,00	6,00	0,00	0,00	1.200,00
	03.7	MENKLÜ MAL GAYRİMADDİ HAK ALIM BAKIM VE ONAZIM GÖ.	0,00	8.223,38	0,00	0,00	0,00	8.223,38	5.782,00	0,00	0,00	2.441,38
		<b>Toplam</b>	<b>0,00</b>	<b>13.800,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>13.800,00</b>	<b>9.424,70</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>5.375,30</b>
2015	03.2	TÜKETİME YÖNELİK MAL VE MALZEME ALIMLARI	1.733,92	0,00	0,00	0,00	0,00	1.733,92	0,00	0,00	0,00	1.733,92
	03.5	HİZMET ALIMLARI	1.200,00	1.200,00	0,00	0,00	0,00	2.400,00	0,00	0,00	0,00	2.400,00
	03.7	MENKLÜ MAL GAYRİMADDİ HAK ALIM BAKIM VE ONAZIM GÖ.	2.441,38	0,00	0,00	0,00	0,00	2.441,38	0,00	0,00	0,00	2.441,38
		<b>Toplam</b>	<b>5.375,30</b>	<b>1.200,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>6.575,30</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>6.575,30</b>
2017	03.2	TÜKETİME YÖNELİK MAL VE MALZEME ALIMLARI	1.733,92	0,00	0,00	0,00	0,00	1.733,92	0,00	0,00	0,00	1.733,92
	03.5	HİZMET ALIMLARI	2.400,00	0,00	0,00	0,00	0,00	2.400,00	2.400,00	0,00	0,00	0,00
	03.7	MENKLÜ MAL GAYRİMADDİ HAK ALIM BAKIM VE ONAZIM GÖ.	2.441,38	0,00	0,00	0,00	0,00	2.441,38	0,00	0,00	0,00	2.441,38
		<b>Toplam</b>	<b>6.575,30</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>6.575,30</b>	<b>2.400,00</b>	<b>0,00</b>	<b>0,00</b>	<b>4.175,30</b>

### b. Makine ve Teçhizatın Konumu ve İlerideki Kullanımına Dair Açıklamalar

Projede alınan Tepkimeli kolonu deney seti (cam aksam), Metal Stand ve Balon ısıtıcısı Makine ve Teçhizatı Kimya Mühendisliği Bölümü D Blok Laboratuvarına kurulmuştur. Araştırmaya yönelik olarak ileride başka çalışmalar için de kurulan deney sisteminden yararlanılacaktır.