

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PIRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN
ÇEŞİTLİ SİLİKATLARIN ÜRETİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimya Müh. Evre SADIÇ**

Anabilim Dalı : KİMYA MÜHENDİSLİĞİ

Programı : KİMYA MÜHENDİSLİĞİ

EKİM 2008

**PIRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN
ÇEŞİTLİ SİLİKATLARIN ÜRETİLMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimya Müh. Evre SADIÇ
(506061013)**

**Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 15 Eylül 2008
Tezin Savunulduğu Tarih : 9 Ekim 2008**

**Tez Danışmanı : Doç.Dr. Özgül ÖZCAN TAŞPINAR
Diğer Jüri Üyeleri Prof.Dr. Birgül TANTEKİN ERSOLMAZ (İ.T.Ü.)
Prof.Dr. Onuralp YÜCEL (İ.T.Ü.)**

EKİM 2008

ÖNSÖZ

Çalışmalarımın yönetimini üstlenen, her türlü önerileri ve yardımlarıyla bana destek olan değerli hocam Sayın Doç. Dr. Özgül ÖZCAN'a en içten teşekkürlerimi sunarım.

Tüm çalışmalarım sırasında, benden yardımlarını esirgemeyen tüm İ.T.Ü. Kimya Mühendisliği Bölümü hocalarıma teşekkür ederim.

Her zaman desteğini gördüğüm, analizlerimin en kısa zamanda yapılmasını sağlayan, yardımlarını esirgemeyen Kimya Yüksek Mühendisi Işık YAVUZ'a teşekkür ederim.

Çalışmalarım boyunca yardımlarını gördüğüm ve yanımda olan arkadaşım Özge ÇELEBİCAN'a ve diğer tüm arkadaşlarıma teşekkürü bir borç bilirim.

Hayatımın tüm aşamalarında büyük emeği olan ve her zaman bana destek olan sevgili aileme çok teşekkür ederim.

Eylül, 2008

Evre SADIÇ

İÇİNDEKİLER

KISALTMALAR	v
TABLO LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	viii
ÖZET	ix
SUMMARY	xi
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. TEORİK BİLGİLER	3
2.1. Silikatlar Hakkında Genel Bilgi ve Kullanım Alanları	3
2.1.1. Kalsiyum Silikat	3
2.1.2. Magnezyum Silikat	5
2.1.3. Baryum Silikat	9
2.1.4. Çinko Silikat	10
2.1.5. Alüminyum Silikat	10
2.2. Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgi	12
2.2.1. Pirinç Kabuğu	12
2.2.2. Pirinç Kabuğu Külü	15
2.3. Adsorpsiyon	18
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	20
3.1. Kullanılan Hammaddeler	20
3.1.1. Pirinç Kabuğu Külü	20
3.1.2. Kimyasal Maddelerin Tanımlanması	20
3.2. Çalışma Yöntemi	20
3.2.1. Pirinç Kabuğu Külünden Sodyum Silikat Çözeltisi Üretimi	20
3.2.2. Çeşitli Silikatların Üretim Yöntemi	21
3.3. Analiz Yöntemlerinin Tanımlanması	22
3.3.1. Na_2SiO_3 Çözeltisinin Silis İçeriğinin Belirlenmesi	22
3.3.2. Reaksiyon İçin Gereken Tuz Miktarlarının Hesaplanması	23
3.3.2.1. Kalsiyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması	23
3.3.2.2. Magnezyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması	24
3.3.2.3. Baryum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması	25
3.3.2.4. Çinko Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması	25
3.3.2.5. Alüminyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması	25

3.3.3. Silikatların Yüzey Özelliklerinin Saptanması	26
3.3.4. Tane Boyutu Analizi	26
3.3.5. X-Ray Spektrumu	26
3.3.6. TGA	27
3.3.7. Üretilen Silikatların Kimyasal Analizi	27
3.3.8. FTIR	27
3.4. Üretilen Silikatların Oleik Asit Adsorpsiyonunda Kullanılması	27
4. DENEY SONUÇLARI	28
4.1. Çözme Suyu ve Reaktan Miktarındaki Değişimin Tane Boyutuna Etkisi	28
4.2. Üretilen Silikatların Yüzey Karakterizasyonu	32
4.2.1. Kalsiyum Silikat	32
4.2.2. Magnezyum Silikat	33
4.2.3. Baryum Silikat	34
4.2.4. Çinko Silikat	35
4.2.5. Alüminyum Silikat	37
4.3. TGA Analizleri	37
4.4. Üretilen Silikatların Kimyasal Bileşimleri	38
4.5. Oleik Asit Adsorpsiyon Çalışmaları	40
4.5.1. Silikatların Adsorpsiyon Öncesi ve Sonrası FTIR Analizleri	41
4.5.2. Adsorpsiyon Süresinin Adsorplanan Oleik Asit Miktarına Etkisi	51
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	52
KAYNAKLAR	54
EKLER	57
ÖZGEÇMİŞ	67

KISALTMALAR

FTIR: Fourier Transform Infrared

TABLO LİSTESİ

	<u>Sayfa No</u>
Tablo 2.1 Hidrate kalsiyum silikatın özellikleri	5
Tablo 2.2 Sentetik magnezyum silikatın özellikleri	6
Tablo 2.3 Çeşitli adsorbanların kızartma yağı iyileştirilmesindeki etkinlikleri	7
Tablo 2.4 Çeşitli pirinç kabuğu küllerinin kimyasal içerikleri.....	15
Tablo 2.5 700°C’de 10 saat süreyle yakılmış pirinç kabuğu külünün kimyasal analizi.....	16
Tablo 3.1 Sodyum silikat stok çözeltisinin analiz sonuçları.....	23
Tablo 4.1 Üretilen kalsiyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları.....	28
Tablo 4.2 Üretilen magnezyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları.....	29
Tablo 4.3 Üretilen baryum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları.....	30
Tablo 4.4 Üretilen çinko silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları.....	30
Tablo 4.5 Üretilen alüminyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları.....	31
Tablo 4.6 Tüm silikatlar için en küçük tane boyutunun üretim koşulları.....	31
Tablo 4.7 Çeşitli koşullarda üretilen kalsiyum silikatların ortalama tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri.....	32
Tablo 4.8 8 mol çözme suyu ve $4 * 10^{-2}$ mol $MgSO_4.7H_2O$ kullanılarak üretilen magnezyum silikatın ortalama tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri.....	33
Tablo 4.9 4 mol çözme suyu ve $0.5 * 10^{-2}$ mol $BaCl_2.2H_2O$ ile üretilen baryum silikatın tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri.....	34
Tablo 4.10 4 mol çözme suyu ve $0.5 * 10^{-2}$ mol $ZnSO_4.7H_2O$ kullanılarak üretilen çinko silikatın fiziksel özellikleri.....	35
Tablo 4.11 8 mol çözme suyu ve $0.5 * 10^{-2}$ mol $Al_2(SO_4)_3.18H_2O$ ile üretilen alüminyum silikatın tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri	36
Tablo 4.12 Üretilen çeşitli silikat ürünlerin tane boyutu ve yüzey alanlarının karşılaştırılması.....	37
Tablo 4.13 Kalsiyum silikatın kimyasal bileşimi.....	39
Tablo 4.14 Magnezyum silikatın kimyasal bileşimi.....	39
Tablo 4.15 Baryum silikatın kimyasal bileşimi.....	39
Tablo 4.16 Çinko silikatın kimyasal bileşimi.....	40
Tablo 4.17 Alüminyum silikatın kimyasal bileşimi.....	40
Tablo 4.18 Adsorpsiyon deneylerinde kullanılan silikatların özellikleri ve oleik asit adsorpsiyon miktarları.....	41
Tablo 4.19 Üretilen silikatların oleik asit adsorpsiyonlarının karşılaştırılması (FTIR sonuçlarına göre).....	49

Tablo 4.20 Silikatların farklı sürelerde adsorpladıkları oleik asit miktarları..... 50

ŞEKİL LİSTESİ

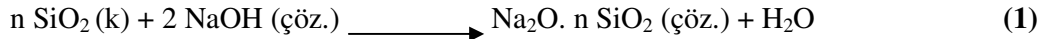
	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2.1	: Pirinç tanesinin yapısı..... 13
Şekil 2.2	: Pirinç kabuğu kesitinin SEM'deki görüntüsü 13
Şekil 2.3	: Pirinç kabuğunun SEM'deki görüntüsü..... 14
Şekil 2.4	: Pirinç kabuğunun 700°C'de 10 saat statik hava altında yakılması sonucu elde edilen pirinç kabuğu külünün SEM görüntüsü..... 16
Şekil 3.1	: Pirinç kabuğu külünden Na ₂ SiO ₃ çözeltisinin üretim şeması..... 21
Şekil 3.2	: Çeşitli silikatların genel üretim şeması..... 22
Şekil 4.1	: 10 ⁻² mol CaCl ₂ .2H ₂ O ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 29
Şekil 4.2	: Üretilen bir kalsiyum silikatın X-Ray grafiği..... 33
Şekil 4.3	: Üretilen bir magnezyum silikatın X-Ray grafiği..... 34
Şekil 4.4	: Üretilen baryum silikatın X-Ray grafiği..... 35
Şekil 4.5	: Üretilen çinko silikatın X-Ray grafiği..... 36
Şekil 4.6	: Üretilen alüminyum silikatın X-Ray grafiği..... 36
Şekil 4.7	: Tüm silikatların TGA grafikleri..... 38
Şekil 4.8	: Oleik aside ait FTIR spektrumu..... 42
Şekil 4.9	: Adsorpsiyon öncesi kalsiyum silikatın FTIR spektrumu..... 42
Şekil 4.10	: Adsorpsiyon sonrası kalsiyum silikatın FTIR spektrumu..... 43
Şekil 4.11	: Oleik aside ait FTIR spektrumu..... 44
Şekil 4.12	: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası kalsiyum silikat spektrumları..... 44
Şekil 4.13	: Adsorpsiyondan önce magnezyum silikatın FTIR spektrumu..... 45
Şekil 4.14	: Adsorpsiyondan sonra magnezyum silikatın FTIR spektrumu..... 45
Şekil 4.15	: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası magnezyum silikat spektrumları... 46
Şekil 4.16	: Adsorpsiyondan önce baryum silikatın FTIR spektrumu..... 47
Şekil 4.17	: Adsorpsiyondan sonra baryum silikatın FTIR spektrumu..... 47
Şekil 4.18	: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası çinko silikat spektrumları..... 48
Şekil 4.19	: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası alüminyum silikat spektrumları... 49
Şekil 4.20	: Silikatların adsorpladıkları oleik asit miktarının zamanla değişimi 50

PİRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDE ÇEŞİTLİ SİLİKATLARIN ÜRETİLMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, pirinç kabuğu külünden kalsiyum, magnezyum, baryum, çinko ve alüminyum silikatları üretilmiş, ürünlerin yüzey karakterizasyonu yapılmış ve adsorpladıkları oleik asit miktarları saptanmıştır. Bu amaçla, tarım sektöründen temin edilen pirinç kabuğu külü muffle fırında tekrar yakılarak silis içeriği yükseltilmiştir. Daha sonra da NaOH ile kaynatılarak yapıdaki mevcut silis sodyum silikat, Na₂SiO₃ çözeltisi halinde ekstrakte edilmiştir. Böylece elde edilen sodyum silikat çözeltisi Mg, Ca, Ba, Al ve Zn'nun klorür veya sülfat tuzlarıyla reaksiyona sokularak silikatlar üretilmiştir.

Yakılmış pirinç kabuğu külünde bulunan silika amorf haldedir. Amorf silikanın ise alkali ortamda çözünürlüğü yüksektir. Silikanın çözünürlüğe karşı gösterdiği bu davranış sayesinde, silika pirinç kabuğu külünden alkali ortamda ekstrakte edilebilir. Sodyum hidroksit ve silika arasındaki reaksiyon şu şekildedir:



Pirinç işleme fabrikasından temin edilen pirinç kabuğu külünün yanma koşulları bilinmediğinden, deneylerde kullanılan kül 600⁰C sıcaklıkta 6 saat süreyle yeniden yakılmıştır. Daha sonra da bu külün 100 gr'ı 600 ml 1 N NaOH çözeltisi ile bir saat süre ile kaynatılarak ekstraksiyonu yapılmıştır. Böylece yapıdaki silis içeriği Na₂SiO₃ çözeltisi halinde elde edilmiştir.

Pirinç kabuğu külünden bu şekilde elde edilen sodyum silikat çözeltisi ile kalsiyum, magnezyum, baryum, çinko ve alüminyum tuzlarının reaksiyona girmesiyle kalsiyum silikat, magnezyum silikat, baryum silikat, çinko silikat ve alüminyum silikat üretilmiştir. Bu üretimin aşamaları şunlardır:

1. Mg, Ca, Al, Ba, Zn tuzlarının sodyum silikat ile reaksiyonu ve kalsiyum silikat, magnezyum silikat, baryum silikat, çinko silikat ve alüminyum silikat çökeltilerinin elde edilmesi,
2. Çökeltinin süzülmesi,
3. Safsızlıkların giderimi için çökeltinin yıkanması,
4. Çökeltinin 1 hafta süreyle oda sıcaklığında kurutulması.

Bu aşamalar sonunda üretilen silikatların tane boyutu, yüzey alanı ölçümleri, X-ray ve TGA ve kimyasal analizleri yapılarak karakterizasyonları sağlanmıştır.

Çalışmanın son aşamasında ise, üretilen bu silikatların adsorban olarak kullanılabilirliğini araştırmak üzere oleik asit adsorpsiyonu incelenmiştir. Bu amaçla hem analitik yöntem ve hem de FTIR analizi yöntemi kullanılmıştır.

Yüzey alanı ölçümlerine göre en yüksek yüzey alanına magnezyum silikatın 625 m²/g gibi bir değer ile sahip olduğu bulunmuştur. Diğer silikatlara ait değerler ise, kalsiyum silikat 141 m²/g, baryum silikat 84 m²/g, çinko silikat 60 m²/g ve alüminyum silikat 309 m²/g şeklindedir.

Adsorpsiyon çalışmalarında ise, en yüksek oleik asit adsorpsiyon miktarının 506 mg oleik asit/ g adsorban olarak kalsiyum silikata ait olduğu bulunmuştur. Baryum, çinko, magnezyum ve alüminyum silikatlar ise sırasıyla, 258, 222, 126 ve 28 mg oleik asit/ g adsorban değerlerini vermiştir. Buna göre endüstride halen kullanılmakta olan magnezyum silikatın yanısıra, kalsiyum silikatın da oleik asit için adsorban olarak kullanılabilceği saptanmıştır. Yüzey alanının daha düşük olmasına rağmen özellikle kalsiyum silikatın oleik asit adsorpsiyon miktarının fazla olması, kalsiyum silikat yüzeyinde fiziksel adsorpsiyonun yanısıra kimyasal adsorpsiyonun varlığıyla açıklanmaktadır. Çinko ve baryum silikatlar da magnezyum silikattan daha yüksek adsorpsiyon miktarına sahip olarak adsorban olarak kullanımları mümkün gözükmektedir.

THE PRODUCTION OF VARIOUS SILICATES FROM RICE HULL ASH

SUMMARY

In this study calcium silicate, magnesium silicate, barium silicate, zinc silicate and aluminium silicate were produced from rice hull ash. Surface characterization of these products was done and oleic acid adsorption capacities were determined. The silica from rice hull ash was extracted by boiling rice hull ash with NaOH solution and sodium silicate solution was obtained. Silicates were produced by the reaction of sodium silicate with Mg, Ca, Ba, Al and Zn salts.

The silica is in the amorphous form in the rice hull ash which is obtained by burning of the rice hull. The amorphous silica can easily be dissolved in alkali solution. The amorphous nature of RHA silica makes it extractable. The reaction between sodium silicate and silica is as follows:



Rice hull ash acquired from an industrial rice processing plant was burned at 600⁰C for 6 hours. 100 grams of rice hull ash was boiled with 600 ml 1 N NaOH solution for 1 h. Hence the silica from rice hull ash was extracted and sodium silicate solution was produced. Then the mixture was filtered through a filter paper and washed to remove the residue of ashes from sodium silicate solution.

Calcium silicate, magnesium silicate, barium silicate, zinc silicate and aluminium silicate were produced by the reaction of the obtained sodium silicate solution with calcium, magnesium, barium, zinc and aluminium salts. The steps of the production are as follows:

1. The reaction of sodium silicate solution with salts (CaCl₂.2H₂O, MgSO₄.7H₂O, BaCl₂.2H₂O, ZnSO₄.7H₂O, Al₂(SO₄)₃.18H₂O) and precipitation of silicates,
2. Filtering the precipitate,
3. Washing the precipitate with water to remove the impurities,
4. Drying the precipitate at room temperature for a week.

Particle size analysis, BET surface area measurements, X-ray, TGA and chemical analysis were done of produced silicates.

Oleic acid adsorption was applied to investigate the usability of the silicates as adsorbent. Then amount of adsorbed oleic acid of the silicates were calculated. FTIR analysis was done before and after adsorptions.

As a result of the study it was found that the magnesium silicate has the highest surface area with a value of 625 m²/g. The values of the other silicates are as

follows; calcium silicate with the value of 141 m²/g, barium silicate with the value of 84 m²/g, zinc silicate with the value of 60 m²/g and aluminium silicate with the value of 309 m²/g.

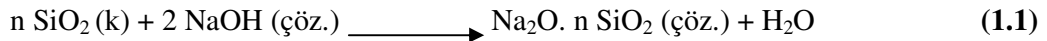
Calcium silicate has adsorbed the highest oleic acid amount with the value of 506 mg oleic acid/g adsorbent. The other silicates are barium silicate with the value of 258 mg oleic acid/g adsorbent, zinc silicate with the value of 222 mg oleic acid/g adsorbent, magnesium silicate with the value of 126 mg oleic acid/g adsorbent and aluminium silicate with the value of 28 mg oleic acid/g adsorbent. Thus, it is appropriate the usage of calcium silicate for especially oleic acid adsorption. Although the calcium silicate has lower surface area, it has the highest oleic acid adsorption; this situation can be explained by the reaction between oleate ion and calcium. FTIR analyses showed that oleic acid is chemically adsorbed on the surface of calcium. It also seems possible that the usage of zinc and barium silicates as adsorbent, since they have higher adsorption amounts than the magnesium silicate.

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Bu çalışmada, pirinç kabuğu külünden çeşitli silikatların üretilmesi, bu silikatların yüzey özelliklerinin incelenmesi ve adsorban olarak kullanılabilirliğinin araştırılması amaçlanmıştır.

Pirinç, dünyada 1.6 milyar kişinin besin maddesinin yarısını oluşturmaktadır. Pirinç üretimi sonucunda, atık malzeme olarak aşırı miktarda pirinç kabuğu ortaya çıkmaktadır. Çeltik bitkisi, yeryüzünde buğdaydan sonra en fazla üretilen tahıldır. Çeltik fabrikalarında işlenerek pirinç elde edilir. Pirinç üretiminin atığı olan kabukların tanelerden ayrılması sırasında iki kabuk oluşur. Birinci kabuk; pirinç tanesinin etrafını saran ince bir zar şeklinde olup buna kepek denir. Besleyici yönden zengin olduğu için hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. İkinci kabuk ise; bir pirinç tanesinin en dışındaki kabuktur. Bu kabuğa da kavuz veya kapçık denmektedir. Kavuz, silis ve karbon içerir. Yapısındaki silis kabukların iskeletini oluşturur ve amorf haldedir [1]. Pirinç kabuğu yaklaşık %40-45 selüloz, %25-30 lignin, %15-20 kül, %8-15 nem içermektedir [2]. Pirinç kabuğu yakılarak kül elde edilir. Pirinç kabuğu külü, en az %60 oranında zengin silis içeriğine sahiptir [3]. Dolayısıyla pirinç kabuğu ve pirinç kabuğu külü silisyum bazlı malzemelerin üretimi için hammadde olarak kullanılabilir. [4].

Pirinç kabuğu külünden silika üretimi için çeşitli araştırmalar yapılmıştır. Amorf silikanın çözünürlüğü ortam pH'ı 10'un altındayken çok düşüktür fakat 10'un üstüne çıktığında çözünürlük de büyük oranda artmaktadır. Silikanın çözünürlüğe karşı gösterdiği bu davranış sayesinde, silika pirinç kabuğu külünden alkali ortamda ekstrakte edilebilir [4].



Bu metod kullanılarak elde edilen sodyum silikat çözeltisi ile magnezyum tuzlarının reaksiyona girmesi ile magnezyum silikat üretilmektedir [5].

Sentetik magnezyum silikat; amorf yapıda, beyaz ince toz halinde, büyük bir yüzey alanı olan, asit ve alkali metal katalizörünü adsorbe edebilme özelliğine sahip olan bir maddedir [6]. Sentetik magnezyum silikatın çeşitli kullanım alanları mevcuttur. Magnezyum silikat, kızartma yağlarının kullanım sürelerini uzatmak için aktif filtre rolü görecektir şekilde kullanılmaktadır [7]. Magnezyum silikatın başka bir yaygın kullanım alanı ise, biyodizelin temizlenme aşamasındadır [8]. Magnezyum silikat ayrıca anti statik madde olarak, kekleşme önleyici ve dolgu maddesi olarak kullanım yeri bulur [3].

Son yıllarda yapılan çalışmalarda pirinç kabuğu külünden magnezyum silikat üretimi yapılmış ve üretilen magnezyum silikat adsorban özellikleri araştırılmıştır. Araştırmalar sonucunda magnezyum silikatın kızartma yağlarının iyileştirilmesinde ve biyodizel temizlenmesinde etkili olduğu görülmüştür.

Bu çalışmada ise magnezyum silikatın yanında ayrıca kalsiyum silikat, baryum silikat, çinko silikat ve alüminyum silikatın pirinç kabuğu külünden eldesi ve üretilen silikatların adsorban olarak kullanılabilirliğinin araştırılması hedeflenmiştir.

2. TEORİK BİLGİLER

2.1 Silikatlar Hakkında Genel Bilgi ve Kullanım Alanları

2.1.1 Kalsiyum Silikat

Kalsiyum silikatların doğal ve sentetik olanları mevcuttur. Bunların da birçok çeşidi vardır. Amorf veya kristal, hidrate veya anhidrate olabilir [9]. Sentetik kalsiyum silikat, kalsiyum oksit ile silikatın 0.8:1 – 1.1:1'e mol oranında reaksiyonu sonucu elde edilen bir adsorbandır [10]. Doğada kalsiyum metasilikat (CaSiO_3) olarak vollastonit adıyla bulunur [11].

Kalsiyum silikatın sulu çözeltilerden endotoksin uzaklaştırma konusunda etkili olduğu gözlemlenmiştir. Endotoksin, E. Coli gibi gram-negatif bakterilerin hücre dışı membranlarında bulunan lipopolisaccaritler (LPS) sınıfı için kullanılan genel bir terimdir. Kalsiyum silikat adsorbanının 1 gramının, 6 milyon endotoksin ünitesini (EU) uzaklaştırma kapasitesi vardır. Ayrıca, ortamda bir elektrolitin bulunması (NaCl gibi) ile endotoksinin uzaklaştırılmasının hızlandığı görülmüştür [9].

Kent ve Drohan, bu adsorban ile insan kanındaki plazma fraksiyonundan lipitleri uzaklaştırma konusunda bir çalışma yapmışlardır [12]. Kalsiyum silikat, geçirgen kek özelliği sayesinde, katı-sıvı ayrımını daha uygun hale getirmektedir. Bu özelliği sebebi ile diğer toz adsorbanlardan ayrılır. Ayrıca, kalsiyum silikat oral katı gentamicin (GM)' in hazırlanmasında adsorban olarak kullanılmıştır. Gentamicin; gram-negatif bacili ve gram pozitif cocci enfeksiyonlarının iyileştirilmesi için kullanılan önemli bir antibakteriyel ajandır [13].

Kalsiyum silikatın adsorban dışında ana kullanım alanı seramik sanayisidir. Seramik malzemelerin üretiminde feldspat, kalsit, kuvars, dolomit, talk gibi hammaddeler yerine veya seramik mamülün belirli özelliklerinin düzenlenebilmesinde kalsiyum silikat kullanılmaktadır. Sentetik kalsiyum silikat, toprak düzenleyici ve verim

artırıcı olarak, kireçtaşı yerine tarımda kullanılmaktadır. Kalsiyum silikat, mineral özelliği nedeniyle cam sanayisinde, parlaklığı ve sağlamlığı ile naylon sanayisinde kalıplama işlerinde kullanılabilir. Boya sanayisinde de katkı maddesi olarak kullanılır. Kuzey Amerika'da cam yapımında kireçtaşı ve kum yerine kalsiyum silikat kullanma çalışmaları yapılmaktadır [11].

Çimento endüstrisinde, kalsiyum silikat sertlik kazandırıcı olarak çimento içinde yer almaktadır. Puzzolan adı verilen silisli malzemeler kalsiyum hidroksit ile reaksiyona girerek, kalsiyum silikat oluşturmakta ve çimentoya sertlik kazandırmaktadır [14].

Ayrıca, kalsiyum silikat, dişlerde dolgu malzemesi (MTA) olarak kullanılabilmektedir [15].

Kalsiyum silikatlar, kağıt endüstrisinde de üretim sırasında dolgu maddesi olarak kullanılmaktadırlar [10]. Baskı kağıtlarının parlaklık ve opaklığını artırmak için kullanılır. Lifler tarafından doğal olarak tutulduğundan tutunması için yardımcı maddeye gerek duymaz. Üstelik diğer maddelerin tutunmasına da yardımcı olur [16].

Kalsiyum silikatların önemli bir kullanım alanı da fosfat gidermedir. Fosfatlar çevre için önemli tehdit unsurudurlar. Su yollarında bulunan yüksek konsantrasyondaki fosfat; şiddetli bir biçimde, yüksek derecede toksik mavi-yeşil alglerin çoğalmasına sebep olmaktadır. Bu yüzden atık kaynaklarındaki fosfatın tutulması ve düşürülmesi gerekmektedir. Bunun için biyolojik yöntemler veya son zamanlarda kalsiyum iyonları kullanılarak yapılan çalışmalar bulunmaktadır. Bunlardan en yaygını kireç (CaO) ve kireçtaşı (CaCO₃) kullanarak kalsiyum fosfat Ca₃(PO₄)₂ oluşturma işlemidir. Kalsiyum silikatlar da fosfat içeren atıklarda kullanılabilecek yüksek verimde arıtma sağlayabilen sorbentlerdir. Yüksek fosfat seçiciliği kalsiyum silikatları fosfat sorbenti olarak bir potansiyel haline getirmektedir [10].

Kalsiyum silikat; termoset reçine sistemlerinde değişik boyutlarda dolgu malzemesi olarak kullanılır. Genellikle boya bileşimlerinde kullanılan bu malzeme reçine sistemlerinde iyi elektrik ve ısı yalıtkanlığı sağlar [17].

Kalsiyum silikat, mineral esaslı bir yalıtım malzemesi olarak da kullanılmaktadır. Aynı zamanda su ilavesiyle sertleşen toz halinde de bulunmaktadır. 110⁰C'ye kadar dayanan türleri mevcut olduğundan genellikle yüksek sıcaklık yalıtımlarında kullanılır. Basınç dayanımı çok yüksektir (8-10 kg/cm²). Ayrıca kalsiyum silikat yangın yalıtımı için de elverişli bir malzemedir [18].

Gıda sanayisinde kalsiyum silikat; E 552 kod numarası ile çözücü ve taşıyıcı olarak kullanılmaktadır [19].

Ticari olarak kalsiyum silikat üreten çeşitli firmalar vardır. Shreeji Fine Chem firmasının ürettiği hidrate sentetik kalsiyum silikatın bazı özellikleri aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 2.1: Hidrate kalsiyum silikatın özellikleri [20]

Özellik	Değer
Yüzey Alanı (BET) (m ² /g)	200-225
Ortalama Tanecik Boyutu (Mikron)	2.8
pH (%2 sulu çözeltide)	9.5-10.5
Kurutma Kaybı % (105°C, 2 saat)	6.5
Su Absorpsiyonu %	300-440
Beyazlık %	95-98
Refraktif İndeks	1.47
Silika (SiO ₂) % ağırlık	78.5
Kalsiyum (CaO) % ağırlık	19.2

2.1.2 Magnezyum Silikat

Kimyasal proseslerde oldukça sık kullanılan magnezyum silikat, günümüzde sentetik olarak da elde edilebilmektedir. Sentetik magnezyum silikat; amorf yapıda, beyaz ince toz halinde, büyük bir yüzey alanı olan, asit ve alkali metal katalizörünü adsorbe edebilme özelliğine sahip olan bir maddedir [6]. Endüstride üretilen sentetik magnezyum silikatın genel tanımı MgO.nSiO₂.H₂O şeklindedir. Ticari olarak kullanılan adsorbanın molekül formülü ise genellikle 2MgO.3SiO₂.2H₂O şeklindedir. Sentetik magnezyum silikat, magnezyum tuzlarının sodyum veya potasyum silikat çözeltisi ile reaksiyonu sonucu elde edilir. Sodyum silikat; yüksek enerji gerektiren cevher zenginleştirme işlemleriyle, inorganik minerallerin ergitilmesi veya tahıl atıkları kabuklarından elde edilebilir [5].

Magnezyum tuzlarından magnezyum sülfat ($MgSO_4 \cdot 7H_2O$) ile sodyum silikatın reaksiyonu sonucu magnezyum silikat şu şekilde elde edilmektedir:



Hidrate magnezyum silikat ($MgO \cdot nSiO_2 \cdot H_2O$) çeşitli ticari isimler altında piyasada bulunmaktadır. Shangyuchem firmasına ait magnezyum silikatın özellikleri Tablo 2.2'de verilmiştir [6].

Tablo 2.2: Sentetik magnezyum silikatın özellikleri [6]

Özellik	Değer
SiO ₂ %	62-68
MgO %	13-15
Tane Boyutu (µm)	Min. 90
Kurutma Kaybı % (105 ⁰ C, 2 saat)	6-8
Spesifik Yüzey Alanı (m ² /g)	Min. 500
Por Hacmi (ml/g)	Min 0.6
pH Değeri	9-11

Sentetik magnezyum silikatın çeşitli kullanım alanları mevcuttur. Magnezyum silikat, kızartma yağlarının kullanım sürelerini uzatmak için aktif filtre rolü görecektir şekilde kullanılmaktadır. Kızartma yağlarının kullanımı esnasında hidroliz, oksidasyon ve polimerizasyon gibi reaksiyonlar meydana gelmektedir. Kızartma sırasında, yağdaki polar yapıda olmayan trigliseridler, polar yapıdaki monogliserid, digliserid ve serbest yağ asitlerine (FFA), oksidasyona uğramış trigliseridlere, polimerlere, aldehitlere, ketonlara ve daha bir çok bozunma ürününe dönüşür. Böylece yağdaki polar bileşiklerin konsantrasyonu artmakta ve bu da yağın kalitesini azaltmakta, kızartma için uygun olmayan hale getirmektedir. Aktif filtre olarak kullanılan magnezyum silikat gibi adsorbanlar ise oluşan polar maddeleri ve ayrıca yağda çözünebilen özel kimyasal maddeleri de giderebilmektedir [10]. Bu tip adsorbanların kullanımı; yağın ömrünü, kalitesini artırmakta ve bu sayede yağ sarfiyatı düşürmektedir. Çeşitli adsorbanların kullanıldığı bir kızartma yağının rafinasyonuna adsorbanların etkisi Tablo 2.3'de gösterilmiştir.

Tablo 2.3: Çeşitli adsorbanların kızartma yağı iyileştirilmesindeki etkinlikleri [7]

Adsorban	Ticari İsmi	Uzaklaştırılan Toplam Polar Madde (mg)
Aktif Alüminyum	A-2	99,7
Aktif Karbon	Darko T-88	38,5
Magnezyum Silikat	Magnesol XL	156,8
Beyazlatılmış Killer	Fitrol 105	88,4
Kalsiyum Silikat	Silasorb	94
Silika Jel	Silica Gel 60	139,6
Silika #1	Britesorb C200	61,4
Silika #2	Trisyl	83,8

Tablo 2.3'te, gram adsorban başına uzaklaştırılan miligram cinsinden polar madde miktarları görülmektedir. Magnezyum silikat en iyi performansı göstererek, polar madde içeriğinde en fazla iyileşmeyi sağlamaktadır.

Magnezyum silikatın başka bir yaygın kullanım alanı ise, biyodizelin temizlenme aşamasındadır. Biyodizel, standart petrokimyasal dizele alternatif bir dizel yakıttır. Çeşitli bitkisel veya hayvansal yağlardan triaçilgliseritlerin (yağ asidi esterleri) dönüştürülmesi ile elde edilmektedir. Bu proste, triaçilgliseritler alkol ile (genellikle metanol) bir asit veya alkali katalizör varlığında reaksiyona girer ve monoesterleri (metil esterler) oluşur. Bunlara biyodizel denir. Reaksiyon sonucu, biyodizelin yanında mutlaka ayrıştırılması gereken gliserin de oluşmaktadır. Ayrıştırma işlemi sonrasında biyodizelde kaliteyi düşüren bazı zararlı kirlilikler bulunur ve bunun için su ile yıkama yapılmaktadır. Araştırmalar sonucu, su ile yıkama aşaması yerine, magnezyum silikat adsorbanı ile muamelenin daha iyi sonuçlar verdiği gözlemlenmiştir. Sonuçta elde edilen biyodizelin kalitesinin yıkama uygulanan biyodizele göre daha yüksek kalitede olduğu görülmüştür. Magnezyum silikat metil esterden gelen sabun, serbest gliserin, serbest yağ asitleri, di-gliseridler, monogliseridler gibi kirliticileri adsorplarken, renk, fosfor ve sülfürü de uzaklaştırmaktadır [8]. Yıkama sisteminde üretilen biodizel , yaklaşık 3 misli su ile yıkandıktan sonra yan ürünler uzaklaştırılabilmektedir. Yıkama işlemi sonucunda açığa çıkan su ise ayrı bir arıtma sisteminde arıtıldıktan sonra kanalizasyona verilebilmektedir.

Yıkama sisteminden sonra suyun ayrılması için bir santrifüj sistemi veya ağırlıkça suyu ayırmak için ekstra ekipman gerekmektedir. Ürün içinde kalan eser miktarda suyun ürün standardını bozmasından dolayı da bir kurutma işlemine ihtiyaç duyulmaktadır. Su ile yıkama işlemi, biyodizel içindeki suda çözünen safsızlıkları üründen uzaklaştırırsa da suda çözünmeyen safsızlıkların giderilmesinde etkili olamamaktadır.

Yıkama sistemlerinde biyodizel içindeki yan ürün olan sabun su ile emülsiyon oluşturmakta ve ürün saflığını bozmaktadır. Yıkama sistemlerinden suyun sürüklediği biyodizel büyük bir verim kaybına sebep olmaktadır.

Tüm bunlara dayanarak magnezyum silikat adsorbanı ile muamelenin daha uygun olduğu düşünülmektedir [21].

İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği bölümünde son yıllarda yapılan çalışmalarda, yine kullanılmış kızartma yağının ve bu yağdan elde edilmiş biyodizelin ticari magnezyum silikat ile (Magnesol XL) adsorpsiyonu yapılmış ve bu işleme sıcaklık ve adsorblayıcı miktarının etkisi araştırılmıştır [22]. Bu çalışmada; sıcaklık 100⁰C üzerinde olduğunda, yağın oksidasyonunda magnezyum silikatın katalitik etkisi olduğu ve adsorpsiyon işleminin 100⁰C'nin altında gerçekleştirilmesi gerektiği görülmüştür. Magnezyum silikat ile rejenere edilmiş yağı ve kullanılmış kızartma yağından doğrudan elde edilen biyodizelin özellikleri karşılaştırılmıştır. Çalışmada magnezyum silikat ile adsorpsiyon işleminin hem kızartma yağının hem de biyodizelin saflaştırılmasında etkin bir adsorban olduğu saptanmıştır [22].

Magnezyum silikat ayrıca anti statik bir madde olarak, kekleşme önleyici ve dolgu maddesi olarak da kullanım yeri bulur [3]. Bunların yanı sıra, polimer üretiminde, poliollerin saflaştırılması, lipidlerin ayrılması, hidrokarbonlardan azotlarının ayrılması, aromatik karışımların ayrılması, sabunlardaki renk bozukluklarının giderilmesi, mineral yağların ve kuru temizleme çözücülerinin arındırılması, aminasyon reaksiyonlarında katalizörlük gibi kullanım alanlarına sahiptir [5].

Magnezyum silikat, doğada talk ve diğer silikat mineralleri şeklinde bulunmaktadır. Talk maden olarak işlenebilen en yumuşak mineraldir. Yapırsı yapısı ve kolay işlenebilirliği sayesinde bir çok sanayi kolunda kullanılır.

Kozmetiklerin hazırlanmasında büyük ölçüde yararlanılan talk, $Mg_3(Si_2O_5)_2(OH)_2$ formülünde bir magnezyum silikattır [23]. Kaplama pudralarda baskın olarak talk ve artan miktarlarda kapayıcı pigmentler bulunur. Bu pigmentlerden biri de talktır [10].

Plazma görüntü panelleri (PDP), günümüzde yaygın olarak kullanılan ve geleceği de parlak olan bir gelişen teknoloji ürünüdür. PDP'lerin parlaklık veriminin ve kullanılan fosforlarının ömrünün uzatılması için toprak alkali magnezyum silikatların kullanılması üzerinde çalışmalar yürütülmektedir [10].

Talk, fiziksel ve kimyasal yapısından kaynaklanan özellikler sebebiyle boya sanayinde her zaman talep edilen bir malzeme olmuştur. Kapatıcılığı, beyazlık, matlık arttırma derecesi, zımpara özelliği ve saflığı talk seçiminde kullanılacak en önemli parametrelerdir [24].

Gıda sanayinde; magnezyum silikat E 553 kod numarası ile tablet ve tablet formunda kaplanmış gıdalarda kullanılmaktadır [10].

Magnezyum silikat, deterjanların bileşiminde katkı maddesi olarak sodyum silikat, karboksimetil selüloz, magnezyum sülfat, sodyum perborat, sodyum hipoklorit, enzimler, boya ve parfümlerle birlikte kullanılmaktadır [25].

2.1.3 Baryum Silikat

Baryum silikatlar ($BaSiO_3$, $BaSi_2O_5$) özel niteliklerinden dolayı; seramikler, sır ve cam endüstrisinde ve son zamanlarda ise güneş pili üretiminde önemli bir bileşen olarak kullanılmaktadır.

Baryum silikat mineralleri nadir olarak bulunmakta, bu yüzden endüstriyel amaçlı kullanılacak olan baryum silikatlar, baryum karbonat ($BaCO_3$) mineralleri gibi farklı baryum minerallerinden elde edilmektedir. Bunun için baryum karbonatlar, silikatlar ile karıştırılıp ısıtılır. Bu ısınma sürecinde aşağıdaki kimyasal reaksiyonla baryum silikat elde edilir:



Elde edilecek baryum silikatın erime sıcaklığının $1600^{\circ}C$ civarında olması sebebiyle ısı kaynağının yüksek performansta olması gerekmektedir. Isıtma kaynağı olarak ısı deşarj elektron tabancası kullanılan bir çalışmada, yüksek verimde baryum silikat üretimi sağlanmıştır [26].

Baryum silikatlar, nükleer güvenlik çalışmalarında rol oynamaktadırlar. Tehlikeli bir fizyon ürünü olan baryumun, olası bir nükleer reaktör kaza sonrası ve sonrasında davranışlarının önceden belirlenmesi bunun için de çeşitli bileşiklerinin termodinamik özellikleri hakkında bilgi edinilmesi gereklidir. Bunun için baryum silikatlar bu tip araştırmalarda kullanılmaktadırlar [10].

Baryum silikatlar, beyaz toz halinde olup, baryum oksit ile optik cam imalinde kullanılır [27].

Gıda sanayisinde baryum silikat; E 552 kod numarası ile çözücü ve taşıyıcı olarak kullanılmaktadır [10].

2.1.4 Çinko Silikat

Çinko silikatlar günümüzde; boya malzemesi olarak kullanımdan önce, solvent bazlı silikat solüsyonuna metal çinko tozunun ilave edildiği, iki ayrı paket halinde satılan ürünlerdir. Çinko silikatlar iyi anti-pas özellikleri, yıpranmaya ve darbelere karşı direnç, iyi seviyede solvent direnci, pH 6 – 9 aralığında yüksek kimyasal direnç, 400⁰C'ye kadar sıcaklıklara mukavemet özelliği gösterebilen silikatlardır [28].

Çinko silikat floresan tüplerin kaplanması için kullanılır [27].

Gıda sanayisinde ise E557 koduyla topaklanmayı önleyici ajan olarak geçmektedir [19].

2.1.5 Alüminyum Silikat

Toz olarak üretilen alüminyum silikatlar, mürekkep, yapıştırıcı, plastik, kauçuk üretiminde ve kaplamalarda, dolgularda, sabun ve deterjanlarda, cerrahi eldivenlerde, kablo endüstrisinde, yalıtım bileşiklerinde, döşeme ve köpük ürünlerde kullanılmaktadır. Ayrıca paketlemede kavanoz, kova, varil ve çöp poşetlerinin üretiminde kullanılır [29,30].

Genel olarak silikatlar boya ve vernik üretiminde de önemli role sahiptirler. Silikatlar, mineral boyaları ya da başka bir deyişle inorganik pigmentler olarak uygulanabilmektedir. İnorganik pigmentler teknolojinin birçok dalında giderek artan bir öneme sahiptirler. Sodyum-alüminyum silikatlar gösterdikleri avantajlı özellikleri ile uygulama alanları olarak dolgu malzemesi, boya ve vernik üretiminde kullanılmaktadırlar.

Ayrıca akrilik boyalar çabuk kuruyabilen, ısı ve diğer bozucu etkilere karşı yağlıboyadan daha dayanıklı olan boyalardır. Akrilik boyalarda da pigment olarak çöktürülmüş sodyum-alüminyum silikat kullanılabilir [10].

Alüminyum silikatın önemli bir kullanım alanı da katalizörlerdir. Dizel motorlar; yakıt ekonomileri ve dayanıklılıkları sayesinde özellikle taşıma endüstrisinde önemli bir güç kaynağı haline gelmişlerdir. Bu tip motorlardaki bir takım avantajların yanı sıra kirletici madde emisyonlarının gerçekleşmesi gibi bir durum da söz konusudur. Azot oksitler (NO_x), dizel motorlarda emisyon olarak çıkmaktadır. Dizel eksozlarında büyük oranda bulunan oksijen fazlası, NO_x gazının katalitik redüksiyonunun hidrokarbonlar tarafından gerçekleştirilmesini engellemektedir. Bu şartlardan dolayı yüksek N_2 seçiciliği olan katalizörler geliştirilmektedir. Platin bazlı katalizörler bu işlem için uygun maddeler olarak belirlenmiştir. Platinin oldukça yüksek oranda NO_x düşürme aktivitesine sahip olmasının yanında N_2 seçiciliği nispeten düşüktür. Bu yüzden seçiciliği artırmak amacıyla uygun bir yardımcı materyal (alüminyum silikat) kullanılarak daha etkili NO_x redüksiyonu gerçekleştirilebilmektedir.

Alüminyum silikatlar doğada kaolin, mika, zeolit gibi çeşitli minerallerin yapısında bulunmaktadır.

Bir tür hidrate alüminyum silikat olan kaolin de yağ ve ter emici olarak pudralarda kullanılmaktadır [10]. Pudralar genellikle tabaka halindedir ve yüze pudra ponponu ile uygulanmaktadır. Transparan pudralarda da aynı formüller bulunmaktadır; ancak, daha az miktarda talk, titanyum dioksit veya çinko oksit bulunmaktadır.

Bir diğer silikat bileşiği mikadır ve potasyum alüminyum silikat bileşenlerinden meydana gelmiştir. Potasyum atomları silikat katları arasında zayıf bağlar kurarlar. Bunun neticesinde kalınlığı 25 mikrondan daha az ince levha yapısı oluşur. Bu levhalar yüksek dielektrik dayanımı, düşük ısı iletimi ve iyi bükülme özellikleri gösterirler. Uygun elektriksel özelliklerinden dolayı, toz mika elektrik endüstrisinde termoset reçineler için dolgu maddesi olarak geniş uygulama alanları bulur. Mika, reçinenin ısı, çatlama ve rutubet dayanımını yükseltir. Sıvı reçine sistemi içerisinde dibe çökmeme özelliği vardır. Püskürtme, el yatırması yöntemleri ve hazır kalıplama bileşimleri formülasyonunda mika kullanılabilir [17].

Kristal suyu içeren alüminyum silikat bileşikleri zeolit olarak da tanımlanmaktadır.

Altan ve ark. (1998) tarafından zeolit, toprak alkali katyonları içeren, kristal yapıda, kolay ve bol bulunan alüminyum silikası olarak tanımlanmıştır.

Alçıçek ve ark. (1998) ise, zeolitleri; Na, K, Ca, Mg gibi elementleri içeren kristal formda, üç boyutlu, sonsuz bir yapıya sahip alüminyum silikat olarak tanımlamaktadır.

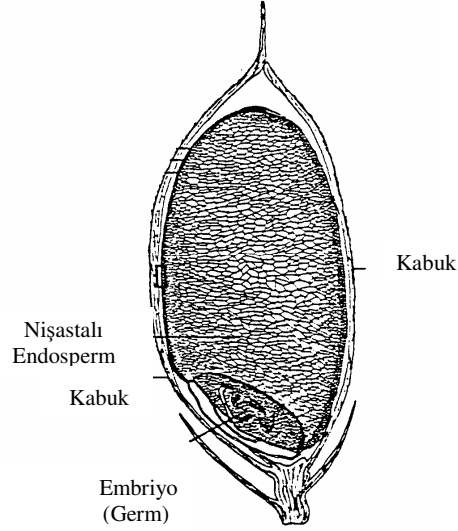
Diğer bir tanıma göre zeolitler, içinde sınırlı da olsa tersinir iyon değişimine ve hidratasyona izin veren alkali ve/veya toprak alkali katyonlarla, su moleküllerinin bulunduğu gözenekleri barındıran, üç boyutlu bir ağ örgüsüne sahip, alümina silikat olarak tanımlanmaktadır [31].

2.2 Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgi

2.2.1 Pirinç Kabuğu

Pirinç, dünyada 1.6 milyar kişinin besin maddesinin yarısını oluşturmaktadır. Ekilebilen alanların % 11'inde yani yaklaşık olarak 145 milyon hektar alanda pirinç ekimi yapılmaktadır. Pirinç üretimi sonucu, atık malzeme olarak aşırı miktarda pirinç kabuğu ortaya çıkmakta ve üretimin fazla olduğu bölgelerde çevrede büyük alanları kaplayarak çevrenin kirlenmesine neden olmaktadır.

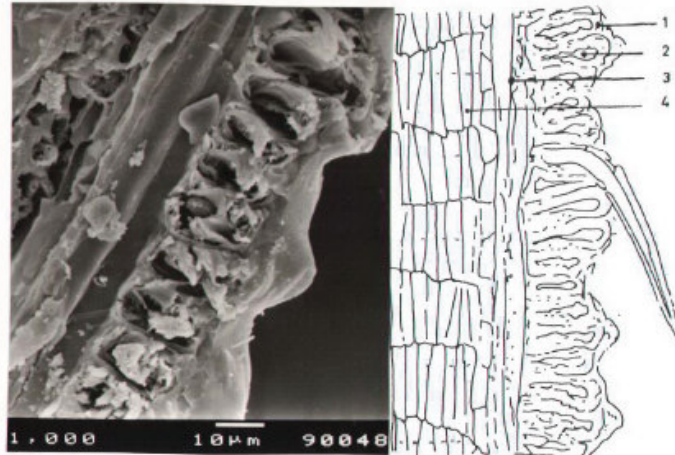
Çeltik bitkisi, yeryüzünde buğdaydan sonra en fazla üretilen tahıldır. Çeltik fabrikalarında işlenerek pirinç elde edilir ve işleme sırasında çeltiğin % 9-10'u kepek, %20'si kavuz olarak ayrılır. Pirinç üretiminin atığı olan kabukların tanelerden ayrılması sırasında iki kabuk oluşur. Birinci kabuk; pirinç tanesinin etrafını saran ince bir zar şeklinde olup buna kepek denir. Besleyici yönden zengin olduğu için hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. İkinci kabuk ise; bir pirinç tanesinin en dışındaki kabuktur. İçteki kabuğa göre daha serttir ve bu kabuğa da kavuz veya kapçık denmektedir. Kavuz, silis ve karbon içerir. Yapısındaki silis kabukların iskeletini oluşturur ve amorf haldedir [1].



Şekil 2.1: Pirinç tanesinin yapısı [32]

Kabuk organik ve inorganik bileşikler içerir [33]. Kabukların kimyasal kompozisyonu, coğrafi konum, su ve özel kültür uygulamalarına göre değişkenlik göstermektedir. Bu değişkenlere bağlı olarak pirinç kabukları yaklaşık %40-45 selüloz, %25-30 lignin, %15-20 kül, %8-15 nem içermektedir. İtalya'nın Po nehri bölgesinde üretilen pirinçlerin kimyasal bileşiminin, kabukların ortalama %40 C, %5 H₂, %40 O₂ ve %15 kül bileşimine sahip olduğu saptanmıştır [2].

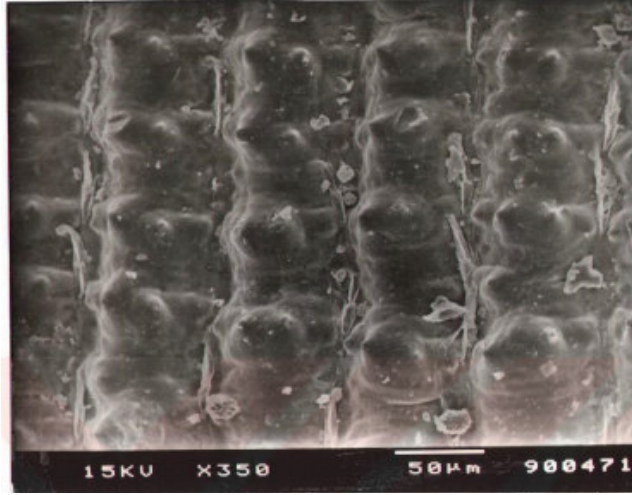
Şekil 2.2'de bir pirinç kabuğu kesitinin SEM görüntüsü yer almaktadır.



Şekil 2.2: Pirinç kabuğu kesitinin SEM'deki görüntüsü [2]

Şekil 2.2'den görülebileceği gibi kabukta 4 ayrı tabaka yapısı vardır.

- 1- Aralarında yüzey saçlarının bulunduğu oldukça taşlaşmış dalgalı kalın bir tabaka
- 2- Bir kısmı odunlaşmış kalın sert doku
- 3- Lifli kısımları dolduran hücresel doku
- 4- Genellikle aynı boyutta hücrelerden oluşan iç doku.



Şekil 2.3: Pirinç kabuğunun dış yüzeyinin SEM'deki görüntüsü [2]

Saf su ile yıkayıp kurutulmuş pirinç kabuğunun dış yüzeyinin SEM'deki görüntüsü Şekil 2.3'de görülmektedir.

Pirinç kabuğunun çeşitli kullanım alanları vardır. Kırsal bölgelerde kış mevsiminde ısı gereksinimini karşılamak üzere sobalarda yakıt olarak kullanılmaktadır. Çelik üretimi sonunda kabuklar çelik külçelerin üzerine serilerek, çeliğin soğuması yavaşlatılır ve kristal yapı oluşur. Özellikle Mısır, Japonya ve bazı diğer ülkelerde refrakter malzeme üretiminde ve izolasyon malzemesinde pirinç kabuğundan yararlanılır. Pirinç kabukları havasız yerde yakılarak aktif karbon elde edilebilir ve ayrıca aktif karbon absorpsiyon özelliğinin yüksek oluşu nedeniyle sanayide renk, koku giderici olarak kullanılmaktadır. Yapı malzemesi olarak hafif beton imalinde hafif agrega olarak kullanılmaya elverişlidir [1]. Ayrıca çimentoda da puzzolun olarak kullanılır [33]. Kauçuk üretiminde dolgu malzemesi olarak kullanılabilir [2]. Pirinç kabuğu silis içeriği sayesinde günümüzde silika jel, silikat filmler, sodyum silikat, silisyum karbür, silisyum nitrid, silikon tetraklorid, saf silikon ve zeolit gibi silisyum bazlı malzemelerin üretimi için hammadde haline gelmiştir [3, 34].

2.2.2 Pirinç Kabuğu Külü

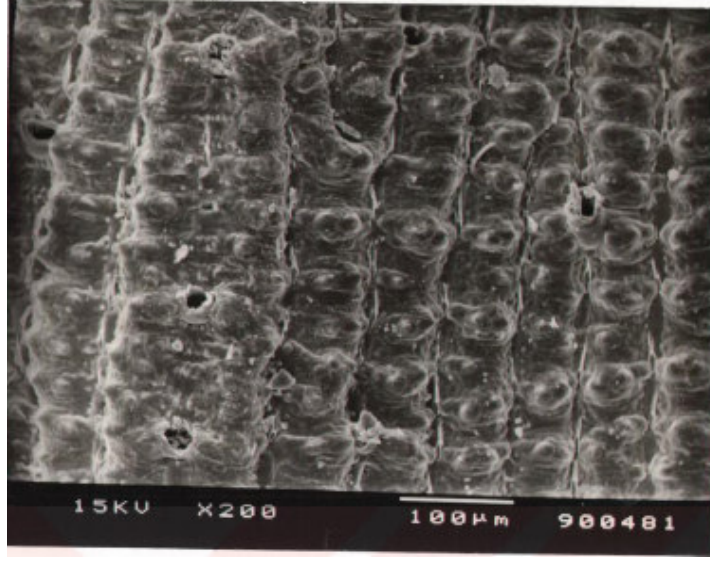
Pirinç kabuğu yakılarak kül elde edilir [33]. Pirinç kabukları, bir çok ülkede endüstriyel olarak yakılmaktadır. Yakma işlemi enerji sağlamanın yanı sıra silis bakımından zengin ve endüstriyel olarak kullanılabilen yan ürün olan pirinç kabuğu külü elde edilmesini sağlar [5]. Külün kullanım şekline göre kabuğun yakma şekli de değişmektedir. Kabuk yakıt olarak kullanılıyorsa, yakma koşullarını sabit tutulmasına gerek kalmamaktadır [1]. Yakma işlemi sırasında organik kısımlar yanmasına rağmen, silisin kabuktaki bitkisel hücrelerin zarında yoğunlaşmasından dolayı yapı kendini korumaktadır [5].

Kabukların yakma sıcaklığına ve süresine göre külün rengi siyah, koyu gri, gri, beyaz gibi renklere olabilir [33].

Pirinç kabuğu külü, en az %60 oranında zengin silis içeriğine sahiptir [3]. Bundan dolayı ekonomik olarak silika bazlı maddelerin üretimi için uygundur [4]. Farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde yakılmış pirinç kabuğu külünün içeriği de farklı olacaktır. Özellikle küldeki silisin hammadde olarak kullanıldığı durumlarda silis içeriğinin çok olması önem kazanmaktadır [5].

Tablo 2.4: Çeşitli pirinç kabuğu küllerinin kimyasal içerikleri [2,34,35].

Bileşen	İçerik %		
SiO ₂	86.9-97.3	85.0-97.0	96.2
K ₂ O	0.58-2.5	0.5-0.3	0.69
Na ₂ O	0.0-1.75	2.0	0.034
CaO	0.2-1.5	2.0	0.36
MgO	0.12-1.96	2.0	0.16
Fe ₂ O ₃	Eser-0.54	Eser-0.7	0.041
P ₂ O ₅	0.2-2.85	0.2-3.0	0.57
Cl	Eser-0.42	Eser-0.5	-
Al ₂ O ₃	-	-	0.025
SO ₃	-	0.1-1.5	-



Şekil 2.4: Pirinç kabuğunun 700°C’de 10 saat statik hava altında yakılması sonucu elde edilen pirinç kabuğu külünün SEM görüntüsü [2]

Şekil 2.4’de SEM görüntüsü verilen pirinç kabuğu külünün kimyasal içeriği Tablo 2.5’de verilmiştir.

Tablo 2.5: 700°C’de 10 saat süreyle yakılmış pirinç kabuğu külünün kimyasal analizi [2]

Bileşen	İçerik %
SiO ₂	95.8
Fe ₂ O ₃	0.541
MnO	0.166
Na ₂ O	0.641
K ₂ O	1.747
CaO	0.282
MgO	0.421

Pirinç kabuğunun yakılması için, herhangi bir ön uygulama gerekmemektedir. Yanma işlemi sırasında, yanma sıcaklığı, yanma süresi gibi parametreler pirinç kabuğu külünde bulunan silikanın yapısında önemli ölçüde etkilidir. Yanma reaksiyonunda, küldeki silikanın içeriği ve yüzey alanı yanma sıcaklığına birebir bağlıdır [5].

Kabukların yanması sırasında 600⁰C'de silisin kuartz şekli kısmen oluşmaya başlar. Yanma sıcaklığı arttırıldığında kuartz, kristobalit dönüşümü 800⁰-900⁰C ve ileriki sıcaklıklarda tamamlanır [33].

Mehta ve arkadaşları [36] kabukları 500⁰C'de bir dakikada tutarak amorf silis içeren kül elde etmiştir ve kabuk yakma sıcaklığı 680⁰C'ye yükseldiğinde bile amorf yapının korunduğunu görmüştür.

Bidin ve arkadaşları [37] 340⁰C'den 1000⁰C'ye kadar değişik sıcaklıklarda pirinç kabuklarını 5, 30,60 dakikada yakmışlardır. Yakma sıcaklıkları içinde 500⁰C ve 600⁰C'de en aktif silisi elde etmişlerdir. Tüm yakma sıcaklıklarında 5 dakikada amorf silis elde ederken, yakma sıcaklığı 400⁰, 500⁰, 600⁰C iken, süre bir saate çıkarıldığında aktif silisin arttığını görmüşlerdir.

Pirinç kabuğu külü aktif karbon eldesinde, su saflaştırma işleminde, ince malzemelerin filtrasyonunda, adsorpsiyon aracı ve koagülant olarak kullanılır.

Silisyum tetraklorür (SiCl₄) gibi Si ve türevlerinin eldesinde kullanılır. Cam ve seramik endüstrisinde Si ve C içermesi nedeniyle kauçuk üretiminde dolgu malzemesi olarak da yararlanılır.

Yüksek ısı absorblama yeteneğinden dolayı refrakter malzemede, ısı izolasyon tuğlaları ve özel seramiklerin üretiminde de kullanılır.

Temizlik malzemesi olarak yer döşemeleri ve metal malzeme üzerindeki kir ve pasın temizlenmesi, parlatılmasında külün abrasif özelliğinden yararlanılır.

Diş macunlarında, sabun endüstrisinde, boya, cila, vernik, mürekkep imalinde dolgu ve katkı şeklinde değişik yerlerde kullanılır.

Yapı malzemesi olarak çimento veya kirece katılarak harç üretmek mümkündür. Çimentoya katarak puzzolan gibi kullanılır. Bazı ülkelerde kül, basit sıva ve harç işlerinde halen kullanılmaktadır.

Pirinç kabuğu külünden tuğla, çini ve briket üretiminde yararlanmak amacıyla da çalışmalar yapılmıştır [33].

Günümüz teknolojisinde, silika kaynağı olarak kuartz kumu kullanılmaktadır. Silikanın kuartz formu oldukça kararlı yapıda olduğundan kuartzı silikaya dönüştürmek için çok yüksek sıcaklıklar gereklidir. Şu anda uygulanan proseslerde,

silika üretimi için, sodyum karbonat kullanılarak kuartzın 1300-1400⁰C sıcaklıkta ergitilmesi gerekmektedir [5].

Pirinç kabuğu külünden silika üretimi için çeşitli araştırmalar yapılmıştır. Amorf silikanın çözünürlüğü, ortam pH'ı 10'un altındayken çok düşüktür fakat 10'un üstüne çıktığında çözünürlük de büyük oranda artmaktadır. Silikanın çözünürlüğe karşı gösterdiği bu davranış sayesinde, silika pirinç kabuğu külünden alkali ortamda ekstrakte edilebilir. Amorf silikanın alkali koşullarda çözünürlüğüne dayanan bu düşük enerjili metod, şu anda uygulanan yüksek enerjili metodlara karşı uygulanabilir bir alternatif olabilir [4].

2.3 Adsorpsiyon

Adsorpsiyon; bir sıvı veya gaz fazında çözülmüş bir maddenin diğer bir madde yüzeyinde veya iki faz arasındaki ara yüzeyde konsantrasyonunun artması, ya da bir başka ifadeyle, moleküllerin temas ettikleri yüzeydeki çekme kuvvetlerine bağlı olarak, o yüzeyde tutunmaları olarak tanımlanır. Adsorbe eden faz adsorbandır [10].

Fiziksel adsorpsiyonda moleküller arası düşük çekim gücü veya Van Der Waals kuvvetleri sonucu fiziksel bağlar oluşur. Adsorbe edilen maddenin molekülleri katı yüzeyinde belirli bir yüzeye bağlanmaz ve yüzey üzerinde hareketli bir durumda kalırlar. Adsorbe edilen madde, adsorbanın yüzeyinde birikerek gevşek bir tabaka oluşturur. Yüzey ile adsorbe olan madde molekülleri arasında elektron paylaşımı söz konusu değildir. Fiziksel adsorpsiyon çoğunlukla düşük sıcaklıklarda gerçekleşir. Çoğu adsorpsiyon prosesi fiziksel adsorpsiyona dayanır.

Kimyasal adsorpsiyon iyonik ya da kovalent bağların oluşumuyla gerçekleşir. Moleküller fiziksel adsorpsiyonda olduğu gibi yüzey üzerinde hareketli değildirler. Adsorban yüzeyinin tamamı bu tabaka ile kaplandığında adsorplanma kapasitesi biter. Adsorpsiyon enerjisi fiziksel adsorpsiyona kıyasla daha yüksektir ve kimyasal adsorpsiyon geniş bir sıcaklık aralığında mümkündür. Bir adsorpsiyon prosesinde çoğunlukla bu iki adsorpsiyon tipi de gerçekleşir.

Adsorpsiyon işlemi ortam koşulları, adsorbe olan madde ve adsorban özelliklerinden etkilenmektedir.

Adsorpsiyonu etkileyen en önemli etkenlerden biri adsorbe olan maddenin özellikleridir. Çözünürlük ile adsorpsiyon arasında ilişki genellikle ters orantılıdır.

Suda çözünebilen (hidrofilik) bir madde, suda daha az çözünen (hidrofobik) diğer bir maddeye göre daha az adsorbe olacaktır. Adsorbe olanın molekül büyüklüğü de adsorpsiyonu etkilemektedir. Moleküller adsorbanın gözenek yapısına göre büyük ise, bazı gözenekler tıkanabilir ve bu gözeneklerdeki aktif merkezler işlev göremez. Bunun sonucunda, adsorpsiyon kapasitesi düşer.

Adsorbanın en önemli özelliği yüzey alanıdır. Adsorpsiyon, adsorbatın adsorpsiyonuna olanak tanıyan yüzey alanı ile doğru orantılıdır. Bir başka deyişle, yüzey alanının artmasıyla adsorpsiyon da artar. Gözeneklilik yüzey alanını artırıcı bir etkiye sahip olduğundan, yüksek gözenekliliğe sahip malzemeler daha çok tercih edilir. Ancak gözenek çapı adsorbe olan maddenin moleküllerinin çapı ile uyumlu olmalıdır [38].

Silika bazlı adsorbanların yüzey alanı, porozitesi ve nem içeriği, aldehit ve ketonlar gibi sekonder oksidasyon ürünlerini, sülfür bileşiklerini, eser metalleri ve sabunu adsorplayabilmesini sağlar. Adsorbanın içerdiği nemin fonksiyonu, porları açık tutmak ve polar bileşenlerin çekimini sağlamaktır [5].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 Kullanılan Hammaddeler

3.1.1 Pirinç Kabuğu Külü

Bu çalışmada, Yetiş Yem Sanayii (İpsala/Edirne)'den gelen pirinç kabuklarının yakılmasıyla elde edilen pirinç kabuğu külü kullanılmıştır.

3.1.2 Kimyasal Maddelerin Tanımlanması

Kalsiyum silikat, çinko silikat, baryum silikat, magnezyum silikat ve alüminyum silikat üretimi için sırasıyla $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ tuzları; analizler ve adsorpsiyon işlemleri için ise HCl, oleik asit, hekzan ve etanol kullanılmıştır.

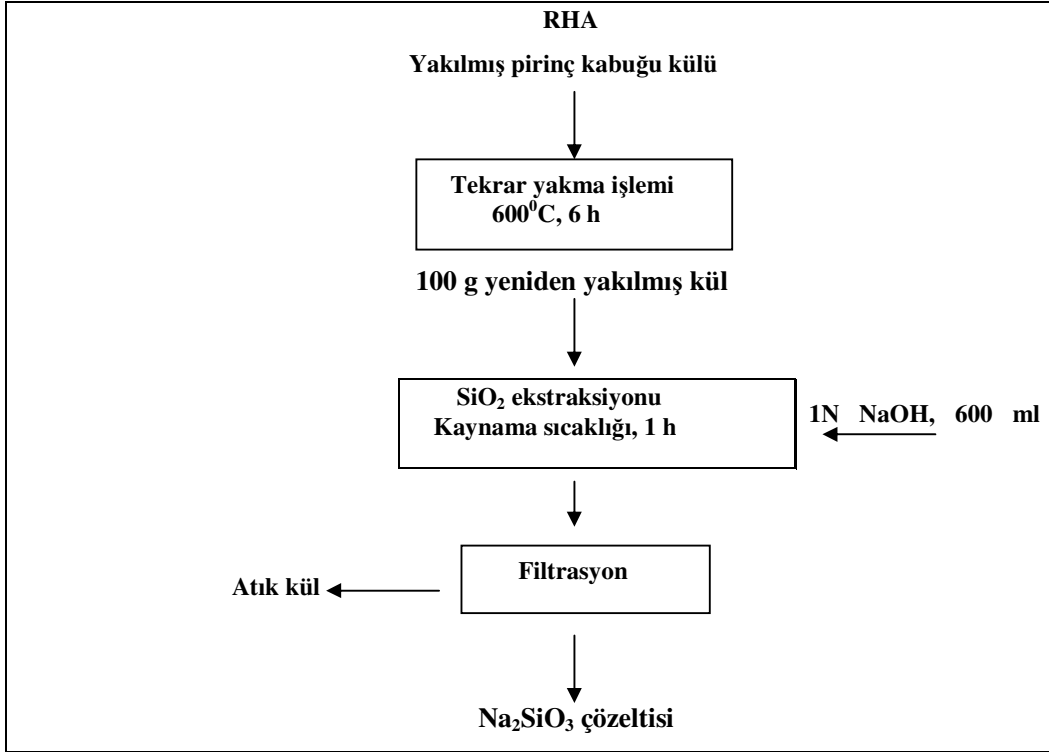
3.2 Çalışma Yöntemi

3.2.1 Pirinç Kabuğu Külünden Sodyum Silikat Çözeltisi Üretimi

Çeltik fabrikasından temin edilen pirinç kabuğu külünün yanma koşulları bilinmediğinden, deneylerde kullanılacak kül 600°C sıcaklıkta 6 saat süreyle yeniden yakılmıştır.

Pirinç kabuğu külünden sodyum silikat (Na_2SiO_3) çözeltisi üretmek için 100 gram pirinç kabuğu külü bir behere alınmış ve 600 ml 1 N NaOH çözeltisi ilave edilmiş ve beherin üstü kapatılmıştır. Elde edilen karışım bir saat süre ile bir ısıtıcıda kaynatılmıştır. Böylece silisyum dioksit ekstraksiyonu amaçlanmıştır. Karışım, 1 saatin sonunda vakumda süzümüştür. Beherde kalan katı artık ise 50 ml sıcak su ile yıkanmıştır ve süzüntüye eklenmiştir. Elde edilen süzüntü yani sodyum silikat çözeltisi plastik bir kaptan toplanmıştır. Bu işlem birçok kez tekrar edilerek silikat bileşiklerini elde etmek için gereken sodyum silikat çözeltisi üretilmiştir. Şekil

3.1’de pirinç kabuğu külünden sodyum silikat çözeltisi üretimi şematik olarak gösterilmiştir.



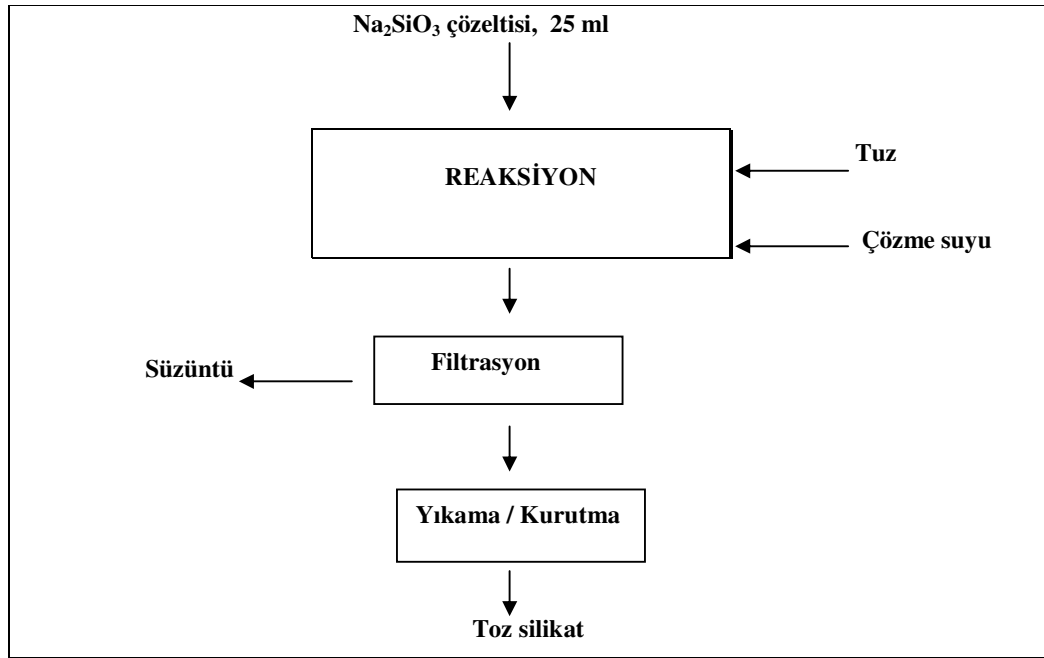
Şekil 3.1: Pirinç kabuğu külünden Na_2SiO_3 çözeltisinin üretim şeması [39]

3.2.2 Çeşitli Silikatların Üretim Yöntemi

Silikatların üretimi için 25 ml sodyum silikat çözeltisine oda sıcaklığında stokiometrik olarak hesaplanan miktarda tuz ilave edilmiştir. Kalsiyum silikat üretimi için $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, magnezyum silikat üretimi için $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, baryum silikat üretimi için $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, çinko silikat üretimi için $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, alüminyum silikat üretimi için $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ tuzları kullanılmıştır. Elde edilen tanecik boyutlarına göre tuz miktarlarında ve tuzları çözmek için kullanılan su miktarlarında değişikliklere gidilmiştir. Kullanılan sodyum silikat miktarı ise sabit tutulmuştur. Sodyum silikatın $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ile reaksiyonları sonucu oluşan sodyum sülfat ve sodyum klorürün katı olarak çökmesini ve safsızlık olarak bulunmasını engellemek için gereken su miktarına önceden yapılmış çalışmalar göz önünde bulundurularak karar verilmiştir [5].

Sodyum silikat çözeltisi manyetik bir karıştırıcıda, oda sıcaklığında karıştırılarak üzerine tuz çözeltisi ilave edilmiştir. Reaksiyon sonunda hızlı bir çökme görülmüştür. Elde edilen beyaz çökelek kantitatif beyaz bant süzgeç kağıdından vakum altında süzölmüştür. Süzme işlemi sırasında çökelek distile su ile yıkanmıştır. Daha sonra oda sıcaklığında bir hafta süreyle kurumaya bırakılmıştır.

Şekil 3.2’de tüm silikatların üretiminde uygulanan prosedür şematik olarak gösterilmiştir.

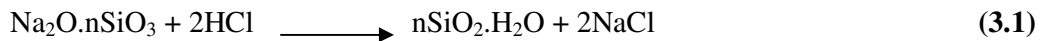


Şekil 3.2: Çeşitli silikatların genel üretim şeması

3.3 Analiz Yöntemlerinin Tanımlanması

3.3.1 Na₂SiO₃ Çözeltisinin Silis İçeriğinin Belirlenmesi

100 ml Na₂SiO₃ çözeltisi pH 7 olana dek 6 N HCl çözeltisi ile muamele edilerek silisik asit çöktürölmüştür. Vakumda süzölen çökelek 2 kez 100 ml su ile yılandıktan sonra 110⁰C’de 12 saat kurutulup tartılmıştır. Bu işlemdeki reaksiyon eşitlik 3.1’de yer almaktadır.



Paralel olarak yapılan analizler sonucunda üretilen 100 ml sodyum silikat çözeltisinin ortalama 11.78 gram silisik asit ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) içerdiği saptanmıştır. Buna göre sodyum silikat çözeltisinin silis konsantrasyonu 90.615 g SiO_2 /L olarak hesaplanmıştır.

HF ile uçurmaya dayanan gravimetrik analiz sonucunda üretilen Na_2SiO_3 çözeltisinin ağırlıkça %3.5 Si içerdiği saptanmıştır. Üretim çözeltisinin (stok çözelti) toplu analizi Tablo 3.1'de verilmiştir.

Tablo 3.1: Sodyum silikat stok çözeltisinin analiz sonuçları

Bileşen	Miktar
Si %	3.5
Fe (ppm)	5.05
Na (ppm)	25750
Al (ppm)	48.15
K (ppm)	6381
Ca (ppm)	21.05
Mg (ppm)	4.55

3.3.2 Reaksiyon İçin Gereken Tuz Miktarlarının Hesaplanması

Tüm tuzlar için stokiyometrik oranda hesaplamalar yapılmıştır. 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi ile reaksiyona girebilecek tuz miktarları 1:1 mol oranına göre hesaplanmıştır. Reaksiyonlar sırasında yapılan gözlemlere ve tane boyutuna bağlı olarak kullanılan tuz miktarlarında değişikliklere gidilmiştir. Tuz miktarlarındaki bu değişiklik sodyum silikat: tuz mol oranları olmak üzere 2:1, 4:1 ve 8:1 şeklindedir.

3.3.2.1 Kalsiyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması

Na_2SiO_3 kalsiyum klorür ile eşitlik 3.2'ye göre reaksiyona girmektedir.



Bu reaksiyon için gerekli reaktan miktarları ise:

$$M_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = 122 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 147 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 78 \text{ g / mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 11.78 / 78 = 0.151 \text{ mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = n_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = n_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0.151 \text{ mol şeklinde olmalıdır.}$$

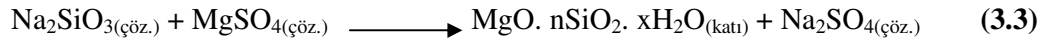
100 ml sodyum silikat kullanılması durumunda 0.151 mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ reaksiyona girmelidir. Reaksiyonlarda 25 ml sodyum silikat kullanılacaktır. Buna göre 1:1 mol oranına göre reaksiyona girecek $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ mol sayısı ve miktarı;

$$n_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0.151 / 4 = 0.0378 \text{ mol} \approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol.}$$

$$m_{\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 5.56 \text{ g 'dır.}$$

3.3.2.2 Magnezyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması

Na_2SiO_3 ile magnezyum sülfat arasındaki reaksiyon aşağıdaki gibidir:



Buna göre;

$$M_{\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 246 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 78 \text{ g / mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 11.78 / 78 = 0.151 \text{ mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = n_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = n_{\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.151 \text{ mol sayılarında reaktanlar kullanılmalıdır.}$$

25 ml sodyum silikat için kullanılacak $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mol sayısı ve miktarı ise;

$$n_{\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.151 / 4 = 0.0378 \text{ mol} \approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$m_{\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 \cdot 246 = 9.29 \text{ g 'dır.}$$

3.3.2.3 Baryum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması

Na_2SiO_3 ile baryum klorür arasındaki reaksiyon eşitlik 3.4'te verilmiştir.



Buna göre;

$$M_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = 122 \text{ g / mol} \quad M_{\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 244 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 78 \text{ g / mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 11.78 / 78 = 0.151 \text{ mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = n_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = n_{\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0.151 \text{ mol gerekmektedir.}$$

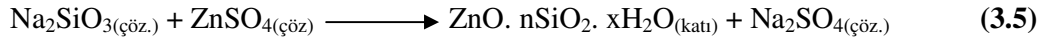
25 ml sodyum silikat için kullanılacak $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ mol sayısı ve miktarı;

$$n_{\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 \text{ mol} \approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$m_{\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 * 244 = 9.22 \text{ g' dır.}$$

3.3.2.4 Çinko Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması

Na_2SiO_3 ile çinko sülfat arasındaki reaksiyon 3.5 eşitliğiyle verilmektedir.



Buna göre;

$$M_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = 122 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 287 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 78 \text{ g / mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 11.78 / 78 = 0.151 \text{ mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = n_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = n_{\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.151 \text{ mol olmalıdır.}$$

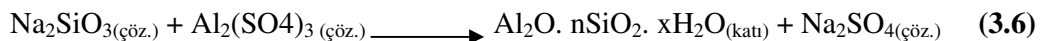
25 ml sodyum silikat için kullanılacak $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mol sayısı ve miktarı;

$$n_{\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 \text{ mol} \approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$m_{\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 * 287 = 10.85 \text{ g' dır.}$$

3.3.2.5 Alüminyum Silikat Üretiminde Kullanılan $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ Miktarının Hesaplanması

Na_2SiO_3 ile alüminyum sülfat arasındaki reaksiyon eşitlik 3.6'da verilmiştir.



Buna göre;

$$M_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = 122 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}} = 666 \text{ g / mol}$$

$$M_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 78 \text{ g / mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = 11.78 / 78 = 0.151 \text{ mol}$$

$$n_{\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}} = n_{\text{Na}_2\text{SiO}_3} = n_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}} = 0.151 \text{ mol olmalıdır.}$$

25 ml sodyum silikat için kullanılacak $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ mol sayısı ve miktarı;

$$n_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 \text{ mol} \approx 4 \cdot 10^{-2} \text{ mol}$$

$$m_{\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}} = 0.0378 \cdot 666 = 25.17 \text{ g'dır.}$$

3.3.3 Silikatların Yüzey Özelliklerinin Saptanması

Yüzey özelliklerinin BET (Brunaur-Emmett-Teller) yöntemi ile saptanması için, Micrometrics ASAP 2000 Interface Controller kullanılmıştır. Bu cihazda yapılan analizler sonucu, üretilen silikatların BET yüzey alanı (m^2 / g) ve por çapı ($^{\circ}\text{A}$) değerleri elde edilmiştir.

3.3.4 Tane Boyutu Analizi

Tane boyutu analizi için Mastersizer 2000 (Malvern Instruments, UK) cihazı kullanılmıştır.

3.3.5 X-Ray Spektrumu

Numunelerin, yapısal analizi için Panalytical X'Pert Pro (Philips Electronic Ins, Hollanda) cihazı kullanılmıştır.

3.3.6 TGA

Silikatların TGA analizleri için Thermogravimetric / Differential Thermal Analyzer Diamond TG / DTA (Perkin Elmer Instruments) kullanılmıştır.

3.3.7 Üretilen Silikatların Kimyasal Analizi

Silikatların kimyasal bileşimlerini belirleyebilmek için ICP (Inductively Coupled Plasma) kullanılmıştır. Bunun için asitte çözme yöntemi kullanılmıştır. 0.2'şer gram

tartılan numunelere 4 ml HNO₃, 2 ml HCl eklenerek mikrodalgaya alınmıştır. 40 dakika sonunda 2'şer ml HF eklenerek numunelerin çözünmesi sağlanmıştır.

Daha sonra ICP cihazında numunelerdeki elementlerin miktarları belirlenerek ağırlıkça yüzdeleri hesaplanmıştır.

3.3.8 FTIR

Silikatların adsorpsiyon öncesi ve sonrası FTIR analizleri için Spectrum One FT-IR Spectrometer (Perkin Elmer) kullanılmıştır.

3.4 Üretilen Silikatların Oleik Asit Adsorpsiyonunda Kullanılması

Yüzey alanı özelliklerine ve üretim sonuçlarına bakarak adsorpsiyon için en uygun kalsiyum, magnezyum, alüminyum, baryum ve çinko silikatlar seçilerek oleik asit adsorpsiyon işleminde kullanılmıştır. Böylece silikatların adsorpladıkları oleik asit miktarları saptanmıştır.

Oleik asit adsorpsiyonu analizi için her adsorbandan 0.5 g alınmıştır. Oleik asitin hekzandaki 0.05 M çözeltisinden 25'er ml eklenip oda sıcaklığında 30 dakika süreyle orbital karıştırıcıda karıştırılmıştır. Daha sonra filtre edilen karışımlardan 5'er ml alınarak 10'ar ml etil alkol eklenmiştir. Bu karışımlar 0.05 M NaOH çözeltisiyle titre edilmiştir. Aynı zamanda bir şahit, titrasyona tabii tutulmuştur [40]. Adsorplanan oleik asit miktarı şu formüle göre hesaplanmıştır:

$$K = [(V_0 - V_1) * M_{\text{oleik asit}} * N * (25/5)] / m$$

K : Adsorplanan oleik asit miktarı, mg oleik asit / g adsorban

V₀ : 25 ml oleik asit içeren şahit titrasyonu için harcanan NaOH miktarı, ml

V₁ : Adsorpsiyondan sonra yapılan titrasyonlarda kullanılan NaOH miktarı, ml

M_{oleik asit} : 282 g, oleik asitin molekül ağırlığı (Merck)

N : NaOH normalitesi

25/5 = Adsorpsiyon için alınan oleik asit çözeltisi, ml / Titrasyon için alınan filtre edilmiş çözelti, ml

m : Adsorban miktarı, g

4. DENEY SONUÇLARI

4.1 Çözme Suyu ve Reaktan Miktarındaki Değişimin Tane Boyutuna Etkisi

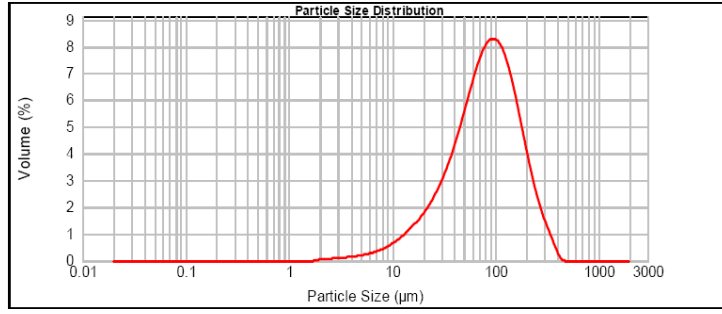
Kalsiyum silikat üretmek için yapılan deneylerde $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tuzundan 4:1 ve 8:1 mol oranında kullanılarak yapılan deneylerin sonucunda elde edilen tane boyutları Tablo 4.1’de görülmektedir. Her iki değer için 2, 4 ve 8 mol çözme suyu kullanılarak çözme suyunun da tane boyutuna etkisi belirlenmiştir.

Tablo 4.1: Üretilen kalsiyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları

$\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (mol)	Çözme suyu (mol)	Tane boyutu (μm)
10^{-2} (4:1 mol oranı)	2	98
10^{-2} (4:1 mol oranı)	4	72
10^{-2} (4:1 mol oranı)	8	50
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	2	81
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	4	45
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	8	34

Tablo 4.1 incelendiğinde hem çözme suyunun hem de reaktan miktarının ürünün tane boyutuna etkisi açıkça görülmektedir. Buna göre 10^{-2} mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile çalışıldığında çözme suyu miktarı arttıkça tane boyutu küçülmüştür. Aynı şekilde $0.5 * 10^{-2}$ mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ile çalışıldığında çözme suyu miktarı artışıyla tane boyutlarında küçülme gözlenmiştir. Kalsiyum silikatlar için ortalama bir tane boyutu görülememiştir. Tane boyutları koşullar farklılaştıkça değişkenlik göstermiştir.

Şekil 4.1’de 10^{-2} mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılım eğrisi örnek olarak verilmiştir. Diğer kalsiyum silikatların tane boyutu dağılım eğrileri eklerde verilmiştir.



Şekil 4.1: 10^{-2} mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı

1:1, 2:1, 4:1 ve 8:1 $\text{Na}_2\text{SiO}_3:\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mol oranları tane boyutunun ölçülebilir seviyeye çekilmesi ve en küçük tane boyutunun elde edilmesi için denenmiştir. 1:1 ve 8:1 $\text{Na}_2\text{SiO}_3:\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mol oranları kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu sonuçları Tablo 4.2’de verilmiştir.

Tablo 4.2: Üretilen magnezyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları

$\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (mol)	Çözme suyu (mol)	Tane boyutu (µm)
$4 * 10^{-2}$ (1:1 mol oranı)	2	104
$4 * 10^{-2}$ (1:1 mol oranı)	4	77
$4 * 10^{-2}$ (1:1 mol oranı)	8	59
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	2	70
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	4	45

Tablo 4.2’den görüldüğü üzere aynı miktarlardaki $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ kullanımında çözme suyu miktarı arttıkça tane boyutu küçülmüştür. $0.5 * 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak yapılan deneyde çok seyreltik bir çökme elde edildiğinden tane boyutu ölçümü yapılamamıştır.

Ortalama tane boyutları verilen magnezyum silikatların tane boyutu dağılım eğrileri eklede verilmiştir.

Baryum silikat üretiminde 1:1 ve 8:1 $\text{Na}_2\text{SiO}_3:\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ mol oranlarında yapılan üretime ilişkin sonuçlar Tablo 4.3’de verilmiştir.

Tablo 4.3: Üretilen baryum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları

BaCl ₂ .2H ₂ O (mol)	Çözme suyu (mol)	Tane boyutu (µm)
4 * 10 ⁻² (1:1 mol oranı)	2	96
4 * 10 ⁻² (1:1 mol oranı)	8	74
0.5 * 10 ⁻² (8:1 mol oranı)	4	87
0.5 * 10 ⁻² (8:1 mol oranı)	8	50

Tablo 4.3'ten görüldüğü gibi baryum silikat üretiminde aynı miktarda BaCl₂.2H₂O kullanılıp çözme suyunda artışa gidildiğinde tane boyutunda küçülme görülmüştür.

Bu deneylere ait tane boyutu dağılımı eğrileri eklerde verilmiştir.

Çinko silikat üretiminde 1:1, 4:1 ve 8:1 Na₂SiO₃: ZnSO₄.7H₂O mol oranlarında yapılan deneylerin sonucu da Tablo 4.4'de verilmiştir.

Tablo 4.4: Üretilen çinko silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları

ZnSO ₄ .7H ₂ O (mol)	Çözme suyu (mol)	Tane boyutu (µm)
4 * 10 ⁻² (1:1 mol oranı)	2	127
4 * 10 ⁻² (1:1 mol oranı)	4	73
4 * 10 ⁻² (1:1 mol oranı)	8	53
10 ⁻² (4:1 mol oranı)	2	94
10 ⁻² (4:1 mol oranı)	4	84
0.5 * 10 ⁻² (8:1 mol oranı)	2	49
0.5 * 10 ⁻² (8:1 mol oranı)	4	24

Tablo 4.4'ten, 2, 4 ve 8 mol çözme suları kullanılarak yapılan deneyler sonucunda aynı reaktan miktarları arasında ölçülen tane boyutlarında çözme suyu miktarı arttıkça küçülme olduğu görülmektedir. 0.5 * 10⁻² ve 10⁻² mol ZnSO₄.7H₂O ve 8 mol su ile yapılan deneylerde ise çok seyreltik yani az miktarda çökelti elde edildiğinden tane boyutu ölçümü yapılamamıştır.

Tane boyutu dağılımı eğrileri ekte verilmiştir.

Alüminyum silikat üretiminde 8:1 Na₂SiO₃: Al₂(SO₄)₃.18H₂O mol oranında yapılan deneylerin sonuçları ise Tablo 4.5'de görülmektedir.

Tablo 4.5: Üretilen alüminyum silikatların üretim koşulları ve ortalama tane boyutları

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ (mol)	Çözme suyu (mol)	Tane boyutu (μm)
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	2	167
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	4	88
$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	8	78

Tablo 4.5'ten net olarak görüldüğü üzere, $0.5 * 10^{-2}$ mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ve 2, 4 ve 8 mol çözme suyu kullanıldığında tane boyutunda yine küçülme olmaktadır.

Tane boyutu dağılımı eğrileri eklerde verilmiştir.

Sonuç olarak tüm silikatların üretiminde, çözme suyu miktarı arttıkça aynı miktar tuz kullanımı halinde tane boyutunda küçülme görülmektedir. Farklı miktar tuz kullanımlarında ise tuz miktarı azaldıkça yine genel olarak bir küçülme tespit edilmiştir. Yüksek yüzey alanı elde edebilmek için tane boyutunun küçük olması önemlidir. Tüm silikatlara ait en küçük tane boyutunun üretim koşulları Tablo 4.6'da özetlenmiştir.

Çözme suyu arttıkça ürünün tane boyutundaki azalma reaktan konsantrasyonlarının azalması nedeniyle kristal büyüme aşamasına geçilememesinden dolayıdır. Aynı şekilde, eklenen tuz miktarı azalması halinde de yine ortamda konsantrasyon düşük olduğu ve reaksiyon çok hızlı ve çökeltme ile birlikte geliştiği için oluşan taneciklerin büyümesi için zaman yoktur. Nükleasyon aşamasında reaksiyon sonlanmaktadır.

Tablo 4.6: Tüm silikatlar için en küçük tane boyutunun üretim koşulları

Ürün	Tane boyutu, (μm)	Reaksiyona giren tuz mol sayısı	Çözme suyu, (mol)
Kalsiyum silikat	34	$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	8
Magnezyum silikat	45	$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	4
Baryum silikat	50	$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	8
Çinko silikat	24	$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	4
Alüminyum silikat	78	$0.5 * 10^{-2}$ (8:1 mol oranı)	8

Diğer tüm silikatlardan farklı olarak magnezyum silikat ve çinko silikat üretiminde tuz çözeltisi hazırlanırken kullanılan çözme suyu 4 moldür. 8 mol çözme suyu

kullanımı durumunda az miktarda üretim ve çok seyreltik süspansiyonlar elde edildiğinden tane boyutu ölçümü yapılamamıştır.

Tablo 4.6'dan görüldüğü üzere tüm silikatlar için reaksiyona giren tuzun mol sayısı $0.5 * 10^{-2}$ 'dir. Yani reaksiyona giren sodyum silikatın mol sayısının 8'de 1'ine eşittir. 4 ve 8 mol çözme suyu miktarları kullanılmıştır. Bu koşullarda üretilen silikatlar en küçük tane boyutuna sahiptir.

4.2 Üretilen Silikatların Yüzey Karakterizasyonu

Çalışmalar sonucunda üretilen kalsiyum silikat, magnezyum silikat, baryum silikat, çinko silikat ve alüminyum silikatların üretim miktarları ve tane boyutları göz önüne alınarak yüzey alanı ölçümleri yapılmıştır. Elde edilen yüzey alanı değerleri tablolarda gösterilmiştir. Yüzey alanı ölçümleri 130°C 'de yapılmıştır. Aynı tablolarda tane boyutları ve por çapları da belirtilmiştir.

4.2.1 Kalsiyum Silikat

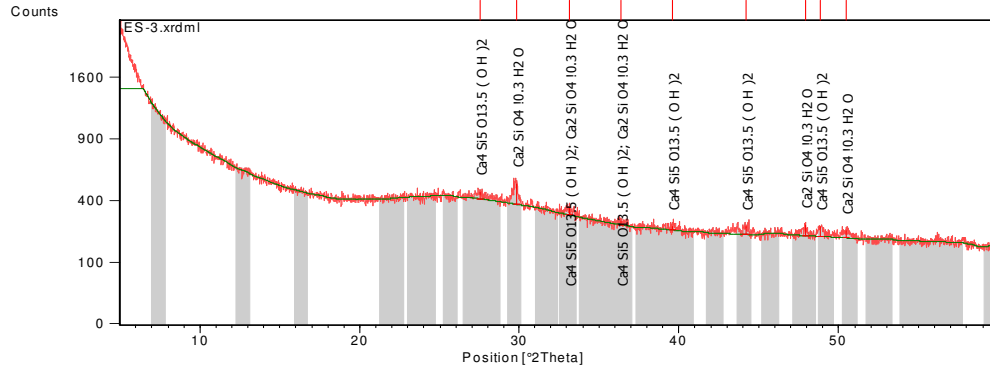
Yüzey alanı ölçülmüş olan dört kalsiyum silikat numunesinin üretilme koşulları, ortalama tane boyutları ve por çapları Tablo 4.7'de gösterilmiştir.

Tablo 4.7: Çeşitli koşullarda üretilen kalsiyum silikatların ortalama tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri

CaCl ₂ .2H ₂ O mol sayısı	Çözme suyu, (mol)	Tane boyutu, (µm)	BET yüzey alanı, (m ² /g)	Adsorpsiyon ortalama por çapı, (°A)
10^{-2}	8	50	81	65
$0.5 * 10^{-2}$	2	81	74	82
$0.5 * 10^{-2}$	4	45	68	81
$0.5 * 10^{-2}$	8	34	141	71

Tablo 4.7'den görüldüğü üzere en küçük tane boyutlu ürün en yüksek yüzey alanına sahiptir. Bu silikat üretiminde en yüksek yüzey alanı elde edilmiş olsa da üretim miktarı az olmuştur.

Bu ürünlerden birine ait X-ray spektrumu da Şekil 4.2'de verilmiştir.



Şekil 4.2: Üretilen bir kalsiyum silikatın X-Ray grafiği

Şekil 4.2'den açıkça görüldüğü üzere yapı büyük ölçüde amorfudur. Çok hafif bir kristalite görülmektedir.

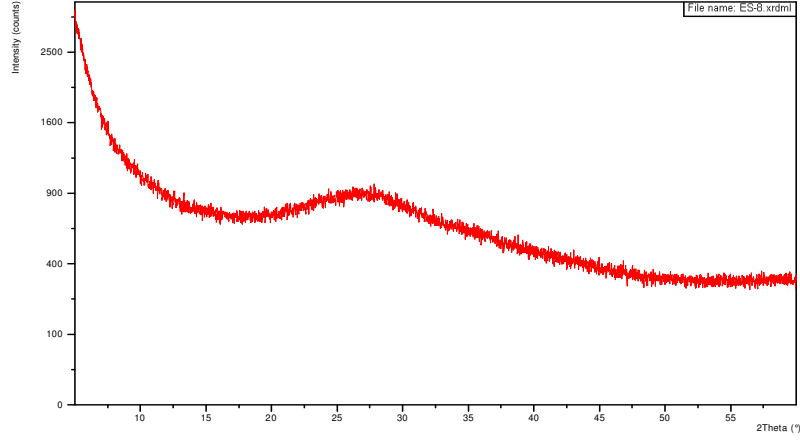
4.2.2 Magnezyum Silikat

Magnezyum silikatların yüzey alanları incelendiğinde $4 * 10^{-2}$ mol $MgSO_4.7H_2O$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak yapılan üretimde $625 \text{ m}^2/\text{g}$ gibi bir yüzey alanının ölçüldüğü gözlenmektedir.

Tablo 4.8: 8 mol çözme suyu ve $4 * 10^{-2}$ mol $MgSO_4.7H_2O$ kullanılarak üretilen magnezyum silikatın ortalama tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri

Özellik	Değer
Tane boyutu, (μm)	59
BET Yüzey alanı, (m^2/g)	625
Adsorpsiyon ortalama por çapı, ($^{\circ}\text{A}$)	32

Üretilen bir magnezyum silikatın X-Ray spektrumu Şekil 4.3'de verilmiştir.



Şekil 4.3: Üretilen bir magnezyum silikatın X-Ray grafiği

Şekil 4.3'den magnezyum silikatın tamamen amorf yapıda olduğu görülmektedir.

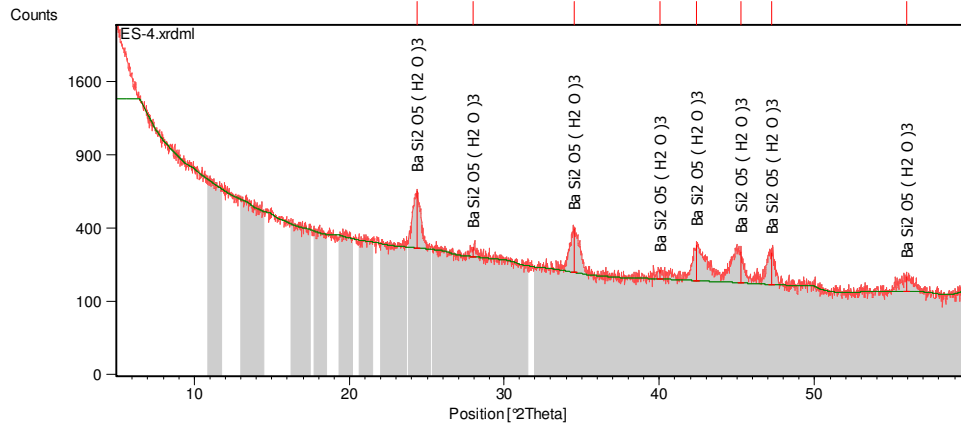
4.2.3 Baryum Silikat

Baryum, çinko ve alüminyum silikat ürünleri daha önce tespit edilen en iyi koşullarda ve tek bir tane yapılmıştır. 25 ml sodyum silikat, $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ve 4 mol çözme suyu ile üretilen baryum silikatın yüzey alanı $84 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak bulunmuştur.

Tablo 4.9: 4 mol çözme suyu ve $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ile üretilen baryum silikatın tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri

Özellik	Değer
Tane boyutu, (μm)	87
BET Yüzey alanı, (m^2/g)	84
Adsorpsiyon ortalama por çapı, ($^{\circ}\text{A}$)	38

Şekil 4.4'de üretilen baryum silikata ait X-Ray spektrumu görülmektedir.



Şekil 4.4: Üretilen baryum silikatın X-Ray grafiği

Üretilen baryum silikatın krauskopfitte adıyla bilinen mineral yapısında olup kristal özellikler gösterdiği saptanmıştır.

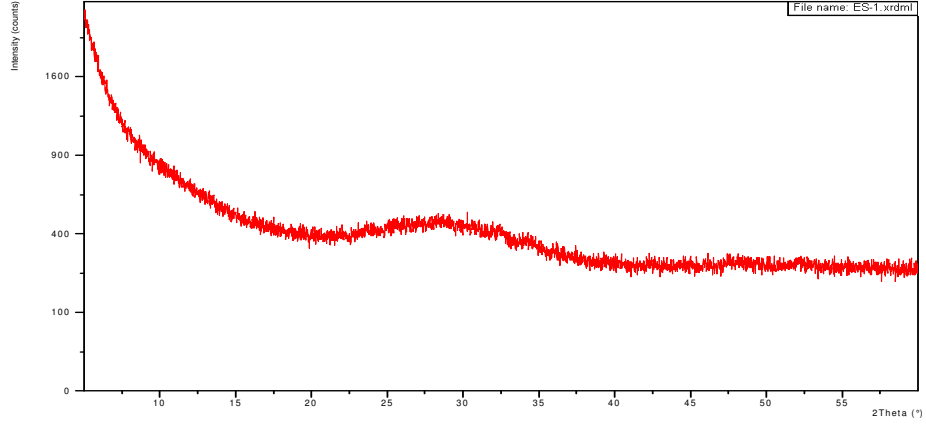
4.2.4 Çinko Silikat

25 ml sodyum silikat, $0.5 * 10^{-2}$ mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve 4 mol çözme suyu ile üretilen çinko silikatın yüzey alanı $60 \text{ m}^2/\text{g}$ bulunmuştur. Tablo 4.10 bu ürüne ait üretim koşullarını ve sonuçlarını içermektedir.

Tablo 4.10: 4 mol çözme suyu ve $0.5 * 10^{-2}$ mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ kullanılarak üretilen çinko silikatın fiziksel özellikleri

Özellik	Değeri
Tane boyutu, (μm)	24
BET Yüzey alanı, (m^2/g)	60
Adsorpsiyon ortalama por çapı, ($^{\circ}\text{A}$)	56

Şekil 4.5’de ise çinko silikatın X-Ray spektrumu verilmiştir. Bu şekilden görüldüğü üzere üretilen çinko silikat amorf yapıya sahiptir.



Şekil 4.5: Üretilen çinko silikatın X-Ray grafiği

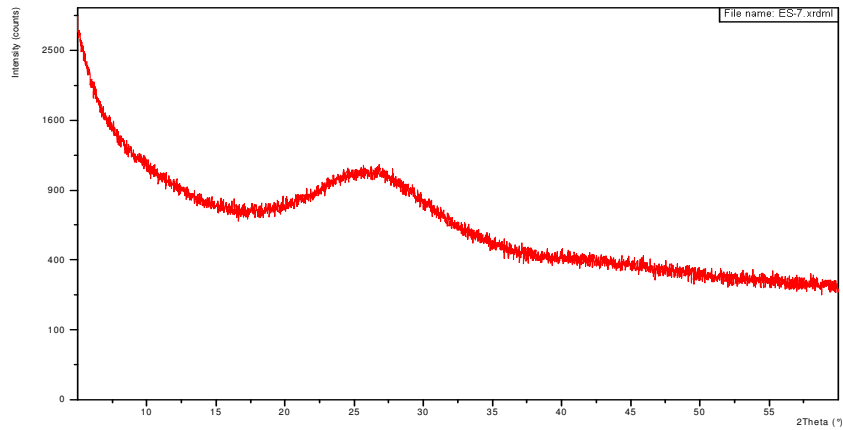
4.2.5 Alüminyum Silikat

25 ml sodyum silikat, $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ ve 8 mol çözme suyu ile üretilen alüminyum silikatın yüzey alanı $309 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak ölçülmüştür. Tablo 4.11’de üretim koşulları ve ürünün ortalama tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı verilmiştir.

Tablo 4.11: 8 mol çözme suyu ve $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O$ ile üretilen alüminyum silikatın tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değerleri

Özellik	Değeri
Tane boyutu, (μm)	78
BET Yüzey alanı, (m^2/g)	309
Adsorpsiyon ortalama por çapı, ($^{\circ}\text{A}$)	21

Şekil 4.6’da ise X-Ray spektrumu verilmiştir.



Şekil 4.6: Üretilen alüminyum silikatın X-Ray grafiği

Bu spektrumdan da alüminyum silikatın amorf yapıda olduğu anlaşılmaktadır.

Tablo 4.12’de karşılaştırma amacıyla tüm ürünlere ait en yüksek yüzey alanları ve bu ürünlerin ortalama tane boyutu, por çapı ve üretim koşulları toplu olarak verilmiştir.

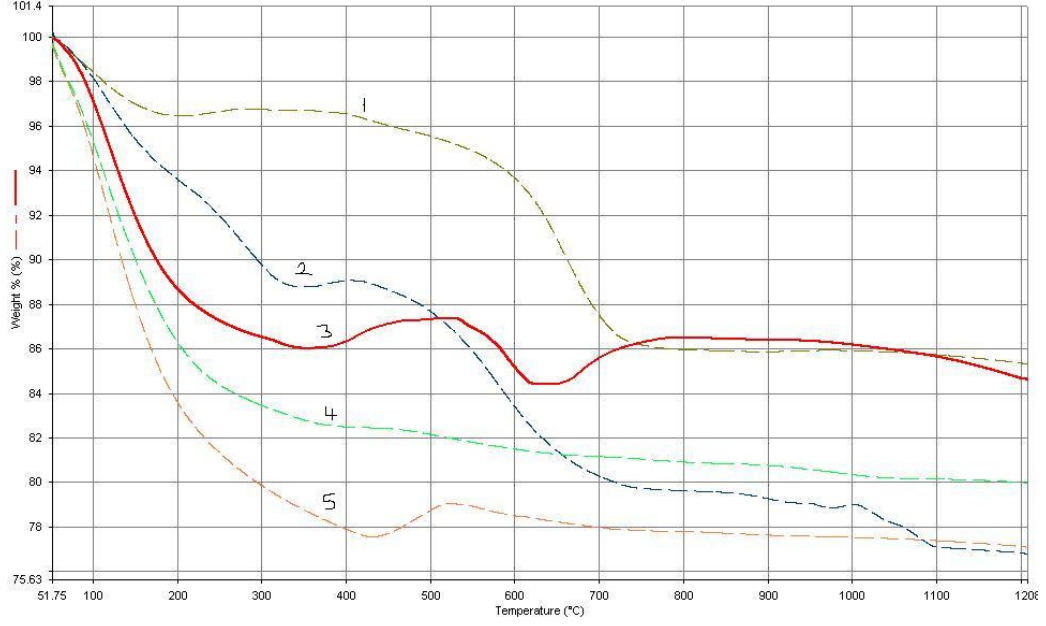
Tablo 4.12: Üretilen çeşitli silikat ürünlerin ortalama tane boyutu ve yüzey alanlarının karşılaştırılması

Silikat Cinsi	Reaksiyona giren tuz mol sayısı	Çözme suyu, (mol)	Tane boyutu, (μm)	BET yüzey alanı, (m^2/g)	Adsorpsiyon ortalama por çapı, ($^{\circ}\text{A}$)
Kalsiyum Silikat	$0.5 * 10^{-2}$	8	34	141	71
Magnezyum Silikat	$4 * 10^{-2}$	8	59	625	32
Baryum Silikat	$0.5 * 10^{-2}$	4	87	84	38
Çinko Silikat	$0.5 * 10^{-2}$	4	24	60	56
Alüminyum Silikat	$0.5 * 10^{-2}$	8	78	309	21

Bu tablodan görüldüğü üzere farklı silikatlar için tane boyutu, yüzey alanı ve por çapı değişmekte ve en yüksek yüzey alanına magnezyum silikat sahip bulunmaktadır.

4.3 TGA Analizleri

Üretilen silikatların BET yüzey analizleri sıcakta yapıldığı için, ısıya karşı dayanımlarını tespit etmek amacıyla ayrıca TGA analizleri yapılmıştır. TGA analizlerinde $20^{\circ}\text{C} / \text{dk}$ ısıtma hızı ile 1200°C ’ye kadar çıkılarak üretilen silikatların sıcaklık karşısındaki ağırlık kayıpları tespit edilmiştir.



Şekil 4.7: Tüm silikatların TGA grafikleri. 1: Baryum silikat, 2: Kalsiyum silikat, 3: Çinko silikat, 4: Alüminyum silikat, 5: Magnezyum silikat

Tüm silikatların TGA analizleri göz önüne alındığında ilk olarak tümünde bir nem kaybının meydana geldiği görülmektedir. Nem kayıpları 100-105⁰C aralığında oluşmaktadır. Bu nem kayıplarından sonraki ağırlık kayıplarıyla birlikte yapılarında değişimler olmuştur. Yapı değişikliklerinin olduğu sıcaklıklar her silikat için farklıdır. Ancak, BET yüzey alanı ölçümlerinin yapıldığı sıcaklık olan 130-150⁰C'lerde en çok ağırlık kaybı magnezyum, alüminyum ve çinko silikatta görülmüştür. Ağırlık kayıpları dolayısıyla bozunmaları söz konusu olup bu kayıplar sırasıyla % 12, 10 ve 8'dir. Dolayısıyla özellikle bu üç silikatın yüzey alanı ölçümü işlemlerinde sıcaklık 100⁰C'yi geçmemelidir. Çünkü sıcaklığın artmasıyla yüzey alanında bir düşüş söz konusu olabilmektedir.

4.4 Üretilen Silikatların Kimyasal Bileşimleri

ICP cihazında numunelerde elementlerin miktarları belirlenerek ağırlıkça yüzdeleri hesaplanmıştır. Ağırlıkça yüzde içeriği kullanılarak yapılan hesaplamalarla silikatların literatürde bulunduğu şekilde MgO, CaO, SiO₂, BaO, K₂O, Na₂O...vb. yüzdeleri olarak tanımlanması sağlanmıştır.

Tablo 4.13, 4.14, 4.15, 4.16 ve 4.17'de kalsiyum silikat, magnezyum silikat, baryum silikat, çinko silikat ve alüminyum silikatın kimyasal bileşimleri verilmiştir.

Tablo 4.13: Kalsiyum silikatın kimyasal bileşimi

Bileşik	Miktar, % w/w
SiO ₂	48.7
CaO	13.6
Na ₂ O	8
K ₂ O	5.5
Diğer oksitler (Al ₂ O ₃ , FeO, MgO, ZnO)	2.4
Kristal suyu	21.8

Tablo 4.14: Magnezyum silikatın kimyasal bileşimi

Bileşik	Miktar, % w/w
SiO ₂	45.4
MgO	13.9
Na ₂ O	2.5
K ₂ O	2.8
Diğer oksitler (Al ₂ O ₃ , FeO, CaO, ZnO)	3.4
Kristal suyu	32

Tablo 4.15: Baryum silikatın kimyasal bileşimi

Bileşik	Miktar, % w/w
SiO ₂	44.7
BaO	23.3
Na ₂ O	5.1
K ₂ O	6.5
Diğer oksitler (Al ₂ O ₃ , CaO, ZnO, MgO)	7.5
Kristal suyu	12.9

Tablo 4.16: ınko silikatın kimyasal bileşimi

Bileşik	Miktar, % w/w
SiO ₂	48.8
ZnO	13.8
Na ₂ O	16
K ₂ O	6
Diğer oksitler (Al ₂ O ₃ , CaO, FeO, MgO)	5
Kristal suyu	10.4

Tablo 4.17: Alüminyum silikatın kimyasal bileşimi

Bileşik	Miktar, % w/w
SiO ₂	39.3
Al ₂ O ₃	7
Na ₂ O	4.5
K ₂ O	4
Diğer oksitler (FeO, CaO, ZnO, MgO)	0.1
Kristal suyu	45.1

4.5 Oleik Asit Adsorpsiyon Çalışmaları

Bu çalışmadaki amaç üretilen çeşitli silikatların oleik asiti adsorplama özelliklerini ölçmektir. Bu amaçla üretilen numunelerden en yüksek yüzey alanlarına sahip olan kalsiyum silikat, magnezyum silikat, çınko silikat, baryum silikat ve alüminyum silikatlar seçilmiştir. Tablo 4.18’de adsorpsiyonda kullanılan silikatların özellikleri ve adsorplanan oleik asit miktarları verilmiştir.

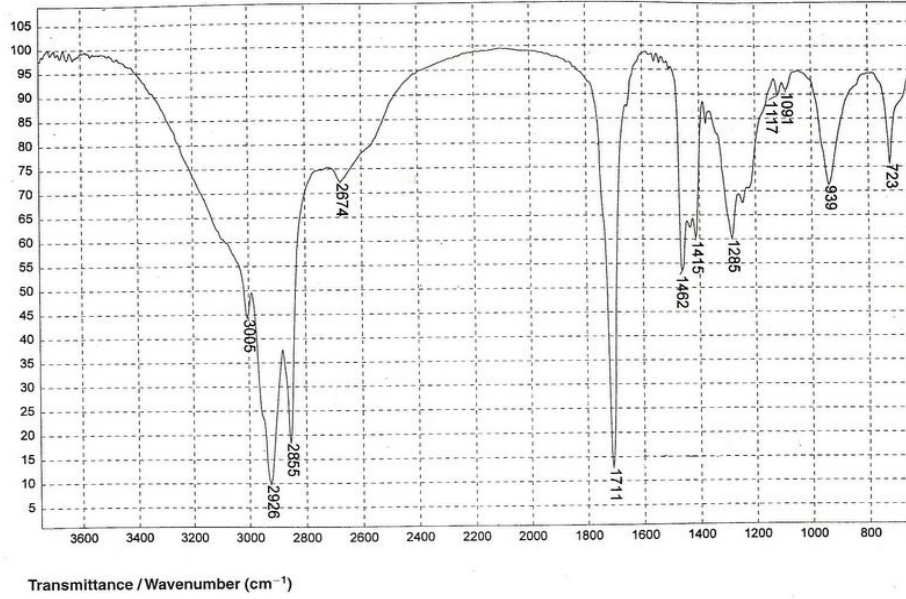
Tablo 4.18: Adsorpsiyon deneylerinde kullanılan silikatların özellikleri ve oleik asit adsorpsiyon miktarları

Silikat cinsi	BET Yüzey alanı, (m²/g)	Oleik asit adsorpsiyon miktarı, (mg oleik asit /g adsorban)
Kalsiyum Silikat	81	506
Çinko Silikat	60	222
Baryum Silikat	84	258
Magnezyum Silikat	625	126
Alüminyum Silikat	309	28

Tablo 4.18’den görüldüğü üzere en yüksek oleik asit adsorpsiyonuna kalsiyum silikat sahiptir. Daha sonra sırasıyla baryum silikat ve çinko silikat en fazla adsorpsiyonu yapmıştır. Magnezyum silikat ise bu üç silikatın ardından gelmiştir. Alüminyum silikat en az adsorpsiyonu yapmıştır. Bilindiği üzere magnezyum silikat kızartma yağlarındaki polar maddelerin giderilmesinde adsorban olarak kullanılmaktadır. Fakat yapılan deneylerde kalsiyum silikata oranla daha az adsorpsiyon yapmaktadır. Bu sonuç kalsiyum silikatın adsorban olarak kullanımının çok daha uygun olduğunu göstermektedir. Çinko ve baryum silikatlar da magnezyum silikattan daha yüksek oleik asit adsorpsiyonuna sahip olduklarından adsorban olarak kullanımları mümkün gözükmemektedir. Öte yandan, çinko ve baryum tuzlarının hem doğada bulunabilirlik ve hem de fiyat açısından değerlendirildikten sonra bunların adsorban olarak kullanımlarına karar verilebilir. Alüminyum silikatın ise adsorban olarak kullanılması diğerleriyle karşılaştırıldığında uygun gözükmemektedir.

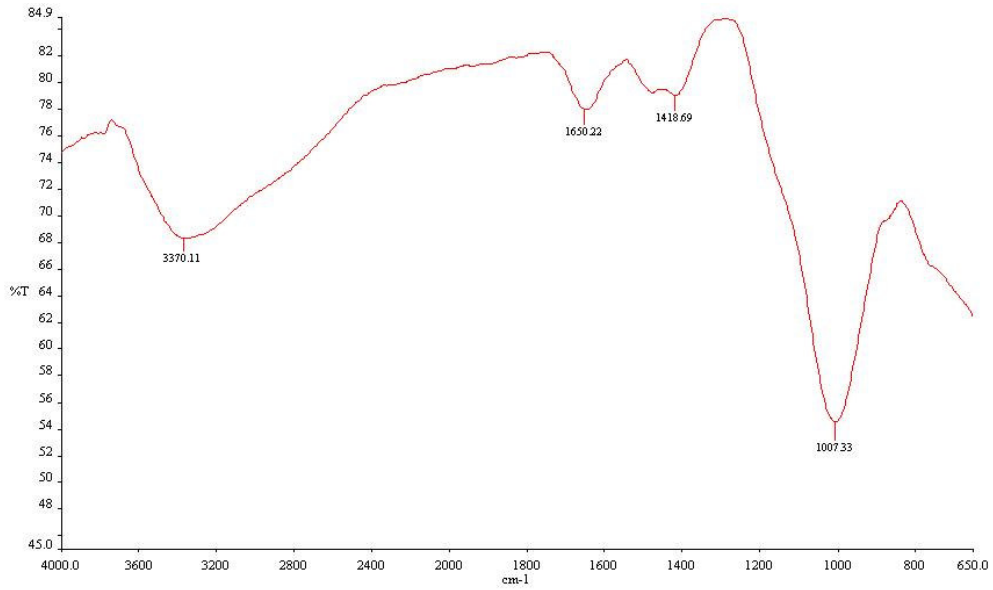
4.5.1 Silikatların Adsorpsiyon Öncesi ve Sonrası FTIR Analizleri

Silikatların yaptığı adsorpsiyonun cinsini belirleyebilmek için ayrıca FTIR analizleri yapılmıştır. Şekil 4.8’de saf oleik asitin FTIR spektrumu verilmiştir. Şekil 4.9 ve 4.10’de kalsiyum silikata ait adsorpsiyon öncesi ve sonrası spektrumlar yer almaktadır.

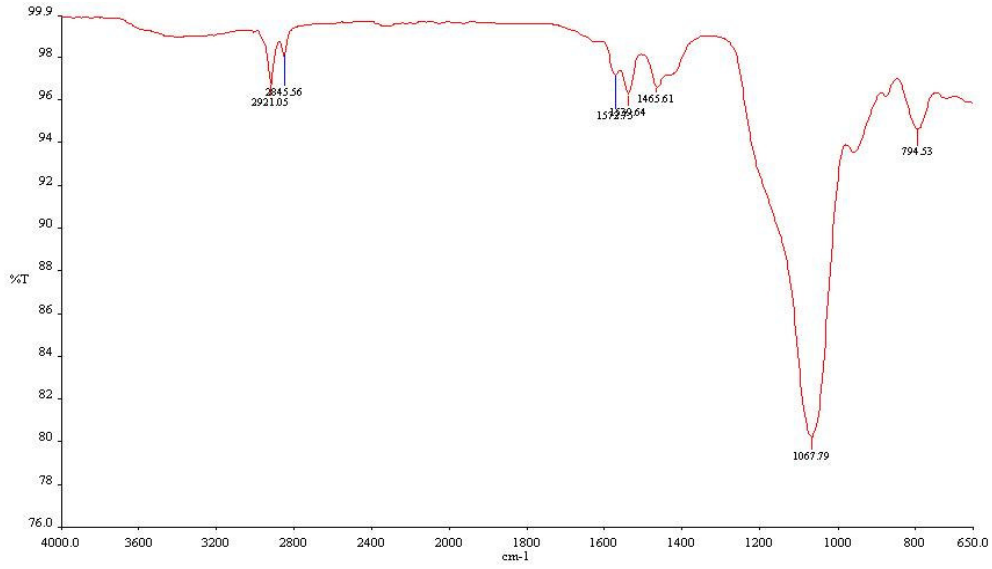


Şekil 4.8: Oleik aside ait FTIR spektrumu [41]

Şekil 4.8’de verilen oleik aside ait FTIR spektrumunda 3006 cm^{-1} ’de R-CH=CH-R’ grubu için C-H gerilimi, 2926 cm^{-1} ve 2855 cm^{-1} ’de CH_2 grubunun asimetric ve simetric C-H gerilim titreşimi pikleri ve 1462 cm^{-1} ’de CH_2 deformasyonu bandı görülmektedir. Diğer dikkate değer pikler 1711 cm^{-1} ’deki karbonil gerilimini ve 1285 cm^{-1} ve 939 cm^{-1} ’de iskeletsel titreşimleri gösteren piklerdir [42].



Şekil 4.9: Adsorpsiyon öncesi kalsiyum silikatın FTIR spektrumu

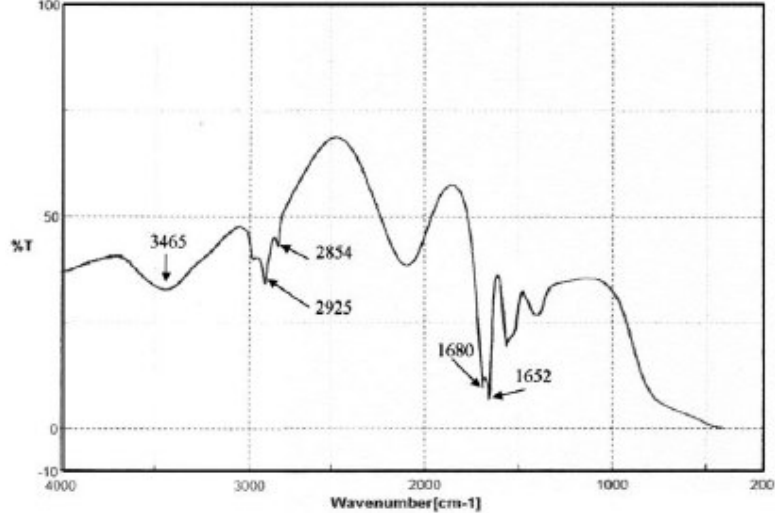


Şekil 4.10: Adsorpsiyon sonrası kalsiyum silikatın FTIR spektrumu

Adsorpsiyon öncesi ve sonrası spektrumları karşılaştırıldığında oleik asit adsorpsiyonundan sonra yeni piklerin oluştuğu, bazılarının şiddetlerinin arttığı veya azaldığı görülmektedir.

Şekil 4.9'daki adsorpsiyon yapılmamış olan kalsiyum silikatın grafiğinde görülen 3370 cm^{-1} 'deki geniş pik hidroksil (O-H) gruplarına ve suyun bu gruplara hidrojen bağıyla bağlanmasından ileri gelmektedir [42].

Adsorpsiyon yapılmış kalsiyum silikatta görülen 2921 ve 2845 cm^{-1} dalga boyundaki pikler (-CH₂-) simetrik ve asimetric gerilmeyi göstermektedir. Piklerin varlığı -CH₂ grubunun -Si-O-Si- gruplarıyla silikat yüzeyinde bağlandığını gösterir. Bu piklere benzer pikler oleik asidin Şekil 4.8'de verilen FTIR spektrumunda 2926 ve 2855 cm^{-1} dalga boylarında görülmektedir. Bu oleik asidin kalsiyum silikat tarafından adsorplandığını göstermektedir. Labidi ve Iddou (2007) [43] yaptıkları çalışmada elde ettikleri kalsiyum oleat ve magnezyum oleata ait FTIR spektrumlarında görülen 2854 ve 2925 cm^{-1} 'deki bandların (-CH₂-) simetrik ve asimetric gerilimi karşıladığını ve bu bandların oleik asit adsorpsiyonu sonucu oluştuğunu belirtmişlerdir. Şekil 4.11'de bu çalışmada elde edilen kalsiyum oleata ait FTIR spektrumu görülmektedir. Şekil 4.10'da sadece oleik asit adsorpsiyon yapılmış kalsiyum silikat spektrumunda görülen 1539 ve 1572 cm^{-1} 'deki pikler kalsiyum, Ca⁺² ile kimyasal bağ yapmış karboksil, -C=O gruplarına aittir [43, 44].

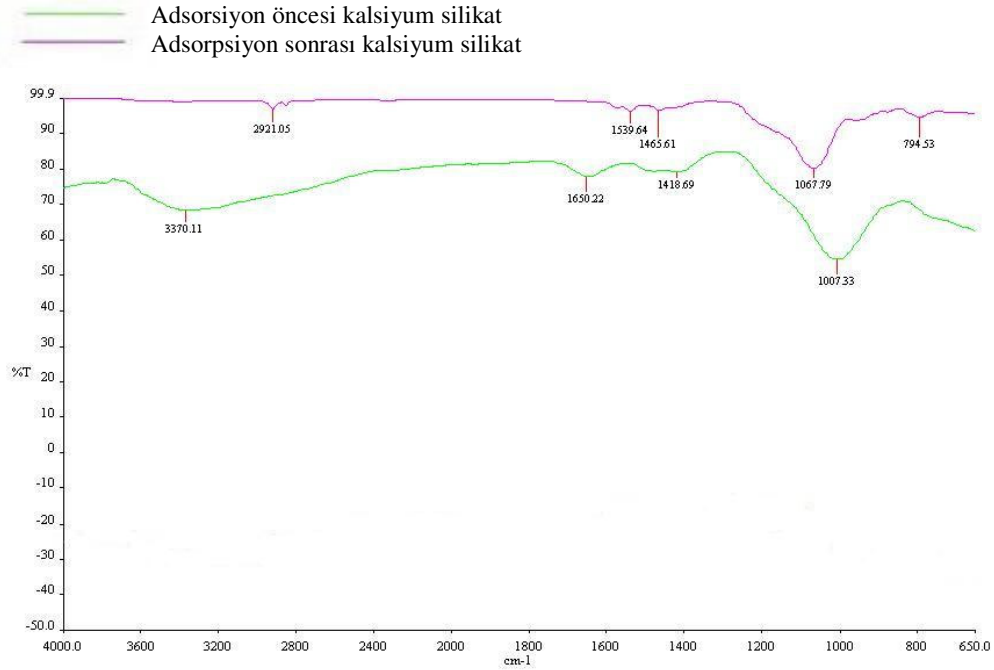


Şekil 4.11: Kalsiyum oleata ait FTIR spektrumu [43]

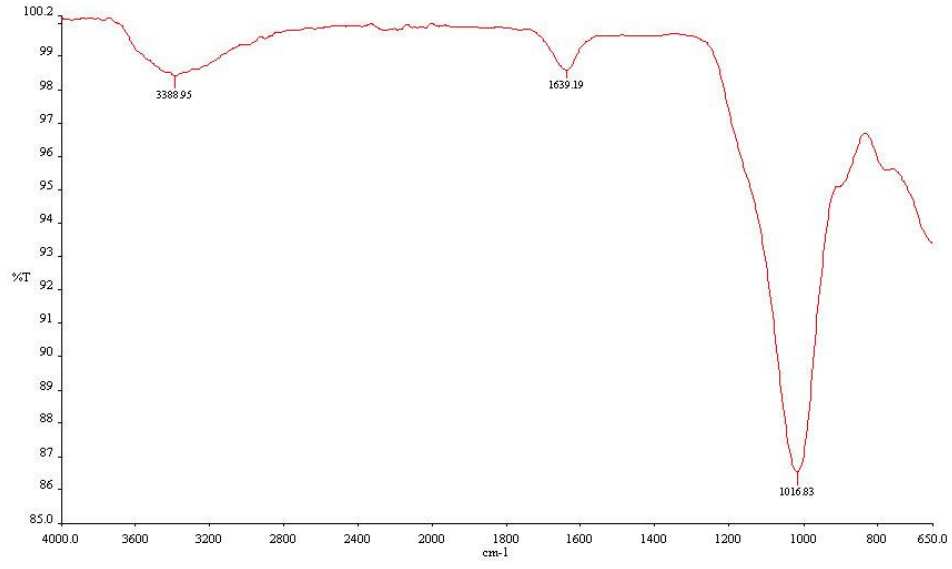
Adsorpsiyon yapılmış kalsiyum silikat örneğinde 1465 cm^{-1} 'de görülen pik oleik asit spektrumunda da görülebilen CH_2 deformasyon pikidir.

970 cm^{-1} 'deki pik sadece adsorpsiyonlu kalsiyum silikatta vardır. 939 cm^{-1} 'de oluşan dimerik oleik asidin karakteristik piki [43] ile benzerlik göstermektedir.

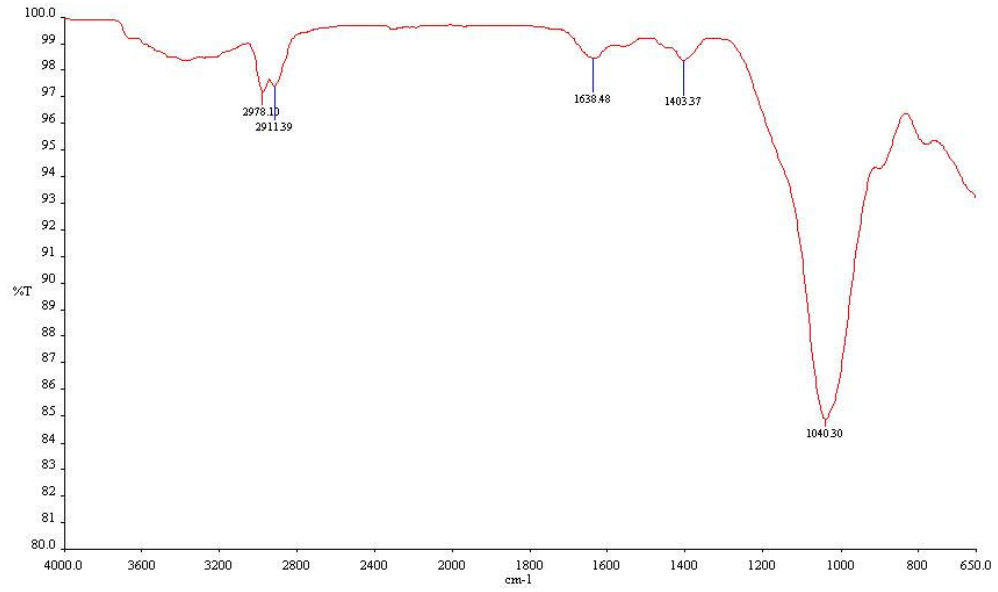
Şekil 4.12'de adsorpsiyondan önce ve sonra kalsiyum silikat FTIR spektrumları görülmektedir. Bu şekilden oleik asitin kalsiyum silikat yüzeyine adsorpsiyonu net olarak görülmektedir.



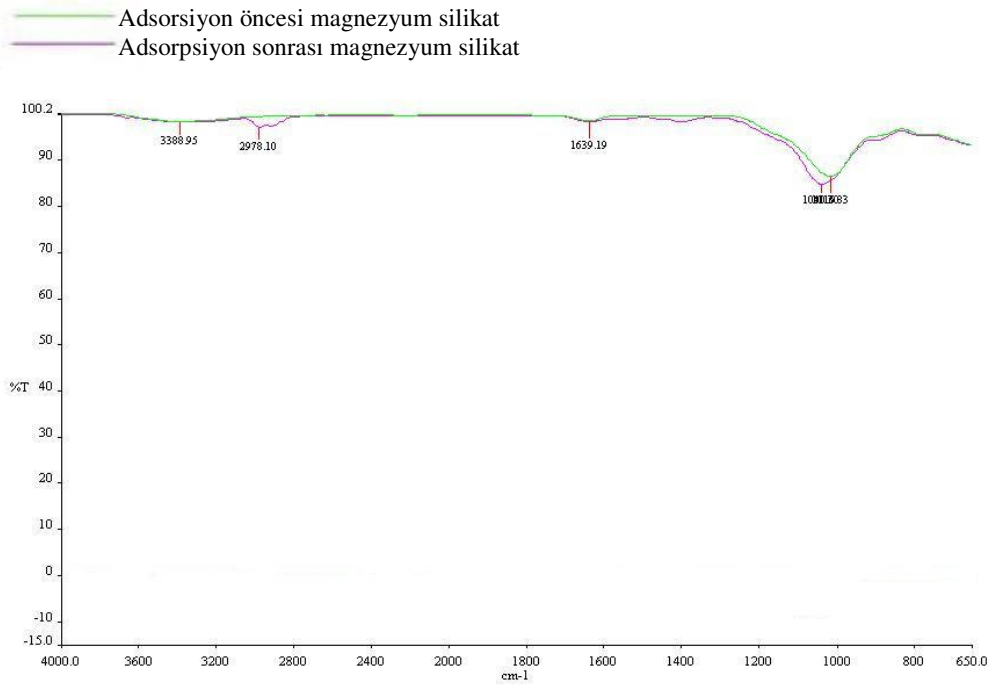
Şekil 4.12: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası kalsiyum silikat spektrumları



Şekil 4.13: Adsorpsiyondan önce magnezyum silikatın FTIR spektrumu



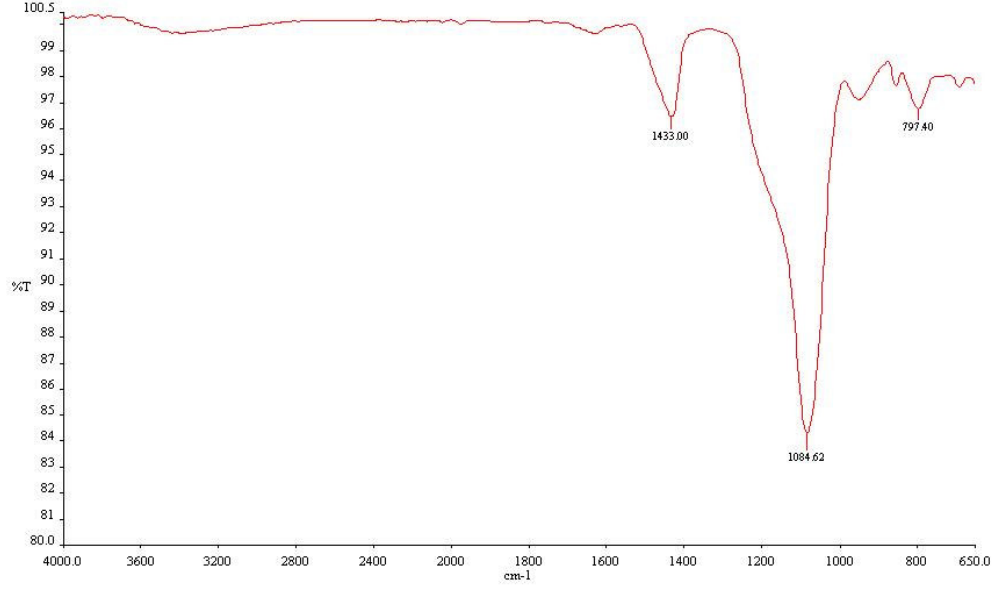
Şekil 4.14: Adsorpsiyondan sonra magnezyum silikatın FTIR spektrumu



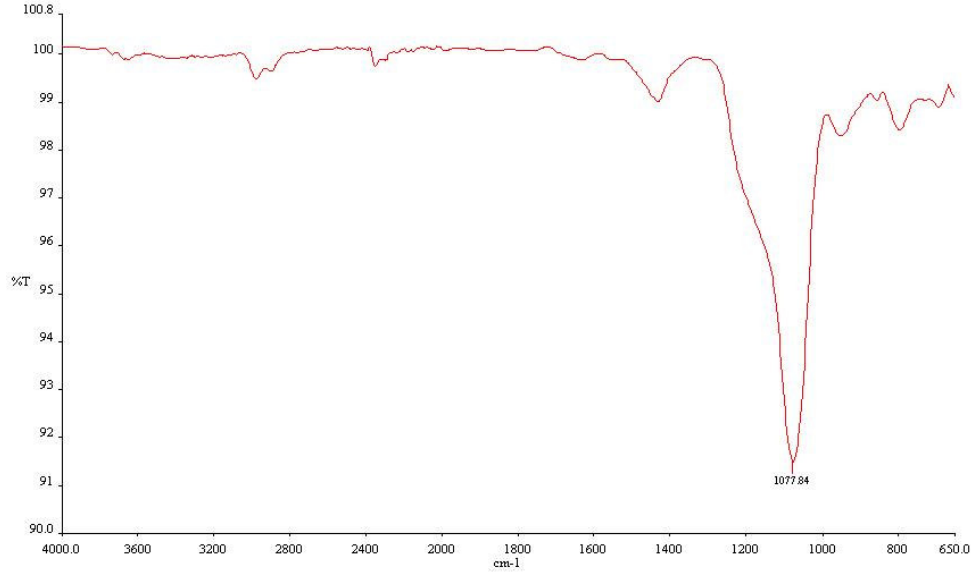
Şekil 4.15: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası magnezyum silikat spektrumları

Şekil 4.13’de adsorpsiyon uygulanmamış magnezyum silikat görülmektedir. Buna göre 3388 cm^{-1} ’de görülen geniş bant OH gruplarına ve suyun bu gruplarla yaptığı hidrojen bağıyla ilgilidir. 1638 cm^{-1} ’de görülen pik magnezyum silikata ait H-OH bending pikidir [42].

Adsorpsiyon yapılmış magnezyum silikatın spektrumu ise Şekil 4.14’de görülmektedir. Şekil 4.15’de ise bu iki spektrum bir arada gösterilmiştir. Adsorpsiyondan sonra elde edilen FTIR spektrumunda gözlemlenen 2978 ve 2911 cm^{-1} ’deki pikler ($-\text{CH}_2-$) simetrik ve asimetrik gerilimi göstermektedir [43]. Magnezyum silikata ait olan 1638 cm^{-1} ’deki pik değişmeden kalmıştır. Oleik asit FTIR spektrumunda 1465 cm^{-1} ’de görülen $-\text{CH}_2-$ titreşimlerine ait pik adsorpsiyondan sonra magnezyum silikat için 1403 cm^{-1} ’de görülmüştür. Bu sonuçlardan magnezyum silikatın oleik asit adsorpsiyonu yaptığı gözlemlenmektedir.



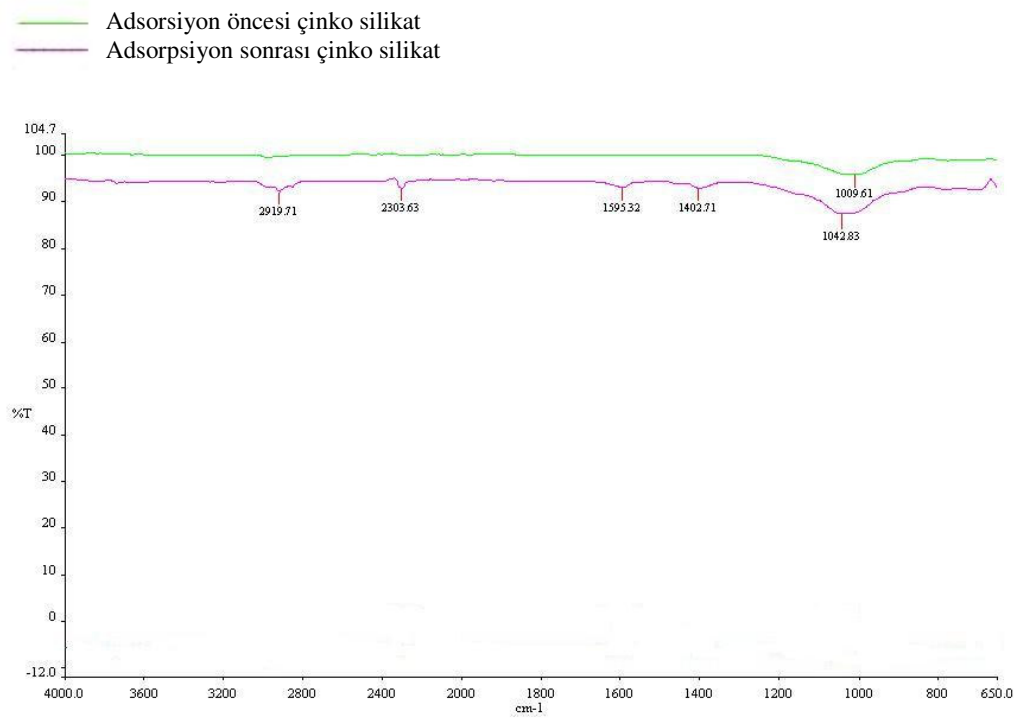
Şekil 4.16: Adsorpsiyondan önce baryum silikatın FTIR spektrumu



Şekil 4.17: Adsorpsiyondan sonra baryum silikatın FTIR spektrumu

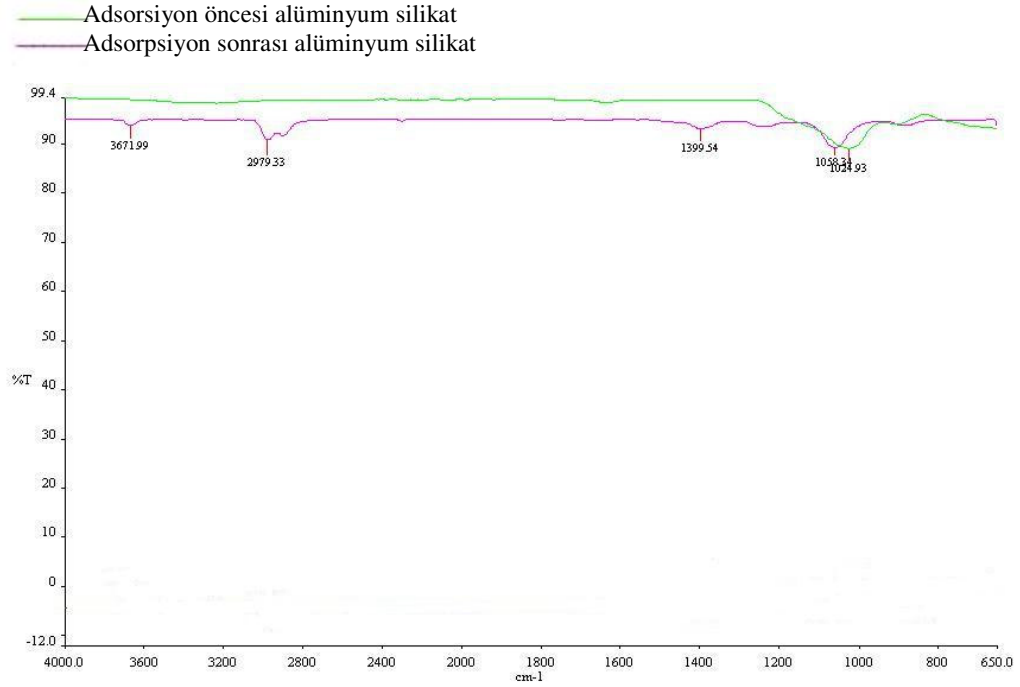
Şekil 4.16’da baryum silikatın adsorpsiyondan önceki FTIR spektrumu, Şekil 4.17’de ise adsorpsiyondan sonraki FTIR spektrumu verilmiştir.

Adsorpsiyondan sonra elde edilen spektrumda ilk spektrumdan farklı olarak CH₂ grubunun varlığını gösteren 2972 cm⁻¹ ve 2896 cm⁻¹’de pikler görülmektedir [43].



Şekil 4.18: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası çinko silikat spektrumları

Şekil 4.18’de çinko silikata ait adsorpsiyon öncesi ve sonrası spektrumları verilmiştir. Adsorpsiyon sonrasında görülen 2919 cm^{-1} ’deki pikler, oleik aside ait olan 2927 cm^{-1} ve 2855 cm^{-1} ’de görülen CH_2 grubundan ileri gelmektedir. Bu piklerde bir kayma görülmüştür. 1595 cm^{-1} ’de bulunan pik karboksilat grubuna (RCOO^-) tekabül etmektedir. Bu karboksilat oleik asidin bir hidrojen iyonu kaybetmesi ve yüzeydeki metal okside iyonik adsorpsiyonu sonucu oluşur [42]. Yates, Caldwell ve Perkins (1997) [42], aynı piki magnezyum silikat için 1550 cm^{-1} ’de bulmuşlardır.



Şekil 4.19: Adsorpsiyon öncesi ve sonrası alüminyum silikat spektrumları

Şekil 4.19’da alüminyum silikata ait adsorpsiyon öncesi ve sonrası ve spektrumları bir arada görülmektedir. Adsorpsiyondan sonra 2979 cm^{-1} ’de bir pik görülmektedir. Bu pik, oleik asitte 2927 cm^{-1} ’de görülen CH_2 asimetrik ve simetrik gerilimini gösterir.

Tablo 4.19: Üretilen silikatların oleik asit adsorpsiyonlarının karşılaştırılması (FTIR sonuçlarına göre)

Silikat cinsi	FTIR analizi sonuçları	
	Kimyasal adsorpsiyon	Fiziksel adsorpsiyon
Kalsiyum silikat	+	+
Magnezyum silikat	Zayıf	+
Baryum silikat	+	+
Çinko silikat	+	+
Alüminyum silikat	-	+

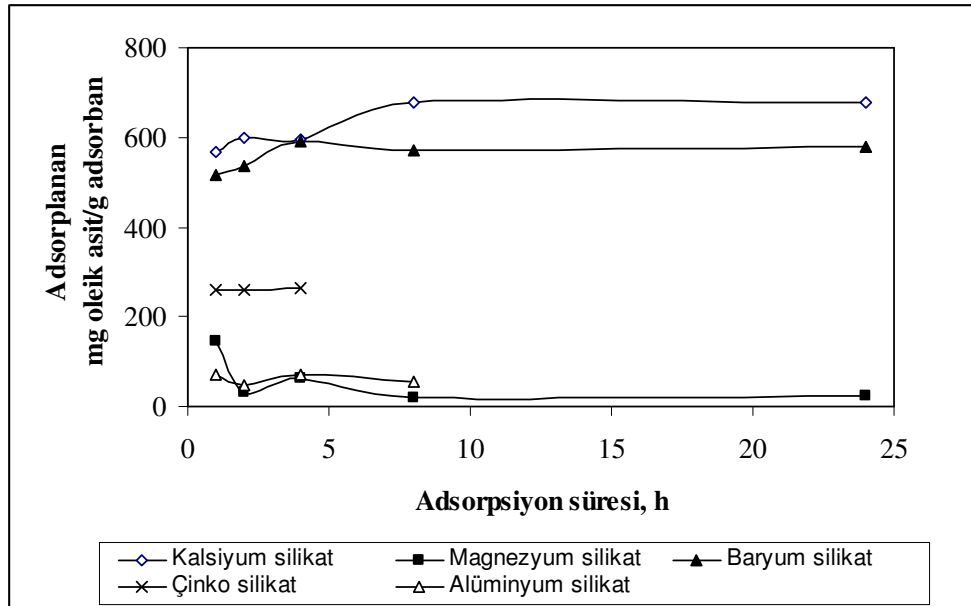
4.5.2 Adsorpsiyon Süresinin Adsorplanan Oleik Asit Miktarına Etkisi

Daha önce yapılan deneylerde üretilen silikatların oleik asit adsorpsiyonu yarım saat süreyle yapılmıştır. Yapılan bu çalışmada amaç adsorpsiyon süresini uzatarak adsorplanan oleik asit miktarındaki değişimi gözlemlemektir.

1 saat, 2 saat, 4 saat, 8 saat ve 24 saat süren deneyler için daha önceki deneylerde kullanılan silikatlarla aynı şartlarda yeni üretimler yapılmıştır. Yapılan deneylerde silikatların adsorpladıkları oleik asit miktarları Tablo 4.20'de ve Şekil 4.20'de verilmiştir.

Tablo 4.20: Silikatların farklı sürelerde adsorpladıkları oleik asit miktarları

Silikat cinsi	Adsorplanan oleik asit miktarı, mg OA/g adsorban				
	1 saat	2 saat	4 saat	8 saat	24 saat
Kalsiyum silikat	569	599	594	679	678
Magnezyum silikat	145	99	64	21	25
Baryum silikat	517	534	590	571	581
Çinko silikat	261	260	266	-	-
Alüminyum silikat	72	46	61	54	-



Şekil 4.20: Silikatların adsorpladıkları oleik asit miktarının zamanla değişimi

Tablo 4.20 ve Şekil 4.21'den görüldüğü üzere, kalsiyum ve baryum silikatın adsorpladıkları oleik asit miktarı zamanla artmakta ve belli bir sürenin sonunda sabit kalmaktadır. Kimyasal adsorpsiyon, yapısı gereği bir molekül kalınlığında tabaka oluşturmaktadır ve adsorban yüzeyinin tamamı bu tabaka ile kaplandığında adsorpsiyon devam etmemektedir. Her iki silikat da yaklaşık olarak 8 saat sonunda doygunluk kapasitesine ulaşmaktadır. Magnezyum silikat için 1 saatlik bir adsorpsiyon süresi yeterli gözükmemektedir. Çinko ve alüminyum silikatın adsorpsiyon kapasitelerinde ise zamanla bir değişiklik oluşmamaktadır.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Pirinç kabuğu külünden çeşitli silikatların üretimi, bu üretilen silikatların karakterizasyonu ve adsorban olarak kullanılabilirliği amacını taşıyan bu çalışmada elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

1. Pirinç kabuğu külünden oda sıcaklığında ve aynı koşullarda olmak üzere çok hızlı bir reaksiyon ile magnezyum silikat da olduğu gibi, kalsiyum, baryum, çinko ve alüminyum silikatları üretilmektedir.
2. En düşük tane boyutu 24 mikron ile çinko silikata aittir. Diğer silikatlarınkiler ise; kalsiyum 34 mikron, magnezyum 45 mikron, baryum 50 mikron ve alüminyum 78 mikrondur. En küçük tane boyutlarını elde etmek için sodyum silikat:tuz mol oranı olmak üzere 8:1 mol oranı uygulanmıştır.
3. Magnezyum silikatın yüzey alanı $625 \text{ m}^2/\text{g}$ olmak üzere en yüksektir. Kalsiyum, baryum, çinko ve alüminyum silikatların en yüksek yüzey alanları ise sırasıyla $141 \text{ m}^2/\text{g}$, $84 \text{ m}^2/\text{g}$, $60 \text{ m}^2/\text{g}$ ve $309 \text{ m}^2/\text{g}$ bulunmuştur.
4. Tane boyutu ile yüzey alanları arasında doğrudan bir korelasyon yoktur. Çünkü tüm silikatlar mezoporoz bir yapıya sahip olup, yüzey alanını esas olarak porlar vermektedir.
5. X-ray analizlerine göre tüm üretilen silikatlar içinde baryum silikatın kristal yapıda olduğu; diğerlerinin ise amorf olduğu bulunmuştur.
6. Yapılan TGA analizleri, tüm silikatların $100-105^{\circ}\text{C}$ 'lerde nemini verdiğini; bu sıcaklıkların üstünde ise bozunmaya başladıklarını göstermiştir. Bu nedenle özellikle BET gibi yüksek sıcaklıkta yapılacak işlemler konusunda dikkatli olmak gerektiği sonucuna varılmıştır.
7. Analitik yöntemler (titrasyon) kullanılarak yapılan analizlerde, üretilen tüm silikatlar arasında kalsiyum silikat 506 mg oleik asit/g adsorban değeriyle en yüksek oleik asit adsorpsiyon miktarına sahip olduğu saptanmıştır. Bunu sırasıyla baryum,

inko, magnezyum ve alüminyum silikat takip etmekte olup deęerleri řoyledir: 258 mg/g, 222 mg/g, 126 mg/g ve 28 mg/g.

8. FTIR-ATR sonularına gre kalsiyum silikat yzeyinde kalsiyum oleat pikine denk gelen 1572 cm^{-1} piki bulunmuřtur. Bu pik oleik asitin kalsiyum ile yaptığı kimyasal bir bileřik olan kalsiyum oleata ait olup kalsiyum silikatın kimyasal adsorpsiyon yaptığının gstergesidir.

9. Tm silikat yzeylerinde, oleik asitin adsorpsiyonu sonundaki FTIR spektrumlarında 2926 cm^{-1} ve 2855 cm^{-1} 'de pikler bulunmuřtur. Bu pikler CH_2 grubunun asimetric ve simetric titreřimini gsteren pikler olup fiziksel adsorpsiyon olduęunu gstermiřtir

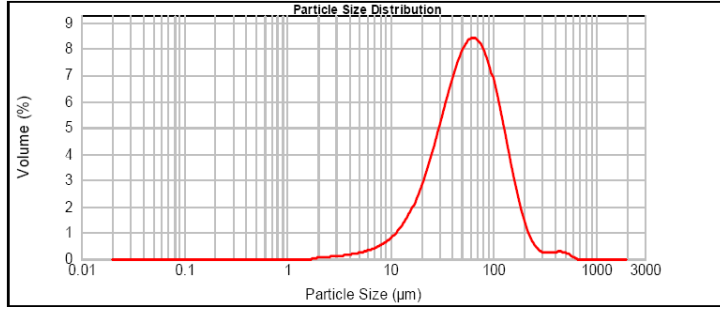
KAYNAKLAR

- [1] Yıldız, S., Balaydm, İ. ve Ulucan, Ç., 2007. Pirinç kabuğu külünün beton dayanımına etkisi, *Fırat Üniv. Fen ve Müh. Bil. Dergisi*, **19**, 85-91
- [2] Kuşkonmaz N., 1993. Pirinç kabuğundan silisyum nitrür tozunun sentezi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [3] Özgül-Yücel, S., Tolay, M., Erdağ, S. and Türkay S., 2004. Magnesium silicate synthesis from rice hull ash, *JAOCs*, **81**, 619-620.
- [4] Kalapathy, U., Proctor, A. and Shultz, J., 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash, *Bioresource Technology*, **73**, 257-262.
- [5] Varol, D., 2006. Pirinç kabuğu külünden magnezyum silikat üretimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [6] Shangyu Jiehua Chemical Co., Ltd. <http://www.chem-world.com/En/ArticleShow.asp?ArticleID=102>, 28.11.2007
- [7] The Dallas Group America, <http://www.dgfett.de/material/hagen2004/cook.pdf>, 30.11.2007
- [8] AGFD/GREEN (AOCS): Biodiesel, 2004. <http://acs.confex.com/acs/36glrm/techprogram/P9317.HTM>, 15.02.2008
- [9] Wang, Q., Zhang, J.P., Smith, T.R., Hurst, W.E. and Sulpizio T., 2005. An electrokinetic study on a synthetic adsorbent of crystalline calcium silicate hydrate and its mechanism of endotoxin removal, *Colloids and Surfaces*, **44**, 110-116.
- [10] Demiröz, E. ve Kılıçgil, H., 2007. Biyokütleden silikat adsorbanları eldesi ve kullanım alanları, *Bitirme Ödevi*, İ.T.Ü., Kimya-Metalurji Fakültesi, İstanbul.
- [11] Wollastonit, http://seramikhammadeleri.com/hm_masse/wollastonit.doc, 02.12.2007
- [12] Wang, Q., Zhang, J.P., Smith, T.R., Hurst, W.E. and Sulpizio T. 2005. Endotoxin removal using a synthetic adsorbent of crystalline calcium silicate hydrate, *Biotechnol. Prog.*, **21**, 1220-1225.
- [13] Ito, Y., Kusakawe, T., Ishida, M., Shibata, N. and Takada, K., 2005. Oral solid gentamicin preparation using emulsifier and adsorbent, *Journal of Controlled Release*, **105**, 23-31.
- [14] Pozzolan, <http://en.wikipedia.org/wiki/Pozzolan>, 02.12.2007

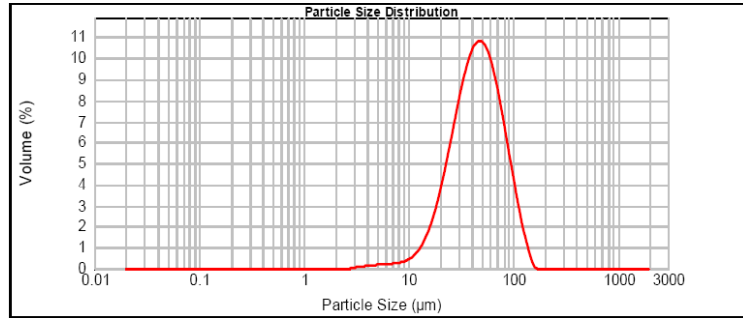
- [15] **Camileri, J., Montesin, F.E., Brady, K., Sweeney, R. and Curtis, R.**, 2004. The constitution of mineral trioxide aggregate, *Dental Materials*, **21**, 297-303.
- [16] Pirintas, <http://www.pirintas.com.tr/KA%C4%9EITLAR.doc>, 19.11.2007
- [17] Camelyaf Glass Fiber,
http://www.camelyaf.com.tr/turkce/soru_cevap/diger_1.php,
19.11.2007
- [18] DKM Yalıtım ve Danışmanlık,
http://www.dkmyalitim.com/index.php?option=com_content&task=view&id=38&Itemid=41, 19.11.2007
- [19] Food Info, <http://www.food-info.net/tr/e/500-600.htm>, 19.11.2007
- [20] Shreeji Fine Chem, http://www.shreejifinechem.com/hydrated_cal_sili.htm ,
16.01.2008
- [21] Delfin Chemicals, http://www.delfinkimya.com.tr/kuru_yikama.asp, 14.01.2008
- [22] **Ataç, Ö.**, 2005. Kızartma yağının ve biyodizel adsorpsiyon yöntemi ile saflaştırılması, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [23] Metal Eğitimi, <http://www.teknolojikarastirmalar.com/e-egitim/periodik/periodic/Mg.html> , 14.01.2008
- [24] Şenhas Ltd. Şti., <http://senhasltd.com/talkbt.htm> , 14.01.2008
- [25] **T.C. Çevre Bakanlığı, Çevre Kirliliğini Önleme ve Kontrol Genel Müdürlüğü**, 2003. Mogan-Eymir gölleri ve çevresi su kirliliği inceleme raporu, Ankara.
- [26] **Ferician, F., Schlett, Z., Jadaneant, I.**, 2002. Synthesis of barium silicates by glow discharge electron gun, *Ceramics International*, **28**, 463-466.
- [27] Gümrükler Genel Müdürlüğü,
http://www.gumrukler.gov.tr/w3/App_Files/tarife/2007/fasilnotlar/FASIL28.doc, 18.01.2008
- [28] Hempel,
<http://www.hempel.com.tr/Internet/IneTRC.nsf/vHEMPELDOC/4FA239A69778128B0C256C0C007C8CDC?OpenDocument&1>,
18.01.2008.
- [29] READE Advanced Materials, <http://www.reade.com/en/Products/Minerals-and-Ores/Aluminum-Silicate-Powder.html> , 14.01.2008
- [30] Famous Minerals and Chemicals Pvt. Ltd.,
<http://www.famousminerals.com/aluminiumsilicate.htm> , 14.01.2008
- [31] Gazi Üniversitesi,
<http://w3.gazi.edu.tr/~sezginay/yayinlar/zeo-kast.doc>, 14.01.2008
- [32] **Özgül, S.**, 1991. Pirinç kepeği yağının metanol ve etanol ile yerinde esterleştirilmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.

- [33] **Mazlum, F.**, 1989. Pirinç kabuğu külünün puzzolanik özellikleri ve külün çimento harcının dayanıklılığına etkisi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [34] **Sun, L. and Gong, K.**, 2001. Silicon based materials from rice husks and their applications, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **40**, 5861-5877.
- [35] **Bakırcıoğlu, D.**, 2004. Pirinç kabuğu ve külü üzerinde bazı eser elementlerin adsorpsiyonun ve desorpsiyonun incelenmesi, *Yüksek Lisans Tezi*, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne.
- [36] **Mehta, P.K and Pitt, N.**, 1976. Energy and industrial materials from crop residues, *Resource Recovery and Conserv.*, **2**, 23-28.
- [37] **Bidin, R., Ngee, C.C., Yeoh, A.K. and Ping, C.B.**, 1984. Rice husk cement, *Standards Industrial Research Institute of Malaysia*, Malaysia.
- [38] **Erdoğan, Y. A.**, 2005. Atıksulardan çeşitli adsorbanlarla arsenik giderimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [39] **Taşpınar, Ö. and Bilgin, N.**, 2008. *JAOCs*, in press.
- [40] **Taşpınar, Ö. and Yücel, S.**, 2008. Lipid adsorption capacities of magnesium silicate and activated carbon prepared from the same rice hull, *Eur. J. Lipid Sci. Technol.*, **110**, 742-746.
- [41] **Workman, J.**, 2001. Handbook of organic compounds : NIR, IR, Raman, and UV-Vis spectra featuring polymers and surfactants, Academic Press, San Diego.
- [42] **Yates, R.A., Caldwell, J.D. and Perkins, E.G.**, 1997. Diffuse reflectance fourier transform infrared spectroscopy of triacylglycerol and oleic acid adsorption on synthetic magnesium silicate, *JAOCs*, Vol. 74, 3, 289-292.
- [43] **Labidi, N. S. and Iddou, A.**, 2007. Adsorption of oleic acid on quartz / water interface, *J. Saudi Chem. Soc.*, Vol. 11, **2**, 221-234.
- [44] **Mielczarski, E., Mielczarski, J.A., Cases, J.M., Rai, B. and Pradip**, 2002. Influence of solution conditions and mineral surface structure on the formation of oleate adsorption layers on fluorite, *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, **205**, 73-84.

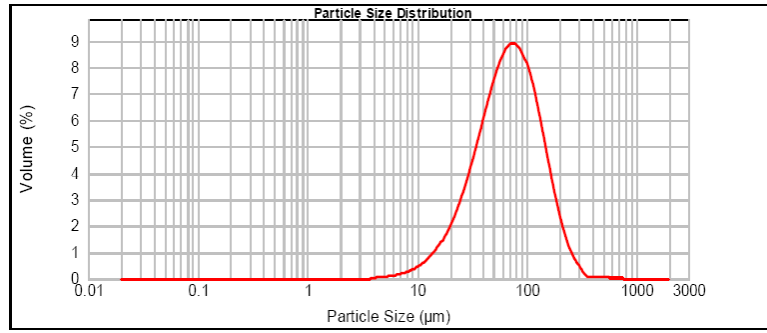
EK A



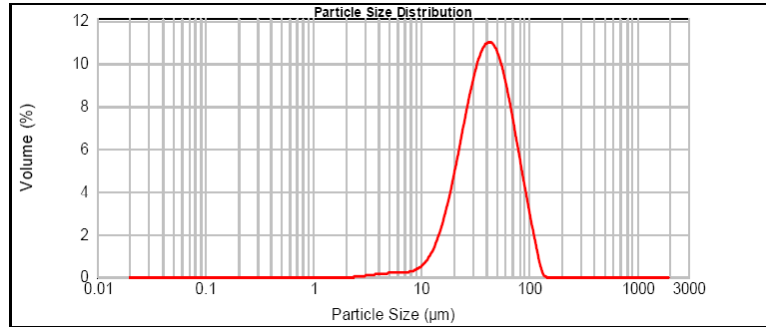
Şekil A.1: 10^{-2} mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı



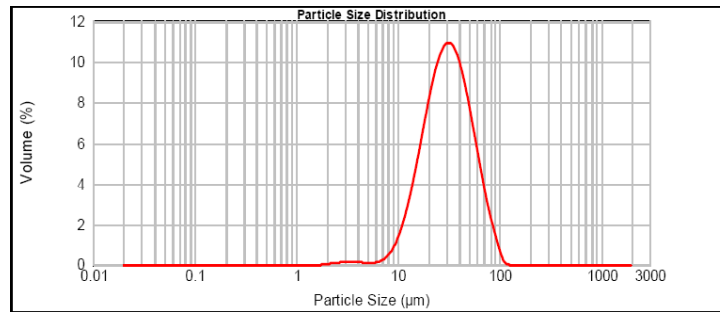
Şekil A.2: 10^{-2} mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı



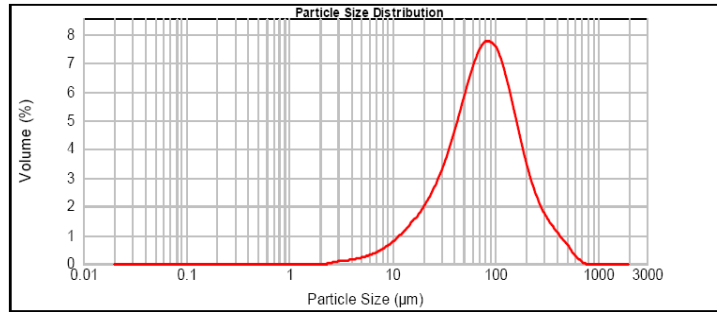
Şekil A.3: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı



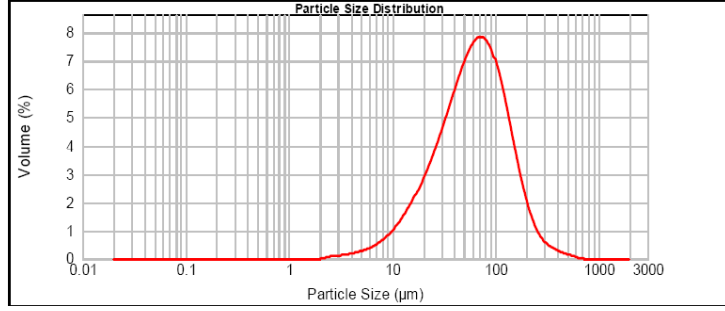
Şekil A.4: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı



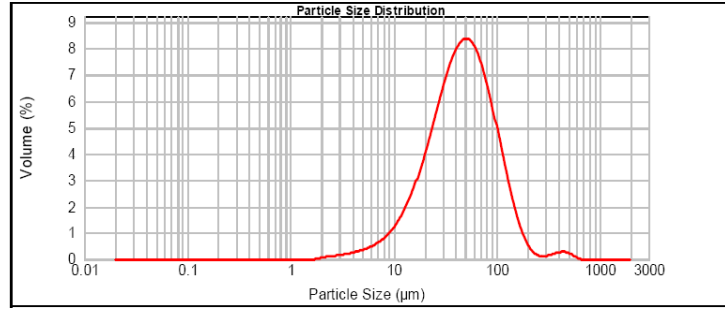
Şekil A.5: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen kalsiyum silikatın tane boyutu dağılımı



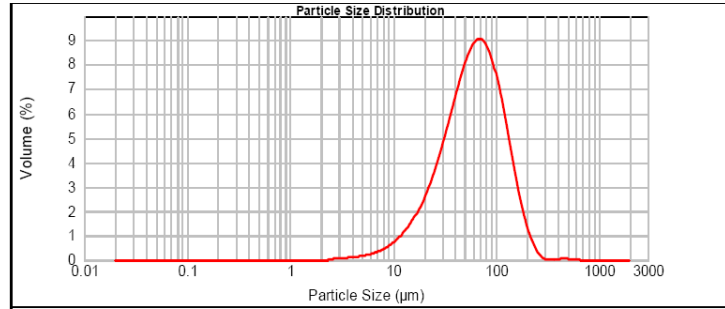
Şekil A.6: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı



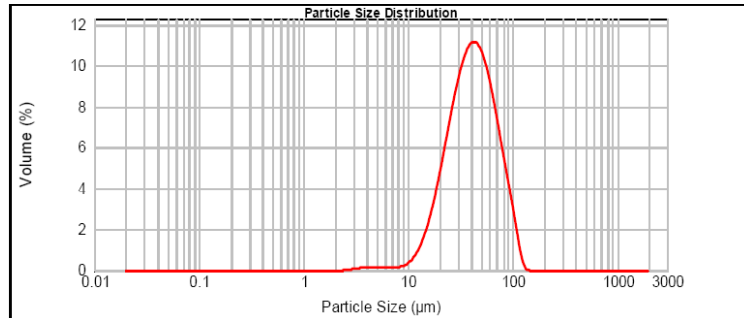
Şekil A.7: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı



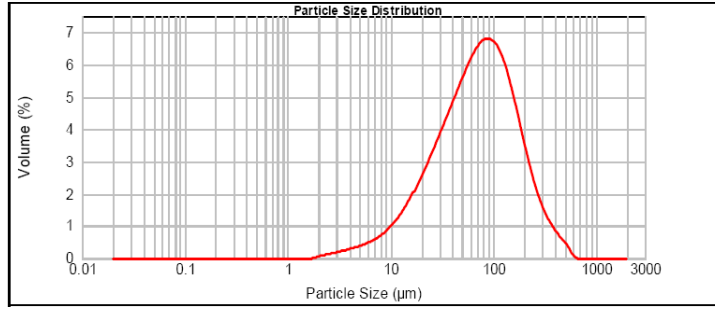
Şekil A.8: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı



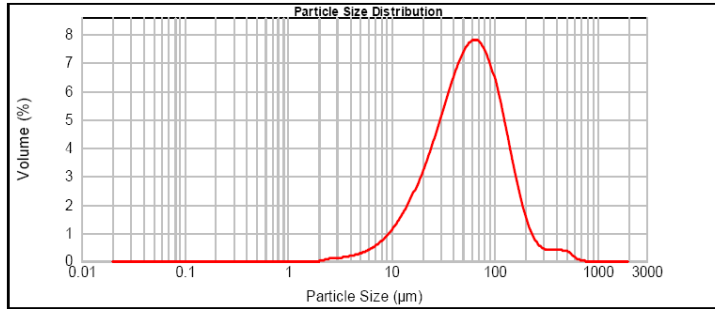
Şekil A.9: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı



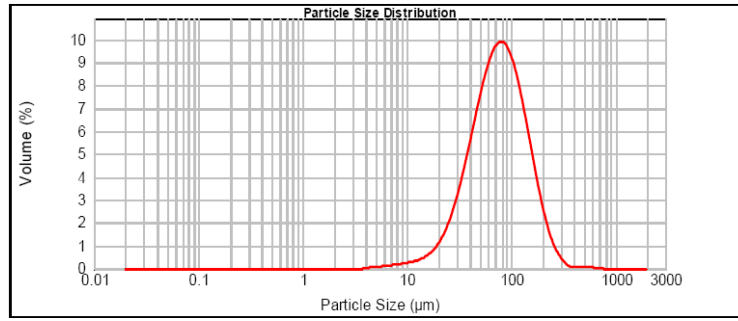
Şekil A.10: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı



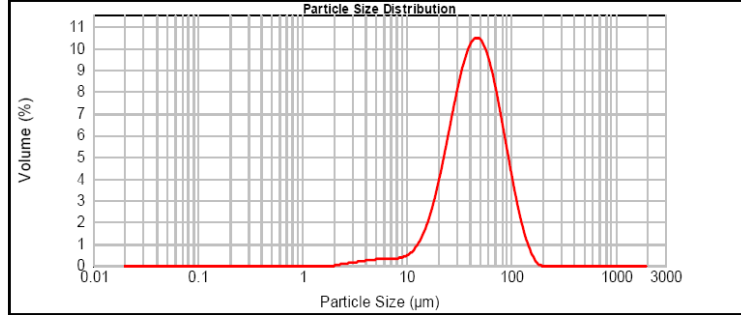
Şekil A.11: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen baryum silikatın tane boyutu dağılımı



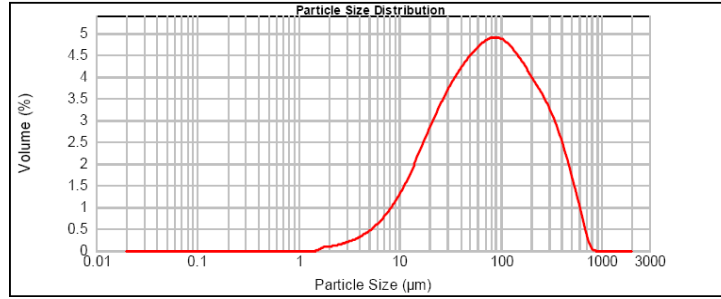
Şekil A.12: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen baryum silikatın tane boyutu dağılımı



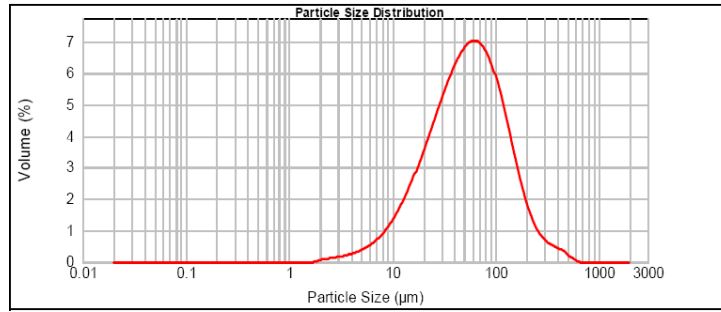
Şekil A.13: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen baryum silikatın tane boyutu dağılımı



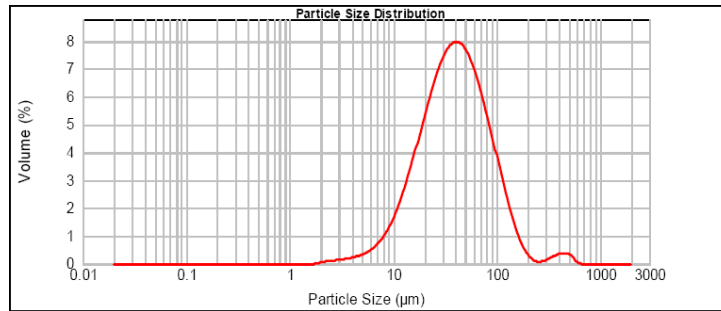
Şekil A.14: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen baryum silikatın tane boyutu dağılımı



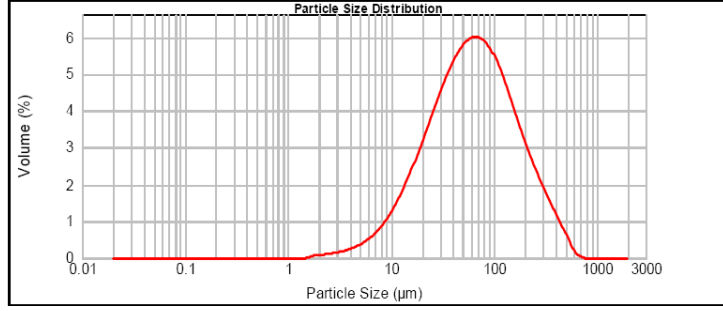
Şekil A.15: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



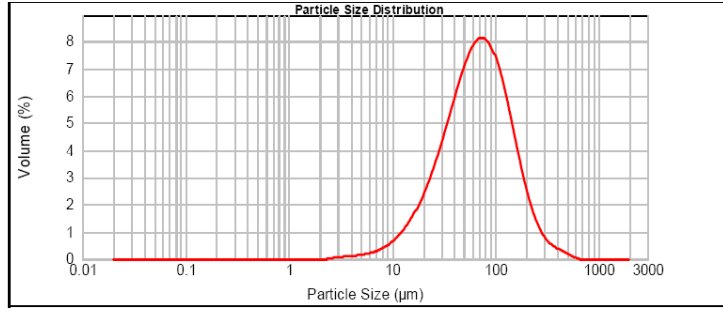
Şekil A.16: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



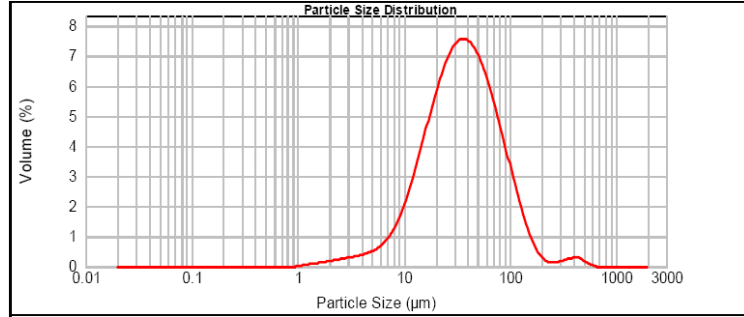
Şekil A.17: $4 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



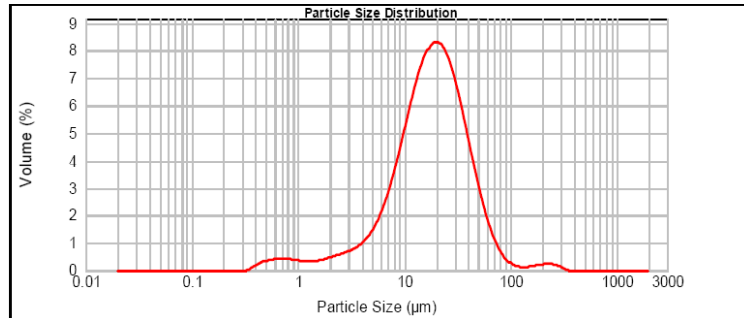
Şekil A.18: 10^{-2} mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



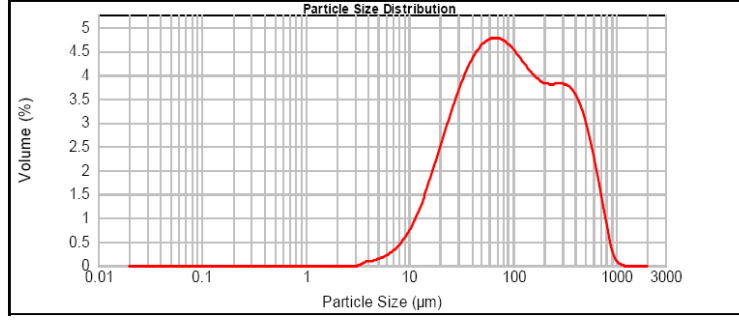
Şekil A.19: 10^{-2} mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



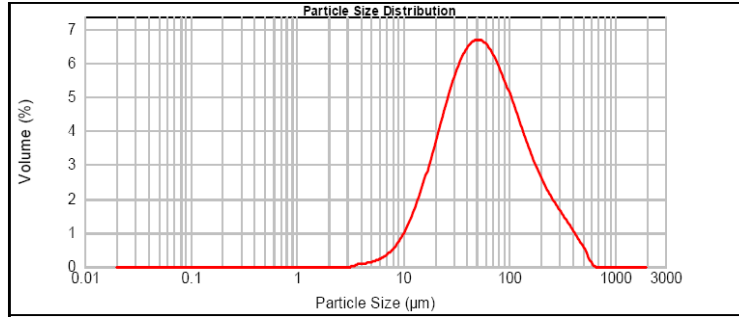
Şekil A.20: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



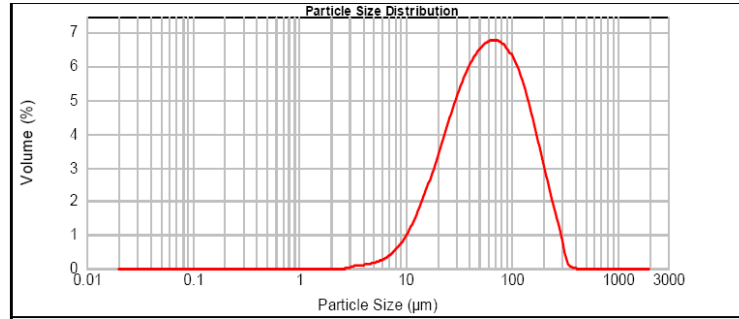
Şekil A.21: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $ZnSO_4 \cdot 7H_2O$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen çinko silikatın tane boyutu dağılımı



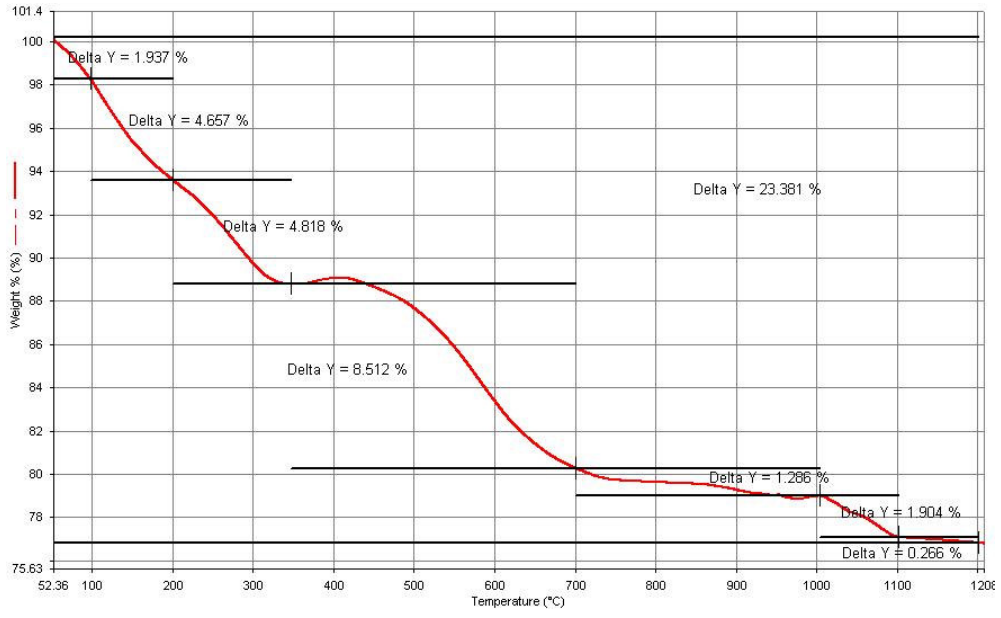
Şekil A.22: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ve 2 mol çözme suyu kullanılarak üretilen alüminyum silikatın tane boyutu dağılımı



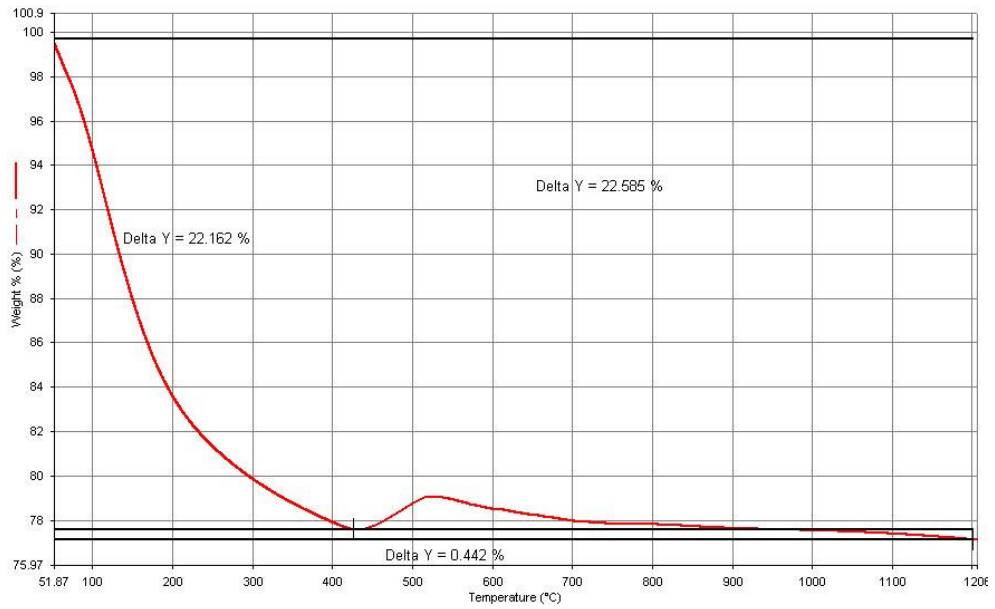
Şekil A.23: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ve 4 mol çözme suyu kullanılarak üretilen alüminyum silikatın tane boyutu dağılımı



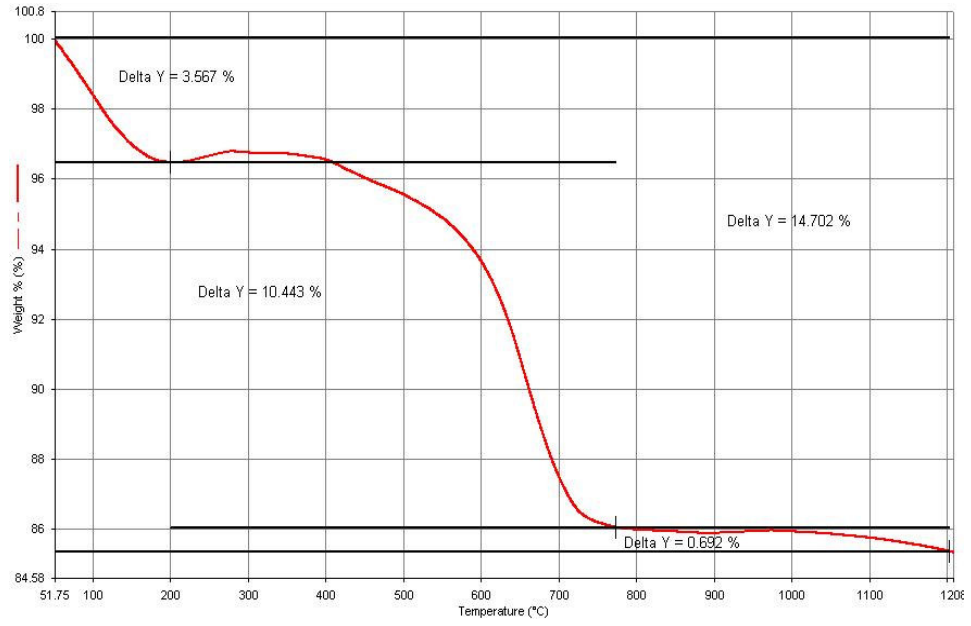
Şekil A.24: $0.5 \cdot 10^{-2}$ mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ ve 8 mol çözme suyu kullanılarak üretilen alüminyum silikatın tane boyutu dağılımı



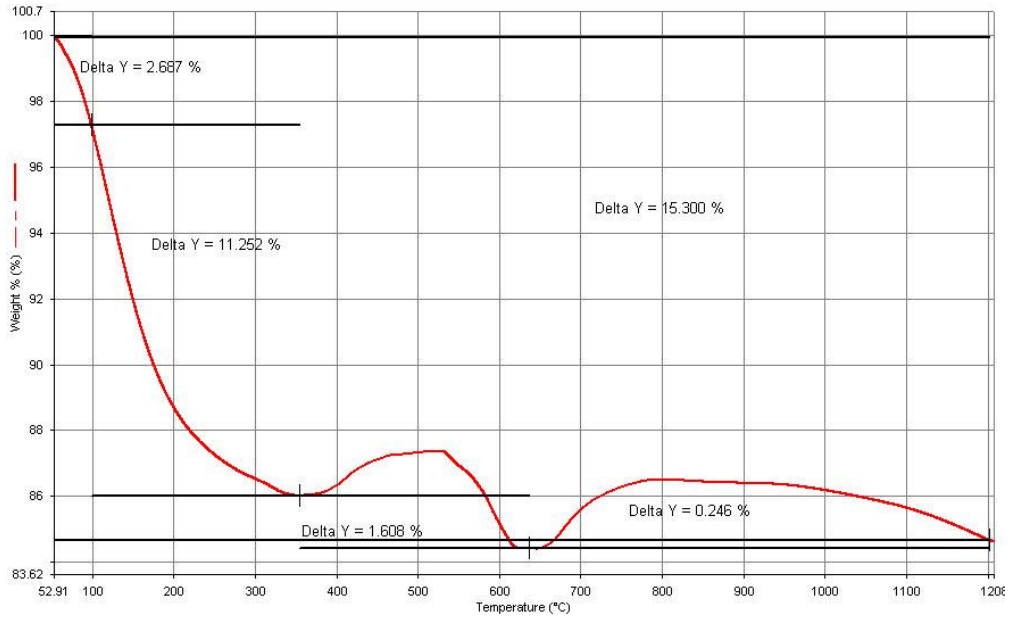
Şekil A.25: Kalsiyum silikata ait TGA



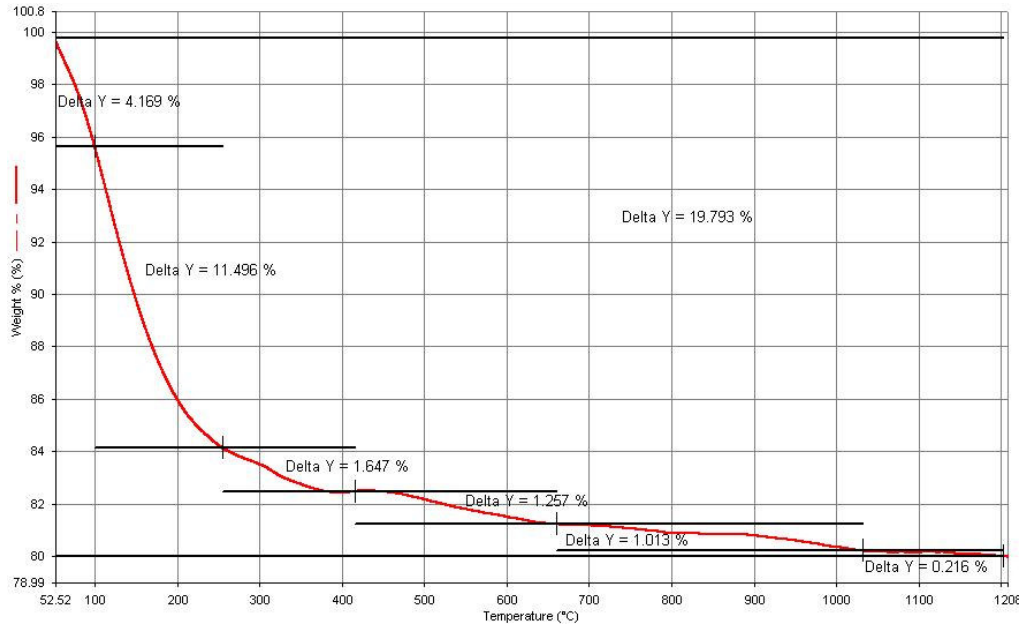
Şekil A.26: Magnezyum silikata ait TGA



Şekil A.27: Baryum silikata ait TGA



Şekil A.28: Çinko silikata ait TGA



Şekil A.29: Alüminyum silikata ait TGA

ÖZGEÇMİŞ

1983 yılında İstanbul'da doğdu. İlkokulu Haznedar Abdi İpekçi İlköğretim Okulu'nda, orta ve lise öğrenimini Gaziosmanpaşa Anadolu Lisesi'nde tamamladı. 2001 yılında girdiği Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği Bölümü'nden 2006 yılında mezun oldu. Aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği Bölümü'nde yüksek lisans eğitimine başladı.