



**GÖZENEKLİ SERAMİKLERİN ÜRETİMİNDE
KULLANILMAK ÜZERE KALSİYUM BENTONİT
KİL TOZUNUN ASİT LİÇİ İLE SAFLAŞTIRILMASI**

Yüksek Lisans Tezi

Asiye BAYRAM

Kütahya- 2025

T.C.
KÜTAHYA DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ
LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ
Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

**GÖZENEKLİ SERAMİKLERİN ÜRETİMİNDE
KULLANILMAK ÜZERE KALSİYUM BENTONİT
KİL TOZUNUN ASİT LİÇİ İLE SAFLAŞTIRILMASI**

Danışman:
Prof. Dr. Osman ŞAN

Hazırlayan:
Asiye BAYRAM

Kütahya – 2025

Kabul ve Onay

KÜTAHYA DUMLUPINAR ÜNİVERSİTESİ LİSANSÜSTÜ EĞİTİM ENSTİTÜSÜ

Malzeme Bilimi ve Mühendisliği Ana bilim dalında, 202185381005 öğrenci numaralı, Asiye BAYRAM'ın hazırlamış olduğu “*Gözenekli Seramiklerin Üretiminde Kullanılmak Üzere Kalsiyum Bentonit Kil Tozunun Asit Liçi ile Saflaştırılması*” başlıklı yüksek lisans tez çalışması ile ilgili tez savunma sınavı jüri tarafından yapılmış ve adayın tezinin OY BİRLİĞİ ile kabul edilmesine karar verilmiştir.

20/01/2025

Tez Jürisi	İmza	
	Kabul	Ret
Prof. Dr. Osman ŞAN (Danışman)		
Prof. Dr. Rasim CEYLANTEKİN		
Prof. Dr. Mustafa AYDIN		

Onay

Doç. Dr. Eray ACAR

Enstitü Müdürü

Bilimsel Etik Bildiri

Yüksek Lisans tezi olarak hazırladığım “*Gözenekli Seramiklerin Üretiminde Kullanılmak Üzere Kalsiyum Bentonit Kil Tozunun Asit Liçi ile Saflaştırılması*” adlı çalışmanın öneri aşamasından sonuçlandığı aşamaya kadar geçen süreçte bilimsel etiğe ve akademik kurallara özenle uyduğumu, tez içindeki tüm bilgileri bilimsel ahlak ve gelenek çerçevesinde elde ettiğimi, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığımı, bu çalışmamda doğrudan veya dolaylı olarak yaptığım her alıntıya kaynak gösterdiğimi ve yararlandığım eserlerin kaynakçada gösterilenlerden oluştuğunu beyan ederim.

20/01/2025

Asiye BAYRAM

Özgeçmiş

Kişisel Bilgiler

Adı Soyadı : Asiye BAYRAM

Eğitim Bilgileri

Önlisans : Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Meslek Yüksekokulu
Seramik

Lisans : Kütahya Dumlupınar Üniversitesi Mühendislik Fakültesi
Seramik Mühendisliği

Yabancı Dil : İngilizce

Yayınlar : <https://doi.org/10.30546/19023.978-9952-8541-7-6.2024.6097>

ÖZET

GÖZENEKLİ SERAMİKLERİN ÜRETİMİNDE KULLANILMAK ÜZERE KALSİYUM BENTONİT KİL TOZUNUN ASİT LİÇİ İLE SAFLAŞTIRILMASI

BAYRAM, Asiye

Yüksek Lisans Tezi, Malzeme Bilimi Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Osman ŞAN

Ocak, 2025, 50 sayfa

Bu çalışmada, kalsiyum bentonit kili kuru yöntem asit aktivasyonu uygulamasıyla saflaştırılmış ve bu saflaştırılmış tozların gözenekli malzemelerin üretiminde kullanımı araştırılmıştır. Kalsiyum bentonit-asit karışımındaki HCl'in kütle yüzdesi %71.42 olarak alınmış ve bu karışım 90°C'de 200 dakika bekletildikten sonra saf su ilave edilerek 30 dakika boyunca 40 kHz'de ultrasonikasyon işlemiyle karıştırılmıştır. Liç edilmiş çözeltinin çökeltilmesi için MgCl₂ (1,3 g/l) gibi bazı kimyasal katkılara ihtiyaç duyulmuş ve NaOH ilavesiyle çözeltinin pH'ı 7'ye ayarlanmıştır. Toz, 24 saat boyunca 100°C'de kurutulmuş ve fırında 375 dakika boyunca 515°C ve 915°C sıcaklıklarda toz halinde kalsine edilmiştir. Kalsine ürünleri, bir akik havanda hafifçe ezilerek topaktan arındırılmış ve 150 µm'lik bir elekten elenerek tek eksenli preste 30 MPa basınçta şekillendirilmiş ve numuneler 375 dakika boyunca 915°C'de sinterlenmiştir.

Elde edilen ürünler kimyasal bileşimi, açık gözeneklilik, pişme küçülmeleri ve faz bileşimi açısından X-ışını floresan (XRF), X-ışını kırınımı (XRD), Fourier dönüşümü kızılötesi (FTIR), taramalı elektron mikroskobu (SEM), Arşimet terazisi dengesi ile incelenmiştir.

Asitle saflaştırma sonucunda bentonit tozu yüksek SiO₂ içeriğine (ağırlıkça %71,18) sahip olurken, kalsiyum miktarı azalmış ve sodyum kirliliği artmıştır. Bu toz preslenmiş ve 915°C sıcaklıkta sinterlenmiştir. XRD analizi malzemenin yüksek kristobalit kristalizasyonu sahip olduğunu ve düşük miktarda spinel ve albit kristallenmesi içerdiğini göstermektedir. Yüksek kristobalit oluşumu FTIR analiziyle de doğrulanmıştır. Elde edilen numune yüksek gözenekliliğe (%45,98) ve eşit dağılmış büyük gözenek boyutlarına (1,34 µm) sahiptir. Bu tip saflaştırılmış tozların, gözenekli seramik malzeme üretiminde bir potansiyele sahip olduğu düşünülmektedir.

Anahtar Kelimeler: Asit Aktivasyonu, Bentonit, Gözenekli Seramik, Mikroyapı

ABSTRACT

PURIFICATION OF CALCIUM BENTONITE CLAY POWDER BY ACID LEACHING FOR USE IN FABRICATION OF POROUS CERAMICS

BAYRAM, Asiye

Master's Thesis, Department of Materials Science and Engineering

Supervisor: Prof. Dr. Osman ŞAN

January, 2025, 50 pages

In this study, calcium bentonite clay was purified by dry method acid activation and the use of these purified powders in the production of porous materials was investigated. The mass percentage of HCl in the dry bentonite-acid mixture was taken as 71.42% and this mixture was kept at 90°C for 200 minutes, then purified water was added and mixed by ultrasonication at 40 kHz for 30 minutes. Some chemical additives such as MgCl₂ (1.3 g/l) were needed to precipitate the leached solution and the pH of the solution was adjusted to 7 by the addition of NaOH. The powder was dried at 100°C for 24 hours and calcined to powder form in an air furnace at 515°C and 915°C for 375 minutes. The calcined products were deagglomerated by light crushing in an agate mortar and sieved through a 150 µm sieve, shaped in a uniaxial press at a pressure of 30 MPa and the samples were sintered at 915°C for 375 minutes.

The obtained products were analysed for chemical composition, open porosity, firing shrinkage and phase composition by X-ray fluorescence (XRF), X-ray diffraction (XRD), Fourier transform infrared (FTIR), scanning electron microscopy (SEM) and Archimedes balance.

As a result of acid purification, bentonite powder had high SiO₂ content (71.18 wt%), while calcium content decreased and sodium contamination increased. This powder was pressed and sintered at 915°C. XRD analysis showed that it has high cristobalite crystallisation with low amounts of spinel and albite. High cristobalite formation was also confirmed by FTIR analysis. The obtained sample has high porosity (45.98%) and uniformly distributed large pore sizes (1.34 µm). This type of purified powders is considered to have a potential in the production of porous ceramic materials.

Keywords: Acid Activation, Bentonite, Microstructure, Porous Ceramic

ÖNSÖZ

Bu Yüksek Lisans Tez Çalışma Raporunda, endüstriyel alanda yaygın olarak kullanılan, yüksek yüzey alanına, iyon değişim kapasitesine ve adsorpsiyon yeteneğine sahip olan kalsiyum bentonit ele alınmıştır. Özellikle hidroklorik asit ile yapılan aktivasyon, bentonitin gözenek yapısını ve reaktivitesini iyileştirerek seramik alanında daha verimli bir malzeme elde edilmesine olanak sağlamaktadır. Bu çalışmada, kalsiyum bentonit-asit karışımında asidin kütle oranı %71,42 olacak şekilde hidroklorik asit aktivasyonu uygulanmış ve bentonitin 515°C ve 915°C’de kalsinasyonu gerçekleştirilmiştir. Presleme işleminin ardından 915°C’de yeniden sinterlenen numunelerin yapı ve fiziksel özelliklerindeki değişimler incelenmiştir. Çalışmanın temel amacı, asit aktivasyonunun bentonitin yapısal stabilitesi ve performansı üzerindeki etkisini belirlemektir.

Bu çalışmanın her aşamasında engin bilgi, birikim ve tecrübelerini paylaşarak beni yönlendiren, destekleyen ve araştırmamı bilimsel temeller ışığında şekillendiren, değerli danışman hocam Prof. Dr. Osman ŞAN' a, derin saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans eğitimim boyunca akademik açıdan bana katkı sağlayan Malzeme Bilimi ve Mühendisliği bölümü öğretim üyelerine teşekkürü borç bilirim.

Hayatımın her anında beni hep destekleyen, yanımda olan değerli aileme sonsuz teşekkürler.

İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	v
ABSTRACT	vi
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	x
KISALTMALAR	xii
GİRİŞ	1

BİRİNCİ BÖLÜM

GENEL BAKIŞ

1.1. GÖZENEKLİ SERAMİKLER.....	4
1.2. BENTONİT.....	7
1.2.1. Bentonitin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri.....	8
1.2.2. Bentonitlerin Asitle Aktivasyonu	10
1.2.3. Bentonitlerin Dispersiyonu	12
1.2.4. Bentonitlerin HCl Asit Aktivasyonuna Yönelik Literatür Çalışmaları	14
1.3. SİLİKA.....	17

İKİNCİ BÖLÜM

MALZEME VE YÖNTEM

2.1. DENEYSEL ÇALIŞMADA KULLANILAN MALZEMELER.....	23
2.2. DENEYSEL ÇALIŞMADA KULLANILAN CİHAZLAR.....	23
2.3. KARAKTERİZASYON	25
2.4. NUMUNE HAZIRLAMA	27

ÜÇÜNCÜ BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. KİMYASAL BİLEŞİM.....	32
3.2. KRİSTAL YAPI.....	32
3.2.1. Ham Bentonit Tozunun Kalsinasyonu.....	33
3.2.2. Asit Aktivasyonlu Bentonit Tozunun Kalsinasyonu	34
3.2.3. Sinterlenmiş Ham Bentonitin Pelet Formu	35
3.2.4. Sinterlenmiş Asit Aktivasyonlu Bentonitin Pelet Formu	36

3.3. FTIR ANALİZİ	37
3.4. MİKROYAPI ANALİZİ	38
3.4.1. SEM Analizi	38
3.4.2. Açık Gözeneklilik (%) ve Pişme Küçülmesi (%)	39

DÖRDÜNCÜ BÖLÜM

SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. SONUÇ	43
4.2. ÖNERİLER	44
KAYNAKÇA	45
DİZİN	50

TABLÖLAR LİSTESİ**Sayfa**

Tablo 1.1: Silikanın Polimorfları	18
Tablo 3.1: Asit Aktivasyon İşleminde Önce ve Sonra Ham Bentonit Tozunun Kimyasal Bileşimi	32
Tablo 3.2: 915°C Sıcaklıkta Sinterlenen Ham ve Asit Aktivasyonlu Bentonit Numunelerine Ait Farklı Kalsinasyon Derecelerde, a) Açık Gözeneklilik Değerleri (%) b) Pişme Küçülme Değerleri (%)	41

ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

Şekil 1.1: Gözenekli Köpük Görüntüsü a) Açık Gözenek b) Kapalı Gözenek	4
Şekil 1.2: Farklı Yöntemlerle Üretilen Gözenekli Seramik Malzemelerin Görüntüsü	5
Şekil 1.3: Tek Eksenli Yönlendirilmiş Gözenekli Seramiklerin SEM Görüntüsü	7
Şekil 1.4: Montmorillonitin Şişmesi.....	9
Şekil 1.5: Montmorillonitin Asit Çözünürlüğü.....	11
Şekil 1.6: HCl/CaB Oranına Bağlı Simektitin Yoğunluğundaki Değişim	15
Şekil 1.7: SEM Görüntüleri a) İşlenmemiş Bentonit ve Farklı Konsantrasyonlarda Hidroklorik Asit ile Aktive Edilmiş Bentonitler: b) 0,05 M; c) 0,15 M; d) 0,25 M; e) 0,4 M; f) 0,6 M.....	16
Şekil 1.8: SiO ₂ 'nin (a) Kristal ve (b) Amorf Yapısı	17
Şekil 1.9: Silikanın Faz Diyagramı.....	19
Şekil 1.10: Silikanın Polimorf Sıcaklıkları ve Dönüşümleri	20
Şekil 2.1: Ham Kalsiyum Bentonitin SEM Görüntüsü, a) Düşük Büyütme (1.000x) b) Yüksek Büyütme (50.000x)	23
Şekil 2.2: Arşimet Terazisi (Scaltec SBC 31)	24
Şekil 2.3: pH metre (Skymen Orion Star A211 Star)	24
Şekil 2.4: El Presi (Carver 3853-0 Model Marka).....	25
Şekil 2.5: Pres Kalıbı	25
Şekil 2.6: SEM/EDX Cihazı-Nova NanoSem 650 Modeli.....	26
Şekil 2.7: HCl İlaveli Bentonitlerin Görünümleri (Soldan Sağa: B-0,40, B- 2,5, B-5).....	27
Şekil 2.8: Dekantasyon Aşamasında Numunelerin Sedimentasyonları (Soldan Sağa: B-0,40, B-2,5, B-5).....	28
Şekil 2.9: Bentonit Numunelerinin Görüntüsü a) MgCl ₂ İlavesiz b) MgCl ₂ İlaveli.....	28
Şekil 2.10: Toz Bentonitin Kalsine (915°C) Edilmiş Numune Örnekleri	29
Şekil 2.11: Pelet Formlu Bentonit Numune Örneği	29
Şekil 2.12: İş Akış Şeması	30
Şekil 3.1: Ham Bentonit Tozunun X-ışını Analizi, a) Asit Aktivasyon Uygulamasından Önce, b) Asit Aktivasyon Uygulamasından Sonra	33
Şekil 3.2: Ham Bentonit Numunesinin Kalsinasyon Sonrası Faz Analizi a) 515°C, b) 915°C	34

Şekil 3.3: Asit Aktivasyonlu Bentonit Numunesinin Kalsinasyon Sonrası Faz Analizi a) 515°C, b) 915°C	35
Şekil 3.4: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Ham Bentonitin Faz Bileşenleri a) Kalsinasyon 515°C, b) Kalsinasyon 915°C	36
Şekil 3.5: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Asit Aktivasyonlu Bentonitin Faz Bileşenleri a) Kalsinasyon 515°C, b) Kalsinasyon 915°C ..	37
Şekil 3.6: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Bentonitin FTIR Analiz Sonuçları (a) 515°C'de Kalsine Edilmiş Ham Bentonit, (b) 915°C'de Kalsine Edilmiş Asit Aktivasyonlu Bentonit	38
Şekil 3.7: 915°C Sıcaklıkta Kalsine Edilen ve 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Bentonitin SEM Görüntüleri, a) Ham Bentonit, b) Asit Aktivasyonlu Bentonit.....	39

KISALTMALAR

CaB	Kalsiyum Bentonit
EDS	Enerji Dağılım Spektrometresi
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi
HCl	Hidroklorik asit
JCPDS	Toz Kırınım Standartları Ortak Komitesi
MgCl₂	Magnezyum Klorür
MPa	MegaPascal
NaOH	Sodyum Klorür
nm	Nanometre
PVA	Polyvinil Alkol
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
SiO₂	Silisyum Oksit
XRD	X-Işını Difraksiyonu
XRF	X-Işınları Floresans Spektroskopisi
α	Alfa
β	Beta
$\Delta V/V$	Bağıl Hacim Değişimleri
μm	Mikrometre
$\longleftrightarrow$	Tersinir Faz Dönüşümü
°C	Santigrat
Å	Angstrom



TEZ METNİ

GİRİŞ

Mikro gözenekli seramikler, yüksek sıcaklıklara dayanıklı ve kimyasal olarak inert yapılarıyla öne çıkan malzemelerdir. Bu mikro yapıdaki seramikler, geniş bir yüzey alanına sahiptir ve katalizör taşıyıcıları, filtreler, biyomedikal uygulamalar gibi birçok alanda yaygın olarak kullanılmalarını sağlar. Ancak bu tür geniş ölçekli uygulamalar için, düşük maliyetli ve seri üretime uygun mikro gözenekli seramiklerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Son yıllarda, bu tür seramiklerin ucuz hammaddelerden ve düşük sinterleme sıcaklıklarında üretilmesine yönelik çalışmaların arttığı gözlenmektedir (Raji vd., 2021).

Silisyum dioksit (SiO_2) seramik tozu, mükemmel termal ve kimyasal kararlılığı nedeniyle mikro gözenekli seramiklerin hazırlanmasında yaygın olarak tercih edilmektedir. Doğal kuvars tozu, safsızlıklarının giderilmesi için yıkanır ve filtrelendir, daha sonra partiküller 1200°C 'den yüksek sıcaklıklarda sinterlenir ve ardından kristobalit formunda tozlar üretmek için hızla soğutulur ve bu SiO_2 kristal tozları mikro gözenekli seramiklerin üretiminde kullanılır (Pagliari vd., 2013).

Mikro gözenekli SiO_2 seramikleri, α -kuvars, α -kristobalit ve β -kristobalit gibi farklı polimorfik formlarda üretilir. Yüksek termal kararlılık istenen SiO_2 seramiklerinde bu yapı beta-kristobalit formunda kristallenmiş tozlarından hazırlanmaktadır. Ayrıca bu tozlardan üretilen SiO_2 seramikleri kimyasal olarak daha karardır. (Şan & Özgür, 2009a).

β -kristobalit tozları, sol-jel yöntemiyle kolayca üretilir ve bu yöntem, gözenek yapısı ve boyutu üzerinde hassas bir kontrol sağlar (Şan ve Koç, 2011). Son zamanlarda, bu tür mikro gözenekli seramikler doğal SiO_2 tozlarından araştırılmıştır. Araştırmada, ağırlıkça 3:1 oranında karıştırılan kuvars ve zeolit bir bilyalı değirmende sulu olarak öğütülmüş, toz 90- μm 'lik bir elekten elenmiş, alt boyut kurutulmuş ve toz formunda 1200°C sıcaklıkta 7 saat boyunca fırında sinterlenmiştir. Kuvarsın kristobalit formuna faz dönüşümü ilk olarak yaklaşık 1000°C 'de ortaya çıkmış ve yüksek oranda beta formunda kristobalit kristallenmesi ise 1200°C 'de elde edilmiştir. Bu tozların preslenmiş formları, %48,5 gibi yüksek bir gözenekliliğe ve 140 kg/cm^2 'lik üç nokta bükülme mukavemetine sahiptir ve mikro gözenekler 0,5-3 μm aralığındadır (Şan, Abalı & Hoşten, 2003; Şan, Hocaoglu & Özgür, 2004). Diğer çalışma, doğal diatomit tozu üzerinedir. Diatomitin saflaştırılması asit liçi ile gerçekleştirilmiş ve yüksek silika içeren

bir malzeme (ağırlıkça %98 SiO₂) elde edilmiştir, Bu tozdan üretilen malzemede kristalleşme β -kristobalit formundadır ve termal olarak kararlı mikro gözenekli bir seramik malzeme üretilmiştir (Şan ve Koç, 2011).

Kristobalit, kilin volkanik kökeninden dolayı bentonit içinde oluşabilmektedir. Silika içeren volkanik kül değişime uğradığında, kristobalit bentonit içinde kristalleşebilir (Hillier & Lumsdon, 2008). Bu süreç, bentonitin oluşumu sırasında sıcaklık ve kimyasal ortam gibi faktörlerden etkilenir. Bentonitin ısı işlemi, kristobalit olarak kristalleşmeye yol açar. Burada faz dönüşümü düşük sıcaklıkta olabilir, bentonitteki Na ve Ca gibi toprak alkali metal safsızlık bu dönüşümü kolaylaştırabilir.

Bentonitler genellikle kil mineralleri (ağırlıklı olarak montmorillonit ve ikincil olarak kaolinit ve illit), kristobalit, karbonatlar, zeolitler, demir oksitler ve hidroksitler ile kuvars ve feldispat kalıntıları içerir. Su veya organik bileşiklere karşı gösterdikleri yüksek absorpsiyon oranları, yüksek katyon değişim kapasiteleri ve protein sedimantasyon özellikleri nedeniyle doğal formlarında veya rafinasyon, saflaştırma veya aktivasyon sonrasında birçok alanda yaygın olarak kullanılmaktadır (Hu, vd., 2022).

Bentonit kili birçok ülkede bol miktarda bulunan bir hammaddedir ve yalnızca düşük sıcaklıktaki faz dönüşümleri yoluyla ilginç seramik özellikler kazandığı görülür (Bouazizi, vd., 2016). Bentonitin ısı işlemi montmorillonitin kristal yapısının bozulmasına ve silika ve alüminanın reaktif hale dönüşmesine yol açar. 100°C sıcaklıkta, montmorillonitteki adsorbe su ve ara katman suyu, 700°C'de ise bileşen suyu kaybolur. Daha fazla sıcaklık artışıyla, montmorillonit 900°C'de amorf bir faza ayrışır. Amorf faz 1100°C'de yeniden kristalleşerek, kristobalite ayrılan magnezyum-alüminyum silikata dönüşür. Ayrıca, seramik tozlarının mineral tozlarından kimyasal saflaştırma ve ardından toz formunda ısı işlemle üretilbildiği ve böylece daha sonra seramik formlarına sinterlendiği bilinmektedir (Patel, vd., 2001).

Bu araştırmanın amacı, saflaştırılmış bentonitten toz halinde ısı işlem yoluyla seramik tozlarının nasıl elde edilebileceğini göstermektir. Bu şekilde elde edilen seramik tozları, filtre uygulamalarında kullanılma potansiyeline sahip mikro gözenekli seramik malzemelerin üretiminde avantaj sağlayabilir.



BİRİNCİ BÖLÜM
GENEL BAKIŞ

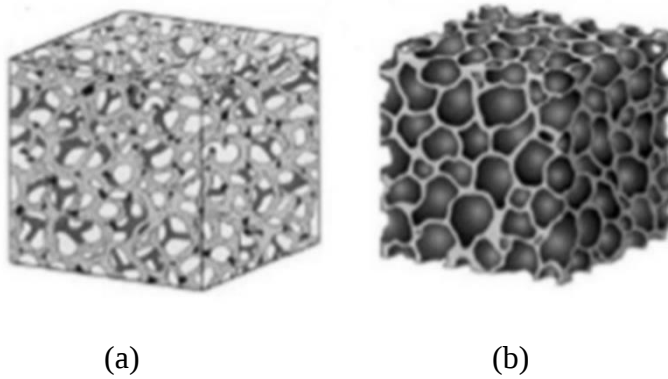
1.1. GÖZENEKLİ SERAMİKLER

Gözenekli seramikler, yüksek sıcaklıkta sinterlenen, birbirine bağlı ve yüzeye nüfuz eden çok sayıda kanal içeren, üç boyutlu ağ iskelet yapısına sahip seramiklerdir (Zong, Wan & Cang, 2019).

Gözenek boyutuna göre üç ana kategoriye ayrılır: makro gözeneklilik ($d > 50$ nm), mezo gözeneklilik ($2 \text{ nm} < d < 50 \text{ nm}$) ve mikro gözeneklilik ($d < 2 \text{ nm}$) (Chen vd., 2021). Gözenek yapısına göre ağsı (bağlantılı ve düzenli) ve köpük (dağınık ve düzensiz) olarak ayrılırken; yapıdaki konumlarına göre gözenekler açık ve kapalı gözenekler olarak ayrılır.

Açık gözenekli seramik malzemeler sıvı, metal ve gaz filtrelerinde kullanılırken, kapalı gözenekli seramikler termal yalıtım malzemeleri, refrakter astarları ve hafif yapı malzemelerinde kullanılır (Yıldız ve Toplan, 2024). Açık gözenekler, akışkanın içlerine nüfuz edebileceği şekilde katı kenarlara ve açık yüzeylere sahiptir. Buna karşılık, kapalı gözenekler katı yüzeylerle çevrelenmiş olup birbirleriyle herhangi bir bağlantıya sahip değildir (Şekil 1.1) (Chen, vd., 2021). Açık gözeneklerin düzenliliğini ve gözeneklilik seviyesini kontrol ederek, gaz ve sıvıların dengeli bir şekilde geçişini sağlamak mümkündür. Aynı zamanda, bu yapı sayesinde etkili nem emme ve nemlendirme özellikleri elde edilebilir. Bu özelliklerden yararlanılan başlıca uygulamalar arasında egzoz gazı filtrasyonu, hava arıtma, toz tutma ve içme suyu arıtımı bulunmaktadır. Kapalı gözenekler ısı taşınımını engeller ve ısı transferini azaltır. Bu nedenle, gözenekli seramikler inşaat sektöründe mükemmel yalıtım malzemeleri olarak kullanılabilir (www.orbray.com, 2024).

Şekil 1.1: Gözenekli Köpük Görüntüsü a) Açık Gözenek b) Kapalı Gözenek



Kaynak: (Chen, vd., 2021).

Gözenekli seramikler, yüksek sıcaklık direnci, iyi termal şok direnci, iyi ısı yalıtım performansı, düşük yoğunluk, ışık yoğunluğu, yüksek gözeneklilik, mükemmel kimyasal kararlılık, tatmin edici mekanik mukavemet, korozyon direnci, yangına dayanıklılık, ses yalıtımı, küçük deformasyon katsayısı ve düşük ısı iletkenliği gibi hem gözenekli malzemelerin hem de seramiklerin avantajlarına sahiptir. Bu yüzden filtrasyon ve atık su arıtımında, ısı izolasyonunda, ses ve ısı yalıtımında, katalizör veya katalizör destekleri olarak, kimyasal sensörler, adsorpsiyon malzemeleri, enerji depolama yalıtım alanlarında, biyoseramik uygulamalarında ve yüksek sıcaklık yapı bileşenleri, yol inşaatları, termal bariyer kaplamaları, hafif binalar, termal ve akustik yalıtım malzemeleri gibi potansiyel uygulamalarda kullanılmaktadırlar (Lou, vd., 2023)

Seramiklerin görünür gözenekliliği, fonksiyonel ve yapısal uygulamaları için en önemli parametrelerden biridir. Gözenekli seramiklerin gözenekliliğini geliştirmek için gözenek oluşturuucu maddelerin kullanımı, dondurarak döküm, jel döküm ve doğrudan köpükleme dahil olmak üzere birçok teknoloji kullanılmıştır. Gözenek oluşturuucu maddelerin eklenmesi, gözenekli seramiklerin gözenekliliğini arttırmak için basit ve etkili bir yöntemdir, çünkü seramiklerin gözenekliliği, gözenek oluşturuucu maddenin miktarının ayarlanmasıyla etkili bir şekilde geliştirilebilir (Zong, Wan & Cang, 2019). Bu yöntemlerle üretilen gözenekli seramik malzemeler Şekil 1.2’de görülmektedir.

Şekil 1.2: Farklı Yöntemlerle Üretilen Gözenekli Seramik Malzemelerin Görüntüsü



Kaynak: (Cangzhou Sefu Ceramic New Materials Product Category, 2024).

Gözenek boyutu ve gözeneklilik oranı, kullanılan seramik tozlarının parçacık boyut dağılımı, üretim yöntemleri, bağlayıcı türü ve konsantrasyonu ile sinterleme koşulları gibi çeşitli faktörlere bağlı olarak belirlenmektedir. Genel olarak, ham seramik tozlarının parçacık boyutunun, istenen gözenek boyutunu sağlamak için gözenek çapının yaklaşık iki ila beş katı büyüklüğünde olması gerekmektedir. Üretim sürecinde uygulanan basınç, sinterleme sıcaklığı ve süresi arttıkça gözeneklilik oranının azaldığı bilinmektedir. Bunun yanı sıra, gözenekli seramiklerin mikro yapısı; kullanılan katkı maddelerinin türü ve miktarı, başlangıç yoğunluğu ve sinterleme parametreleri (sıcaklık, basınç, atmosfer koşulları vb.) gibi faktörlerden önemli ölçüde etkilenmektedir. Gözenekli seramiklerin mikro yapısı, makroskobik özelliklerini büyük ölçüde etkiler. Özellikle, küresel şekilli gözenekler, gerilimin daha dengeli bir şekilde dağılmasını sağlayarak gözenekli seramiklerin mekanik özelliklerinin korunmasına yardımcı olur. Bu nedenle, kusursuz küresel gözeneklere sahip seramikler, mekanik performanslarını kayda değer şekilde iyileştirme potansiyeline sahiptir (Al-Naib, 2018).

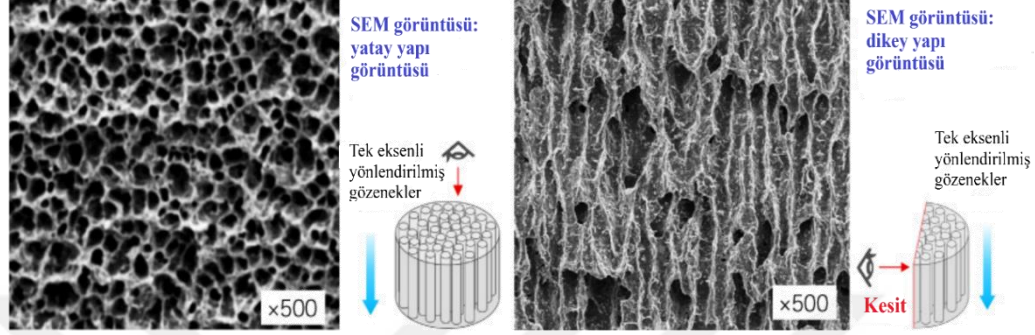
Seramik malzemelerin gözenekliliği, kristal taneleri arasındaki doğal boşluklar ve gözenek oluşturuıcı maddelerin yanması sonucunda oluşan daha büyük boşluklardan meydana gelmektedir. Seramiklerin mikro yapısının, taşıma özellikleri ve mekanik dayanımı üzerinde belirleyici bir rol oynadığı yaygın olarak kabul edilmektedir. Belirli bir gözeneklilik için, malzemenin mikro yapısı; taneler arasındaki temasların boyutu ve niteliği ile gözeneklerin boyutu ve şekli optimize edilerek geliştirilebilir (Chen, vd., 2021).

Son yıllarda, gözenekli seramik malzemelerin performansını artırmak ve kullanım alanlarını çeşitlendirmek için, en az iki farklı seramik fazının bir araya getirildiği gözenekli seramik kompozitler geliştirilmiştir. Bu yapılar, her bir fazın fiziksel ve kimyasal özelliklerini korumasını sağlayan ve fazlar arasında bir arayüz oluşturan bir tasarıma sahiptir. Tek fazlı gözenekli seramiklere kıyasla, bu kompozitler hem üstün özellikler sunar hem de bileşim ve mikro yapı açısından daha fazla özelleştirme imkânı sağlar (Lou, vd., 2023).

Gözenekli seramikler, sıkıştırma işlemi ve ekstrüzyon teknikleri dahil olmak üzere çeşitli prosedürler yoluyla üretilir. Sıkıştırma işlemi, gözenekli seramikleri üretmek için kullanılan baskın şekillendirme tekniğidir. Bu teknik, kuru karıştırılmış toz başlangıç malzemesini yoğunlaştırmak için tek eksenli basınç uygulamasına (Şekil 1.3), gözenek oluşumu için gözenek oluşturuıcı veya gözenek oluşturan maddenin dahil

edilmesine dayanır. Sinterleme sıcaklığı, gözenekli seramiklerin nihai özelliklerini önemli ölçüde etkilediğini göstermektedir. Özellikle, düşük sıcaklıkta sinterleme, seramik malzemelerin gözenekliliğini ve gözenek boyutlarını iyileştirebilir (Mouiya, vd., 2019).

Şekil 1.3: Tek Eksenli Yönlendirilmiş Gözenekli Seramiklerin SEM Görüntüsü



Kaynak: (What are Porous Ceramics and How Are They Different From Regular Ceramics?, 2024).

1.2. BENTONİT

Bentonit, smektit grubu kil minerallerine ait bir terim olup, adını ilk olarak ABD'nin Wyoming eyaletinde Ford-Benton yakınında bulunan yüksek plastisite ve kolloidal yapı özelliklerine sahip bir kil formasyonundan almaktadır. Smektit grubunda montmorillonit, beidellit, hektorit, nontronit ve saponit gibi mineraller yer almaktadır (Grim, 1968). Bentonit adı ilk olarak 1898 yılında Knight tarafından A.B.D-Wyoming'de Kretase yaşlı Fort Benton biriminde sabunsu yapıya sahip kil benzeri hammaddeye önerilmiştir (Grim, 1968).

Sanayi, tarım, madencilik ve mühendislik jeolojisinde kullanılan bentonit, alüminyum ve magnezyum bakımından zengin volkanik kül, tüf ve lavların kimyasal ayrışması ve bozunması sonucu oluşan, ağırlıklı olarak montmorillonit içeren killere olarak tanımlanmaktadır. Bentonit, kolloidal silis yapıda, plastik killerden oluşan, yumuşak, gözenekli ve şekil verilebilir özellik taşımaktadır (Adamis, vd., 2005; Çinku, 2008). Bentonitin içeriğinde montmorillonit ile birlikte feldspat, kristobalit, kalsit, kristalin kuvars, nadiren pirit ve organik madde ile diğer kil mineralleri (daha az oranlarda da klorit ve vermikülit) gibi safsızlıklar olabilir. Bu nedenle bentonitin kimyasal ve mineralojik bileşimi değişken olmasından dolayı sabit bir moleküler formül verilmesi zordur (Adamis, vd., 2005).

Bentonitlerin özelliklerine göre farklı şekilde sınıflandırıldığı görülmektedir. Doğal özelliklerine göre yapılan sınıflandırmada bentonitin içerdiği sodyum ve kalsiyum iyonları esas alınmaktadır. Buna göre; sodyum bentonit, karışık bentonit (sodyum ve kalsiyum içeren karışım) ve kalsiyum bentonit olmak üzere üç temel sınıfa ayrılmaktadır. Wyoming tipi olarak bilinen sodyum bentonitler, yüksek şişme kapasiteleri ile öne çıkarken, "ağartma toprağı" olarak adlandırılan bentonitlerse düşük şişme kapasitesine sahip kalsiyum bentonitlerdir. Ayrıca asit, soda, polimer gibi farklı katkı maddeleriyle tepkimeye sokulan bentonitler, katkılı bentonit ve aktif bentonit olarak iki şekilde sınıflandırıldığı görülmektedir (Çinku, 2008).

Dünyada bolca bulunan, ucuz, temini kolay ve farklı özelliklere sahip olan bentonitin uygulama ve kullanım alanları oldukça geniştir: Seramik, kedi kumu, peletleme, sondaj, dökümhane, inşaat, kağıt, kozmetik, deterjanlar, yağlar, boyalar, koyulaştırıcılar, berraklaştırıcı, filtreleme maddeleri, cilalar, katalizatörler, ağartma toprakları, eczane, tarım kullanım alanlarıdır (Kutlić, vd., 2012).

1.2.1. Bentonitin Fiziksel ve Kimyasal Özellikleri

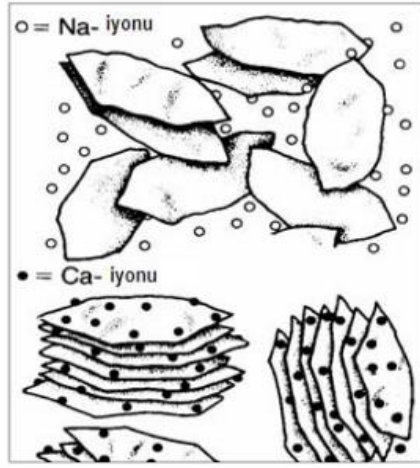
Bentonitin fiziksel özellikleri; özgül ağırlık, şekil, şişme kapasitesi, renk ve görünüm, süspansiyon ve jel olarak ele alınmaktadır. Ham bentonite dokunulduğunda yağlı, yumuşak ve parçalanmaya elverişli yapıdadır. Kuru bentonit'in özgül ağırlığı 2,7-2,8 gr/cm³ iken, toz haline getirildiğinde yoğunluğu 1,6-1,8 gr/cm³ değerlerine kadar düşmektedir (Avcı, 2009).

Bentonit kolloidal özelliklere sahip, ince partiküllerden oluşan bir dokuya sahiptir. Tabii şekli kırılmaya ve dağılmaya elverişli, yumuşaktır. En önemli özelliklerinden biri olan şişme kapasitesiyle bentonit, su ile temas ettiğinde kendi hacminin en az beş katı oranında şişerek, jelimsi bir yapıya bürünmektedir. Çok iyi bentonitlerin 25-30 kat şişme kapasitesinin olduğu bilinmektedir. Şekil 1.4'te montmorillonit içinde bulunan Na⁺ iyonları, Ca²⁺ iyonları içeren montmorillonite göre daha fazla hidratlanabilir ve iyon yarıçapı daha küçük olduğundan dolayı çok daha büyük bir şişme kapasitesine sahip olduğu görülmektedir. Bu farklılık, bentonitin çeşitli kullanım alanlarında önemli etkilere yol açmaktadır. Na-bentonit (şişen bentonit) su içine konulunca şişerek jelleşme özelliği gösterir. Ca-bentonit (şişmeyen bentonit) ise suda çabuk dağılma özelliği gösterir, çok az miktarda suyu absorbe eder ve balmumu görünümündedir. Ca- bentonitin sınırlı şişme göstermesi iyonlar arasındaki zayıf van der

Waals bağlardan ve katmanlar arasındaki katyonların elektrostatik çekiminden dolayıdır (Shah, vd., 2018).

Alkol, aseton, gaz yağı, karbon tetraklorür gibi sıvılarla etkileşime giren bentonitte şişme meydana gelmez. Çünkü bu sıvılarda hidrasyon ve elektrik yükü bulunmamaktadır. (Akbulut, 1996; Çinku, 2008).

Şekil 1.4: Montmorillonitin Şişmesi



Kaynak: (Çinku, 2008).

Doğal bentonitler, içerdikleri mineraller, bulunduğu yerdeki organik maddelerden ve rutubet nedeniyle hafif sarı, bej, yeşilimsi gri renge olabilir. Rutubetsiz ortamda bentonit daha açık renge sahipken, rutubetli ortamda rengin koyulaştığı görülmektedir. Renk olarak içerdikleri mineral ve safsızlıklardan dolayı beyaz, krem, pembe, gri, yeşil, mavi, sarı, kahverengi gibi geniş renk yelpazesine sahiptir (Akbulut, 1996; Çinku, 2008; Kutlić, vd., 2012).

Bentonite has özellikleri arasında su ile tiksotropi jelleri oluşturma yeteneği, büyük miktarlarda su emme kabiliyeti ve yüksek katyon değişim kapasitesidir. Bentonitin bu özellikleri smektit grubunun kristal yapısında bulunan iki tetrahedral silis tabakası arasındaki oktahedral bir alümina tabakasından kaynaklanır. Ara yer suyundaki değişim ve ara tabaka boşluğundaki değişebilir katyonlar, bentonitin özelliklerini ve dolayısıyla farklı ticari kullanımlarını etkiler (Adamis, vd., 2005). Katyon değişimleri yapının elektriksel dengesinde değişimler oluşturur. Bentonit mineralleri negatif yükten nötr hale gelmek için birim tabakalar arasına alkali veya toprak alkali katyon iyonlarını adsorplarlar. Değişebilen katyonlar bentonitin temel yapısı olan Si-Al dışında olup zayıf bağlarla tutunup çözelti içinde kolaylıkla diğer katyonlarla yer değiştirirler. Bunlar H⁺,

Ca^{+2} , Mg^{+2} , Na^+ , K^+ , NH^{+4} , Al^{+3} 'dur. Bentonitlerdeki katyon seçiciliği dizilimi şu şekildedir: $\text{Li}^+ < \text{Na}^+ < \text{NH}^{+4} < \text{K}^+ < \text{Mg}^{+2} < \text{Rb} < \text{Ca}^{+2} < \text{Co} < \text{Al}^{+3}$ (Çinku, 2008).

Bentonitlerin kalitesini ise Kutlić et al., (2012) $\text{Na}_2\text{O} / \text{CaO}$ oranlarının belirlediğini Sinha, 1986'nın kalemıyla vurgulamıştır. Bu duruma göre eğer bu oran 4'ten fazla ise mükemmel kalitede, 2-3 arasında ise iyi kalitede, 1-2 değerindeki bentonitin tolere edilebileceğini ancak çok uğraş, emek, işlem gerekeceğini vurgulamıştır.

Bentonitlerin kimyasal analizlerindeki toprak ve alkali oksitleri arasında oluşan oranlar bentonitin türünü belirlemede etkindir:

- $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{CaO} + \text{MgO} \geq 1$ ise Na-bentonit;
- $1/3 < \text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{CaO} + \text{MgO} < 1$ ise ara tip bentonit (hem Ca^{+2} hem Na^+ bentonit);
- $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} / \text{CaO} + \text{MgO} < 1/3$ ise Ca bentonit olarak adlandırılırlar.

Bentonitler asit, baz, tuz ve çeşitli organik maddelerle işlenerek özellikleri daha da geliştirilebilmekte; adsorplama, ağartma ve katalitik etkinlikleri yükseltilebilmektedir (Avcı, 2009).

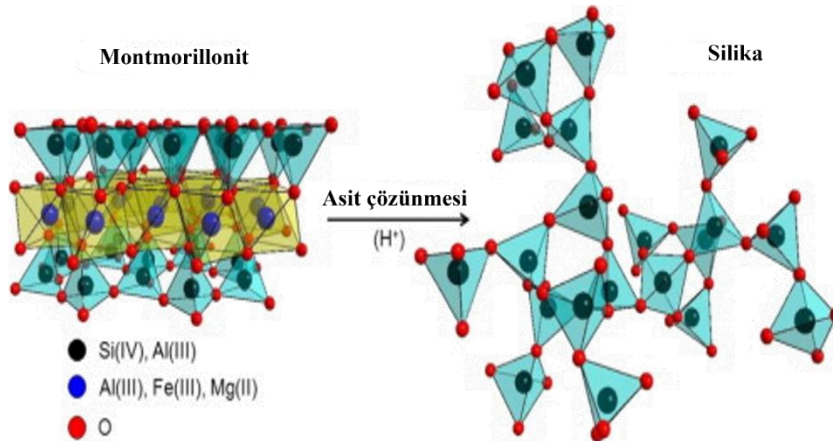
1.2.2. Bentonitlerin Asitle Aktivasyonu

Bentonitler geniş kullanım alanlarına göre bazen doğal olarak kullanılabildiği gibi bazen de katyon değişimi, termal işlemler ve asit liçi gibi bazı fizikokimyasal işlemlerle kalitesi artırılır (Önal & Sarıkaya, 2007; Shah, vd., 2018).

Asit aktivasyonu bentonit için kullanılan modifikasyonlardandır. Asit çözeltisiyle reaksiyona sokularak bentonit yapısında çözünür halde bulunan mineral ve organik maddelerin çözünmesi sağlanır. (Pentrák vd., 2018). Çoğunlukla bentonitlerde kimyasal olarak HCl ve H_2SO_4 kullanılır. Sertlik ve maliyet açısından daha çok H_2SO_4 tercih edilir. Endüstriyel alanlarda 'kısmen çözünmüş bentonit' olarak da anılırlar (Komadel, 2016).

Asidik ortamda tanecikler arasındaki çekim kuvvetleri baskındır. Yeterli miktarlardaki asit konsantrasyonlarında alkali, toprak alkali ve demir bileşikler kolayca ortadan kaldırılabilir, gözenekler açılır, doku bozulup var olan katyonlar uzaklaşır (Gören, Baykara & Marsoğlu, 2002; Şan & Özgür, 2009a). Şekil 1.5'te montmorillonitin asit çözünürlüğü görünmektedir.

Şekil 1.5: Montmorillonitin Asit Çözünürlüğü



Kaynak: (Komadel, 2016).

Termal işlemlerle birlikte kombine halde yapılan genişletilmiş aktivasyonlar daha etkili sonuçlar vermektedir (Yener vd., 2020). Malzemelerin belli sıcaklıkta ısıtılması daha hızlı kristal yapının bozulmasına ve buharlaşma sonucu boşlukların oluşması, saflaştırmada avantaj sağlar (Gören, Baykara & Marsoğlu, 2002). Literatürde, ısıtılmış işlem uygulanmış kil örneklerinin fizikokimyasal özellikleri analiz edildiği ve bu özelliklerin hem birbirleriyle hem de ısıtılmış işlem sıcaklığına bağlı olarak nasıl değiştiği değerlendirilmiştir. Bu araştırmalar, termal işlemlerin fizikokimyasal özellikler üzerindeki etkilerini detaylı bir şekilde incelemiştir (Noyan, Önal & Sarıkaya, 2006). Ayrıca, doğal, ısıtılmış işlem görmüş ve asitle aktive edilmiş kil örneklerinin termal bozunma kinetikleri üzerine yapılan incelemeler de literatürde yer almaktadır (Önal & Sarıkaya, 2007).

Asit aktivasyonunun ilk adımı, değişebilir katyonların protonlar tarafından uzaklaştırılmasıdır. İkinci etki, Al, Mg ve Fe'nin oktahedral ve tetrahedral tabakadan sızmasıdır, ancak tetrahedral tabakanın SiO₄ grupları büyük ölçüde bozulmadan kalır. Böylece asit aktivasyonu oktahedral tabakanın aşınmasına neden olur; ancak bu sürecin tamamlanıp tamamlanmadığı hala tartışılmaktadır. Son reaksiyon ürünü, amorf, kısmen protonlanmış bir silika fazıdır. Ancak, endüstriyel kullanımlar için, ana mineral yapısının tamamen ayrışması genellikle istenmez (Steudel vd., 2009).

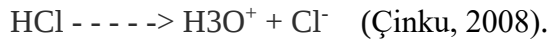
Asit aktivasyonu, bentonitin mineral yapısında olan büyük değişiklik, kullanılabilir ürün yelpazesini de arttırmaktadır (Andrade vd., 2014). Asit aktivasyonu, kil mineralinin (montmorillonit) özelliklerini artırmak için yapılan bir işlemdir. Bu süreçte, mineralin tabakalı kristal yapısı korunarak özellikleri geliştirilir. Aktivasyon

sırasında, montmorillonit mineralinde önemli fiziksel değişiklikler gözlemlenir. Aktivasyon süresi malzemenin içinde bulundurduğu safsızlık oranlarına bağlıdır (Gören, Baykara & Marsoğlu, 2002). Kil mineralinin asit içinde bozunması nihai ürünün özelliklerini belirler. Sıcaklık, zaman, kullanılan asidin türü ve konsantrasyonu, kil minerali/asit oranının yanı sıra kimyasal bileşim, ara katmanların şişebilirliği ve parçacık boyutundan etkilenir (Pentrák vd., 2018). Asit aktivasyonu, yüzeydeki gözenek çaplarını ve asit uygulamasının belirli bir miktara kadar yüzey alanını artırır. Mikro gözenekliliğin artması spesifik yüzey alanının artmasında etkilidir (Komadel, 2016). Asit aktivasyonu killerde yüzey alanı, gözeneklilik ve adsorpsiyon kapasitesini artırır (Pentrák vd., 2018).

Aktive edilmiş killerin, reaksiyon hızını artırma veya renkleri giderme gibi aktif özellikleri, oktahedral katyonların kilin kristal yapısından uzaklaştırıldığı zaman yüksek seviyeye ulaşır (Çinku, 2008).

Asit aktivasyonu, yaş yöntem ve kuru yöntem olmak üzere iki yöntemle yapılır. Yaş yöntemde, çeşitli derişimlerdeki seyreltilmiş asit, bentonite ilave edilirken, kuru yöntemde bentonit asit-su karışımı ile hamur kıvamına getirilir. Aktivasyon işlemi, kuvvetli asitlerle seyreltilmiş bentonitin ısıtılması esasına dayalıdır. Asit, küçük taneleri geçerek kristale ulaşır ve kristalin yüzeyini etkiler. Bu süreçte, oktahedral tabakadaki alüminyum, magnezyum ve demir iyonları, aktifleştirme için kullanılan asitle reaksiyona girerek solüsyona geçer. Aynı anda, kristal tabakaları arasında bulunan Ca^{++} iyonları, solüsyondaki iyonlarla yer değiştirir. Özellikle Al^{3+} ve H^+ iyonları, Ca^{2+} ile yer değiştirirken, açıkta kalan Ca^{2+} ise sülfat iyonu ile çözünmeyen CaSO_4 haline gelir. Yıkama işlemiyle solüsyondaki çözünmüş tuzlar ayrılır ve kurutma sonrasında düşük yoğunluklu aktif kil elde edilir (Çinku, 2008).

Hidroklorik asit (HCl), kuvvetli inorganik asittir ve su ile tepkime sonucu H^+ iyonu ortaya çıkar. Çözültide tamamen iyonlaşır. Klorür tuzları suda bolca çözünür. Suda H^+ iyonları verir. Titrasyonda beyaz çökelek oluşturmazlar.



1.2.3. Bentonitlerin Dispersiyonu

Bentonitler, uniform ve kararlı partikül dispersiyonuna sahip bir yapı oluştururlar. Bentonit parçacıkları farklı ortamlarda farklı sıvılarda dağılım halinde bulunur ve sürekli bir yapı oluştururlar ve genellikle sol oluşturacak şekilde koloidal

dispersiyonlar halinde kullanılmaktadır (Montoro & Francisca, 2019).

Dispersiyon, partiküllerin başka bir madde içinde uygulanan hıza bağlı olarak yönlenmesini, taşınmasını ve homojen şekilde dağılmasını ifade eder. Genel olarak bentonit dispersiyonlarının akışı Na^+ / Ca^{+2} oranına çok duyarlıdır (Yıldız, Sarıkaya & Çalimli, 1999). Bu nedenle dağılımının davranışını anlamak için bentonitin temel yapılarına inmek gerekir (Montoro & Francisca, 2019).

Kil partikül dispersiyonlarının davranışı birçok faktöre bağlıdır; bunların en önemlileri partikül mineralojisi, katıların hacim oranı, parçacıklar arası etkileşim, partikül boyutu dağılımı, partikül şekli, partikül yükü ve yük dağılımı, değişebilir katyonların tipi, katkı konsantrasyonu, sıvı veya katı katkı maddelerinin bentonite ilave sırası, sıcaklık derecesi, karıştırma yöntemi ve süresi, (Vryzas, vd., 2017), elektrolit tipi, askıdaki sıvıdaki iyonik konsantrasyonu, iyon değerliliği, akışkan viskozitesi ve pH yer alır (Montoro & Francisca, 2019).

Su-bentonit dispersiyonların reolojik özelliklerini etkileyen ana faktörler; fiziksel etkiler, kimyasal etkiler, elektrokimyasal etkiler, iyonik-baz değişim dengesidir. Sıcaklık, sıvı fazın viskozitesini azaltır. Tüm hidroksitlerin 90°C'nin üzerindeki sıcaklıklarda kil mineralleri ile reaksiyona girmesi beklenir. Düşük alkalilikte, reolojik özellikler üzerindeki etki önemsiz olabilir, ancak yüksek alkalilikte etki daha belirgin olabilir. Elektrokimyasal olarak, sıcaklıktaki bir artış, elektrolitin iyonik aktivitesini artırır ve kısmen çözünür elektrolitin çözünürlüğünü artırabilir; bu da tuzların dağılımını etkileyebilir. İyonik ve baz değişim dengesindeki değişiklikler, tanecikler arası çekici ve itici kuvvetler arasındaki dengeyi etkileyerek su ortamında bentonit partiküllerinin topaklaşma (flokülasyon) veya dağılma derecesini büyük ölçüde etkiler (Vryzas, vd., 2017).

Chen vd., (2018), koloidal dispersiyonların bulanıklığının, sistemdeki parçacık sayısı ile doğrudan ilişkili olduğunu belirtmektedir. Dispersiyonun etkinliğini artırmak için mekanik karıştırma, ultrasonik işlem ve kimyasal katkı maddeleri gibi yöntemler kullanılabilir. Bentonit gibi minerallerin dispersiyonunda ultrasonik karıştırma, etkili ve hızlı bir yöntem olarak öne çıkmaktadır. Ultrasonik dalgalar, parçacıklar arasındaki etkileşimi artırarak parçacıkların daha küçük boyutlara, hatta nano ölçeğe, ayrılmasını sağlar. Bu sayede dispersiyon süreci hem daha verimli hale gelir hem de daha kararlı bir yapı kazanır. Daha ince seramik parçacıklarının daha düşük sinterleme sıcaklığı gerektirdiği ve genellikle daha yüksek performans sağladığı onlarca yıldır

bilinmektedir. Kristobalit oluşumu her zaman başlangıç tozunun tane boyutunun küçük olmasıyla desteklenir, bu da genel olarak toz parçacıklar ne kadar küçükse dönüşümün o kadar kolay gerçekleştiği anlamına gelir (Pagliari vd, 2013).

Montmorillonit süspansiyonları üzerinde yapılan araştırmalar, ultrasonik işlem süresi arttıkça süspansiyonların bulanıklığının belirgin bir şekilde azaldığını ortaya koymaktadır. Bunun temel nedeni, yalnızca montmorillonitin eksfoliasyonu değil, aynı zamanda parçacıkların bir araya gelerek çökmesidir. Bu durum, ultrasonik işlemin hem fiziksel hem de kimyasal etkileşimleri artırarak süspansiyonların yapısını önemli ölçüde değiştirdiğini göstermektedir (Chen vd, 2018).

Sulu kil dispersiyonlarında oluşan katı içerik genellikle nano boyutlu, yüzeyleri ise güçlü bir elektrostatik etkileşim halindedir. Yüzeyleri kalıcı olarak negatif yükler taşıırken, kenarları sistemin pH değerine bağlı olarak değişken yükler taşır (Lin, vd., 2021). pH değeri, süspansiyonun elektriksel özelliklerini ve dolayısıyla kenardan yüze etkileşimi önemli ölçüde etkileyebilir. Kenardan yüze etkileşim için süspansiyon pH'ının, kenarların izoelektrik noktasından daha düşük olması gerektiği ve pH'ın 7 ile 8 arasında olması gerektiği önceki çalışmalarda belirtilmiştir (Tombacz, vd., 2004). Bentonit, doğal olarak alkali bir pH'a sahip bir kil mineralidir.

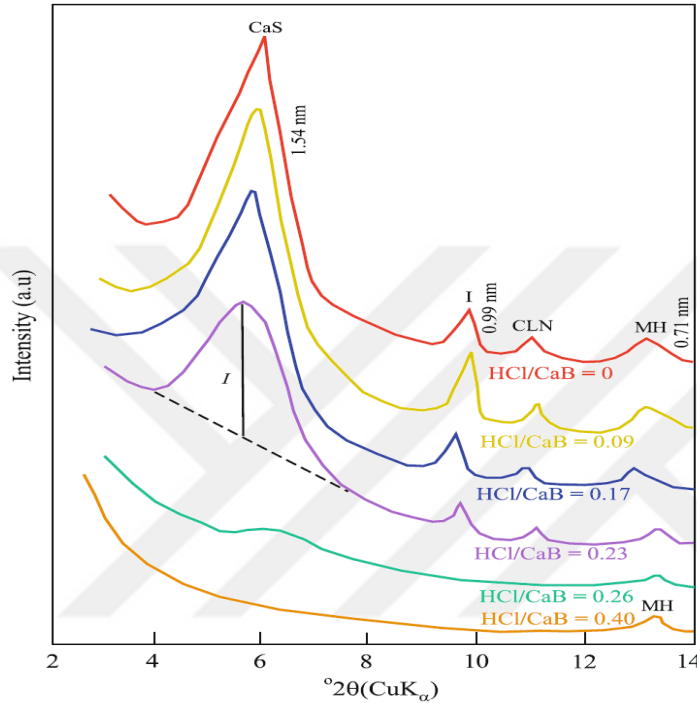
1.2.4. Bentonitlerin HCl Asit Aktivasyonuna Yönelik Literatür Çalışmaları

Achour vd., (2021), bentonitin aktivasyonunu HCl ile kimyasal olarak gerçekleştirdikten sonra NaCl (sodyum klorür) çözeltisi ve Na^+ katyonları ile doyurulması sonucu altı değerlikli uranyum U(VI) adsorpsiyonunu, adsorbent dozu ve pH etkisi kullanılarak yapay sinir ağını (YSA) incelemiştir. Bentonitin yüzey alanında 17,19'dan 83,06 g/m^2 'ye önemli bir artışa yol açtığını göstermiştir. Hızlı ve eksiksiz uranyum adsorpsiyonu için optimum koşulların pH = 5.6, 67 mg/L başlangıç konsantrasyonu ve yalnızca 6 saat içinde tam bir adsorpsiyon oranıyla 5 g/L adsorban dozu olduğunu göstermiştir.

Yener vd., (2020), HCl asit liçi ile nano gözenekli bentonit tozu hazırlayarak alkali rafine pamuk tohumu yağı için ağartma toprağı olarak kullanılabilecek en uygun oranları araştırmıştır. Kuru yöntemle HCl asidinin kalsiyum bentonite oranı 0 ile 1 arasında değiştirilmiştir. Asitlik gücündeki artış yeni nanoporların oluşumuna neden olduğu belirtilmiştir. Smektit yapının 2:1 tabakalarında asit liçinden kaynaklı deformasyondaki kristallığın 0.10 ile 0.20 arasına azaldığı, HCl /CaB oranı 0,26'ya

ulaştığında 2:1 smektit yapının büyük ölçüde bozulduğu gözlemlenmiştir (Şekil 1.6). Asit içinde HCl/CaB oranı 0,40 olduğunda; yüzey alanı, gözenek hacmi, yüzey asitliği ve ağartma gücü maksimuma ulaşmıştır. Değişen katyonlar HCl/CaB oranı 0.40 olduğunda oktahedral bölgelere geçiş yaparak kristal yapının tamamen yok olduğu, optimum sıcaklığın ve sürenin ise 90 °C ve 16 saat olduğu belirtilmiştir.

Şekil 1.6: HCl/CaB Oranına Bağlı Simektitin Yoğunluğundaki Değişim



Kaynak: (Yener vd., 2020).

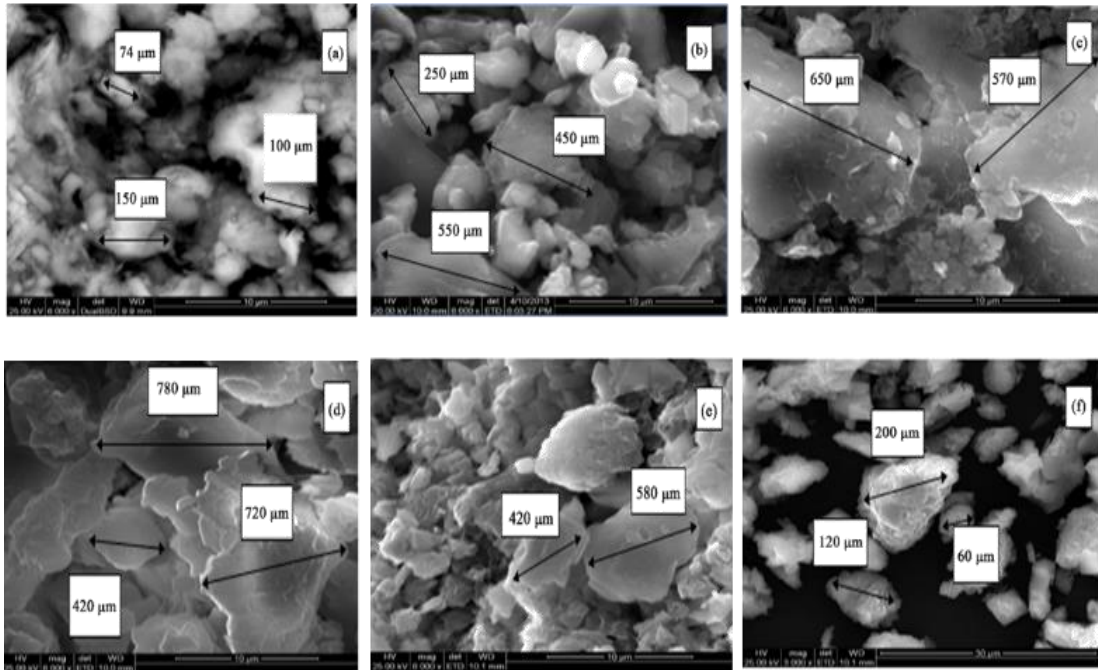
Darmawan, vd., (2020), aktifleştirilmiş doğal bentoniti tengkawang yağının kalitesini artırmak için bir ağartma maddesi olarak kullanmışlardır. 0,5 N ve 1 N konsantrasyonlu HCl çözeltisi ile asit aktivasyonu sonucunda SiO₂'nin 56,28'den 60,24'ye yükseldiği, Al₂O₃'ün 13,92'den 14,48 arttığı, asit aktivasyonu sonucunda bentonitin yüzey alanında meydana gelen değişimin 82,70'den 230,82 g/m²'a yükseldiğini belirtmişlerdir.

Andrade vd., (2014) çalışmalarında, beyaz bentonitin sulu yöntemle HCl asidi ile saflaştırılarak renk sağlayan safsızlıkların konsantrasyonunu azaltmayı amaçlamışlardır. 1,5M sulu çözelti 90°C ve farklı sürelerde 1,6,12,18 ve 24 saat reaksiyona sokulmuştur. Asit aktivasyonuna uğrayan numunelerde asit süresi arttıkça renk azalması görülmüştür. Yani safsızlıkların azaldığı gözlenmiştir. 6 saatlik asit reaksiyonuyla beyaz bentonitin kristal yapısında tahribat olmadan iyi bir saflaştırma elde

edilmiştir.

Bendou & Armani, (2014), bentonitin yüzey özellikleri davranışlarını incelediği araştırmasında, doğal sodyum bentonit 20 g / 400 ml çözelti HCl oda sıcaklığında 24 saat ile aktifleştirilmiştir. Aktivasyon işlemi, 0.05-0.6 M HCl'nin değişen asit konsantrasyonları ile tekrarlanmıştır. Asit konsantrasyonunun artmasıyla SiO_2 'de artış olmuş hatta $\text{Si} / (\text{Al} + \text{Mg} + \text{Fe})$ oranında da aynı davranış gözlenmiştir. Düşük asit konsantrasyonlarındaki değişiklikler, katyon değişiminin sonucu olduğu, yüksek asit konsantrasyonlarındaki (0,25-0,4 M) yüzey alanındaki farklılıklar ise yapısal değişikliklerden ve numunelerin kısmi ayrışmasından kaynaklandığı belirlenmiştir. 0,6 M HCl ve 0,4 M HCl ile aktive edilmiş numunenin yüzey alanları kıyaslandığında bir azalma gözlenmiştir. Doğal bentonitin tanecik parçalarının çapları 29 μm ile 126 μm arasında iken asitle muamele edilmiş bentonitlerin partikül çapları 250 μm ile 780 μm arasında değişmiş olduğu belirtilmiştir (Şekil 1.7). Partikül boyut artımı özgülüğü azalttığından asitle aktive edilmiş bentonitin yoğunluğunun azalmasına yol açtığı vurgulanmıştır.

Şekil 1.7: SEM Görüntüleri a) İşlenmemiş Bentonit ve Farklı Konsantrasyonlarda Hidroklorik Asit ile Aktive Edilmiş Bentonitler: b) 0,05 M; c) 0,15 M; d) 0,25 M; e) 0,4 M; f) 0,6 M



Kaynak: (Bendou & Armani, 2014).

Steudel vd. (2009) çalışmasında, katmanlı yapı ve adsorbe yeteneğine sahip, yüksek yüzey alanı olan, yüksek dioktahedral smektit, bir hektorit ve bir vermikülit içeren altı bentonit türünü kullanmıştır. Denemelerini 80 °C’de farklı sürelerde 4 g / 400 ml çözeltide 1, 5 ve 10 M HCl ve H₂SO₄ asitleri ile yapmıştır. Alüminyum tuzları 80 °C reaksiyon sıcaklığına ulaşmadan 1, 5 ve 10 M HCl’de tamamen çözülmüştür. Oktahedral katyonların çözünmesi Mg > Fe > Al şeklinde ilerlemiştir. Tabaka yükünün azalması katyon değişim kapasitesini azaltmış, spesifik yüzey alanını arttırmıştır.

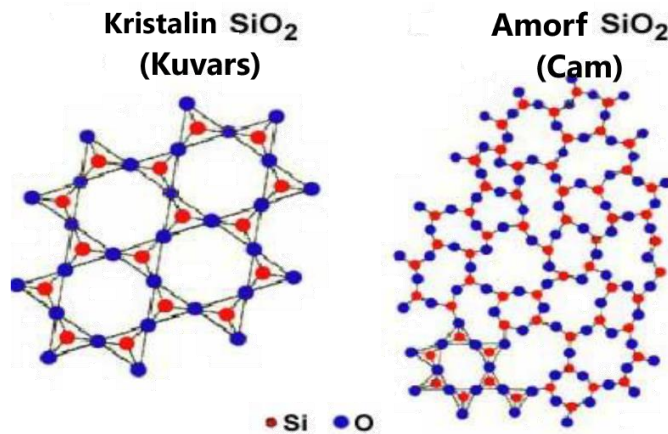
1.3. SİLİKA

Silikon dioksit olarak da bilinen silika, SiO₂’nin kimyasal bileşimine sahiptir. Yerkabuğunda en bol bulunan malzemedir ve kabuğun %60’ını oluşturur. Silika doğal olarak kayalarda, toprakta, kumda bulunabilir. Silikat, kimyada silikon ve oksijen elementlerini içeren bir maddeyi ifade etmek için kullanılan bir terimdir (Doyle, 2020).

Silisyum dioksit, yaygın olarak refrakter, kaplama ve nanokompozit malzeme olarak kullanılan yaygın bir metal oksittir. Silika nanopartikülleri katalizörler, pigment stabilizasyonu, modifiye edilmiş beton, elektronik ve sensörler gibi çeşitli alanlarda kullanılır (Polymorphs of SiO₂, 2024).

Şekil 1.8’de yapıları görülen silika, kristal ve amorf olarak iki ana türde doğada bulunabilmektedir. Tridimit ve kristobalit doğada serbest olarak bulunabileceği gibi, kuvars (kristal silika) yüksek sıcaklıklarda işlenmesi ile oluşabilmektedir. Serbest silika cevherleri sıcaklığa ve kimyasal etkilere karşı çok dayanıklıdır (Anlar, Bacanlı ve Başaran, 2019).

Şekil 1.8: SiO₂’nin (a) Kristal ve (b) Amorf Yapısı



Kaynak: (Doyle, 2020).

Bir maddenin polimorfu, orijinaliyle aynı kimyasal formüle sahip ancak farklı bir kristal yapıya sahip olduğunda ortaya çıkar. Grafit ve elmas karbonun polimorfları, bu yapıya örnek olarak verilebilir. Silika, Tablo 1.1'de görüldüğü gibi dokuz ağ silikat polimorfuna ve iki kristal olmayan polimorfa sahiptir. Ağ silikatların tümü, farklı şekillerde bağlanan bir SiO_4 tetrahedron yapısından oluşur. Kristalin olmayan iki polimorfu özeldir çünkü her silikon altı oksijen atomu ile çevrelenmiştir, bu da kristalin bir polimorftaki normal dört oksijen atomuna kıyasla atomların paketlenmesini daha yoğun hale getirir. α -varyantları aynı zamanda düşük varyantlar olarak da bilinir, yani düşük sıcaklıklarda stabildirler, β -varyantları ise yüksek sıcaklıklarda stabildir. α -kuvars için 573°C 'nin altında stabildir, β -kuvars ise 573°C 'nin üzerinde stabildir (Doyle, 2020).

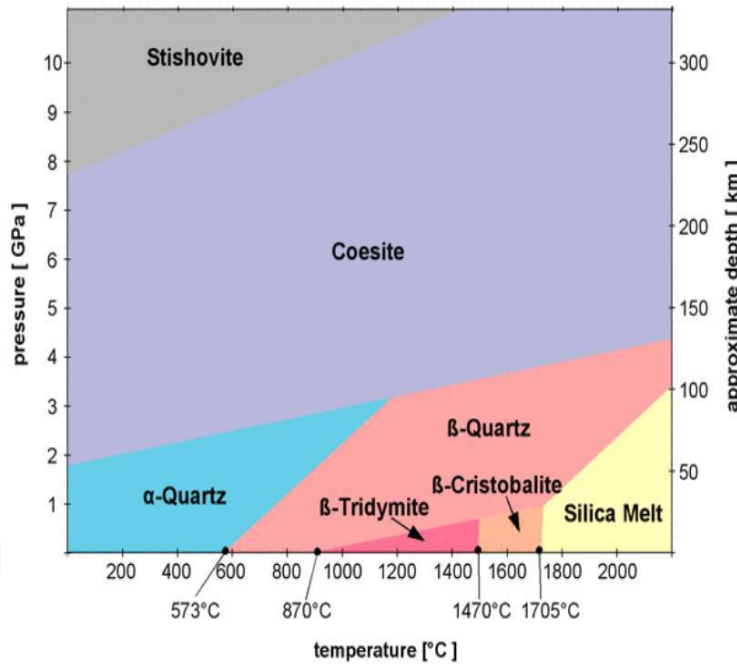
Tablo 1.1: Silikanın Polimorfları

SiO_2 Polimorfları	
Silika Polimorfları (Ağ Silikatları)	Silika Olmayan Polimorflar
Kuvars, Düşük Kuvars, α Kuvars, Alfa Kuvars	Stişovit
Yüksek Kuvars, β -Kuvars, Beta-Kuvars	Sefertit
α -Tridimit, Düşük-Tridimit	
β -Tridimit, Yüksek-Tridimit	
α -Kristobalit, Düşük-Kristobalit	
β -Kristobalit, Yüksek Kristobalit	
Moganit (Lutesit, Lutesin)	
Koesit	
Keatit	

Kaynak: (Overview of Silica Polymorphs, 2014).

Ortam koşullarında kuvars, silikanın kararlı formudur. Bu durum, yeterli zaman verildiğinde, diğer tüm polimorfların sonuç olarak kuvars haline dönüşeceği anlamına gelir. Bazı polimorflar yüksek sıcaklık ve basınçta daha kararlıyken diğerleri düşük sıcaklık ve basınçta daha kararlı hale gelebilir. Saf silika için termodinamik olarak stabil olan silika polimorfları, α - ve β -kuvars, α - ve β -tridimit, α - ve β -kristobalit, koesit ve stishovittir (Doyle, 2020; Overview of Silica Polymorphs, 2014). Şekil 1.9, silika polimorflarının basınç ve sıcaklık açısından faz diyagramını göstermektedir.

Şekil 1.9: Silikanın Faz Diyagramı

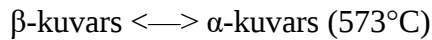


Kaynak: (Overview of Silica Polymorphs, 2014).

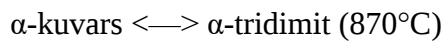
SiO_2 , farklı sıcaklık ve basınç koşullarında genellikle önemli hacim değişimleri ($\Delta V/V$) ile ilişkili çok sayıda geri dönüşümlü ve geri dönüşümsüz faz dönüşümünün meydana gelmesiyle karakterize edilen karmaşık bir polimorfizm sergiler (Şekil 1.10) (Polymorphs of SiO_2 , 2024).

Silikanın üç temel yapısı kuvars, tridimit ve kristobalittir. Kuvars ve kristobalit yüksek sıcaklıklarda yapısal değişikliklere uğrar. Bu geçiş alfa (α) veya beta (β) polimorflarıyla gösterilir. α , düşük sıcaklık fazını belirtirken β , yüksek sıcaklık fazlarını ifade eder (Doyle, 2020; Overview of Silica Polymorphs, 2014).

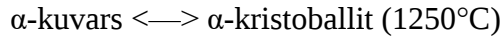
Düşük sıcaklık ve basınçta beta-kuvars (β -kuvars) baskındır, ancak 573°C 'nin üzerinde, küçük bir hacim değişimiyle (%0,8 ila 1,3 hacim) geri dönüşümlü olarak yüksek sıcaklık alfa-kuvarsına (α -kuvars) dönüşür:



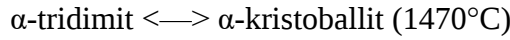
870°C sıcaklıkta, α -kuvars, aşağıdaki gibi %14,4 hacimlik önemli bir hacim değişimiyle geri döndürülemez bir şekilde alfa-tridimit'e (α -tridimit, ortorombik) dönüşür:



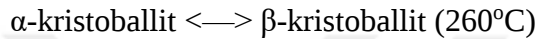
Tridimit 1250°C'nin altında asla oluşmaz ve dolayısıyla 1250°C veya 1050°C'de, kirliliklerin varlığında, alfa-kuars geri dönüşümsüz olarak alfa-kristoballite (α -kristoballit, tetragonal) dönüşür ve önemli bir hacim değişimi (%17,4 hacim) olur:



Ancak sıcaklık 1470°C'ye çıkarıldığında, α -tridimit hacimde herhangi bir değişime uğramadan geri dönüşümsüz olarak alfa-kristobalit (α -kristoballit) dönüşür:

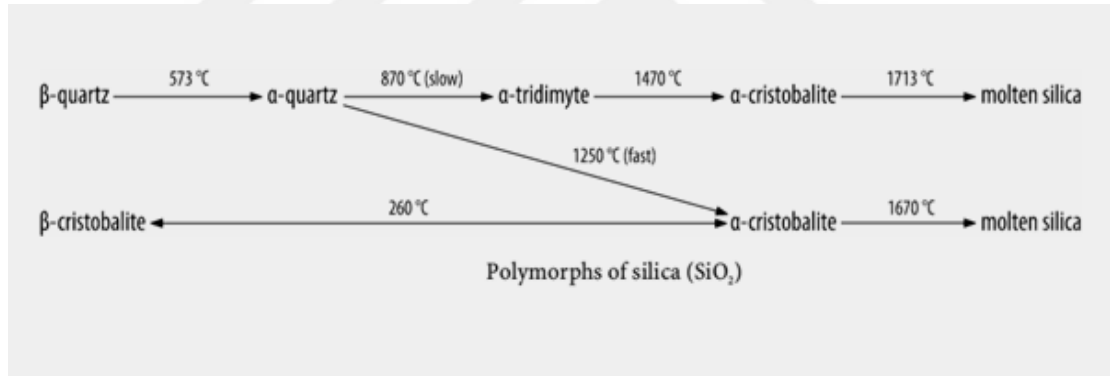


Soğutulduğunda α -kristoballit, 260°C'de hacimce %0,2 ila 2,8 oranında bir değişimle geri dönüşümlü olarak beta-kristoballite (β -kristoballit, kübik) dönüşür:



Son olarak, α -kristoballit 1713°C'de erirken, α -tridimit 1670°C'de erir. Silika eriyiğinin soğutulmasıyla amorf erimiş silika elde edilir (Polymorphs of SiO₂, 2024).

Şekil 1.10: Silikanın Polimorf Sıcaklıkları ve Dönüşümleri



Kaynak: (Polymorphs of SiO₂, 2024).

Kuars, 870°C'nin altında kristal silikanın, 870°C ile 1470°C arasında tridimitin ve 1470°C ile 1710°C arasında kristobalitin kararlı formudur. Tridimit ve kristobalitin yüksek sıcaklıktaki formlarının her ikisi de, kuvars haline dönüşmeden oda sıcaklığında ve atmosferik basınçta metastabilite yaşayabilir. Kristal yapı, yapı boyunca çok sert ve tutarlı olan Si-O bağlarıyla bağlanan altıgenlerden oluşur. Amorf yapı çok daha akıcıdır ve gruplamaların her birinin gerçek şekli yoktur (Doyle, 2020).

Kristobalit, çok yüksek sıcaklıklarda oluşan silikanın mineral bir polimorfudur. Kuvars ile aynı kimyasal formüle sahip olmasına rağmen farklı bir kristal yapıya içerir. Kristobalit, asidik volkanik kayalarda ortaya çıkar. Kristobalit normal şartlarda tek

başına 1470°C'nin üzerinde kararlıdır, ancak daha düşük sıcaklıklarda kristalleşebilir ve metastabl formda da olabilir. Kristobalitin birden fazla formu vardır. Yüksek sıcaklıklarda, yapıya β -kristobalit adı verilir. Pratik olarak, kristobalitin varlığını kanıtlayabilmek için genellikle 1000°C'ye ulaşmak gerekir. Dönüşüm hızı sinterleme sıcaklığıyla birlikte artar. Oda sıcaklığında yüksek kristobalit seramik tozu, "doldurucu" katyonlar kullanılarak faz stabilizasyonu yoluyla üretilmektedir. Silikat yapısındaki boşluklara yabancı iyonların (Ca, Sr, Cu, Na) yerleştirilmesi, yapının çerçevesinde Si^{4+} yerine Al^{3+} iyonlarının geçmesiyle oluşan yük dengesi sayesinde mümkün hale gelmektedir. Ayrıca, bu boşluklarda yer alan yabancı iyonların, α - β kristobalit dönüşümü sırasında yapının büzülmesini engellediği belirtilmektedir. Kimyasal olarak stabilize edilmiş kristobalit seramik tozları, avantajlı özelliklerine rağmen, endüstriyel seramiklerin üretiminde yaygın olarak kullanılamamıştır. Seramik membranların işlenmesi sürecinde elde edilen beta kristobalit fazı soğutma ile alfa kristobalite dönüşebilir. Bu dönüşüm hacim farkından dolayı mikro çatlaklara, mukavemetin azalmasına, malzemenin deformasyonuna ve ürün kalitesinin düşmesine neden olabilir. Bunun içinde seramik membran üretiminde kullanılacak kuvars hammaddesinin uygun katkı malzemeleri ile takviyelendirilmesi önemlidir (Şan, Abalı & Hoşten, 2003; Şan & Özgür, 2009b).



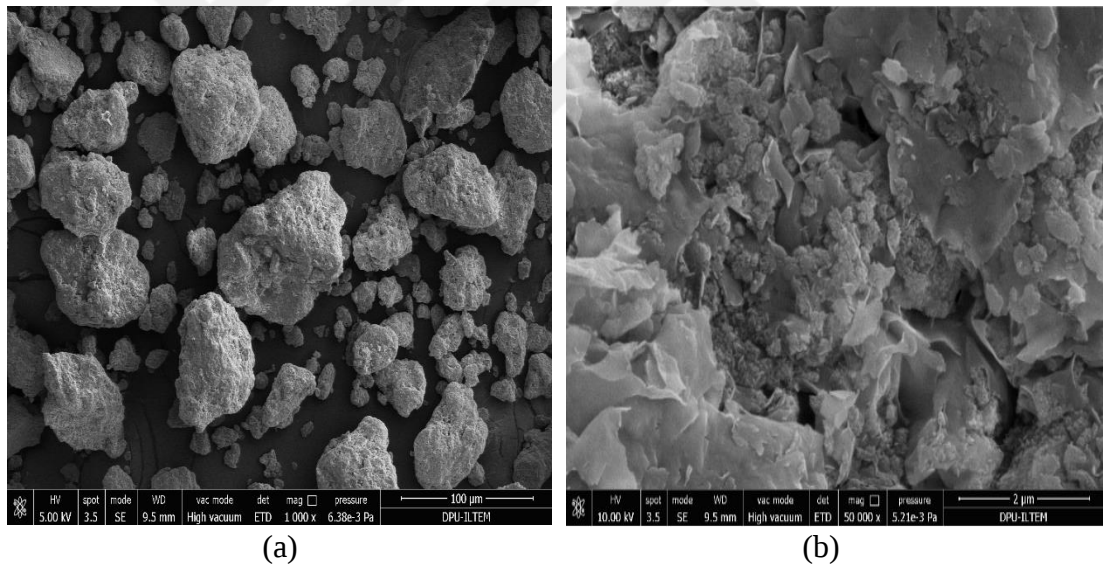
İKİNCİ BÖLÜM
MALZEME VE YÖNTEM

Bu bölümde deneysel çalışmalarda kullanılan hammaddeler, hammaddelerin hazırlık aşamaları, malzeme üretimi ve sinterleme koşulları ile uygulanan test ve karakterizasyon çalışmaları açıklanmıştır.

2.1. DENEYSEL ÇALIŞMADA KULLANILAN MALZEMELER

Bu çalışmanın başlangıç malzemesi olan kalsiyum bentonit (CaB), Eskişehir ilinin Seyitgazi bölgesinden temin edilmiştir. Üretici firma tarafından ham bentonitin toz tane boyutu 65 mikron (μ) (200 mesh), kation değişim kapasitesi 86,00 (meg/100 gr, şişme 25,00 (mL/2gr), pH (%8 katı) < 12, montmorillonit oranları minimum %85 olduğu belirtilmektedir. Şekil 2.1’de ham kalsiyum bentonitin farklı büyütme ölçeklerindeki SEM görüntüsünde düşük büyütmede (1.000x) tanecikli hali görünürken yüksek büyütmede (50.000x) katmanlı yapısı ile görünmektedir.

Şekil 2.1: Ham Kalsiyum Bentonitin SEM Görüntüsü, a) Düşük Büyütme (1.000x) b) Yüksek Büyütme (50.000x)



Kullanılan hidroklorik asit (HCl - %37 saflık), magnezyum klorür ($MgCl_2$ - %99 saflık) ve polyvinil alkol (PVA) gibi kimyasallar sırasıyla hidroklorik asit Merck-Darmstadt, Germany, Magnezyum Klorür Nedmag/Hollanda ve polivinil alkol (PVA) SoleChem Kimya'dan temin edilmiştir.

2.2. DENEYSEL ÇALIŞMADA KULLANILAN CİHAZLAR

Bu çalışmada başlangıç hammaddeleri ile farklı sıcaklık ve asit katkısıyla üretilen gözenekli malzemeler için çalışmaları Kütahya Dumlupınar Üniversitesi (DPÜ)

Mühendislik Laboratuvarı koşullarında yapılmış, DPÜ İLTEM merkezinde analiz ve karakterizasyon çalışmaları yaptırılmıştır.

Ayrıca Luckystar NS marka terazi, Basic Insize marka dijital kumpas, Burç BST 120 marka etüv, havalı fırın, Skymen JP-009 marka ultrasonik cihazı, Scaltec SBC 31 marka Arşimet terazisi (Şekil 2.2), Skymen Orion Star A211 star markalı pH metre (Şekil 2.3), Mtops M300HS marka manyetik ısıtıcı, Carver 3853-0 model marka el presi (Şekil 2.4), 2 cm'lik pres kalıbı (Şekil 2.5), Aquatron A400 marka distile su cihazı, kettle, pastör pipeti, agat havan, termometre kullanılmıştır.

Şekil 2.2: Arşimet Terazisi (Scaltec SBC 31)



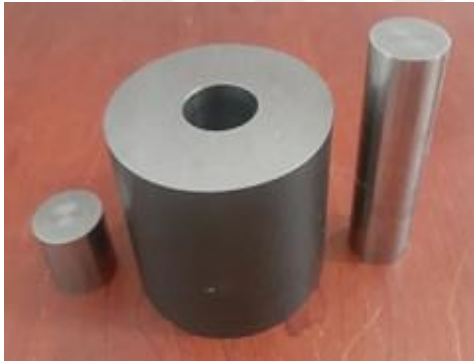
Şekil 2.3: pH metre (Skymen Orion Star A211 Star)



Şekil 2.4: El Presi (Carver 3853-0 Model Marka)



Şekil 2.5: Pres Kalıbı



2.3. KARAKTERİZASYON

Numunelerin kristal fazları, X-ışını difraktometresi (XRD) yüksek çözünürlüklü PANalytical EMPYREAN marka cihaz ile 5-70° aralığında analiz edilmiştir.

Moleküllerin yapısındaki bağların tanımlanmasında, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi (FT-IR) Bruker/Alpha marka cihaz ile gerçekleştirilmiştir.

Kimyasal element bileşimlerin belirlenmesi, X-ışını floresans spektrometresi (XRF) Panalytical/ Axios MAX modelindeki cihaz ile ölçüm analizi ile karakterize edilmiştir. Eritiş ise Pt kroze içerisinde Panalytical/ Eagon 2 markalı cihaz kullanılmıştır.

Numunelerin mikroyapısal incelenmesinde NOVA NANOSEM 650 model taramalı elektron mikroskobu (SEM) kullanılmıştır (Şekil 2.6). Numunelerin iletkenliğinin sağlanması için kaplama cihazı ile 10 mA akımla 80 sn süreyle platin kaplama işlemi uygulanmıştır.

Şekil 2.6: SEM/EDX Cihazı-Nova NanoSem 650 Modeli



Görünür porozite (%), Arşimet prensibine göre suya daldırma tekniği ile ölçülmüştür. Numuneler öncelikle 24 saat süre ile saf suyun içerisinde bekletildikten sonra Arşimet terazisi kullanılarak su içerisindeki ağırlıkları (W_s) belirlenmiştir. Daha sonra nemli bir bez yardımı ile yüzeyde bulunan su damlacıkları silinmiş ve yaş ağırlıkları 0,0001gr hassasiyetteki hassas terazi ile belirlenmiştir (W_y). Son olarak numuneler etüvde (105°C 'de) tamamen kuruyuncaya kadar bekletildikten sonra kuru ağırlıkları da (W_k) hassas terazide tartılarak belirlenmiştir. Değerler Eşitlik 2.1'e göre hesaplanmıştır.

$$\text{Açık gözeneklilik (\%)} = (W_y - W_k) / (W_y - W_s) \times 100 \quad (\text{Eşitlik 2.1})$$

Pişme küçülmeleri (%), peletlerin kuruma sonrası (l_k) dijital kumpas ile ölçümleri yapılmış, sinterleme sonrasında (l_p) tekrar ölçüm yapılarak belirlenmiştir. Değerler Eşitlik 2.2'e göre hesaplanmıştır.

$$\text{Pişme Küçülmesi (\%)} = (l_k - l_p) / l_p \times 100 \quad (\text{Eşitlik 2.2})$$

2.4. NUMUNE HAZIRLAMA

Bu çalışmada kullanılan kalsiyum bentonit, 105°C’de 24 saat boyunca kurutularak işlem öncesi hazır hale getirilmiştir. Bentonit ve asit (HCl) karışımlarında asit içeriği kütlece %0 ile %83,33 arasında değiştirilmiş ve bu karışımlardan çeşitli toz numuneleri elde edilmiştir. Kodlama sistemi olarak ham bentonit "Ham" olarak adlandırılırken, farklı asit içeriklerine sahip numuneler sırasıyla "B-0,4", "B-2,5" ve "B-5" olarak isimlendirilmiştir. Karışımlardaki asit oranları kütlece sırasıyla %40 (B-0,4), %71,42 (B-2,5) ve %83,33 (B-5) olacak şekilde belirlenmiştir (Şekil 2.7).

Şekil 2.7: HCl İlaveli Bentonitlerin Görünümleri (Soldan Sağa: B-0,40, B- 2,5, B-5)



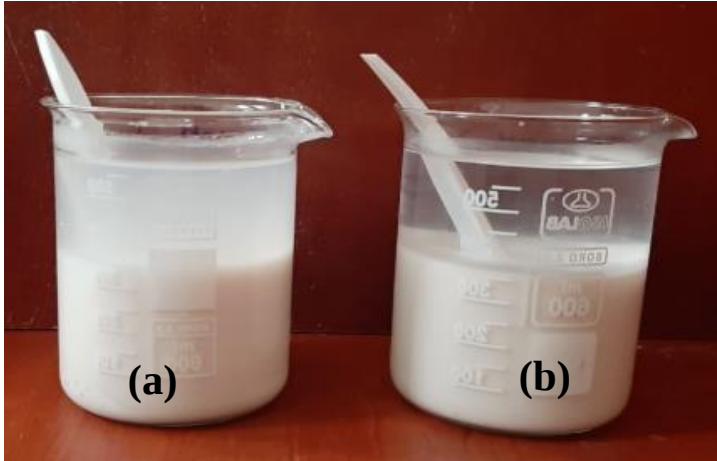
Deneyisel çalışmalar sonucunda, asit aktivasyonu uygulanmış, B-2,5 numunesinin çöktürme işleminde daha iyi sonuç verdiği ve dekantasyon sırasında pH değerinin hızla yükseldiği gözlenmiştir (Şekil 2.8). Ayrıca, presleme aşamasında daha kolay şekil alması ve gözle fark edilebilir derecede beyaz bir renge sahip olması nedeniyle bu çalışmada B-2,5 numunesi ile ham bentonit karşılaştırması ve değerlendirmesi yapılmış, çalışmalara ‘asit aktivasyonlu bentonit’ ve ‘ham bentonit’ adlandırılması yapılarak devam edilmiştir.

Şekil 2.8: Dekantasyon Aşamasında Numunelerin Sedimentasyonları (Soldan Sağa: B-0,40, B-2,5, B-5)



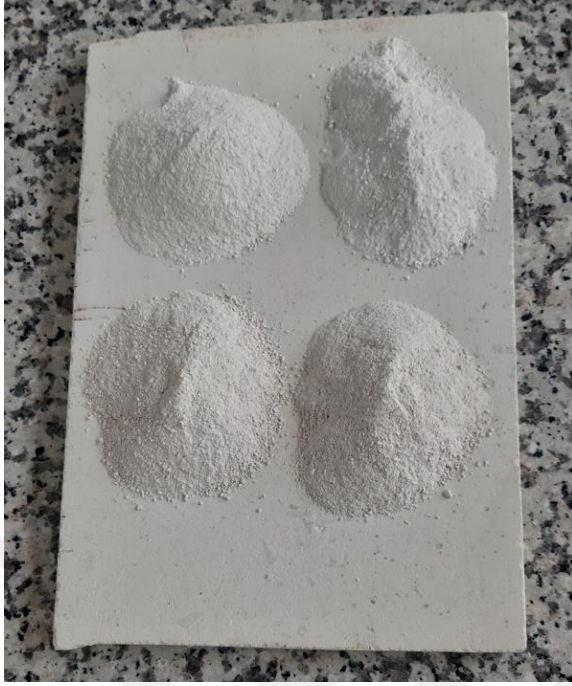
Kuru yöntem asit-termal aktivasyon işlemi, 90°C’de 200 dakika boyunca gerçekleştirilmiştir. Elde edilen çözelti, 12 saat bekletildikten sonra 50°C’de 30 dakika boyunca 40 kHz frekansında çalışan ultrasonik bir cihazda karıştırılmıştır. Katı partiküllerin çökme yoluyla ayrılması için çözeltiye 1,3 g/lit $MgCl_2$ eklenmiştir. $MgCl_2$ ilaveli ve $MgCl_2$ ilavesiz bentonitin dispersiyon halindeki görselleri Şekil 2.9’de sunulmuştur.

Şekil 2.9: Bentonit Numunelerinin Görüntüsü a) $MgCl_2$ İlavesiz b) $MgCl_2$ İlaveli



Çözelti, pH değeri 3’e ulaşana kadar deiyonize su ile 7-8 kez yıkanmış ve ardından NaOH kullanılarak pH değeri 7’ye ayarlanmıştır. Elde edilen tortu, 100°C’de 48 saat boyunca etüvde kurutulmuş, topakların giderilmesi için agat havanda hafifçe ezilmiş ve 515°C ile 915°C’de 375 dakika boyunca hava fırınında ayrı ayrı kalsine edilmiştir. Şekil 2.10’da 915°C sıcaklıkta toz bentonitin kalsine edilmiş numuneleri görülmektedir.

Şekil 2.10: Toz Bentonitin Kalsine (915°C) Edilmiş Numune Örnekleri



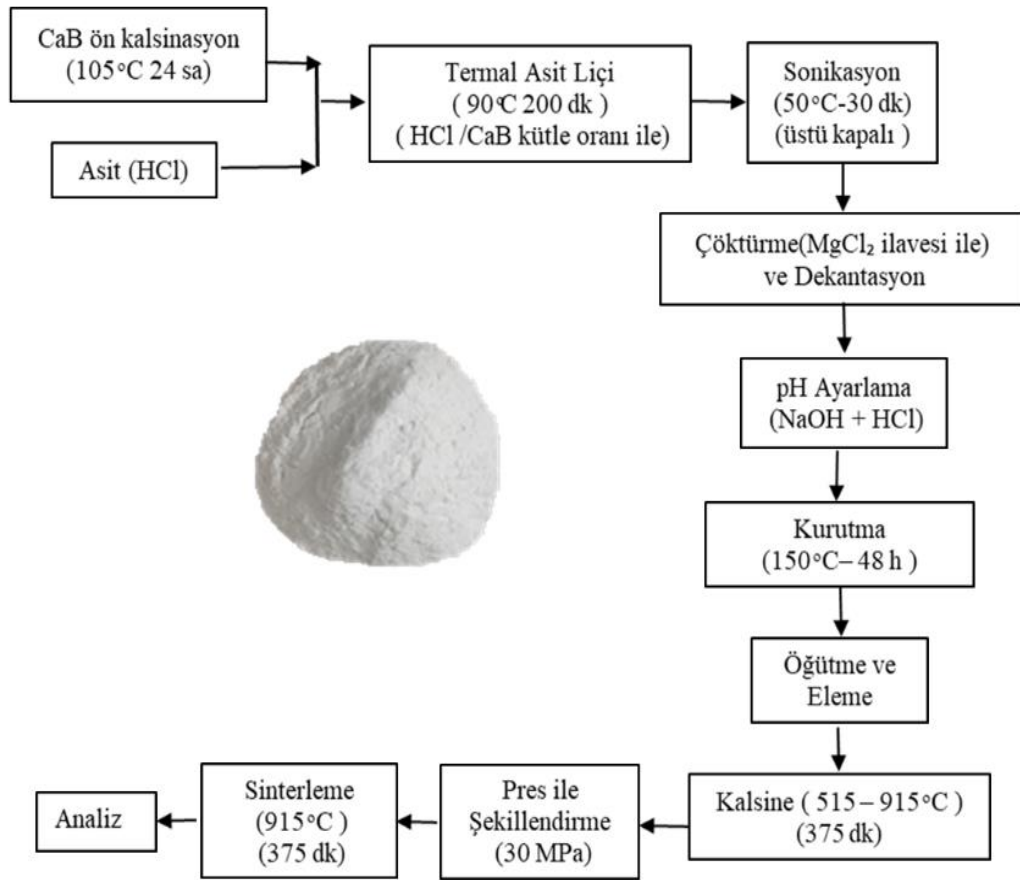
Kalsine edilen ürünler yeniden öğütülerek, 150 µm'lik elekten geçirilmiştir. Bu tozlar, %30 oranında deiyonize su ve polivinil alkol (PVA) eklenerek nemlendirilmiştir. Nemlendirilmiş tozlar, 30 MPa basınçla tek eksenli bir pres yardımıyla şekillendirilmiştir. Hazırlanan peletler (Şekil 2.11), oda sıcaklığında 24 saat boyunca kurutulduktan sonra, 915°C'de 375 dakika süreyle sinterlenmiştir.

Şekil 2.11: Pelet Formlu Bentonit Numune Örneği



Çalışmanın tüm aşamalarını gösteren akış şeması, Şekil 2.12'de sunulmuştur.

Şekil 2.12: İş Akış Şeması





ÜÇÜNCÜ BÖLÜM
BULGULAR VE TARTIŞMA

3.1. KİMYASAL BİLEŞİM

Ham bentonit tozunun, asit aktivasyon işleminden önce ve sonra değişen kimyasal bileşimi Tablo 3.1'de gösterilmiştir. XRF analizi sonuçları, asit aktivasyonunun kalsiyum içeriğini %80 oranında azalttığı ve magnezyum ile demir miktarında düşüslere sebep olduğu görülmektedir. Ayrıca, asit aktivasyon işleminin SiO₂ oranını artırdığı belirlenmiştir (kütlece % 71,18). Bentonit bileşiminde % 73 oranında Na₂O artışı tespit edilmiştir. Bu durumun pH dengelemesi sırasında kullanılan NaOH'dan kaynaklandığı düşünülmektedir.

Tablo 3.1: Asit Aktivasyon İşleminde Önce ve Sonra Ham Bentonit Tozunun Kimyasal Bileşimi

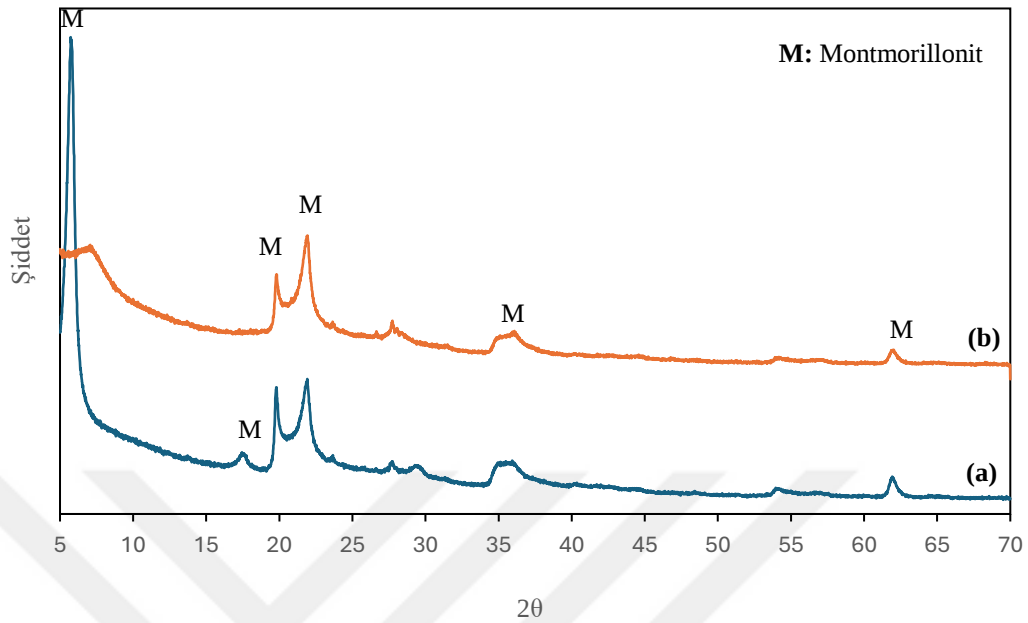
Bileşen kütlesi (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	MgO	Na ₂ O	CaO	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	Diğer	Kızdırma kaybı
Ham bentonit (%)	62.01	13.19	3.55	0.27	1.24	0.39	0.85	0.12	0.1	18.28
Asitle aktive edilen bentonit (%)	71.18	11.31	2.47	1.03	0.24	0.37	0.66	0.12	0.12	12.5

3.2. KRİSTAL YAPI

Ham bentonit tozunun, asit aktivasyon işlemi öncesi ve sonrası kristal yapısına ilişkin X-ışını analiz sonuçları, Şekil 3.1'de sunulmuştur. Analizler, tozların montmorillonit kristalleşmesine (JCPDS # 98-016-1171) sahip olduğunu göstermektedir.

Şekil 3.1'de görüldüğü üzere asit aktivasyon işlemi montmorillonit kristal yapıya karşılık gelen piklerin yoğunluğunda belirgin bir azalmaya yol açmıştır. Bu durum, tozların kristallikinde değişikliklerin meydana geldiğini ve muhtemel amorf silika oluşumuna işaret etmektedir.

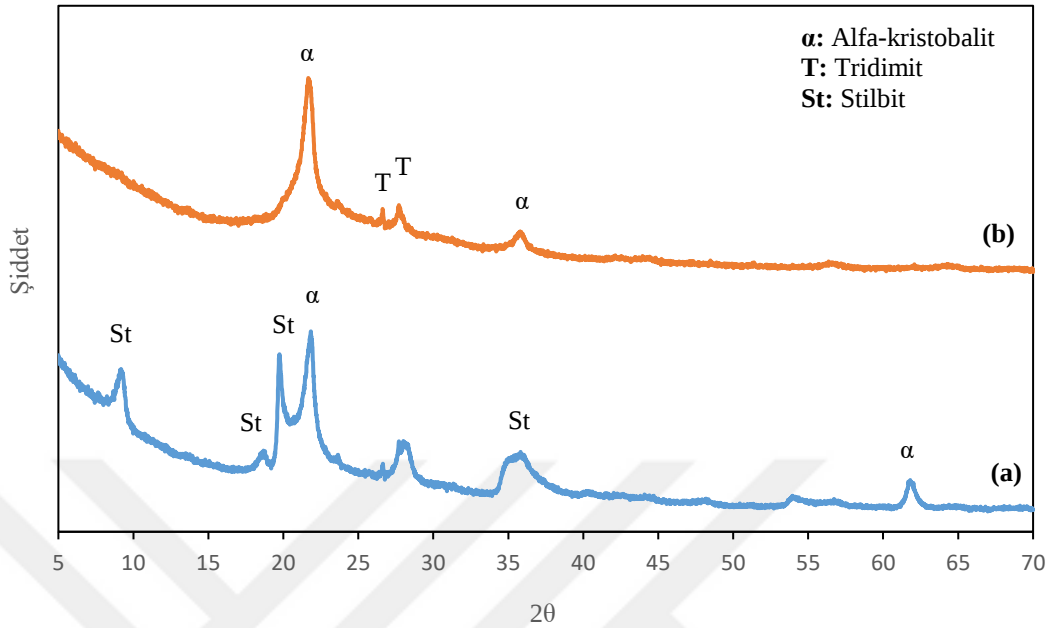
Şekil 3.1: Ham Bentonit Tozunun X-ışını Analizi, a) Asit Aktivasyon Uygulamasından Önce, b) Asit Aktivasyon Uygulamasından Sonra



3.2.1. Ham Bentonit Tozunun Kalsinasyonu

Ham bentonit toz numunesinin 515°C ve 915°C sıcaklıktaki faz analizleri incelendiğinde, yapısındaki montmorillonit kristalizasyonunun kaybolduğu ve buna bağlı olarak amorf yapının oluştuğu görülmektedir (Şekil 3.2). Toz numunesine uygulanan ısıtma işlemi, yapısal suyun uzaklaştırılmasına (dehidroksilasyon) ve amorf yapının ortaya çıkmasına sebep olmuştur (Hai & Wang, 2024). Hai & Wang (2024) bentonit tozlarının ısıtma işlemi sıcaklığı 600°C 'ye ulaştığında montmorillonit fazının kaybolduğunu bildirmiştir. Bu tez çalışmasında montmorillonit yapının bozulması nispeten daha düşük bir sıcaklıkta gerçekleşmiştir. Numunenin yüksek miktarda toprak alkali metal safsızlığı içermesi, α -kristobalit fazının ortaya çıkmasına neden olan yeni kristalin faz oluşumunu etkilemiş olabilir. Kalsinasyon sıcaklığı 515°C olarak uygulandığında α -kristobalit fazının yanı sıra stilbit ve tridimit kristalleşmeleri de görülmektedir. Yüksek sıcaklıkta kalsinasyon işlemi (915°C), kristobalit kristalleşmesini artırmış ve ikincil faz tridimit olarak kalmıştır (Şekil 3.2 b).

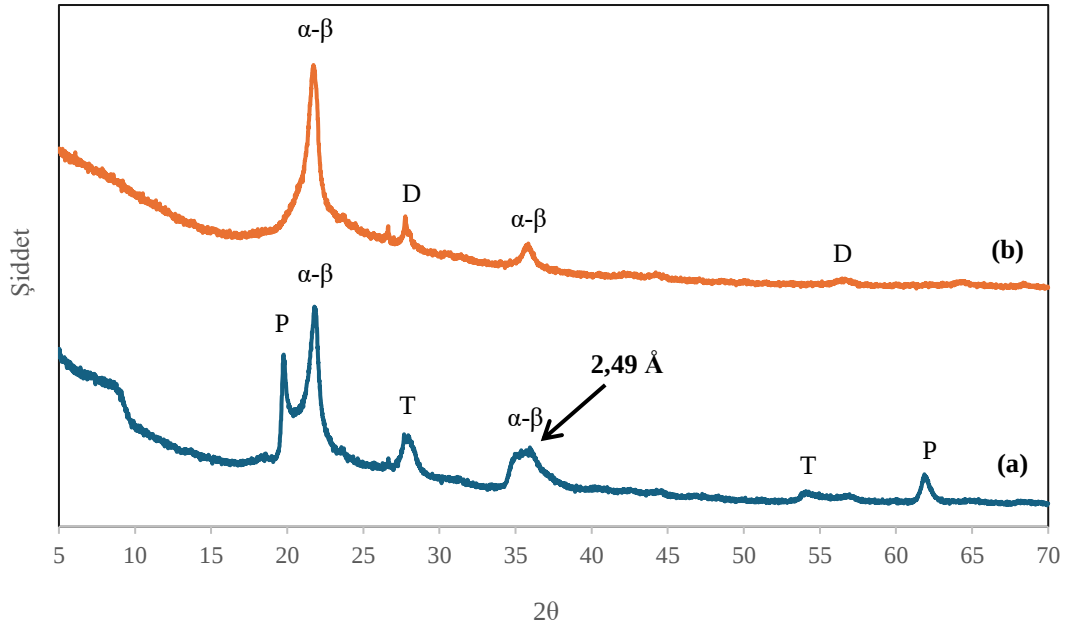
Şekil 3.2: Ham Bentonit Numunesinin Kalsinasyon Sonrası Faz Analizi a) 515°C, b) 915°C



3.2.2. Asit Aktivasyonlu Bentonit Tozunun Kalsinasyonu

Şekil 3.3'de asit aktivasyonlu bentonit toz numunesinin 515°C ve 915°C'deki faz analizleri XRD grafiği ile gösterilmiştir. İlgili grafik güçlü bir amorf yapıya işaret etmektedir. Yapılan XRD analiz sonucunda düşük miktarda tridimit (JCPDS # 98-000-1109) ve pirofilit (JCPDS # 98-020-1706) mineral fazları tespit edilmiştir. 915°C'deki kalsinasyon sıcaklığının, toz numunedeki kristalleşmeyi arttığı ve amorf yapıyı azalttığı anlaşılmaktadır (Şekil 3.3b). Mineral fazlar, yoğun olarak β-kristobalit (JCPDS # 98-016-2660) ve düşük miktarda tridimit (JCPDS # 98-015-1440) ile diopsit (JCPDS # 98-008-5685) içermektedir. α-kristobalit fazının kırınım deseni, β-kristobalit fazında bulunmayan 2.49 ve 2.84 Å d aralığındaki yansıma desenleri ile ayırt edilebilir (Beherei, Mohamed & El-Bassyouni, 2014; Deepak, vd., 2004; Şan & Özgür, 2009b). Şekil 3.3'de, α-kristobalit deseninde 2,49 Å d aralığında yansıma gözlenirken, 2,84 Å d aralığında yansıma gözlenmemektedir. Bu durum α ve β kristal fazlarının birlikte bulunduğunu göstermektedir.

Şekil 3.3: Asit Aktivasyonlu Bentonit Numunesinin Kalsinasyon Sonrası Faz Analizi a) 515°C, b) 915°C

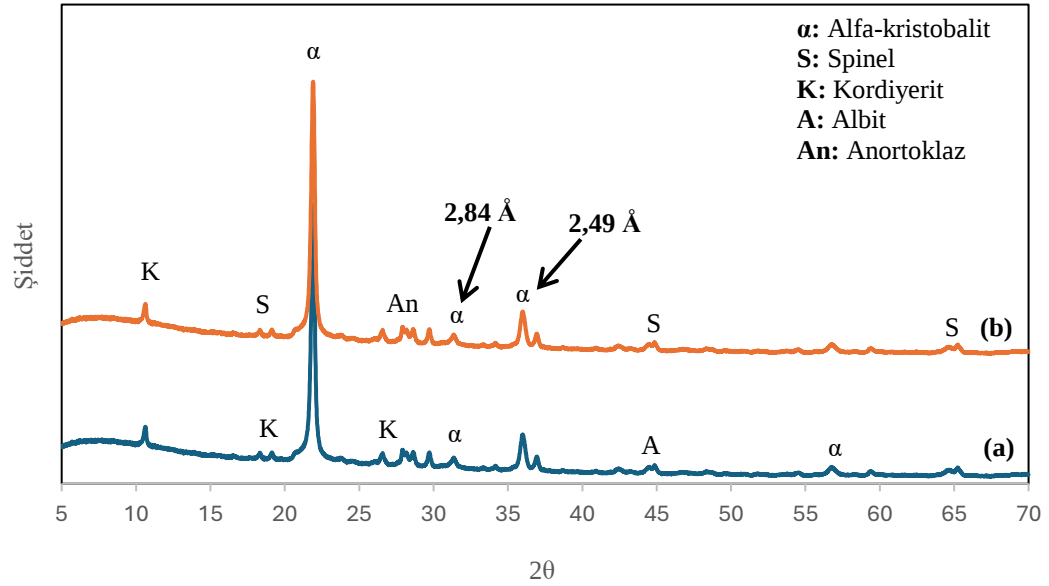


3.2.3. Sinterlenmiş Ham Bentonitin Pelet Formu

İki farklı sıcaklıkta (515 ve 915°C) kalsine edilen ham bentonit tozları preslenerek, 915°C'de sinterlenmiştir. Şekil 3.4'te 915°C sıcaklıkta sinterlenmiş ham bentonitin pelet formundaki faz bileşenleri görülmektedir. Elde edilen seramik malzemedeki fazlar incelendiğinde, α -kristobalit kristalleşmesi gözlenmektedir. Ham tozun kalsinasyonu ile oluşan kristobalit kristalleşmesi belirgin şekilde farklılaşmaktadır (Şekil 3.2). Ayrıca amorf yapının da önemli ölçüde azaldığı ve kristobalit kristalleşmesinin baskın olduğu yerlerde büyük ölçüde farklar olduğu görülmektedir. Özellikle, yüksek sıcaklıkta kalsine edilen toz daha güçlü bir α -kristalizasyonu göstermektedir; tipik alfa-kristobalit pikleri 2.49 ve 2.84 Å d aralığındaki yansıma vermektedir. Yapı içerisinde düşük oranda spinel ve kordiyerit fazlarının da oluştuğu görülmektedir.

Şekil 3.4: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Ham Bentonitin Faz Bileşenleri

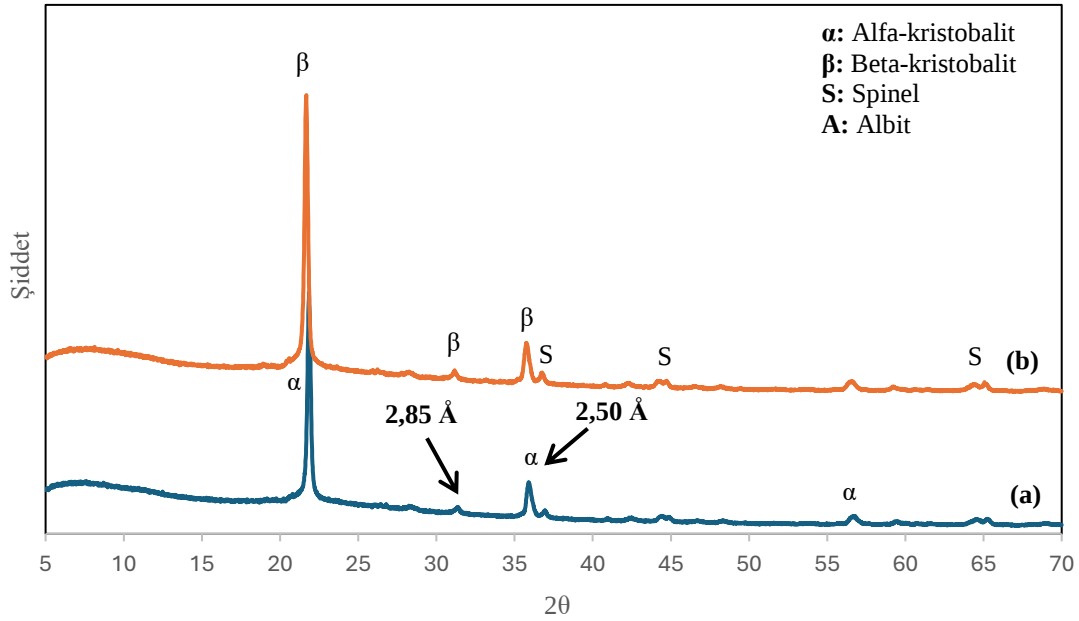
a) Kalsinasyon 515°C, b) Kalsinasyon 915°C



3.2.4. Sinterlenmiş Asit Aktivasyonlu Bentonitin Pelet Formu

İki farklı sıcaklıkta (515 ve 915°C) kalsine edilen asit aktivasyonu uygulanmış bentonit tozları preslenmiş ve 915°C'de sinterlenmiştir. Şekil 3.5'de 915°C sıcaklıkta pelet formunda sinterlenen asit aktivasyonlu bentonitin faz bileşenleri grafiği görülmektedir. Düşük ve yüksek sıcaklıkta kalsine edilmiş numune için yapılan XRD analizindeki mineral fazları incelendiğinde, α -kristobalit (JCPDS # 98-003-4933) ve β -kristobalit (JCPDS # 98-007-7461) görülmüştür. Burada, kristobalit kristalleşmesi az miktarda spinel ile birlikte β formu olarak gözlenmektedir. Burada 2.49 ve 2.84 Å d-aralığında α -kristobalit yansıma modeli görülmemiştir. Diğer taraftan, düşük sıcaklık kalsinasyonunda hazırlanan pelet numunesi için 2,50 ve 2,85 Å'da gözlenen d aralığı, alfa-kristobalit benzeri kristalleşmeye işaret etmektedir. Burada tipik alfa-kristobalit pikleri olan 2.49 ve 2.84 Å d-değerlerinden bir miktar kayma olmuştur, dolayısıyla alfa-kristobalit benzeri kristalleşme olarak tanımlanmıştır.

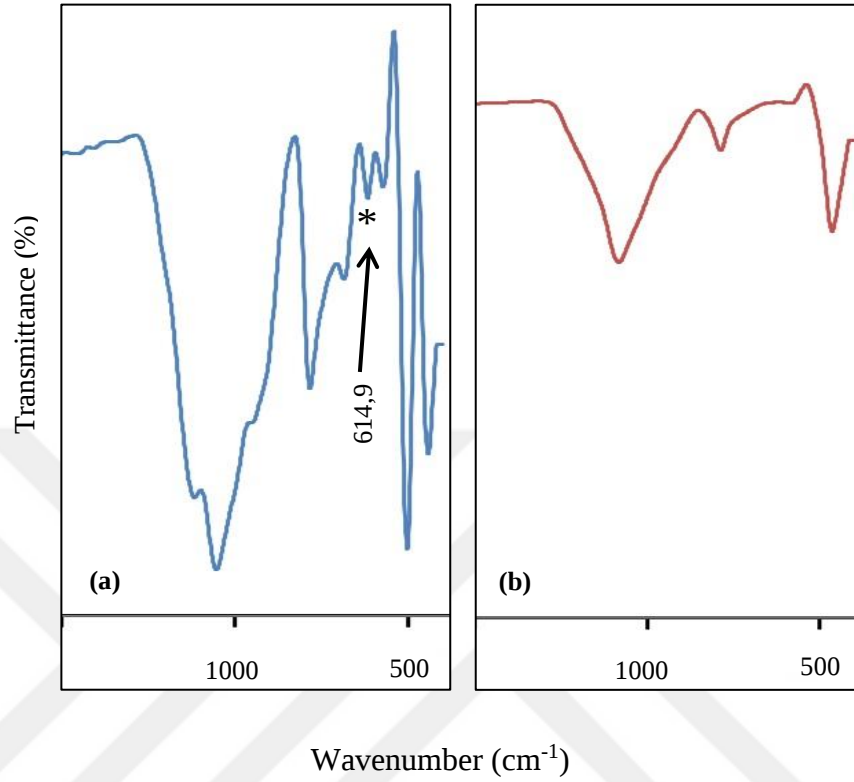
Şekil 3.5: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Asit Aktivasyonlu Bentonitin Faz Bileşenleri a) Kalsinasyon 515°C, b) Kalsinasyon 915°C



3.3. FTIR ANALİZİ

Şekil 3.6'da 915°C sıcaklıkta pelet formunda sinterlenen bentonitin FTIR analiz sonuçları verilmiştir. X-ışını analizinde gözlemlenen belirgin β -kristalizasyonu ayrıca FTIR analiziyle de incelenmiştir. Yapılan analiz sonuçlarına göre, asit aktivasyonlu bentonit pelet numunesinin daha iyi kristalleştiği anlaşılmaktadır (Şekil 3.6b). Bu numune, yüksek sıcaklıkta (915°C) kalsine edilip 915°C'de pelet formunda sinterlenmesiyle elde edilmiştir. Düşük sıcaklıkta (515°C) kalsine edilen ham bentonit numunesi ise α -kristobalit benzeri bir yapı göstermektedir. FTIR analizinde, α -kristobalit 619 nm civarında bir pike ulaşmışken (Swainson vd., 2003), bu çalışmada pik, yaklaşık 614,9 nm civarında gözlenmektedir. Bulgudaki bu farklılık, "alfa-kristobalit benzeri yapı" oluşumuna bağlanabilir. Beta-kristobalit yapıda bu bölgede herhangi bir pik yansıması bulunmamaktadır.

Şekil 3.6: 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Bentonitin FTIR Analiz Sonuçları (a) 515°C'de Kalsine Edilmiş Ham Bentonit, (b) 915°C'de Kalsine Edilmiş Asit Aktivasyonlu Bentonit



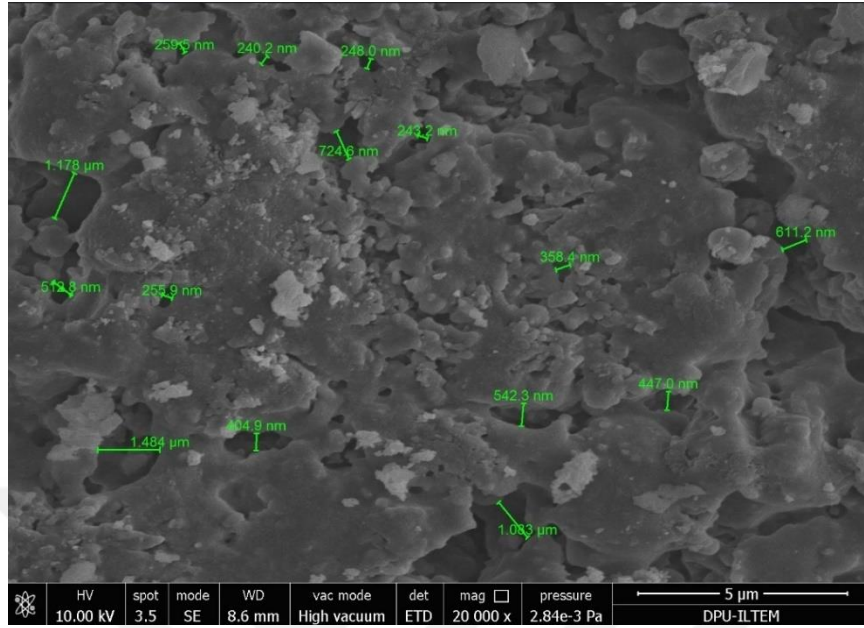
* Alfa-kristobalit benzeri yapı

3.4. MİKROYAPI ANALİZİ

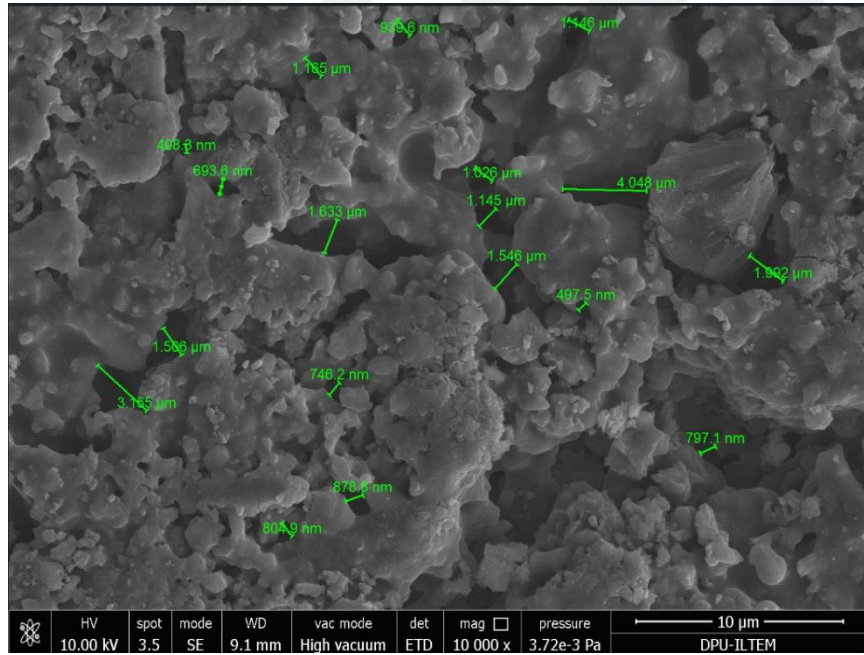
3.4.1. SEM Analizi

Şekil 3.7’de, ham ve asit aktivasyonu uygulanmış kalsine bentonit tozlarından üretilen gözenekli seramiklerin SEM görüntüleri sunulmuştur. Görüntülerde, ham bentonitin gözenek yapısının kapalı olduğu, asit aktivasyonunun ardından ise gözeneklerin daha açık ve büyük bir yapıya kavuştuğu gözlenmiştir. Bu durum, asit aktivasyonu uygulanmış bentonitte gözenek çaplarının belirgin şekilde artmasına neden olmuştur. Asit aktivasyonu sonrası 915 °C’de kalsinasyon işlemi ile şekillendirilen ve aynı sıcaklıkta sinterlenen pelet formu, mikro gözenekli (0,4-1,63 µm) seramik bir malzemenin üretilmesini sağlamıştır. Buna karşılık, ham toz kullanılarak elde edilen malzemenin, vitrifikasyon sonucunda bölgesel olarak masif camlaşma gösterdiği tespit edilmiştir (Şekil 3.7b).

Şekil 3.7: 915°C Sıcaklıkta Kalsine Edilen ve 915°C Sıcaklıkta Pelet Formunda Sinterlenen Bentonitin SEM Görüntüleri, a) Ham Bentonit, b) Asit Aktivasyonlu Bentonit



(a)



(b)

3.4.2. Açık Gözeneklilik (%) ve Pişme Küçülmesi (%)

Bu çalışmada, açık gözeneklilik ölçümleri "Arşimed terazisi" kullanılarak ve suya daldırma tekniğiyle yapılmıştır. Numunelerin açık gözeneklilik (%) ve pişme küçülmesi (%) değerleri Tablo 3.2'de verilmiştir. Elde edilen verilere göre, ham bentonit

numunesinde açık gözenekliliğin, kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla yükseldiği gözlenmiştir. Kalsinasyon sıcaklığı 515°C'ye ulaştığında, ham bentonit numunesinin açık gözeneklilik oranı %38,72 olarak bulunmuştur. Sıcaklık 915°C'ye çıktığında ise bu oran %41,96'ya yükselmiştir. Asit aktivasyonlu bentonit numunesinin açık gözeneklilik oranı, 515°C kalsinasyon sıcaklığında %38,42, 915°C'de ise %45,98'e ulaşmıştır (Tablo 3.2a). Burada asitle aktive edilmiş ve 915°C'de kalsine edilerek şekillendirilmiş ve 915°C'de sinterlenmiş pelet formunun, daha yüksek gözenekliliğe sahip (%45,98) olduğu görülmektedir. Bu oran, gözenekli seramik üretimi için oldukça uygun bir değerdir. Literatürde sıcaklık artışının, doğal bentonitin moleküler suyu ve yapısal hidroksil gruplarını ayırarak gözeneklilikte hafif bir artışa neden olduğu vurgulanmaktadır. Ayrıca, gözeneklilikte sinterleme ve kalsinasyon sıcaklığının etkili parametreler olduğu belirtilmiştir (Bouazizi vd., 2016).

Asit aktivasyonu sonrası oluşan mikro-gözenekli yapı, bağların kısmi çözünmesiyle yüksek sıcaklıklarda daha belirgin hale gelmektedir. Ham bentonit numunesinde, kalsinasyon sıcaklığı 515°C'ye ulaştığında % 6,53'lük pişme küçülmesi gözlemlenmiştir. Bu küçülme, bentonitin doğal yapısındaki su kaybına bağlı olarak hacim azalmasıyla açıklanabilir. 915°C sıcaklıkta, ham bentonit numunesinde pişme küçülmesi % 2,05 olarak tespit edilmiştir. Yüksek sıcaklıkta, yapıdaki kristal fazların stabil kalması ve sınırlı sayıda gözenegın kapanması nedeniyle küçülme oranı düşmüştür.

Tablo 3.2b'de yer alan asit aktivasyonlu bentonit numunesinin kalsinasyon sıcaklığı 515°C'ye ulaştığında % 6,56'lık bir pişme küçülmesi gözlemlenmiştir. Bu oran, ham bentonitteki pişme küçülmesine benzerdir. 915°C'ye ulaşıldığında ise pişme küçülmesi % 0,91'e düşmüştür. Bu durum, asit aktivasyonu sonrası yapının daha gözenekli hale gelmesi ve silika yapısının kısmen çözünerek sinterleme sırasında daha az yoğunlaşmasıyla açıklanabilir. Gözenekli yapının sıcaklık etkisiyle daha az hacimsel küçülmeye uğradığı söylenebilir. Ham bentonit ve asit aktivasyonlu bentonit kıyaslandığında, pişme küçülmesinin asit aktivasyonlu bentonitte daha düşük olduğu görülmektedir. Bu sonuç, asit işleminden sonra yapı üzerinde gözeneklerin arttığını düşündürmektedir.

Tablo 3.2: 915°C Sıcaklıkta Sinterlenen Ham ve Asit Aktivasyonlu Bentonit Numunelerine Ait Farklı Kalsinasyon Derecelerinde, a) Açık Gözeneklilik Değerleri (%) b) Pişme Küçülme Değerleri (%)

(a) Açık Gözeneklilik (%)			(b)Pişme Küçülmesi (%)		
Sinterleme Sıcaklığı 915 °C			Sinterleme Sıcaklığı 915 °C		
Numune Kod Adı	Kalsine 515 °C	Kalsine 915 °C	Numune Kod Adı	Kalsine 515 °C	Kalsine 915 °C
Ham Bentonit	38,72	41,96	Ham Bentonit	6,53	2,05
Asit Aktivasyonlu Bentonit	38,42	45,98	Asit Aktivasyonlu Bentonit	6,56	0,91



DÖRDÜNCÜ BÖLÜM
SONUÇ VE ÖNERİLER

4.1. SONUÇ

Bu çalışmada, gözenekli seramiklerin üretimi için kalsiyum bentonit kil tozunun kuru yöntem asit aktivasyonu ile saflaştırılması incelenmiştir. Araştırmada kalsiyum bentonit kil tozu, asit aktivasyonu, sonikasyon, çökeltme ve kurutma işlemleriyle saflaştırılmıştır.

Elde edilen asit aktivasyonlu tozun kimyasal kompozisyonu; %71,18 SiO₂, %11,31 Al₂O₃, %2,47 MgO, %1,03 Na₂O, %0,66 Fe₂O₃, %0,37 K₂O, %0,24 CaO, %0,12 TiO₂ olduğu tespit edilmiştir. Bu saflaştırılmış tozun yüksek oranda silika içerdiği görülmüştür.

Ham toza göre daha yüksek silika içerikli hale gelen asit aktivasyonlu toz bentonitin, XRD analiz sonuçlarına göre, montmorillonit kristal yapısına ait pik yoğunluğunda azalmaya sebep olduğu görülmektedir. Bu tozlar 375 dakika süre ile kalsine edildiğinde montmorillonit fazının kaybolduğu tespit edilmiştir. Asit aktivasyonlu toz bentonit numunesinde, α -kristobalit deseninde 2,49 Å d aralığında yansıma gözlenirken, 2,84 Å d aralığında yansıma gözlenmemiştir. Bu durum, alfa ve beta tipi kristallenmenin birlikte bulunduğunu göstermektedir.

Ham ve asit-aktive bentonit tozları 30 MPa'da tek eksenli presle şekillendirilmiştir. Sinterleme 915°C'de 375 dakika boyunca bir fırında gerçekleştirilmiştir. Elde edilen bulgulara göre, pelet formundaki ham tozun XRD analizinde amorf yapının azalıp, α -kristobalit fazında kristalleştiği görülmüştür. Pelet formundaki malzeme asitle temizlenmiş ve 915°C'de kalsine edilmiş tozdan yapıldığında XRD analiz sonuçları beta-formunda kristallenme göstermektedir.

FITR analiz sonucuna göre, asit aktivasyonlu bentonit tozunun yüksek sıcaklıkta (915°C) kalsine edilip 915°C sıcaklıkta pelet formundaki seramik numunesinin iyi kristalleştiği görülmüştür. FTIR analizlerinde, α -kristobalit 619 nm civarında bir pik vermektedir, bu çalışmada pik, yaklaşık 614,9 nm civarında gözlenmektedir. Bulgudaki bu farklılık, "alfa-kristobalit benzeri yapı" oluşumuna bağlanabilir.

Mikroyapı analiz sonuçlarına göre, asit aktivasyonlu bentonitin 915°C'de kalsine edilip 915°C'de sinterlenmiş pelet formundan, yüksek gözenekliliğe (%45,98) ve eşit dağılımlı büyük gözenek boyutlarına (1,34 µm) sahip bir beta-kristobalit silika malzeme elde edilmiştir.

Açık gözeneklilik değerleri incelendiğinde, kalsinasyon sıcaklığının artmasıyla ham bentonit numunesinde açık gözenekliliğinin yükseldiği gözlenmiştir. Ham bentonit açık gözeneklilik oranı, kalsinasyon sıcaklığı 515°C'de %38,72, 915°C'de %41,96 iken asit aktivasyonlu bentonit numunesinin açık gözeneklilik oranı, 515°C kalsinasyon sıcaklığında %38,42, 915°C'de ise %45,98 olduğu görülmüştür.

Pişme küçülme değerleri, ham bentonitte düşük kalsinasyon sıcaklığında (515°C) artarken (% 6,53), yüksek kalsinasyon sıcaklığında (915°C) düştüğü (% 2,05) görülmüştür. Benzer şekilde asit aktivasyonlu bentonitte de pişme küçülme değerleri kalsinasyon sıcaklığı arttıkça azalmaktadır. Bulgulara göre 515°C'de % 6,56, 915°C'de % 0,91 pişme küçülme tespit edilmiştir.

Bu çalışmada, kalsiyum bentonit tozunun saflaştırılıp yüksek sıcaklıkta kalsinasyon işlemi uygulanmıştır. Bunun sonucunda kimyasal olarak daha inert SiO_2 formu olan β -kristobalit kristalleşmesi elde edilmiştir. Yüksek termal stabiliteye sahip olan β -kristobalit, filtreleme ortamı ve/veya destek olarak çeşitli alanlarda kullanılabilir.

4.2. ÖNERİLER

Bu çalışma, kalsiyum bentonit ile sınırlıdır. Gelecekteki araştırmalarda diğer bentonit türlerinin aynı yöntemlerle işlem gördüğünde benzer veya farklı davranışlar sergileyip sergilemediği incelenebilir. Ayrıca araştırma, farklı presleme basınçları, sinterleme sıcaklıkları ve süreleri ile genişletilebilir. HCl / Ca-bentonit karışımındaki asit oranı ve kütlece yüzde oranları değiştirilerek yeni araştırmalar yapılabilir.

KAYNAKÇA

- Achour, S., et al. (2021). Artificial neural network modeling of the hexavalent uranium sorption onto chemically activated bentonite. *Research on Chemical Intermediates*, 47, 4837-4854.
- Adamis, Z., & Williams, R. B. (2005). *Bentonite, kaolin, and selected clay minerals* (1st ed.). Geneva: WHO.
- Akbulut, A. (1996). *Bentonit, M.T.A. eğitim serisi* (2. Basım). Ankara: Maden Tetkik ve Arama Enstitüsü Yayınları.
- Al-Naib, U. M. B. (2018). *Recent advances in porous ceramics* (1st ed.). London: Intech Open.
- Andrade, C. G. B., et al. (2014, 21 July). *Evaluation of the effect of acid treatment on white bentonite*. Retrieved from: <https://d1wqtxts1xzle7.cloudfront.net/71441194/evaluation-of-the-effect-of-acid-treatment-on-white-bentonite-libre.pdf>
- Anlar, H. G., Bacanlı, M. ve Başaran, N. (2019). Silikanın kullanım alanları ve silika maruziyetine bağlı olası toksik etkiler. *Hacettepe University Journal of the Faculty of Pharmacy*, 39(1), 17-29.
- Avcı, S. B. (2009). *Soda ve MgO ile aktifleştirilmiş aratip bentonitlerin sondaj ve döküm bentoniti karakteristiklerinin incelenmesi* (Yayımlanmamış Yüksek Lisans Tezi). İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Beherei, H. H., Mohamed, K. R., & El-Bassyouni, G. T. (2014). Mechanical and bioactivity properties of nano ceramic composite-based oxyapatite materials. *Interceram-International Ceramic Review*, 63, 386-392.
- Bendou, S., & Amrani, M. (2014). Effect of hydrochloric acid on the structural of sodic-bentonite clay. *Journal of Minerals and Materials Characterization and Engineering*, 2(5), 404-413.
- Bouazizi, A., et al. (2016). Elaboration and characterization of a new flat ceramic MF membrane made from natural Moroccan bentonite. Application to treatment of industrial wastewater. *Applied Clay Science*, 132, 33-40.

- Cangzhou Sefu Cermic New Materials Product Category. (2024, 12 December). Retrieved from: <https://www.sefunm.com/products>.
- Chen, T., et al. (2018). Evaluation of exfoliation degree of montmorillonite in aqueous dispersions through turbidity measurement. *RSC Advances*, 8(71), 40823-40828.
- Chen, Y., et al. (2021). Porous ceramics: Light in weight but heavy in energy and environment technologies. *Materials Science and Engineering R*, 143, 1-65.
- Çinku, K. (2008). *Aktivasyon yöntemleri ile bentonitten su bazlı kıvamlaştırıcı üretiminin araştırılması* (Yayımlanmamış Doktora Tezi). İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- Darmawan, M. A., et al. (2020). Reduction of the acidity and peroxide numbers of tengkawang butter (*Shorea stenoptera*) using thermal and acid activated bentonites. *Heliyon*, 6(12), 1-11.
- Deepak, F. L., et al. (2004). Crystalline silica nanowires. *Journal of Materials Research*, 19(8), 2216-2220.
- Doyle, K. (2020). *Stabilization of β -cristobalite in the $\text{SiO}_2\text{-AlPO}_4\text{-BPO}_4$ system* (Unpublished Master's Thesis). Wright State University, U.S.A.
- Gören, R., Baykara, T., & Marsoglu, M. (2002). A study on the purification of diatomite in hydrochloric acid. *Scandinavian Journal of Metallurgy*, 31(2), 115-119.
- Grim, R.E. (1968). *Clay mineralogy* (2nd ed.). New York: Mc Graw-Hill.
- Hai, L., & Wang, J. (2024). Experimental study on the heat treatment reaction process of bentonite. *Scientific Reports*, 14(1), 1-10.
- Hillier, S., & Lumsdon, D. G. (2008). Distinguishing opaline silica from cristobalite in bentonites: A practical procedure and perspective based on NaOH dissolution. *Clay Minerals*, 43(3), 477-486.
- Hu, B., Zhang, C., & Zhang, X. (2022). The effects of hydrochloric acid pretreatment on different types of clay minerals. *Minerals*, 12, 1-18.
- Komadel, P. (2016). Acid activated clays: Materials in continuous demand. *Apply Clay Science*, 131, 84-99.

- Kutlić, A., Bedeković, G., & I. Sobota I., (2012). Bentonite processing. *Rud. Zb.*, 24(1), 61–65.
- Lin, Y., et al. (2021). Rheology of bentonite dispersions: Role of ionic strength and solid content. *Applied Clay Science*, 214, 1-7.
- Lou, B., et al. (2023). Recycling secondary aluminum dross to make building materials: A review. *Construction and Building Materials*, 409, 1-16.
- Montoro, M. A., & Francisca, F. M. (2019). Effect of ion type and concentration on rheological properties of natural sodium bentonite dispersions at low shear rates. *Applied Clay Science*, 178, 1-9.
- Mouiya, M., et al. (2019). Effect of sintering temperature on the microstructure and mechanical behavior of porous ceramics made from clay and banana peel powder. *Results in Materials*, 4, 1-4.
- Noyan, H., Önal, M., & Sarikaya, Y. (2006). The effect of heating on the surface area, porosity and surface acidity of a bentonite. *Clays and Clay Minerals*, 54(3), 375-381.
- Overview of Silica Polymorphs. (2024, 8 November). Retrieved from: http://www.quartzpage.de/gen_mod.html
- Önal, M., & Sarikaya, Y. (2007). Thermal behavior of a bentonite. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 90(1), 167-172.
- Pagliari, L., et al. (2013). A kinetic study of the quartz–cristobalite phase transition. *Journal of the European Ceramic Society*, 33(15-16), 3403-3410.
- Patel, N., et al. (2001). Calcining influence on the powder properties of hydroxyapatite. *Journal of Materials Science: Materials in Medicine*, 12, 181-188.
- Pentrák, M., et al. (2018). Alteration of fine fraction of bentonite from Kopernica (Slovakia) under acid treatment: A combined XRD, FTIR, MAS NMR and AES study. *Applied Clay Science*, 163, 204-213.
- Polymorf of Silica. (2024, 5 November). Retrieved from: <https://www.chemicalbook.com/article/polymorphs-of-silica-sio2.htm>

- Raji, Y. O., et al. (2021). Preparation and characterization of bentonite-based ceramic hollow fiber membrane. *Journal of Membrane Science and Research*, 7(2), 95-101.
- Shah, L. A., et al. (2018). Influence of preparation methods on textural properties of purified bentonite. *Applied Clay Science*, 162, 155-164.
- Steudel, A., et al. (2009). Alteration of swelling clay minerals by acid activation, *Applied Clay Science*, 44, 105-115.
- Swainson, I. P., Dove, M. T., & Palmer, D. C. (2003). Infrared and Raman spectroscopy studies of the α - β phase transition in cristobalite. *Physics and Chemistry of Minerals*, 30, 353-365.
- Şan, O., Abalı, S., & Hoşten, Ç. (2003). Fabrication of microporous ceramics from ceramic powders of quartz-natural zeolite mixtures. *Ceramics International*, 29(8), 927-931.
- Şan, O., Hocaoglu, E., & Özgür, C. (2004). Investigation of the formation of cristobalite from the quartz-natural zeolite mixes at low temperature. *Key Engineering Materials*, 264, 81-84.
- Şan, O., & Özgür, C. (2009a). Preparation of a stabilized β -cristobalite ceramic from diatomite. *Journal of Alloys and Compounds*, 484(1-2), 920-923.
- Şan, O., & Özgür, C. (2009b). Investigation of a high stable β -cristobalite ceramic powder from CaO-Al₂O₃-SiO₂ system. *Journal of the European Ceramic Society*, 29(14), 2945-2949.
- Şan, O. ve Koç, M. (2011). Mikro-gözenekli silika seramiklerin farklı polimorfik yapılarda üretimi ve ısıl şok dirençlerinin araştırılması. *Anadolu University of Sciences & Technology A: Applied Sciences & Engineering*, 12(1), 57-64.
- Şan, O., Özgür, C., & Gören, R. (2011). Fabrication of beta-cristobalite porous material from diatomite with some impurities. *Advances in Bioceramics and Porous Ceramics IV: Ceramic Engineering and Science Proceedings*, 32, 177-184.
- Tombacz, E., & Szekeres, M. (2004). Colloidal behavior of aqueous montmorillonite suspensions: the specific role of pH in the presence of indifferent electrolytes. *Applied Clay Science*, 27(1-2), 75-94.

Vryzas, Z., et al. (2017). Effect of temperature on the rheological properties of neat aqueous Wyoming sodium bentonite dispersions. *Applied Clay Science*, 136, 26-36.

What are Porous Ceramics and How Are They Different from Regular Ceramics?.(2024, 12 December). Retrieved from: https://orbray.com/magazine_en/archives/984

What Are The Types of Porous Ceramics?. (2024, 12 December). Retrieved from: <https://www.sefunm.com/info/what-are-the-types-of-porous-ceramics-79705497.html>

Yener, N., et al. (2020). Preparation and characterization of nanoporous powders from bentonite by hydrochloric acid leaching and using as bleaching earth. *SN Applied Sciences*, 2, 1-8.

Yıldız, N., Sarıkaya, Y., & Çalimli, A. (1999). The effect of the electrolyte concentration and pH on the rheological properties of the original and the Na₂CO₃-activated Kütahya bentonite. *Applied Clay Science*, 14(5-6), 319-327.

Yıldız, E. G. ve Toplan, N. (2024). Seramik esaslı köpük filtreler ve uygulamaları: Kısa bir derleme. *Osmaniye Korkut Ata Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi*, 7(2), 866-888.

Zong, Y., Wan, Q., & Cang, D. (2019). Preparation of anorthite-based porous ceramics using high-alumina fly ash microbeads and steel slag. *Ceramics International*, 45(17), 22445-22451.

DİZİN**-A-**

Asit aktivasyonu, 10, 11, 12, 15, 38, 40

-B-

Bentonit, v, viii, ix, x, xi, xii, 2, 7, 8, 9, 12, 13, 14, 16, 27, 28, 29, 32, 33, 34, 35, 38, 39, 41, 45

-F-

Faz, x, xi, xii, 19, 34, 35, 36, 37
FTIR, v, vi, ix, xi, xii, 37, 38, 43, 47

-G-

Gözeneklilik, ix, 39, 41

-K-

Kalsine, v, x, xi, 29, 38, 39, 41

Kristal, x, 17, 20

Kristobalit, 2, 14, 18, 20

-M-

Mikroyapı, v, 43

Montmorillonit, 14

-O-

Oktahedral, 17

-S-

Silika, 2, 17, 18, 20

Smektit, 7, 14

-X-

XRD, v, vi, xii, 25, 34, 36, 43, 47