

ANKARA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

YÜKSEK LİSANS TEZİ

NANOYAPIDA Fe_3O_4 VE ZnO ' İN MİKRODALGA İLE SENTEZLENMESİ VE
 $\text{Fe}_3\text{O}_4/\text{ZnO}/$ AKTİF KARBON NANOKOMPOZİTİN HAZIRLANMASI

Nurcan ERMUMCU

KİMYA MÜHENDİSLİĞİ ANABİLİM DALI

ANKARA
2025

Her hakkı saklıdır

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

NANOYAPIDA Fe_3O_4 VE ZnO 'İN MİKRODALGA İLE SENTEZLENMESİ VE Fe_3O_4 / ZnO /AKTİF KARBON NANOKOMPOZİTİN HAZIRLANMASI

Nurcan ERMUMCU

Ankara Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı

Danışman: Doç Dr. Yavuz GÖKÇE

Bu tez çalışmasının amacı kimyasal aktivasyon yöntemiyle atık biyokütlelerden üretilen aktif karbon (AC) ile geleneksel ve mikrodalga yöntemiyle üretilen Manyetit (Fe_3O_4) ve Çinko oksit (ZnO) nanokompozit malzemelerin oluşturulmasının incelenmesi olarak belirlenmiştir.

DeneySEL çalışmanın ilk aşamasında çay ve kimyon atıklarından fosforik asit (H_3PO_4) ile kimyasal aktivasyon yapılarak aktif karbon üretilmiştir. İkinci aşamada kompozit üretimine geçilmiştir. Fe_3O_4 sentezinde başlangıç maddesi olarak Demir(III) klorür heksahidrat ($\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$), Demir(II) klorür tetrahidrat ($\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) ve ZnO sentezinde çinko nitrat heksahidrat $\text{Zn}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$, her iki sentezde de indirgeyici olarak Sodyum Hidroksit (NaOH) kullanılmıştır. Sentezlenen metal oksitlerin AC ile ayrı ayrı ve Fe_3O_4 - ZnO karışım halinde kompozitleri oluşturulmuştur. Kompozitlerin üretimi hem geleneksel hem mikrodalga enerjisi ile gerçekleştirilmiştir. Kompozit eldesine başlangıç madde derişimleri, sentezleme koşullarının (süre, sıcaklık vb.) etkisi incelenmiştir. Mikrodalgada 10 dakikada sürekli üretimde Kimyondan üretilen Fe_3O_4 / ZnO /aktif karbon üçlü kompozit yüzey alanı $771.6 \text{ m}^2/\text{g}$, çaydan üretilende $709.4 \text{ m}^2/\text{g}$ bulunmuştur. Metilen mavisi adsorpsiyon kapasitesi ise kimyon ile üretilende 328.9 mg/g , çayda ise 287.4 mg/g olarak belirlenmiştir.

Tez çalışması kapsamındaki deneylerle nanoyapılar ve çevresel uygulamalar arasındaki etkileşim incelenmiş ve gelecekteki çalışmalara referans noktası oluşturmuştur.

Mart 2025, 110 sayfa

Anahtar Kelimeler: Aktif Karbon, Mikrodalga Enerji, Metal Oksit, Kompozit, Nanoparçacık, Adsorpsiyon

ABSTRACT

Master Thesis

SYNTHESIS of NANOSTRUCTURED Fe₃O₄ and ZnO by MICROWAVE and
PREPERATION of Fe₃O₄/ ZnO /ACTIVATED CARBON NANOCOMPOSITE

Nurcan ERMUMCU

Ankara University
Graduate School of Natural and Applied Sciences
Department of Chemical Engineering

Supervisor: Assoc. Prof. Dr. Yavuz GÖKÇE

The aim of this thesis is to investigate the formation of magnetite (Fe₃O₄) and zinc oxide (ZnO) nanocomposite materials prepared by conventional and microwave methods with activated carbon (AC) prepared from waste biomasses by chemical activation method.

In the first stage of the experimental study, activated carbon was prepared from tea and cumin waste by chemical activation with phosphoric acid (H₃PO₄). In the second stage, the composite production was started. Iron (III) chloride hexahydrate (FeCl₃.6H₂O), iron (II) chloride tetrahydrate (FeCl₂.4H₂O) and zinc nitrate hexahydrate Zn(NO₃)₂.6H₂O were used as starting materials for Fe₃O₄ synthesis and sodium hydroxide (NaOH) as reducing agent for both syntheses. Composites of the synthesised metal oxides with AC separately and Fe₃O₄-ZnO as a mixture were formed. The preparation of the composites was carried out using both conventional and microwave energy. The effects of starting material concentrations, synthesis conditions (time, temperature, etc.) on the composite production were investigated. The surface area of the Fe₃O₄/ ZnO /activated carbon ternary composite prepared from cumin was found to be 771.6 m²/g and 709.4 m²/g for that prepared from tea in 10 min continuous microwave production. The methylene blue adsorption capacity was determined to be 328.9 mg/g for cumin and 287.4 mg/g for tea.

The interaction between nanostructures and environmental applications was analysed with the experiments of the thesis study and served as a reference point for future studies.

March 2025, 110 pages

Key Words: Activated Carbon, Microwave Energy, Metal Oxide, Composite, Nanoparticles, Adsorption

ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitim sürecim boyunca sorularımı daima sabırla cevaplayan ve çalışmalarım boyunca her zaman güler yüzüyle yardımcı olan ve bildiği her şeyi tüm detaylarıyla öğreten danışman hocam Sayın Doç. Dr. Yavuz GÖKÇE'ye,

Daima tecrübesi ve değerli bilgi birikimi ile yol gösteren maddi manevi desteğini hissettiğim, her zaman bir aile gibi yanımda olan hocam Sayın Prof. Dr. Emine YAĞMUR'a;

Çalışma grubumuza kıymetli bilgi birikimi, tecrübesi ve güler yüzü ile daima yardımcı olan değerli hocamız Sayın Prof. Dr. Zeki AKTAŞ'a;

Güler yüzünü hiçbir zaman esirgemeyen ve laboratuvarlarındaki cihazları kullanmama vesile olan hocam Sayın Dr. Rahime SONGÜR'e;

Laboratuvarlarındaki cihazları kullanmama izin veren hocam Prof. Dr. Emine BAYRAKTAR'a;

XRD analizleri için yardımını esirgemeyen Sayın Zunmin GUO'ya ;

Bilgi paylaşımından hiçbir zaman kaçınmayan ve bu süreci keyifli hale getiren değerli laboratuvar arkadaşlarım Ayşe OYMAK'a, Şevval KARADEMİR'e, Seda KARASARI'ya,

Yüksek lisans eğitim sürecim boyunca bana destek olan ve çalışma sürecimde gerekli esnekliği sağlayarak akademik gelişimime katkıda bulunan Günhan Ostim A.Ş. ailesine, Her zaman yanımda oldukları için annem Emine ERMUMCU, babam MUSTAFA ERMUMCU ve ablam Şerife Canan AKMEŞE'ye

En içten duygularıyla teşekkürlerimi sunarım.

Nurcan ERMUMCU
Ankara, Mart 2025

İÇİNDEKİLER

TEZ ONAYI	
ETİK.....	i
ÖZET.....	ii
ABSTRACT	iii
ÖNSÖZ VE TEŞEKKÜR.....	iv
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	viii
ŞEKİLLER DİZİNİ	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	xii
1. GİRİŞ	1
2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ	4
2.1 Kompozit Malzemeler.....	4
2.2 Nanoteknoloji	4
2.3 Nanokompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri.....	6
2.3.1 Birlikte çöktürme yöntemi	6
2.3.2 Sol-jel yöntemi	7
2.3.3 Piroлиз yöntemi.....	7
2.3.4 CVD Yöntemi	8
2.3.5 Biyosentez yöntemi.....	8
2.3.6 Mekanik öğütme yöntemi	8
2.3.7 Lazer ile uzaklaştırma yöntemi.....	9
2.3.8 Nanolitografi.....	9
2.3.9 Isıl (Termal) Ayrışma	9
2.3.10 Püskürtme	10
2.4 Kompozit Malzemelerin Yapımında Kullanılan Temel Maddeler.....	10
2.4.1 Manyetit	10
2.4.2 Çinko oksit	12
2.4.3 Aktif karbon	13
2.4.3.1 Fiziksel aktivasyon	14
2.4.3.2 Kimyasal aktivasyon	14
2.4.3.3 Biyokütle	15
2.4.3.3.1 Çay fabrikası atığı.....	16
2.4.3.3.2 Kimyon fabrikası atığı	17
2.5 Mikrodalga Enerji.....	17
2.6 Adsorpsiyon	18
2.6.1 Adsorpsiyon çeşitleri.....	19
2.6.2 Adsorpsiyonu etkileyen etmenler	20
2.6.3 Adsorpsiyon izotermi ve denklemleri	21
2.6.3.1 Langmuir izotermi	23
2.6.3.2 Freundlich izotermi.....	24
2.6.3.3 BET izotermi.....	24
2.7 Boyar madde.....	25
2.7.1 Metilen mavisi.....	26
2.8 Literatür Araştırması	26
2.8.1 Manyetit ile ilgili kaynaklar	26
2.8.2 Çinko oksit kaynak özetleri.....	29

2.8.3 Fe ₃ O ₄ -ZnO kaynak özetleri	31
3. MATERİYAL VE YÖNTEM.....	34
3.1 Aktif Karbon Üretimi	36
3.2 Geleneksel Yöntemle Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Derişimlerde Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi	38
3.2.1 Geleneksel yöntemle kimyon atığından üretilen aktif karbona farklı derişimlerde çinko nitrat hekzahidrat eklendikten sonra sinterleme.....	39
3.3 Mikrodalga ile Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sürelerde Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi	39
3.4 Geleneksel Yöntem ve Mikrodalga ile Çay Atığından Üretilen Aktif Karbona Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi.....	40
3.4.1 Geleneksel Yöntemle ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi	40
3.4.2 Mikrodalga ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi.....	40
3.4.3 Modifiye mikrodalga ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi	41
3.5 Modifiye Mikrodalga ile Çay Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sürelerde Demir (III) Klorür Hekzahidrat Ve Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi	41
3.6 Modifiye Mikrodalga ile Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona farklı sürelerde Demir (III) Klorür Hekzahidrat Ve Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi.....	42
3.7 Modifiye Mikrodalga ile Biyokütle Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sıralarda Çinko Nitrat Hekzahidrat ve Demir (III) Klorür Hekzahidrat - Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi	42
3.7.1 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona aynı anda çinko nitrat hekzahidrat, demir (III) klorür hekzahidrat - demir (II) klorür tetrahidrat eklenmesi.....	42
3.7.2 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona çinko nanoparçacık çöktürülmüş örneğe demir (III) klorür hekzahidrat ve demir (II) klorür tetrahidrat eklenmesi	43
3.7.3 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona demir nanoparçacık çöktürülmüş örneğe çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi	43
3.8 Analizler ve Karakterizasyon	44
3.8.1 Verim.....	44
3.8.2 Yüzey alanı ve gözenek boyut dağılımı analizi	44
3.8.3 Elementel analizler.....	45
3.8.4 FTIR	45
3.8.5 XRD	46
3.8.6 TEM.....	46
3.8.7 Adsorpsiyon analizi.....	46
4. ARAŞTIRMA BULGULARI	48
4.1 Kimyon ve Çay Fabrikası Atıklarından Yığın Aktif Karbon Üretimleri	48
4.1.1 Verim.....	48
4.1.2 Elementel analizler.....	48
4.1.3 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	49

4.1.4 FTIR analizi.....	52
4.2 Kimyon Bitkisi Atığından Üretilen Aktif Karbon Kompozitleri.....	53
4.2.1 Çinko derişiminin etkisi.....	53
4.2.1.1 Verim.....	53
4.2.1.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	54
4.2.1.3 TEM Analizi	56
4.2.2 Çinko derişimine sinterleme etkisi	56
4.2.2.1 Verim.....	56
4.2.2.2 Sinterleme işleminin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımına etkisi.....	57
4.2.3 Çinko çöktürme işlemine mikrodalga süresinin etkisi	59
4.2.3.1 Verim.....	59
4.2.3.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	59
4.2.4 Modifiye mikrodalga fırında demir çöktürmede işlemine mikrodalga süresinin etkisi	61
4.2.4.1 Verim.....	61
4.2.4.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	62
4.2.5 Metal nanoparçacıkların farklı sıra ve sürelerde eklenmesi.....	64
4.2.5.1 Verim.....	64
4.2.5.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	64
4.2.5.3 XRD	68
4.3 Çay Atığından Üretilen Aktif Karbon Kompozitleri.....	70
4.3.1 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi.....	70
4.3.1.1 Verim.....	70
4.3.1.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	71
4.3.2 Kesikli ve sürekli modifiye mikrodalga üretimin etkisi.....	73
4.3.2.1 Verim.....	73
4.3.2.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	74
4.3.3 Farklı metal parçacık eklenmesinin etkisi	76
4.3.3.1 Verim.....	76
4.3.3.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	76
4.3.4 Farklı sırada ve farklı mikrodalga süresinde metal parçacık eklenmesi.....	78
4.3.4.1 Verim.....	78
4.3.4.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı	79
4.4 Adsorpsiyon	81
4.4.1 Çinko derişiminin etkisi.....	82
4.4.2 Sinterlemenin etkisi.....	85
4.4.3 Mikrodalga süresinin etkisi.....	88
4.4.4 Geleneksel ve mikrodalga üretimin karşılaştırılması	91
4.4.5 Kesikli ve sürekli uygulanan modifiye mikrodalga üretimin etkisi.....	94
4.4.6 Farklı biyokütlenin etkisi	97
4.4.7 Sabit derişimde üretilen tüm kompozit malzemelerin adsorpsiyon performanslarının karşılaştırılması	99
5. TARTIŞMA VE SONUÇ.....	102
KAYNAKLAR	104
ÖZGEÇMİŞ.....	110

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

BET	Branauer-Emmett-Teller
CVD	Kimyasal Buhar Biriktirme
ÇNH	Çinko nitrat hekzahidrat
DKH	Demir (III) klorür hekzahidrat
DKT	Demir (II) klorür tetrahidrat
EDS	Enerji dağılımlı x-ışınları analizi
FESEM	Alan Emisyon Taramalı Elektron Mikroskobu
FTIR	Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobunun
TEM	Geçirimli Elektron Mikroskobu
TGA	Termal Gravimetrik Analiz
VSM	Titreşen örnek magnetometresi
XPS	X-Ray fotoelektron Spektroskopisi
XRD	X-Işını Kırınım yöntemi

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Nanokompozit üretim yöntemleri: a. Yukarıdan aşağıya b. Aşağıdan yukarıya	7
Şekil 2.2 Fe ₃ O ₄ kristal yapısı.....	12
Şekil 2.3 ZnO kristal yapıları: a. kübik kaya tuzu b. kübik çinko sülfür c. Hekzagonal	12
Şekil 2.4 Çeşitli biyokütle kaynakları	17
Şekil 2.5 Elektromagnetik spektrum	19
Şekil 2.6 Adsorpsiyon ve Desorpsiyon işlemleri	20
Şekil 2.7 Adsorpsiyon izotermelerinin altı karakteristik tipi	22
Şekil 2.8 Metilen mavisi yapısı	26
Şekil 3.1 Çalışmanın basamakları	34
Şekil 3.2 Biyokütle atıkları a) Çay b) Kimyon	37
Şekil 3.3 Ev tipi mikrodalga fırın.....	37
Şekil 3.4 Sıcaklık programlı fırın.....	38
Şekil 3.5 Değirmen.....	38
Şekil 3.6 Biyokütle temelli aktif karbon: a. çay fabrikası atıklarından üretilen b. kimyon atıklarından üretilen.....	38
Şekil 3.7 Geleneksel üretim deney düzeneği	39
Şekil 3.8 Döner katı faz mikrodalga reaktörü (SPMR).....	40
Şekil 3.9 Modifiye mikrodalga	42
Şekil 3.10 Yüzey alanı ve gözenek boyutu dağılım ölçüm cihazı	45
Şekil 3.11 Standart Çözeltiler (1, 2, 4, 6, 8 ppm).....	46
Şekil 3.12 25, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ppm derişimlerinde çözeltiler	47
Şekil 3.13 Karıştırıcı	47
Şekil 3.14 UV-VIS Cihazı.....	47
Şekil 4.1 Kimyon bitkisi atıkları ve çay fabrikası atıklarından elde edilen aktif karbonların adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri	50
Şekil 4.2 Kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımı	50
Şekil 4.3 Çay fabrikası atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımı	51
Şekil 4.4 Çay fabrikası ve kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımlarının karşılaştırılması.....	51
Şekil 4.5 Kimyon bitkisi atığının FTIR analizi.....	52
Şekil 4.6 Çay bitkisi atığının FTIR analizi	52

Şekil 4.7 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi	54
Şekil 4.8 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin gözenek boyut dağılımına etkisi	55
Şekil 4.9 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin 1-10 nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi	55
Şekil 4.10 Çinko oksit nanoparçacıklarının TEM görüntüsü.....	56
Şekil 4.11 Sinterleşmenin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi	57
Şekil 4.12 Sinterleşme işleminin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi	58
Şekil 4.13 Sinterleme işleminin 1-10 nm gözenek boyut dağılımına etkisi.....	58
Şekil 4.14 Mikrodalga süresinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi.....	60
Şekil 4.15 Mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi	60
Şekil 4.16 Mikrodalga süresinin 1-10 nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi	61
Şekil 4.17 Modifiye mikrodalga süresinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi	62
Şekil 4.18 Modifiye mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi.....	63
Şekil 4.19 Modifiye mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi.....	63
Şekil 4.20 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi.....	65
Şekil 4.21 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin gözenek boyut dağılımları	66
Şekil 4.22 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin 1-10nm arası gözenek boyut dağılımları	66
Şekil 4.23 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal tuzu eklenmiş kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi.....	67
Şekil 4.24 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımı	67
Şekil 4.25 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin 1-10nm gözenek boyut dağılımı.....	68
Şekil 4.26 Aktif karbona çinko ve demir tuzu eklenmesinin aşamalı XRD desenleri	70
Şekil 4.27 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi	71
Şekil 4.28 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi	72
Şekil 4.29 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin 1-10nm gözenek boyut dağılımına etkisi.....	73
Şekil 4.30 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi	74

Şekil 4.31 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımı	75
Şekil 4.32 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin 1-10nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi	75
Şekil 4.33 Farklı metal parçacık eklenmesinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi	77
Şekil 4.34 Farklı metal parçacık eklenmesinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi....	78
Şekil 4.35 Farklı metal parçacık eklenmesinin 1-10nm gözenek boyut dağılımına etkisi	78
Şekil 4.36 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesine ait adsorpsiyon/desorpsiyon grafiği.....	80
Şekil 4.37 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi	80
Şekil 4.38 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin 1-10 nm gözenek boyut dağılımına etkisi	81
Şekil 4.39 Çinko derişim etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri	83
Şekil 4.40 Kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbon ve farklı derişimlerde çinko çöktürülmüş kompozit malzemelerin metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri.....	84
Şekil 4.41 Sinterleme etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri.....	86
Şekil 4.42 Sinterlemenin metilen mavisi adsorpsiyon denge verilerine etkisi	87
Şekil 4.43 Mikrodalga süresinin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri	89
Şekil 4.44 Mikrodalga süresinin metilen mavisi adsorpsiyon denge verilerine etkisi	90
Şekil 4.45 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi.	92
Şekil 4.46 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisinin adsorpsiyon denge verileri	93
Şekil 4.47 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerjinin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi	95
Şekil 4.48 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri.....	96
Şekil 4.49 Farklı biyokütlenin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi	97
Şekil 4.50 Farklı biyokütlenin etkisi için adsorpsiyon denge verileri.....	98
Şekil 4.51 Sabit derişimde tüm kompozit malzemelerin adsorpsiyon kapasiteleri.....	100
Şekil 4.52 Sabit derişimde birim yüzey alanı başına adsorplanan boya miktarı.....	101

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 3.1 Çalışmada yer alan kısaltmalar ve açıklamaları.....	35
Çizelge 4.1 Farklı biyokütlelerden elde edilen aktif karbonların verimleri	48
Çizelge 4.2 Farklı biyokütlelerden elde edilen aktif karbonların elementel analizleri	49
Çizelge 4.3 Farklı biyokütlelerin yüzey alanı ve gözenek hacmi özellikleri	51
Çizelge 4.4 Kimyon bitkisinden üretilen aktif karbona farklı derişimlerde çinko çöktürme işleminin verime etkisi	53
Çizelge 4.5 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi	55
Çizelge 4.6 Farklı derişimlerde çinko çöktürülmüş kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbon kompozit malzemelerin verimlerine sinterleme işleminin etkisi.....	57
Çizelge 4.7 Sinterleme işleminin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi.....	58
Çizelge 4.8 Mikrodalga süresinin verime etkisi.....	59
Çizelge 4.9 Mikrodalga süresinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi.....	61
Çizelge 4.10 Modifiye mikrodalga süresinin örneklerin verimlerine etkisi.....	62
Çizelge 4.11 Modifiye mikrodalga süresinin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi.....	63
Çizelge 4.12 Farklı sıra ve sürede metal parçacık eklenmesinin verime etkisi.....	64
Çizelge 4.13 Farklı sıralama ve mikrodalga süresinde elde edilen kompozit malzemelerin yüzey alanı ve gözenek hacimleri.....	68
Çizelge 4.14 Geleneksel, katı faz mikrodalga reaktör ve modifiye mikrodalga fırın kullanıldığında elde edilen kompozit malzemelerin verimleri	70
Çizelge 4.15 Geleneksel ve mikrodalga üretimin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi	72
Çizelge 4.16 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisinin verime etkisi	74
Çizelge 4.17 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin yüzey alanı, gözenek hacmi	76
Çizelge 4.18 Farklı metal parçacık eklenmesinin verime etkisi	76
Çizelge 4.19 Farklı metal parçacık eklenmesinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi	77
Çizelge 4.20 Farklı sıra ve sürede metal parçacık eklenmesinin verime etkisi.....	79
Çizelge 4.21 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özellikleri.....	81
Çizelge 4.22 Kimyon atığından üretilen aktif karbon ve çinko derişiminin etkisinin incelendiği kompozitler için kalibrasyon verileri.....	82
Çizelge 4.23 Çinko derişim etkisi için metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri	83
Çizelge 4.24 Çinko çöktürülmüş kompozit malzemelerin Langmuir ve Freundlich katsayıları	85
Çizelge 4.25 Sinterleme etkisi için kalibrasyon doğru verileri	86

Çizelge 4.26 Sinterleme etkisi için metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri.....	87
Çizelge 4.27 Sinterlemenin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi	88
Çizelge 4.28 Mikrodalga süresinin etkisi için kalibrasyon doğru verileri	89
Çizelge 4.29 Mikrodalga süresinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri	90
Çizelge 4.30 Mikrodalga süresinin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi.....	91
Çizelge 4.31 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için kalibrasyon doğru verileri	92
Çizelge 4.32 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için adsorpsiyon denge verileri	92
Çizelge 4.33 Üretim yönteminin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi	93
Çizelge 4.34 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerjisinin etkisi için kalibrasyon verileri	94
Çizelge 4.35 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerji için adsorpsiyon denge verileri	95
Çizelge 4.36 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisinin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi.....	96
Çizelge 4.37 Farklı biyokütleden üretilen kompozit malzemeler için kalibrasyon doğrusu verileri.....	97
Çizelge 4.38 Farklı biyokütlenin etkisi için adsorpsiyon denge verileri.....	98
Çizelge 4.39 Farklı biyokütlenin etkisi için Langmuir ve Freundlich katsayıları.....	99

1. GİRİŞ

1970'lerden bu yana, sosyal ve ekonomik büyümedeki kritik önemine rağmen suyun kaynak geliştirmedeki rolü kısıtlanmıştır. Su önceleri belirli ihtiyaçları karşılama kabiliyetine göre değerlendiriliyorken 1980'lerde kentleşme, iklim değişikliği, nüfus artışı ve teknolojinin bir sonucu olarak çevresel kirlilik sorunları ortaya çıkmıştır. Su kalitesinin korunması ve adil su dağıtımı konuları gündeme gelmiştir. Su ve kaynak sürdürülebilirliği yürürlükteki yasalar artık bu kapsamında değerlendirilmekte ve suya erişim insan doğal hakkı olarak kabul edilmektedir (Küçükali 2013).

Çevresel kaygılar ve enerji depolama cihazlarına olan ihtiyacın artması, büyüleyici özellikleri nedeniyle metal oksit/ gözenekli karbon kompozitine olan ilgiyi artırmıştır. Araştırmacılar, metal oksitleri, özelliklerini iyileştirmek ve karbon ve metal oksitin dezavantajlarının üstesinden gelmek için karbon malzemelere entegre etmişlerdir. Takviye bazlı bir kompozit olan gözenekli karbon nanometal oksit kompoziti, sinerjik etkileri nedeniyle benzersiz özelliklere ve olağanüstü özgül kapasitansa sahiptir. Bu kompozitler düşük maliyetli, bol miktarda bulunan, hafif, yüksek yüzey alanına sahip ve iyi termal ve kimyasal kararlılığa sahiptir. Araştırmacılar, düşük maliyetleri, bol miktarda bulunmaları, hafiflikleri, yüksek yüzey alanları ve iyi termal ve kimyasal kararlılıkları nedeniyle kompozitlerin hazırlanmasıyla ilgilenmişlerdir. Bu tez çalışması aktif karbon metal oksit kompozitlerinin sentezini, özelliklerini ve uygulamalarını gözden geçirmektedir. Geniş yüzey alanları nedeniyle, gözenekli metal oksit karbon nanokompozitler, çevre sorunlarını ele almak için adsorbent malzemeler olarak yaygın şekilde kullanılmaktadır. İçinde daha fazla aktif bölgesi vardır. Gözenekli metal oksit karbon nanokompozit, oksidasyonu ve kendi kendine toplanmayı önleyerek adsorpsiyon oranını artırır ve elektrostatik etkileşimler yoluyla analit adsorpsiyonunu kolaylaştırır. Yeraltı sularının arıtılması için alternatif bir adsorbent malzeme oluşturma çalışmaları birçok farklı metal oksit karbon nanokompozitler ile yapılmıştır (Bijesh vd 2022).

Kompozitler iki ya da daha fazla bileşen veya fazdan oluşan ve oluşturdukları malzemeden belirgin şekilde farklı özelliklere sahip ürünlerdir. İstenilen özelliklere göre bir araya getirilerek daha üstün malzeme üretilmektedir. Dolayısıyla yapılan çalışmalara

bağlı olarak 2 ya da daha fazla malzemenin makro düzeyde tek bir malzemede birleştirilmesi kompozit malzemeyi meydana getirmektedir (İbrahim 2022).

Aktif karbon ile adsorpsiyon organik boyaların diğer kirleticilerden ayrılmasında önemli rol oynamakta bu yüzden bu konuda birçok literatür çalışması bulunmaktadır. Çünkü adsorbentler genelde geri kazanılabilir, çevre dostu ve düşük maliyetlidir.

Aktif karbonlar geniş yüzey alanı ve çeşitli kimyasal fonksiyonel gruplara sahip adsorbentlerdir. Geri dönüşümlülük özelliği vardır. Yüksek adsorpsiyon kapasitesine ve kimyasal kararlılıkları ile son derece gelişmiş gözenekli yapıya sahiptir. Atık sulardaki kirleticilerin uzaklaştırılmasında en sık kullanılan adsorbentlerdendir. Artan kirlilik seviyeleri nedeniyle özellikle yenilenebilir kaynaklardan özellikle tarım atıklarından elde edilebilecek uygun fiyatlı aktif karbon üretimi oldukça revaçtadır. Aktif karbon yalnızca atıksu arıtımı değil, gaz arıtımı, çözücü uzaklaştırma, enerji depolama gibi birçok alanda fayda sağladığından ilgi görmektedir. Aktif karbon üretimde kolayca elde edilebilir, çokça miktarda ve uygun maliyetli olması nedeniyle biyokütlelerden yararlanılmaktadır (Özbaş 2023).

Aktif karbonlar fosil, polimer ve biyokütleden üretilmektedir. Biyokütle her yerde yetiştirilip kolayca depolanabilir ve ekonomik olduğundan doğal olarak atık olarak çevrede bulunduğundan birçok biyokütle atığı aktif karbon yapımında kullanılmaktadır.

Biyokütle atıkları ise kullanımı sınırlı ve atık konumunda olduğundan bazen istenilen özelliklerin altında kalmaktadır. Özellikleri iyi olsa dahi iyileştirilerek daha çok adsorplama kapasitesine sahip olabilmektedir. Bu yüzden aktif karbonlarda farklı biyokütlelerden denemeler yapılmasının yanında modifikasyon, demineralizasyon vb. birçok işleme denemesi yapılmaktadır.

Farklı malzemelerin üstün özelliklerini bünyesinde barındırabilen kompozit malzemeler günümüzde araştırmaların yoğunlaştığı bir başka alandır. Metal oksitler nanoyapılarının yığın hallerine göre farklı özellikler sergilediği için bilimsel çalışmalarda

kullanılmaktadır. Özelliklerinden yararlanmak ve daha da iyileştirmek için başka metal oksit veya adsorbentlerle birleştirilme konusunda birçok çalışmaya yapılmıştır.

Bu çalışmanın amacı iki farklı biyokütleden üretilen (Kimyon atığı ve çay fabrikası atığı) aktif karbonların, manyetit (Fe_3O_4) ve çinko oksit (ZnO) metal oksitleri ile ikili ve üçlü kombinasyonları hazırlanmıştır. Kompozit malzemeler modifiye ev tipi mikrodalga ve katı faz mikrodalga reaktör sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Üretilen kompozit malzemenin yüzey alanı, gözenek boyut dağılımı, yüzey özellikleri vb. üretim parametrelerinin (mikrodalga süresi, metal oksit derişimi vb.) etkisi incelenmiştir. En uygun koşullarda elde edilen kompozit malzemelerin atık sularda önemli bir kirletici olan metilen mavisi adsorpsiyon kapasitesi test edilmiştir.

2. KURAMSAL TEMELLER VE KAYNAK ÖZETLERİ

2.1 Kompozit Malzemeler

Kompozit malzemeler, teknolojik ilerleme için gerekli olan malzeme optimizasyonunun hiç bitmeyen sürecinde büyük bir adımdır. Kompozit malzeme kavramı yeni ya da yakın tarihli değildir. Reçine içindeki cam lifleri, kemik, karbon siyahı, ahşap, kumla birleştirilmiş asfalt ve Portland çimentosu buna örnek olarak verilebilir. Kanıtlar, bu malzemelerin tarih öncesi dönemden bu yana çok uzun bir süredir kullanıldığını göstermektedir.

Genel olarak kompozit malzeme, uygun şekilde düzenlenmiş veya dağıtılmış iki veya daha fazla fiziksel ve/veya kimyasal olarak farklı faz içeren, aralarında bir arayüz bulunan ve bileşenlerden herhangi birinin tek başına temsil edemediği özelliklere sahip, imal edilmiş (ahşap gibi doğal olarak oluşan kompozitler hariç) bir malzeme olarak tanımlanır (Chawla 2012).

Kompozit malzemelerin kullanılacakları ortama uygun olarak geliştirilebilmesi ve oluşturulabilmesi, endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak kullanılmalarını sağlamaktadır. Kompozit malzemeler matris yapılarına göre üç kategoriye ayrılır: metal matrisli kompozitler, seramik matrisli kompozitler ve polimer matrisli kompozitler. Kompozit malzemeler iki temel bileşenden oluşur: takviye malzemesi ve matris. Birçok uygulama, kullanılan takviye ve matris elemanlarına bağlı olarak değişen olağanüstü mukavemeti ve tokluğu, şekillendirilebilirliği ve olağanüstü termal ve elektriksel nitelikleri nedeniyle metal matrisli kompozitleri seçmektedir (Salur vd. 2020).

2.2 Nanoteknoloji

Nanoteknoloji, nano ölçekteki malzemelerin incelenmesini tanımlamak için kullanılan en yaygın terimdir. Malzemelerin özellikleri, kütle daha küçük boyutlara ayrıldıkça değişir. Nano ölçekli malzemeler mekanik, optik ve elektriksel özellikler gibi alanlarda benzersiz

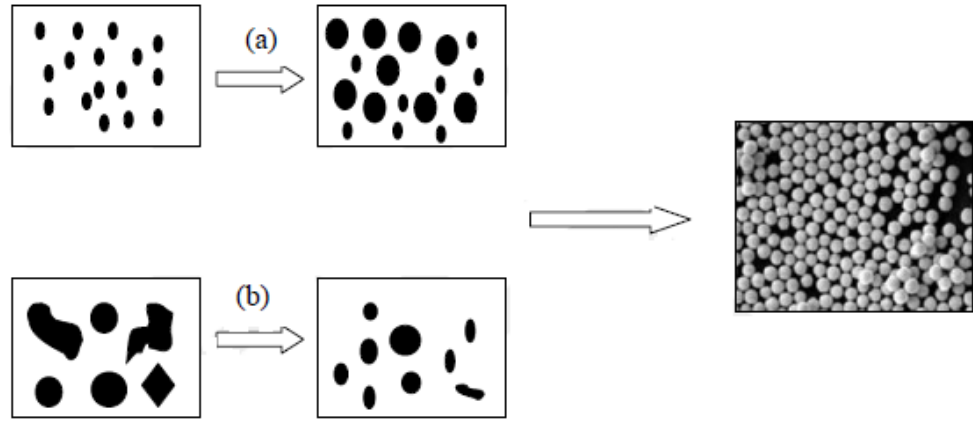
özelliklere sahiptir. Nano ölçekli malzemeler makro ölçekte gözlemlenenlerden önemli ölçüde farklı özellikler sergileyebilir. Örneğin bakır gibi opak bileşikler şeffaf hale gelebilir, altın gibi katı maddeler oda sıcaklığında sıvıya dönüşebilir, alüminyum gibi kararlı malzemeler alev alabilir, silikon gibi yalıtkanlar iletken hale gelebilir ve platin gibi inert malzemeler katalizör görevi görebilir. Nanopartiküllerin davranışı, bileşimlerinden ziyade yüzey alanları tarafından belirlenir. “Nanomalzeme” terimi, parçacıklara benzersiz kimyasal ve fiziksel özelliklerini veren son derece küçük malzemeleri tanımlar. Bu maddenin tek boyutu 100 nanometreye eşit veya daha küçüktür. Doğa nanoparçacıklara ev sahipliği yapmaktadır. Karbondan veya gümüş dahil herhangi bir malzemeden yapılabilir. Boyutları 1 ila 100 nm arasında değişmektedir. İnsan gözü bu malzemeleri algılayamadığından, özel mikroskoplarda ancak görüntülenir. Boyutları küçüldükçe malzemelerin kuantum özellikleri değişir. Küçük boyutları nedeniyle bu malzemeler mekanik arızalardan ve iç yapısal kusurlardan korunur. Yüzey/ hacim oranı ne kadar büyük olursa, sistem o kadar reaktif hale gelir. Bir dizi potansiyel çevresel etkiye sahip küçük, güçlü nesneler yaratmak için nano ölçekte mevcut olan farklı fiziksel özelliklerin uygulanması, belki de teknolojinin en çok çalışan alanıdır. Nanomalzemelerin sağladığı avantajlar gelecekte hemen her sanayi sektörünün gidişatını değiştirebilir. Nanoteknoloji, olağanüstü ve daha önce duyulmamış niteliklere sahip yeni malzemelerin yaratılması için yeni fırsatlar yaratmıştır. Özellikle, çeşitli nanomalzeme türlerinin bir araya getirilmesi, entegre nanomalzemeler olarak adlandırılan yeni bir malzeme sınıfı ortaya çıkarmıştır. Çevre araştırmaları, elektronik, sağlık ve enerji, bu malzemelerin dönüştürme potansiyeline sahip olduğu alanlardan sadece birkaçıdır. Entegre nanomalzemelerin hem günümüz hem de gelecek üzerinde büyük bir etkiye sahip olması beklenmektedir. Bu malzemeler günümüzde enerji depolama cihazları, ilaç dağıtım sistemleri ve biyosensörler de dahil olmak üzere birçok uygulamada kullanılmaktadır. Kompozit nanomalzemelerin geliştirilmesinin, sürdürülebilir enerji ve iklim değişikliği de dahil olmak üzere bugün dünyanın karşı karşıya olduğu en acil sorunlardan bazılarını ele alacak yeni ve daha etkili teknolojilerin geliştirilmesiyle sonuçlanması beklenmektedir. Karbon nanomalzemeler keşfedilmiş ve kullanılmaya başlanmış olup, biyoelektronik, biyosensörler ve nano tıp alanlarında geniş bir yelpazede yeni teknolojik alanlar açmıştır. Oksit metaller, karbon, manyetik ve endüstriyel/agroendüstriyel atıklar gibi farklı türdeki nanomalzemelerin entegrasyonu çok sayıda çalışmaya konu olmuştur. (Suhag vd. 2024)

2.3 Nanokompozit Malzemelerin Üretim Yöntemleri

Nanokompozitler 2 metot ile üretilir. İlki aşağıdan yukarıya bir diğer adıyla yapıcı yöntemdir. Bu yöntemde amaç atomdan kümelere ve nanoparçacıklara biriktirilmesidir. Ortak çöktürme, CVD, piroliz, sol-jel, spinning, ve biyosentez en yaygın olarak kullanılanlardır. İkincisi yukarıdan aşağıya veya yıkıcı yöntemdir. En sık kullanılanlar termal (ısı) ayrışma, mekanik öğütme, nanolitografi, lazer ile uzaklaştırma ve püskürtmedir. Aşağıdan yukarıya ve yukarıdan aşağıya metotlarının şematik gösterimi Şekil 2.1’ de gösterilmektedir (Acar 2020). Aşağıdan yukarıya yaklaşımın avantajları nanokabuklar, ultra ince nanoparçacıklar ve nanotüplerin tümünün üretilmesi, biriktirme parametrelerinin değiştirilebilmesi, dar bir boyut dağılımına sahip olması (1-20 nm) ve ekonomik bir süreç olmasıdır. Dezavantajları ise büyük miktarlarda üretim zorlukları olması ve nanopartiküllerin kimyasal olarak saflaştırılmasını gerektirmesidir. Yukarıdan aşağıya üretimlerin avantajları seri üretim olanağının olması, geniş bir alt tabakaya dağıtılabilmesi, kimyasalları saflaştırmanın gerekmemesidir. Ancak geniş çap aralığına sahiptir (10-1000 nm), değişken partikül formları veya morfolojileri oluşabilir, biriktirme parametrelerini düzenlemek zordur, hatalar safsızlık olarak ortaya çıkar, ayrıca pahalı ve karmaşık bir süreçtir (El-Khawaga vd. 2023).

2.3.1 Birlikte çöktürme yöntemi

Metal iyonlarının belirli molaritede bazik ortam koşullarında karıştırılarak çöktürülmesidir. Reaksiyon oda sıcaklığı veya yüksek sıcaklık koşullarında meydana gelebilir. Yapısında iyonik tür ya da türler içeren katı karıştırma sırasında çözelti fazından ayrılır. Çökelmenin homojen bir şekilde olması için ortama çökeltici ajanlar eklenir. Yöntem tehlikeli ya da aşındırıcı reaktifler, yüksek basınç gerektirmemesi vb. özelliklerinden çevre dostudur. Parçacıkların boyut dağılımının, şekil ve kompozisyonlarının belirlenen karakter ve boyutlarda olması adına çözelti pH’si, reaksiyon sıcaklığı, karıştırma hızı, maddelerin konsantrasyonuna dikkat edilmelidir (Ayvaz 2023).



Şekil 2.1 Nanokompozit üretim yöntemleri: a. Yukarıdan aşağıya b. Aşağıdan yukarıya (Acar 2020)

2.3.2 Sol-jel yöntemi

Sol-jel işlemi, özellikle metal oksit nanopartiküller olmak üzere farklı nanoyapılar oluşturmak için kullanılan kimyasal bir yöntemdir. Hidroliz veya alkoliz yoluyla bir jel oluşturmak için, bir moleküler öncü su veya alkol içinde çözülür, ısıtılır ve çalkalanır. Jel daha sonra özelliklerine ve kullanım amacına göre uygun yöntemler kullanılarak kurutulur. Sol-jel yöntemi uygun maliyetlidir ve ürünlerin kimyasal yapısı üzerinde üstün kontrol sağlar. Optik, elektronik, enerji, yüzey mühendisliği, biyosensörler, farmasötikler ve ayırma teknolojilerinin yanı sıra seramiklerde ve ince metal oksit tabakaları arasında bir arayüz olarak çok çeşitli endüstrilerde kullanılmaktadır. Öncüller homojen bir sol üretmek için kullanılır ve bu sol daha sonra bir jele dönüştürülür. Kurutulmuş jel, yüzey kaplamaları, bina yalıtımı ve giysi üretimi gibi uygulamalarda kullanılır ve özellikleri kurutma işlemine bağlı olarak değişir. Jel, özel değirmenler kullanılarak nanopartiküller halinde öğütülebilir (Bokov vd 2021).

2.3.3 Piroliz yöntemi

Piroliz, biyokütleden katı, sıvı ve gaz bileşikler üreten bir termal ayrıştırma işlemidir. Endüstride büyük ölçekte nanopartiküller üretmek için yaygın olarak kullanılır. Pirolizde alevle yanan bir öncü madde kullanılır. Öncül olarak adlandırılan az miktarda sıvı veya buhar, bir delikten yüksek basınçla fırına pompalanır. Bazı fırınlar, temel buharlaşma ve

yanmanın gerekleřtiėi plazma iin yksek sıcaklıklar retmek amacıyla alev yerine lazer kullanır. Pirolizin avantajları srekli olması, kullanım kolaylıėı, ekonomikliėi ve yksek verimliliėidir. Yenilenebilir kimyasallar ve yakıtlar retmek iin giderek daha popler hale gelen srdrlebilir bir yntem biyoktle pirolizidir (Acar 2020).

2.3.4 CVD yntemi

Bir substrat zerine ince bir gaz reaktan tabakası uygulama iřlemi kimyasal buhar biriktirme olarak bilinir. Gaz molekllerinin oda sıcaklıėında bir reaksiyon odasında birleřtirilmesi, biriktirme iřleminin nasıl yapıldıėını gsterir. Gaz ve sıcak bir yzey temas ettiėinde kimyasal bir reaksiyon gerekleřir. Geri kazanılan ve kullanılan yzeyde bu reaksiyon ince bir tabaka oluřturur. CVD'yi etkileyen faktrlerden biri de yzey sıcaklıėıdır. CVD'nin bir faydası da son derece saf, homojen, saėlam ve sert nanoparacıkların oluřmasıdır. CVD'nin dezavantajları zel ekipman ihtiyacı ve ok zehirli gaz yan rnleridir (Sabzi vd 2023).

2.3.5 Biyosentez yntemi

Biyosentez, toksik olmayan ve biyolojik olarak paralanabilen nanopartikller oluřturmak iin srdrlebilir ve evre dostu bir yntemdir. Biyosentez, biyolojik sindirim gibi kimyasal sreler yerine, ncllerle birlikte bakteri, bitki zleri, mantar vb. kullanarak nanopartikller oluřturur. zel ve sofistike nitelikleri nedeniyle, biyolojik olarak retilen nanopartikller biyomedikal uygulamalarda kullanılmaktadır (Geng vd. 2011).

2.3.6 Mekanik ėtme yntemi

Paracık boyutunu kltmek ve paracıkları yeni fazlara karıřtırmak iin kullanılan yntemlerden biri mekanik ėtmedir. Nano boyutlu tanelerin byk lekli retimi iin mekanik ėtme uygun maliyetli bir yntemdir. Sentez sırasında nanopartiklleri tavlama ve ėtmek iin kullanılan mekanik ėtme iřleminin bir parası olarak farklı elementler inert bir atmosferde ėtlr. Paracık řekli plastik deformasyondan etkilenir,

parçacık boyutu çatlaklar tarafından azaltılır ve parçacık boyutu soğuk kaynakla artırılır, bunların hepsi mekanik öğütme üzerinde etkilidir (Yadav vd. 2012).

2.3.7 Lazer ile uzaklaştırma yöntemi

Farklı çözücülerden nanopartiküller oluşturmak için kullanılan popüler bir tekniktir. Bir lazer ışını sıvı bir çözeltiye batırılmış bir metale yönlendirilip nanopartiküller üreten bir plazma bulutu yoğunlaştırılır. Metallerin geleneksel kullanımı, metal bazlı nanopartiküllerin sentezi için kimyasal indirgemelere alternatif sağlayan güvenilir bir yukarıdan aşağıya tekniktir. Özellikle yüksek performanslı ancak sınırlı miktarda ihtiyaç duyulan parçalar için üretim maliyetini ve teslim süresini azaltır. Bu yöntemde organik çözücülerde veya suda kimyasallar veya stabilize edici maddelere ihtiyaç duymadan stabil bir nanopartikül oluşturulduğundan ekolojik bir yöntemdir (Yu vd. 2019).

2.3.8 Nanolitografi

Minimum boyutu 1 ila 100 nm olan nanometrik ölçekli nesnelerin üretilmesi konusudur. Nanolitografide optik, çoklu foton, elektron bombardımanı, tarama probu litografisi ve nanobaskı dahil olmak üzere çok sayıda teknik kullanılmaktadır. Litografi, genel olarak, gerekli bir yapıyı veya şekli ışığa duyarlı bir madde üzerine basma tekniğidir; bu teknik, istenen şekli oluşturmak için malzemenin bir bölümünü seçici olarak ortadan kaldırır. Nanolitografinin başlıca faydaları arasında, gerekli boyut ve biçime sahip tek bir nanoparçacık yığını oluşturma yeteneği yer alır. Ekipmanın karmaşıklığı ve masrafı ise dezavantajlarıdır (Rao ve Vakkalagadda 2024).

2.3.9 Isıl (Termal) ayrışma

Termal ayrışma, metal oksit nanoyapıların üretimi için basit, ucuz ve kullanıcı dostu bir tekniktir. Saflık, kristal yapı, parçacık boyutu ve proses koşullarının kontrolü açısından avantajlıdır. Bu işlem yüksek verim sağlayabilir ve çözücüler, yüzey aktif maddeler veya karmaşık ekipmanlar gerektirmez (Sheikhhosseini 2017).

2.3.10 Püskürtme

Püskürtme yoluyla nanoparçacıkların bir yüzey üzerinde biriktirilmesi, parçacık iyonlarla çarpıştığında gerçekleşir. Nanoparçacıkların boyutu ve şekli yüzey tipi, sıcaklığı, süresi ve katman kalınlığı gibi özelliklere göre belirlenir (Kim vd. 2007).

2.4 Kompozit Malzemelerin Yapımında Kullanılan Temel Maddeler

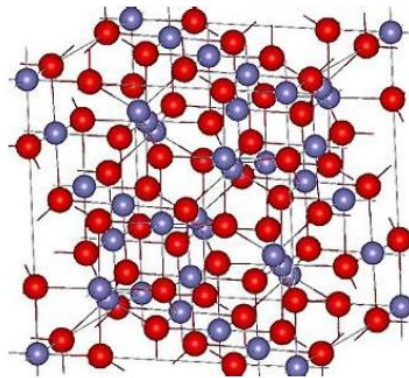
Kompozit malzemeler birden fazla maddenin farklı özelliklerinin sinerjik etkisinden yararlanmak için malzemelerin özelliklerini tek bir malzeme bünyesinde toplayarak üstün performans özellikleri sergileyen maddeler üzerine araştırmalar literatürde sürekli olarak yapılmaktadır. Bu konuda günümüzde de bilimsel araştırmalara sıklıkla rastlanmaktadır. Metal oksitler önemli özelliklere sahip malzemelerdir. Yüksek kimyasal ve yapısal kararlılık, yüksek yüzey alanı/hacim oranı, üstün elektrik/elektronik yığın ve elektrik yükü transfer özellikleri, kirletici moleküllerle kolay yüzey etkileşimi ve yeni dekontaminasyon döngülerinde malzemenin yeniden kullanım potansiyeli metal oksitleri ön plana çıkaran özelliklerindendir (Araújo vd. 2023). Özellikle adsorbent maddelerin yüzey özellikleri metal oksitler ile modifiye edilerek daha etkin hale getirilebilmektedir. Giderilmesi istenen kirletici madde böylece daha etkin olarak giderilmektedir. Bu konuda da literatürde çok sayıda çalışma yer almaktadır. Bakır (II) oksit-aktif karbon ile asit mavisi 129, çinko oksit-aktif karbon ile malakit, kurşun (II) oksit-aktif karbon ile metil turuncu, nikel katkılı çinko sülfür-aktif karbon ile kongo kırmızısı giderimi buna çalışmalara örnek olarak verilebilir (Bichave 2023).

2.4.1 Manyetit

Manyetik esaslı malzemelerin doğada bol miktarda bulunması ve fiziksel ve kimyasal özelliklerinin parçacık boyutuna göre değişiklik göstermesi, bunların çeşitli teknolojik alanlarda kullanılmasını daha mümkün hale getirmiştir. FeO, Fe₃O₄, Fe₂O₃, Fe-Pt, Co₃O₄, α-Fe, γ-Fe çalışmalarda keşfedilen manyetik oksitlerden birkaçıdır. Bunların yanı sıra, hem inorganik hem de organik yapılara sahip çeşitli metallerden yapılmış kompozitler de bulunmaktadır. Bugüne kadar en çok araştırılan manyetik nanopartiküller

ferrit nanopartiküller veya demir oksit nanopartiküllerdir (manyetit veya manyetit kristal yapısına sahip demir oksitler). Manyetit ve maghemitteki oksijen iyonları, benzer bir kristal yapı olan yoğun bir şekilde paketlenmiş kübik bir düzlemde düzenlenmiştir. Hegzahedral kafes etkileşimleri nedeniyle mıknatıslanma değerlerinde farklılık gösterirler. Fe^{+3} ve Fe^{+2} iyonları manyetit malzemesinde bulunur. Fe^{+2} iyonları yalnızca altı yüzlü sıralı mevcuttur, ancak Fe^{+3} iyonları hem altı yüzlü hem de dört yüzlüdür. Genellikle demir (II, III) oksit olarak adlandırılan manyetit, esas olarak eşit miktarda demir (II) ve demir (III) içeren bir demir oksitten oluşan bir mineraldir. Tortul, metamorfik ve magmatik kayaların tümü manyetit içerir. Adından da anlaşılacağı gibi manyetiktir; ferromanyetik, bu ve manyetik karaktere sahip diğer demir içeren mineralleri ifade eder. Oktahedral kristal sınıfına ait olan manyetitin üç boyutlu kristal yapısı, oksijen için kırmızı atomları ve demir için mor atomları gösterir (Şekil 2.2).

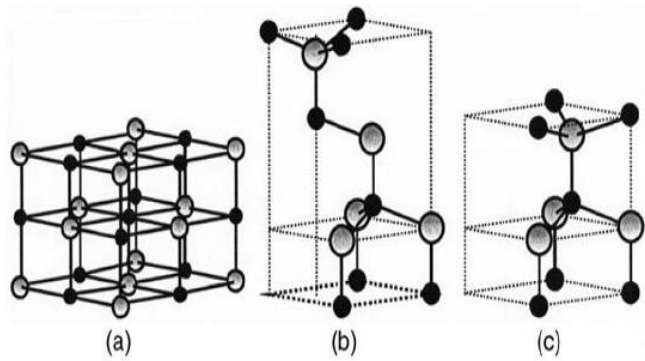
Nano ölçekli boyutları nedeniyle, manyetit nanoparçacıkları farklı manyetik özelliklere sahiptir. Bu özellikler partikülün boyutuna, şekline, kristallğine ve yüzey özelliklerine bağlıdır. Demir öncülleri, yüzey aktif maddeler, indirgeyici maddeler ve çözücüler gibi parçacıkları oluşturmak için kullanılan kimyasallar ve sentetik teknikler bu özellikler üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Sonuç olarak, uygulamalarının etkinliği manyetit nanopartiküller için uygun bir üretim tekniğinin seçilmesine bağlıdır. Manyetitin birincil kullanım alanı çelik üretimi için önemli bir demir cevheridir. Resim ve seramikler için pigment olarak, amonyak üretmek için Haber işleminde katalizör olarak ve çeşitli malzemeler ve işlemler için manyetik mikro ve nanopartiküller olarak daha fazla kullanım alanı vardır (Çiv 2019, El Maksur 2023).



Şekil 2.2 Fe_3O_4 kristal yapısı (El Maksur 2023)

2.4.2 Çinko oksit

Çinko oksit üç farklı kristal formunda tek birim kafes hücresi olarak ortaya çıkmaktadır. Bu yapılar şekil 2.3'te gösterilmektedir. Saf haldeki ZnO, standart şartlarda Hegzagonal (altıgen) yapıda yarı iletken metaldir. Geniş bant aralığına sahiptir Görünür bölgede optik bant aralığı $\sim 3,37$ eV'dir. UV ortamda optik bant aralığı da $\sim 3,33$ eV'dir. Geniş bant aralığı hem teknolojik hem bilimsel alanda önem kazanmasına sebep olmuştur (Çiv 2019).



Şekil 2.3 ZnO kristal yapıları: a. kübik kaya tuzu b. kübik çinko sülfür c. Hekzagonal (Çiv 2019)

Çinko oksit veya ZnO malzemesi birçok yönden büyüleyici ve özellikle nanoteknoloji ve nanobilim alanlarında çok önemlidir. Belirli bir boyut aralığında deneysel olarak kuantum hapsedme etkisi sergileyen nadir oksitler arasında çinko oksit de bulunmaktadır. Çinkonun nano ölçekli özellikleri, belirli özelliklere ve geniş bir yüzey alanına sahip olmasını sağlar. Çinkonun çinko sülfür (ZnS) veya çinko karbonat (ZnCO_3) gibi mineral formları tipik olarak doğada bulunur. Çinkonun günlük hayatta birçok önemli uygulaması vardır. Camın optik niteliklerini artıran bir katkı maddesi olarak, kauçuk ve plastikleri güçlendirici ve stabilize edici olarak, seramiklerde rengini ve dayanıklılığını yönetmeye yardımcı olarak, boya endüstrisinde daha dayanıklı hale getirerek ve beyaz pigment olarak, gıda takviyeleri ve ilaçlarda vücudun ihtiyaç duyduğu bir mineral olarak, gıda ambalajlarında ambalajı daha dayanıklı hale getiren koruyucu kaplamaların bir bileşeni olarak kullanılır (Keleşoğlu 2024).

2.4.3 Aktif karbon

En önemli karbon türlerinden biri olan aktif karbon, büyük hacimde mikro gözeneklere ve yüksek yüzey alanına sahiptir. Aktif karbon 3000 m²/g'a kadar spesifik yüzey alanına sahip olduğundan, ağır metaller de dahil olmak üzere inorganik kirleticilerin sudan uzaklaştırılmasında oldukça etkilidir. Aktif karbon kullanılarak civanın sudan uzaklaştırılması araştırmalar arasındadır. Kimyasal süreçlerde yer alabilir veya kataliz için bir destek görevi görebilir. Aktif karbonlar son zamanlarda enerji dönüşümü ve depolanmasında kullanım alanı bulmuştur (Gan 2021).

Aktif karbonu karakterize eden başlıca özellikleri gözenek yapısı ve iç yüzey alanıdır. Aktif karbonlar 2nm'den daha küçük çaplı ise mikro gözenek, 2-50nm çaplı ise mezo gözenek, 50nm'den daha büyük ise makro gözenek olarak adlandırılır. Kullanım amacına göre gözenek boyutu seçilmektedir (Helvacı ve Korkmaz 2024).

Aktif karbon yapmak için geleneksel olarak odun kömürü veya kömür kullanılır. Ancak, sürdürülebilir olması nedeniyle, yenilenebilir kaynaklardan aktif karbon üretmek daha fazla ilgi çekicidir. Yetiştirilen çim ve ağaç yaprakları için çok sayıda olası endüstriyel kullanım araştırılmıştır. Toluene adsorpsiyonu için bir aktif karbon ürünü oluşturmak amacıyla, rutin palmye ağacı kesimi sırasında üretilen hurma ağacı dalları karbonize edilmiştir. Bazı biyokütleler daha düşük bir maliyetle yüksek konsantrasyonlu katyonik boyaların adsorpsiyonu için doğrudan kullanılabilirse de, karbonize aktif sorbentler daha yüksek boya giderme etkinliği göstermiştir. Tipik olarak, köri ağaçlarının gövdesi tarımsal çöp olarak kabul edilir. Köri ağacı kabuğu karbonize edilerek aktif karbon elde edilmiş ve bu da katma değerli bir ürüne dönüştürüldüğünde atık sudaki kristal mor pigment boyar maddeyi aktif karbon kullanarak gidermeyi başarmışlardır. Odun, ağaç kabuğu ve yaprakları, otlar ve köklerden aktif karbon üretimi de biyolojik kaynakların çeşitliliği ve miktarı ile göz önüne çıkmaktadır (Gan 2021).

Aktif karbonun özellikleri sıcaklık, ısıtma hızı ve parçacık boyutu gibi bir dizi parametreden etkilenebilir. Aktif karbon sentezlemek için genellikle iki temel yöntem kullanılır: kimyasal aktivasyon ve fiziksel aktivasyon. Üretim sürecinde kullanılan

kimyasal aktivatörün türü, malzemenin emdirildiği sürenin uzunluğu, karbonizasyonun sıcaklığı ve süresi, hammaddenin kimyasal yapısı ve diğer unsurların tümü bu iki süreç üzerinde önemli etkiye sahiptir (Gayathiri vd. 2022)

2.4.3.1 Fiziksel aktivasyon

Fiziksel aktivasyon tipik olarak karbonlu bir malzemenin orta sıcaklıklarda karbonlaştırılmasını ve ardından ortaya çıkan kömürün hava, buhar, karbondioksit (CO₂), azot (N₂) veya bu gazların kombinasyonları gibi uygun oksitleyici gazlara maruz bırakılırken yüksek sıcaklıklarda (>800 °C) aktive edilmesini içeren iki aşamalı bir işlemdir. CO₂ kullanımı kolay olduğu ve aktivasyon adımı kontrolünü iyileştirdiği için sıklıkla aktivasyon gazı olarak kullanılır. Karbonizasyon, biyokütle atığındaki nemi ve uçucu maddeleri ortadan kaldırarak, karbonca zengin malzeme oluşturur ve bu malzeme de CO₂ ve buhar gibi oksitleyici bir ajan kullanarak gazlaştırma yoluyla gözeneklerin oluşmasına neden olur. Yüksek aktivasyon sıcaklığında karbonizasyon sırasında uçucu maddede bir azalma ve sabit karbondaki bir artış gözlenir. Sonuç olarak, yüksek verimli bir aktif karbon üretmek için yüksek kül içeriğine ve düşük sabit karbona sahip lignoselülozik biyokütleler hammadde olarak uygun değildir. Partikülün dış katmanını ortadan kaldırarak, CO₂ aktivasyonu makro gözenekleri ve mezo gözenekleri genişletir ve açar, daha fazla mikro gözenek oluşturur. Gayathiri vd. tarafından yapılan bir araştırmaya göre, mısır koçanından buhar aktivasyonu ile üretilen aktif karbonun, CO₂ aktivasyonu üretilen aktif karbon ile kıyaslandığında daha büyük bir yüzey alanına ve daha iyi gözenek oluşumuna sahip olduğunu bulmuşlardır. Adsorbent olarak kullanılabilecek yüksek kaliteli aktif karbon üretiminde başlangıç maddesinin özellikleri ve aktivasyon maddesinin türü (Asidik, bazik vb.) önemli rol oynamaktadır. (Gayathiri vd. 2022).

2.4.3.2 Kimyasal aktivasyon

Fiziksel aktivasyonun aksine kimyasal aktivasyon, genellikle oksidanlar ve dehidrasyon ajanları gibi kimyasal aktivasyon ajanlarının doğrudan başlangıç maddesi ile karıştırılması ve karbonizasyon/aktivasyon aşamalarının aynı anda gerçekleştirilmesiyle

yapılmaktadır. Bu tür bir aktivasyon sürecinin birçok faydası arasında, daha fazla gözenekli daha iyi aktif karbon üreten daha düşük sıcaklıklarda tek bir adımda tamamlanma yeteneği ve tehlikeli kimyasalların çevreye salınmasından kaynaklanan su ortamında ötrofikasyon gibi çevresel zararı azaltmak için bu adımda kullanılan kimyasal reaktifleri geri kazanma yeteneği bulunmaktadır.

Fosforik asit, çinko klorür ve potasyum hidroksit en sık kullanılan aktive edici maddelerdir. Bu kimyasallar genel olarak ilk adımda biyokütle atığına emdirilmekte ve bunu karbonizasyon aşaması takip etmektedir. Bazı kimyasal aktivasyon maddeleri aşlangıç maddesi ile etkileşmediği durumda, başlangıç maddesi bir ön karbonizasyon işleminden geçirilir ve karbonize örneğe kimyasal aktivasyon maddesi emdirilir ve bunu karbonizasyon işlemi takip eder. Kimyasal aktivasyon adımı genellikle 500 °C'den daha yüksek sıcaklıklarda gerçekleştirilir. Son aşamada aktif karbondan aktivasyon maddesi yıkama ile uzaklaştırılır.

Yüksek spesifik yüzey alanına sahip aktif karbon oluşturmak amacıyla, kimyasal aktivasyon maddesinin türü, emdirme oranı ve süresi, karbonizasyon sıcaklığı, karbonizasyon süresi ve ısıtma hızı gibi parametreler önemli rol oynar (Gayathiri vd. 2022).

2.4.3.3 Biyokütle

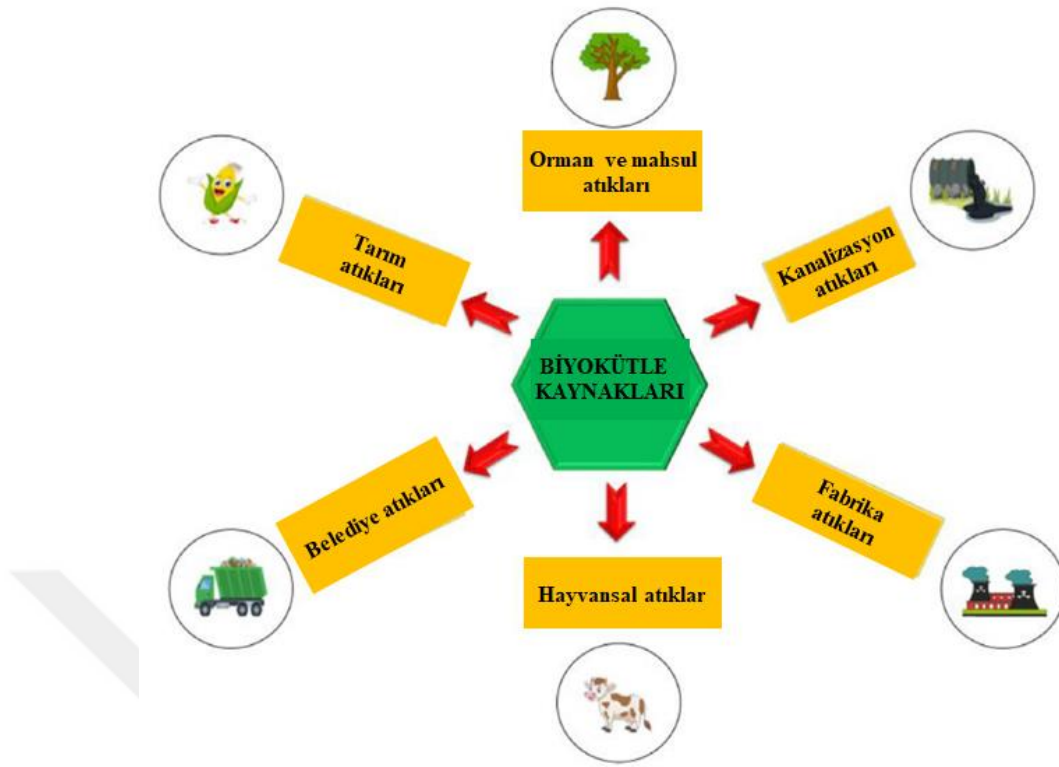
Aktif karbon üretiminde başlangıç maddesi olarak en yaygın kullanılan biyokütlelerdir. Çünkü yüksek miktarda bulunan ve yenilenebilen bir kaynaktır. Tez kapsamında başlangıç maddesi olarak biyokütleler kullanıldığı için bu kısımda biyokütleler ile ilgili detaylı bilgi verilecektir. Özellikle bitki ve hayvan kaynakları baz alınarak çok küçük organizmalardan çok büyük bitki artıklarına kadar enerji üretiminde kullanılabilen tüm materyaller biyokütle olarak adlandırılabilir. Yenilenebilir bir enerji kaynağı olarak biyokütle, dünyanın birincil enerji ihtiyacının yaklaşık %10'unu karşılamaktadır (Şenol vd. 2017). Biyokütleler, elektrik ve ısı enerjisi üretiminde, kimyasal ham madde kullanılabildiği gibi faydalı kimyasal bileşenler içerdiğinden endüstriyel süreçlerde de kullanılabilir özelliktedir (Korkmaz 2021).

Biyokütle atığının üç ana bileşeni, değişen miktarlarda bulunan selüloz, hemiselüloz ve lignindir. Yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahip aktif karbon oluşturmak veya sentezlemek için optimum karbonizasyon işleminde kilit bileşen, fizikokimyasal özellikleri de dahil olmak üzere biyokütle atığının yapısında bulunan bileşenlerdir. Sentezlenen aktif karbonun spesifik yüzey alanı çoğunlukla başlangıç maddesinin karbon içeriği tarafından belirlenir. Biyokütle türünün ve lignoselülozik bileşenlerin verimli bir aktif karbonun oluşturulmasında kritik bir rol oynadığı birçok çalışma ile ortaya konulmuştur (Gayathiri vd. 2022). Nanoparçacık hazırlamada kullanılan farklı biyokütle kaynakları Şekil 2.4' te verilmiştir.

2.4.3.3.1 Çay fabrikası atığı

Çay dünya genelinde çok fazla tüketilen bir içecektir. Dünyada 2022 yılında 29.8 milyon ton yaş çay üretilmiştir. Türkiye de ise 2023 yılında üretilen çay miktarı 1.4 milyon tondur (Erkal 2024).

Çay bitkinin ilk üç yaprağından üretilmektedir. Ancak bitkinin daha fazla kısmı kesilmekte ve uç yaprakları haricindeki kısım fabrika atığı olarak adlandırılmaktadır. Bu atık farklı amaçlar için kullanılmaktadır. Atık miktarının fazla olması bu atıkların değerlendirilmesi için çeşitli çalışmaların yapılmasına neden olmuştur. Bunlardan en önemlisi atığın karbonca zengin ve yenilenebilir olmasıdır. Bu özellikleri nedeni ile aktif karbon üretimi için başlangıç maddesi olarak kullanılmıştır. Bu konuda literatürde çok sayıda çalışma yer almakta ve halende devam etmektedir. Örneğin Yağlıkçı vd. 2020 atık çaydan hazırlanan sülfür katkılı aktif karbon süperkapasitörlerin performansını incelemişlerdir. Çay atık biyokütlesinin biyoadsorbentlere, tarımsal komposta veya hayvan yemine dönüştürülmesi, şimdiye kadar potansiyel pratik kullanımına ilişkin araştırmaların odak noktası olmuştur; ancak bu alanda daha fazla çalışmaya ihtiyaç vardır ve alternatif çözümler önerilmelidir (Crespo- L'opez 2024)



Şekil 2.4 Çeşitli biyokütle kaynakları (Bizhave vd. 2023)

2.4.3.3.2 Kimyon fabrikası atığı

Kimyon bitkisi antik çağlardan beri baharat olarak kullanılmaktadır. Aslen İran ve Akdeniz kökenli olan kimyon bitkisi günümüzde Türkiye, İran, Hindistan ve diğer birkaç yerde daha yetiştirilmektedir. Çoğunlukla baharat olarak kullanılan kimyon, maydanozgiller familyasına ait hoş kokulu ve tedavi edici bir bitkidir. Ülkemizde ve dünyada kimyon bitkisi gıda ve ilaç endüstrisinde kullanılmaktadır. Ülkemiz dünyanın en büyük kimyon üreticilerinden biridir ve bu konuda çok fazla atık üretir. Atıklar öncelikle bulunduğu yerde yakılarak imha edilir ve herhangi bir amaç için kullanılmaz (Taş 2017).

2.5 Mikrodalga Enerji

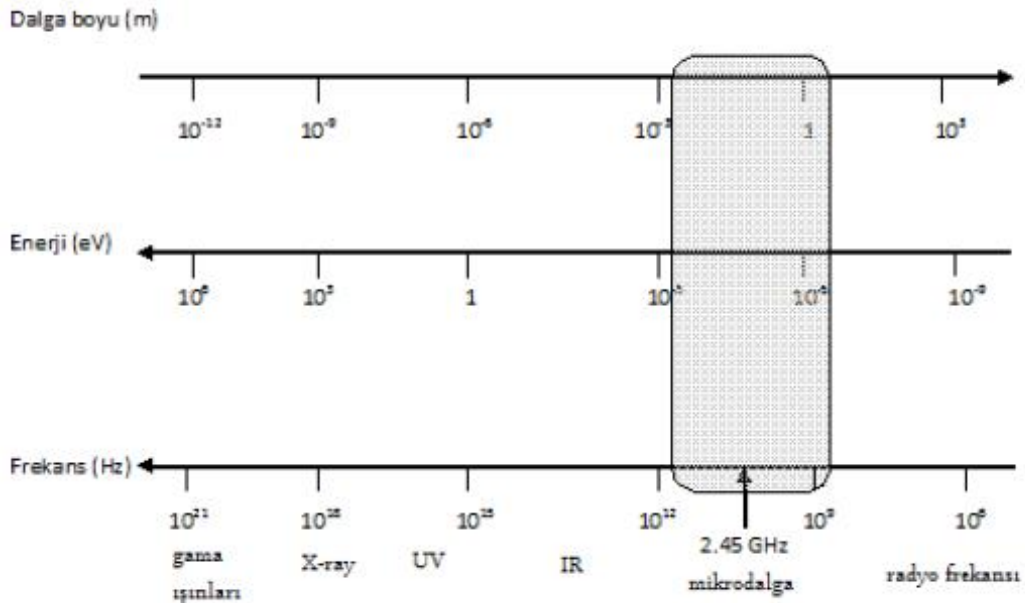
Evlerde ve kimyasal reaksiyonlar için kullanılan mikrodalga fırınlar tipik olarak 2.45 GHz' de çalışır. Sonuç olarak, Şekil 2.4 elektromanyetik spektrumun mikrodalga kısmının 1 cm ile 1 m arasında olduğunu göstermektedir. Mikrodalgalar, kimyasal bağların ve mikrodalga fotonlarının enerjisi nedeniyle doğrudan yapıyı değiştiremez, iyonize edemez

veya bağları kıramaz. Sonuç olarak, 2.45 GHz enerji sadece moleküllerin dönme hareketlerini etkileyebilir. Uyarılmış moleküllerin kinetik enerjisi, mikrodalga enerjisi emildiğinde yükselen tek şeydir. Bu, reaksiyona aktivasyon enerjisinin üstesinden gelmek ve daha hızlı ilerlemek için ihtiyaç duyduğu enerjiyi verir (Menteşe 2008).

Günümüzde birçok yerde geleneksel fırınlar yerini mikrodalga fırınlara bırakmaya başlamıştır. Yüksek ısıtma hızları, yüksek reaksiyon hızları, yüksek reaksiyon seçiciliği ve yüksek ürün verimi gibi avantajları nedeniyle, mikrodalga fırınlar geleneksel yöntemlere kıyasla zaman ve enerji tasarrufu sağlar (Hu vd. 2004).

2.6 Adsorpsiyon

Adsorpsiyon, gaz veya sıvı fazda çözünen maddelerin ve sıvı içerisinde bulunan molekül veya iyonların bir katının yüzeyine tutunması olarak tanımlanabilir. Desorpsiyon ise yüzeye yapışan iyon veya serbest moleküllerin bir katı yüzeyden ayrılmasıdır. Katı yüzeyine tutunan maddeye adsorbat/ adsorplanan, maddeyi tutana adsorbent denir. Şekil 2.5 adsorpsiyon ve desorpsiyon işlemlerini göstermektedir.



Şekil 2.5 Elektromagnetik spektrum (Menteşe 2008)

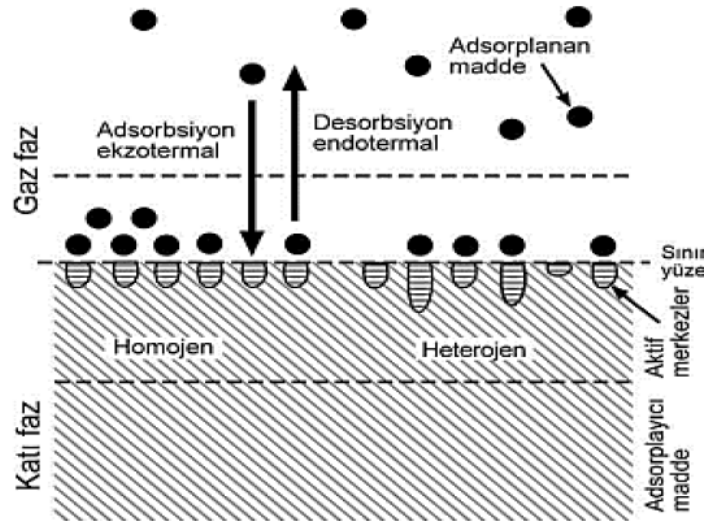
2.6.1 Adsorpsiyon çeşitleri

Adsorplayıcı ve adsorplanan arasında Fiziksel, Kimyasal ve İyonik Adsorpsiyon olmak üzere 3 tür adsorpsiyon vardır.

Fiziksel adsorpsiyonda adsorplanan madde, zayıf Van der Waals moleküller arası etkileşimleri nedeniyle katı bir yüzeye yapışır. Adsorbe edilen maddenin molekülleri arasındaki çekim kuvvetleri, katı bir yüzeyde adsorpsiyon sürecinin gerçekleşmesine neden olur. Bu durumda, söz konusu zayıf Van der Waals kuvvetleri nedeniyle süreç tamamen tersine çevrilebilir. Yüzeyde, adsorbe edilen molekül hareketlidir. Adsorpsiyon sırasında yoğunlaşma sırasında olduğundan biraz daha fazla ısı açığa çıkar. Adsorpsiyon enerjisi 10 kcal/mol'den azdır.

Kimyasal adsorpsiyon adsorbe edilen malzeme ile katı yüzeyi arasındaki kimyasal reaksiyonun bir sonucudur. Daha güçlü kimyasal bağlar, tersinmez bir reaksiyon ve tek katmanlı olması bu tür adsorpsiyonun özellikleridir. Adsorbat partiküller yüzeyde hareketsizdir. Reaksiyonun ısısı, adsorpsiyon sırasında yayılan ısıdan daha azdır. Adsorpsiyon ısısı 40 kcal/mol'ü aşar. Adsorpsiyon için bir aktivasyon enerjisi gereklidir ve bu enerji sıcaklıkla birlikte artar.

İyonik adsorpsiyon elektrostatik çekim kuvvetlerinin, bir iyonun katı bir yüzeye seçici olarak bağlanmasında etkili olmasıyla tanımlanır. İyon değişimi, yüzeye yapışmış iyonlara eşit yüklü ilave iyonlar yüzeyden ayrıldığında meydana gelir. İyonlar, elektrostatik çekim kuvvetleri tarafından yüzeyin yüklü bölgelerine bağlanır. Bu durumda, adsorplayan ile adsorplananın iyonik güçleri çok önemlidir. İki iyondan küçük olanı, eğer yükleri eşitse tercihen yüzeye adsorbe edilir. Bu üçü tipik olarak adsorpsiyon olaylarında birlikte veya ardışık olarak gözlemlenir (Elik 2024).



Şekil 2.6 Adsorpsiyon ve Desorpsiyon işlemleri (Elik 2024)

2.6.2 Adsorpsiyonu etkileyen etmenler

Adsorpsiyonu etkileyen etmenler adsorbanın kimyasal ve fiziksel özelliklerine ve gerçekleştiği ortamın koşullarına bağlıdır. pH, adsorban miktarı, temas süresi, adsorbanın yüzey alanı ve partikül boyutu, gözenek yapısı ve gözenek boyutu dağılımı, türü ve yüzey özellikleri gibi faktörler, adsorpsiyon mekanizmasını etkilemektedir.

- pH'ın etkisi: Adsorbanın yüzey özelliklerini doğrudan etkileyebilecek en önemli süreç değişkenlerinden biridir. Malzemelerin önemli bir özelliği, sıfır yük noktasındaki pH'dır (pH_{PZC}). pH, pH_{PZC} 'nin üzerinde olduğunda malzeme negatif yüklü, bu değerin altında ise pozitif yüklüdür. Ayrıca, asidik veya bazik bileşenlerin iyonlaşma derecesi de adsorpsiyonu etkiler.

-Birlikte bulunan iyonların etkisi: Çözeltide birlikte bulunan iyonların adsorban yüzeyinde adsorpsiyon miktarını değiştirmesi, adsorbatın uzaklaştırma verimliliğini büyük ölçüde etkiler.

- Adsorban miktarının etkisi: Adsorpsiyon için daha fazla bağlanma noktası genellikle daha yüksek adsorban miktarlarıyla ilişkilidir. Miktar arttıkça adsorpsiyon hızı bir miktar artar; ancak daha yüksek adsorban miktarlarında kümeler oluştuğunda aktif bölgelerin sayısı azalır ve adsorpsiyon hızı düşebilir.

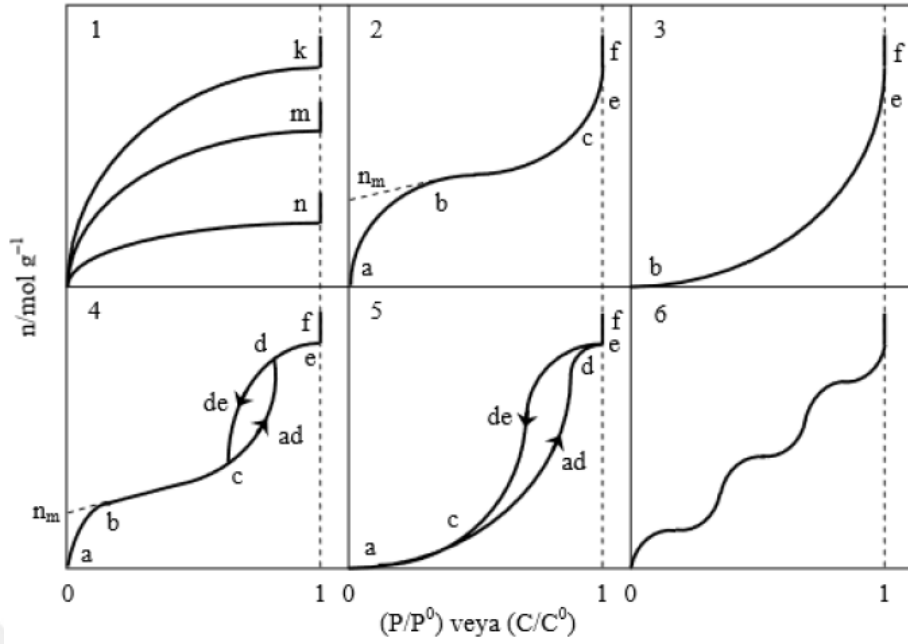
- Sıcaklığın etkisi: Çözelti sıcaklığı, adsorbanların genişleme yapısını, iyonların hareketliliğini ve katı/sıvı arayüzünü etkileyen parametrelerden biridir.
- Temas süresinin etkisi: Adsorbat ve adsorban arasındaki etkileşimin bir yansımasıdır. Adsorpsiyon dengeye ulaştığında, temas süresi tamamlanmış olur. Bu parametre adsorpsiyon sürecini ekonomik olarak da etkilemektedir (Söğüt ve Gülcan 2023).

2.6.3 Adsorpsiyon izotermi ve denklemleri

Adsorpsiyon izotermi, çözeltideki adsorbe olmayan C_e maddesinin konsantrasyonu (mg/l) ile denge sırasında sabit sıcaklıktaki adsorbe olan q_e maddesinin miktarı (mg/g) arasındaki ilişkiyi gösteren diyagramlardır. Adsorpsiyon sürecini anlamak için en etkili yöntem izotermidir (Elik 2024). Çeşitli derişimlerde hazırlanan çözeltiler, bilinen miktarda adsorbent ile dengeye geldiğinde elde edilen verilerden bu izotermi üretilir. Adsorpsiyon işlemi sırasında sıvı faz derişimde ve gaz faz basınçta değışiklikler meydana gelir. Birim adsorban başına adsorbat miktarına karşı bağıl denge derişimi C/C° veya bağıl denge basıncı P/P° grafiğı çizilerek adsorpsiyon izotermi üretilir.

Adsorpsiyon izotermi'nin altı karakteristik tipi IUPAC sınıflandırması Şekil 2.6' da verilmiştir.

Tip 1: Bu bir tek tabakalı kimyasal adsorpsiyon izotermidir. Düşük adsorpsiyon gücüne sahip makromoleküllerin ve güçlü adsorpsiyon gücüne sahip mikro moleküllerin gözenekleri mono seviyede dolduğunda adsorpsiyon tamamlanmış olacaktır. Dolayısıyla makro ve mikro moleküllerin adsorpsiyon izotermi (k, m, n) yükseklik haricinde benzer şekildedir.



Şekil 2.7 Adsorpsiyon izotermlerinin altı karakteristik tipi (Karasarı 2024)

Tip 2: İzotermi bazı kısımları tek tabakalı adsorpsiyona sahipken, diğer kısımları çok tabakalı adsorpsiyona sahiptir.

Tip 3: Bu tipe uygun adsorpsiyon izotermi, adsorpsiyon gücü son derece düşük olan katılarda bulunur.

Tür 4: Bu türde adsorpsiyon ve desorpsiyon izotermi izlediği yollar farklılık gösterir. İzoterm, belirli bölgelerde kılcak yoğunlaşma, diğerlerinde tek tabakalı adsorpsiyon ve diğerlerinde çok tabakalı adsorpsiyon sergiler. Bu tür tipik olarak mikro gözenekli ve mezo gözenekli malzemelerin adsorpsiyon izotermi içinde bulunur.

Tip 5: İzotermi ac rotası boyunca ya tek tabakalı ya da çok tabakalı adsorpsiyon meydana gelir. cd yoluna kılcak yoğunlaşma eşlik etmektedir. Güçlü bir adsorpsiyon etkisi ile mezo gözenekli adsorbanlar üzerindeki adsorpsiyonu sembolize eder.

Tip 6: Çoğunlukla mikro gözenekler ve çeşitli boyutlarda mezo gözenekler içeren katılardaki adsorpsiyon izotermi tasvir eden son derece nadir bir izoterm türüdür.

Adsorpsiyon dengeye yaklaştığında ve sıcaklık sabit kaldığında, adsorpsiyon süreci aşağıdaki denklem (2-1) ile temsil edilebilir.

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad (2.1)$$

q_e : Adsorpsiyon kapasitesi (mg/g, mol/g)

C_0 : İlk derişim (mg/L, mol/L)

C_e : Denge derişimi (mg/L, mol/L)

V : Çözelti hacmi (L)

m : Adsorbanın kütlesi (g)

Adsorpsiyon izotermi arasında Polonyi, Fowler, Kiselev, Harkins Jura, Temkin gibi birçok matematiksel model varken en yaygın olanları Freundlich, Langmuir ve Branauer-Emmett-Teller (BET) izoterm denklemdir.

2.6.3.1 Langmuir izotermi

Langmuir izoterm modeli, tüm aktif bölgelerin adsorbat molekülleri ile aynı enerji ve temas

gücüne sahip olduğunu ve adsorpsiyonun homojen bir yüzeyde ve tek bir tabaka halinde gerçekleştiğini varsayar. Langmuir denklemi aşağıdaki denklemle ifadesi (2-2) edilebilir.

$$q_e = \frac{q_m \cdot K_L \cdot C_e}{1 + K_L \cdot C_e} \quad (2.2)$$

q_m : Adsorbanın maksimum adsorplama kapasitesi (sabit)

K_L : Langmuir adsorpsiyon sabiti

Denklem 2-2 doğrusallaştırıldığında denklem 2-3 elde edilir.

$$\frac{C_e}{q_e} = \frac{1}{K_L \cdot q_m} + \frac{1}{q_m} C_e \quad (2.3)$$

Yukarıdaki denkleme göre C_e 'ye karşı C_e/q_e grafiğe geçirildiğinde doğrunun eğiminden q_m , kaymasından ise K_L değerleri bulunmaktadır.

K_L değeri adsorbatın adsorban yüzeyine olan bağlanma eğilimini ifade eder. Bu değer olduğunda adsorbatın yüzeye daha güçlü bağlandığını ve adsorpsiyonun daha kolay gerçekleştiğini, düşük olduğunda adsorbatın yüzeye daha zayıf bağlandığını ve adsorpsiyonun daha zor gerçekleştiğini gösterir. q_m sabiti ise yüzeyin tamamen adsorbat molekülleriyle kaplandığı durumu ifade eder yani adsorbanın birim kütlesi başına adsorbe edebileceği maksimum adsorbat miktarını gösterir.

2.6.3.2 Freundlich izotermi

Çok tabakalı adsorpsiyonu varsayan Freundlich izoterm modeline göre, adsorban yüzeyi adsorpsiyon alanı ve enerjisi açısından heterojendir. Freundlich izotermi denklem 2-4' de verilmiştir.

$$q_e = K_f \cdot C_e^{\frac{1}{n}} \quad (2.4)$$

K_f = Freundlich sabiti

n = sabit ($n > 1$)

Denklem doğrusallaştırıldığında 2.5 denklemini elde edilmektedir.

$$\ln q_e = \ln K_f + \frac{1}{n} \ln C_e \quad (2.5)$$

Bu doğrusallaştırılmış denklemin grafiği çizilirken, eğim ve kayma değerleri n , K_f değerlerini belirlemek için kullanılabilir. K_f Adsorbanın tutma gücünü ifade ederken, n yüzeyin ne kadar heterojen olduğunu gösterir. Yüksek K_f değerleri, adsorbanın daha yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahip olduğunu gösterir. Yani adsorbanın belirli bir konsantrasyonda daha fazla adsorbatı tutabileceği anlamına gelir.

2.6.3.3 BET izotermi

Azot gazı adsorpsiyon tekniği, 77 K'de sıvı azot ortamında yüzey alanını ve gözenekliliğini ölçen Brunauer Emmet Teller (BET) yönteminin temelidir. BET yüzey alanı hesaplanırken yalnızca adsorpsiyon verileri dikkate alınır. Langmuir modeline dayalı BET denkleminin son hali denklem (2-6) ile sağlanmaktadır.

$$\frac{1}{V[(\frac{P_0}{P})-1]} = \frac{1}{V_m C} + \frac{C-1}{V_m C} \left(\frac{P_0}{P}\right) \quad (2.6)$$

Hacim değeri veya V_m , $\frac{1}{V[(\frac{P_0}{P})-1]}$, ye karşı $\frac{P_0}{P}$ grafiğe geçirildiğinde ortaya çıkan eğim ve kayma değerleri alınarak belirlenir.

Bir azot molekülü tarafından işgal edilen alanın, bir gramlık bir katının yüzeyini tek tabaka olarak kaplayan N_2 moleküllerinin sayısı ile çarpılmasıyla, katının spesifik yüzey alanı (m^2/g) belirlenebilir (Karasarı 2024).

2.7 Boyar Madde

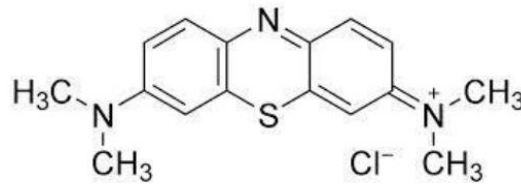
Boyarmaddeler, renklendirme işleminde kullanılan ve eşyaların görünümünü iyileştirmek, tonlarını yoğunlaştırmak ve dayanıklılıklarını artırmak için uygulanan kimyasallardır. Boyalara renklerini veren özellik, 400-700 nm aralığında görünür ışığı absorbe etme yetenekleridir. Hem inorganik hem de organik boyalar bulunmaktadır. Günümüzde boyalar çok çeşitlidir ve çeşitli nedenlerle kullanılmaktadır. Organik boyarmaddeler genellikle tekstil endüstrisinde kullanılmaktadır.

Tekstil ve boya içeren atık suların arıtılması son derece zordur. Boyar maddelerin sentetik ve aromatik moleküler yapısı, dayanıklılıklarını ve kararlılıklarını arttırmaktadır. Tekstil üretiminde kullanılması tavsiye edilen boyalar, arıtmaya dirençli heterojen yapılara sahip zehirli bileşiklerdir. Tekstil boyaları bozunsan bile üretilen renkli atık sularla ekosistem kirlenir. Ekosistemdeki tüm organizmalar bu durumdan zarar görmektedir.

Dünya çapında yılda yaklaşık 10.000 farklı boya madde üretilmekte ve bunlar çok sayıda endüstride yaygın olarak kullanılmaktadır. Araştırmalara göre, boya maddelerin yaklaşık %10'u endüstriyel atık olarak suda bulunmaktadır (Çabukçu 2021). Bu durumda hem çevre hem de insan sağlığı için son derece tehlikelidir. Bu yüzden atık sularda boya madde giderimi çok önemli bir konudur.

2.7.1 Metilen mavisi

Metilen mavisinin kimyasal formülü $C_{16}H_{18}ClN_3S$ 'dir. Renklendirici su moleküllerini sıkıca tutma kapasitesine sahiptir ve etanol, kloroform ve suda kolayca çözünür. Kolaylıkla yükseltgenebilen bir malzemedir. Bazik (katyonik) yapıda olan ve Şekil 2.7 ile gösterilen metilen mavisi son derece büyük bir moleküler yapıya sahiptir (Çabukçu 2021).



Şekil 2.8 Metilen mavisi yapısı

2.8 Literatür Araştırması

2.8.1 Manyetit ile ilgili kaynaklar

Yin vd. (2010) mikrodalga destekli iyonik sıvı metoduyla Fe_3O_4 nanoçubuk ve nanoteller sentezlemişlerdir. Sentez için $FeCl_2 \cdot 4H_2O$, $FeCl_3$, BF_4 ve $NaOH$ kullanılmıştır. Analizler XRD, TEM, TGA, FTIR ile gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemde reaksiyon süresi kısaltıldığı için Fe_3O_4 oksitlenmesini önlenmiş ve inert bir ortam kullanılmasına gerek kalmamıştır. Fe_3O_4 partiküllerinin saflığının mikrodalga sıcaklık ve süresine bağlı olduğu bulunmuştur. 343 K sıcaklıkta nanoteller, 363 K' de ise nanoçubuklar elde edilmiştir. Farklı ısıtma yöntemleri ve farklı reaksiyon sıcaklıklarının Fe_3O_4 kristallerinin farklı yapıda olmasını sağladığı gösterilmiştir.

Liu vd. (2010) biyokütle kullanarak manyetit yüklenmiş aktif karbon üretimi için yeni bir yöntem bulmuşlardır. Bu yöntemin farkı aktivasyon ve Fe_3O_4 yüklemenin aynı zamanda gerçekleştirilmiş olmasıdır. Çalışmada talaş tozu, sülfürik asit ve demir (III) klorür kullanılmış ve etkileşimin gerçekleşmesi için sistem azot ortamında 115 dakika sürede

873 K sıcaklığa çıkarılmış ve bu sıcaklık 60 dk süresince sabit tutulmuştur. Analizler XRD, SEM, FTIR, BET, VSM ile gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar Fe₃O partiküllerinin kompozitin yüzeyinde homojen bir şekilde dağılım gösterdiğini ortaya koymuştur. Kompozitin arsenat adsorpsiyonu için yüksek yüzey alanının 349 m²/g, gözenek hacminin 0.20 cm³/g ve kütlece demir miktarının 39% olduğu, doygunluk miktatsızlığının 47.67 emu/g olduğu saptanmıştır. Arsenat için maksimum adsorpsiyon kapasitesi 204.2 mg/g olan düşük maliyetli bir kompozit üretilmiştir.

Hariani vd. (2013) kimyasal birlikte çöktürme yöntemiyle Fe₃O₄ nanopartikülleri hazırlamış ve bunun Procion boyasını giderimini incelemişlerdir. Sentez için FeCl₂ ve FeCl₃ oksijeni çıkarılmış destile suda çözülüp N₂ varlığında NaOH eklenmiş reaksiyon sistemi 70 °C sıcaklıkta, 5 saat süresince tutulmuştur. Ürünün karakterizasyonu için XRD, SEM, EDS, TEM, UV, VSM analizleri yapılmıştır. XRD sonucunda pikler spinel yapılı Fe₃O₄ varlığını göstermiş, herhangi bir safsızlık pikine rastlanmamıştır. SEM ile Fe₃O₄ partiküllerinin küçük parçacıklardan oluştuğu, TEM ile çaplarının 5-20 nm arasında değiştiği, EDS ile Fe (73.36%) ve O (21.02%) güçlü pikler verdiği, VSM ile doygunluk miktatsızlığının (89.46 emu/g) Fe₃O₄' e (92 emu/g) yakın olduğu saptanmıştır. Elde edilen veriler ışığında Fe₃O₄ nanopartiküllerinin basit manyetik ayırma ile sudaki boyanın giderimi için uygun olduğu bulunmuştur. Optimum adsorpsiyonun 100 mg/ L procion boya, ph 6, 0,8 g/ L Fe₃O₄ nanopartikülleri ve 30 dakikasüresi için adsorpsiyon kapasitesi 30.503 mg/g olarak bulunmuştur.

Siciancalepore vd. (2014) mikrodalga destekli susuz soj-jel sentezi ile yüksek kristalli Fe₃O₄ nanokristallerini sentezlemişlerdir. Başlangıç maddesi olarak benzil alkol ve demir (III) asetilasetonat kullanılmış reaksiyon sıcaklığı 200 °C iken 15, 30, 60, 120 ve 240 dakika süresince maddelerin etkileşimi sağlanmıştır. Analizler XRD, TEM, FTIR ve raman spektroskopisi ile gerçekleştirilmiştir. Bu yöntemle elde edilen partiküllerin boyutunun 4-8 nm arasında değiştiği, mikrodalga uygulama süresi arttıkça kristalliğin ve partikül boyutunun arttığı saptanmıştır.

Hernandez vd. (2015) Bu çalışmada, Fe₃O₄ manyetik nanopartikülleri termal ayrıştırma yöntemiyle sentezlemişlerdir. Başlangıç Maddesi olarak demir (II) klorür tetrahidrat ve

sodyum oleat kullanmışlardır. XRD, Mössbauer spektroskopisi ve floresan spektroskopisi analizi yapılmış, nanopartiküllerin metilen mavisi adsorpsiyon özellikleri floresan spektroskopisi ile değerlendirilmiştir. 633 nm'de uyarıldıktan sonra elde edilen emisyon spektrumları; 680 nm'de gözlenen emisyon bandının yoğunluğunda bir azalma olduğunu göstermiştir, bu da MB konsantrasyonunun nanopartikül adsorpsiyonu ile azaldığını ve bu katyonik boyanın bozunmasında belirli özellikler bulunduğunu göstermektedir. Sonuçta Fe_3O_4 nanoparçacıkları metilen mavisinin adsorpsiyonunda etkin bulunmuş, şiddetli manyetik etkileşim gözlemlenmiştir.

Badeenezhad ve Azhdarpoor (2019) demir oksit kaplı aktif karbon ve klinoptilolit (zeolit) adsorbanları hidrotermal sentez ile üretmiş ve adsorpsiyon için kullanmışlardır. Başlangıç maddeleri olarak aktif karbon, klinoptilolit, demir (III) klorür Klorür heksahidrat, demir sülfat heptahidrat kullanmışlardır. Üreimin ilk aşamasında ultrasonik dispersiyon ile ön dağıtım yapılmış, devamında bazik ortamda uzun süreli karıştırma işlemi uygulanmış ve en son aşamada 300°C 'de ısıtma ile aktivasyon yapılmıştır. SEM, FTIR, XRD analizleri yapılmış ve ve metilen mavisi giderimini gerçekleştirmişlerdir. Aktif karbon ve klinoptilolit manyetik nanopartikülleri sırasıyla 30 ve 45 dakikada dengeye ulaşmış ve %99 ve %98.3 MB giderimi sağlanmıştır. Adsorpsiyon izotermi Freundlich ile daha uyumludur. Ayrıca, adsorpsiyon kapasitesi aktif karbonun ve klinoptilolit manyetik için sırasıyla 35 ve 52 mg/g bulunmuştur. Sonuç olarak aktif karbon ve klinoptilolit manyetik nanopartikülleri MB gideriminde yüksek verimlilik gösterdiğini belirtmişlerdir.

Dirgayanti vd. (2021) yumurta saklama kutusu atıklarından aktif karbon (AC) ürettikten sonra alkali koşullarda birlikte çökelme yöntemi kullanılarak Fe_3O_4 -AC kompoziti hazırlamışlardır. Başlangıç Maddesi olarak demir (III) klorür heksahidrat - demir sülfat heptahidrat (Fe^{3+} ve Fe^{2+} mol oranı = 3:2) ve amonyum hidroksit kullanılmış ve 70°C sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Analizler TEM, FTIR, SEM, XRD, VSM ile gerçekleştirilmiştir. Sonuçlar, Fe_3O_4 -AC ve AC ile Metilen mavisi adsorpsiyonunda pH 7'de optimum olarak 126.043 ve Sırasıyla 102.82 mg/g bulunmuştur. Fe_3O_4 -AC'nin performansı AC'den daha yüksek çıkmıştır.

Vaddi vd. (2024) manyetiti içeren manyetik aktif karbon üretmişlerdir. Bunun için önce pirinç kabuğu kaynaklı aktif karbon ve demir(II) klorür tetrahidrat, demir(III) nitrat nonahidrat, sodyum hidroksitten demir nanopartikülleri üretmiş ve demir oksit nanoparçacıkları aktif karbona daldırmışlardır. SEM, XRD, FTIR, manyetik analizler ve metilen mavisi adsorpsiyonu gerçekleştirmişlerdir. Manyetik özellikler sayesinde adsorbanın manyetik alanla ayrılması kolaylaşmıştır. Kompozit langmuir modeline uyum sağlamış ve maksimum adsorpsiyon kapasitesi 32.25 mg/g olarak bulunmuştur.

2.8.2 Çinko oksit kaynak özetleri

Park vd. (2008) matriks destekli metot ile ZnO nanopartikülleri sentezlemişlerdir. Bu yöntemde çinko asetata kütlece %5-50 arasında granül aktif karbon (20- 40 mesh, 602,6 m²/g) emdirmeye başlanmışlar daha sonra bu yapıyı kurutup 6h süresince 500-600°C sıcaklıkta kalsine etmişlerdir. Elde edilen malzeme SEM, XRD, BET analizleri ile değerlendirilmiştir. Elde edilen veriler ışığında 550°C sıcaklıkta ZnO nanopartiküllerinin oluşmaya başladığı, sıcaklık ve emdirmeye miktarı arttıkça aktif karbona tutunan ZnO nanopartikül boyutunun arttığı ortaya konmuştur. Bu yöntemde matriks destekli ZnO nanoyapılar küçük partikül ve yüksek yüzey alanlı elde edildiğinden bu yöntemin katalizörlerde ve düşük sülfür içerikli gazlaştırılmış yanma gazlarının temizlenmesinde kullanılabileceği öne sürülmüştür.

Barreto vd. (2013) farklı çinko tuzları, sıcaklık, etkileştirme süresi, mikrodalga radyasyon gücü, katkı maddesi ekleme farklı değişkenlerin mikrodalga kullanılarak yapılan nano yapıda ZnO sentezine etkilerini araştırmışlardır. ZnO sentezi için Zn(NO₃)₂.6H₂O, Zn(CH₃COO)₂.2H₂O veya ZnCl₂ tuzu deiyonize suda seyreltilmiştir. Daha sonra NaOH, KOH veya NH₄OH eklenmiştir. Reaksiyon teflon otoklav' da 80, 100,120,140°C sıcaklıkta 5, 10, 20 dakika süresince gerçekleştirilmiş ve 300, 600 veya 1200W gücünde mikrodalga uygulanmıştır. Örnekler FESEM, FTIR, UV, XRD analizleriyle karakterize edilmiştir. Zn(NO₃)₂ tuzu kullanıldığında daha yüksek kristallik ve saflık elde edilmiş, sıcaklık 80°C'den 140°C' a geldiğinde yüksek saflık, homojen boyut ve yapı elde edilmiştir. Etkileştirme süresi arttıkça daha homojen partikül boyutu ve morfoloji dağılımı gerçekleşmiştir. Mikrodalga gücü arttıkça kümelenmeler gözlenmiştir. Sonuç

olarak enerji kaynağı olarak mikrodalga kullanarak yüksek yoğunluklu ve saflıkta ZnO elde edilmek istendiğinde $Zn(NO_3)_2$ tuzunun kullanılması gerektiği ortaya konmuştur.

Ghaedi vd. (2013) paladyum, gümüş ve çinko oksit nanopartiküllerini aktif karbona yükleyerek 3 farklı adsorbent elde etmiş ve bunun sulu çözeltiden bromofenol kırmızısı gidermede etkisini araştırmışlardır. Paladyum nanopartiküllerin sentezi için Na_2PdCl_4 ve askorbik asit, gümüş nanopartiküllerin sentezi için $AgNO_3$ ve NaOH, çinko oksit nanopartiküllerin sentezi için çinko asetat ve hekzametilentetramin kullanılmıştır. Sentez sonrası UV, TEM, FE-SEM, XRD analizleri gerçekleştirilmiştir. Bromofenol kırmızısı için tek tabaka adsorpsiyon kapasitesi paladyum nanopartiküllü aktif karbon için 142.85 mg/g, gümüş nanopartiküllü aktif karbon için 250 mg/g, çinko oksit nanopartiküllü aktif karbon için 200 mg/g bulunmuştur. Çalışma sonucunda elde edilen 3 adsorbentin de bromofenol kırmızısı için iyi bir sorbent olduğu saptanmış ve bunların atık sularından temel boyar maddelerin gideriminde kullanılabileceği önerilmiştir.

Ghaedi vd. (2014) çinko oksit nanopartikülleri aktif karbona yüklemiş bunun sulu çözeltiden malachite yeşilini giderimini incelemişlerdir. ZnO nanopartiküllerin üretiminde sol-jel metodu kullanılmış ve burada başlangıç maddesi $(CH_3COO)_2Zn \cdot 2H_2O$, çözücü olarak da izopropanol ve monoetanolamin seçilmiştir. Elde edilen yapının analizi BET, SEM, XRD, UV ve FT-IR ile gerçekleştirilmiştir. Çalışmada pH 7 ve optimum adsorbent dozu 0.015g olarak bulunmuştur. Bu araştırma çinko oksit yüklenmiş aktif karbonların malachite yeşili için ucuz, çevre dostu ve yüksek adsorpsiyon kapasiteli (322,58 mg/g) bir adsorbent olduğunu ortaya koymuştur.

Ghaedi vd. (2015), aktif karbona ZnO nanoçubuklar yüklemiş ve bu malzemeyi atık sularda bulunan metilen mavisi gidermede etkisini araştırmışlardır. Aktif karbona ZnO nanoçubuklar yüklemek için hammadde olarak çinko asetat, hekzametilentetramin ve aktif karbon kullanarak, 70 °C 12 saat koşullarında etkileştirmişlerdir. Çinko oksit nanoçubuklar yüklenmiş aktif karbonları ürettikten sonra FESEM, FTIR, UV-vis spektroskopisi ve BET analizlerini gerçekleştirmişlerdir. FESEM resimleri elde edilen adsorbentin homojen ve pürüzsüz bir yapıda ve 25 nm-100 nm boyutlarında 500 nm'nin altında uzunluklara sahip olduğunu göstermiştir. BET analizi ticari aktif karbonunkine

(122.30 m²/g) oranla yüksek yüzey alanı 1303 m²/ g sahip bir adsorbent elde edildiğini göstermiştir. Adsorpsiyon bulguları incelendiğinde maksimum giderimin pH 7 iken 20 dk süresinde gerçekleştiği ve verilerin Langmuir Adsorpsiyon izotermine uyduğu görülmüştür. Literatürdeki verilerle karşılaştırıldığında 20 dk gibi bir sürede 0.02 g gibi az bir miktarla 588.8 mg/g kadar çok miktarda Metilen Mavisi giderdiği saptanmıştır. Termodinamik parametreler adsorpsiyon prosesinin kendiliğinden gerçekleşen endotermik bir doğası olduğunu göstermiştir. Böylece laboratuvar ortamında, güvenli, çevre dostu ve zehirsiz kullanılabilir ve ucuz bir adsorbent elde edilmiştir.

2.8.3 Fe₃O₄-ZnO kaynak özetleri

Xu vd. (2014), atık su arıtımı için tekil dağılımlı nanoyapıda Fe₃O₄/ ZnO mikro çubukların kullanımını incelemiştir. Adsorbentin üretimi için çinko nitrat heksahidrat, hekzametilen tetramin, üre, glikoz ve demir (III) klorür heksahidrat öncelikle teflon otoklav fırında 150°C' ta reaksiyonun gerçekleşmesi sağlanmış, son olarak 500°C sıcaklıkta 2 saat kalsine edilerek Fe₃O₄/ ZnO heteroyapısı elde edilmiştir. Elde edilen ürünün özelliklerini inceleyebilmek için SEM, FESEM, TEM, Raman Spektroskopisi, XPS; adsorpsiyon özelliklerini incelemek için UV gibi birçok analiz yapılmıştır. Analizler sonucunda fotokataliz ve sudaki toksit metal iyonlarının arıtımında Fe₃O₄/ ZnO heteroyapılarının daha iyi sonuçlar verdiği gözlenmiştir. Bu çalışma uygun nano-heteroyapıların ZnO nanokristalleri ve manyetik oksitlerle kombinasyonunun aktivitesini artırdığını göstermiştir. Dahası çalışma tek adımda ve ekonomik olarak gerçekleştirilmiştir.

Singh vd. (2015) Fe₃O₄-ZnO nanokompozitin manyetik hipertermi altında bakteriyel patojenlerin etkisizleştirilmesi konusunu araştırmışlardır. Bunun için öncelikle demir klorür heksahidrat demir klorür tetrahidrat, amonyum hidroksit, glisin, çinko asetat dihidrat ve dietilenglikol kullanılarak Fe₃O₄-ZnO nanokompozit oluşturulmuş ve SEM, TEM, XPS ve UV analizleri gerçekleştirildikten sonra antibakteriyel testler gerçekleştirilmiştir. Analizlerde Fe₃O₄ ve ZnO nanopartiküller arasında fizikokimyasal etkileşim olduğu görülmüştür. Elde edilen nanokompozitin sulu ortamda bakteriyel patojenleri hızlı ve kolay bir biçimde yakaladığı saptanmış, bunun ekonomik ve etkili bir biçimde bakteri gelişimini yavaşlatıcı olarak kullanılabileceği ortaya konulmuştur.

Ray vd. (2015) ZnO yüklü manyetik aktif karbon (ZnO-Fe₃O₄/AC) kompoziti sentezlenerek metilen mavisi (MB), timol mavisi, malakit yeşili ve metil viyole gibi organik boyaların giderimi incelenmiştir. Başlangıç Maddeleri ceviz kabuğu, demir klorür, çinko asetat, sodyum hidroksittir. Kompozit, XRD, SEM, EDX ve FTIR ile karakterize edilmiştir. MB'nin giderimi için en yüksek verim %95 olarak bulunmuştur. Langmuir izotermi, homojen yüzey adsorpsiyonunu desteklemiştir. Kompozit, endüstriyel atık suyun kimyasal oksijen ihtiyacı değerini önemli ölçüde azaltmıştır. Adsorpsiyon sonuçları elde edilen kompozitin organik boyaların gideriminde yüksek verimlilik ve yeniden kullanılabilirlik göstermiştir.

Cheng vd. (2018) aktif karbon-çinko oksit-manyetit kompozitini mikrodalga ile sentezlemişlerdir. Biyokütle kaynağı olarak crofton otu, kimyasal olarak çinko klorür ve demir nitrat nonahidrat kullanmışlardır. XRD, SEM, FTIR, TGA, VSM analizi ve metilen mavisi adsorpsiyonu yapmışlardır. XRD ile çinko oksit ve manyetitin kristal yapısını doğrulanmıştır. SEM ile üçlü nanokompozitin yüzey morfolojisi incelenmiştir. FTIR ile malzemelerin kimyasal bağ yapılarını incelemiştir. TGA ile ısı kararlılık incelenmiştir.

VSM ile manyetit içeriği sayesinde nanokompozitin manyetik özelliklerini ölçülmüştür. Maksimum adsorpsiyon kapasitesi 267.79 mg/g olarak bulunmuştur. Üçlü nanokompozit mikrodalga destekli tek kap yöntem ile başarıyla üretilmiştir. Üretilen nanokompozit, metilen mavisi giderimi için adsorpsiyon ve fotokataliz özellikleri sergilemiştir.

Çiv vd. (2020), Sulu çözeltide Malahit yeşilinin giderimi için Manyetik Aktif Karbon-ZnO kompozitinin oluşturulmasını incelemiştir. İlk aşamada kauçuktan aktif karbon üretmiştir. Daha sonra Çinko Nitrat hekzahidrat, Demir (III) Nitrat Nanohidrat, Sodyum Hidroksit, hekzametilentetramin ve aktif karbondan adsorbent üretmiştir. Sentezlenen malzemenin karakterizasyonu XRD ve SEM-EDX ile belirlenmiştir. Adsorpsiyon çalışmaları sonucunda Malahit yeşilinin moleküllerinin sentezlenen nanokompozit üzerine fiziksel adsorpsiyon ile tutunduğu tespit edilmiştir.

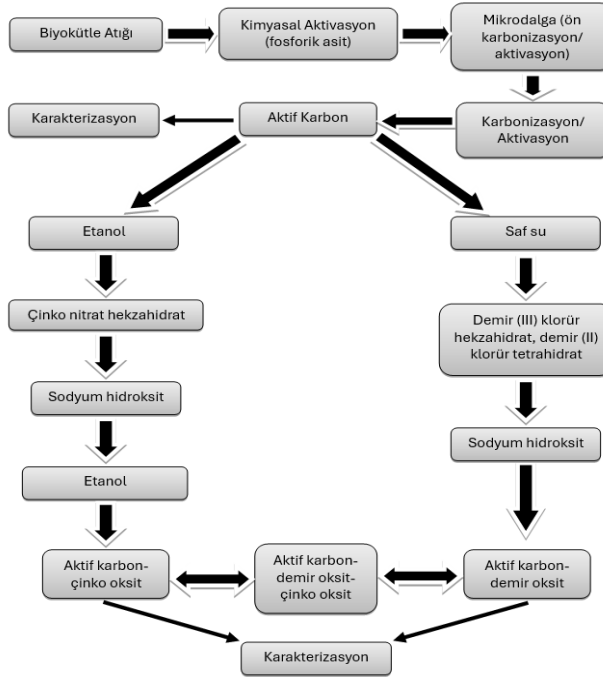
Foroutan vd. (2022) aktif karbon-çinko oksit-manyetit kompozitini mikrodalga ile sentezlemişlerdir. Başlangıç maddeleri demir (III) klorür heksahidrat, demir (II) klorür tetrahidrat çinko klorür, sodyum hidroksit, hidroklorik asit, İlk aşamada meşe odunundan aktif karbon üretilmiştir. İkinci aşamada ZnO ile modifikasyon yapılmıştır. Son olarak birlikte çöktürme ile mantetit oluşumu sağlanmıştır. Yüzey Analizlerinde çinko oksit ve manyetit yüklenmesi sonrası aktif karbonun yüzey alanının arttığı gözlemlenmiştir. VSM ile manyetik kompozitin süper manyetik özellikler sergilediği belirlenmiştir. pH_{ZPC} (Sıfır Yük Noktası): ile adsorbanların yüzey yük durumları incelenmiştir. Metil Viyole 2B ile adsorpsiyon deneyleri gerçekleştirilip adsorpsiyon izoterm modelleri incelendiğinde aktif karbon ve aktif karbon-çinko oksitin Langmuir modeline, üçlü yapının Freundlich modeline daha uygun olduğu bulunmuştur. En iyi adsorpsiyon verimi pH 9 ve 25°C koşullarında elde edilmiştir. Maksimum adsorpsiyon sonuçları aktif karbon, aktif karbon-çinko oksit ve aktif karbon-çinko oksit-manyetit için sırasıyla 26.16, 37.05, 48.59 mg/g olarak bulunmuştur. Na^+ ve Ca^{2+} gibi iyonların varlığı adsorpsiyon kapasitesini azaltmıştır, bu nedenle uygulama sırasında iyonik girişimin dikkate alınması önerilmiştir. Üçlü yapının aktif karbon, MV2B giderimi için daha yüksek yüzey alanı ve adsorpsiyon kapasitesi gösterdiği ve tekstil atık suları için yeniden kullanılabilir ve etkili bir adsorban olarak uygulanabilir olduğu bulunmuştur.

Literatür araştırmaları sonucunda kullanım alanları ve üstün özellikleri göz önüne alınarak bu yüksek lisans tez çalışması kapsamında çinko oksit, manyetit ve biyokütle temelli aktif karbondan ikili ve üçlü kompozitler oluşturularak bunun metilen mavisi giderimde kullanımı test edilecektir.

3. MATERYAL VE YÖNTEM

Materyal: Bu tez çalışmasında kullanılan maddeler, aktif karbon üretiminde başlangıç maddesi olarak çay fabrikası atığı ve kimyon bitkisi atığı kullanılmıştır. Aktivasyon maddesi olarak fosforik asit (Merck), metal oksit başlangıç maddesi olarak çinko nitrat hekzahidrat (ÇNH) (Merck), demir (III) klorür hekzahidrat (DKH) (Merck) ve demir (II) klorür tetrahidrat (DKT) (Merck), boyar madde olarak metilen mavisi (Carlo Erba) kullanılmıştır.

Yöntem: Tez çalışmasının birinci aşamasında biyokütle atıklarından aktif karbon sentezi, ikinci aşamada geleneksel ve mikrodalga ile metal oksit nanoyapıların sentezi gerçekleştirilmiştir. Deneysel çalışmanın şematik gösterimi Şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.1 Çalışmanın basamakları

Gerçekleştirilen deneyler Çizelge 3.1’de verilmiştir.

Cizelge 3.1 Çalışmada yer alan kısaltmalar ve açıklamaları

Örnek	Açıklama
CA	Kimyon atığından üretilen aktif karbon
Con-CA-Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 25mM ÇNH eklenmesi
Con-CA-Zn50mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 50mM ÇNH eklenmesi
Con-CA-Zn100mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 50mM ÇNH eklenmesi
Snt-CA-Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 25 mM ÇNH eklenmesi sonrasında sinterlenmesi
Snt-CA-Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 25 mM ÇNH eklenmesi sonrasında sinterlenmesi
Snt-CA-Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona Geleneksel yöntemle 25 mM ÇNH eklenmesi sonrasında sinterlenmesi
Mw15min-CA- Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 15 dakika SPMR mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
Mw30min-CA- Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 30 dakika SPMR mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
Mw45min-CA- Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 45 dakika SPMR mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
MMw10minC-CA-Fe5mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw5minC-CA-Fe5mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 5 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw10minC-CAZn25mM-Fe5mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 25mM ÇNH eklendikten sonra 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM	Kimyon atığından üretilen aktif karbona 5mM DKH, DKT eklendikten sonra 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
MMw10minC-CA-Fe5mM-Zn25mM	10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada Kimyon atığından üretilen aktif karbona 5mM DKH, DKT; 25mM ÇNH eklenmesi
TA	Çay atığından üretilen aktif karbon
Con-TA- Zn25mM	Çay atığından üretilen aktif karbona geleneksel yöntemle 25mM ÇNH eklenmesi
Mw30min-TA- Zn25mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 30 dakika SPMR mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
MMw10minC -TA- Zn25mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 5 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM 25mM ÇNH eklenmesi

Cizelge 3.1 Çalışmada yer alan kısaltmalar ve açıklamaları (devam)

Örnek	Açıklama
MMw5minC-TA-Fe5mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 5 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw10minC-TA-Fe5mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw10minC-TA-Fe5mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw10minC-TAZn25mM-Fe5mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 25mM ÇNH eklendikten sonra 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw10minB-TA-Fe5mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 10 dakika kesikli modifiye mikrodalgada 5mM DKH, DKT eklenmesi
MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	Çay atığından üretilen aktif karbona 5mM DKH, DKT eklendikten sonra 10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada 25mM ÇNH eklenmesi
MMw10minC-TA-Fe5mM-Zn25mM	10 dakika sürekli modifiye mikrodalgada Çay atığından üretilen aktif karbona 5mM DKH, DKT; 25mM ÇNH eklenmesi

Adlandırmalar yapılırken aşağıdaki kısaltmalar kullanılacaktır:

Con : Geleneksel	TA: Çay Aktif Karbon
Mw: Mikrodalga	CA: Kimyon Aktif Karbon
MMw: Modifiye Mikrodalga	t(min)B: Kesikli (1+1+..)
Snt: Sinterleme	t(min)C: Sürekli (5+5)

Örneğin: MMw10minC-CA-Fe5mM-Zn25mM: Modifiye mikrodalga ile 10 dakika sürekli kimyon aktif karbon-Demir5mM-Çinkoklorür25mM aynı anda sentez

3.1 Aktif Karbon Üretimi

Aktif karbon üretimi için yukarıda belirtildiği gibi iki farklı biyokütle kullanılmıştır. İlk olarak her iki biyokütleden 10 g örnek alınmış biyokütle atığı/fosforik asit:1/2 oranında ile teflon beherde karıştırılmıştır. Şekil 3.2'deki biyoküte atıklarından tartımlar yapıldıktan sonra numune şekil 3.3'teki Vestel marka ev tipi mikrodalga fırında 30 saniye mikrodalga enerjiyle etkileştirilmiştir. Mikrodalga ön işlemi sırasında numune, fırının

içerisindeki tabla üzerinde sürekli dönerek mikrodalgaya maruz bırakılmıştır. Kullanılan mikrodalga fırının gücü 900 W, frekansı 2.45 GHz'dir.



Şekil 3.2 Biyokütle atıkları a) Çay b) Kimyon



Şekil 3.3 Ev tipi mikrodalga fırın

Mikrodalga fırından alınan teflon beherin dışı belirli bir sıcaklığa gelene kadar beklendikten sonra tartım alınmış ve içerisindeki örnek kuvarz kayığa konulup, şekil 3.4'teki karbonizasyonun gerçekleşeceği Nabertherm Programme Controller S27 marka sıcaklık programlı fırında quartz tüp reaktör içerisine kayık yerleştirilmiştir. Örneğin inert ortamda (N_2) karbonizasyonu gerçekleştirilmiştir. Örneklerde sabit çalışma koşulları; karbonizasyon sıcaklığı $450^\circ C$, N_2 akış hızı 0.15 L/dk olarak alınmıştır. Fırından çıkarılan örnek, sıcak su içerisine koyularak 1 gün süre ile karıştırılmıştır. Bir günün sonunda kaba süzgeç kağıdından pH 6-7 aralığına gelene kadar distile su ile yıkanmış ve etüvde kurutulmuştur. Daha sonra 8x30 s öğütme işlemi Şekil 3.5'teki IKA M20 Universal Mill marka değirmende gerçekleştirilip safsızlıkların uzaklaştırılması adına tekrar yıkama işlemi gerçekleştirilip kurutulmuştur. Şekil 3.6'da üretilen aktif karbonlar verilmiştir.



Şekil 3.4 Sıcaklık programlı fırın



Şekil 3.5 Değirmen



Şekil 3.6 Biyokütle temelli aktif karbon: a. çay fabrikası atıklarından üretilen b. kimyon atıklarından üretilen

3.2 Geleneksel Yöntemle Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Derişimlerde Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi

Deneyde 3 adet 0.75 g kimyon atığından üretilen aktif karbon, 30 ml etanol 10 dakika oda koşullarında magnet ile karıştırılıp üzerine ayrı ayrı 25 mmol, 50 mmol ve 100 mmol derişiminde çinko nitrat hekzahidrat eklendikten sonra 16 saat ağzı kapalı şekilde karışmaya bırakılır (Şekil 3.7). 0.25 M sodyum hidroksit çözeltisi hazırlandıktan sonra

pH 10 olana kadar damla damla çözelti eklenir. (25 mmol için 20 ml, 50 mmol örnek için 31 ml, 100 mmol örnek için 50 ml). pH ayarlandıktan sonra her bir örneğe 25 ml etanol ilave edilir. Numuneler 2 defa saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.2.1 Geleneksel yöntemle kimyon atığından üretilen aktif karbona farklı derişimlerde çinko nitrat hekzahidrat eklendikten sonra sinterleme

Geleneksel yöntemde kimyon atığından üretilen aktif karbona 25-50-100 mM derişimlerde çinko nitrat hekzahidrat eklenerek sentezlenen örneklerden 0.4 g alınarak 400°C sıcaklıkta 1saat süresince sinterlenir.



Şekil 3.7 Geleneksel üretim deney düzeneği

3.3 Mikrodalga ile Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sürelerde Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi

25 mmol 3 adet örnek hazırlanır. Numuneleri hazırlamak için balona 0.75 g kimyon atığından üretilen aktif karbon, 30 ml etanol üzerine 25 mmol çinko nitrat hekzahidrat, 20 ml 0.25 M sodyum hidroksit eklenir. 20% karıştırma hızı ve 80OC sıcaklık koşulları sabit tutularak 15 dk, 30 dk, 45 dk sürelerde Şekil 3.8'deki Roto Synth marka Döner Katı Faz Mikrodalga Reaktörüne konulur. Çıkarıldığında 25 ml etanol eklenir. Numuneler 2

defa saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110OC etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kpta desikatörde muhafaza edilir.



Şekil 3.8 Döner katı faz mikrodalga reaktörü (SPMR)

3.4 Geleneksel Yöntem ve Mikrodalga ile Çay Atığından Üretilen Aktif Karbona Çinko Nitrat Hekzahidrat Eklenmesi

3.4.1 Geleneksel Yöntemle ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi

0.75 g çay atığından üretilen aktif karbon, 30 ml etanol 10 dakika oda koşullarında magnet ile karıştırılıp üzerine 25 mmol derişiminde çinko nitrat hekzahidrat eklendikten sonra 16 saat ağzı kapalı şekilde karışmaya bırakılır (Şekil 3.7). 0.25 M sodyum hidroksit çözeltisi hazırlandıktan sonra pH 10 olana kadar damla damla çözelti eklenir (20ml). pH ayarlandıktan sonra her bir örneğe 25 ml etanol ilave edilir. Numuneler 2 defa saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kpta desikatörde muhafaza edilir.

3.4.2 Mikrodalga ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi

0.75 g kimyon atığından üretilen aktif karbon, 30 ml etanol üzerine 25 mmol çinko nitrat hekzahidrat, 20 ml 0.25 M sodyum hidroksit eklenir. 20% karıştırma hızı ve 80°C sıcaklık koşulları sabit tutularak 30 dk süresince şekil 3.8'deki Roto Synth marka döner katı faz mikrodalga reaktörüne konulur. Çıkarıldığında 25 ml etanol eklenir. Numuneler 2 defa

saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.4.3 Modifiye mikrodalga ile çay atığından üretilen aktif karbona çinko nitrat hekzahidrat eklenmesi

0.75 g kimyon atığından üretilen aktif karbon, 30 ml etanol üzerine 25 mmol çinko nitrat hekzahidrat, 20 ml 0.25 M sodyum hidroksit eklenir. Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur 10 dk (5+5) sürekli olarak çalıştırılır. Çıkarıldığında 25 ml etanol eklenir. Numuneler 2 defa saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.5 Modifiye Mikrodalga ile Çay Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sürelerde Demir (III) Klorür Hekzahidrat Ve Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi

Demir nanoparçacıkları, demir (III) klorür hekzahidrat ve demir (II) klorür tetrahidrattan 5 mM hazırlanan çözeltilerin 1 M sodyum hidroksit ile indirgenmesi sonucu elde edilir. Deneyde, hassas terazide tartılan 0.5 g çay atığından hazırlanan aktif karbon örneği, 60 ml damıtık su, 5 mM olan çözelti için; 54 mg demir (III) klorür hekzahidrat ve 20 mg demir (II) klorür tetrahidrat balona eklenir ve oluşan karışım 35 dk inert Azot ortamında bekletilir. 4 ml sodyum hidroksit (1 M) eklenip Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur ve 30 s azot ortamında karıştırılır. 5 dk sürekli, 10 dk (5+5) sürekli, 10 dk kesikli (1+1+1+1+1+1+1+1+1+1) sürelerde çalıştırılır. Numuneler 3 defa saf su ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.



Şekil 3.9 Modifiye mikrodalga

3.6 Modifiye Mikrodalga ile Kimyon Atığından Üretilen Aktif Karbona farklı sürelerde Demir (III) Klorür Hekzahidrat Ve Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi

Demir nanoparçacıkları, demir (III) klorür hekzahidrat ve demir (II) klorür tetrahidrattan 5 mM hazırlanan çözeltilerin 1 M NaOH ile indirgenmesi sonucu elde edilir. Deneyde, hassas terazide tartılan 0.5 g kimyon atığından hazırlanan aktif karbon örneği, 60 ml damıtık su, 5 mM olan çözelti için; 54 mg demir (III) klorür hekzahidrat ve 20 mg demir (II) klorür tetrahidrat balona eklenir ve oluşan karışım 35 dakika inert Azot ortamında bekletilir. 4 ml sodyum hidroksit (1 M) eklenip Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur ve 30 s azot ortamında karıştırılır. 5 dk sürekli, 10 dk (5+5) sürekli olarak sistem çalıştırılır. Numuneler 3 defa saf su ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.7 Modifiye Mikrodalga ile Biyokütle Atığından Üretilen Aktif Karbona Farklı Sıralarda Çinko Nitrat Hekzahidrat ve Demir (III) Klorür Hekzahidrat - Demir (II) Klorür Tetrahidrat Eklenmesi

3.7.1 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona aynı anda çinko nitrat hekzahidrat, demir (III) klorür hekzahidrat - demir (II) klorür tetrahidrat eklenmesi

Deney çay ve kimyon biyokütle atığı için aynı şekilde gerçekleştirilir. Hassas terazide

tartılan 0.5 g biyokütle atığından hazırlanan aktif karbon örneği, 60 ml damıtık su, 30 ml etanol, 5 mM olan çözelti için; 54 mg demir (III) klorür heksahidrat ve 20 mg demir (II) klorür tetrahidrat; 25 mmol çinko nitrat heksahidrat balona eklenir ve oluşan karışım 35 dakika inert Azot ortamında bekletilir. 4 ml sodyum hidroksit (1 M) eklenip Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur ve 30 saniye azot ortamında karıştırılır. 10 dakika (5+5) sürekli olarak sistem çalıştırılır. Çıkarıldığında 25 ml etanol eklenir. Numuneler 2 defa saf su, 2 defa etanol ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.7.2 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona çinko nanoparçacık çöktürülmüş örneğe demir (III) klorür heksahidrat ve demir (II) klorür tetrahidrat eklenmesi

Deney çay ve kimyon biyokütle atığından üretilen aktif karbona çinko nanoparçacık çöktürülmüş numuneler için aynı şekilde gerçekleştirilir. Hassas terazide tartılan 0.5 g çinko çöktürülmüş biyokütle atığından hazırlanan örnek, 60 ml damıtık su, 5 mM olan çözelti için; 54 mg demir (III) klorür heksahidrat ve 20 mg demir (II) klorür tetrahidrat balona eklenir ve oluşan karışım 35 dakika inert Azot ortamında bekletilir. 4 ml sodyum hidroksit (1 M) eklenip Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur ve 30 saniye azot ortamında karıştırılır. 10 dk (5+5) sürekli olarak sistem çalıştırılır. Numuneler 3 defa saf su ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.7.3 Modifiye mikrodalga ile biyokütle atığından üretilen aktif karbona demir nanoparçacık çöktürülmüş örneğe çinko nitrat heksahidrat eklenmesi

Deney çay ve kimyon biyokütle atığından üretilen aktif karbona demir nanoparçacık çöktürülmüş numuneler için aynı şekilde gerçekleştirilir. 0.75 g demir çöktürülmüş biyokütle atığından hazırlanan örnek, 30 ml etanol üzerine 25 mmol çinko nitrat heksahidrat, 20 ml 0.25 M sodyum hidroksit eklenir. Şekil 3.9'daki modifiye mikrodalgaya konulur 5 dk sürekli olarak çalıştırılır (Sıvı faz buharlaştığından 5 dk sürede durdurulur). Çıkarıldığında 25 ml etanol eklenir. Numuneler 2 defa saf su, 2 defa etanol

ile 5000 rpm, 7 dk koşullarında santrifüjlenir. 110°C etüvde kurumaya bırakılan numunelerin tartımı alınıp kapalı kapta desikatörde muhafaza edilir.

3.8 Analizler ve Karakterizasyon

Aktif karbon, metal oksit ve aktif karbon/ metal oksit nanoparçacıkların sentezinde derişim, mikrodalga süresi, mikrodalgaanın kesikli/ sürekli çalıştırılması, demir çinko başlangıç maddelerinin eklenme sırası, geleneksel ve mikrodalga üretim, biyokütle kaynağı farklılaştırarak araştırma tamamlanmıştır. Malzemelerin karakterizasyonunda belirlenen numunelere BET yüzey alanları, gözenek boyut dağılımları, XRD, TEM analizleri yapılmış, seçilen organik kirleticiyi adsorplama kapasitesi bulunmuştur.

3.8.1 Verim

Kullanılan temel hammaddeye bağılı olarak, üretilen nanomalzemelerin verimleri aşağıdaki eşitlik (3.1) kullanılarak kuru temel üzerinden hesaplanmıştır.

$$\text{Verim}(\%) = \left(\frac{\text{Nihai kompozit kütlesi}}{\text{Aktif karbon kütlesi} + \text{Metal tuzlarının kütlesi}} \right) \times 100 \quad (3.1)$$

3.8.2 Yüzey alanı ve gözenek boyut dağılımı analizi

Örneklerin yüzey alanları ve gözenek boyutu dağılımları şekil 3.10'da görülen Quantachrome Nova 2000 cihazı kullanılarak tespit edilmiştir. Yüzey alanı ve gözenek dağılımını karakterize etmek amacıyla yüksek saflıkta (%99.99) sıvı nitrojen kullanılmıştır. Katı yüzeyini nemden ve kirleticilerden arındırmak için yüzey alanı ölçümünden önce ölçülecek numunenin vakum altında 120°C sıcaklıkta en az beş saat boyunca gazdan arındırılmasını sağlayarak tüm numuneler aktive edilmiştir. Daha sonra numune ölçüm aparatına yerleştirilmiştir. NovaWin 2.2 paket uygulaması kullanılarak, çok noktalı BET yüzey alanı ve gözenek boyutu dağılımı, saf azotun adsorpsiyon/desorpsiyon işlemi sırasında numunenin gözlemlenen verilerine dayanarak

hesaplanmıştır. Gözenek boyutu dağılımı Yerel Olmayan Yoğunluk Fonksiyonel Teorisi (NLDFT) yaklaşımı kullanılarak belirlenmiştir.



Şekil 3.10 Yüzey alanı ve gözenek boyutu dağılım ölçüm cihazı

3.8.3 Elementel analizler

Biyokütle atıkları için elementel analizler yapılmıştır. Bunun için örnekler etüvde 24 saat 105°C’de kurutulmuştur. Deneysel çalışmada kullanılan ham madde ve üretilen aktif karbonların elementel analizleri (C, H, N, S) CHNS-932 LECO elementel analiz cihazı ile yapılmıştır. Oksijeni içeriği ise yüzde farktan hesaplanmıştır.

3.8.4 FTIR

Biyokütle atıklarının yüzeylerinde bulunan fonksiyonel grupların belirlenmesi amacıyla Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FTIR) analizi yapılmıştır. FTIR analizleri FTIR 8400s SHIMADZU cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Örnekler ve potasyum bromür (KBr) karıştırılarak pelletler hazırlanmış ve spektrumlar 400-4000 cm⁻¹ dalga boyu aralığında alınmıştır.

3.8.5 XRD

Üretilen malzemelerin kristal yapıları X-ışını kırınım (XRD) yöntemi ile belirlenmiştir. XRD analizleri Rigaku Miniflex marka difraktometrede, Cu-K α X-ışını tüpü (1.5405 Å) yardımıyla, 10-80 2 θ derece aralığında 0.02° adım genişliğinde ve 5°/dk hızında gerçekleştirilmiştir.

3.8.6 TEM

Çinko oksit nanoparçacık sentezini ve örneklerin morfolojisini belirlemek üzere geçirimli elektron mikroskobu (TEM) analizi gerçekleştirilmiştir. TEM analizinde FEI marka Tecnai G2 S-Twin model cihaz kullanılmıştır. Hazırlanan örnekler etanol içinde dağıtılmış ve süspansiyonun bir damlası Formvar/Carbon kaplı 200 mesh bakır grid üzerine damlatılmıştır. Son olarak örneğin havada kuruması beklenerek analize başlanmıştır.

3.8.7 Adsorpsiyon analizi

Çalışmanın son aşamasında ise sentezlenen malzemelerin adsorpsiyon kapasiteleri test edilmiştir. Bu amaç için özellikle tekstil atık sularında önemli bir kirletici boyar madde olan metilen mavisi seçilmiştir.

Adsorpsiyon için 1, 2, 4, 6 ve 8 ppm derişimlerinde standart çözeltiler (Şekil 3.11) ve 25, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ppm derişimlerinde çözeltiler hazırlanmıştır (Şekil 3.12).



Şekil 3.11 Standart Çözeltiler (1, 2, 4, 6, 8 ppm)



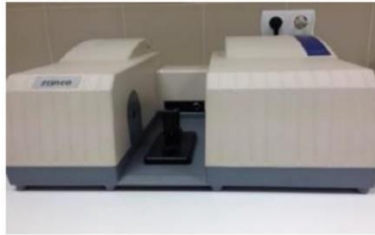
Şekil 3.12 25, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ppm derişimlerinde çözeltiler

Üretilen aktif karbon örneklerinden 0,01 g tartılmış ve 50 ml hacmine tamamlanmıştır. Hazırlanan 8 adet çözelti 30°C sıcaklıkta 150 rpm hızda 16 saat karıştırılmıştır (Şekil 3.13).



Şekil 3.13 Karıştırıcı

Adsorpsiyon işlemi tamamlandıktan sonra Scinco UV-VIS S-1300 Cihazında absorbans değerleri belirlenmiştir (Şekil 3.14).



Şekil 3.14 UV-VIS Cihazı

4. ARAŞTIRMA BULGULARI

Bu bölümde ölçümler sonrası bulgular verilmiştir.

4.1 Kimyon ve Çay Fabrikası Atıklarından Yığın Aktif Karbon Üretimleri

Aktif karbonların özelliklerine başlangıç maddesi olarak kullanılan biyokütlenin etkisini karşılaştırmak için kimyon bitkisi atıkları ve çay fabrikası atıkları kullanılmıştır. Bu atıklardan ilk olarak yığın aktif karbon üretimleri yapılmış ve araştırma bulguları bu bölümde verilmiştir.

4.1.1 Verim

Kimyon bitkisi atıkları ve çay fabrikası atıklarından fosforik asit aktivasyonu ile üretilen yığın aktif karbonların verimleri eşitlik (3.1) kullanılarak hesaplanmış ve çizelge 4.1’ de verilmiştir. Bitki atıkları öğütme ve eleme işlemleri gerçekleştirilerek kimyon atıkları - 600 µm, çay atıkları -500 µm boyutuna getirilmiş boyutuna getirilmiş ve hava sızdırmaz kaplarda saklanmış ve deneylerde boyutlarda kullanılmıştır. Çizelge 4.1’den görüldüğü çay fabrikası atığından (TA) elde edilen aktif karbonun verimi (%38), kimyon bitkisi atığından (CA) elde edilen aktif karbonun veriminden (%33) daha yüksek elde edilmiştir.

Çizelge 4.1. Farklı biyokütlelerden elde edilen aktif karbonların verimleri

Örnek	Verim (%)
CA	33
TA	38

4.1.2 Elementel analizler

Çizelge 4.2’de kimyon atığı ve çay fabrikası atığının elemental analiz sonuçları verilmiştir. Her iki biyokütlenin elemental sonuçları karşılaştırıldığında çay fabrikası atığı

kimyon bitkisi atığına göre daha yüksek karbon içeriği ve azot içeriğine sahip olduğu görülmektedir. Çizelge 4.2’de yer alan oksijen yüzdesi ise farktan hesaplanmıştır.

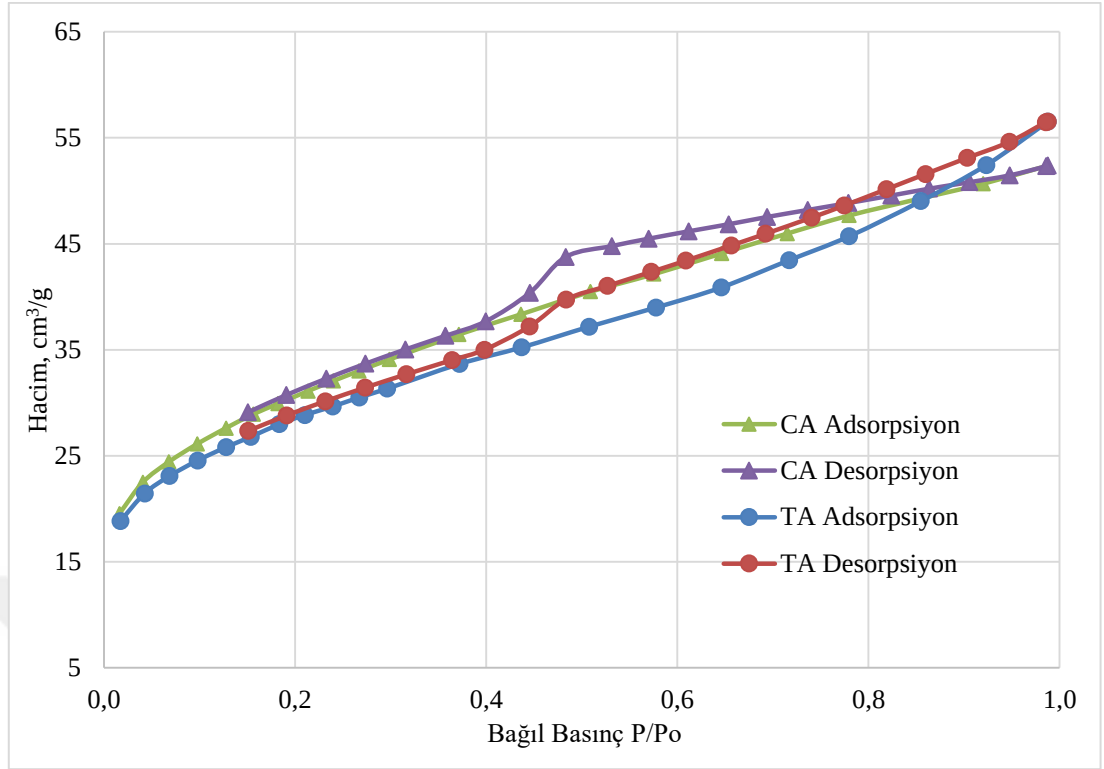
Çizelge 4.2 Farklı biyokütlelerden elde edilen aktif karbonların elementel analizleri

Örnek	% C	% H	% N	% S	% O*
CA	45.90	6.38	0.59	0.14	46.99
TA	50.15	6.03	2.40	0.38	41.04

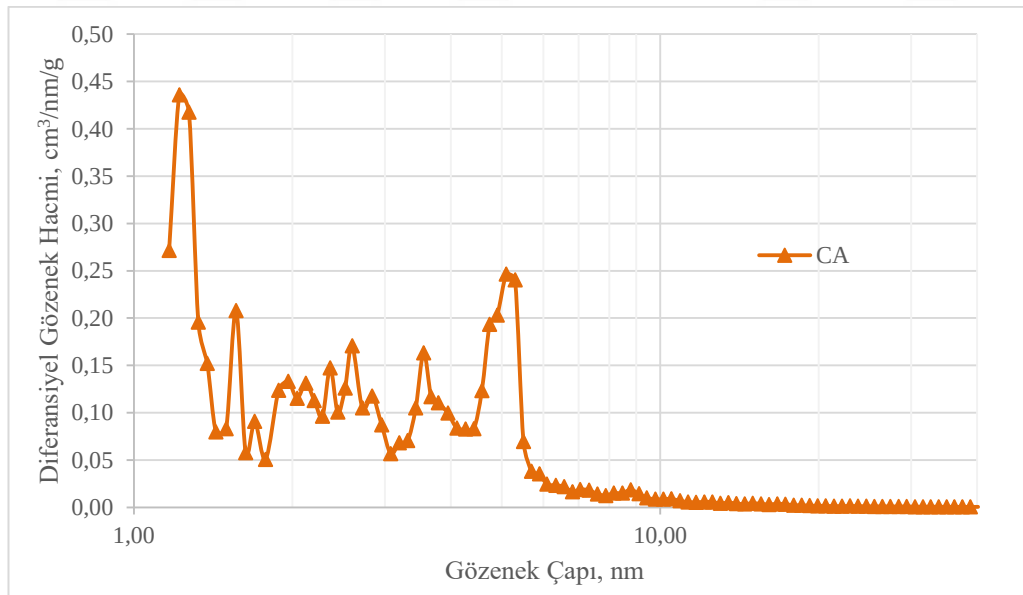
*Yüzde farktan hesaplanmıştır.

4.1.3 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri ve gözenek boyut dağılımı

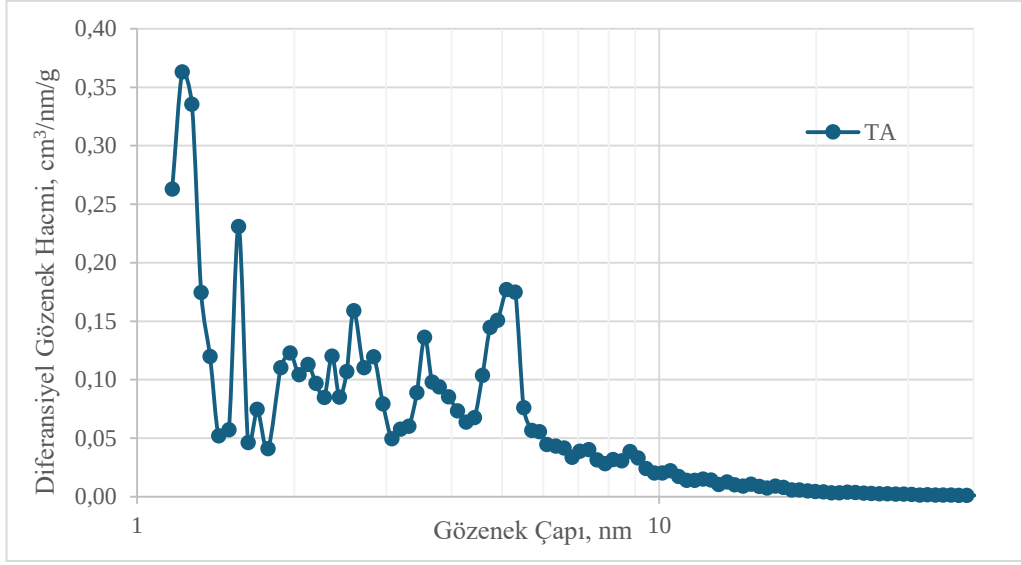
Kimyon bitkisi atıkları ve çay fabrikası atıklarından yığın aktif karbon üretimlerine ait adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri şekil 4.1’de verilmiştir. Şekil 4.1’e göre biyokütleden üretilen aktif karbonların hem mezo gözenek hem de mikro gözeneklere sahip olduğu görülmektedir. Her iki izotermde de histerisis oluşumu gözlenmiştir. Bu yapıda mezo gözeneklerin olduğunu göstermektedir. Şekil 4.2 ve şekil 4.3 de sırası ile kimyon bitki atıkları ve çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonların gözenek boyut dağılımları verilmiştir. Şekil 4.4 de ise iki biyokütlenin gözenek boyut dağılımları karşılaştırmalı olarak verilmiştir. Grafiklerden kimyon bitki atıklarından elde edilen aktif karbonun çay fabrikası atıklarından elde edilene göre daha yüksek gözenekliliğe sahip olduğu görülmektedir. Gözenek boyut dağılımları ise benzerlik göstermektedir. Çizelge 4.3’te aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacim değerleri verilmiştir. Çizelge 4.3’te CA’nın toplam gözenek hacmi 0.8749 cm³/g iken TA için 0.4092 cm³/g olarak verilmiştir. Kimyon bitkisi atığından (CA) elde edilen aktif karbonun mikro gözenek hacmi (0.2544 cm³/g) ve mezo gözenek hacmi (0.6205 cm³/g), çay atığından (TA) elde edilen aktif karbona (mikro: 0.1328 cm³/g, mezo: 0.2764 cm³/g) göre daha yüksektir. CA örneğinde BET yüzey alanı 1152 m²/g, TA örneğinde ise 1086 m²/g elde edilmiştir.



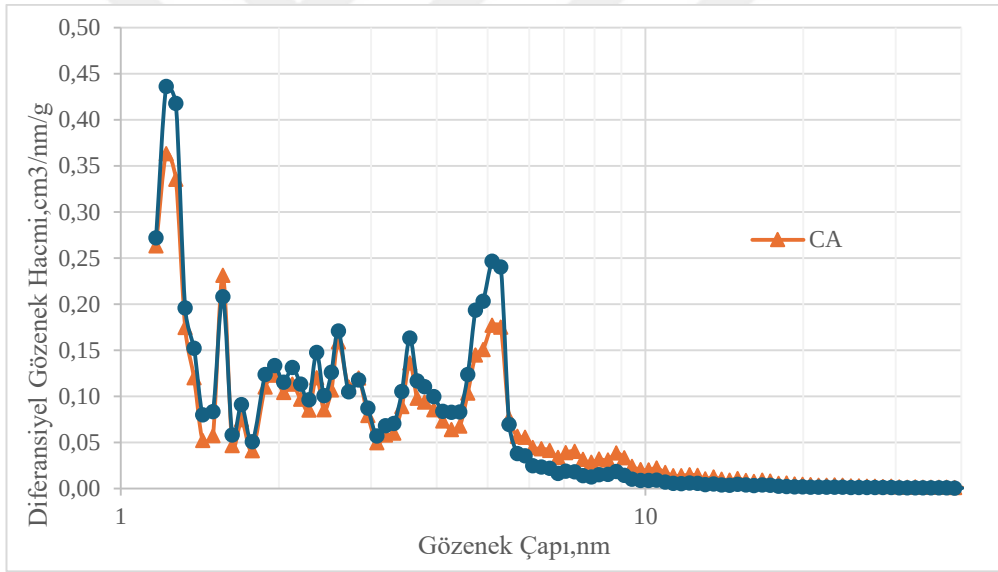
Şekil 4.1 Kimyon bitkisi atıkları ve çay fabrikası atıklarından elde edilen aktif karbonların adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri



Şekil 4.2 Kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımı



Şekil 4.3 Çay fabrikası atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımı



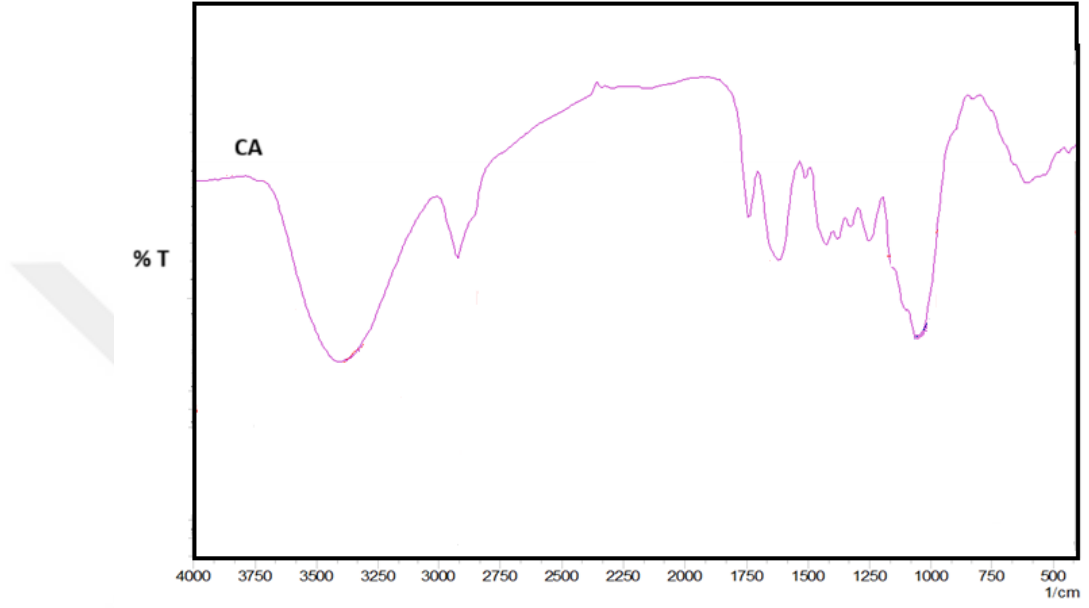
Şekil 4.4 Çay fabrikası ve kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbonun gözenek boyut dağılımlarının karşılaştırılması

Çizelge 4.3 Farklı biyokütlelerin yüzey alanı ve gözenek hacmi özellikleri

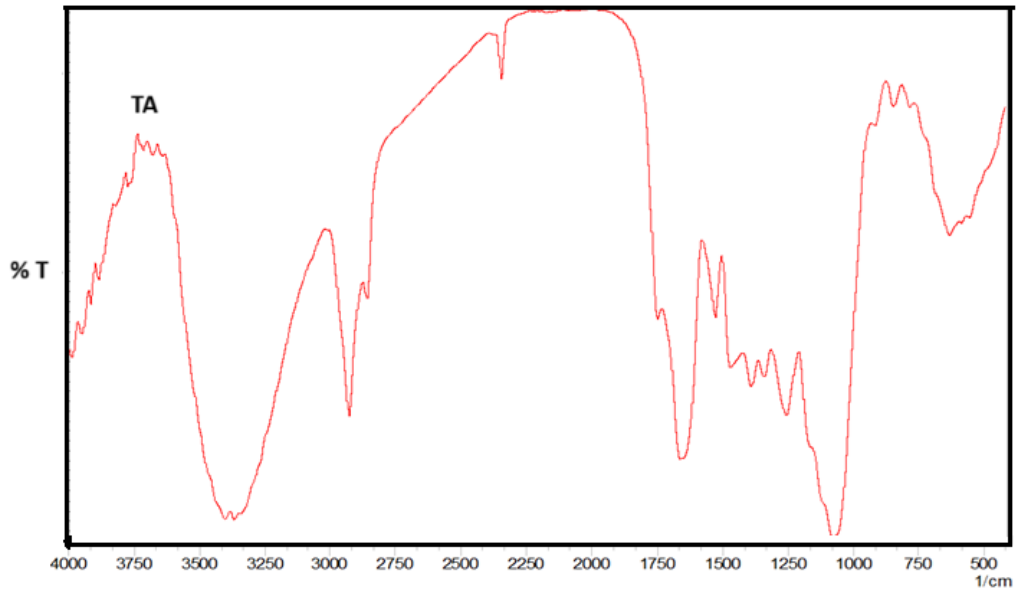
Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
CA	1152	0.8749	0.2544	0.6205
TA	1086	0.9659	0.2405	0.7254

4.1.4 FTIR analizi

Kimyon bitkisi atığı ve çay fabrikası atığının FTIR analiz sonuçları şekil 4.5 ve şekil 4.6’da verilmiştir.



Şekil 4.5 Kimyon bitkisi atığının FTIR analizi



Şekil 4.6 Çay bitkisi atığının FTIR analizi

Her iki biyokütle atığında çok sayıda fonksiyonel gruplar bulunmaktadır. Her iki biyokütlede 3400 cm^{-1} 'deki pik hidroksil gruplarındaki O-H gerilme pikine karşılık gelmektedir. 2950 ve 2900 cm^{-1} 'deki piklerin simetrik ve asimetrik C-H gruplarının gerilimi sonucu meydana gelmektedir. Bu pikler çay atığında kimyon atığına göre daha yüksek miktarda gözlenmektedir. 1750 cm^{-1} 'deki pik karbonil gruplarındaki aldehitler, ketonlar ve karboksilik asit yapısının varlığından kaynaklanan C=O gerilimine karşılık gelen piktir. 1650 cm^{-1} 'deki piki se C=O bağının gerilme titreşimidir. Hammaddenin 1450 ila 1200 cm^{-1} 'deki verdiği pikler aromatik yapıdaki C=C gerilimleri sonucu meydana gelmektedir. 850 cm^{-1} 'deki pik ise aromatik yapıdaki O-H varlığından kaynaklanmaktadır. Hammaddelerinin yapısında aromatik ve karboksilik grupların geniş bir tabanda yayılım gösterdiği FTIR spektrumundan görülebilmektedir (El-Hendawy 2006; Correa vd. 2017).

4.2 Kimyon Bitkisi Atığından Üretilen Aktif Karbon Kompozitleri

4.2.1 Çinko derişiminin etkisi

Geleneksel yöntemle kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin etkisini görebilmek için farklı derişimlerde çinko nitrat heksahidrat derişimleri denenmiştir.

4.2.1.1 Verim

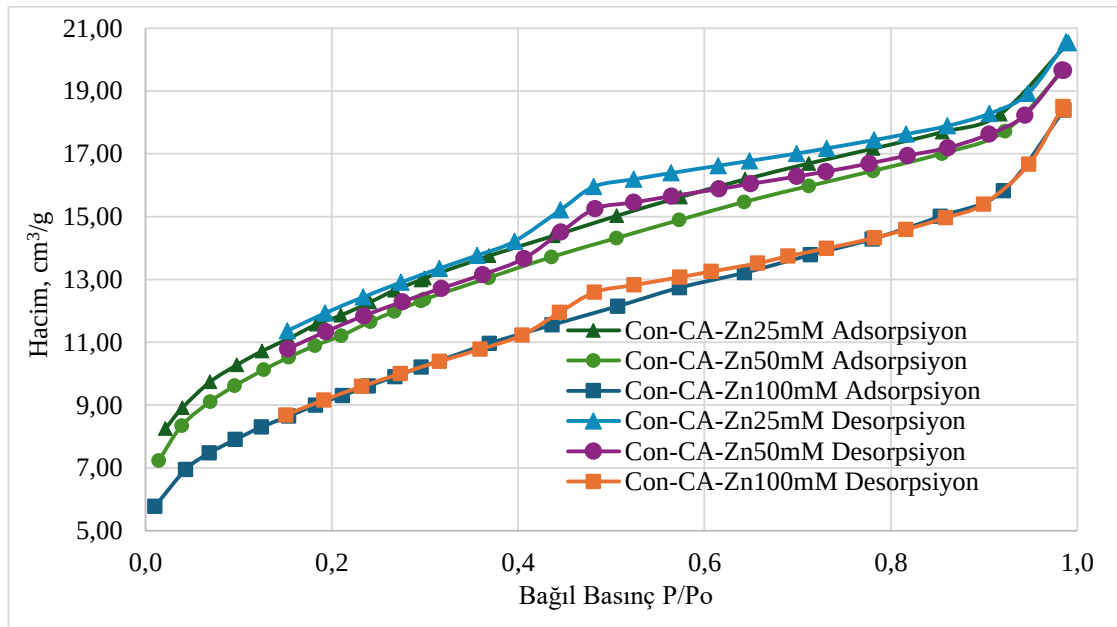
Çizelge 4.4'e göre çinko derişimi arttıkça aktif karbon kompozitlerinin verimi düşmektedir. En yüksek verim 25mM için (%76) en düşük verim 100mM için (%51) olarak bulunmuştur.

Çizelge 4.4 Kimyon bitkisinden üretilen aktif karbona farklı derişimlerde çinko çöktürme işleminin verime etkisi

Örnek	Verim (%)
Con-CA-Zn25mM	76
Con-CA-Zn50mM	64
Con-CA-Zn100mM	51

4.2.1.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri ve gözenek boyut dağılımı

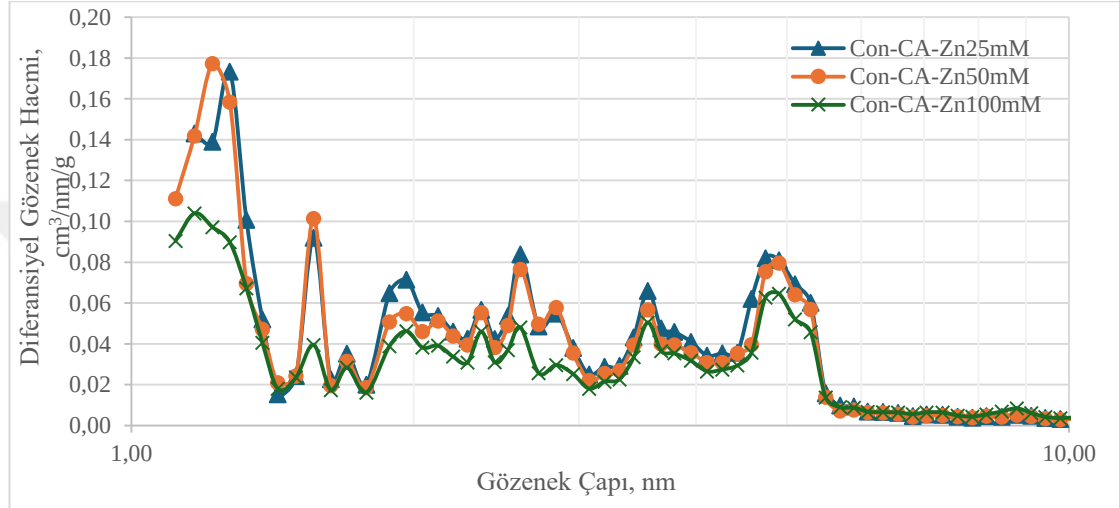
Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona farklı derişimlerde çinko çöktürme işlemi sonucunda elde edilen aktif karbon kompozitlerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri şekil 4.7 ile verilmiştir. Şekil 4.7’deki adsorpsiyon/desorpsiyon izotermelerinden görüldüğü gibi çinko derişimi arttıkça yüzey alanında düşme gözlenmiştir. Bu beklenen bir sonuçtur. Çünkü Zn aktif karbon yüzeyine ZnO olarak çökmekte ve bazı gözenekleri kapatmaktadır. Bu da yüzey alanı düşürmüştür. Şekil 4.8 ve şekil 4.9’da farklı çinko derişimlerinin gözenek boyut dağılımlarına etkisi görülmektedir. Çinko derişimi arttıkça aktif karbon yüzeyinde çinko oksitin çökmesi sonucu gözeneklerin kısmen kapandığını ve dolayısıyla yüzey alanında düşüş gözlemlendiğini göstermektedir. Çizelge 4.5’te de çinko derişimi arttıkça yüzey alanı ve gözenek hacmi azaldığı görülmektedir. En yüksek yüzey alanı 25mM denemesinde (BET: 523 m²/g) elde edilmiştir. Bu sonuçlara göre aktif karbon üzerine çinko çöktürme işlemi için en uygun çinko derişimi 25mM olarak bulunmuştur. Bundan sonraki çalışmalarda bu değerin kullanılmasına karar verilmiştir.



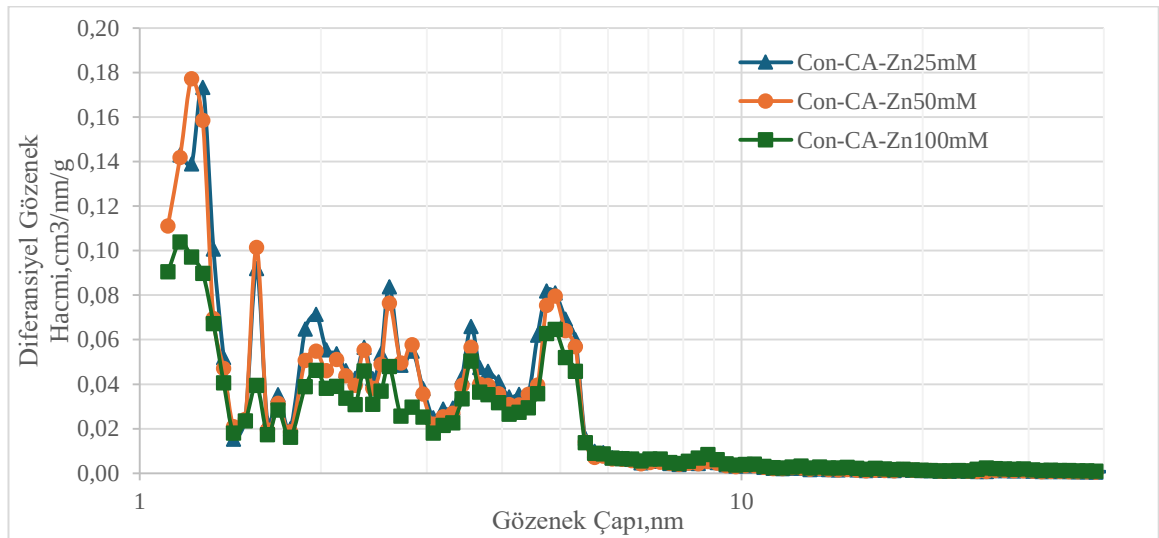
Şekil 4.7 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi

Çizelge 4.5 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
Con-CA-Zn25mM	523	0.4092	0.1328	0.2764
Con-CA-Zn50mM	459	0.3624	0.1126	0.2498
Con-CA-Zn100mM	373	0.3322	0.0870	0.2452



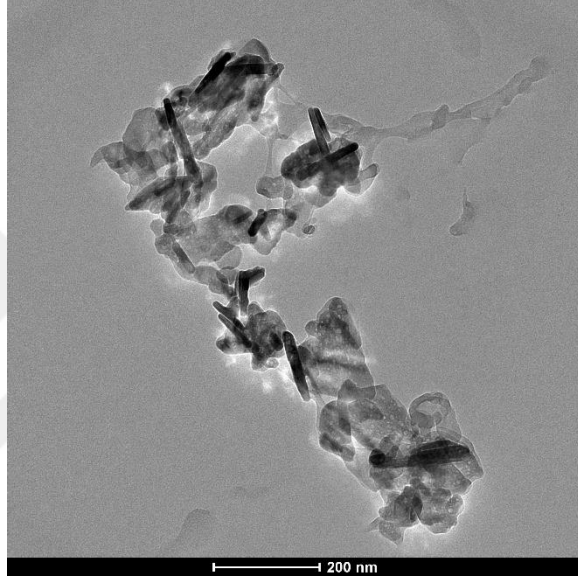
Şekil 4.8 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.9 Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko çöktürme işleminde çinko derişiminin 1-10 nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi

4.2.1.3 TEM Analizi

Şekil 4.10'da ZnO nanoparçacıklarının TEM analizleri verilmiştir. Çinko oksit parçacıklarının uzunlukları 200 nm'den genişlikleri ise 40 nm'den küçük oldukları belirlendiğinden nanoparçacık oluşumu TEM analizi ile ispatlanmıştır. Nanoparçacıkların morfolojik açıdan çubuk (rod) şeklinde olduğu ve yer yer kümelenmeler olduğu gözlenmiştir.



Şekil 4.10 Çinko oksit nanoparçacıklarının TEM görüntüsü

4.2.2 Çinko derişimine sinterleme etkisi

Geleneksel yöntemle farklı derişimler çinko çöktürme yapılan kompozit malzemelere sinterleme işlemi uygulanmıştır. Sinterleme işlemi sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

4.2.2.1 Verim

Farklı derişimlerde çinko çöktürülmüş kimyan bitki atıklarından üretilen aktif karbonların

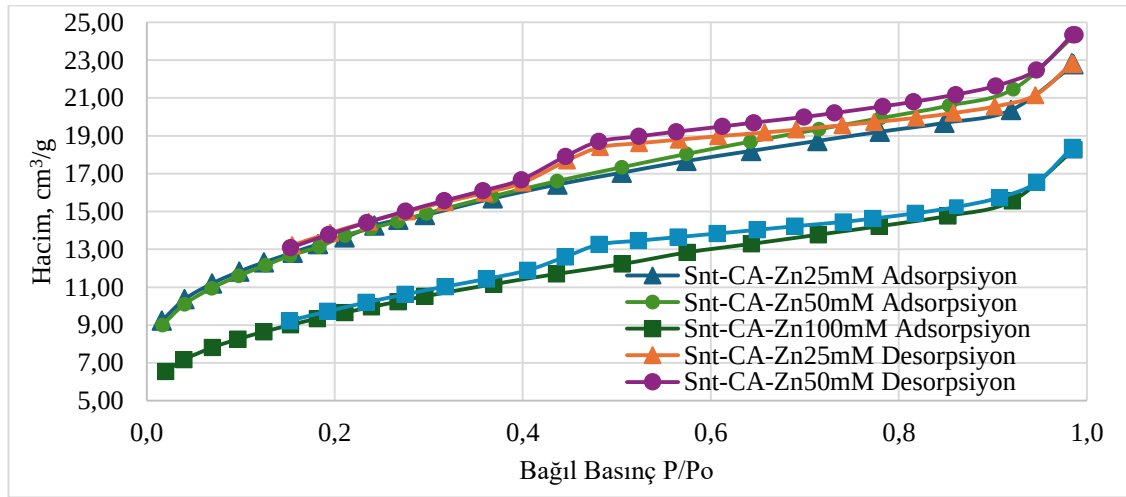
verimleri çizelge 4.6 verilmiştir. Çizelge 4.6'dan görüldüğü gibi sinterleme işlemi sonucunda örneklerin verimleri birbirine yakın çıkmıştır.

Çizelge 4.6 Farklı derişimlerde çinko çöktürölmüş kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbon kompozit malzemelerin verimlerine sinterleme işleminin etkisi

Örnek	Verim (%)
Snt-CAZn25mM	83
Snt-CAZn50mM	84
Snt-CAZn100mM	85

4.2.2.2 Sinterleme işleminin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımına etkisi

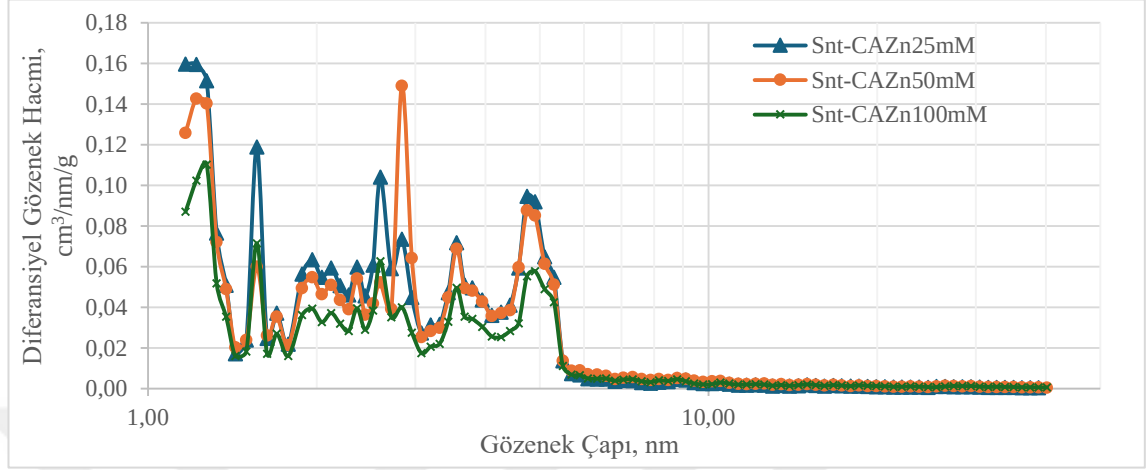
Sinterleme işleminin üretilen kompozit malzemenin yüzey alanı ve gözenek boyut dağılımına etkisi incelenmiştir. Şekil 4.11'de adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi, şekil 4.12 ve Şekil 4.13'te gözenek boyut dağılımları verilmiştir. Aynı kompozit malzemelerin Çizelge 4.7'de ise yüzey alanları ve gözenek hacimleri verilmiştir.



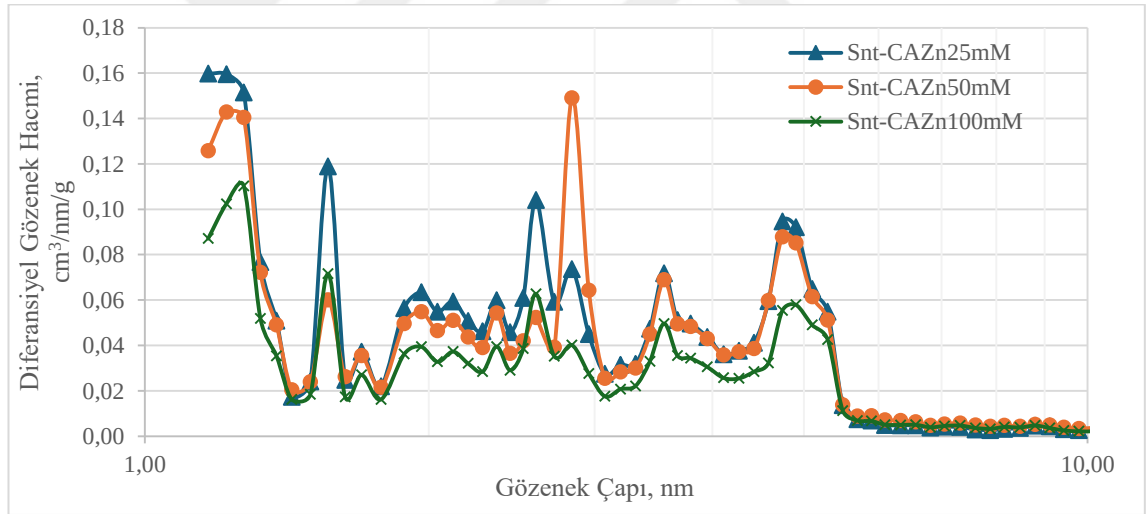
Şekil 4.11 Sinterleşmenin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi

Şekil 4.12, Şekil 4.13 ve Çizelge 4.7'den görüldüğü gibi sinterleme işlemi sonucunda kompozit malzemelerin yüzey alanlarında az da olsa bir artış olmuştur. Gözenek boyut

dağılımlarına bakıldığında ise 50 mM çinko çöktürülmüş örneğin yaklaşık 2.8 nm civarında diğer örneklerden farklı olarak mezo gözenek miktarında artış gözlenmiştir.



Şekil 4.12 Sinterleşme işleminin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.13 Sinterleme işleminin 1-10 mm gözenek boyut dağılımına etkisi

Çizelge 4.7 Sinterleme işleminin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
Snt-CAZn25mM	551	0.417	0.1398	0.2772
Snt-CAZn50mM	491	0.3959	0.1113	0.2846
Snt-CAZn100mM	345	0.2956	0.0819	0.2137

4.2.3 Çinko çöktürme işlemine mikrodalga süresinin etkisi

Farklı derişimlerde çinko çöktürme işlemi gerçekleştirilen kompozit malzemelerde en iyi sonuçlar 25mM çinko derişiminde elde edilmiştir. Çinko çöktürme işlemine mikrodalga süresinin etkisini görmek için aktif karbon örneklerine çinko çöktürme işlemi katı faz mikrodalga reaktör (SPMR) sistemi kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu sistemde %100 güçte çalışan mikrodalga enerjisi 15, 30 ve 45 dakika süre ile malzeme ile etkileştirilmiştir.

4.2.3.1 Verim

SPMR sisteminde farklı mikrodalga sürelerinde çinko çöktürme işlemi sonucunda üretilen kompozit malzemelerin verimleri Çizelge 4.8’de verilmiştir. Çizelge 4.8’e göre mikrodalga süresinin artması verimde önemli bir değişikliğe yol açmamıştır. Yani mikrodalga süresi, verim üzerinde önemli bir etkiye sahip değildir.

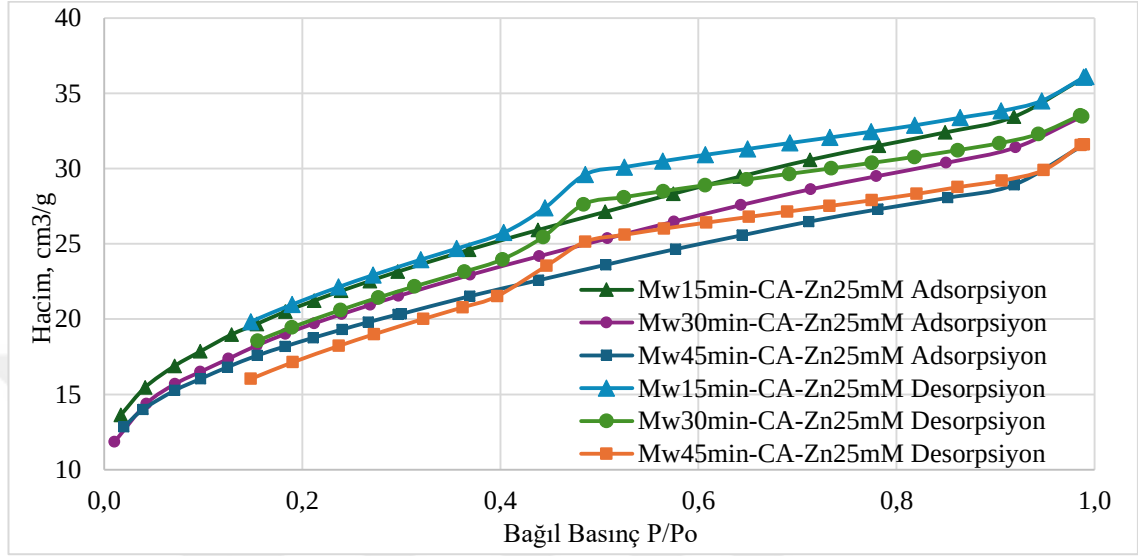
Çizelge 4.8 Mikrodalga süresinin verime etkisi

Örnek	Verim (%)
Mw15min-CA-Zn25mM	71
Mw30min-CA-Zn25mM	73
Mw45min-CA-Zn25mM	72

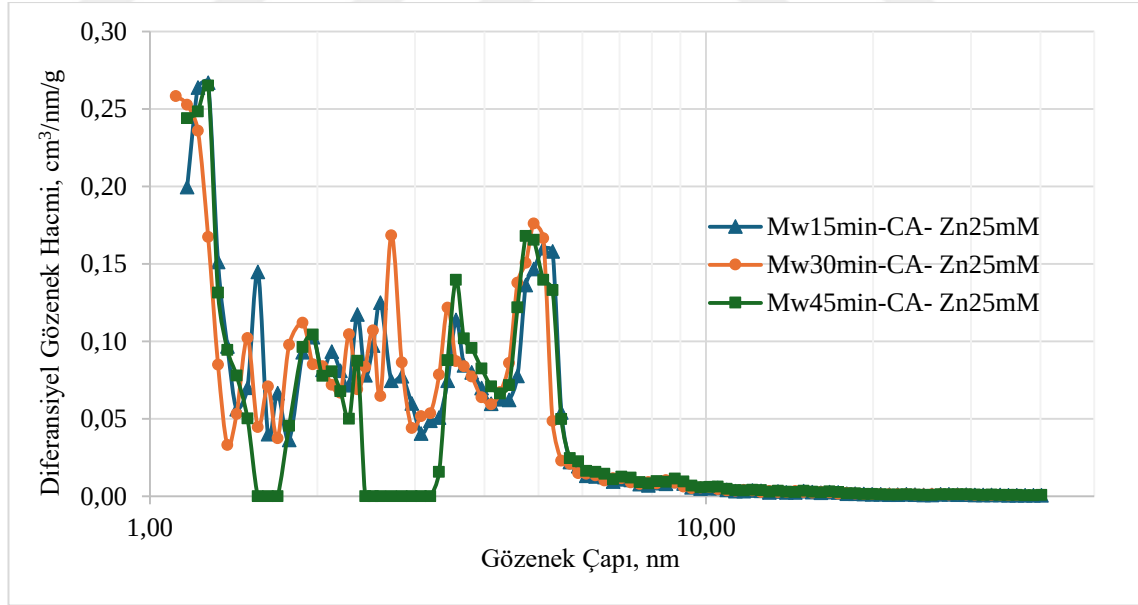
4.2.3.2 Adsorpsiyon desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı

Mikrodalga ile kimyon atığından üretilen aktif karbona farklı sürelerde çinko nitrat heksahidrat eklenmesine ait adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi şekil 4.14’te verilmiştir. Şekil 4.15’te tüm ve şekil 4.16’da 1-10 nm gözenek boyut dağılımları, çizelge 4.9’da yüzey alanı ve gözenek hacimleri verilmiştir. Şekil 4.14’ten görüldüğü gibi mikrodalga süresinin artması kompozit malzemenin yüzey alanını çok etkilememiş ancak buna karşılık gözenek yapısında özellikle 45 dk sürede önemli değişiklikler gözlenmiştir. Şekil 4.15 ve şekil 4.16’dan görüldüğü üzere mikrodalga süresinin artması kompozit yapıda bazı gözeneklerin tamamen ortadan kaybolmasına neden olmuştur. Yani mikrodalga süresinin

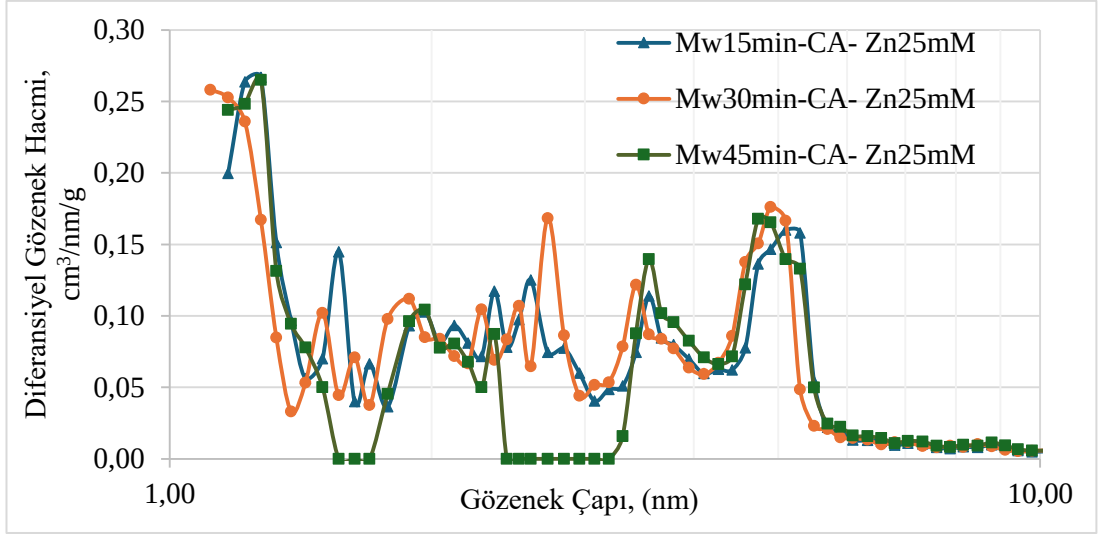
artması kompozit malzemenin özellikle gözenek boyut dağılımında önemli etkiye sahip olmuştur. Kompozit malzemenin yüzey alanında önemli bir değişiklik olmadığı için 15 dk mikrodalga süresi bundan sonraki çalışmalarda kullanılmak üzere seçilmiştir.



Şekil 4.14 Mikrodalga süresinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi



Şekil 4.15 Mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.16 Mikrodalga süresinin 1-10 nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi

Çizelge 4.9 Mikrodalga süresinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
Mw15min-CA-Zn25mM	838	0.6361	0.1883	0.4478
Mw30min-CA-Zn25mM	837	0.6519	0.1861	0.4658
Mw45min-CA-Zn25mM	819	0.6282	0.2130	0.4152

4.2.4 Modifiye mikrodalga fırında demir çöktürmede işleme mikrodalga sürenin etkisi

Kimyon bitkisi atıklarından üretilen aktif karbonlara demir nanoparçacık çöktürme işlemi modifiye edilen mikrodalga fırında farklı sürelerde gerçekleştirilmiştir. Katı faz mikrodalga reaktör burada kullanılamamıştır. Bu reaktörde magnetik karıştırıcı kullanıldığı için demir nano parçacıkları çekeceği için modifiye mikrodalga fırında kompozit hazırlama işlemi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

4.2.4.1 Verim

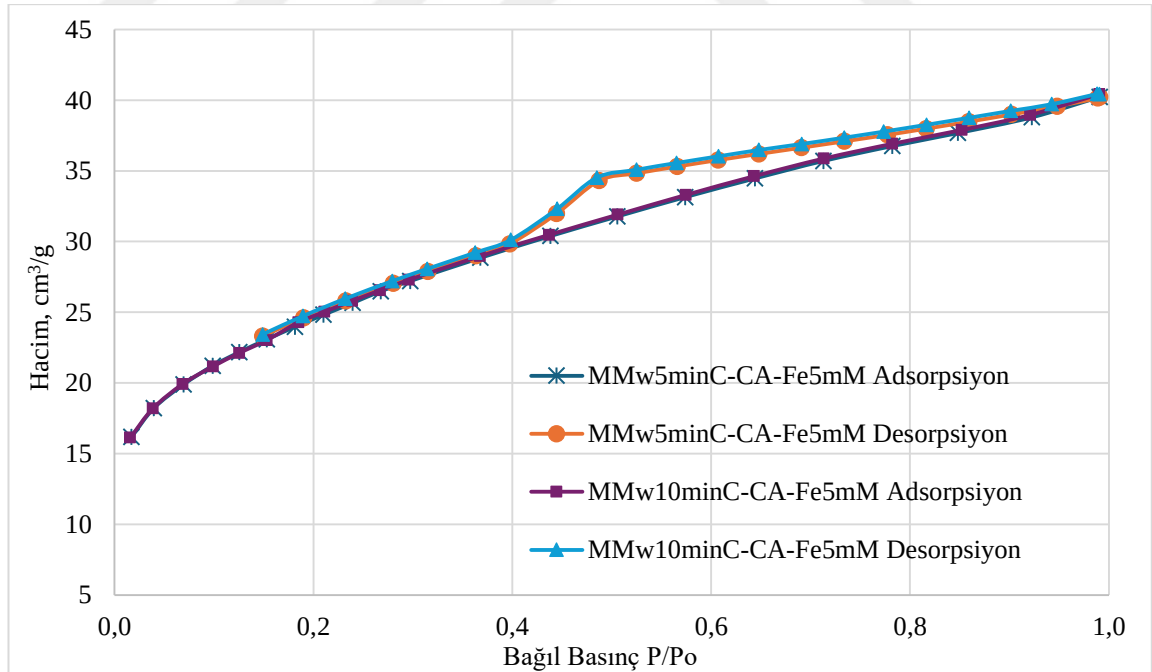
Modifiye mikrodalga fırında iki farklı sürede (5 ve 10 dk) demir nanoparçacık çöktürme işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen kompozit malzemelerin verimleri Çizelge 4.10'da verilmiştir. Sürenin artması verimi olumlu yönde etkilemiştir.

Çizelge 4.10 Modifiye mikrodalga süresinin örneklerin verimlerine etkisi

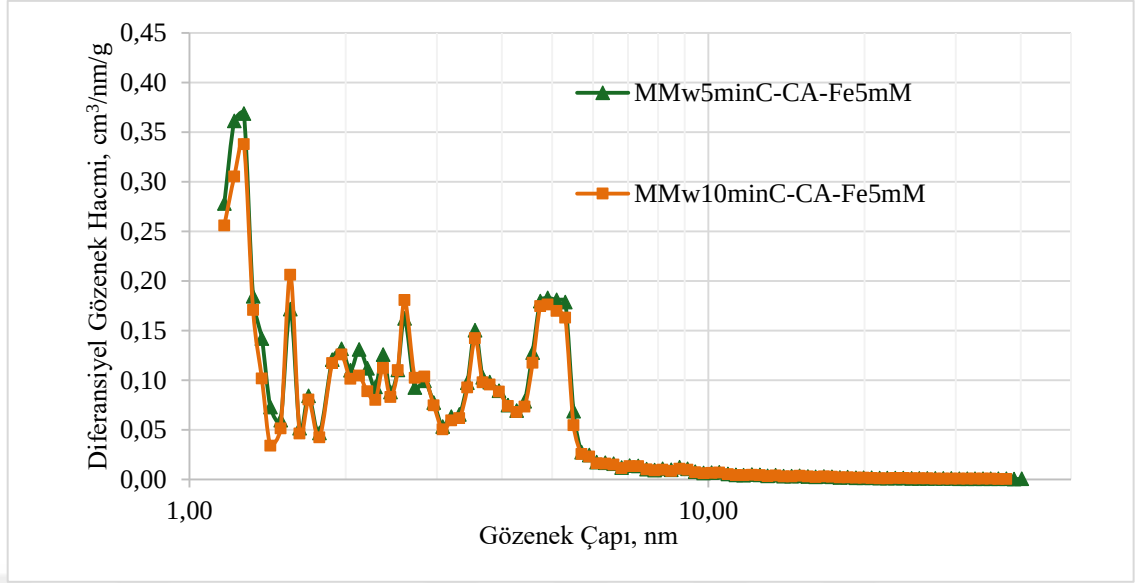
Örnek	Verim (%)
MMw5minC-CA-Fe5mM	91
MMw10minC-CA-Fe5mM	95

4.2.4.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri ve gözenek boyut dağılımı

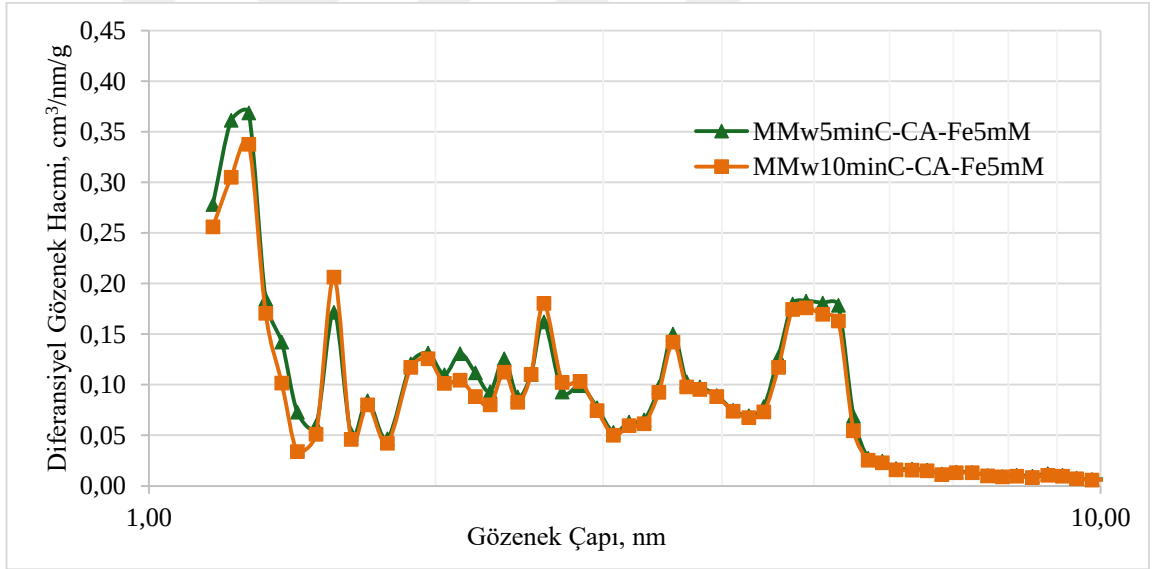
Modifiye mikrodalga fırında farklı sürelerde demir nano parçacık çöktürülmüş kompozit malzemelerin, adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri Şekil 4.17 de, gözenek boyut dağılımları Şekil 4.18 ve Şekil 4.19’da, yüzey alanı ve gözenek hacimleri ise Çizelge 4.11’de verilmiştir. Kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri çakışık çıkmıştır. Her iki örnekte de histerezis gözlenmiştir ve mezo gözenekli yapı korunmuştur. Şekil 4.16 dan görüldüğü gibi her iki sürede de elde edilen kompozit malzemelerin gözenek boyut dağılımlarında önemli farklılıklar gözlenmemiştir. Yüzey alanları da her iki örnek için yakın değerlerde bulunmuştur.



Şekil 4.17 Modifiye mikrodalga süresinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi



Şekil 4.18 Modifiye mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.19 Modifiye mikrodalga süresinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi

Çizelge 4.11 Modifiye mikrodalga süresinin yüzey alanı ve gözenek hacmine etkisi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
MMw10minC-CA-Fe5mM	1011	0.7374	0.2353	0.5021
MMw5minC-CA-Fe5mM	1081	0.7896	0.2551	0.5345

4.2.5 Metal nanoparçacıkların farklı sıra ve sürelerde eklenmesi

Kimyondan bitkisi atıklarından üretilen aktif karbona çinko ve demir nano parçacıkları ayrı ayrı çöktürülmüş ve sonuçlar yukarıda verilmişti. Bu iki metal parçacıklarının yapıya birlikte eklenmesi aktif karbonun özelliklerini nasıl etkilemektedir? Bu sorunun cevabını bulmak için bu metal parçacıklar yapıya farklı sıralama ve sürede eklenmiştir. Bunun için modifiye edilmiş mikrodalga fırın kullanılmıştır.

4.2.5.1 Verim

Metal parçacıkların farklı sıralamada ve farklı mikrodalga sürede eklenmesi sonucunda kompozit malzemelerin verimleri hesaplanmış ve Çizelge 4.12’de verilmiştir. Ekleme sırası ve sürenin, verimi etkilediği Çizelge 4.12’de görülmektedir. En iyi sonuç kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbona çinko yüklendikten sonra 10 dk modifiye mikrodalga fırında demir yüklenmesinde (%90) elde edilmiştir. Aktif karbona önce demirin yüklenmesi ve ardından çinkonun yüklenmesi sonucunda verim daha düşük elde edilmiştir.

Çizelge 4.12 Farklı sıra ve sürede metal parçacık eklenmesinin verime etkisi

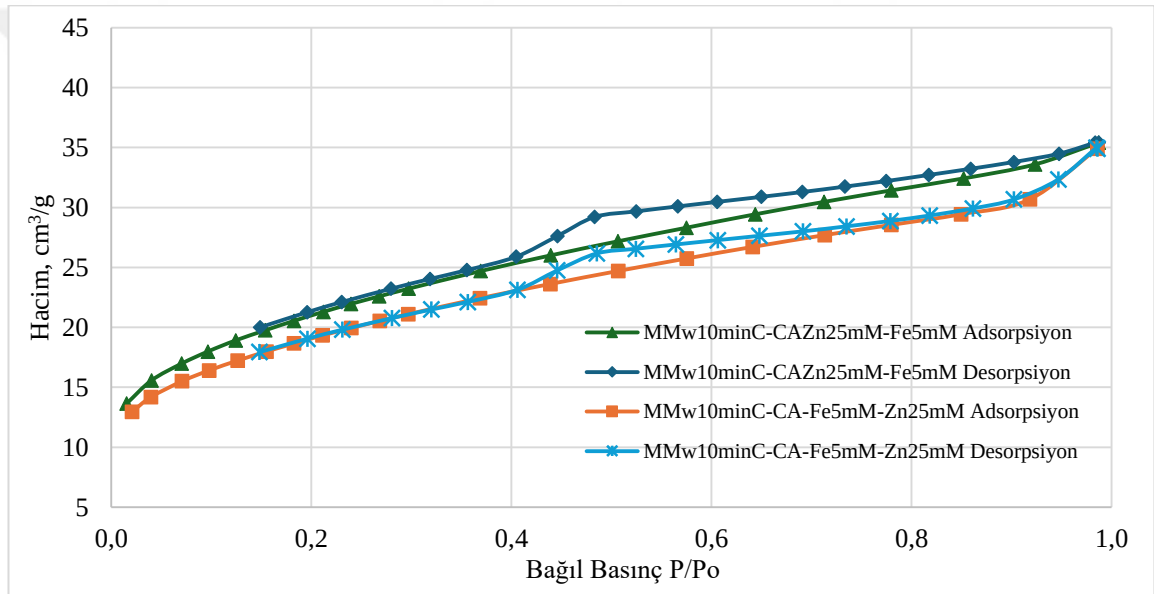
Örnek	Verim (%)
MMw10minC-CAZn25mM-Fe5mM	90
MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM	71
MMw10minC-CA-Fe5mM-Zn25mM	64

4.2.5.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı

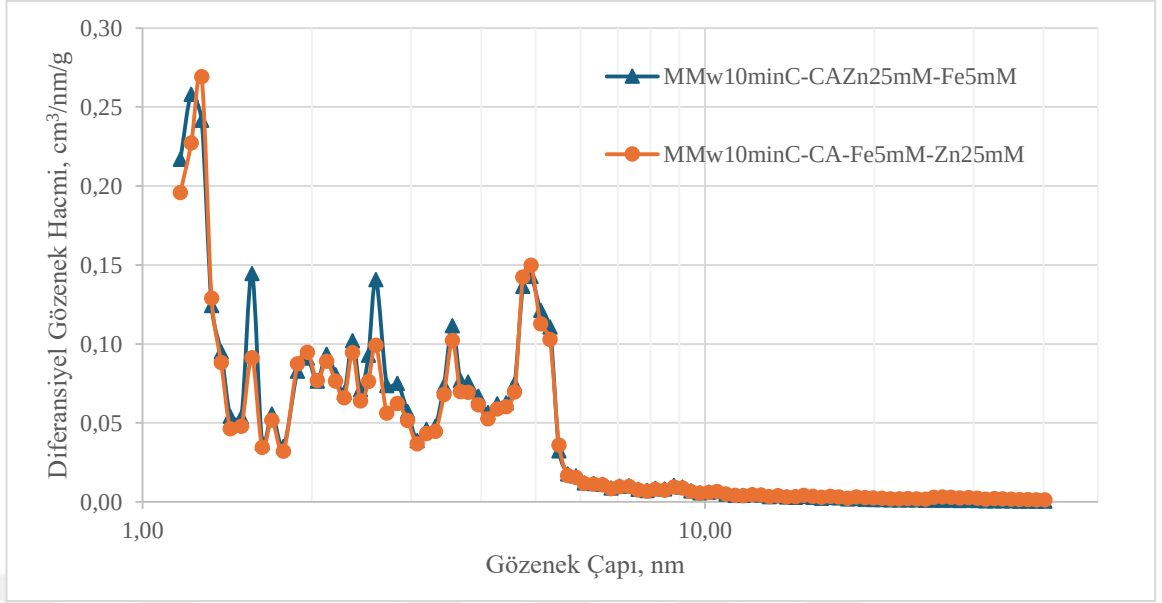
Kimyon bitkisi atıklarından farklı sıralamada metal parçacık eklenerek elde edilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi şekil 4.20’de, gözenek boyut dağılımı şekil 4.21 ve şekil 4.22’de, yüzey alanı ve gözenek hacimleri çizelge 4.13 verilmiştir.

Kimyon bitkisi atıklarından farklı sıralama metal parçacık ekleme ve farklı mikrodalga süresinde elde edilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi şekil 4.23'te, gözenek boyut dağılımı şekil 4.24 ve şekil 4.25'te, yüzey alanı ve gözenek hacimleri çizelge 4.13 verilmiştir.

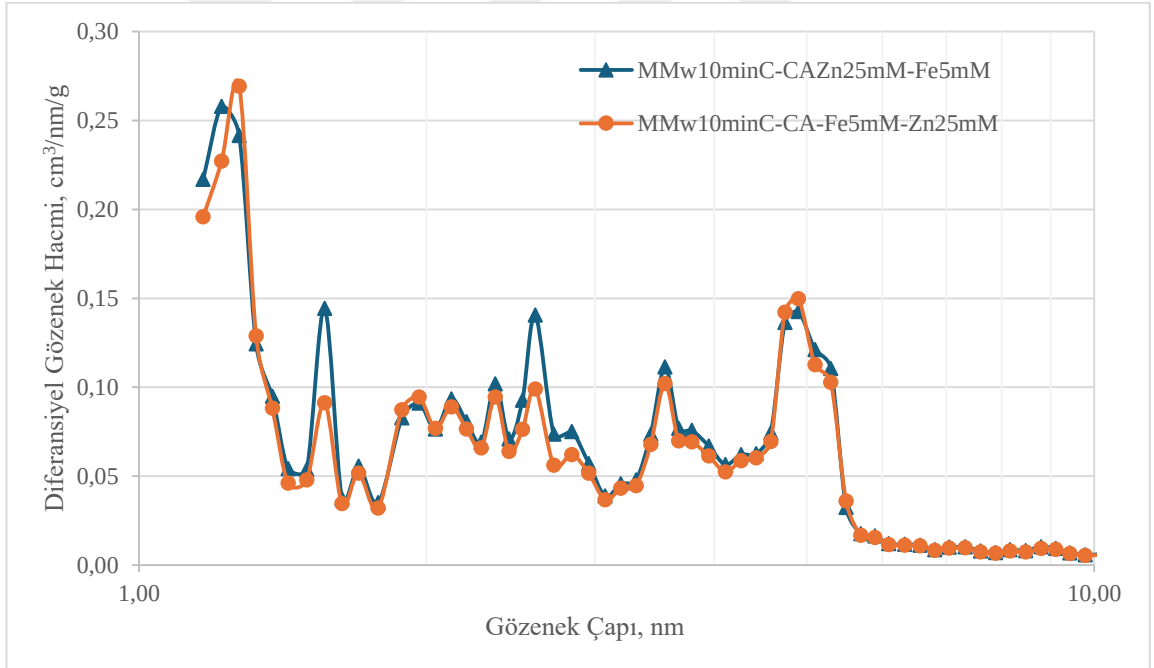
En iyi sonuçlar kimyon atığından üretilen aktif karbona çinko yüklendikten sonra 10 dk modifiye mikrodalgada demir yüklenmesinde elde edilmiştir. Çizelge 4.13 de farklı sıralama ve aynı sürede üretilen kompozit malzemelerin yüzey alanları birbirine yakın elde edilmiştir.



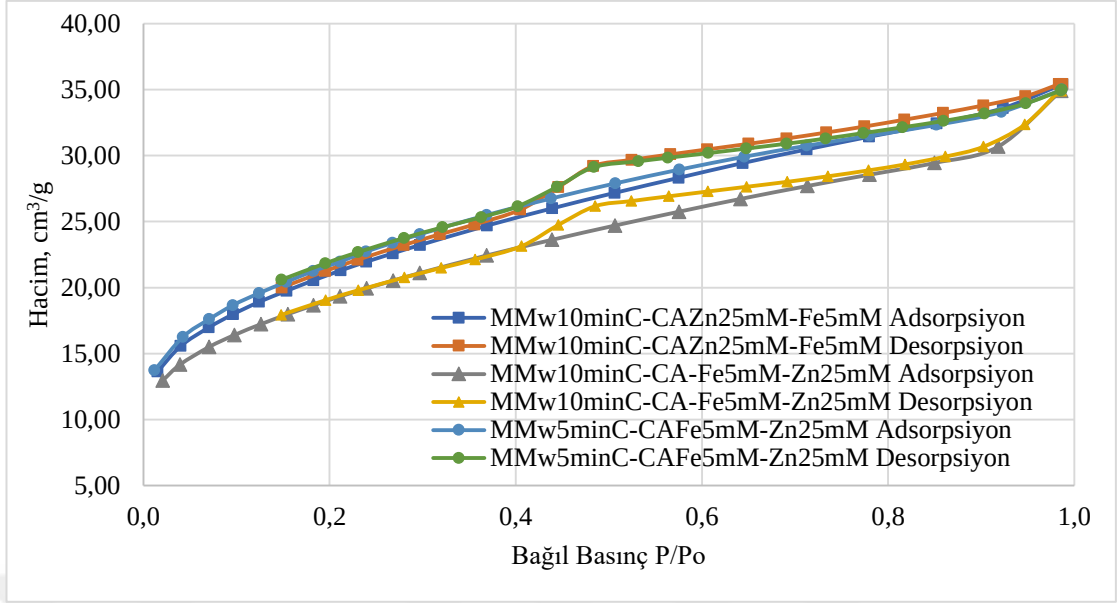
Şekil 4.20 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi



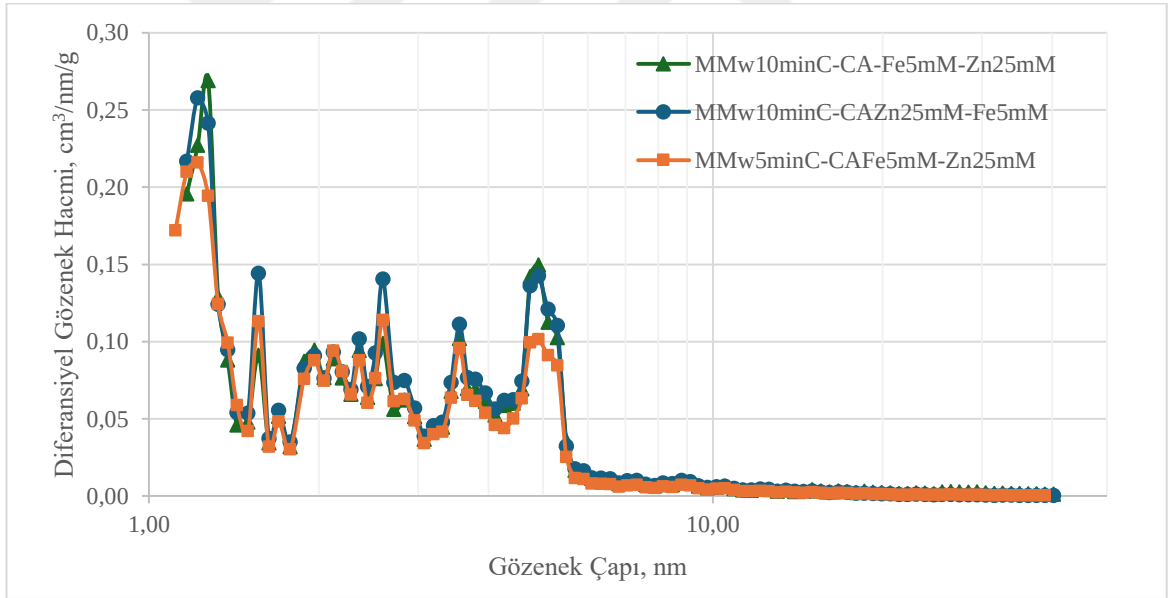
Şekil 4.21 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin gözenek boyut dağılımları



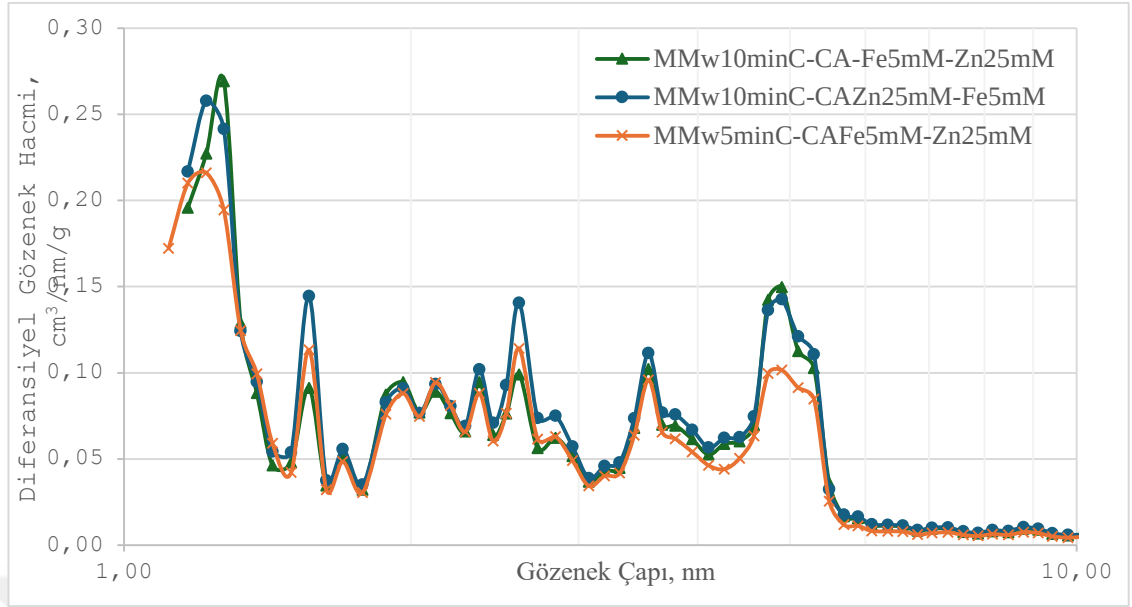
Şekil 4.22 Farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin 1-10nm arası gözenek boyut dağılımları



Şekil 4.23 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal tuzu eklenmiş kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri



Şekil 4.24 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımı



Şekil 4.25 Farklı mikrodalga süresi uygulanmış ve farklı sıralamada metal parçacık eklenmiş kompozit malzemelerin 1-10nm gözenek boyut dağılımı

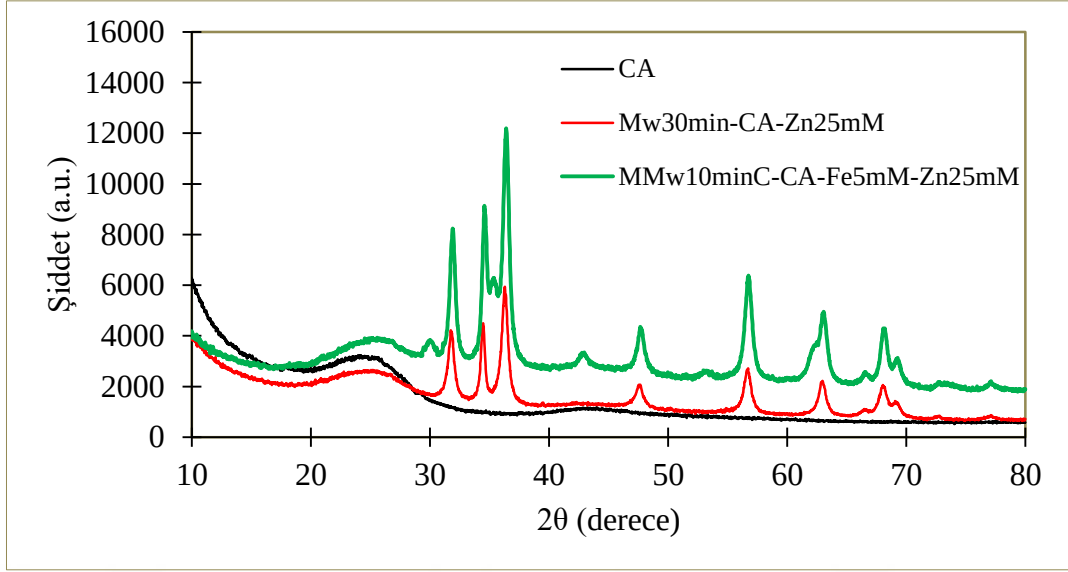
Çizelge 4.13 Farklı sıralama ve mikrodalga süresinde elde edilen kompozit malzemelerin yüzey alanı ve gözenek hacimleri

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
MMw10minC-CAZn25mM-Fe5mM	785	0.5909	0.1818	0.4091
MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM	704	0.5059	0.1721	0.3338
MMw10minC-CA-Fe5mM-Zn25mM	772	0.6301	0.1832	0.4469

4.2.5.3 XRD

Her madde kendine özgü kristal faz içerdiğinden bu fazların atomik dizilimleri farklıdır ve X-ışınları uygulandığında farklı karakteristik desenler verirler. XRD tekniği uygulanarak kristal yapıdaki malzemelerin X-ışını kırınım desenleri kayıt altına alınmış ve kütüphaneler oluşturulmuştur. Maddelerin kristal ve moleküler yapıları hakkında bilgiler sağladığından XRD tekniği sıkça tercih edilen bir karakterizasyon yöntemidir. Şekil 4.26'da kimyondan üretilen aktif karbon örneğine ve aktif karbon-ZnO ile aktif karbon-ZnO-Fe₃O₄ kompozitlerine ait XRD desenleri verilmiştir. Aktif karbon amorf yapıda bir malzeme olduğundan kristal yapılardan kaynaklanan keskin XRD pikleri

yerine 20-25° ve 40-45° aralıklarında iki yayvan pike sahiptir. 20-25° aralığındaki pik aktif karbonun amorf yapısına, 40-45° aralığındaki pik ise grafitik yapısına karşılık gelmektedir (Yaglikci vd. 2020). Bu pikler kompozit örneklerine ait desenlerde de görülmektedir. Grafitik yapıya karşılık gelen yayvan pik, ZnO ve Fe₃O₄'ün birlikte bulunduğu kompozit örneğinde Fe₃O₄ varlığından kaynaklı (400) düzlemine karşılık gelen pik ile çakışmaktadır. Aktif karbon örneğine ZnO yüklenme işlemleri sonrasında üretilen örnekler için desen incelendiğinde 11 adet pik oluşumu gözlemlenmiştir. Bu piklerin tepe noktaları sırasıyla 31.76° (100), 34.46° (002), 36.28° (101), 47.54° (102), 57.60° (110), 62.76° (103), 66.48° (200), 68.02° (112), 69.06° (201), 72.76° (004) ve 77.08° (202) 2θ derecelerine karşılık gelmektedir. Yapılan literatür taraması sonrası bu piklerin birebir olarak ZnO yapısına karşılık geldiği ve ZnO parçacıklarının başarılı bir şekilde aktif karbon yapısına yüklenebildiği saptanmıştır (Alharthi vd. 2020; Al-darwesh vd. 2023; Supin vd. 2023; Savitha vd. 2024). Aktif karbon yapısına ZnO ile beraber Fe₃O₄ yükleme çalışmaları sonrasında üretilen örnekler için XRD desenlerinde, aktif karbon için gözlemlenen piklerin ve ZnO için oluştuğu saptanan 11 adet pikin yanı sıra Fe₃O₄'e karşılık gelen yeni piklerin oluşması beklenmektedir. Aktif karbon-ZnO- Fe₃O₄ kompozit örneğine ait desen incelendiğinde yukarıda belirtilen piklere ilave olarak 6 adet yeni pik oluşumu belirlenmiştir. Bu piklerin tepe noktaları sırasıyla 30.00° (220), 35.36° (311), 36.78° (222), 42.96° (400), 52.96° (422) ve 63.06° (440) 2θ derecelerinde gözlemlenmiştir. Oluşan bu yeni piklerin hangi maddenin kristal yapısına denk geldiği literatür araştırması ile belirlenmiş ve birebir olarak Fe₃O₄ (manyetit) yapısına karşılık geldiği saptanmıştır (Silva vd. 2013; Zhuang vd. 2015; Zarei vd. 2018; Gu vd. 2020). Elde edilen sonuçlar mikrodalga yöntemiyle ZnO ve Fe₃O₄ yapılarının başarılı bir şekilde aktif karbon yüzeyine eklenebildiğini ispatlamaktadır.



Şekil 4.26 Aktif karbona çinko ve demir tuzu eklenmesinin aşamalı XRD desenleri

4.3 Çay Atığından Üretilen Aktif Karbon Kompozitleri

4.3.1 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi

Çay atığından üretilen aktif karbona çinko metal nano parçacık eklenmesinde geleneksel, mikrodalga ve modifiye mikrodalga olmak üzere 3 farklı sistem kullanılmıştır.

4.3.1.1 Verim

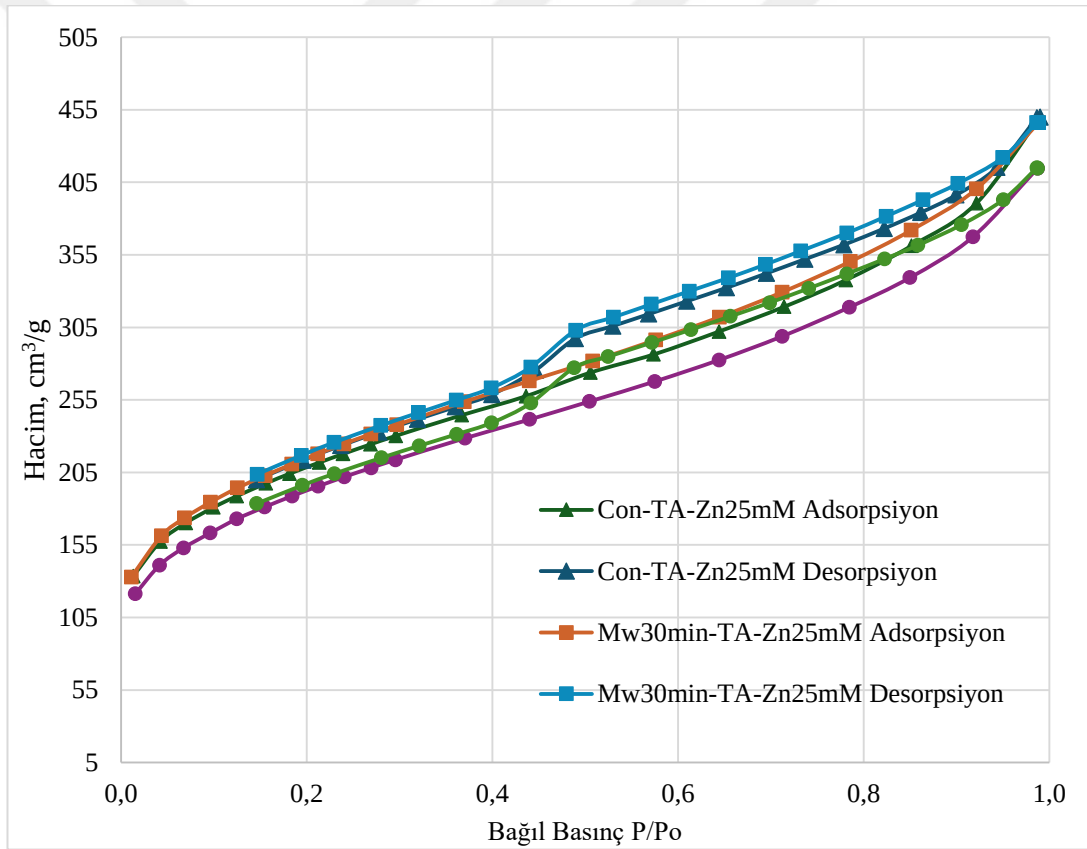
Çay fabrikası atıklarından üç farklı sistem ile elde edilen kompozit malzemelerin verimleri Çizelge 4.14 verilmiştir. Modifiye mikrodalga fırın kullanıldığında elde edilen verim diğerlerine göre biraz daha yüksek bulunmuştur.

Çizelge 4.14 Geleneksel, katı faz mikrodalga reaktör ve modifiye mikrodalga fırın kullanıldığında elde edilen kompozit malzemelerin verimleri

Örnek	Verim (%)
Con-TA-Zn25mM	73
Mw30min-TA-Zn25mM	74
MMw10minC -TA- Zn25mM	77

4.3.1.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı

Geleneksel, katı faz mikrodalga reaktör ve modifiye mikrodalga fırın kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi şekil 4.27’de gözenek boyut dağılımları Şekil 4.28 ve Şekil 4.29’da, yüzey alanı ve gözenek hacim değerleri çizelge 4.15’te verilmiştir. Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermiinde yer alan histerisis, kompozit malzemenin mezo gözenekli yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Kompozit malzemelerin gözenek boyut dağılımları ise benzer bir dağılım göstermiştir. Çizelge 4.15’ten görüldüğü gibi en yüksek yüzey alanı katı faz mikrodalga reaktör kullanıldığında elde edilmiştir.

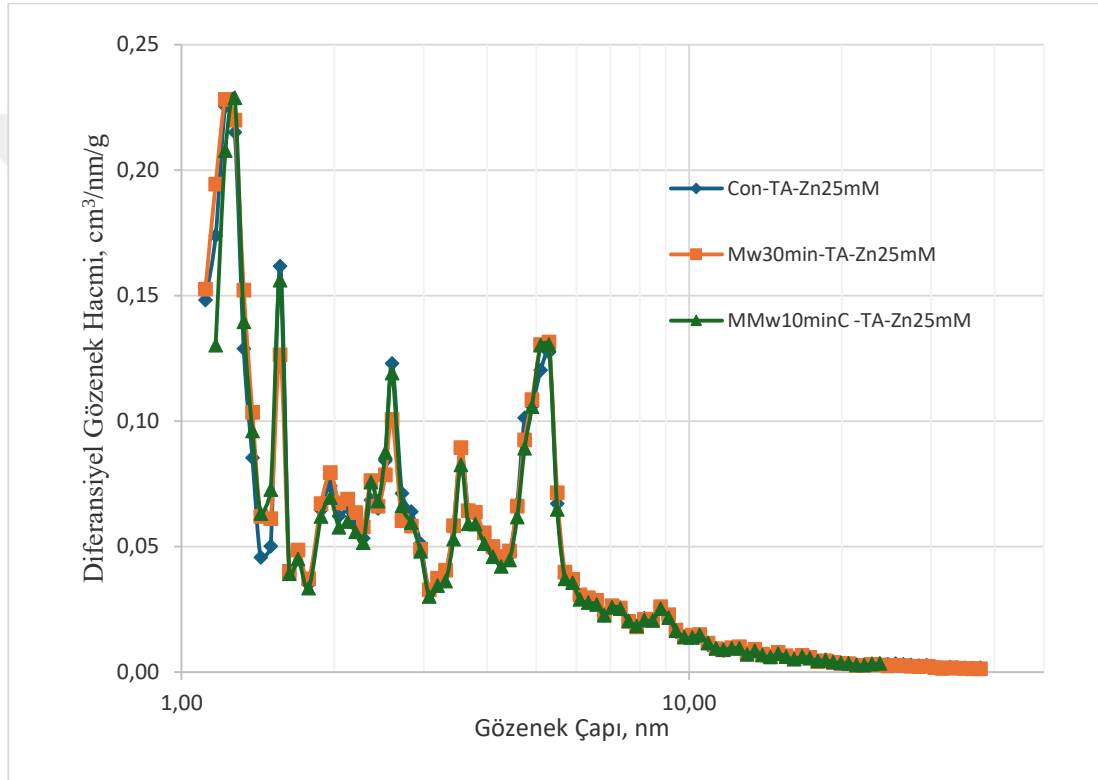


Şekil 4.27 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi

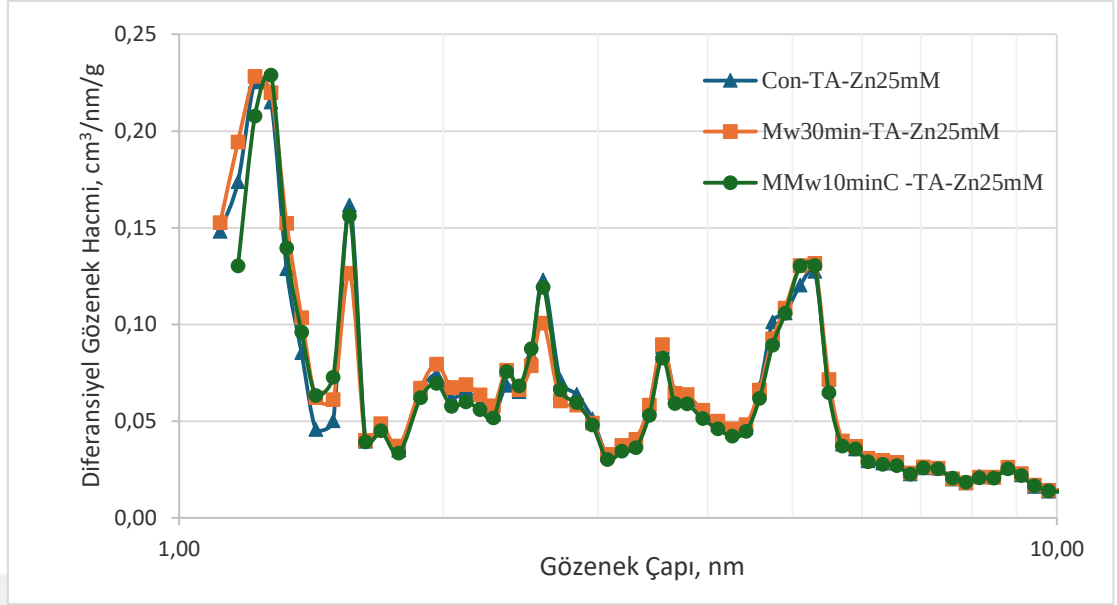
Geleneksel ve mikrodalga üretimin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine, yüzey alanına ve gözenek boyut dağılımına belirgin bir etkisi olmamıştır (Şekil 4.27, Şekil 4.28, Şekil 4.29, çizelge 4.15)

Çizelge 4.15 Geleneksel ve mikrodalga üretimin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
Con-TA-Zn25mM	721	0.6959	0.1603	0.5356
Mw30min-TA-Zn25mM	744	0.6900	0.1660	0.5240
MMw10minC-TA-Zn25mM	672	0.6414	0.1400	0.5014



Şekil 4.28 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.29 Geleneksel ve mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin 1-10nm gözenek boyut dağılımına etkisi

4.3.2 Kesikli ve sürekli modifiye mikrodalga'nın etkisi

Bir malzeme mikrodalga enerjiye maruz bırakıldığında, mikrodalga'nın ısıtma prensibi nedeni ile moleküllere dönme hareketi yaptırmaktadır. Bu dönme hareketi sonucunda ısınma gerçekleşmektedir. Eğer bir malzeme uzun süre mikrodalga enerjiye maruz bırakılırsa moleküller bir rezonansa girip belli bir süreden sonra etkileşim olmamaktadır. Eğer mikrodalga enerji kesikli verilirse malzemenin daha iyi etkileşeceği belirtilmektedir. Bu nedenle çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonlar kullanılarak üretilen kompozit malzemeler, kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisi kullanılarak da üretilmiştir.

4.3.2.1 Verim

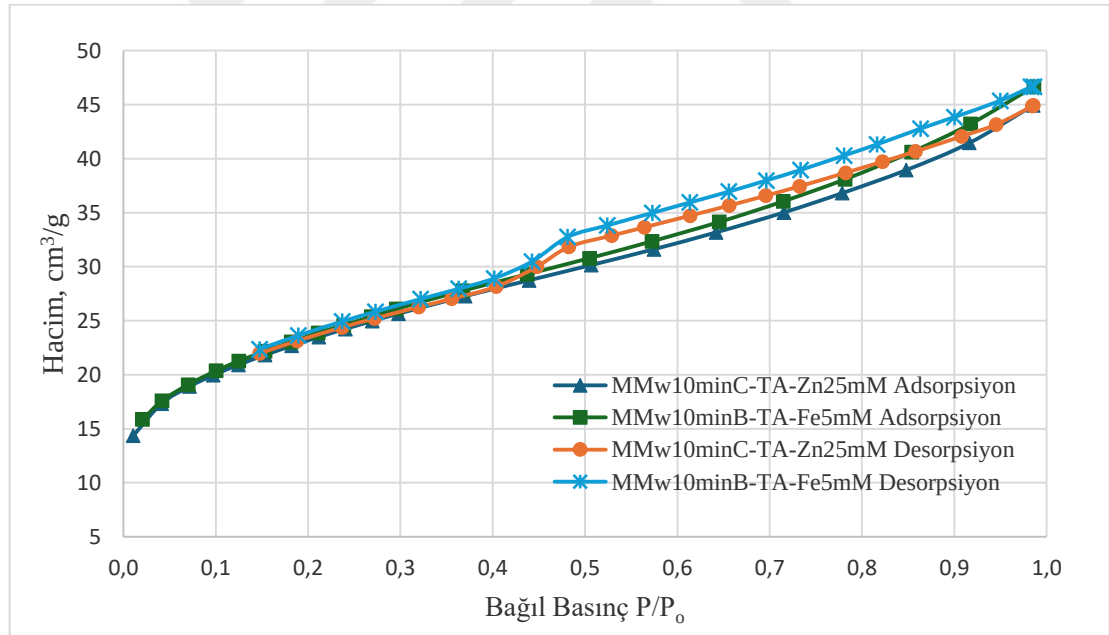
Çizelge 4.16'da kesikli ve sürekli çalıştırılan modifiye mikrodalga fırın kullanılarak üretilen kompozit malzemelerin verimleri yer almaktadır. Her iki yöntemde de elde edilen verimler birbirine yakındır.

Çizelge 4.16 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjinin verime etkisi

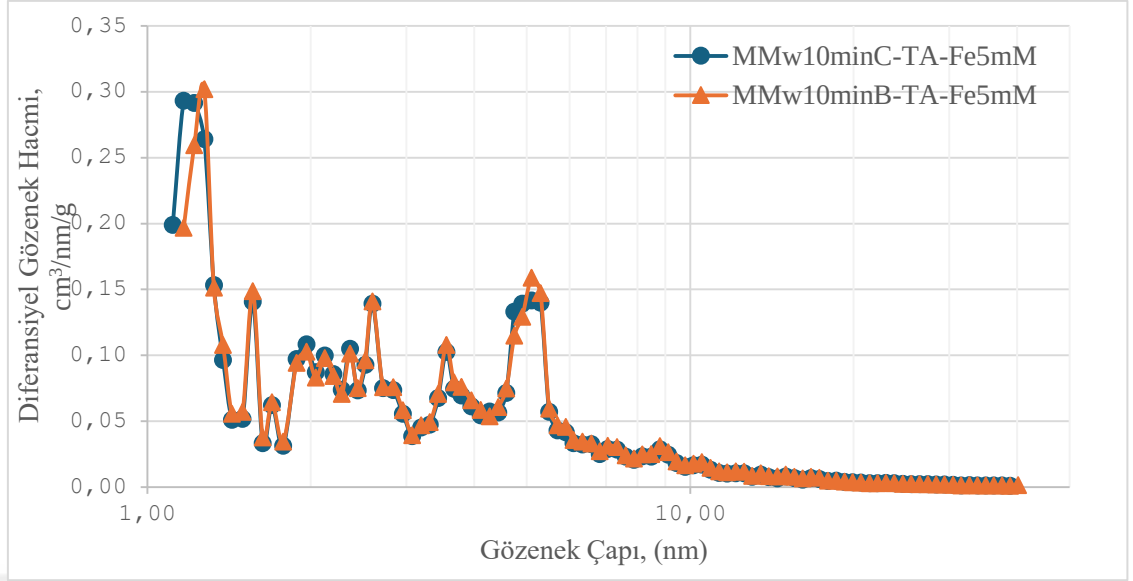
Örnek	Verim (%)
MMw10minB-TA-Fe5mM	91
MMw10minC-TA-Fe5mM	93

4.3.2.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri ve gözenek boyut dağılımı

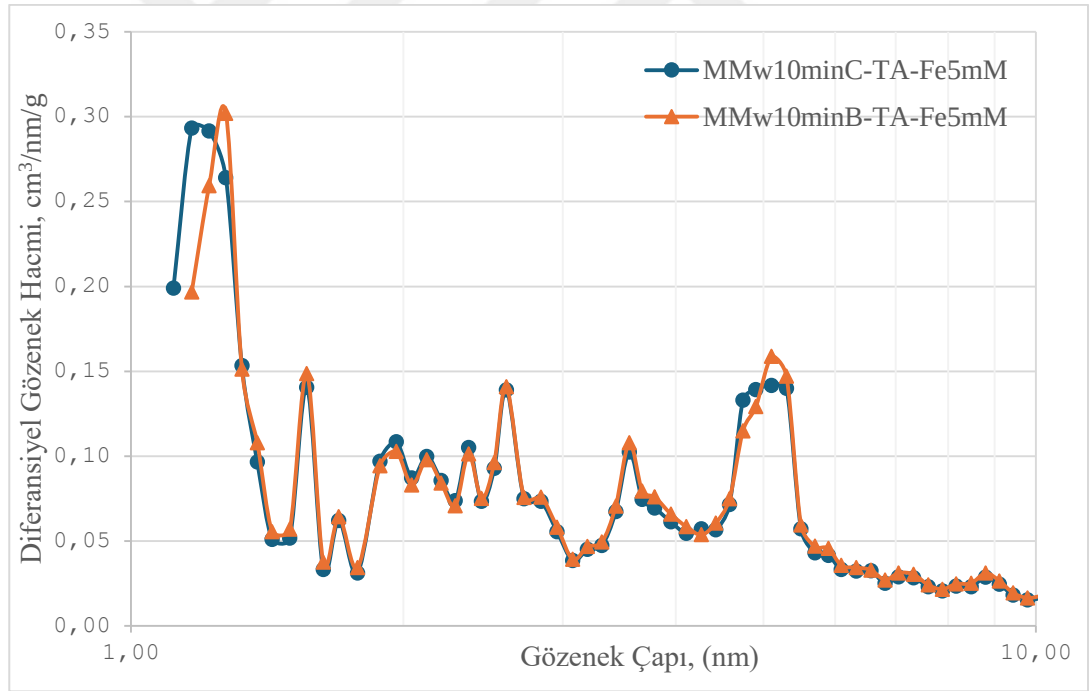
Şekil 4.30’da kesikli ve sürekli verilen mikrodalga enerji ile çay fabrikası atıklarından üretilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri, Şekil 4.31 ve Şekil 4.32’ de gözenek boyut dağılımları, Çizelge 4.17’de ise yüzey alanları ve gözenek hacimleri verilmiştir. Tüm veriler değerlendirildiğinde kesikli mikrodalga enerji ile üretilen kompozit malzemelerin sürekli sisteme göre çok azda olsa daha iyi sonuç verdiğini göstermektedir.



Şekil 4.30 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri



Şekil 4.31 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin tüm gözenek boyut dağılımı



Şekil 4.32 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin 1-10nm arası gözenek boyut dağılımına etkisi

Çizelge 4.17 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerji kullanarak hazırlanan kompozit malzemelerin yüzey alanı, gözenek hacmi

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
MMw10minB-TA-Fe5mM	889	0.7844	0.1939	0.5905
MMw5minC-TA-Fe5mM	855	0.759	0.1945	0.5645

4.3.3 Farklı metal parçacık eklenmesinin etkisi

4.3.3.1 Verim

Çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonlara çinko ve demir nano parçacık çöktürme işlemi sonucunda elde edilen verim değerleri Çizelge 4.18’de verilmiştir. Çizelge 18’den görüldüğü gibi demir nano parçacık çöktürme işleminde verim daha yüksek bulunmuştur.

Çizelge 4.18 Farklı metal parçacık eklenmesinin verime etkisi

Örnek	Verim (%)
MMw10minC-TA-Zn25mM	77
MMw10minC-TA-Fe5mM	93

4.3.3.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı

Çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonlara farklı metal çöktürme ile hazırlanan kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımları şekil 4.33’te, gözenek boyut dağılımları şekil 4.34 ve şekil 4.35’te, yüzey alanı ve gözenek hacimleri ise çizelge 4.19’da verilmiştir.

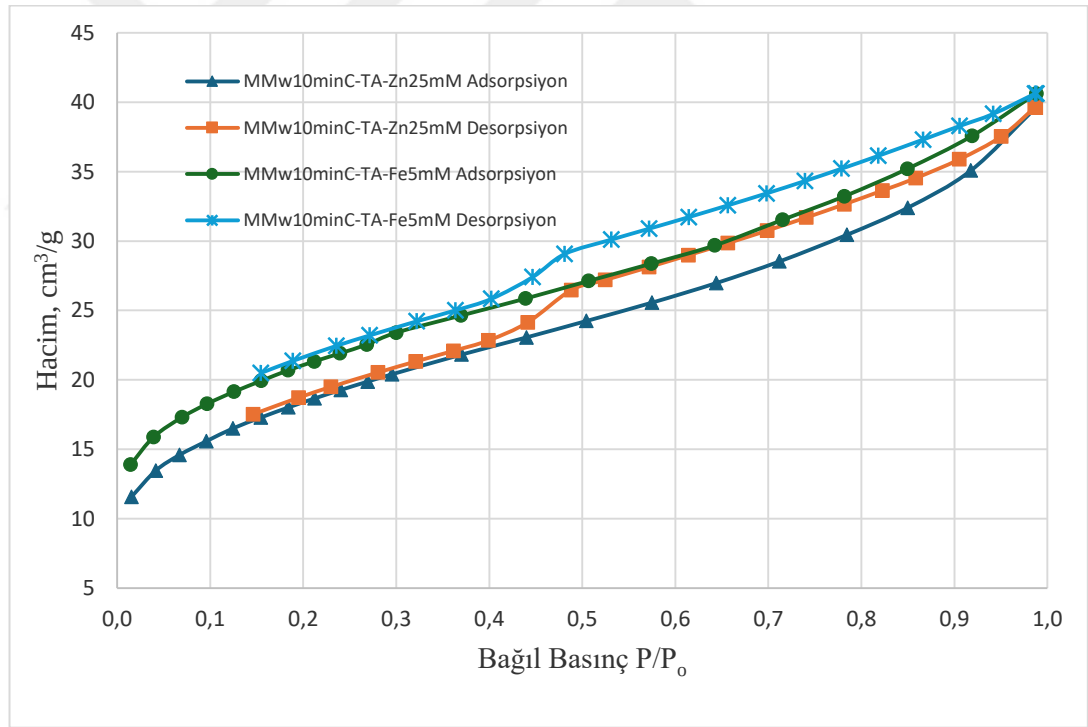
Farklı metal parçacık eklenmesi ile Şekil 4.33’ten görüldüğü gibi mezo gözenekli kompozit malzemeler elde edilmiştir. Gözenek boyut dağılımlarında da farklılıklar gözlenmiştir. Demir nano parçacık çöktürülmüş kompozit malzemenin yüzey alanı çinkoya göre daha yüksek elde edilmiştir. Buna bağlı olarak gözenek hacmi de yüksektir.

Bu da adsorpsiyon/desorpsiyon izotermelerini etkilemektedir (Şekil 4.33). Çinko demirden daha iyi sonuç vermektedir.

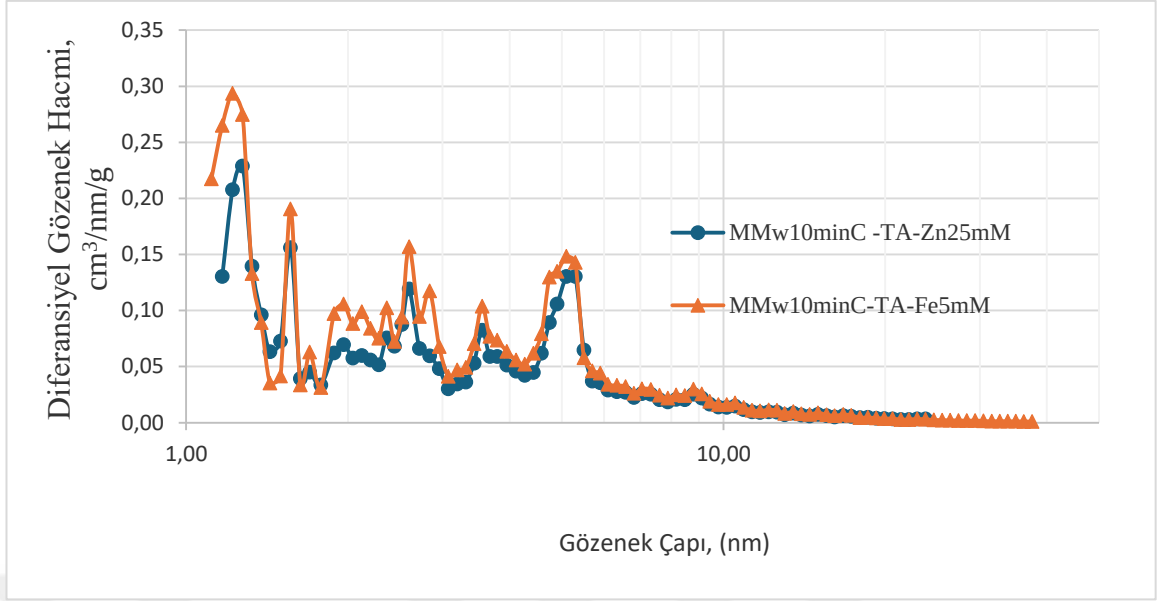
Farklı metal parçacık eklenmesinin gözenek boyut dağılımlarına etkisi görülmektedir (Şekil 4.34 ve şekil 4.35). Çinko demirden daha iyi sonuç vermektedir.

Çizelge 4.19 Farklı metal parçacık eklenmesinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özelliklerine etkisi

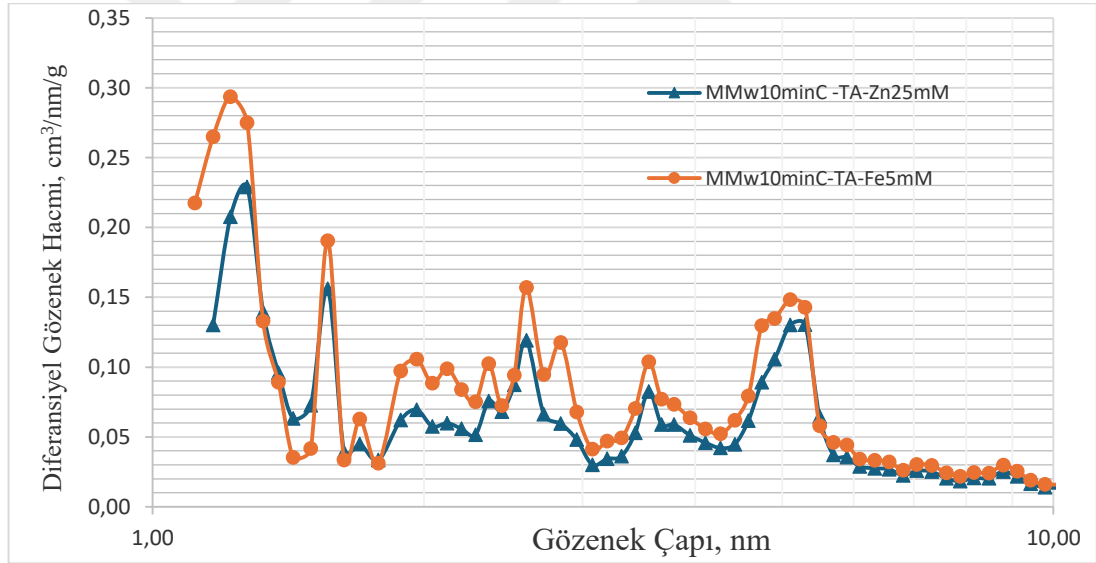
Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
MMw10minC-TA-Zn25mM	672	0.6414	0.1400	0.5014
MMw10minC-TA-Fe5mM	935	0.8087	0.2147	0.5940



Şekil 4.33 Farklı metal parçacık eklenmesinin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermine etkisi



Şekil 4.34 Farklı metal parçacık eklenmesinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.35 Farklı metal parçacık eklenmesinin 1-10nm gözenek boyut dağılımına etkisi

4.3.4 Farklı sırada ve farklı mikrodalga süresinde metal parçacık eklenmesi

4.3.4.1 Verim

Çay fabrikası atığından üretilen aktif karbonlara farklı sıralama ve farklı mikrodalga enerji süresinde metal parçacık çöktürülmesi sonucu üretilen kompozit malzemelerin

verimleri Çizelge 4.20’de verilmiştir. Yapıya önce çinko sonra demir eklenmesi verimi artırmaktadır.

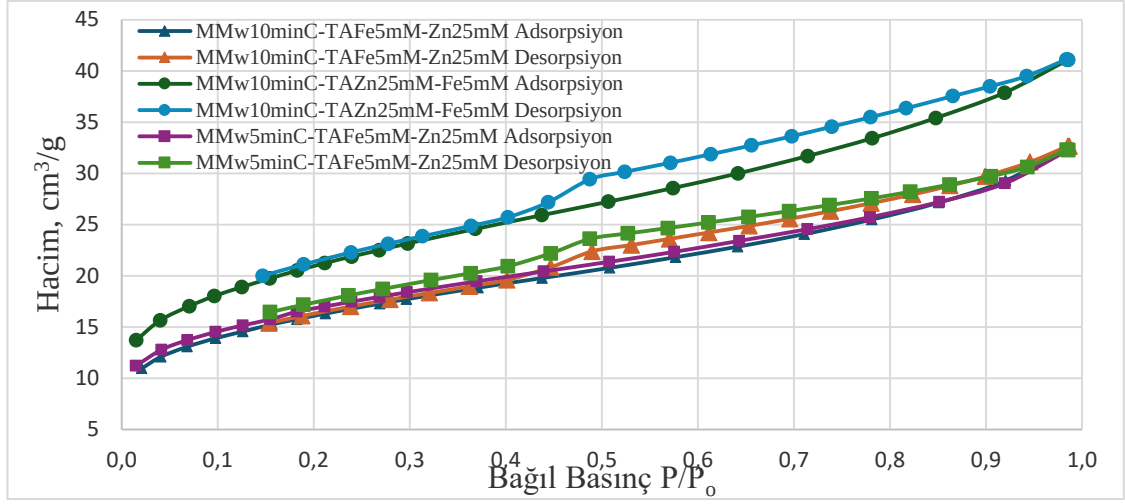
Çizelge 4.20 Farklı sıra ve sürede metal parçacık eklenmesinin verime etkisi

Örnek	Verim (%)
MMw10minC-TAZn25mM-Fe5mM	87
MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	69
MMw10minC-TA-Fe5mM-Zn25mM	59

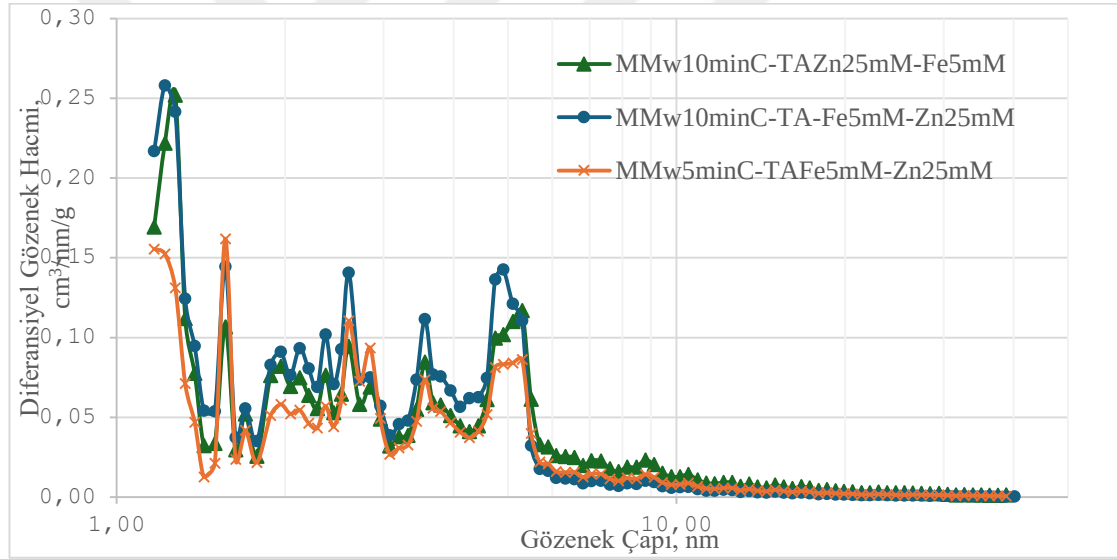
4.3.4.2 Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve gözenek boyut dağılımı

Çay fabrikası atığından üretilen aktif karbona farklı sırada ve farklı mikrodalga süresinde metal nano parçacık çöktürme işlemi sonrası elde edilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi Şekil 4.36’da, gözenek boyut dağılımları Şekil 4.37 ve Şekil 4.38’de, yüzey alanı ve gözenek hacimleri ise Çizelge 4.21’de verilmiştir. Yapıya önce çinko metal nano parçacıklarının çöktürülmesi sonrasında demir metal nano parçacıkların çöktürülmesi kompozit malzemenin yüzey alanını artırmıştır. Gözenek boyut dağılımlarında ise önemli farklılıklar görülmektedir. Sürenin artması gözenek hacmini de artırmıştır.

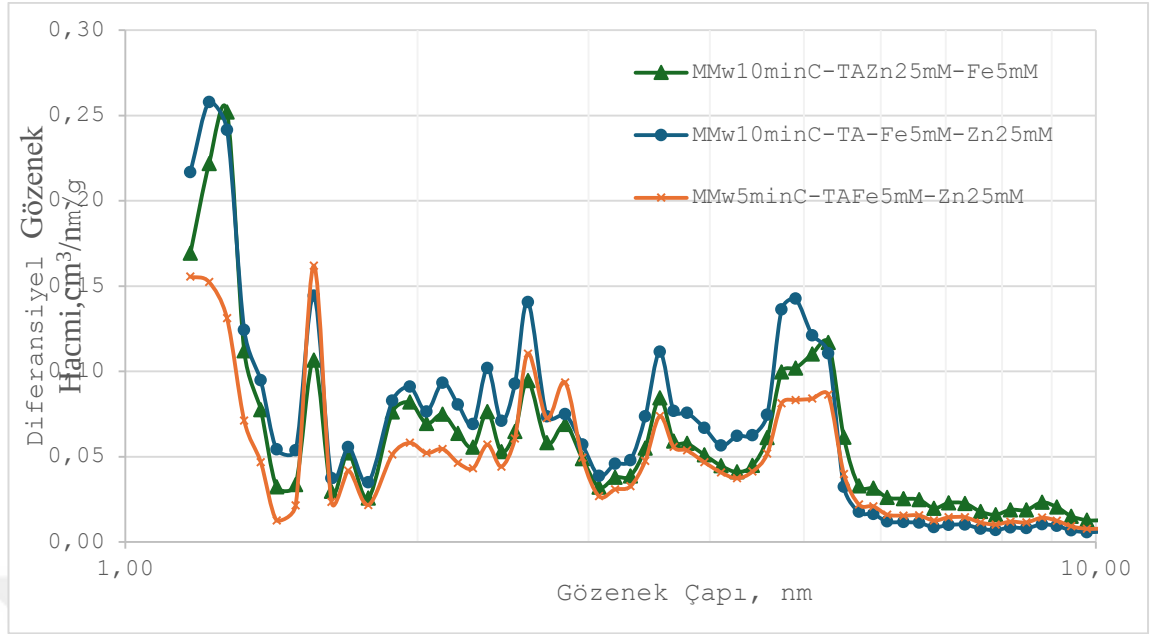
Verimle paralel olarak aktif karbona çinko çöktürdükten sonra 10 dk modifiye mikrodalgada demir çöktürülmesi adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi ve BET yüzey alanında daha iyi sonuçlar alınmasını sağlamaktadır (şekil 4.36, çizelge 4.20).



Şekil 4.36 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesine ait adsorpsiyon/desorpsiyon grafiği



Şekil 4.37 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin tüm gözenek boyut dağılımına etkisi



Şekil 4.38 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin 1-10 nm gözenek boyut dağılımına etkisi

Çizelge 4.21 Farklı sırada ve sürede metal parçacık eklenmesinin yüzey alanı ve gözenek hacmi özellikleri

Örnek	BET Yüzey Alanı, m ² /g	Gözenek Hacmi, cm ³ / g		
		Toplam	Mikro	Mezo
MMw10minC-TAZn25mM-Fe5mM	727	0.638	0.1648	0.4732
MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	572	0.4956	0.1308	0.3648
MMw10minC-TA-Fe5mM-Zn25mM	709	0.645	0.1600	0.4850

4.4 Adsorpsiyon

Bu aşamada kimyon bitkisi atığı ve çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonlara çinko ve demir nano parçacıklarının farklı koşullar ve sistemlerde çöktürülmesi sonucu elde edilen kompozit malzemelerin metilen mavisi adsorpsiyon kapasiteleri belirlenmiştir. Son aşamada tek bir derişimde tüm örneklerin adsorpsiyon kapasiteleri test edilmiştir.

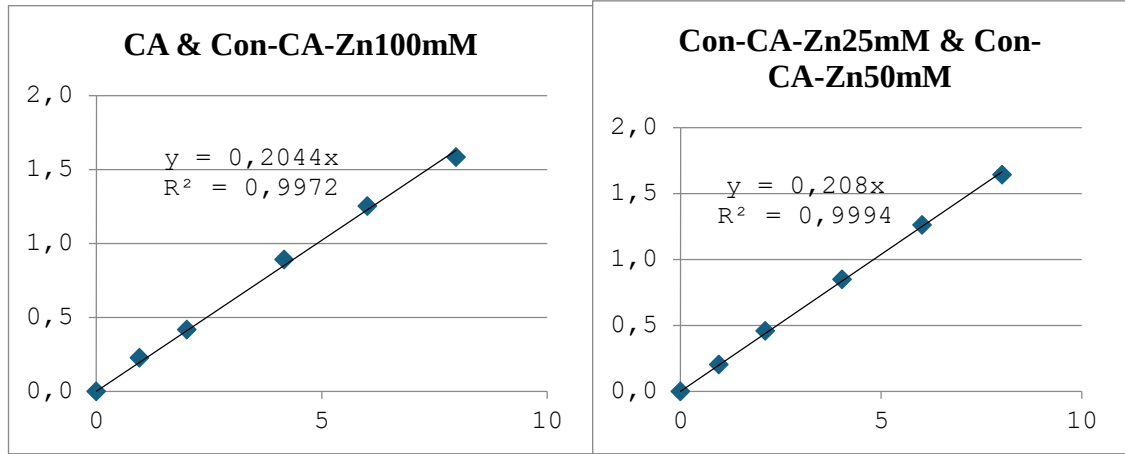
4.4.1 Çinko derişiminin etkisi

Bölüm 3.8.5 adsorpsiyon analizinde bahsedilen 25, 50, 100, 150, 200, 250, 300, 350 ppm derişimlerinde çözeltiler ile şekil 3.14 UV-VIS cihazında absorbans değerleri ölçülmüştür.

Kalibrasyon doğru denklemi için metilen mavisinin beş farklı derişiminde (1, 2, 4, 6 ve 8 ppm) çözeltiler hazırlanmış ve UV-VIS cihazında absorbans değerleri okunmuştur. Absorbans değerleri çizelge 4.22’de verilmiştir. Çizelge 4.22’de okunan absorbans değerleri 1, 2, 4, 6 ve 8 ppm standart çözelti değerlerine ait olup, deney iki seferde tamamlandığı için iki grafik çizilmiş bu yüzden grafiğe hangi numunenin adsorpsiyon sırasında yapıldı ise o grafiğin başında belirtilmiştir. Bu verilerden hazırlanan kalibrasyon eğrisi ise Şekil 4.39’da sunulmuştur. Kalibrasyon eğrileri gerek duyulan örnekler için yeniden hazırlanmıştır. Aşağıda hazırlanan örnekler için kalibrasyon eğrileri tablolar halinde verilmiştir. Çinko çöktürme işleminin etkisini görebilmek için aktif karbon ile de adsorpsiyon çalışmaları yapılmıştır.

Çizelge 4.22 Kimyon atığından üretilen aktif karbon ve çinko derişiminin etkisinin incelendiği kompozitler için kalibrasyon verileri

CA & Con-CA-Zn100mM		Con-CA-Zn25mM & Con-CA-Zn50mM	
Derişim (ppm)	Absorbans	Derişim (ppm)	Absorbans
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.9563	0.2264	0.9567	0.2044
2.0022	0.4188	2.1064	0.4589
4.1609	0.8911	4.0252	0.8495
6.0104	1.2537	6.0171	1.2622
7.9759	1.5847	8.0096	1.6450
$y=0.2044x$ $R^2=0.9989$		$y=0.2080x$ $R^2=0.9998$	



Şekil 4.39 Çinko derişim etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri

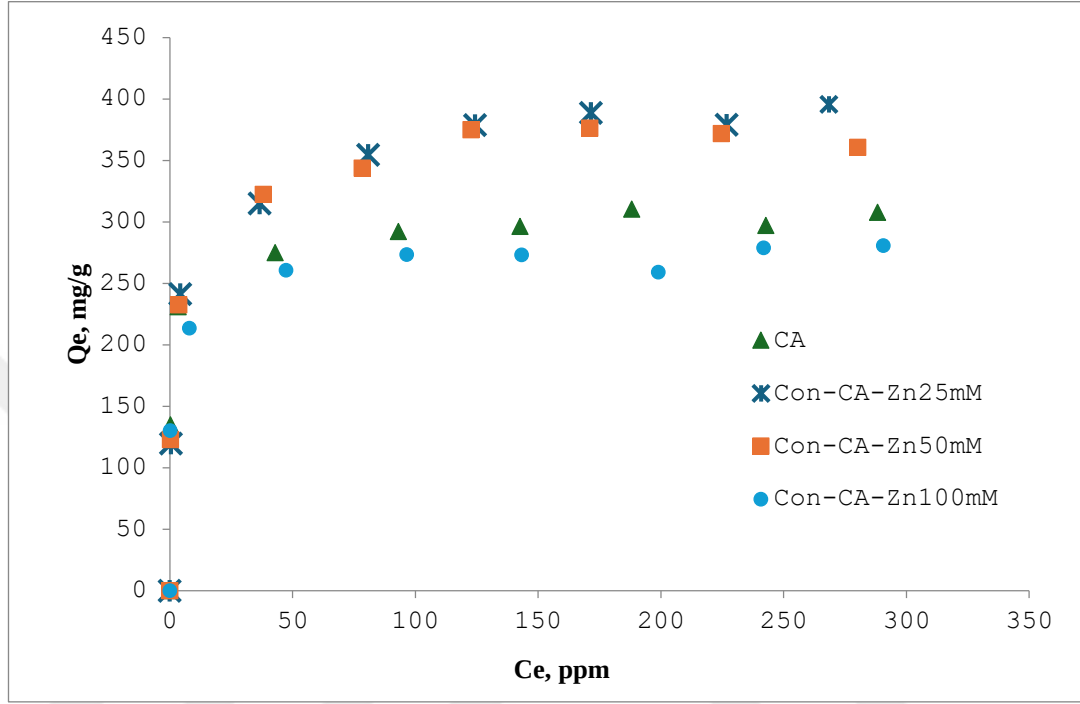
Çinko derişim etkisi için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.23'te verilmiştir.

Çizelge 4.23 Çinko derişim etkisi için metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri

CA		Con-CA-Zn25mM		Con-CA-Zn50mM		Con-CA-Zn100mM	
Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g
0	0	0	0	0	0	0	0
0.3058	134.8671	0.4481	119.7863	0.2644	123.0175	0.1111	130.1884
3.4095	230.9360	4.2544	241.2685	3.6034	232.4897	7.9751	213.5271
42.9275	274.9460	36.5432	314.9451	38.1510	322.3382	47.3538	260.8117
93.1576	292.1682	80.8150	354.5213	78.4146	343.9082	96.5233	273.4072
142.6497	296.4560	124.3395	378.8224	122.6913	375.1224	143.3644	273.3343
188.1773	310.4781	171.5165	388.6614	171.0260	376.3998	199.0098	259.2094
242.8425	297.2341	226.7888	379.0629	224.6119	371.9610	241.8729	279.0398
288.2727	307.8026	268.4494	395.7477	280.1883	360.6295	290.6316	280.7569

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.40'da verilmiştir. Geleneksel yöntemle hazırlanmış farklı derişimlerde çinko çöktürölmüş kompozit malzemeler içerisinde en iyi metilen mavisi adsorban örnek,

25mM çinko çöktürülerek hazırlanmış kompozit malzemede bulunmuştur (maksimum adsorpsiyon kapasitesi: 395 mg/g). Ayrıca çinko çöktürme işlemi aktif karbonun metilen mavisi adsorplama kapasitesini artırmıştır.



Şekil 4.40 Kimyon bitkisi atığından üretilen aktif karbon ve farklı derişimlerde çinko çöktürülmüş kompozit malzemelerin metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri

Adsorpsiyon modelinin, Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için (2-3) ve (2-5) denklemleri doğrusallaştırılarak kullanılmıştır. Elde edilen veriler çizelge 4.24'te verilmektedir. Çizelgeden görüldüğü gibi aktif karbon ve çinko çöktürülmüş kompozit malzemelerin hepsi de Langmuir modeli ile daha uyumlu sonuçlar vermiştir.

Çizelge 4.24 Çinko çöktürülmüş kompozit malzemelerin Langmuir ve Freundlich katsayıları

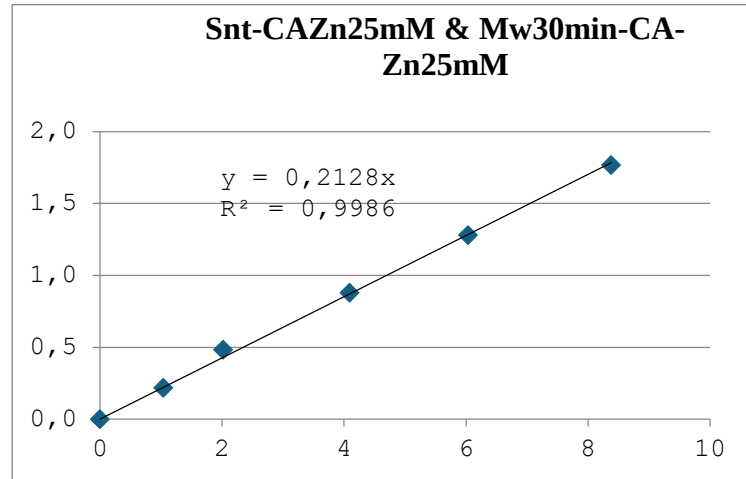
Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
CA	0.0000	0.0000	-	-
	0.3058	0.0023	-1.1849	4.9043
	3.4095	0.0148	1.2266	5.4421
	42.9275	0.1561	3.7595	5.6166
	93.1576	0.3188	4.5343	5.6773
	142.6497	0.4812	4.9604	5.6919
	188.1773	0.6061	5.2374	5.7381
	242.8425	0.8170	5.4924	5.6945
	288.2727	0.9366	5.6639	5.7295
	R ² = 0.9991		R ² = 0.9153	
Con-CA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.4481	0.0037	-0.8028	4.7857
	4.2544	0.0176	1.4480	5.4859
	36.5432	0.1160	3.5985	5.7524
	80.8150	0.2280	4.3922	5.8708
	124.3395	0.3282	4.8230	5.9371
	171.5165	0.4413	5.1447	5.9627
	226.7888	0.5983	5.4240	5.9377
	268.4494	0.6783	5.5927	5.9808
	R ² = 0.9984		R ² = 0.9466	
Con-CA-Zn50mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.2644	0.0021	-1.3302	4.8123
	3.6034	0.0112	1.2819	5.4488
	38.1510	0.1184	3.6416	5.7756
	78.4146	0.2280	4.3620	5.8404
	122.6913	0.3260	4.8097	5.9273
	171.0260	0.4544	5.1418	5.9307
	224.6119	0.6039	5.4144	5.9188
	280.1883	0.7769	5.6355	5.8879
	R ² = 0.9987		R ² = 0.95	
Con-CA-Zn100mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.1111	0.0009	-2.1977	4.8690
	7.9751	0.0373	2.0763	5.3638
	47.3538	0.1816	3.8576	5.5638
	96.5233	0.3530	4.5698	5.6110
	143.3644	0.5245	4.9654	5.6107
	199.0098	0.7678	5.2934	5.5576
	241.8729	0.8668	5.4884	5.6314
	290.6316	1.0352	5.6721	5.6375
	R ² = 0.998		R ² = 0.9633	

4.4.2 Sinterlemenin etkisi

Sinterlenmiş örneklerin adsorpsiyon işlemleri farklı zamanda yapıldığı için kalibrasyon eğrisi yeniden oluşturulmuştur. Bunun için 1, 2, 4, 6 ve 8 ppm metilen mavisi standart çözeltileri hazırlanmış ve absorbens değerleri ölçülmüştür (Çizelge 4.25). Kalibrasyon doğrusu ise Şekil 4.38 de verilmiştir.

Çizelge 4.25 Sinterleme etkisi için kalibrasyon doğru verileri

Snt-CAZn25mM & Mw30min-CA-Zn25mM	
Derişim (ppm)	Absorbans
0.0000	0.0000
1.0409	0.2180
2.0205	0.4836
4.0950	0.8808
6.0319	1.2797
8.3770	1.7684
$y = 0.2128x$ $R^2 = 0.9995$	



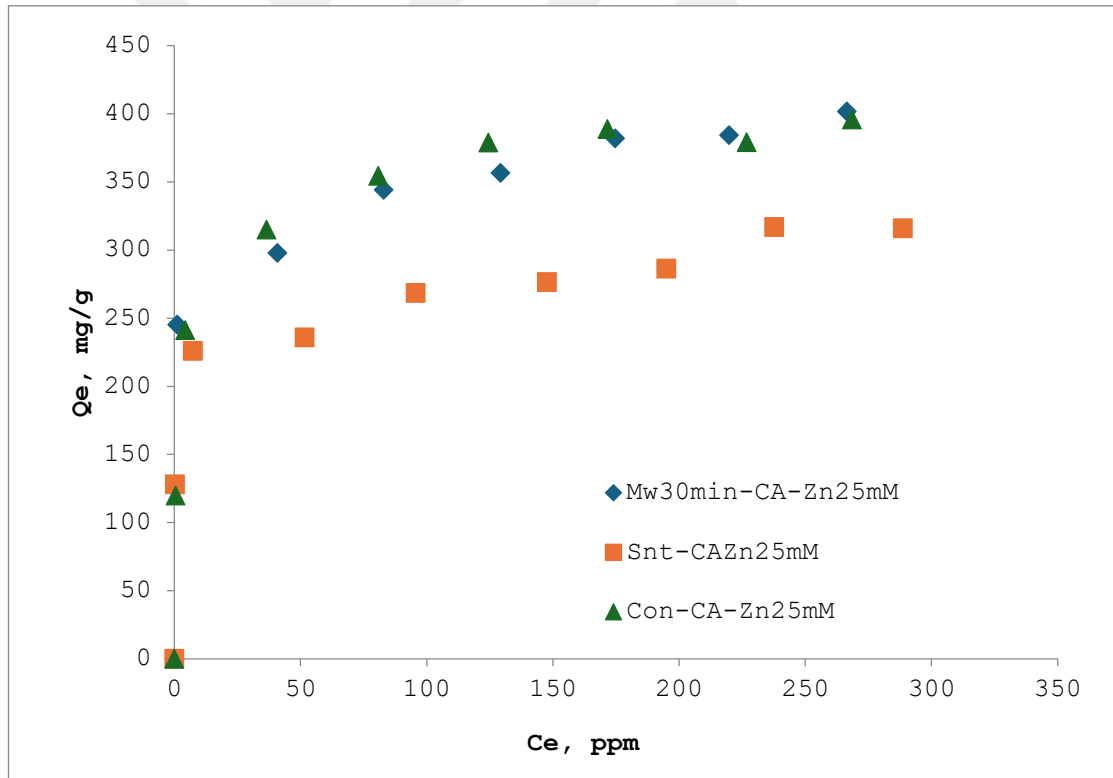
Şekil 4.41 Sinterleme etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri

Sinterleme etkisi için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.26'da verilmiştir.

Çizelge 4.26 Sinterleme etkisi için metilen mavisi adsorpsiyon denge verileri

Snt-CAZn25mM		Mw30min-CA-Zn25mM	
Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.2124	128.1240	0.1560	125.6250
7.3095	225.9529	1.1471	245.1992
51.5760	235.8397	40.8439	297.7624
95.5460	268.5171	82.9397	344.1243
147.5988	276.5722	129.2285	356.6029
194.9040	286.3715	174.6264	381.9003
237.7121	316.9946	219.7917	384.1958
288.6862	315.9231	266.4320	401.6682

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.42’de verilmiştir.



Şekil 4.42 Sinterlemenin metilen mavisi adsorpsiyon denge verilerine etkisi

Adsorpsiyon modelinin, Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için hesaplanan veriler Çizelge 4.27’de verilmektedir. Sinterleme sonrası adsorpsiyon

kapasitesi azalmıştır (maksimum adsorpsiyon kapasitesi:315 mg/g). Sinterleşme de mikrodalga enerji kullanılarak üretilen kompozit için Langmuir izoterm modeli daha uyumludur (Çizelge 4.27).

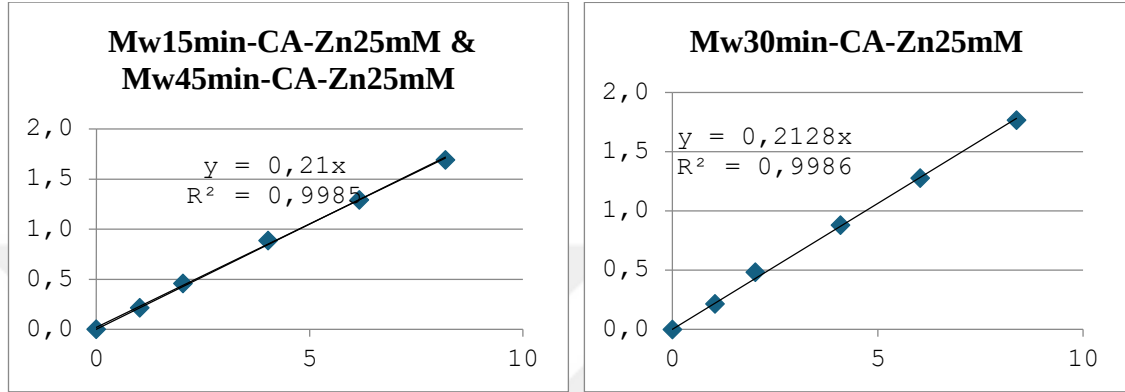
Çizelge 4.27 Sinterlemenin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi

Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
Snt-CAZn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.2124	0.0017	-1.5493	4.8530
	7.3095	0.0323	1.9892	5.4203
	51.5760	0.2187	3.9431	5.4632
	95.5460	0.3558	4.5596	5.5929
	147.5988	0.5337	4.9945	5.6225
	194.9040	0.6806	5.2725	5.6573
	237.7121	0.7499	5.4711	5.7589
	288.6862	0.9138	5.6653	5.7555
	R ² = 0.9921		R ² = 0.9593	
Mw30min-CA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.1560	0.0012	-1.8578	4.8333
	1.1471	0.0047	0.1372	5.5021
	40.8439	0.1372	3.7098	5.6963
	82.9397	0.2410	4.4181	5.8410
	129.2285	0.3624	4.8616	5.8766
	174.6264	0.4573	5.1626	5.9452
	219.7917	0.5721	5.3927	5.9512
	266.4320	0.6633	5.5851	5.9956
	R ² = 0.9956		R ² = 0.918	

4.4.3 Mikrodalga süresinin etkisi

1, 2, 4, 6 ve 8 ppm metilen mavisi standart çözeltilerinin UV-VIS cihazdan okunan absorbans değerleri (Çizelge 4.28) kullanılarak ve kalibrasyon doğru denklemi elde

edilmiştir (Şekil 4.43). Çizelge 4.28’de okunan absorbans değerleri 1, 2, 4, 6 ve 8 ppm standart çözelti değerlerine ait olup, deney iki seferde tamamlandığı için iki grafik çizilmiş bu yüzden grafiğe hangi numunenin adsorpsiyon sırasında yapıldı ise o grafiğin başında belirtilmiştir. Bu verilerden hazırlanan kalibrasyon eğrisi ise Şekil 4.43’de sunulmuştur.



Şekil 4.43 Mikrodalga süresinin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi grafikleri

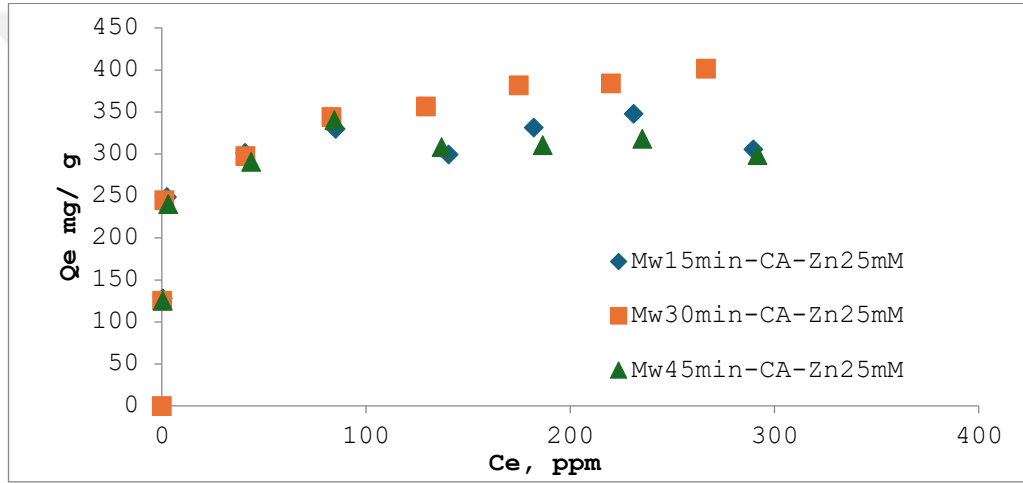
Çizelge 4.28 Mikrodalga süresinin etkisi için kalibrasyon doğru verileri

Mw15min-CA-Zn25mM & Mw45min-CA-Zn25mM		Mw30min-CA-Zn25mM	
Derişim (ppm)	Absorbans	Derişim (ppm)	Absorbans
0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
1,0132	0,2146	1,0409	0,2180
2,0322	0,4580	2,0205	0,4836
4,0256	0,8850	4,0950	0,8808
6,1616	1,2926	6,0319	1,2797
8,1835	1,6925	8,3770	1,7684
$y = 0,21x$ $R^2 = 0,9994$		$y = 0,2128x$ $R^2 = 0,9995$	

Mikrodalga süresinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.29’da verilmiştir.

Çizelge 4.29 Mikrodalga süresinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri

Mw15min-CA-Zn25mM		Mw30min-CA-Zn25mM		Mw45min-CA-Zn25mM	
Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g	Ce. ppm	Qe. mg/g
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.4314	127.9777	0.1560	125.6250	0.4090	125.3986
2.3771	249.0007	1.1471	245.1992	3.0271	240.4088
40.7096	301.5096	40.8439	297.7624	43.7397	290.8494
85.1178	330.0232	82.9397	344.1243	84.4072	340.3088
140.3690	299.5506	129.2285	356.6029	136.9804	308.2831
182.0807	331.6554	174.6264	381.9003	186.3843	310.6680
231.0432	347.9262	219.7917	384.1958	235.1956	318.1887
289.5556	305.6910	266.4320	401.6682	291.5794	298.6875



Şekil 4.44 Mikrodalga süresinin metilen mavisi adsorpsiyon denge verilerine etkisi

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.44'te verilmiştir. En iyi sonuca 402 mg/g ile 30 min sürede ulaşılmıştır. Adsorpsiyon modelinin, Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için hesaplanan veriler Çizelge 4.30'da verilmektedir. Tüm kompozit malzemelerin Langmuir ile daha uyumlu olduğu görülmüştür (Çizelge 4.30).

Çizelge 4.30 Mikrodalga süresinin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi

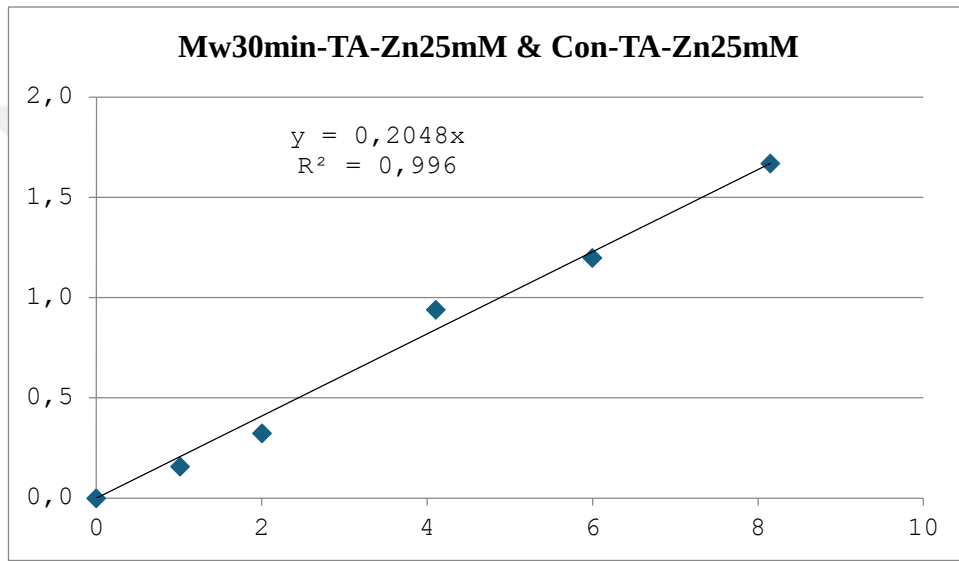
Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
Mw15min-CA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.4314	0.0034	-0.8407	4.8519
	2.3771	0.0095	0.8659	5.5175
	40.7096	0.1350	3.7065	5.7088
	85.1178	0.2579	4.4440	5.7992
	140.3690	0.4686	4.9443	5.7023
	182.0807	0.5490	5.2044	5.8041
	231.0432	0.6641	5.4426	5.8520
	289.5556	0.9472	5.6683	5.7226
	$R^2 = 0.9929$		$R^2 = 0.806$	
Mw30min-CA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.1560	0.0012	-1.8578	4.8333
	1.1471	0.0047	0.1372	5.5021
	40.8439	0.1372	3.7098	5.6963
	82.9397	0.2410	4.4181	5.8410
	129.2285	0.3624	4.8616	5.8766
	174.6264	0.4573	5.1626	5.9452
	219.7917	0.5721	5.3927	5.9512
	266.4320	0.6633	5.5851	5.9956
	$R^2 = 0.9956$		$R^2 = 0.918$	
Mw45min-CA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.4090	0.0033	-0.8939	4.8315
	3.0271	0.0126	1.1076	5.4823
	43.7397	0.1504	3.7783	5.6728
	84.4072	0.2480	4.4357	5.8299
	136.9804	0.4443	4.9198	5.7310
	186.3843	0.5999	5.2278	5.7387
	235.1956	0.7392	5.4604	5.7626
	291.5794	0.9762	5.6753	5.6994
	$R^2 = 0.9978$		$R^2 = 0.8218$	

4.4.4 Geleneksel ve mikrodalga üretimin karşılaştırılması

1, 2, 4, 6 ve 8 ppm metilen mavisi standart çözeltilerinin UV-VIS cihazdan okunan absorbans değerleri (Çizelge 4.31) kullanılarak ve kalibrasyon doğru denklemi elde edilmiştir (Şekil 4.42).

Çizelge 4.31 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için kalibrasyon doğru verileri

Mw30min-TA-Zn25mM & Con-TA-Zn25mM	
Derişim (ppm)	Absorbans
0,0000	0,0000
1,0129	0,1582
2,0019	0,3228
4,1062	0,9405
5,9982	1,1982
8,1475	1,6688



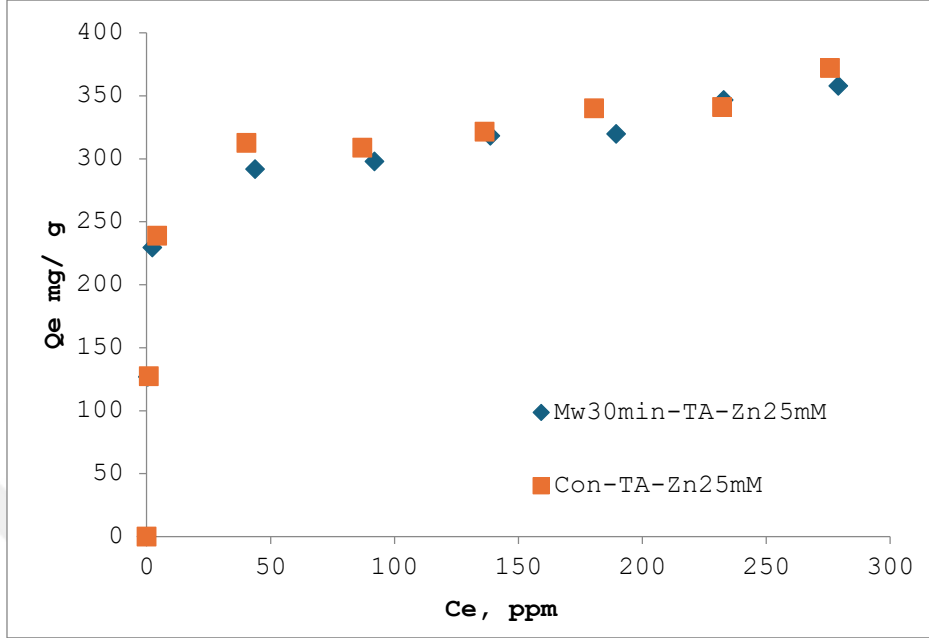
Şekil 4.45 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi

Mikrodalga süresinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.32’de verilmiştir.

Çizelge 4.32 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisi için adsorpsiyon denge verileri

Mw30min-TA-Zn25mM		Con-TA-Zn25mM	
Ce, ppm	Qe, mg/g	Ce, ppm	Qe, mg/g
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.5034	126.7900	0.8887	127.2473
2.3320	229.4152	4.1743	239.0045
43.6961	291.8571	40.2249	312.5368
91.8824	297.8885	86.9500	308.8806
138.6239	318.2382	136.2666	321.5585
189.4344	319.8440	180.5610	340.1088
232.8049	346.5765	232.1378	341.0510

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.46’da verilmiştir.



Şekil 4.46 Geleneksel ve mikrodalga üretimin etkisinin adsorpsiyon denge verileri

Adsorpsiyon modelinin, Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için hesaplanan veriler Çizelge 4.33’te verilmektedir.

Çizelge 4.33 Üretim yönteminin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi

Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
Mw30min-TA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.5034	0.0040	-0.6863	4.8425
	2.3320	0.0102	0.8467	5.4355
	43.6961	0.1497	3.7773	5.6763
	91.8824	0.3084	4.5205	5.6967
	138.6239	0.4356	4.9318	5.7628
	189.4344	0.5923	5.2440	5.7678
	232.8049	0.6717	5.4502	5.8481
	279.0898	0.7797	5.6315	5.8804
	R ² = 0.9939		R ² = 0.8993	

Çizelge 4.33 Üretim yönteminin Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi (devam)

Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
Con-TA-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.8887	0.0070	-0.1180	4.8461
	4.1743	0.0175	1.4290	5.4765
	40.2249	0.1287	3.6945	5.7447
	86.9500	0.2815	4.4653	5.7330
	136.2666	0.4238	4.9146	5.7732
	180.5610	0.5309	5.1961	5.8293
	232.1378	0.6807	5.4473	5.8320
	275.6203	0.7406	5.6190	5.9194
	$R^2 = 0.994$		$R^2 = 0.8847$	

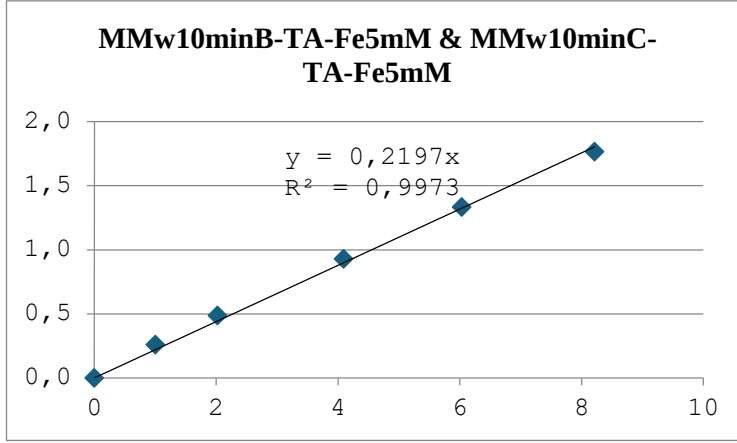
Mikrodalga yöntemiyle üretilen Mw30min-TA-Zn25mM numunesi, geleneksel yöntemle üretilen Con-TA-Zn25mM'ye göre daha yüksek adsorpsiyon kapasitesi göstermiştir. Her iki yöntemde de kompozit malzemelerin adsorpsiyon modeli Langmuir izotermine uygundur.

4.4.5 Kesikli ve sürekli uygulanan modifiye mikrodalga enerjisinin etkisi

1, 2, 4, 6 ve 8 ppm metilen mavisi standart çözeltilerinin UV-VIS cihazdan okunan absorbans değerleri (Çizelge 4.34) kullanılarak ve kalibrasyon doğru denklemi elde edilmiştir (Şekil 4.47).

Çizelge 4.34 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerjisinin etkisi için kalibrasyon verileri

MMw10minB-TA-Fe5mM & MMw10minC-TA-Fe5mM	
Derişim (ppm)	Absorbans
0.0000	0.0000
1.0001	0.2611
2.0196	0.4874
4.0914	0.9300
6.0290	1.3327
8.2109	1.7668
$y = 0.2197x$ $R^2 = 0.999$	



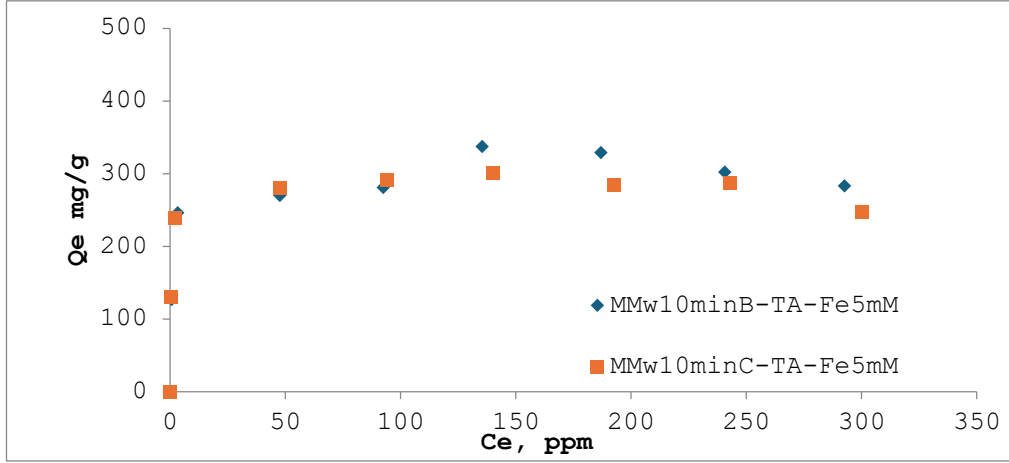
Şekil 4.47 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerjinin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi

Mikrodalga enerjisinin kesikli ve sürekli uygulanması ile üretilen kompozit malzemelerin adsorpsiyon kapasitelerini belirlemek için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.35'te verilmiştir.

Çizelge 4.35 Kesikli ve sürekli uygulanan mikrodalga enerji için adsorpsiyon denge verileri

MMw10minB-TA-Fe5mM		MMw10minC-TA-Fe5mM	
Ce, ppm	Qe, mg/g	Ce, ppm	Qe, mg/g
0.0000	0.0000	0.0000	0.0000
0.6172	127.0796	0.3236	130.2625
3.2790	246.0351	2.1288	239.5848
47.6539	270.0638	47.4224	279.4547
92.3959	281.1782	94.0400	291.1588
135.3917	337.3362	139.9991	300.1752
186.8467	329.1775	192.6859	284.1508
240.7115	302.1713	242.9484	287.6510
292.5847	283.0149	300.3198	247.0379

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.48'de verilmiştir.



Şekil 4.48 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisinin etkisi için adsorpsiyon denge verileri

Adsorpsiyon modelinin Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için hesaplanan veriler Çizelge 4.36’da verilmektedir. Üretilen kompozit malzemelerin hepsinin Langmuir izoterm modeli ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.36 Kesikli ve sürekli mikrodalga enerjisininn Langmuir ve Freundlich katsayılarına etkisi

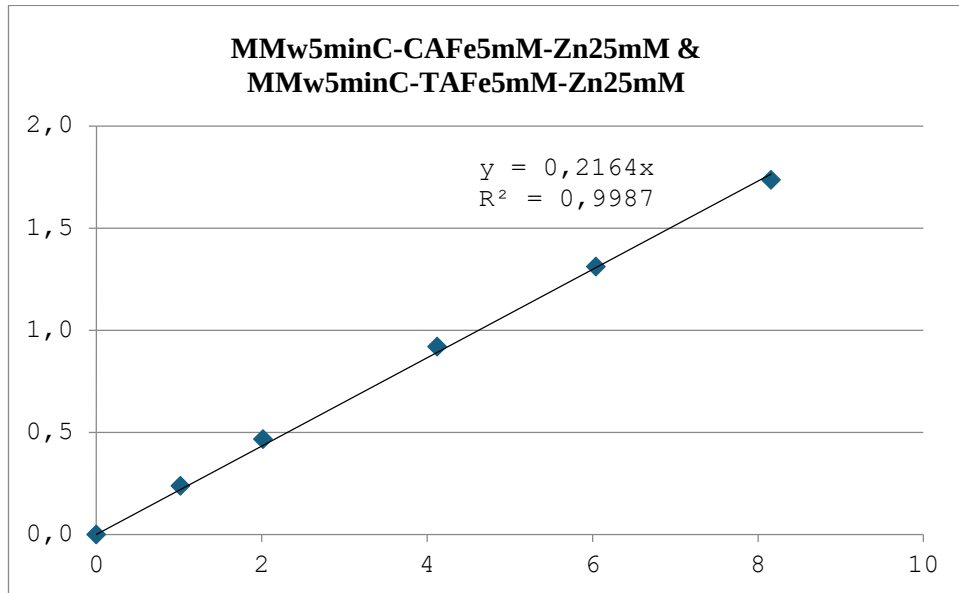
Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
MMw10minB-TA-Fe5mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.6172	0.0049	-0.4826	4.8448
	3.2790	0.0133	1.1875	5.5055
	47.6539	0.1765	3.8640	5.5987
	92.3959	0.3286	4.5261	5.6390
	135.3917	0.4014	4.9082	5.8211
	186.8467	0.5676	5.2303	5.7966
	240.7115	0.7966	5.4836	5.7110
	292.5847	1.0338	5.6788	5.6455
	$R^2 = 0.9912$		$R^2 = 0.7773$	
MMw10minC-TA-Fe5mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.3236	0.0025	-1.1282	4.8696
	2.1288	0.0089	0.7556	5.4789
	47.4224	0.1697	3.8591	5.6328
	94.0400	0.3230	4.5437	5.6739
	139.9991	0.4664	4.9416	5.7044
	192.6859	0.6781	5.2611	5.6495
	242.9484	0.8446	5.4928	5.6617
	300.3198	1.2157	5.7048	5.5095
	$R^2 = 0.9884$		$R^2 = 0.7101$	

4.4.6 Farklı biyokütlenin etkisi

1, 2, 4, 6 ve 8 ppm metilen mavisi standart çözeltilerinin UV-VIS cihazdan okunan absorbans değerleri (Çizelge 4.37) kullanılarak ve kalibrasyon doğru denklemi elde edilmiştir (Şekil 4.49).

Çizelge 4.37 Farklı biyokütleden üretilen kompozit malzemeler için kalibrasyon doğru verileri

MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM & MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	
Derişim (ppm)	Absorbans
0.0000	0.0000
1.0174	0.2383
2.0138	0.4663
4.1187	0.9203
6.0401	1.3126
8.1582	1.7365
$y = 0.2164x$ $R^2 = 0.9995$	



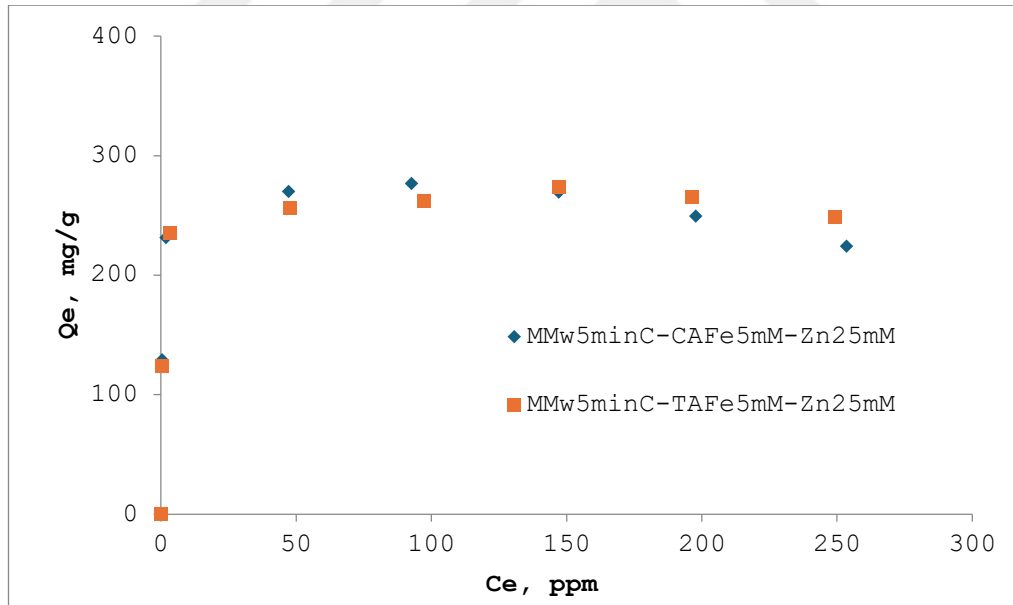
Şekil 4.49 Farklı biyokütlenin etkisi için kalibrasyon doğru denklemi

Farklı biyokütlenin etkisi için adsorpsiyon denge verileri çizelge 4.38’de verilmiştir.

Çizelge 4.38 Farklı biyokütlenin etkisi için adsorpsiyon denge verileri

MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM		MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	
Ce, ppm	Qe, mg/g	Ce, ppm	Qe, mg/g
0,0000	0,0000	0,0000	0,0000
0,4935	129,2069	0,6044	123,9759
1,8812	231,7497	3,5055	235,2862
47,2102	270,3077	47,8589	256,5538
92,6342	276,8431	97,2317	262,0260
147,1446	269,6322	147,2939	273,9045
197,7932	249,5574	196,4590	265,8062
253,4936	224,3936	249,3526	249,0630
297,1882	267,1121	305,2411	224,1597

Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak metilen mavisi denge derişim grafiğı şekil 4.50’de verilmiştir.



Şekil 4.50 Farklı biyokütlenin etkisi için adsorpsiyon denge verileri

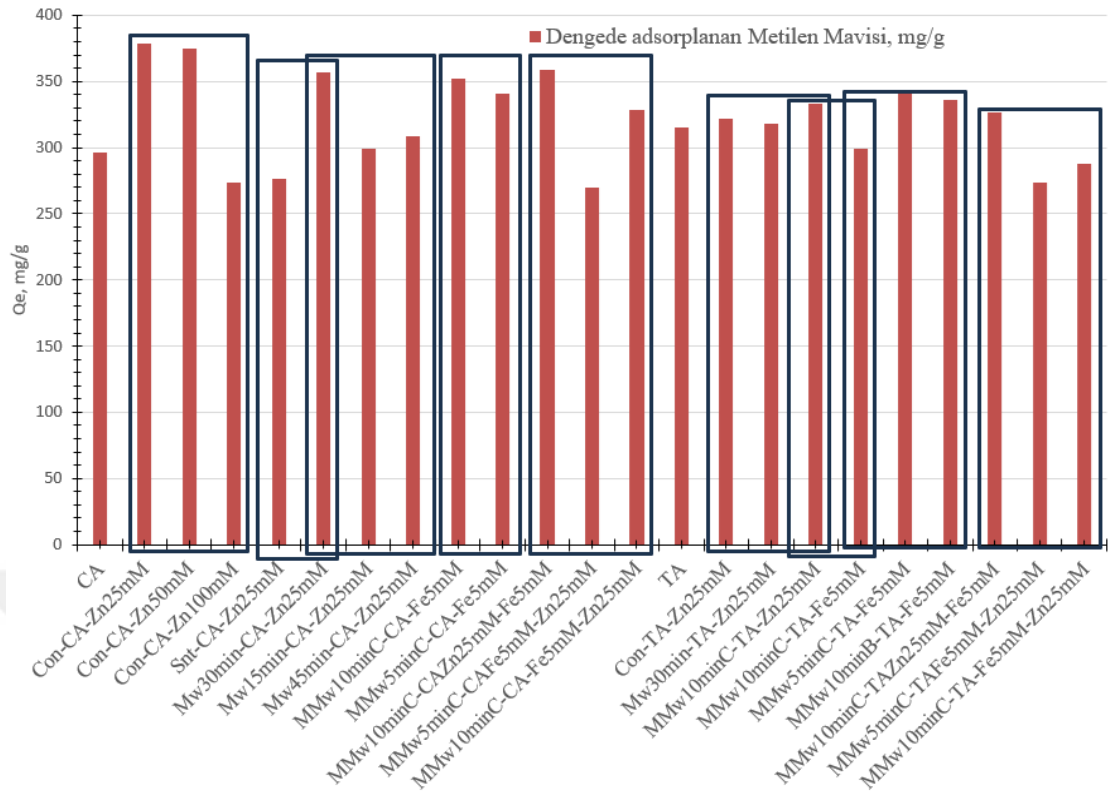
Adsorpsiyon modelinin Langmuir ve Freundlich modellerine uyumunu incelemek için hesaplanan katsayılar Çizelge 4.39’da verilmiştir. Her iki biyokütleden üretilen kompozit malzemelerinde Langmuir modeli ile uyumlu olduğu görülmüştür.

Çizelge 4.39 Farklı biyokütlenin etkisi için Langmuir ve Freundlich katsayıları

Örnek	Langmuir		Freundlich	
	Ce	Ce/Qe	lnCe	lnQe
MMw5minC-CAFe5mM-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.4935	0.0038	-0.7062	4.8614
	1.8812	0.0081	0.6319	5.4457
	47.2102	0.1747	3.8546	5.5996
	92.6342	0.3346	4.5287	5.6235
	147.1446	0.5457	4.9914	5.5971
	197.7932	0.7926	5.2872	5.5197
	253.4936	1.1297	5.5353	5.4134
	297.1882	1.1126	5.6944	5.5877
	$R^2 = 0.987$		$R^2 = 0.5883$	
MMw5minC-TAFe5mM-Zn25mM	0.0000	0.0000	-	-
	0.6044	0.0049	-0.5035	4.8201
	3.5055	0.0149	1.2543	5.4608
	47.8589	0.1865	3.8683	5.5473
	97.2317	0.3711	4.5771	5.5684
	147.2939	0.5378	4.9924	5.6128
	196.4590	0.7391	5.2805	5.5828
	249.3526	1.0012	5.5189	5.5177
	305.2411	1.3617	5.7211	5.4124
	$R^2 = 0.9892$		$R^2 = 0.6154$	

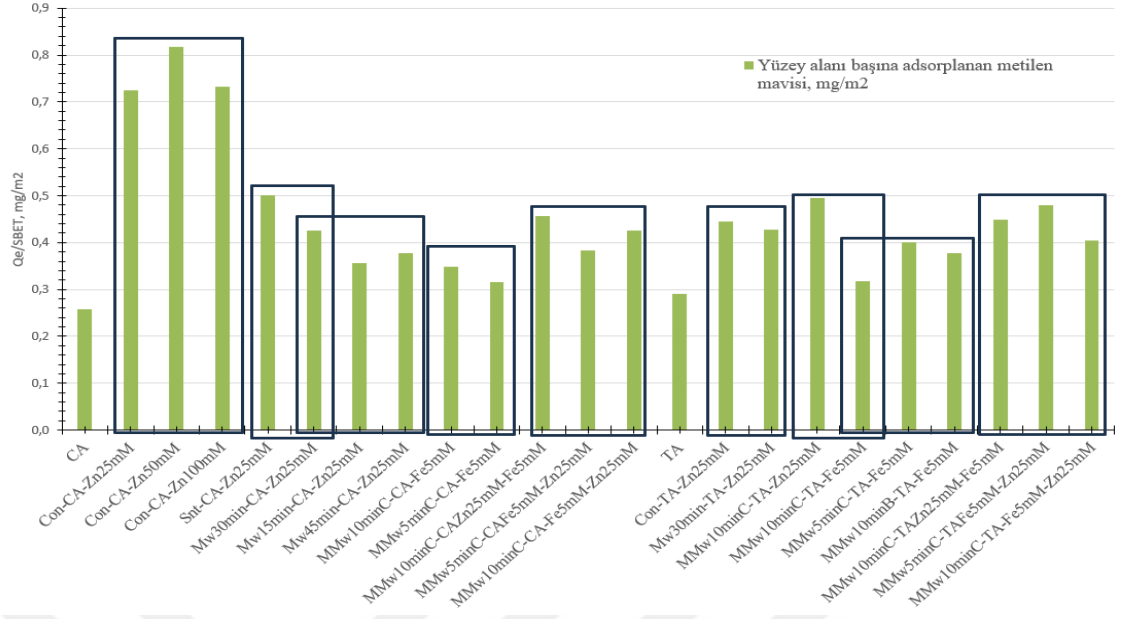
4.4.7 Sabit derişimde üretilen tüm kompozit malzemelerin adsorpsiyon performanslarının karşılaştırılması

Sentezlenen tüm kompozit malzemelere sabit derişimde (200 ppm) metilen mavisi adsorpsiyonu gerçekleştirilmiştir. Daha sonra UV-VIS cihazı ile absorbanslar okunmuştur. Bu absorbans değerlerinden adsorpsiyon kapasiteleri hesaplanarak Şekil 4.51’de grafiğe geçirilmiştir.



Şekil 4.51 Sabit derişimde tüm kompozit malzemelerin adsorpsiyon kapasiteleri

Şekil 4.52’de ise yüzey alanı başına adsorplanan metilen mavisi miktarı hesaplanarak grafikte verilmiştir. Bu toplu karşılaştırma, farklı sentez parametrelerinin entegre etkilerini ortaya koymakta ve optimum koşulların belirlenmesinde yol gösterici olmaktadır. Özellikle, Con-CA-Zn50mM numunesinde elde edilen maksimum adsorpsiyon kapasitesi (yaklaşık 380 mg/g) yüksek performans göstermektedir. Manyetit-çinko oksit-aktif karbon üçlü kompozit adsorpsiyon kapasitesi ise kimyon ile üretilende 328.9 mg/g, çayda ise 287.4 mg/g olarak belirlenmiştir. Bölüm 2.8’de bahsedilen literatür araştırmaları ile karşılaştırıldığında üretilen manyetik aktif karbonun iyi bir adsorpsiyon kapasitesi sergilediği gözlenmiştir. (Cheng vd. 2018)



Şekil 4.52 Sabit derişimde birim yüzey alanı başına adsorplanan boya miktarı

5. TARTIŞMA VE SONUÇ

Teknolojinin sürekli geliştiği dünyada bilim insanlarını sürekli daha iyi malzeme arayışına yöneltmiştir. Otomotiv, savunma ve daha bir çok sektörde kompozitler kullanılmaya başlanmış ve yeni alternatifleri aranmaya devam etmektedir.

Aktif Karbon, manyetit ve çinko oksit kullanım alanı ve üstün özellikleri ile çok fazla çalışmaya konu olmuş ve olmaya da devam etmektedir. Ancak literatürdeki çalışmaların çoğu kompozit malzemelerin sürekli gelişmeye açık bir konu olduğunu vurguluyor ve dolayısı ile her bir malzemenin birbirinden farklı davranışlar sergilediği ve bu nedenle daha araştırarak çok daha fazla parametrenin bulunduğu üzerinde odaklanmaktadır.

Bu tez kapsamında kimyon bitkisi atığı ve çay fabrikası atıklarından üretilen aktif karbonların BET yüzey alanları sırası ile CA: 1152 m²/g. TA: 1086 m²/g olarak bulunmuştur. Bu yüzey alanları aktif karbon yapısına metal nano parçacık çöktürme işlemi sonrasında azalmıştır. Çünkü metal nano parçacıklar gözenekleri kapatmaktadır. Özellikle çinko nano parçacık çöktürülmesi demire göre daha fazla yüzey alanında azalmaya neden olmuştur. Yüzey alanında azalma olması üretilen kompleks malzemenin adsorpsiyon kapasitesinde artışa neden olmuştur. Çünkü kompozit malzemenin yüzey özellikleri değiştiği için adsorplama kapasitesi de değişmiştir. Fe katkısının gözenek yapısı üzerinde olumlu bir etkiye sahip olduğu ve yüzey alanını çinkoya göre daha az düşürdüğü gözlenmiştir.

Genel olarak çift katkı (çinko ve demir oksit tuzu) yüzey alanını beklenildiği gibi daha fazla düşürmüştür. Bu da katkıların gözeneklerde birikebileceğini ve adsorpsiyon kapasitesini düşürebileceğini düşündürmektedir. Farklı sıra ve sürelerde metal parçacık eklenmesi, aktif karbonun veriminde ve yüzey özelliklerinde belirgin farklılıklar oluşturmuştur. En uygun sıralama, yüksek BET yüzey alanı ve verim ile karakterize edilmektedir. Mikrodalga yöntemi, çay atığından üretilen aktif karbonlarda daha homojen ısı dağılımı ve dolayısıyla daha optimize edilmiş gözenek yapısı sağlayarak hafif artan verim ve yüzey alanı sunmaktadır. İdeal performans için en uygun metal tuzu derişiminin belirlenmesi gerekmektedir.

Çalışma kapsamında son basamak üçlü çalışma olduğu için bu çalışmayı özetleyecek olursak Mikrodalgada 10 dakikada sürekli üretimde Kimyondan üretilen Aktif Karbon Demir Çinko üçlü kompozit yüzey alanı $771.6 \text{ m}^2/\text{g}$ çaydan üretilende $709.4 \text{ m}^2/\text{g}$ bulunmuştur. Metilen mavisi adsorpsiyon kapasitesi ise kimyon ile üretilende 328.9 mg/g çayda ise 287.4 mg/g olarak bulunmuştur.

Adsorpsiyon/desorpsiyon izotermeleri incelendiğinde Langmuir modeli Freundlich modeline göre daha yüksek uyum göstermiştir. Mikrodalga süresi örneklerinde (Mw15min-CA-Zn25mM, Mw30min-CA-Zn25mM, Mw45min-CA-Zn25mM) optimum 30 dakikalık uygulama, en tutarlı verim ve yüzey alanı sağlamıştır.

Mikrodalga destekli sentez yöntemlerinde, işlem süresinin kesikli veya sürekli olarak uygulanmasının malzeme üzerindeki etkilerini değerlendirmek amacıyla yapılan çalışmada, (MMw10minB-TA-Fe5mM ve MMw10minC-TA-Fe5mM), elde edilen sonuçların birbirine yakın olduğu gözlemlenmiştir. Bu durum, mikrodalga enerjisinin işlem boyunca homojen bir şekilde dağıldığını ve sentezlenen malzemenin yapısal özellikleri üzerinde belirgin bir fark yaratmadığını göstermektedir. Mikrodalga enerjisinin malzeme içerisindeki homojen dağılımı, ısı transferi mekanizmalarının etkinliği, reaktantların eşit derecede uyarılması ve malzemenin yüzey morfolojisi üzerindeki etkiler açısından kritik bir faktördür.

Bu kapsamlı optimizasyon, çevresel atık su arıtımı ve endüstriyel atık giderimi gibi uygulamalarda kullanılabilecek yüksek performanslı adsorbanların geliştirilmesi açısından kritik önem taşımaktadır.

Bu çalışma, atık biyokütlelerin aktif karbon üretiminde başarılı bir şekilde kullanılabileceğini göstermiştir. Farklı işlem yöntemleri ve metal parçacıkları kompozit haline getirme, aktif karbonların özelliklerini ve performansını önemli ölçüde iyileştirebilmektedir. Elde edilen bulgular, atık biyokütlelerin değerlendirilmesi ve yüksek performanslı kompozit malzemelerin geliştirilmesi için değerli bilgiler sunmaktadır.

KAYNAKLAR

- Acar, M. 2020. Gümüş Katkılı Manyetik-Kil Nanokompozitinin Katalitik Özelliklerinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Konya Teknik Üniversitesi. Lisansüstü Eğitim Enstitüsü. Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı. 71, Konya.
- Al-darwesh, M. Y., Ibrahim, S. S., Naief, M. F., Mohammed, A. M., & Chebbi, H. 2023. Synthesis and characterizations of zinc oxide nanoparticles and its ability to detect O₂ and NH₃ gases. Results in Chemistry, 6, 101064.
- Alharthi, F. A., Alghamdi, A. A., Al-Zaqri, N., Alanazi, H. S., Alsyahi, A. A., Marghany, A. E., & Ahmad, N. 2020. Facile one-pot green synthesis of Ag–ZnO Nanocomposites using potato peel and their Ag concentration dependent photocatalytic properties. Scientific Reports, 10-1, 20229.
- Araújo, E.S., Pereira, M.F.G., Silva, G.M.G., Tavares, G. F., Oliveira, C. Y. B, Faia, P.M. 2023. A Review on the Use of Metal Oxide-Based Nanocomposites for the Remediation of Organics-Contaminated Water via Photocatalysis: Fundamentals, Bibliometric Study and Recent Advances. Toxics 2, 11, 658.
- Ayvaz, B., 2023. Atık Su Uygulamalarına Yönelik Biyomalzeme Katkılı Çift Fonksiyonlu Manyetik Nanokompozit Sentezi. Yüksek Lisans Tezi. Hitit Üniversitesi. Lisansüstü Eğitim Enstitüsü. İleri Malzemeler Ve Nanoteknoloji Anabilim Dalı, 101, Çorum.
- Badeenezhad, A., Azhdarpoor, A. 2019. Efficiency of the activated carbon and clinoptilolite particles coated with iron oxide magnetic nanoparticles in removal of methylene blue. Desalination and Water Treatment, 152, 345-354.
- Barreto, G. P., Morales. G., Lopez Quintanilla. M. L. 2013. Microwave Assisted Synthesis Of ZnO Nanoparticles: Effect Of Precursor Reagents. Temperature. Irradiation Time and Additives On Nano-ZnO Morphology Development. Journal Of Materials, 1-11.
- Blaney, L. 2007. Magnetite (Fe₃O₄): Properties. Synthesis. And Applications. Lehigh University, 15, 33-81.
- Bichave, M.S., Kature. A.Y., Koranne. S.V., Shinde, R. S., Gongle. A.S., Choudhari. V.P., Topare. N.S., Raut-Jadhav. S., Bokil. S.A. 2023. Nano-metal oxides-activated carbons for dyes removal: A review. Materials Today: Proceedings, 77, 19–30.
- Bokov, D., Jalil, A. T., Chupradit, S., Suksatan, W., Javed, M., Ansari, M., Shewael, I. H., Valiev, G. H., Kianfar, E. 2021. Review Article Nanomaterial by Sol-Gel Method: Synthesis and Application. Hindawi Advances in Materials Science and Engineering, 2021, 21.

- Çabukçu. S. 2021. Çinko Hidroksit Kaplı Aktif Karbon ile Sulu Çözeltilerden Metilen Mavisi Giderimi. Yüksek Lisans Tezi. Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, 58, Sakarya.
- Çiv, E. Toprak, A., Bozgeyik, K. (2020). Manyetik Aktif Karbon/ZnO Kompozitinin Sentezlenmesi ve Boyar Madde Giderimi Üzerine Denge ve Kinetik Uygulaması. Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi, 18, 552-561.
- Çiv, E. 2019. Aktif Karbon/Demir ve Çinko Oksit Nanokompozit Sentezi ve Uygulaması. Yüksek Lisans Tezi. Zonguldak Bülent Ecevit Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Nanoteknoloji Mühendisliği Anabilim Dalı, 75, Zonguldak.
- Correa, C. R., Otto, T., Kruse, A. 2017. Influence of the biomass components on the pore formation of activated carbon. Biomass and bioenergy, 97, 53-64.
- Clark, D. E., Sutton, W. H. 1996. Microwave Processing of Materials. Annual Review of Materials Science, 26-1, 299-331.
- Chawla, K. K. 2019. Composite Materials: Science and Engineering. Springer, 560, Switzerland.
- Cheng, S., Chen, Q., Xia, H., Zhang, L., Peng, J., Lin, G., Liao, X., Jiang, X., Zhang, Q. 2018. Microwave one-pot production of ZnO/Fe₃O₄/activated carbon composite for organic dye removal and the pyrolysis exhaust recycle. Journal of Cleaner Production, 188, 900-910
- Dirgayanti, D. S., S Koesnarpadi, S., Hindryawati, N. 2021. Synthesis and characterization of Fe₃O₄-Activated Carbon (Fe₃O₄-AC) and the application to adsorb methylene blue, Earth and Environmental Science, 623, 012070.
- El-Hendawy, A. N. A. 2006. Variation in the FTIR spectra of a biomass under impregnation, carbonization and oxidation conditions. Journal of Analytical and Applied Pyrolysis, 75(2), 159-166.
- Elik. H. 2024. Doğal ve Aktive Edilmiş Kil Mineralleri (Karababa /Malatya).Üzerine Bazı Boyar Maddelerin Adsorpsiyonunun İzoterm. Kinetik Ve Termodinamik Analizi. Doktora Tezi. Van Yüzüncü Yıl Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Kimya Anabilim Dalı, 113, Van.
- El-Khawaga. A.M., Zidan. A., El-Mageed. A. 2023. Preparation methods of different nanomaterials for various potential applications: A review. Journal of Molecular Structure, 1281.
- El Maksur. A. 2023. Manyetik Nanopartiküllerin Sentezi. Kolloidal Kararlılığının Araştırılması ve Nanoakışkan Uygulaması. Yüksek Lisans Tezi. Karabük Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, 96. Karabük.

- Erkal, H., 2024. Çay Ürün Raporu, T.C. Tarım ve Orman Bakanlığı Tarım Reformu Genel Müdürlüğü Tarımsal Ekonomi ve Politika Geliştirme Enstitüsü, Araştırma Yayınları, 397.
- Gan, Y. X. 2021. Activated Carbon from Biomass Sustainable Sources. *Journal of Carbon Research*, 7, 39.
- Gayathiri. M., Pulingam, T., Lee, K. T., Sudesh. K. 2022. Activated carbon from biomass waste precursors: Factors affecting production and adsorption mechanism, *Chemosphere*, 294.
- Geng, J., Yang, D., Zhu, Y., Cao, L., Jiang, Z., Sun, Y. 2011. One-pot biosynthesis of polymer–inorganic nanocomposites. *Springer, J Nanopart Res*, 13:2661–2670.
- Ghaedi, M., Ansari, A., Habibi, M. H., Asghari, A.R. 2014. Removal of Malachite Green From Aqueous Solution by Zinc Oxide Nanoparticle Loaded On Activated Carbon: Kinetics And Isotherm Study. *Journal Of Industrial And Engineering Chemistry*, 20, 17–28.
- Ghaedi, M., Golestani, Nasab. A., Khodadoust. S., Sahraei, R., Daneshfar, A. 2015. Characterization Of Zinc Oxide Nanorods Loaded On Activated Carbon As Cheap And Efficient Adsorbent For Removal Of Methylene Blue. *Journal Of Industrial And Engineering Chemistry*, 21, 986–993.
- Gu, J., Jia, H., Ma, S., Ye, Z., Pan, J., Dong, R., Zong, Y. & Xue, J. 2020. Fe₃O₄-loaded g-C₃N₄/C-layered composite as a ternary photocatalyst for tetracycline degradation. *ACS omega*, 5(48), 30980-30988.
- Hariani, P. L., Faizal. M., Setiabudidaya, R. M. D. 2013. Synthesis And Properties Of Fe₃O₄ Nanoparticles By Co-Precipitation Method to Removal Procion Dye. *International Journal Of Environmental Science And Development*. 4-3, 336-340.
- Helvacı, N.O., Korkmaz, Y. 2024. Çevre Dostu Hammaddelerden Üretilen Aktif Karbonlar ve Uygulama Alanları, Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi Mühendislik Bilimleri Dergisi, 27-4, 1514-1528.
- Ibrahim, M. 2022. Karbon Fiber Takviyeli Kompozitlerde Epoksi Matrise Karbon Nanotüplerin Eklenmesinin Kompozitin Mekanik Özellikleri Üzerindeki Etkisinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Ondokuz Mayıs Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Ana Bilim Dalı, 62, Samsun.
- Liu, Z., Zhanga, F., Sasaib, R. 2010. Arsenate Removal From Water Using Fe₃O₄-Loaded Activated Carbon Prepared From Waste Biomass. *Chemical Engineering Journal*, 160, 57–62.
- Karasarı, S. 2024. Atık Biyokütleden Manyetik Aktif Karbon Üretimi ve Adsorpsiyon Kapasitesinin İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, 91, Ankara.

- Keleşoğlu, G.S. 2024. Cinnamomum Verum Kabuğu Ekstraktı Kullanılarak ZnO Nanopartikülleri ve ZnO/TiO₂ Nano Kompozitinin Hidrotermal ve Yeşil Sentez Yöntemleri ile Karşılaştırmalı İncelenmesi. Yüksek Lisans Tezi. Düzce Üniversitesi, Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, 71, Düzce.
- Kim, J.S, Kwon, Y.S., Lomovsky, O.I., Dudina, D.V., Kosarev, V.F., Klinkov, S.V., Kwon, D. H., Smurov, I. 2007. Cold spraying of in situ produced TiB₂-Cu nanocomposite powders, Composites Science and Technology, 67, 2292–2296.
- Kołodziejczak-Radzimska. A., & Jesionowski, T. 2014. Zinc Oxide – From Synthesis to Application: A Review. Materials, 7(4), 2833-2881.
- Korkmaz, A. 2021. Düşük Isıl Değerli Linyit ve Atık Biyokütlenin Dumansız Yakıt Olarak Kullanılabilirliğinin Araştırılması. Uludağ Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Dergisi, Cilt 26-1, 1-14.
- Küçükali, U.F. 2013, Suyun Stratejik Yönetiminde Peyzaj Planlama'nın Önemi. Planlama, 23(3), 105-108.
- Menteşe, E. 2008. Bazı Yeni 1.2.4-Triazol-5-On Bileşiklerinin Mikrodalga Yöntemiyle Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması. Yüksek Lisans Tezi. Rize Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Ana Bilim Dalı, 60, Rize.
- Özbaş, F. 2023. Boyarmaddelerin Aktif Karbon ve Aktif Karbondan Elde Edilen Manyetik Aktif Karbon Üzerinde Adsorpsiyonu. Doktora Tezi. İstanbul Üniversitesi. Cerrahpaşa Lisansüstü Eğitim Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, 102, İstanbul.
- Park, N., Lee, Y. J., Hana, G. B., Ryua. S. O., Lee, T. J., Chang, C. H., Hanc, G. Y. 2008. Synthesis Of Various Zinc Oxide Nanostructures With Zinc Acetate And Activated Carbon by a Matrix-Assisted Method. Colloids And Surfaces A: Physicochem. Eng, Aspects, 313–314. 66–71.
- Rao, G.N.M., Vakkalagadda, M.R.K. 2024. A review on synthesis, characterization and applications of nanoparticles in polymer nanocomposites. Materials Today: Proceedings, Volume 98, 68-80.
- Ray, S. S., D., Vijayaraghavan, S. D., Vijayaraghavan, R. 2015. Enhanced Activity and Reusability of ZnO Loaded Magnetic Activated Carbon for the Removal of Organic Pollutants Under Sunlight. *Journal of Chemical and Pharmaceutical Research*, 7(6), 157-173.
- Sakallıoğlu, H. 2013. Manyetik Nanopartiküller Üzerine Desteklenmiş Schiff Bazı Türevi Metal Komplekslerinin Sentezleri ve Katalitik Etkinliklerinin İncelenmesi. Çukurova Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü. Kimya Anabilim Dalı, 69, Adana.
- Salur, E., Aslan, A. Kuntoğlu, M. Güneş, A., Şahin, Ö.S. 2020. Kompozit Malzemelerin Tornalanması Esnasında Oluşan Kesme Kuvvetlerinin Optimizasyonu. Kompozit Malzemelerin Tornalanması Esnasında Oluşan Kesme Kuvvetlerinin

Optimizasyonu, Academic Platform Journal of Engineering and Science, 8-3, 423-431.

Sabzi, M., Mousavi, Anijdan, S. H. M., Shamsodin, M., Farzam, M., Hojjati-Najafabadi, A., Feng, P., Park, N., Lee, E. 2023. A Review on Sustainable Manufacturing of Ceramic-Based Thin Films by Chemical Vapor Deposition (CVD): Reactions Kinetics and the Deposition Mechanisms. Coatings, 13, 188.

Savitha, D., Latha, H. K. E., Lalithamba, H. S., & Jeppu, Y. V. 2024. Impact of temperature and frequency dependence of electrical properties of Al doped ZnO nanoparticles. Materials Research Innovations, 28-6, 459-470.

Sciancalepore, C., Rosa. R., Barrera, G., Tiberto, P., Allia, P., Bondiolini, F. 2014. Microwave-Assisted Nonaqueous Sol-gel Synthesis Of Highly Crystalline Magnetite Nanocrystals. Materials Chemistry And Physics, 148, 117-124.

Sheikhhosseini, E., Ranjbar, M. 2017. Solid-state thermal decomposition method for synthesis and characterization Mg/carbon nanocomposites and investigation of optical investigation. Springer, J Mater Sci, Mater Electron, 28, 6201–6207.

Silva, V. A. J., Andrade, P. L., Silva, M. P. C., Valladares, L. D. L. S., & Aguiar, J. A. 2013. Synthesis and characterization of Fe₃O₄ nanoparticles coated with fucan polysaccharides. Journal of Magnetism and Magnetic Materials, 343, 138-143.

Singh. S., Barick. K. C., Bahadur, D. 2015. Inactivation Of Bacterial Pathogens Under Magnetic Hyperthermia Using Fe₃O₄–ZnO Nanocomposite. Powder Technology, 269, 513–519.

Söğüt, E. G., Gülcan, M. 2023. Chapter 1- Adsorption: basics, properties, and classification. Adsorption through Advanced Nanoscale Materials, Applications in Environmental Remediation, Micro and Nano Technologies, 3-21

Suhag, D., Thakur, A., Thakur, P. 2004. Integrated Nanomaterials and their Applications. Springer, 499, Singapore.

Supin, K. K., Namboothiri, P. M., Vasundhara, M. 2023. Enhanced photocatalytic activity in ZnO nanoparticles developed using novel *Lepidagathis ananthapuramensis* leaf extract. RSC advances, 13-3, 1497-1515.

Şenol, H., Elibol. E., Açikel, Ü., Şenol, M. 2017. Türkiye’de Biyogaz Üretimi İçin Başlıca Biyokütle Kaynakları. BEÜ Fen Bilimleri Dergisi BEU Journal of Science, 6(2), 81-92.

Taş, R. 2017. Mikrodalga Enerji ile Kimyon Bitkisinden Aktif Karbon Üretimi ve Karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara Üniversitesi. Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, 101, Ankara.

Trujillo Hernandez, J. S., Aragón Muriel, A., Tabares, J. A., Pérez Alcázar, G. A., & Bolaños, A. 2015. Preparation of Fe₃O₄ Nanoparticles and Removal of Methylene Blue through Adsorption. Journal of Physics: Conference Series, 614, 012007.

- Vaddi, D. R., Malla, R., Geddapu, S. 2024. Magnetic activated carbon: A promising approach for the removal of methylene blue from wastewater. *Desalination and Water Treatment*, 317, 100146.
- Xu, M., Li, Q., Fan, H. 2014. Monodisperse Nanostructured Fe₃O₄/ZnO Microrods Using For Waste Water Treatment. *Advanced Powder Technology*, 25, 1715–1722.
- Yadav, T. P., Yadav, R. M., Singh, D. P. 2012. Mechanical Milling: a Top Down Approach for the Synthesis of Nanomaterials and Nanocomposites. *Nanoscience and Nanotechnology*, 2-3, 22-48.
- Yağlıkçı, S., Gökçe, Y., Yağmur, E., Aktaş, Z. 2020. The performance of sulphur doped activated carbon supercapacitors prepared from waste tea. *Environmental Technology*, 41-1, 36-48.
- Yaglikci, S., Gokce, Y., Yagmur, E., Banford, A., & Aktas, Z. (2021). Does high sulphur coal have the potential to produce high performance-low cost supercapacitors?, *Surfaces and Interfaces*, 22, 100899.
- Yin, S., Luo, Z., Xia, J., Li, H. 2010. Microwave-Assisted Synthesis Of Fe₃O₄ Nanorods And Nanowires In An Ionic Liquid. *Journal Of Physics And Chemistry Of Solids*, 71, 1785–1788.
- Yu, W.H., Sing, S. L., Chua, C.K., Kuo, C N., Tian, X.L. 2019. Particle-reinforced metal matrix nanocomposites fabricated by selective laser melting: A state of the art review. *Progress in Materials Science*, 104, 330-379.
- Zarei, A., Saedi, S., & Seidi, F. 2018. Synthesis and application of Fe₃O₄@ SiO₂@ carboxyl-terminated PAMAM dendrimer nanocomposite for heavy metal removal. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 28(6), 2835-2843.
- Zhuang, L., Zhang, W., Zhao, Y., Shen, H., Lin, H., & Liang, J. 2015. Preparation and characterization of Fe₃O₄ particles with novel nanosheets morphology and magnetochromatic property by a modified solvothermal method. *Scientific reports*, 5-1, 9320.