YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

BUĞDAY VE PİRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN MAGNEZYUM SİLİKAT ÜRETİMİ VE ADSORPSİYON PERFORMANSININ İNCELENMESİ

Kimya Mühendisi Pınar TERZİOĞLU

FBE Biyomühendislik Anabilim Dalında
Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı **:** Doç Dr. Sevil YÜCEL (YTÜ)

İSTANBUL, 2010

İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇİNDEKİLER ii

SİMGE LİSTESİ iv

KISALTMA LİSTESİ iv

ŞEKİL LİSTESİ ivi

ÇİZELGE LİSTESİ ix

ÖNSÖZ x

ÖZET xi

ABSTARCT xiv

1. GİRİŞ 1

2. TEORİK BİLGİLER 5

2.1 Buğday Kabuğu ve Buğday Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler 5
2.1.1 Buğday kabuğu 5
2.1.2 Buğday kabuğu külü 7
2.2 Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler 8
2.2.1 Pirinç kabuğu 8
2.2.2 Pirinç kabuğu külü 10
2.3 Magnezyum Silikat 16
2.4 Magnezyum Silikatın Adsorpsiyon İşleminde Kullanımı 19

3. DENEYSEL ÇALIŞMA 24

3.1 Deneyde Kullanılan Maddeler 24
3.1.1 Buğday kabuğu ve külü 24
3.1.2 Pirinç kabuğu külü 24
3.1.3 Atık kızartma yağı 24
3.1.4 Kimyasal maddeler 24
3.2 Deney Düzeneği 26
3.3 Üretim Yöntemi 27
3.3.1 Buğday ve pirinç kabuğundan kül eldesi ve küllerden Na_2SiO_3 çözeltisinin…….. 27
3.3.2 Magnezyum Silikat Üretimi 27
3.3.3 Üretilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesinin belirlenmesi 28
3.4 Analiz Yöntemleri 29
3.4.1 Buğday kabuğunun yüzey özelliklerinin belirlenmesi 29
3.4.2 Buğday kabuğunun kuru madde içeriğinin belirlenmesi 29
3.4.3 Buğday kabuğunun kül içeriğinin belirlenmesi 30
3.4.4 Buğday kabuğu külünün yüzey ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi 30
3.4.5 Pirinç kabuğu külünün yüzey ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi 31
3.4.6 Na_2SiO_3 çözeltisinin silis içeriğinin belirlenmesi 31

3.4.7 Elde edilen silisik asitlerin karakterizasyonu 31
3.4.8 Reaksiyona girecek $MgCl_2.6H_2O$ ve $MgSO_4.7H_2O$ miktarlarının belirlenmesi 32
3.4.9 Magnezyum tuzunu çözmek ve oluşan Na_2SO_4 ve NaCl çökmesini engellemek için kullanılacak su miktarının belirlenmesi…… 33
3.4.10 Elde edilen magnezyum silikatın yüzey özellikleri..... 35
3.4.11 Elde edilen magnezyum silikatın kimyasal özellikleri..... 35
3.4.12 Elde edilen magnezyum silikatların XRD analizi 36
3.4.13 Elde edilen magnezyum silikatların tane boyutu analizi..... 36
3.4.14 Kolon kromatografi yöntemi ile polar madde içeriği tayini..... 36
3.4.15 İnce tabaka kromotografisi ile kızartma yağının kalitatif bileşiminin incelenmesi ... 37

4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA..... 38

4.1 Buğday Kabuklarının Karakterizasyonu 38
4.1.1 Buğday kabuğunun kuru madde içeriği..... 38
4.1.2 Buğday kabuğunun kuru madde içeriği..... 38
4.1.3 Buğday kabuklarının SEM görüntüleri 38
4.2 Buğday ve Pirinç Kabuğu Külünün Karakterizasyonu 40
4.2.1 Farklı sıcaklıklarda 5 saat yanmış buğday kabuğu küllerinin görüntüleri 40
4.2.2 Buğday kabuğu küllerinin ICP analizi 40
4.2.3 Buğday kabuğu küllerinin SEM görüntüleri 41
4.2.4 Pirinç kabuğu külünün SEM görüntüleri..... 45
4.2.5 Buğday kabuğu ve pirinç kabuğu küllerinin FTIR analizi 46
4.2.6 Buğday ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltilerinin titrasyonu ile elde edilen silisik asidin FTIR analizi……..……....47
4.2.7 Buğday kabuğu küllerininXRD analizi 49
4.3 Magnezyum Silikat Üretimine Parametrelerin Etkisi 51
4.3.1 Besleme hızının magnezyum silikat özelliklerine etkisi 51
4.3.2 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikat özelliklerine etkisi …….55
4.3.3 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikat özelliklerine etkisi 58
4.3.4 Polar çözücü ile yıkamanın magnezyum silikat özelliklerine etkisi 60
4.3.5 Pirinç kabuğu külü kullanımının magnezyum silikat özelliklerine etkisi 62
4.4 Üretilen Magnezyum Silikatların Adsorpsiyon Kapasitesi..... 65

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER……...68

KAYNAKLAR..... 71

ÖZGEÇMİŞ..... 75

SİMGE LİSTESİ

µm	Mikrometre
^{0}C	Santigrat derece

KISALTMA LİSTESİ

APPK	Andhra Pradesh Kökenli Pirinç Kabuğu
AK	Adsorpsiyon Kapasitesi
EN	Europeane Norm
FTIR	Fourier Transform İnfrared
HCl	Hidroklorik Asit
HNO_3	Nitrik Asit
HF	Hidroflorik Asit
ICP	Inductively Coupled Plasma
KK	Kızdırma Kaybı
KPK	Kerala Kökenli Pirinç Kabuğu
mL	Mili Litre
NaOH	Sodyum Hidroksit
PMM	Polar Madde Miktarı
SEM	Scanning Electron Microscope
TS	Türk Standartları

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1 Buğday tanesinin başlıca kısımları 16
Şekil 2.2 Buğday kabuğunun A)lif B)lif yüzey morfolojisinin SEM görüntüsü 17
Şekil 2.3 Pirinç tanesi ve pirinç tanesi kabuğu kesiti 9
Şekil 2.4 Pirinç kabuğuna ait SEM görüntüleri 9
Şekil 2.5 Pirinç kabuğu külünün SEM görüntüsü 11
Şekil 2.6 Kül numunelerininin XRD görüntüleri 14
Şekil 2.7 Magnezyum silikatın yüzeyi 19
Şekil 2.8 Adsorbanların gosipol giderimindeki BET alanı 21
Şekil 3.1 Buğday kabukları 24
Şekil 3.2 Yakma deneylerinin yapıldığı kül fırını 26
Şekil 3.3 Magnezyum silikat üretiminin gerçekleştirildiği deney düzeneği 26
Şekil 3.4 Magnezyum silikat üretimi akım şeması 28
Şekil 3.5 Na_2SO_4'ün sudaki çözünürlüğü 34
Şekil 3.6 NaCl' in sudaki çözünürlüğü 34
Şekil 3.7 Kolon kromatografisi ile ayrılan fraksiyonların İncelendiği bir ince yüzey kromatografi çalışması 37
Şekil 4.1 Buğday kabuğunun SEM görüntüsü 39
Şekil 4.2 Farklı sıcaklıklarda 5 saat süreyle yakılmış buğday kabuğu küllerinin fotoğrafları 40
Şekil 4.3 400°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 41
Şekil 4.4 500°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 42
Şekil 4.5 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 42
Şekil 4.6 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 43
Şekil 4.7 700°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 44
Şekil 4.8 800°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 44
Şekil 4.9 1000°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri 45
Şekil 4.10 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen pirinç kabuğu külünün SEM görüntüleri . 46

Şekil 4.11 Buğday kabuğu külü ve pirinç kabuğu külünün FTIR spektrumu 47
Şekil 4.12 Silisik asidin FTIR spekturumu 48
Şekil 4.13 Buğday kabuğu külünden (600°C' de, 5 saat yakma) elde edilen sodyum silikat çözeltisinin HCl ile titrasyonu sonucu meydana gelen silisik asidin FTIR görüntüsü..... 48
Şekil 4.14 Pirinç kabuğu külünden (600°C' de, 5 saat yakma) elde edilen sodyum silikat çözeltisinin HCl ile titrasyonu sonucu meydana gelen silisik asidin FTIR görüntüsü..... 48
49
Şekil 4.15 500°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri 49
Şekil 4.16 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri 50
Şekil 4.17 700°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri 50
Şekil 4.18 1000°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri 51
Şekil 4.19 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 0,6 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 53
Şekil 4.20 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 53
Şekil 4.21 Florisil' in tane boyutu dağılımı 54
Şekil 4.22 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C'de üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüleri 54
Şekil 4.23 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak hızıyla üretilen magnezyum silikatın XRD görüntüsü 55
Şekil 4.24 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 57
Şekil 4.25 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C'de üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 58
Şekil 4.26 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak hızıyla üretilen magnezyum silikatın XRD görüntüsü 58
Şekil 4.27 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 59

Şekil 4.28 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50°C'de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 60
Şekil 4.29 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak hızıyla üretilen ve asetonla yıkanan magnezyum silikatın XRD görüntüsü..... 62
Şekil 4.30 Pirinç kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı..... 63
Şekil 4.31 Pirinç kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 64
Şekil 4.33 Adsorpsiyon sonrası fraksiyonların incelendiği bir ince yüzey kromatografi çalışması 67

ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 1.1 Florisil, 600^0C'de aktive edilmiş ve hidrat magnezyum silikatın özellikleri. ... 3
Çizelge 2.1 Dünya buğday üretimi ve tüketimi ... 5
Çizelge 2.2 Türkiye'deki buğday üretiminin yıllara göre dağılımı ... 5
Çizelge 2.3 Buğday kabuğunun ortalama kimyasal bileşimi(% kuru madde) ... 6
Çizelge 2.4 Buğday kabuğunun elemental analizi ... 7
Çizelge 2.5 450-500°C'de yanmış buğday kabuğu külünün kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri ... 8
Çizelge 2.6 600°C' de 3 saat yakılan pirinç kabuğu külünün fiziksel ve kimyasal özellikleri ... 11
Çizelge 2. 7 Farklı sürelerde yakılan pirinç kabuğu külünün kimyasal bileşimi ... 12
Çizelge 2.8 Ticari sentetik magnezyum silikatlar ve özellikleri ... 17
Çizelge 2.10 Çeşitli adsorbanların kullanılmış kızartma yağını adsorpsiyon kapasiteleri ... 22
Çizelge 2.10 Laboratuarda üretilmiş magnezyum silikatın, ticari magnezyum silikatların ve aktif karbon örneklerinin polar lipit adsorpsiyon kapasiteleri ... 23
Çizelge 3.1 Kızartma yağının özellikleri ve asit içeriği ... 25
Çizelge 4.1 Farklı sıcaklıklarda yanmış buğday kabuğu küllerini kimyasal bileşimi ... 41
Çizelge 4.2 Besleme hızının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi ... 52
Çizelge 4.3 Besleme hızının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi ... 52
Çizelge 4.4 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikatların özelliklerine etkisi ... 55
Çizelge 4.5 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi ... 56
Çizelge 4.6 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi ... 58
Çizelge 4.7 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi ... 59
Çizelge 4.8 Aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların özelliklerine etkisi ... 60
Çizelge 4.9 Aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların özelliklerine etkisi ... 61
Çizelge 4.10 Pirinç kabuğu külü kullanımının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi . 63
Çizelge 4.11 Pirinç kabuğu kullanımının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi ... 64
Çizelge 4.12 Elde edilen magnezyum silikatların kuru bazda bileşenleri ... 65
Çizelge 4.13 Elde edilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesi ... 66

ÖNSÖZ

Tez çalışmam süresince, bana yol gösteren, benden sabrını, vaktini, bilgilerini ve yardımlarını esirgemeyen değerli hocam ve danışmanım Doç Dr. Sevil YÜCEL' e,

Tezim boyunca ilgi ve yardımlarını esirgemeyen Dr. Didem ÖZÇİMEN' e,

Tezim sırasında bana yardımcı olan değerli hocam Prof. Dr. İsmail AYDIN' a,

Tezim sırasında bana yardımcı olan Kimya-Metalurji Fakültesi Dekanı Prof. Dr. Sabriye PİŞKİN' e, Kimya-Metalurji Fakülte Sekreteri Ali Kemal BİNGÖL' e,

Analiz çalışmalarında bana destek olan Arş. Gör. Özgül DERE ÖZDEMİR' e**,** Tek. Nuket TAŞÇI' ya, Arş. Gör. Halit Eren FİGEN' e ve Arş. Gör. Müge SARI YILMAZ' a**,**

Elektron Mikroskop Taramalarında (SEM) katkılarından dolayı Prof. Dr. Ahmet TOPUZ' a ve Tek. Mehmet ÇALIŞKAN' a,

XRD analizleri boyunca sabırla yardımlarını esirgemeyen Tek. Cem ÇAKMAK' a,

FTIR katkılarından dolayı Arş. Gör. Zafer Ömer ÖZDEMİR' e ve Arş. Gör. Murat TOPUZOĞULLARI' a,

Tezim boyunca benden yardımlarını esirgemeyen Doç. Dr. Sibel TİTİZ SARGUT' a ve Doç. Dr. Perviz SAYAN' a,

Tane boyutu analizlerim için bana yardımcı olan Arş. Gör. Berçem KIRAN' a,

Tezim sırasında bana yardımcı olan Doç. Dr. Nalan AKGÜN 'e

BET katkılarından dolayı Prof. Dr. Mualla ÖNER' e, Yrd. Doç. Dr. Özlem DOĞAN' a ve Arş. Gör. Bora AKIN' a,

Analiz çalışmalarında bana destek olan Prof. Dr. Onuralp YÜCEL' e ve Tek. İnci KOL' a,

Bana tez çalışmam boyunca destek olan değerli arkadaşlarım Cem KESKİN' e, Bilge Sema ODUNCU' ya ve İsa RAHMANLAR' a,

Benden yardımlarını esirgemeyen ve yaydığı pozitif enerji ile beni motive eden değerli arkadaşlarım Medine DÖVER' e ve Aydın Can ÖZEL' e,

Bölümümüzde bulunan diğer değerli hocalarıma ve bana destek olan diğer arkadaşlarıma en içten teşekkürlerimi sunarım.

Beni hayatım boyunca maddi ve manevi destekleyen, eğitimimim için her türlü fedakarlığı yapan ve desteklerine ömrüm boyunca ihtiyaç duyacağım aileme teşekkürlerimi sunmaktan büyük bir mutluluk duyarım.

Haziran, 2010

Pınar TERZİOĞLU

ÖZET

Sentetik magnezyum silikat, adsorban olarak kızartma yağlarının ve atık kızartma yağlarından elde biyodizelin saflaştırılmasında verimli bir şekilde kullanımının yanı sıra endüstride çeşitli kullanım alanlarına sahiptir; dolgu malzemesi, antistatik madde ve kekleşme önleyici olarak ya da steroidlerin, hormonların ve antibiyotiklerin izolasyonu, vitamin belirleme gibi analitik yöntemlerde de kullanılmaktadır.

Sentetik magnezyum silikat, kuartz kumunun çok yüksek sıcaklıklarda ergitme fırınında kalsiyum karbonatla reaksiyona sokulması sonucu elde edilen sodyum silikat çözeltisinin magnezyum tuzları ile reaksiyonu sonucu oluşur. Bu çalışmada ise yüksek enerji gerektiren bu işlemin yerine silis kaynağı olarak tarımsal atıklardan ilk kez buğday kabuğu külü kullanılmıştır. Öncelikle buğday kabuğu 400-1000 °C aralığında yakılarak bu sıcaklıklarda elde edilen buğday kabuğu külünün karakterizasyonu yapılmıştır. Sıcaklığın buğday külünün kristal yapısı ve bileşimine olan etkileri ilk kez çalışmamızda belirlenmiştir. Deneyler sonucunda silika içeriği % 43.22 olan 600 °C de 5 saat süre ile yakılan amorf yapıdaki külden sıcakta 1 saat süre ile sodyum hidroksit çözeltisi ile silis ekstraksiyonu yapılmıştır. Ele geçen sodyum silikat çözeltisinin magnezyum tuzları ile reaksiyonu sonucu magnezyum silikat elde edilmiştir. Magnezyum silikat eldesinde besleme hızının, magnezyum tuzu cinsinin, sıcaklığın ve yıkamanın ürün magnezyum silikatın fiziksel, kimyasal ve yüzey özelliklerine etkisi incelenmiştir. Ayrıca pirinç kabuğu ile elde edilen magnezyum silikat ile buğday kabuğundan elde edilen silikatların özellikleri karşılaştırılmıştır. Çalışmanın diğer bölümünde ise elde edilen magnezyum silikatların kızartma yağındaki polar maddeleri adsorplama kapasitesi incelenmiştir.

Deneysel çalışmada besleme hızının elde edilen magnezyum silikatın kimyasal bileşimine etki etmediği ancak yüzey özelliklerini değiştirdiği gözlemlenmiştir. Magnezyum silikat eldesinde 25°C' de gerçekleştirilen üretimler daha iyi sonuç vermiştir. Buğday kabuğu külü kullanılarak gerçekleştirilecek üretim için en iyi koşul 25°C ve yüksek besleme hızı olarak belirlenmiştir. Üretim için en iyi reaktanın magnezyum klorür hegza hidrat olduğu görülmüştür. Su ile yıkamanın ardından ayrıca aseton ile yıkamanın yüzey alanın % 55.15 azalttığı görülmüştür. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın özelliklerinin ve adsorpsiyon kapasitesinin daha iyi olduğu bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Adsorpsiyon, buğday kabuğu, buğday kabuğu külü, magnezyum silikat, pirinç kabuğu, pirinç kabuğu külü.

ABSTRACT

Synthetic magnesium silicate is used as an adsorbent for purification of waste frying oil and the biodiesel obtained from waste frying oil. As well as the efficient use of it in these areas it is often used in industry as filling material, antistatic material and anti-caking agent or it is also used in analytical methods such as isolation of steroids, hormones and antibiotics, determination of vitamins.

Synthetic magnesium silicate, is formed by reaction of solutıon of magnesium salts with sodium silicate, which is obtained from the reaction of quartz sand with calcium carbonate in melting furnace at very high temperatures. In this study, wheat husk ash have been used as a source of silica for magnesium silicate production for the first time instead of high energy required method. Primarily, various wheat husk ash was obtained by burning wheat husk at different temperatures in the range of 400-1000 °C and then characterization of the obtained ash was made. The effect of temperature on the crystal structure and composition of wheat was determined for the first time in our study. As a result of experiments silica was extracted by boiling ash, that has amorph structure, contains 43.22 % silica and was obtained by burning at 600 °C for 5 hours, with sodium hydroxide solution in an hour. Magnesium silicate was obtained as a result of the reaction of obtained sodium silicate solution and solution of magnesium silicate salts. The effects of feeding rate, type of magnesium silicate salt, temperature, and washing on product magnesium silicate's physical chemical and surface structures was investigated. The properties of magnesium silicate were compared which was obtained from rice hull ash and wheat husk ash. In another part of the study, the waste frying oil adsorption performance of magnesium silicates that are obtained were investigated.

In the experimental study it was observed that feeding rate did not affect the chemical composition of magnesium silicate, but change surface properties of magnesium silicate. The production at 25°C gave better results. The best condition for productıon by using wheat husk ash is determinated as 25°C ve high feeding rate. Hydrated magnesium chloride was found as the best reactant for productıon. It was seen that the surface area 55.15 % get smaller by washing with acetone after water. The properties and adsorption capacity of magnesium silicate that was obtained by using rice hull ash was found better.

Key words: Adsorption, magnesium silicate, rice hull, , rice hull ash, wheat husk, wheat husk ash.

1.GİRİŞ

Tarımsal ürünlerden elde edilen atıklar, öğütme, ayıklama ve kurutma gibi tarım ürünlerinin doğrudan kullanıma geçmeden önceki işlemleri sonucu ortaya çıkar. Bunlar sap, saman, kabuk, çekirdek gibi atıklardır. Bu atıkların biyokütle olarak değerlendirilmesi ile ilgili çalışmalar yapılmaktadır. Tarım yan ürünü olan kabukların çoğu yakılmakta ve atık madde olarak kül oluşmaktadır. Bu da çevre ve hava kirliğine yol açmaktadır. Buğday ve pirinç kabukları da her yıl milyonlarca ton atık madde olarak elde edilmekte ve önemli bir çoğunluğu da yakılmaktadır. Buğday ve pirinç kabuğunun endüstride farklı alanlarda değerlendirilmesi ekonomik katkı sağlamasının yanı sıra çevre kirliliğini azaltarak atık yönetimine de katkı sağlayacaktır.

Buğday, tarım ürünleri içinde önemli bir yere sahiptir. Buğday taneleri tarladan toplandığı zaman kısmi bir kabuk tabakası ile kaplı haldedir. İnsanların tüketimi için buğday taneleri çıkarıldığında geriye büyük miktarlarda buğday kabuğu kalır. Buğday kabuğunun yapısında selüloz, hemiselüloz, lignin, protein, lipid, ve kül bulunur. Buğday kabuğunun yanı sıra buğday sapı da önemli bir yan üründür. Genellikle buğday kabuğu ve buğday sapı gibi biyokütleler fosil yakıtlarla yer değiştirerek enerji sektöründe ya da kimyasal endüstride kullanılmaktadır (Bruun vd., 2010). Çoğu durumda, buğday kabuğu yakılarak buğday kabuğu külü elde edilir (Zhang ve Khatıb, 2008). Buğday kabuğu külleri toprak doldurma alanlarına atılmakta yani çevresel kirlilik oluşturmaktadır (Zhang ve Khatıb, 2008). Bu atığın uygun şekilde değerlendirilmesi için buğday kabuğu külü beton malzeme üretiminde kullanılmıştır (Zhang ve Khatıb, 2008).

Pirinç de buğday gibi en önemli tarım ürünlerinden biridir. Çeltik tarımının önemli yan ürünlerinden biri de pirinç kabuğudur. Pirinç taneleri tarladan kabukla çevrili halde toplandıktan sonra işlenir. Kahverengi ya da kepekli pirinç olarak bilinen pirinç ham pirincin kabuk tabakasından ayrılmış halidir. Beyaz pirinç ise kepekli pirincin cilalanması işleminden sonraki halidir. Cilalama işleminden sonra yan ürün olarak %10 civarında kepek elde edilir. Pirincin işlenmesi sırasında yan ürün olarak %20-25 civarında da kabuk elde edilir. Pirinç kabuğunun yapısı genel olarak selüloz, hemiselüloz, lignin ve külden oluşur. Kül kabuğun yaklaşık %20'sini oluşturur. Pirinç kabuğu, refrakter malzeme ve izolasyon malzemesi üretiminde, çelik endüstrisinde çeliğin soğumasını yavaşlatmak, termoplastik doğal kauçuk matrikslerde inorganik dolgulara alternatif olarak, adsorban olarak boyalar için, atık su akıntılarındaki ağır metalleri gidermek için ve hayvan yemi olarak kullanılmaktadır (Yıldız, 2007; Chandrasekhar ve Pramada, 2006; Roy vd., 1993; Marshall vd., 1993; Nawar ve Dona, 1989, Suemitsu vd., 1986; Varol, 2006). Fakat pirinç kabuğu genellikle pirinç fabrikalarında

yakılarak değerlendirilmekte ve geriye pirinç kabuğu külü kalmaktadır. Pirinç kabuğu külünün yapısı, proses koşulları olan yanma sıcaklığı ve yanma süresi gibi koşullara bağlı olarak değişiklik göstermektedir. Bu koşullara bağlı olarak % 60 ve daha fazla miktarda amorf ya da kristal yapıda silis içeren kül elde edilmektedir (Varol, 2006). Bu yüzden pirinç kabuğu külü, silika jel, silisyum tetra klorür, silisyum karbür, sodyum silikat gibi çeşitli silis içerikli bileşiklerin üretimi için önemli bir hammaddedir (Sun ve Gong, 2001; Kamath ve Proctor, 1998).

Sentetik magnezyum silikat amorf yapıda, yüksek yüzey alanına sahip çözünmez beyaz bir tozdur. Sentetik magnezyum silikat, analitik ve endüstriyel adsorban olarak geniş kullanım alanına sahiptir. Hidrat magnezyum silikat, $MgO.nSiO_2.xH_2O$, Magnesol XL ve Mizukaife gibi çeşitli ticari isimler altında kızartma yağlarını ve biyodizeli saflaştırmak amacıyla adsorban olarak kullanılmaktadır. Adsorban olarak kullanımının yanı sıra endüstride dolgu malzemesi, antistatik madde ve kekleşme önleyici olarak da kullanılmaktadır. Kalsine magnezyum silikat olan Florisil ise kolon kromatografisinde kullanılmaktadır (Taspinar ve Ozgul-Yucel, 2008). Ayrıca sentetik magnezyum silikat, polimer üretiminde poliolllerin saflaştırılmasında, aromatik karışımların ayrılmasında, sabunlardaki renk bozukluklarının giderilmesinde, mineral yağların ve kuru temizleme çözücülerinin arındırılmasında, aminasyon reaksiyonlarında katalizör gibi kullanım alanlarına sahiptir. Magnezyum silikatlar steroidlerin ve hormonların izolasyonu, antibiyotiklerin izolasyonu, vitamin belirleme gibi analitik yöntemlerde de kullanılmaktadır.

Sentetik magnezyum silikatın üretiminde kullanılan hammaddeler sodyum silikat çözeltisi ve magnezyum tuzlarıdır. Sodyum silikat, oldukça yüksek bir sıcaklık olan 1400^0C ‘de kuvartz kumu ile sodyum karbonatın reaksiyonundan elde edilmektedir. Bu proses yüksek enerji gerektiren bir prosestir. Kamath ve Proctor bu prosese alternatif olarak amorf yapıda silis içeren pirinç kabuğu külü kullanarak düşük sıcaklıkta sodyum silikat çözeltisi üretmişlerdir (Kamath ve Proctor, 1998). Bu çalışmada, belirtildiği gibi pirinç kabuğu külünde bulunan silika (SiO_2) 600°C ve altındaki sıcaklıklarda amorf halde bulunur ve amorf yapıda bulunan silika alkali ortamda rahatça çözünür. Sodyum hidroksitle tepkimeye giren amorf yapıdaki silis sonucunda aşağıdaki reaksiyonda görüldüğü gibi sodyum silikat çözeltisi ve su oluşur.

$$nSiO_2(katı) + 2NaOH\ (çöz.) \longrightarrow Na_2O.nSiO_2(çöz.) + H_2O \qquad (1.1)$$

Özgül-Yücel vd.’ nin (2004) yaptıkları çalışmada Kalapathy ve Proctor’ un metodunu kullanarak %77 silis içeren pirinç kabuğu külü kullanarak sodyum silikat çözeltisi elde edilmiştir. Elde edilen sodyum silikat çözeltisine belirli oranda magnezyum sülfat tuzunun sudaki çözeltisinde oda sıcaklığında ilave edilerek beyaz çökelti halinde magnezyum silikat

elde edilmiştir. Magnezyum silikat vakum altında filtre edilerek su ile yıkanarak 110°C' de 3 saat kurutulmuştur. Üretilen magnezyum silikatın bir kısmını kül fırınında 600°C' de 7 saat aktive edilmiştir. Özgül-Yücel vd. tarafından X-ışınları difraktometresi ile Florisil, 600°C' de aktive edilen ve hidrat magnezyum silikat analiz edilmiştir. Daha sonra da magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesini karşılaştırmak amacıyla oleik asit adsorpsiyonu gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları Çizelge 1.1' de gösterilmektedir.

Çizelge 1.1 Florisil, 600°C'de aktive edilmiş ve hidrat magnezyum silikatın özellikleri (Özgül-Yücel vd., 2004)

Magnezyum Silikat	**%SiO_2**	**%MgO**	**Yüzey Alanı (m^2/g)**	**Adsorpsiyon Kapasitesi (mg Oleik Asit/g adsorban)**
Hidrat magnezyum silikat	62,8	12,9	245	100
600°C'de aktive edilmiş magnezyum silikat	73,7	13,8	123	28
Florisil	84,0	15,5	181	87

Tablodan da görüldüğü gibi aktive edilmiş magnezyum silikatın yüzey alanı ve adsorpsiyon kapasitesi Florisil' den düşük olmasına karşın hidrat magnezyum silikatın yüzey alanı ve adsorpsiyon kapasitesi Florisil' den büyüktür (Özgül-Yücel vd., 2004). Florisil % 99,5 saflıkta iken üretilen aktive magnezyum silikat % 87.5 saflıktadır.

Varol' un yaptığı çalışmada (2006) Özgül-Yücel vd.' nin çalışması esas alınarak üretim koşulları daha detaylı olarak incelenmiş ve ürün özelliklerini belirleyecek parametreler saptanmaya çalışılmıştır. Sodyum silikat çözeltisini elde ettikten sonra, magnezyum silikat üretimini oda sıcaklığında sitokiyometrik oranlarda hazırlanmış magnezyum sülfat hepta hidrat tuzu ($MgSO_4.7H_2O$) ve magnezyum klorür hegza hidrat tuzu ($MgCl_2.6H_2O$) çözeltileriyle gerçekleştirmiştir. Üretilen magnezyum silikatlar vakum altında nuçede süzüldükten sonra oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır. Ayrıca, magnezyum klorürür hegza hidrat ile yapılan üretimler sonucunda elde edilen ürünün BET yüzey alanının ve

adsorpsiyon kapasitesinin magnezyum sülfata göre daha iyi olduğu tespit edilmiştir. Üretilen magnezyum silikatların ortalama tane boyutu 40 µm olduğu ve bunun değerin de ortalama tane boyutu 47 µm olan Magnesol XL' ün tane boyutuna yakın bir değer olduğu saptanmıştır.

Yapılan çalışmalarda buğday kabuğu külünde bulunan amorf silikanın değerlendirilmesi yönelik bir çalışma bulunmamaktadır. Bu yüzden, çalışmamızda buğday kabuğu külünden sentetik magnezyum silikat üretimi için uygun proses koşullarının belirlenmesi amaçlanmıştır. Ayrıca buğday kabuğundan elde edilen külün karakterizasyonuna yönelik çalışma da literatürde yer almamaktadır. Bu amaçla öncelikle buğday kabuğu külünün farklı sıcaklıklarda yapısı tayin edilmiştir ve uygun koşullar seçilerek magnezyum silikat üretimi gerçekleştirilmiştir. Son olarak buğday kabuğu külünden ve pirinç kabuğu külünden elde edilen magnezyum silikatlar ile atık kızartma yağı saflaştırması gerçekleştirilmiştir. Bu sayede, magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasiteleri karşılaştırılmıştır.

2. TEORİK BİLGİLER

2.1 Buğday Kabuğu ve Buğday Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler

2.1.1 Buğday kabuğu

Buğday (*Triticum*) , buğdaygiller (*Poaceae*) familyasındandır. Buğday, dünyada en fazla üretilen ve tüketilen bir tahıl çeşididir. Tahıllar içerisinde buğday; üretim miktarı, kolay yetiştirilebilmesi, çeşitli gıdalara dönüşüm uygunluğu, çok yönlü kullanım imkanı ve beslenmedeki rolü itibariyle başta gelmektedir (Gül, 2007). Buğday tohumu un üretimi, hayvan yemi ve alkol fermantasyonu için kullanılan temel besin maddesidir (Arvanitoyannis ve Tserkezou, 2008). Dünyadaki buğday üretimi ve tüketimi Çizelge 2.1' de gösterilmektedir. Ülkemiz açısından dikkate alındığında gerek ekili arazi, üretim miktarı, ekonomik değeri, gerekse toplumumuzun beslenmesinde başta gelen un, ekmek, bulgur, makarna vb. gibi çeşitli ürünlerin hammaddesi olan buğday çoğu ilimizde üretilmektedir (Akbaş vd., 2005). Bugün ülkemizde ekili-dikili tarım alanlarının yaklaşık yarısında tahıl, üçte birinde de sadece buğday üretilmektedir. Ekim alanı yanında iklim ve toprak koşulları, uygulanan tarım tekniği ile hastalık ve zararlılara bağlı olarak verim yıldan yıla değişmektedir (Akbaş vd., 2005). Son yıllarda Türkiye'deki buğday üretimi Çizelge 2.2' de yer almaktadır.

Çizelge 2.1 Dünya buğday üretimi ve tüketimi (Boyacıoğlu, 2009)

	2006 (milyon ton)	**2007 (milyon ton)**	**2008 (milyon ton)**
Üretim	621	598	609
Tüketim	625	611	614

Çizelge 2.2 Türkiye'deki buğday üretiminin yıllara göre dağılımı [1]

Yıl	**2002**	**2003**	**2004**	**2005**	**2006**
Alan (Dekar)	93,000,000	91,000,000	93,000,000	92,500,000	84,900,000
Üretim (Ton)	19,500,000	19,000,000	21,000,000	21,500,000	20,010,000
Verim (kg/dekar)	209,68	208,79	225,81	232,43	235,69

Tipik bir buğday tanesi meyve kabuğu (perikarp) ve tohumdan oluşmaktadır (Hoseney, 1994; Elgün ve Ergutay, 1995). Meyve kabuğu (perikarp) dış kısım ve iç kısımdan oluşur. Dış kısmı epidermis, hipodermis ve ince duvarlı hücreler, iç kısmı ise ortadaki hücreler, enine hücreler

ve boyuna hücreler oluşturur. Tohum; tohum kabuğu, endosperm ve embriyodan oluşmaktadır. Buğday tanesinin yapısına bakıldığında esas olarak ortalama tanenin % 12'sini teşkil eden kepek, % 3' ünü teşkil eden rüşeym (embriyo–cücük) ve % 85'ini teşkil eden tane içinden (endosperm-unlu kısım) oluşur [2]. Şekil 2.1' de buğday tanesinin başlıca kısımları gösterilmiştir. Kabuk taneyi dıştan saran koruyucu tabakadır ve birçok tabakadan oluşmuştur. Toplam meyve kabuğu tanenin yaklaşık % 5' ini oluşturur ve yaklaşık % 6 protein, % 2 kül, % 20 selüloz ve % 0,5 yağ ve nişasta olmayan polisakkaritlerden meydana gelmiştir (Hoseney, 1994; Elgün ve Ergutay, 1995).



Şekil 2.1 Buğday tanesinin başlıca kısımları [3]

Tahıl kabuğu lifleri esasen selüloz, hemiselüloz, lignin ve bir miktar protein, nişasta, yağ ve külden oluşan üç boyutlu polimerik bileşiklerdir (Bledzki, 2010). Buğday kabuğunun bileşimi Çizelge 2.3' de yer almaktadır.

Çizelge 2.3 Buğday kabuğunun ortalama kimyasal bileşimi (% kuru madde) (Gül, 2007)

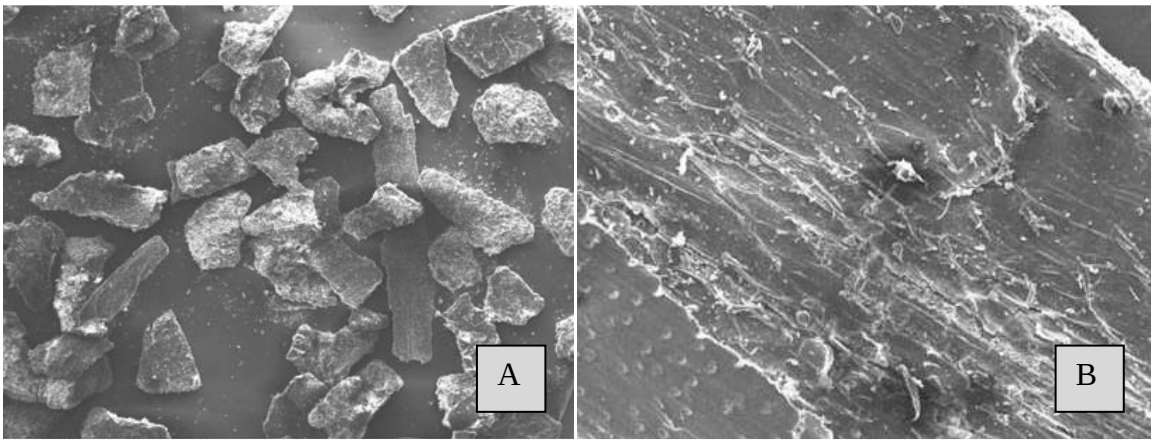
Bileşen	**Kül (%)**	**Protein (%)**	**Lipid (%)**	**Ham Lif (%)**
Meyve Kabuğu(perikarp)	3	5	1	21

Buğday kabuğunun yapısında karbon, oksijen, silis, potasyum ve az miktarda kükürt, fosfor, sodyum, magnezyum ve alüminyum bulunur (Bledzki, 2010). Buğday kabuğunun yapısında bulunan elementler Çizelge 2. 4'te gösterilmektedir.

Çizelge 2.4 Buğday kabuğunun elemental analizi (Bledzki, 2010).

	C (%)	O (%)	Si (%)	K (%)	S (%)	P (%)	O/C (%)
Buğday Kabuğu	74.9	22.4	2.1	0.6	–	–	0.30

Şekil 2.2'de buğday kabuğunun SEM görüntüsü yer almaktadır. Buğday kabuğu liflerinin farklı şekilleri vardır. Çoğu parça yuvarlak ve köşeli şekle sahipken partiküllerin çok az bir kısmı uzundur. Her bir lif benzersiz yüzey özelliğine sahiptir.



Şekil 2.2 Buğday kabuğunun A) lif B) lif yüzey morfolojisinin SEM görüntüsü (Bledzki, 2010).

Buğday kabuğu gıda endüstrisinin yan ürünü olarak açığa çıkar ve ekonomik anlamda düşük katma değere sahiptir (Gül, 2007). Buğday kabukları, biyokütle ve yakıt olarak değerlendirilmektedir (Mani vd., 2004; Bledzki, 2010). Motojima vd., yaptıkları çalışmada buğday kabuklarının yüksek silis içeriğini değerlendirmek amacıyla buğday kabuğu NH_3 ile 1200-1500°C' de reaksiyona sokularak Si_3N_4 teller üretilmiştir (Motojima vd., 1995).

2.1.2 Buğday kabuğu külü

Buğday kabuğu külü, buğday tanelerinin ayıklanmasından sonra geriye kalan buğday kabuğunun genellikle açık havada yakılmasıyla elde edilir.

Külde başlıca; K, P, Mg, Cl_2, Ca, Na, Si ile az miktarda Zn, Ni, Mn, Cu, Co, F, Se, Br, I_2, B ve Al mineral maddeleri bulunur. Topraktan kazanılan bu inorganik maddelerin miktarı; büyük oranda toprak çeşidine, yağış durumuna, uygulanan gübrenin çeşidi ile miktarına ve çevresel koşullara bağlı olarak değişiklik gösterir (Gül, 2007). Çizelge 2.5' de 450-500°C' de yanmış buğday kabuğu külünün kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri gösterilmektedir.

Buğday kabuğu külü genellikle toprak doldurma alanlarına atılmakta yani çevresel kirlilik oluşturmaktadır (Zhang ve Khatıb, 2008). Zhang ve Khatıb yaptıkları çalışmada buğday kabuğu külü uygun şekilde değerlendirilmek amacıyla beton malzeme üretiminde kullanmıştır. Sonuç olarak, karıştırma oranının uygun olarak seçilmesi halinde buğday kabuğu külünün betonun basınç direncini azaltmadan uygulanabilirliğini arttırdığı bulunmuştur. Böylece bu çalışma bu tip atıklardan sürdürülebilir inşaat malzemesi üretimine ve bu tip atıkların verimli şekilde değerlendirilmesine önderlik etmiştir (Zhang ve Khatıb, 2008).

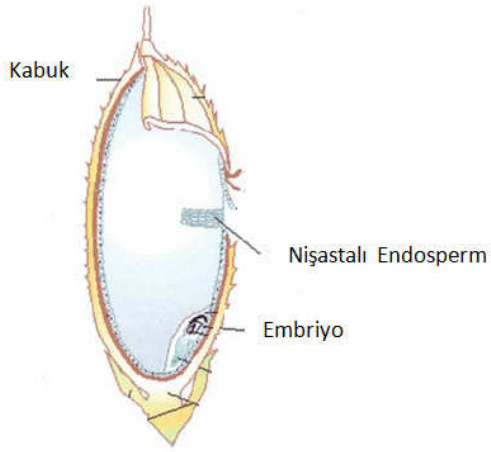
Çizelge 2.5 450-500°C'de yanmış buğday kabuğu külünün kimyasal bileşimi ve fiziksel özellikleri (Zhang and Khatıb, 2008)

SiO_2 (%)	Al_2O_3 (%)	CaO(%)	Fe_2O_3(%)	MgO(%)	Kızdırma kaybı (%)	Ortalama partikül boyutu (µm)	Spesifik Yüzey alanı (m^2/kg)
53.94	13.23	4.40	4.10	1.58	1.5	6-10	550

2.2 Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler

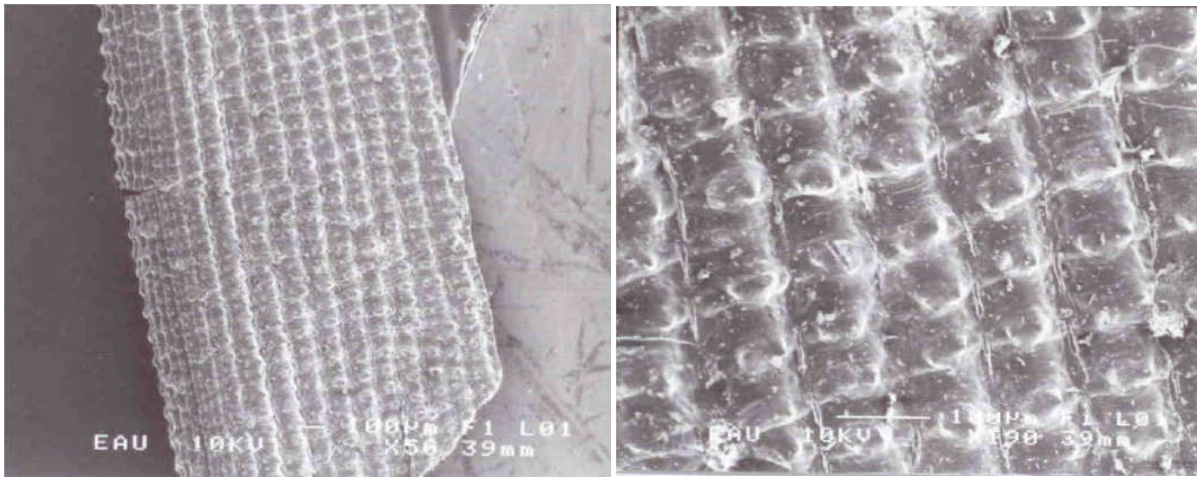
2.2.1 Pirinç kabuğu

Pirinç, dünya insan nüfusunun yarısından fazlasının temel gıda maddesidir (en çok Asya ve Latin Amerika'da) ve bu onu en çok tüketilen tahıl tanesi yapar (Arvanitoyannis ve Tserkezou, 2008). Mısır ve buğdayın yanında dünyanın üçüncü en büyük paya sahip mahsulüdür (Arvanitoyannis ve Tserkezou, 2008). Çeltik fabrikalarında ham pirincin işlenmesi sonucu ortaya çıkan önemli bir tarımsal yan ürün olan pirinç kabuğu (kavuz), pirinç tanesini içine alan ve pirinç tanesinin % 20-25'ini oluşturan dış kaplamadır. Üretilen her ton pirinçten yaklaşık 0,23 ton kabuk oluşmaktadır (Chandrasekhar vd., 2003). Değirmende öğütme sonrasında pirincin ağırlıkça bileşimi % 20 kabukken, % 8 kepek,% 2 tohum ve % 70 endospermdir (Belitz vd., 2009). Pirinç kabuğu biyobozunur, ucuz ve düşük yoğunlukludur (Jamil vd., 2006). Pirinç kabuğunu yapısı Şekil 2. 3'de gösterilmiştir.



Şekil 2.3 Pirinç tanesi ve pirinç tanesi kabuğu kesiti (Berkin,2006)

Pirinç kabuğunun kimyasal bileşimi, yetiştiği coğrafi konuma ve özel yetiştirme uygulamalarına göre değişiklik göstermesiyle birlikte sonuçta kabuğun temel bileşimleri selüloz, hemiselüloz, lignin ve küldür. Örneğin, Arkansas kaynaklı pirinç kabuklarının bileşiminde % 1–4 protein, % 0,3-0,8 yağ, % 9–20 lignin, % 28-36 selüloz, % 21-22 pentosan, % 13-21 hemiselüloz ve % 13-21 kül olduğu tespit edilmiştir (Proctor, 2005). Batıdaki bir çok ülke ve Asya'ya ait olan pirinç kabuklarının ortalama bileşimi ise % 20 kül, % 22 lignin, % 38 selüloz, % 18 pentosan ve % 2 diğer organik maddeler şeklindedir (Chandrasekhar vd., 2003). Pirinç kabuğunun yapısındaki amorf halde bulunan silis daha çok dış epidermisteki tümseklikliklerde bulunur ve kabukların iskeletini oluşturur. Ayrıca kabuğun yapısında karbon bulunmaktadır.



Şekil 2.4 Pirinç kabuğuna ait SEM görüntüleri (Bayrak, 2008)

1970-85 yıllarından bu yana Hindistan,Pakistan, Bangladeş,Sri Lanka, Avustralya, Tayland, Endonezya ve ABD gibi pirinç üreten pek çok ülkede pirinç kabuğunun değerlendirilmesi ile ilgili projeler hükümet ve diğer organizasyonlar tarafından desteklenmektedir (Chandrasekhar

vd., 2003). Çok miktarda açığa çıkan bir tarımsal atık olan pirinç kabuğu düşük maliyetli adsorban olarak boyalar ve atık su akıntılarındaki ağır metalleri gidermek için kullanılır (Chandrasekhar ve Pramada, 2006; Roy vd., 1993; Marshall vd., 1993; Nawar ve Dona, 1989; Suemitsu vd., 1986). Pirinç kabukları, elektrik santrallerinde ve pirinç değirmenlerinde yakıt olarak kullanılır [4]. Özellikle Mısır, Japonya ve bazı diğer ülkelerde refrakter malzeme ve izolasyon malzemesi üretiminde pirinç kabuğu kullanılmaktadır (Yıldız, 2007). Bunun yanı sıra çelik endüstrisinde çeliğin soğumasını yavaşlatmak için de kullanılır. Termoplastik doğal kauçuk matrikslerde inorganik dolgulara alternatif olarak kullanılmıştır (Jamil vd., 2006). Lignoselülozik yapıya sahip olan pirinç kabuğu pek çok organik kimyasalın üretiminde ham madde olarak geniş uygulama alanı bulur (Augustine, 1981). Pirinç kabuğundaki organik kısım ksiloz, furfüral, ksilitol, etanol, asetik asit, sorbitol ve lignosülfonik asit gibi kimyasallara dönüştürülebilir (Chandrasekhar vd., 2003; Augustine, 1981). Ligninden üretilen lignosülfonik asit, deterjan üretiminde ve vanilin hazırlanmasında kullanılabilir (Augustine, 1981). Pirinç kabuğunun hemiselülozik kısmının çoğunu oluşturan glukoksilan (glucoxylan) elde edilen kimyasallar çözücü ve ara ürün olarak eczacılıkta, kozmetik sektöründe, sentetik ip üretiminde, mantar öldürücü ilaçlarda, gıdalarda ve sentetik reçinelerde kullanılır (Augustine, 1981). Pirinç kabuğunda bulunan selülozdan elde edilen kimyasallar ise ip ve plastik endüstrisinde, etilen ve bütadien üretiminde kullanılır (Augustine, 1981). Organik kısmı ekstrakte edilen pirinç kabuğundan geriye kalan inorganik atık nispeten daha saf ve daha iyi silika kaynağı oluşturur (Chandrasekhar vd., 2003). Pirinç kabuğunda silikanın varlığı 1938 yılından beri bilinmektedir (Chandrasekhar vd., 2003). Bu yüzden pirinç kabuğu silikon karbür, silisyum nitrür, silisyum tetra klorür, saf silisyum, silika jel ve zeolitide içeren silisyum esaslı bileşiklerin üretiminde hammadde haline gelmiştir (Sun ve Gong, 2001). Üretilen malzemeler de kapsamlı uygulama alanlarına sahiptir (Sun ve Gong, 2001).

2.2.2 Pirinç kabuğu külü

Pirinç kabuğu külü de buğday kabuğu gibi pirinç tanelerinin kabuktan ayrılmasından sonra kabuğun yakılması sonucu elde edilir. Pirinç kabuğu külünde, % 80-90 oranında silis bulunmaktadır (Yıldız., 2007; Amutha vd., 2010). Pirinç kabuğu külünde bulunan silis içeriği ve tüm safsızlıklar çeşitliliğe, iklime ve coğrafi konuma dayanır (Sun ve Gong, 2001). Yıldız vd.' nin kullandığı pirinç kabuğu külünün fiziksel ve kimyasal özellikleri Çizelge 2.6' da görülmektedir. Pirinç kabuğu külünde çok küçük oranda bulunan K_2O, Na_2O ve Fe_2O_3 asit muamelesi ile giderilebilir (Amutha vd., 2010). Pirinç kabuğu külünün yapısında bulunan silis amorf halde olduğu için düşük sıcaklıklarda ve düşük enerji metoduyla ekstrakte edilebilir

(Thuadaij ve Nuntiya, 2008). Pirinç kabuğu külünün porlu bir yapısı vardır. Pirinç kabuğu külünün, mikroporlu ve çok katmanlı yapısı Şekil 2.5' de görülmektedir.

Çizelge 2.6 600°C' de 3 saat yakılan pirinç kabuğu külünün fiziksel ve kimyasal özellikleri (Yıldız., 2007)

Pirinç kabuğu külünün kimyasal özellikleri (%)									
SiO_2	**Al_2O_3**	**Fe_2O_3**	**CaO**	**MgO**	**SO_3**	**K_2O_3**	**Na_2O**	**MnO**	**P_2O_5**
91,15	3,84	1,87	0,81	0,59	-	0,71	0,17	0,21	0,65
Pirinç kabuğu külünün fiziksel özellikleri									
Birim Hacim Ağırlığı (gr/cm^3)					**Özgül Ağırlığı (gr/cm^3)**				
0,685					1,97				



Şekil 2.5 Pirinç kabuğu külünün SEM görüntüsü (Habeeb ve Fayyadh, 2009)

Pirinç kabuğu külü, puzolan madde olarak çimento ve kireçle karıştırılarak beton üretiminde kullanılabilmektedir (Bayrak, 2008; Yıldız, 2007; Gemma, 2005; Mehta, 1983). Bu sayede betonun maliyeti azalırken asit dayanımı, penetrasyon, bükülme gücü gibi özellikleri de gelişmektedir (Sun ve Gong, 2001). Son zamanlarda nanosilika katkılı çimentolar üretilmekte ve bunların mikro boyutlu katkılara göre daha iyi mekanik özellik sergilediği gözlemlenmektedir (Thuadaij ve Nuntiya, 2008). Atık arıtmada filtrasyon maddesi ve adsorban, polipropilen kompozitlerde dolgu, poliamid için dolgu, pestisid taşıyıcı, insektisid

ve biyogübre olarak ve özel boyalarda kullanılmaktadır (Fuad vd., 1995; Proctor, 2005; [5]; [6]). Ayrıca, alüminyum alaşım-pirinç kabuğu külü kompozitler ve pirinç kabuğu külü-porselen kompozitlerle ilgili çalışmalar sürmektedir (Sun ve Gong, 2001). Tüm bu kullanımlarının yanı sıra yüksek silis içeriğinden dolayı (% 60 civarında) silikayı ekstrakte etmek ekonomiktir ve bu yüzden pirinç kabuğu külü silika bazlı maddelerin üretiminde kullanılır (Thuadaij ve Nuntiya, 2008).

Pirinç kabuğu külünün farklı sıcaklıklarda ve sürelerde yanma proseslerine bağlı olarak külün içeriği değişmektedir. Çizelge 2.7' de farklı sürelerde yakılan pirinç kabuğu külü içerikleri verilmiştir.

Çizelge 2.7 Farklı sürelerde yakılan pirinç kabuğu külünün kimyasal bileşimi (Thuadaij ve Nuntiya, 2008).

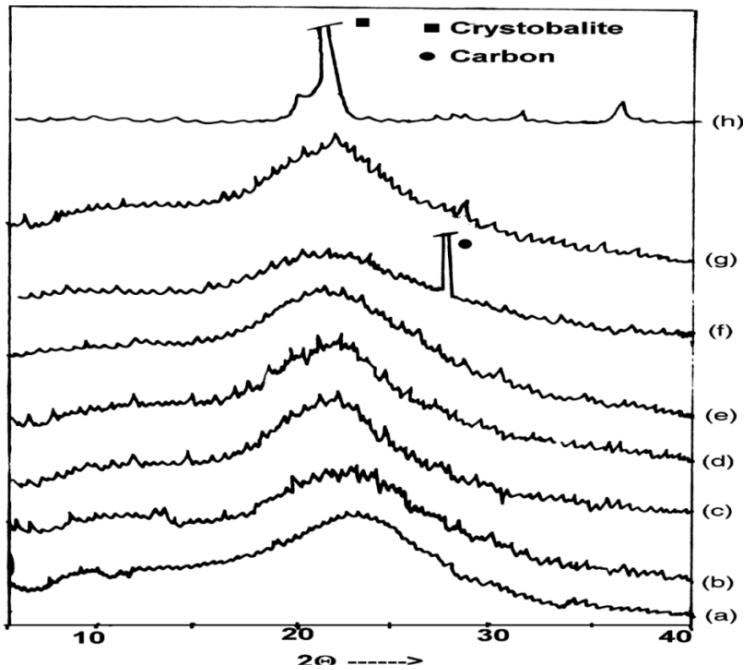
% Bileşim	**700°C-3 saat**	**700°C-6 saat**
SiO_2	97,86	98,14
Al_2O_3	-	-
Fe_2O_3	0,07	0,07
CaO	0,52	0,46
ZrO	0,01	0,03
MgO	0,29	-
P_2O_3	-	-
Mn_2O_3	0,16	0,16
SO_3	0,07	0,07
KK	0,01	0,02

Pirinç kabuğu külünde bulunan silikanın yapısı yanma işlemi sırasındaki yanma sıcaklığı, yanma süresi gibi parametrelere önemli ölçüde bağlıdır (Varol, 2006). Pirinç kabuğunun yapısında amorf halde bulunan silika, yüksek sıcaklıklarda kristal hal olan kristobalite geçer (Chandrasekhar vd., 2003). Fakat kristobalit form reaktif değildir (Augustine, 1981). Kontrollü yanma koşullarında, yüksek yüzey alanına ve iyi boyuta bağlı olan yüksek reaktifliğe sahip amorf silika elde edilir (Chandrasekhar vd., 2003). Şekil 2.6' da farklı sıcaklıklarda ve farklı kökene sahip pirinç kabuğu küllerinin XRD görüntüleri gösterilmektedir. Bütün örnekler maksimum noktası 22°' de olan ve amorf silikayı temsil eden dağınık pikler vermektedir. Fakat Andhra Pradesh kökenli pirinç kabuğunun (APPK) 500°C' de yanmış külü yaklaşık 28°' de keskin bir pik vermektedir ve bu pik karbonu temsil etmektedir. Ayrıca, APPK 900°C' de yanmış külünün ise 21°' de verdiği pik kristobalit yapıyı temsil etmektedir (Chandrasekhar ve Pramada,2006).

Hamad ve Khatab pirinç kabuğunun termal bozunmasını incelemişlerdir. Bu çalışmada, 500-600°C' deki düşük sıcaklıklarda oluşan külün amorf yapıda silikadan oluştuğu gözlemlenmiştir. > 800°C ve >1150°C sıcaklıklarda ise silikanın kristobalit ve tridimit yapılarda olduğu saptanmıştır (Chandrasekhar vd., 2003).

El-Hosiny vd. yaptıkları çalışmada 450-700°C' de yaktıkları küllerin amorf yapıda silikadan oluştuğunu, 1000°C' dekilerin ise kristobalit yapıda silikadan oluştuğu düşünmektedir.

Karpur, 600 °C -800 °C arasında külün yapısındaki SiO_2' nin faz dönüşümünün başladığını ve ilk kristobalit oluşumunun 800°C' de olduğunu saptamıştır. Diğer dönüşümün olan tridimit fazınsa oluşmaya 1000°C' de başladığını ve 1200°C' nin üstünde belirginleştiğini gözlemlenmiştir. Karpur' un yaptığı çalışmada küllerin yapısının yanı sıra partikül dağılımıyla yüzey alanları da incelenmiştir. 800°C' nin altındaki sıcaklıklarda kül partiküllerinin ortalama 20 µm, 900 °C' de ise 40-60 µm çapında olduğu gözlemlenmiştir (Sun ve Gong, 2001). Karpur, kalan karbonun yanmasıyla ve yeni gözeneklerin açılmasına bağlı olabileceğini düşündüğü yüzey alanındaki ilk artış 60 m^2/g' dan (350°C) 80 m^2/g' a (600°C) olmuştur. 700-900°C arasında ise 40' tan 1 m^2/g' a keskin bir düşüş vardır (Sun ve Gong, 2001). Sonuç olarak, sıcaklığın partikül dağılımında, yüzey alanın ve silis yapısının değişmesinde önemli bir faktör olduğu görülmektedir (Varol, 2006).



Şekil 2.6 Kül numunelerininin XRD görüntüleri a) Kerala kökenli pirinç kabuğunun (KPK) 300°C'de yanmış külü, b)KPK 500°C'de yanmış külü, c)KPK 700°C'de yanmış külü, d)KPK 900°C'de yanmış külü, e)Andhra Pradesh kökenli pirinç kabuğunun(APPK) 300°C'de yanmış külü, f) APPK 500°C'de yanmış külü, g) APPK 700°C'de yanmış külü h)APPK 900°C'de yanmış külü (Chandrasekhar ve Pramada, 2006).

Oksijenden sonra yeryüzündeki en çok bulunan element olan silisyum en çok bulunan biçimi kum ve kuartzdır. Kumun saflık derecesi çok düşük olduğundan, kullanılmaya uygun değildir [7]. Bu yüzden günümüzde endüstride silika kaynağı olarak kuartz kumu (silis kumu) kullanılmaktadır. Silikanın kuartz formu oldukça kararlı yapıda olduğundan silika üretilirken, sodyum karbonat kullanılarak kuartzın 1300–1400°C' de üretilmesi gerekmektedir (Kalapathy vd., 2000).Dolayısıyla mineral, kum ve inorganik kaynaklardan ergitme prosesi ile silika üretimi yüksek enerji gerektiren bir proseslerdir. Buğday kabuğu ve pirinç kabuğu külünden silakanın üretilmesi, yüksek enerji gerektiren proseslere göre daha ekonomik bir alternatif olacaktır.

Pirinç kabuğu külünün silis içeriğinden yararlanarak silikat türevleri elde edilmesi için birçok çalışma yapılmıştır (Varol, 2006). Pirinç kabuğu külünden silikanın ekstraksiyonu alkali ortamda yapılabilir çünkü düşük pH (pH<10) değerlerinde amorf silikanın çözünürlüğü azken, yüksek pH (pH>10) değerlerinde hızla artmaktadır (Kalapathy vd., 2000). Kamath ve Proctor pirinç kabuğu külünün bu özelliği sayesinde alkali ortamda sodyum silikat ve silika jel elde etmişlerdir. Daha sonra da elde edilen silika jelin, piyasada bulunan silika jel (Trisyl 300) ile benzer kimyasal ve fiziksel özelliklere sahip olduğunu tespit etmişlerdir (Kamath ve Proctor, 1998).

Kalapathy vd. (2000), alkali ekstraksiyonun peşinden asit muamelesi yaparak silika jelden saf silika xerojel üretmişlerdir. Kalapathy vd., tarafından daha sonra yapılan bir çalışmada yöntem biraz daha geliştirilerek (daha az sodyum kullanarak) xerojel üretilmiştir (Kalapathy vd., 2002).

Kalapathy vd. (2003), diğer bir çalışmada da pirinç kabuğundaki silika içeriğinden faydalanarak son derece gözenekli ve değişik yoğunluklarda silikat bloklar üretmişlerdir.

Günümüzde nanoteknoloji giderek önem kazanmaktadır çünkü nano boyuttaki malzemeler yeni mühendislik malzemelerinde potansiyel kullanım alanları bulmaktadır. Bu yüzden, araştırmacıları bu alana yöneltmektedir.

Thuadaij ve Nuntiya (2008) , pirinç kabuğu külünden çöktürme yöntemiyle nanosilika tozu üretmişlerdir. 700°C' de 3 saat ve 6 saat süreyle yakılan pirinç kabuğu külü 6 saat yakılan kül ile karşılaştırıldığında silis içeriğinin daha yüksek olduğu gözlemlenmiştir. Daha sonra pirinç kabuğu külü 2, 2,5 ve 3 N NaOH kullanılarak alkali ortamda ekstraksiyon gerçekleştirilmiştir. 2,5 N ile yapılan muamele sonucu 5-10 nm boyutuna sahip ve spesifik yüzey alanı 656 m^2g^{-1} olan en iyi ürün elde edilmiştir.

Amutha vd. (2010) , yaptıkları çalışmada pirinç kabuğunun 650°C' de 4 saat süreyle yakılması sonucunda elde edilen külün H_2SO_4 ile titrasyonuyla ekstrakte ederek nanosilika üretmişlerdir. Titrasyon sonrası meydana gelen değişim reaksiyon 2.1' de gösterilmektedir. Üretilen nanosilikanın %98 saflıkta, 75-80 nm boyutunda ve küresel şekle sahip olduğu belirtilmiştir.

$$Na_2SiO_3 + H_2SO_4 \longrightarrow SiO_2 + Na_2SO_4 + H_2O \qquad (2.1)$$

Özgül-Yücel vd. (2004), Kalapathy ve Proctor' un metoduyla pirinç kabuğu külünden silikayı ekstrakte etmişlerdir ve elde ettikleri sodyum silikat çözeltisinin magnezyum sülfat çözeltisi ile reaksiyonu sonucu magnezyum sülfat elde etmişlerdir. Bu yöntemle üretilen magnezyum silikatları Florisil (ticari magnezyum silikat) ile karşılaştırmışlardır. Üretilen magnezyum silikatların Florisil ile hemen hemen aynı magnezyum oksit içeriğine sahip olduğunu ancak silika içeriği bakımından Florisil' e göre daha çok safsızlık içerdiğini saptanmıştır.

Subbukrishna vd. (2007), Hindistan Bilim Enstitüsü tarafından geliştirilen Bangalore metoduyla piyasadaki silikaya benzer kalitede çöktürülmüş silika üretmişlerdir. Üretilen silikanın yüzey alanı, yoğunluk gibi özelliklerinin sıcaklık, çöktürme sırasında kullanılan silikat çözeltisi konsantrasyonu gibi pek çok parametreye bağlı olduğunu tespit edilmiştir.

2.3 Magnezyum Silikat

Genellikle çeşitli silisik asitlerin tuzları olarak sayılabilen silikat minarelerinden biri olan magnezyum silikat maden teknolojilerinde, madenlerin işlenmesi ve cevher zenginleştirme sırasında oluşan bir yan üründür (Zevenhoven and Kohlmann, 2001; [9]).

Talk, su ve karbondioksit varlığında serpantin , piroksen , amfibol , olivin gibi magnezyum minerallerinin başkalaşımı sonucunda oluşur [8].Yumuşak başkalaşmış bir kayaç olan mineral sabuntaşı ($Mg_6Si_8O_{20})(OH)_4$, çoğunlukla talktan oluşur, oldukça inerttir ve esas itibariyle asidik ve bazik sulu çözeltilerde çözünmez (Teixeira vd., 2003). Bu mineraller genellikle nikel ya da altın gibi metallerin üretimindeki maden çalışmalarında ele geçmektedir. Magnezyum silikat, bu mineral cevherlerinin temel bileşenidir ve genellikle doğada farklı silikatların karışımı şeklinde bulunmaktadır (Zevenhoven ve Kohlmann, 2001). Doğada bulunan minerallerden elde edilen magnezyum bazlı silikatlardan bazıları, hidrat yapıda olan ve kozmetik, ilaç sanayinde kullanılan saf talk ve talktan elde edilen diğer magnezyum silikatlardır (Varol, 2006).

Doğada silikat mineralleri şeklinde bulunan magnezyum silikat günümüzde sentetik olarak da elde edilmektedir. Sentetik magnezyum silikat, beyaz ince toz halinde, amorf yapıda, kabarcıklı yapıyla beraber yüksek yüzey alanına sahip, suda çözünmeyen, asit ya da alkali metal katalizörü adsorblayabilen amfoterik bileşiktir [10].

Genel tanımı $mMgO.nSiO_2.xH_2O$ şeklinde olan endüstride üretilen sentetik magnezyum silikatlar arasında, kimya sanayinde kullanılan en verimli ticari magnezyum silikatların genellikle $2MgO.3SiO_2.2H_2O$ formunda olduğu saptanmıştır (Standen, 1967). Sentetik olarak magnezyum silikat, çeşitli magnezyum tuzlarının ve magnezyum hidroksitin, sodyum veya potasyum silikat çözeltisi ile reaksiyonu sonucu elde edilir. Silikat üretiminin başlangıcı olan sodyum silikat genellikle kuvars kumunun sodyum karbonatla birlikte 1300-1400°C sıcaklıklarda reaksiyonu ile elde edilir (Kalapathy, 2002). Magnezyum tuzlarından genellikle magnezyum sülfat hepta hidrat ve magnezyum klorür hegza hidrat kullanılmaktadır. Yapılan çalışmalar arasında, çözünür magnezyum sülfatın hızlı bir reaksiyonla, amorf yapıda magnezyum silikata dönüştüğü gözlemlenmiştir (Varol, 2006).

Sentetik magnezyum silikat üretimindeki reaksiyon denklemi;

$$Na_2O.nSiO_2\ (\text{çöz.}) + mMgSO_4.7H_2O(\text{çöz}) \longrightarrow m\ MgO.\ nSiO_2.xH_2O(k) + Na_2SO_4(\text{çöz.}) \qquad (2.2)$$

şeklindedir.

Endüstride üretilen sentetik magnezyum silikatlar çoğunlukla hidrat magnezyum silikat (m MgO. nSiO_2.xH_2O) formunda Magnesol XL, Mizukaife F1, Florosil gibi ticari isimlerle piyasada bulunmaktadır. Çizelge 2.8'de bazı ticari magnezyum silikatların özellikleri verilmektedir.

Çizelge 2.8 Ticari sentetik magnezyum silikatlar ve özellikleri (Varol, 2006)

Özellik	**Shangyuchem firmasına ait magnezyum silikat**	**Florisil**	**Magnesol XL**
Görünüş	Beyaz toz	Beyaz toz	Beyaz toz
Kurutma kaybı (105°C, 2 saat), %	6-8	-	9,5
Tane boyutu	125–250 mm	74 µm (ortalama)	47 µm (ortalama)
% MgO (kuru bazda)	13–15	15,5	-
% SiO_2 (kuru bazda)	62–68	84	-
MgO:SiO_2 (mol: mol)	-	-	1:2,7
Spesifik yüzey alanı, m^2/gr	500 (min)	298	600
Por hacmi, ml/gr	0,68 (min)	-	-

Sentetik magnezyum silikat, endüstriyel işlemler ve analitik yöntemler olmak üzere iki temel kullanım alanına sahiptir (Varol, 2006). Endüstriyel olarak kullanım alanlarından en önemlileri son yıllarda çevre dostu alternatif bir yakıt olan biyodizelin ve hammaddelerinden biri kızartma yağlarının saflaştırılmasıdır (Yates vd., 1997) . Biyodizel üretiminde trigliserid yağlar yağ asidi metil esterlerine dönüştürülürler ve ürün metil esterleri TS EN 14214 standardında belirtilen özelliklere sahip olacak şekilde işlemlere tabi tutulurlar. Biyodizel olarak kullanılacak olan yağ asidi metil esterlerinin saflaştırılması gereklidir. Metil esterlerinin içersinde safsızlık olarak bulunan en önemli maddeler kısmi gliseridler, trigliseridler, serbest gliserol, polimerize olmuş bileşenlerdir. Saflaştırılma işleminde biyodizel üretiminde ana komponent olan metil esterlerinin içerisinde bulunabilecek

safsızlıklara göre çeşitli uygulamalar yapılmaktadır. Örneğin katalizör ve serbest gliserinin uzaklaştırılması için ürün su ile yıkanır. Distilasyon işlemi ile saflaştırmada mono, di ve trigliseridlerin uzaklaştırılmasında trans ve interesterifikasyon reaksiyonları nedeniyle yeniden kısmi gliseridlerin oluşumu söz konusu olabilmektedir. Magnezyum silikat ile saflaştırma işlemi düşük maliyetli ve işlem kolaylığı olan bir yöntemdir. Magnezyum silikat polar maddeleri (serbest yağ asitleri, kısmi gliseridler) adsorplama kapasitesi yüksek bir adsorbandır (Yates ve Caldwell, 1993; Yates vd., 1997; Buczek ve Chwialkowski, 2004; Cooke vd., 2005; Taspinar ve Ozgul-Yucel S., 2008). Bu özelliği sayesinde ham yağların kalitesini yükseltmek için kullanılmaktadır. Kızartma sırasında, yağdaki polar yapıda olmayan trigliseridler, polar yapıdaki monogliserid, digliserid ve serbest yağ asitlerine (FFA) oksidasyona uğramış trigliseridlere, polimerlere, aldehitlere, ketonlara ve daha birçok bozunma ürününe dönüşür (Buczek ve Chwialkowski, 2004). Bundan dolayı kızartılmış yağda polar madde içeriği yükselir. Polar madde konsantrasyonundaki artış kızartma yağının, dolayısı ile kızarmış gıdaların tadını ve kalitesini olumsuz olarak etkiler. Magnezyum silikat polar yüzey özelliğiyle kızartma yağındaki polar madde içeriğini adsorblayarak azaltan mineral adsorbandır (Buczek ve Chwialkowski, 2004). Böylece yağın kalitesi de artmış olur.

Adsorban olarak kullanımının dışında magenzyum silikat dolgu maddesi olarak, dispersiyon boyalarda pigment olarak, anti-epileptik ilaçlarda bileşen olarak kullanılabilir (Krysztafkıewıcz vd., 2004). Steroidlerin ve hormonların izolasyonu, antibiyotik izolasyonu, vitamin belirleme analizleri de magnezyum silikatın analitik yöntemlerde kullanıldığı alanlardır (Özgül-Yücel vd., 2004). Magnezyum silikat besin zehirlenmesi, hazımsızlık, inflamatuvar koşullarda ince bağırsakta, mide asitliği fazla iken ve peptik ülser tedavilerinde kullanılabilir (Krysztafkıewıcz vd., 2004). Aynı zamanda şekerleme imalathanelerinde yapışma önleyici ve kekleşme önleyici, anti statik madde olarak kullanılır (Krysztafkıewıcz vd.,2004; Özgül-Yücel vd.; 2004). Beyazlık söz konusu olduğunda magnezyum silikatın beyaz rengi titanate bazlı pigmentlerle yarışarak bize kısmen ya da tamamen titanyum dioksiti ortadan kaldırma izni verir (Krysztafkıewıcz vd., 2004). Bunların yanı sıra, polimer üretiminde, poliollerin saflaştırılması, lipitlerin ayrılması, sabunlardaki renk bozukluklarının giderilmesi, mineral yağların ve kuru temizleme çözücülerinin arındırılması, aminasyon reaksiyonlarında katalizör gibi kullanım alanlarına sahiptir (Varol, 2006). Hidrat yapıda olan talk, seramik sanayinde, boya yapımında, kayganlığından dolayı kozmetik sektöründe kullanılırken kalsine magnezyum silikat olan Florosil de kolon kromatografisinde adsorplayıcı olarak kullanılmaktadır (Özgül-Yücel vd., 2004; [12]).

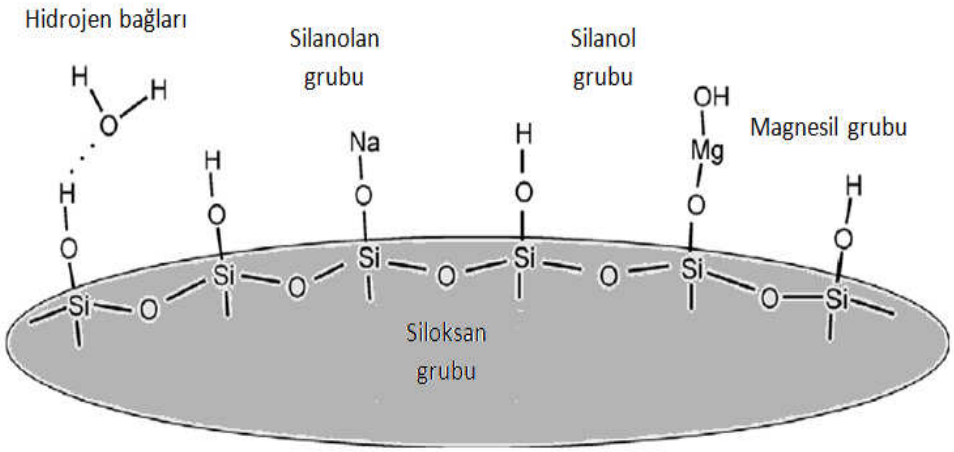
2.4 Magnezyum Silikatın Adsorpsiyon İşleminde Kullanımı

Magnezyum silikatın temel kullanım alanlarından biri daha önce de değinildiği gibi adsorpsiyondur. Adsorpsiyon gaz veya sıvı fazda bulunan çözünmüş maddelere ait, atom, molekül veya iyonların katı bir madde yüzeyinde birikmesidir (Yurt, 1990). Adsorbe eden katı maddenin yüzey alanı arttıkça adsorpsiyon kabiliyeti de artar. Ayrıca, adsorbanın gözenekli yapısı ve gözenek çapı adsorbanların etkinliğinde önemli rol oynar (Varol, 2006).

Gazı ya da çözünen maddeyi adsorplayan katıya adsorplayıcı ve ya adsorban, katının yüzeyinde tutunan maddeye ise adsorplanan denir (Aşkın, 1994). Adsorpsiyon, fiziksel ve kimyasal adsorpsiyon olmak üzere ikiye ayrılır. Kimyasal adsorpsiyonda adsorplanan maddenin tanecikleri adsorbanın yüzeyine rastlayan atomlar tarafından kovalent bağla tutulurken, fiziksel adsorpsiyonda Van der Waals çekimi söz konusudur.

Adsorbanlar doğal ve yapay adsorbantlar olmak üzere ikiye ayrılabilir. Kitosan, zeolit, kil ve selüloz doğal adsorbanlardır. Yapay adsorbanlar arasında ise aktif karbon, silika jel, magnezyum silikatlar, polimerler ve iyon değiştirici reçineler sayılabilir.

Silikatların yüzey aktivitesi öncelikle silanol gruplarla (≡Si−OH) ve onların yüzey üzerindeki paketlenişine göre tanımlanır. Sentetik magnezyum silikatlar reaktif silanol grupların varlığında iyi gelişmiş yüzey sergilediğinden seçici adsorbanlar grubuna dahil edilirler (Cıesıelczyk vd., 2007). Magnezyum silikatların yüzeyi Şekil 2.7’ de gösterilmiştir.



Şekil 2.7 Magnezyum silikatın yüzeyi (Krysztafkıewıcz vd., 2004)

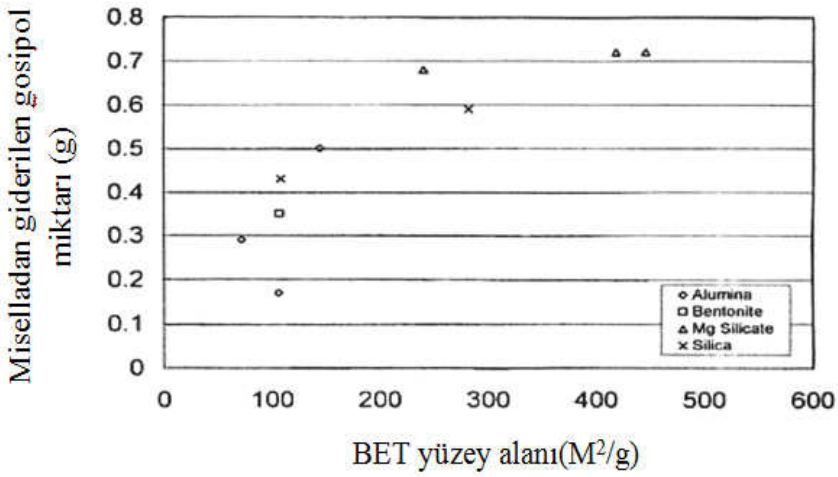
Silika bazlı adsorbanların yüzey alanı, porozitesi ve nem içeriği, aldehit ve ketonlar gibi ikincil oksidasyon ürünlerini, sülfür bileşiklerini, iz metalleri ve sabunu adsorplayabilmesini

sağlar. Adsorbanın içerdiği nem porları açık tutmayı ve polar bileşenlerin çekimini sağlamaktır (Varol, 2006).

Miyagi ve Nakajima (2003), yaptıkları bir çalışmada kullanılmış kızartma yağının kalitesini artırmak için çeşitli adsorbanlarla adsorpsiyon işlemi uygulamışlardır. Bu çalışmada silika jel, magnezyum oksit, aktif kil ve alüminyum hidroksit jeli olmak üzere dört adsorban kullanarak en verimli adsorbanın silika jel olduğu tespit edilmiştir.

Lın ve arkadaşları (1998), yaptıkları araştırmada yedi çeşit adsorban kullanmışlardır. Bunlardan beşi ticari olarak piyasada bulunan Silasorb (bir çeşit kalsiyum silikat), Britesorb, HB 600 (bir çeşit kalsiyum silikat), Purim, Frypowder, Aktif Karbon, Magnesol ’dur. Ayrıca bunlara ilaveten Sorbead AF ve Calsilite (bir çeşit kalsiyum silikat) olarak isimlendirilen ticari olmayan adsorbanlar kullanarak kullanılmış kızartma yağının toplam polar madde, serbest yağ asidi gibi değerlerindeki değişimleri gözlemlemişlerdir. Elde edilen sonuçlarda Magnesol’ ün yağın rengini %46,3 berraklaştırdığı gözlemlenmiştir. HB 600 ve Magnesol karışımının toplam polar madde miktarını % 6,0-1 7,8, serbest yağ asidi miktarını ise % 90,8-93,7 azalttığı bulunmuştur.

Kuk ve Tetlow (2005), yaptıkları çalışmada çeşitli aluminalar (asidik, bazik ve nötr), bentonit, silika ve sentetik magnezyum silikatlar kullanarak gosipol adsorpsiyonu üzerinde çalışmışlardır. Magnezyum silikatların (Dallas Group, 446,1, 418,6, 240,7 m^2/g yüzey alanına sahip) ve silikanın (J.T.Baker, 282,5 m^2/g yüzey alanına sahip) diğer adsorbanlarla karşılaştırıldığında gosipol adsorpsiyonu için daha yüksek kapasiteye sahip olduğu tespit edilmiştir. Şekil 2.8’ de kullanılan adsorbanların gosipol giderimindeki BET alanları karşılaştırılmaktadır.



Şekil 2.8 Adsorbanların gosipol giderimindeki BET alanı (Kuk ve Tetlow, 2005)

Yates ve arkadaşları (1997), triaçilgliserid ve oleik asidin silika jel ve magnezyum silikat üzerinde adsorpsiyonunu incelemişlerdir. Çalışmada FTIR analizi yapılmış ve bunun sonucunda triaçilgliseridin her iki adsorbana fiziksel olarak adsorbe olduğu gözlemlenmiştir. Oleik asidin ise silika jel üzerinde fiziksel olarak adsorbe olurken magnezyum silikat üzerinde hem fiziksel hem kimyasal olarak adsorbe olduğu belirlenmiştir. Triaçilgliserid ve oleik asidin fiziksel adsorpsiyonunda karbonil gruplar hidrojen bağlarıyla silanolların yüzeylerine tutunur. Bunların yanı sıra, bozunmuş kızartma yağını ve oleik asidi adsorplamak için kullanılan magnezyum silikatın benzer FTIR spekturuma sahip olduğu saptanmıştır.

Yates ve Caldwell (1993), yaptıkları diğer çalışmada, bir restorandan atık olarak alınan kullanılmış kızartma yağının geri dönüşümü üzerinde çalışmışlardır. Bu çalışmada, asitle aktive edilmiş ağartma toprağı, aktif alumina (nötr, asidik, bazik pH), silika, karbon ve sentetik magnezyum silikat adsorban olarak kullanılmış ve yağdaki polar bileşikleri adsorblaması amaçlanmıştır. Bu adsorbanlar arasında sentetik magnezyum silikat, polar maddeleri, düşük molekül ağırlıklı bileşikleri olan serbest yağ asitlerini, monogliserid, digliserid vd. ve polimerleri en yüksek miktarda adsorplamıştır. Bu çalışmada kullanılan çeşitli adsorbanların belirlenen adsorpsiyon kapasiteleri Çizelge 2.9’ da gösterilmiştir.

.

Çizelge 2.9 Çeşitli adsorbanların kullanılmış kızartma yağını adsorpsiyon kapasiteleri (Yates ve Caldwell, 1993)

Adsorban	**Ticari ismi**	**Adsorpsiyon (mg polar madde/g yağ)**
Aktif C	Darco T-88	67
Asidik alümina	Brockmann I	79
Nötral alümina	ABA 6000	86
Bazik pH alümina	A-2*f*	89
Ağartma toprağı	Filtrol 105	109
Magnezyum silikat	Magnesol XL	199
Silika	TriSyl	125

Maskan ve Bağcı (2006), kullanılmış ayçicek yağının saflaştırılmasıyla ilgili yaptığı çalışmada CaO, MgO, Mg_2CO_3, magnezyum silikat, aktif karbon, bentonit ve doğal pekmez toprağı (% 70 civarında $CaCO_3$ içeren, doğal ve beyaz renkte olan bir toprak) olmak üzere altı farklı adsorban kullanmıştır. Çalışılan adsorbanlar içinde pekmez toprağı, magnezyum silikat (Florisil) ve bentonit, sırasıyla, viskozite ile serbest yağ asitlerinin azaltılmasında ve rengin kazanılmasında en yüksek kabiliyeti gösterdiğini bulmuşlardır. Ayrıca % 2 pekmez toprağı, % 3 bentonit ve % 3 magnezyum silikattan oluşan bir karışımın en iyi kombinasyon olduğunu ve bu adsorbant karışımının yağ örneklerinin serbest yağ asidi miktarını % 0,2212' den % 0,1365' e düşürdüğü bulunmuştur.

İstanbul Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği bölümünde yapılan bir çalışmada, kullanılmış kızartma yağının ve bu yağdan elde edilen biyodizelin ticari ismi Magnesol XL olan magnezyum silikat ile adsorpsiyonu yapılmış ve bu işleme sıcaklık ve adsorplayıcı miktarının etkisi araştırılmıştır. Sonuç olarak, sıcaklık 100°C' nin üzerinde iken, yağın oksidasyonunda magnezyum silikatın etkisi olduğu ve adsorpsiyon işleminin 100°C' nin altında yapılması gerektiği görülmüştür. Ayrıca, magnezyum silikat ile rejenere edilmiş yağı ve kullanılmış kızartma yağından doğrudan elde edilen biyodizelin özellikleri karşılaştırılmıştır. Bu çalışmanın sonucunda, magnezyum silikat ile adsorpsiyon işleminin,

hem kızartma yağının hem de biyodizelin saflaştırılmasında etkin bir adsorban olduğu görülmüştür (Varol, 2006).

Taspinar ve Ozgul-Yucel (2008), yaptıkları çalışmada pirinç kabuğu külünden farklı reaksiyonlarla magnezyum silikatlar ve aktif karbon elde edip, elde ettikleri ürünlerin lipit adsorpsiyon kapasitelerini kendi içinde ve diğer ticari ürünlerle kıyaslamışlardır. Elde ettikleri magnezyum silikatların yüzey alanları 640- 680 m^2/g, aktif karbonun yüzey alanı 43 m^2/g bulunmuştur. Üretilen magnezyum silikatların yüzey alanı ticari magnezyum silikat olan Magnesol XL' den yüksek çıkmıştır. Ayrıca, üretilen magnezyum silikatın lipit adsorpsiyon kapasitesi üretilen aktif karbon ile ticari adsorbanlar olan Magnesol XL ve aktif karbondan yüksek çıkmıştır. Bu çalışmada kullanılan çeşitli adsorbanların belirlenen polar bileşen adsorpsiyon kapasiteleri Çizelge 2.10' da gösterilmiştir. Sonuç olarak, laboratuarda üretilen sentetik magnezyum silikatın yüksek lipit adsorpsiyon kapasitesi olduğu tespit edilmiştir. Günümüzde kullanılmış kızartma yağını saflaştırma ve özellikle biyodizel saflaştırma amacıyla kullanılan magnezyum silikatlara alternatif olarak kullanılabileceği belirtilmiştir.

Ferrero (2010), yaptığı çalışmada metilen mavisinin sentetik magnezyum silikat olan Florisil üzerinden adsorpsiyonunu incelemiştir ve bunu diğer adsorbanlarla karşılaştırmıştır. Florisil adsorpsiyon kapasitesinin aynı gözeneklilikteki aktif karbona göre daha düşük olduğu tespit edilmiştir. Amberlite XAD-2 ile Florisil karşılaştırıldığında elektrostatik çekim ve iyon değişim mekanizmasına bağlı olarak, Florisilin daha yüksek afiniteye (boyanabilirlik) sahip olduğu gözlemlenmiştir.

Çizelge 2.10 Laboratuarda üretilmiş magnezyum silikatın, ticari magnezyum silikatların ve aktif karbon örneklerinin polar lipit adsorpsiyon kapasiteleri (Taspinar ve Ozgul-Yucel, 2008).

Adsorban	**BET Yüzey Alanı [m^2/g]**	**Partikül Boyutu [µm]**	**Polar bileşen adsorpsiyon kapasitesi [mg polar bileşen/g adsorban]**
Magnezyum silikat ($MgCl_2$ reaksiyonuyla üretilen)	680	40	644
Magnezyum silikat (Magnesol XL, ticari)	600	2-3	616
Aktif karbon(üretilen)	43	150	368
Aktif karbon(ticari)	440	2-3	552

3. DENEYSEL ÇALIŞMA

3.1 Deneyde Kullanılan Maddeler

3.1.1Buğday kabuğu ve külü

Bu çalışmada, Marmara bölgesindeki Doruk Marmara Un Sanayi A.Ş.'den alınan buğday kabukları ve bu kabukların laboratuarımızda yakılmasıyla elde edilen buğday kabuğu külü kullanılmıştır.



Şekil 3.1 Buğday kabukları

3.1.2 Pirinç kabuğu külü

Bu çalışmada, Trakya bölgesindeki Yetiş Gıda Sanayii ve Ticaret A.Ş.' den alınan pirinç kabuğu külü kullanılmıştır.

3.1.3 Atık kızartma yağı

Elde edilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesini belirlemek amacıyla yapılan deneylerde kullanılan atık yağ laboratuarımızda daha önceki bir çalışmada (Rahmanlar, 2010) biyodizel eldesinde kullanılan kızartma yağıdır. Kullanılan yağın özellikleri Çizelge 3.1' de yer almaktadır. Atık yağın sadece polar madde içeriği yeniden belirlenmiştir.

3.1.4 Kimyasal maddeler

Magnezyum silikat üretimi için analitik saflıkta kullanılan NaOH, $MgSO_4.7H_2O$, $MgCl_2.6H_2O$, HCl, aseton Merck (Darmstad, Almanya) firmasının ürünleridir. ICP analizleri için %40'lık HF (Merck) %65'lik HNO_3 (Merck) ve seyreltme işlemlerinde ultra saf su

kullanılmıştır. Kolon kromatografisi için Silika jel 60 (Fluka, 0.063-0.200mm), dietileter (Merck), hekzan (Merck) kullanılmıştır. İnce tabaka için iyot (Advanced Diagnostic Research, A.D.R.), asetik asit (Merck) kullanılmıştır. Adsorpsiyon deneylerinde Florisil (Supelco, Sigma-Aldrich) kullanılmıştır.

Çizelge 3.1 Kızartma yağının özellikleri ve asit içeriği

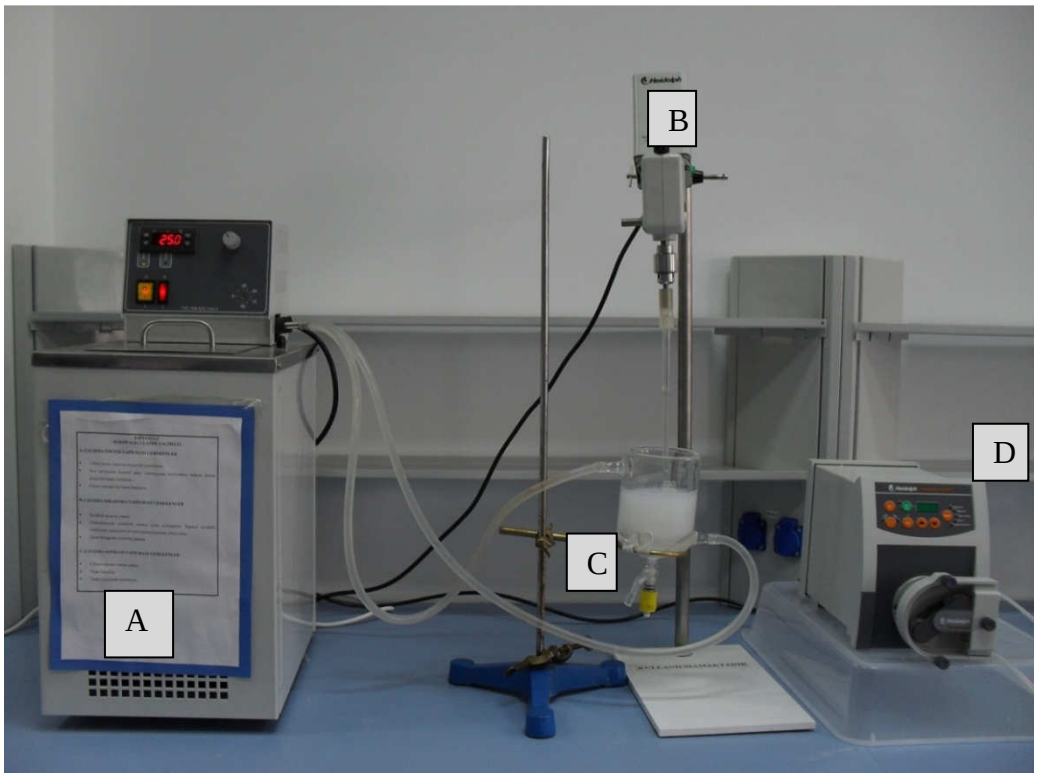
Özellikler	
Serbest Asit Değeri (%ağırlık)	0,46
Polar Madde İçeriği (% ağırlık)	26,0
Polar Olmayan Madde İçeriği (% ağırlık)	74,0
Su İçeriği (%)	0,125
Yağ Asidi İçeriği (%)	
C - 12:0	0,67
C - 14:0	0,54
C - 16:0	10,01
C - 16:1	0,37
C - 18:0	5,68
C - 18:1t	1,31
C - 18:1	30,49
C - 18:2t	0,42
C- 18:2	49,59
C-20:0	0,25
C - 20:1	0,68
Doymuş Yağ Asidi Oranı	*17,15*
Doymamış Yağ Asidi Oranı	82,86
Tekli Doymamışlar	32,85
Çoklu Doymamışlar	50,01
Trans Yağ Asidi	1,73
Yağın Molekül Ağırlığı	875,78

3.2 Deney Düzeneği

Şekil 3.1’ de deneylerde yakma işlemi için kullanılan kül fırını (Protherm, Türkiye), Şekil 3.2’ de magnezyum silikat üretiminin gerçekleştirildiği kriyostat, çift ceketli reaktör ve pompadan oluşan deney düzeneği ise gösterilmektedir.



Şekil 3.2 Yakma deneylerinin yapıldığı kül fırını (Protherm, Türkiye)



Şekil 3.3 Magnezyum silikat üretiminin gerçekleştirildiği deney düzeneği A) Kriyostat (NUMAN SM I, Türkiye) B) Mekanik karıştırıcı (Heildolph R2R1, Almanya) C) Çift Ceketli reaktör (Borucam, Türkiye) D) Peristaltik pompa (Heildolph Pumpdrive 5201, Almanya)

3.3. Üretim Yöntemi

3.3.1 Buğday ve pirinç kabuğundan kül eldesi ve küllerden Na_2SiO_3 çözeltisinin üretimi

Buğday kabuğu sürekli alev veren el tipi bir çakmak ile ön yakma işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem sonucunda kısmi olarak yanmış buğday kabuğu külü elde edilmiştir. Literatürde yer alan çalışmalarda amorf yapıda, silis içeriği yüksek olan küllerin genelde 400°C' den sonra elde edildiği belirtilmektedir (Kamath ve Proctor, 1998). Bu nedenle buğday kabuğu külü 600°C' de 5 saat yakılmıştır. Çeltik fabrikasından temin edilen pirinç kabuğu külü de aynı amaçla 600°C' de 5 saat yakılmıştır.

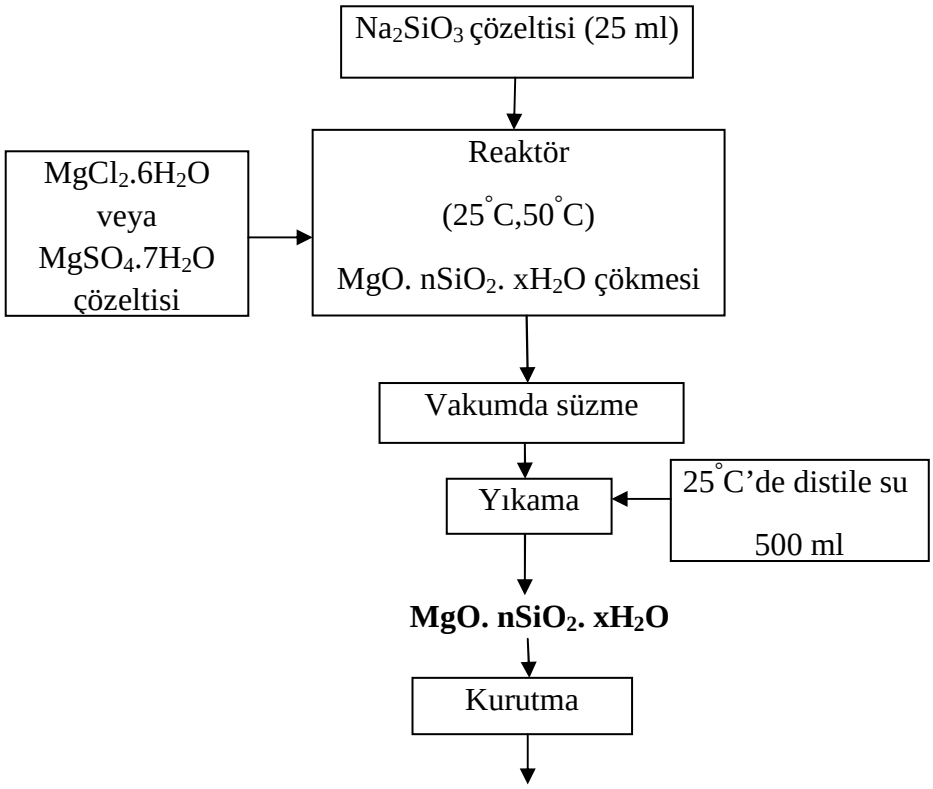
Pirinç ve buğday kabuğu külünden silisin ekstraksiyonu için NaOH çözeltisi kullanılmıştır. Bu amaçla 100 gr pirinç veya buğday kabuğu külüne 600 mL 1 N NaOH çözeltisi ilave edilip, ısıtıcılı bir manyetik karıştırıcı üzerinde karışım 1 saat süre kaynatılarak ekstraksiyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Daha sonra karışım soğumaya bırakılmıştır. Elde edilen karışım adi süzgeç kâğıdı kullanılarak vakum altında nuçede süzülmüştür. Kül daha sonra 50 ml sıcak su ile yıkanmıştır. Bu sayede çözeltiden karbon atığı uzaklaştırılmıştır. Elde edilen silikat çözeltisi kapaklı plastik kaplarda saklanmıştır.

3.3.2 Magnezyum silikat üretimi

Magnezyum silikat üretimi Şekil 3.3' de belirtildiği gibi gerçekleştirilmiştir. Genel olarak magnezyum silikat üretimi reaksiyon aşaması, safsızlıkların giderilmesi amacıyla yıkama aşaması ve oda sıcaklığında kurutma aşaması olmak üzere üç aşamadan oluşmaktadır.

25°C ve 50°C olmak üzere iki farklı sıcaklıkta gerçekleştirilen magnezyum silikat üretiminde, iki farklı magnezyum tuzu kullanılmıştır. Bir üretim için sitokiyometrik oranlarda hesaplanmış $MgCl_2.6H_2O$ veya $MgSO_4.7H_2O$ distile suyla iyice çözüldükten sonra 350 ml' lik reaktöre konmuştur. Daha sonra, $MgCl_2.6H_2O$ veya $MgSO_4.7H_2O$ çözeltisinin üzerine bir pompa yardımıyla besleme hızı 0,6 ml/dak, 35 ml/dak, ve 70 ml/dak olacak şekilde sodyum silikat (Na_2SiO_3) çözeltisi ilave edilmiştir. Reaksiyon sonrasında reaktörden alınan numune vakum altında nuçeden süzülmüştür. Süzgeç kağıdında kalan katı kısım 500 ml saf su ile yıkanmıştır. Deneylerden birinde organik çözücüyle yıkamanın etkisini görmek amacıyla 500 ml suyla yıkamanın ardından 200 ml aseton ile yıkama gerçekleştirilmiştir. Vakum altında nuçede süzülerek elde edilen katı kısım oda sıcaklığında denge neme ulaşıncaya kadar bırakılmıştır.

Ticari magnezyum silikata alternatif olarak kullanılabilecek, magnezyum silikatın üretilmesi amacıyla bazı parametrelerin etkisi incelemiştir. Deneysel çalışmada incelenen parametreler besleme hızı (0,6 ml/dak, 35 ml/dak, 70 ml/dak), sıcaklık (25°C, 50°C) ve ürünün farklı çözücülerle(su ve aseton) yıkanmasıdır. Üretilen numunelerin elementel madde analizi, tane boyutu analizi (Laser diffraction particle size analyzer, Malvern 2000, İngiltere), BET (Costech Kelvin 1042 Sorptometer, İtalya) yüzey alanı analizleri yapılmış ve SEM (JEOL JSM 5410 LV, Japonya) , X'Pert PRO PANalytical (Hollanda) cihazı ile X-Işını Difraksiyon spektroskopisi (XRD) görüntüleri belirlenmiştir.



Şekil 3.4 Magnezyum silikat üretimi akım şeması

3.3.3 Üretilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesinin belirlenmesi

Magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitelerinin belirlenmesi için atık kızartma yağı kullanılmıştır. Magnezyum silikatların, polar madde adsorpsiyon kapasitelerini belirlemek amacıyla kızartma yağlarının adsorpsiyon öncesi ve sonrası polar madde içeriğindeki değişim kolon kromatografi yöntemiyle saptanmıştır.

Bu deneyler için, % 20 (v/v)' lik yağ-hekzan çözeltisi hazırlanmıştır. Hazırlanan bu çözeltiden 50'şer ml bir erlene alınarak içersine 1 gram magnezyum silikat ilave edilmiştir. Erlenin ağzı kapatılarak 500 rpm hızda, ortam sıcaklığında 30 dakika süre ile karıştırılmıştır.

Magnezyum silikat eklenmeyen şahitte aynı işlemlere tabi tutulmuştur. Çalkalama işlemleri sonunda, karışımlar önce adi süzgeç kağıdından daha sonra da por çapı 2-4 µm olan süzgeç kağıdından süzülmüştür. Hekzan, döner buharlaştırıcılı evaporatörde uzaklaştırılmıştır. Elde edilen yağların kolon kromatografileri yapılarak polar madde içeriği belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasiteleri karşılaştırılmıştır.

Polar madde için adsorpsiyon kapasitesi formülü denklem 3.1' de verilmektedir.

$$AK = \frac{\text{Adsorpsiyon öncesi PMM} - \text{adsorpsiyon sonrası PMM (mg)}}{\text{1 g adsorban}} \quad (3.1)$$

AK: Adsorpsiyon Kapasitesi

PMM: Polar Madde Miktarı

3.4 Analiz Yöntemleri

3.4.1 Buğday kabuğunun yüzey özelliklerinin belirlenmesi

Buğday kabuğunun yüzey özelliklerini belirlemek amacıyla taramalı elektron mikroskopu olan SEM (CamScan, Oxford Instruments, Fransa) kullanılmıştır. Böylece, buğday kabuğunun yüzey görüntüsü elde edilmiştir.

3.4.2 Buğday kabuğunun nem içeriğinin belirlenmesi

Buğday kabuklarının nem içeriğini belirlemek için buğday kabukları sabit tartıma gelinceye kadar 110°C' de kurutulmuştur.

$$\% \text{ Nem} = \frac{\text{kurutmadan sonraki ağırlık} - \text{krozenin darası}}{\text{orijinal numune ağırlığı}} x100 \quad (3.3)$$

formülü ile hesaplanmıştır.

3.4.3 Buğday kabuğunun kül içeriğinin belirlenmesi

10 gram buğday kabuğu seramik krozeye alınarak 550°C' de 12 saat boyunca yakılmış, sıcaklık 250°C' ye düşene kadar beklenilmiştir. Kapak yavaşça açılarak alınan numuneler desikatörde soğumaya bırakılmıştır (Nielsen, 1998).

Kül içeriği aşağıdaki formülle hesaplanmıştır:

$$\% \text{ Kül içeriği} = \frac{\text{kül eldesinden sonraki ağırlık} - \text{krozenin darası}}{\text{orijinal numunexkuru madde katsayısı}} x100 \quad (3.4)$$

3.4.4 Buğday kabuğu külünün yüzey ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi

Buğday kabuğu külünün yüzey özelliklerini belirlemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu olan SEM (JEOL JSM 5410 LV, Japonya; CamScan- Oxford Instruments, Fransa) kullanılmıştır. Böylece buğday kabuğu külünün yüzey görüntüsü elde edilmiştir.

Buğday kabuğu külünün kimyasal özelliklerini belirlemek amacıyla ise ICP (Perkin Elmer Optical Emission Spectrometer Optima 2100 DV, Amerika), FTIR (SHIMADZU, IR Prestige 21, Amerika) ve XRD (X'Pert PRO PANalytical, Hollanda) cihazları kullanılmıştır. FTIR (SHIMADZU, IR Prestige 21, Amerika) analizleri sonucunda buğday kabuğu külünün yapısında bulunan fonksiyonel gruplar hakkında fikir sahibi olunmuştur.

Buğday kabuğu küllerinin kimyasal analizini yapabilmek amacıyla mikrodalgada (BERGHOF, Speed wave^{TM} MWS-3, Almanya) çözümlendirme yöntemi uygulandıktan sonra ICP analizleri sonucunda külün % element bileşimi elde edilmiştir. Bunun için 0,05 gr buğday kabuğu külü teflon kaba alınarak, üzerine 7 ml % 65'lik HNO_3 ve 2 ml % 40' lık HF eklenerek mikrodalgada çözümlendirme işlemi gerçekleştirilmiştir. Başka bir kaba aynı miktarda HNO_3 ve HF eklenerek şahit çözelti hazırlanmış ve aynı işleme tabi tutulmuştur. Çözündürülen numuneler ultra saf su ile seyreltilip ICP (Perkin Elmer Optical Emission Spectrometer Optima 2100 DV, Amerika) cihazında ölçümler alınarak külün kimyasal bileşimi elde edilmiştir.

Elde edilen analiz sonuçları kullanılarak elementin numunedeki ağırlıkça yüzdesi aşağıdaki formülle hesaplanmıştır:

$$\%\ \text{Element}=\frac{\text{analiz sonucu(ppm) x çözelti hacmi(lt)}}{\text{numune miktarı(mg)}}\text{x}100 \qquad (3.5)$$

Farklı sıcaklıklarda (400-1000°C) yakılan buğday kabuğu küllerinin SiO_2, MgO, Na_2O, CaO, Fe_2O_3, Cr_2O_3 ve K_2O yüzdeleri olarak tanımlanması için elementin numunedeki ağırlıkça yüzde içeriği kullanılarak sitokiyometrik hesaplama yapılmıştır.

400-1000°C' de yakılan buğday kabuğu küllerinin XRD (X'Pert PRO PANalytical, Hollanda) analizleri sonucunda farklı yapısal formların(amorf, kristobalit) hangi sıcaklıkta oluştuğu tespit edilmiştir.

3.4.5 Pirinç kabuğu külünün yüzey ve kimyasal özelliklerinin belirlenmesi

Pirinç kabuğu külünün yüzey özelliklerini belirlemek amacıyla taramalı elektron mikroskobu olan SEM (JEOL JSM 5410 LV, Japonya) kullanılırken, kimyasal özelliklerini belirlemek amacıyla FTIR (SHIMADZU, IR Prestige 21, Amerika) analizi yapılmıştır. Böylece pirinç

kabuğu külünün SEM ile yüzey görüntüsü elde edilirken, FTIR analizi sonucunda külün yapısındaki fonksiyonel gruplar saptanmıştır.

3.4.6 Na_2SiO_3 çözeltisinin silis içeriğinin belirlenmesi

25 ml sodyum silikat çözeltisi bir behere alınarak 6 N' lik HCI ile jelleşme görülüp pH 7 olana dek titrasyon işlemi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen jelde silisik asit çökmüş olarak bulunmaktadır. Jel vakumda süzülerek 2 kez 100 ml saf su ile yıkanmıştır. Daha sonra süzgeç kağıdında kalan katı kısım 110°C' de 12 saat kurutularak tartılmıştır (Kamath ve Proctor, 1998).

$$Na_2O.nSiO_2+2HCl \longrightarrow nSiO_2.H_2O+2NaCl \quad (3.6)$$

Yapılan deneyler sonucunda buğday kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisinin ortalama 1.67 gram silisik asit ($SiO_2.H_2O$) içerdiği saptanmıştır. Buna göre Na_2SiO_3 çözeltisinin SiO_2 içeriği % 2.44 olarak hesaplanmıştır.

Aynı işlem tekrarlanarak pirinç kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisinin ortalama 1.82 gram silisik asit ($SiO_2.H_2O$) içerdiği saptanmıştır. Buna göre Na_2SiO_3 çözeltisinin SiO_2 içeriği % 2.67 olarak hesaplanmıştır.

3.4.7 Elde edilen silisik asitlerin karakterizasyonu

Buğday kabuğu külünden ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltilerinden bölüm 3.4.7 anlatılan yöntemle elde edilen silisik asitlerin karşılaştırılabilmesi için FTIR (SHIMADZU, IR Prestige 21, Amerika) görüntüleri alınmıştır.

3.4.8 Reaksiyona girecek $MgCl_2.6H_2O$ ve $MgSO_4.7H_2O$ miktarlarının belirlenmesi

Reaksiyonda kullanılacak $MgCl_2.6H_2O$ ve $MgSO_4.7H_2O$ miktarları 3.7 ve 3.9 reaksiyonlarından faydalanılarak 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi için hesaplanmıştır. Reaktanlarda 1:1 mol oranı kullanılmıştır.

Buğday kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi için kullanılacak magnezyum klorür hekzahidrat miktarı:

$$Na_2SiO_3\,(çöz.)+ MgCl_2.6H_2O(çöz.) \longrightarrow MgO.nSiO_2.xH_2O(k)+2NaCl(çöz.) \quad (3.7)$$

$M_{Na2SiO3}$ =122 gr

M $_{MgCl2.6H2O}$ =202 gr

$$\text{Silisik asitin molü} = \frac{\text{Sodyum silikat çözeltisindeki silisik asit miktarı}}{\text{SiO2.xH2O'nin molekül ağırlığı}} \quad (3.8)$$

$nSiO_2.xH_2O = \frac{1.67gr}{78\ gr}$ = 0,021 mol

$nSiO_2.xH_2O = nNa_2SiO_3 = nMgCl_2.6H_2O$ =0,021 mol

m $MgCl_2.6H_2O$ =0,021 molx202 gr=4,242 gr

Buğday kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi için kullanılacak magnezyum sülfat heptahidrat miktarı:

Na_2SiO_3 (çöz.)+ $MgSO_4.7H_2O$ (çöz.) ⟶ $MgO.nSiO_2.xH_2O$(k)+ $Na_2\ SO_4$ (çöz.) (3.9)

M $_{MgSO4.7H2O}$ =246 gr

$nSiO_2.xH_2O = nNa_2SiO_3 = n\ MgSO_4.7H_2O$ =0,021 mol

m $MgSO_4.7H_2O$ =0,021 molx246 gr=5,166 gr

Pirinç kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi için kullanılacak magnezyum klorür hekzahidrat miktarı:

$nSiO_2.xH_2O = \frac{1.82\ gr}{78\ gr}$ = 0,023 mol

$nSiO_2.xH_2O = nNa_2SiO_3 = nMgCl_2.6H_2O$ =0,023 mol

m $MgCl_2.6H_2O$ = 0,023 molx202 gr = 4,713 gr

Pirinç kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi için kullanılacak magnezyum sülfat heptahidrat miktarı:

$nSiO_2.xH_2O = nNa_2SiO_3 = n\ MgSO_4.7H_2O$ = 0,023 mol

m $MgSO_4.7H_2O$ = 0,023 molx246 gr = 5,658 gr

3.4.9 Magnezyum tuzunu çözmek ve oluşan Na_2SO_4 ve NaCl çökmesini engellemek için kullanılacak su miktarının belirlenmesi

Sodyum silikat çözeltisinin magnezyum sülfat tuzu çözeltisiyle reaksiyonu sonucunda ortamda sodyum sülfat oluşmaktadır. Bu safsızlığın katı olarak çökmesini önlemek gerekmektedir. Çünkü sodyum sülfat çökerse ürünün yanında safsızlık olarak bulunur ve magnezyum silikatın porlarını tıkar. Şekil 3.4'te verilen sodyum sülfatın sıcaklıkla değişim

grafiğinden yararlanılarak reaksiyon ortamında bulunması gereken en az su miktarı reaksiyon sıcaklığındaki sodyum sülfat çözünürlüğünden yararlanılarak hesaplanmalıdır.

Magnezyum tuzunu çözmek ve oluşacak sodyum sülfatın çökmesini engellemek amacıyla kullanılacak olan su miktarları reaksiyonlarda 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi kullanıldığı için buna göre hesaplanmıştır.

(3.9) reaksiyonuna göre, SO_4 üzerinden kütle dengesi kurulduğunda:

m SO_4 = (M_{SO4} x Reaksiyona giren $MgSO_4.7H_2O$) / $M_{MgSO4.7H2O}$ (3.10)

m SO_4 = $\frac{96x5.166}{246}$ = 2,016 gr

Reaksiyonda oluşan Na_2SO_4 miktarı = m Na_2SO_4 = $\frac{(142x2.016)}{96}$ = 2,982 gr

(3.9) reaksiyonuna göre H_2O üzerinden kütle dengesi kurulduğunda:

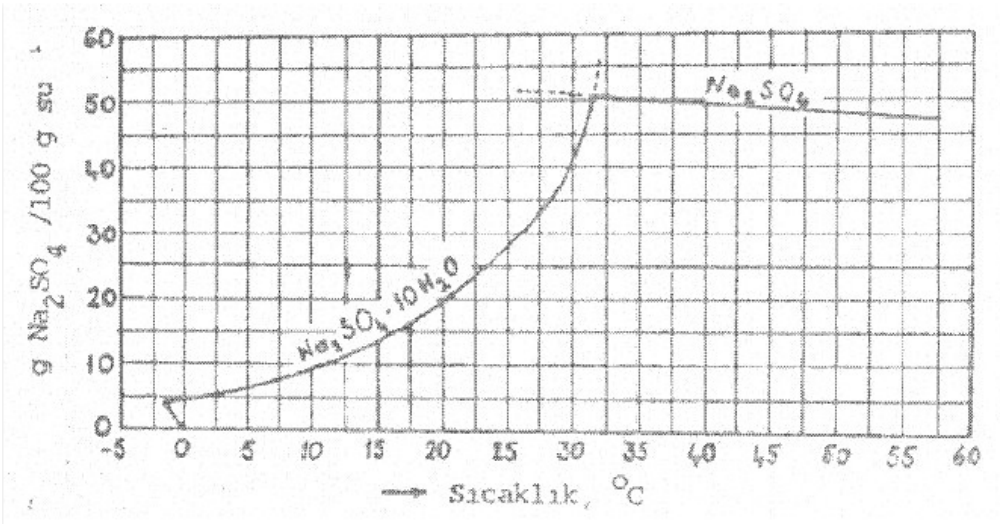
Reaksiyona giren H_2O = Reaksiyondan çıkan H_2O

Na_2SiO_3 çözeltisindeki % su konsantrasyonu % 90, çözme suyu miktarı 75 ml olarak kabul edilmiştir.

m H_2O = $MgSO_4.7H_2O$'dan gelen su + Na_2SiO_3 çözeltisindeki su+çözme suyu (3.11)

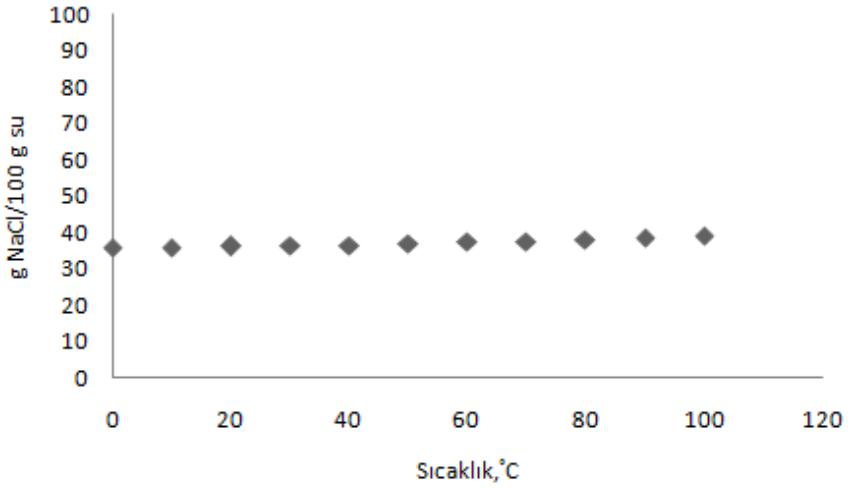
m H_2O =$\left(\frac{126x4.242}{246}\right)$+ (25x0.9)+75 = 99,672 gr

% çözelti doygunluğu = $\frac{2.982\ \text{grNa2SO4}}{99.672\ gr\text{H2O}+2.982\ \text{grNa2SO4}}$ x 100= % 2,90



Şekil 3.5 Na_2SO_4'ün sudaki çözünürlüğü (Varol, 2006)

25°C' de Na_2SO_4'ün sudaki çözünürlüğü yaklaşık 28 gr/100 gr olduğu için % 2,90 doygunlukta çökme gözlemlenemez. 50°C' de ise Na_2SO_4'ün sudaki çözünürlüğü daha yüksek olduğundan aynı durum söz konusudur.



Şekil 3.6 NaCl' in sudaki çözünürlüğü [13]

NaCl' in sudaki çözünürlüğünün sıcaklıkla pek fazla değişmediği Şekil 3.6' da gözükmektedir. 25°C' de NaCl' in sudaki çözünürlüğü yaklaşık 36 gr/100 gr ve 50°C' de ise 36,8 gr/100 gr olduğu için bu sıcaklıklarda çökme gözlemlenemez.

Buna göre, magnezyum silikat üretimlerinde buğday kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi, 4,242 gr $MgCl_2.6H_2O$ veya 5,166 gr $MgSO_4.7H_2O$ ve 75 ml çözme suyu

kullanılacaktır. Pirinç kabuğu külünden elde edilen 25 ml Na_2SiO_3 çözeltisi, 4,713 gr $MgCl_2.6H_2O$ veya 5, 658 gr $MgSO_4.7H_2O$ ve 75 ml çözme suyu kullanılacaktır.

3.4.10 Elde edilen magnezyum silikatın yüzey özellikleri

Üretilen magnezyum silikatın yüzey özelliklerini saptamak amacıyla SEM (JEOL JSM 5410 LV, Japonya) görüntüleri ve BET (Costech 1042 Sorptometer, İtalya) ölçümleri alınmıştır.

3.4.11 Elde edilen magnezyum silikatın kimyasal özellikleri

Üretilen magnezyum silikatın SiO_2 içeriğini belirlemek amacıyla yaş analiz yöntemi uygulanmıştır. Bu amaçla 105°C etüvde kurutulmuş numuneden 1 gr hassas olarak tartılarak platin krozeye alınmıştır. Krozenin içine 5 katı kadar Na_2CO_3 (susuz) ilave edilip, beg alevinde ergitilmiştir. Kızıllığa ulaşınca, 20 dakika daha ısıtmaya devam edilmiştir. Kroze içindekiler 400 ml beher içine su yardımıyla alınmıştır. Kullanılan su miktarı 150 ml olup, krozenin içi iyice yıkanmıştır. 1/1 HCl' den 35 ml behere ilave edilip, beherin ağzı saat camıyla kapatılarak kaynatılmıştır. Sonra saat camı saf su ile yıkanıp, beherin içindekiler kuruluğa kadar uçurulmuştur. Soğutulup HCl' den 10 ml daha ilave edilip 5 dakika bekletilip 100 ml saf su ilave edilerek 10 dakika kaynatılmıştır. Çözelti mavi bant süzgeç kağıdından süzülmüştür. Ilık su ile süzgeç kağıdı yıkanmıştır. Süzüntüye geçmiş olan silisin geri kazanılması için beherdeki çözelti kuruluğa kadar uçurulmuştur. Yukarıdaki işlem tekrarlanarak süzgeç kağıdı ile süzülmüştür. Her iki süzgeç kağıdındaki çökelek sabit tartıma gelmiş platin kroze içine yerleştirilmiş ve 950°C fırında yakılmıştır. Desikatörde soğutularak tartım alınmış ve buna I.Tartım olarak kabul edilmiştir.

Platin kroze içine 1/1 H_2SO_4 çözeltisinden 2 damla damlatılıp, kroze hacminin 3/4 kadarı HF asidi ilave edilerek, kuruluğa kadar ısıtıcı plaka üzerinde uçurulmuştur. Bu işlem birkaç kez tekrarlandıktan sonra son kez 950°C fırında ısıtılarak desikatörde soğutulmuştur. Bu işlemden sonra alınan tartım II. tartımdır.

$$\%SiO_2 = \frac{(\text{I.Tartım}) - (\text{II.Tartım})}{\text{Numune Tartımı}} x100 \qquad (3.12)$$

Platin içindeki çökelek $K_2S_2O_7$ ile beg alevinde eritilip bir beher içine alınmıştır. Saf su ile çözündürülmüştür. Şayet çözünme tam olmadıysa HNO_3 ilave edilerek ısıtılmıştır. Bu çözelti daha önce balon jojeye kral suyu ile alınmış çözelti içine ilave edilmiştir. Balon joje saf su ile 250 ml' ye tamamlanarak element analizleri atomik absorpsiyon yöntemiyle okunmuştur (Sevinç, 2003).

Bu analiz sonucundan elde edilen verilere göre elementin çözeltideki ağırlıkça yüzdesini hesaplamak için

$$\%\text{Element}=\frac{\text{analiz sonucu(ppm) x çözelti hacmi(lt)}}{\text{numune miktarı(mg)}}\text{x}100 \qquad (3.13)$$

formülü kullanılmıştır.

Elementin numunedeki ağırlıkça yüzde içeriği kullanılarak üretilen magnezyum silikat numunelerinin SiO_2, MgO, Na_2O, CaO, Fe_2O_3 ve K_2O yüzdeleri hesaplanmıştır.

3.4.12 Elde edilen magnezyum silikatların XRD analizi

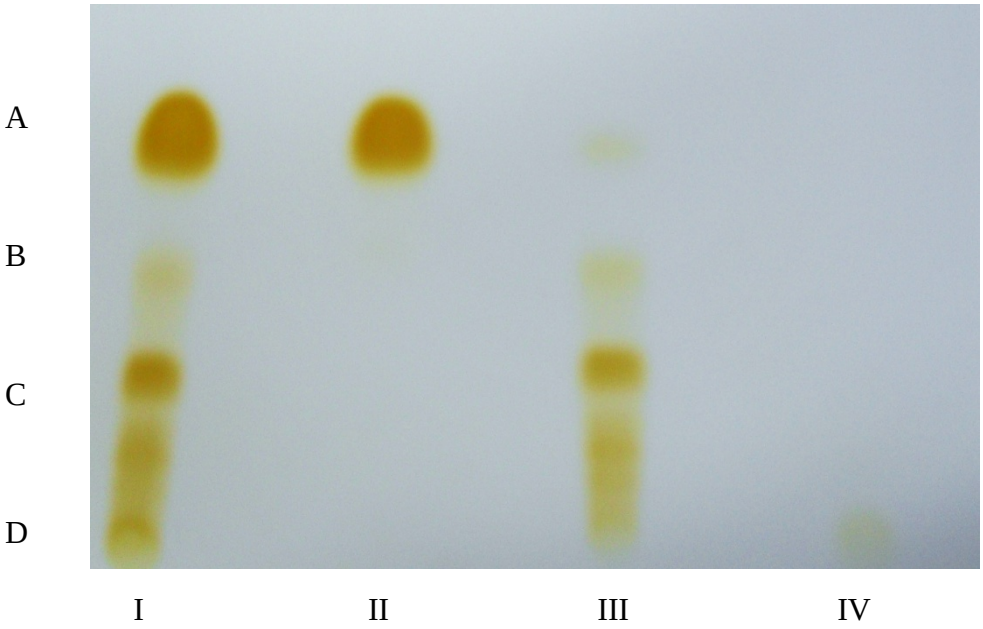
Üretilen magnezyum silikatların yapısal formlarını görmek amacıyla XRD (X'Pert PRO PANalytical, Hollanda) görüntüleri alınmıştır.

3.4.13 Elde edilen magnezyum silikatların tane boyutu analizi

Farklı üretim koşullarının üretilen magnezyum silikat numunelerinin tane boyutu dağılımına olan etkilerinin incelenmesi amacıyla Laser diffraction particle size analyzer, Malvern 2000 (İngiltere) cihazı kullanılmıştır.

3.4.14 Kolon kromatografi yöntemi ile polar madde içeriği tayini

Kromatografı kolonunu doldurmak amacıyla 1,0 mm partikül büyüklüğündeki silikajelden (Fluka) 25 g tartılarak, hekzan ile karıştırılmış ve 18 mm iç çapındaki kolona boşaltılmıştır. Magnezyum silikat adsorpsiyonu öncesi ve sonrasında elde edilen kızartma yağının polar madde içeriği kolon kromatografi yöntemi ile saptanmıştır. Bu amaçla, atık kızartma yağlarından 2,5 gr numune alınmıştır. Öncelikle alınan 2,5 gr' lık bir numune kolon çözeltisinde (87:13, hekzan: dietil eter karışımı,(v/v)) çözülerek kolona beslenmiştir. Kolondan çözücü olarak sırasıyla 87:13, 50:50, hekzan: dietil eter karışımı ve daha sonrada sadece eter geçirilmiştir. Kolonun çıkış musluğunun hızı yaklaşık 2 ml/dakikadır ve numuneler 50'şer ml' lik fraksiyonlar halinde toplanmıştır. Daha sonra bu fraksiyonlar ince yüzey kromatografisinde incelenerek polar olan ve olmayan fraksiyonları saptanmıştır. Son aşamada ise bu fraksiyonlar birleştirilerek çözücüsü giderilmiştir. Böylece, adsorpsiyon sonrası kızartma yağının polar ve polar olmayan miktarları belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlara göre magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasiteleri karşılaştırılmıştır. Şekil 3.6' da kolondan çekilen fraksiyonların incelendiği bir ince yüzey kromatogramının fotoğrafı örnek olarak verilmiştir.



Şekil 3.7 Kolon kromatografisi ile ayrılan fraksiyonların İncelendiği bir ince yüzey kromatografi çalışması (I: Standart karışım, II,III ,IV: Kolondan çekilen fraksiyonlar A: Trigliserit B:Serbest Yağ Asidi C:Digliserit D: Monogliserid)

3.4.15 İnce tabaka kromatografisi ile kızartma yağının kalitatif bileşiminin incelenmesi

Kızartma yağının polar madde içeriğinin kalitatif olarak incelemesi amacıyla ince yüzey kromatografısi yöntemi kullanılmıştır. İnce yüzey kromatografisi için hazır kromatografi kağıtları (Macherey Nagel) kullanılmıştır. Çözücü sistemi olarak hekzan: di etil eter: asetik asit (70:30:2, hacmen) karışımı kullanılmıştır. Ticari ve üretilen magnezyum silikatlar kullanılarak adsorpsiyon işlemi gerçekleştirilen yağlardan 0,1gr alınarak 10 ml hekzanda çözülmüştür. Fazlardan alınan 3 µL miktarındaki örnekler, kağıtlara otomatik pipetlerle (Eppendorf) enjekte edilmiştir. Enjeksiyon sonrasında plâkalar çözücü tankında belli bir süre bekletilmiş, daha sonra ortam sıcaklığında 1-2 dakika tutularak çözücünün uzaklaşması sağlandıktan sonra iyot tankına alınmıştır. Lekelerin görünür hale gelmesi iyot buharları ile sağlanmıştır (Stahl, 1965).

4. DENEYSEL BULGULAR VE TARTIŞMA

4.1 Buğday Kabuklarının Karakterizasyonu

4.1.1Buğday kabuğunun nem içeriği

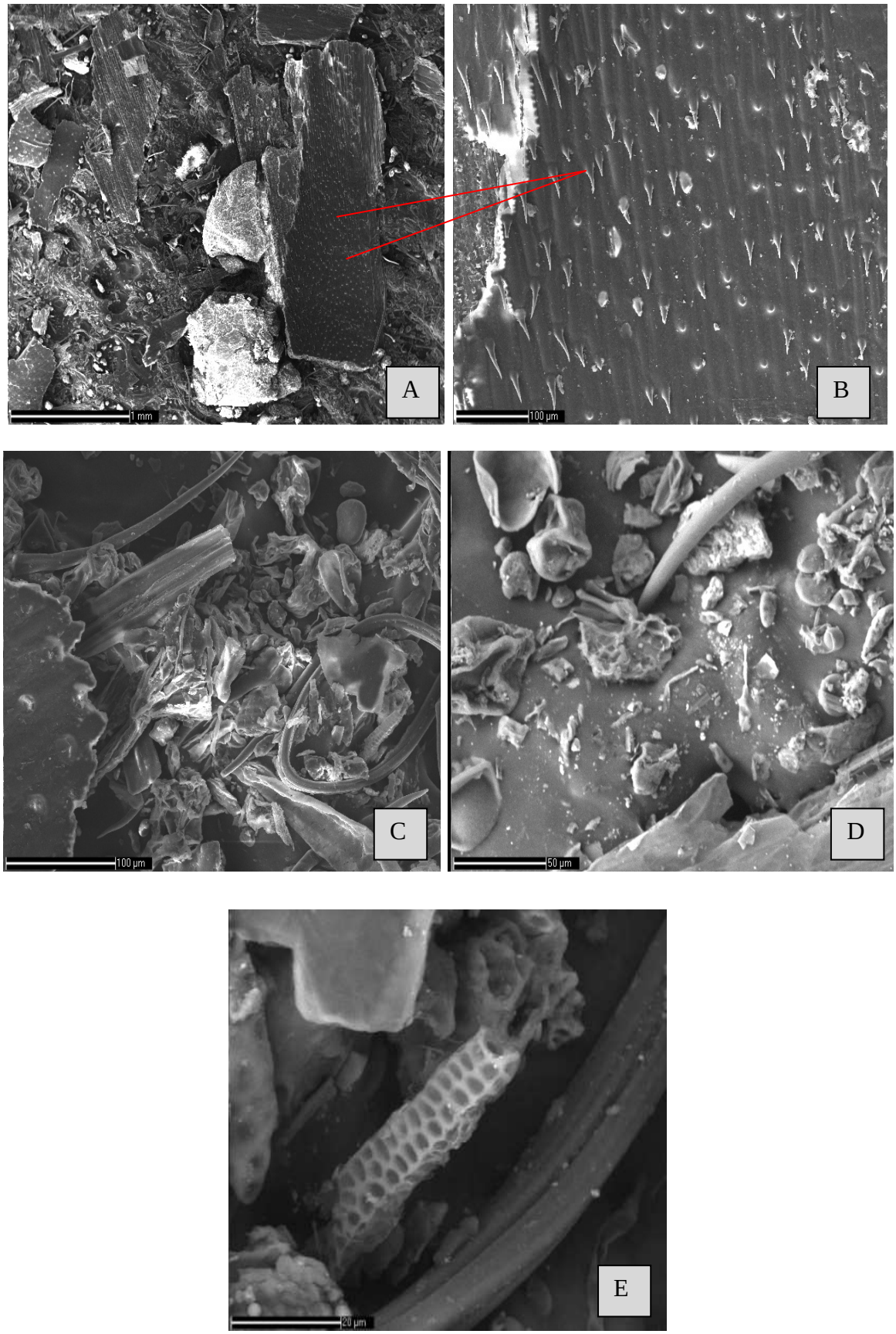
Denklem 3.3’ e göre hesaplanarak buğday kabuğunun nem içeriği % 7,7 bulunmuştur. Nem içeriği % 7,7 olan buğday kabuğunun kuru madde katsayısı 0,77’ dir.

4.1.2 Buğday kabuğunun kül içeriği

Buğday kabuğunun kül içeriği denklem 3.4’ e göre hesaplanarak % 9,95 olarak bulunmuştur.

4.1.3 Buğday kabuklarının SEM görüntüleri

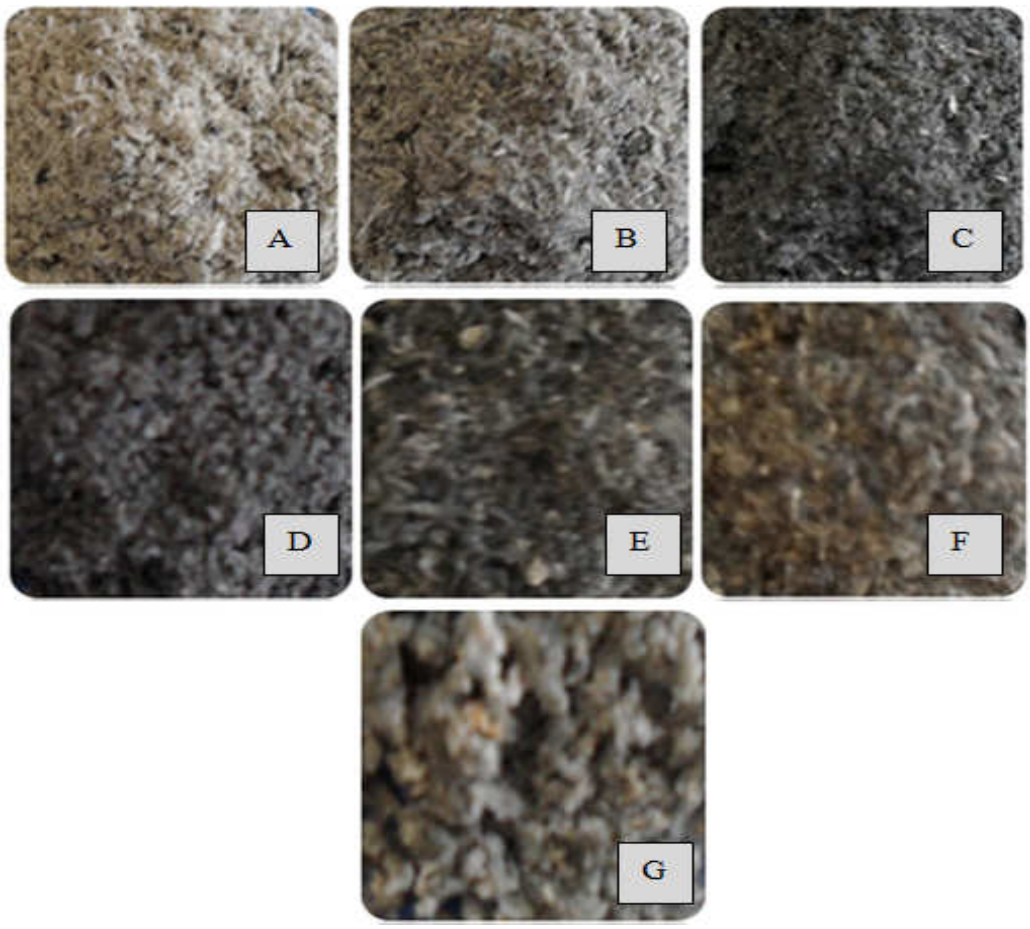
Şekil 4.1’ de buğday kabuğunun SEM (32 x -1500x) mikroyapı görüntüsü gösterilmektedir. Buğday kabuğu liflerinin bir kısmı köşeli yuvarlak şekle sahipken bir kısmı ise uzundur. Şekil 4.1 C’ de Şekil 4.1 A’ daki bir kesite 200x büyütmeyle bakıldığında düz kısmın yüzeyinde çoğunlukla sarkıt yapılar ve dağınık dairesel kısımlar gözlemlenmektedir. SEM cihazının yarı kantitatif sonuçlarına bakıldığında sarkıt kısımlarda dağınık dairesel kısımlara göre daha çok K ve Si elementi bulunduğu söylenebilir. Şekil 4.1 E’ de ise mısır koçanı şeklinde bir yapı görülmektedir. Pirinç kabuğunun yapısındaki amorf halde bulunan silisin dış kabuktaki tümsekliklerde yer aldığı bilinmektedir. Şekil 4.1 E’ de de buna benzer bir görüntü bulunduğu için bu yapıda silisin yoğun olduğu düşünülmektedir. Ayrıca mısır koçanı yapısının yanında da lifli yapı görülmektedir.



Şekil 4.1 Buğday kabuğunun SEM görüntüsü A)32x B)200 x C)300x D)500x E)1500x büyütme

4.2 Buğday ve Pirinç Kabuğu Külünün Karakterizasyonu

4.2.1 Farklı sıcaklıklarda 5 saat yanmış buğday kabuğu küllerinin görüntüleri



Şekil 4.2 Farklı sıcaklıklarda 5 saat süreyle yakılmış buğday kabuğu küllerinin fotoğrafları

A)400°C B)500°C C)600°C D)700°C E)800°C F)900°C G)1000°C

Şekil 4.2’ de gösterilmekte olan 400°C ve 500°C’ de yanmış buğday kabuğu külünün rengi açıkken, 600 - 800°C’ de renk koyulaşmakta, çok daha yüksek sıcaklıklar olan 900°C ve 1000°C’ de ise renk giderek açılmaktadır.

4.2.2 Buğday kabuğu küllerinin ICP analizi

Farklı sıcaklıklarda 5 saat süreyle yakılmış buğday kabuğu küllerinin kimyasal bileşimi Çizelge 4.1’ de gösterilmektedir. Sıcaklık arttıkça buğday kabuğu külündeki silis miktarında artış olduğu saptanmıştır. 1000°C’ de silis içeriği en yüksek olmasına rağmen çalışma sıcaklığı olarak 600 °C olarak seçilmiştir. Çünkü XRD sonuçlarına ve literatürdeki çalışmalara bakıldığında 600°C’ den sonraki sıcaklıklarda silis kristobalit forma dönüşmektedir. Halbuki amorf yapıdaki silikayı düşük enerji metoduyla ekstrakte etmek daha kolaydır (Thuadaij ve

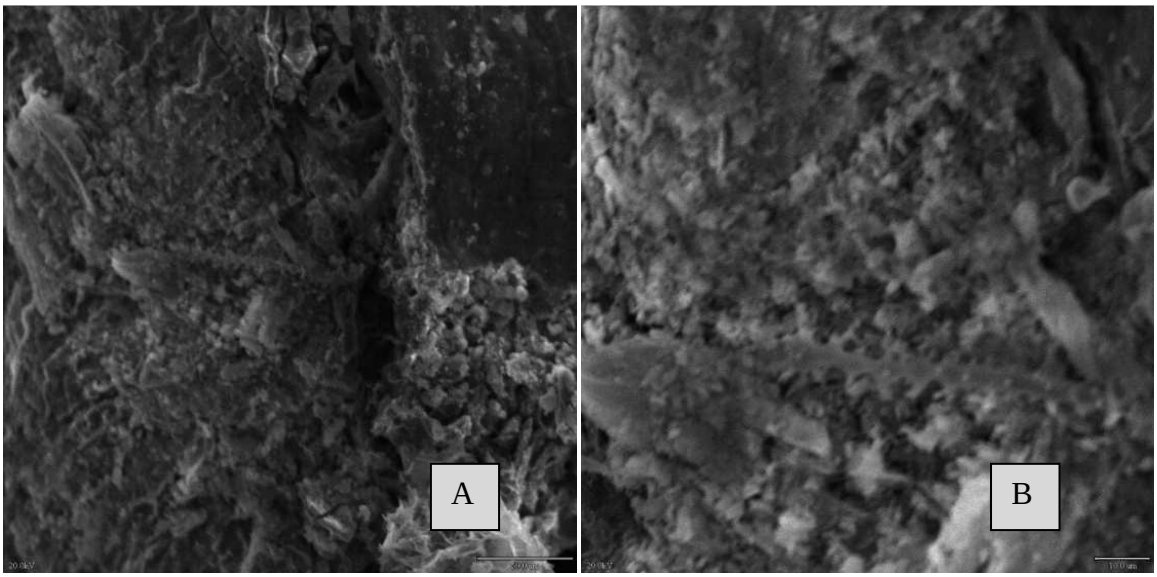
Nuntiya, 2008) ve kül amorf yapıdayken insan sağlığı için tehlikesizken kristal halde silisyum dioksit içerdiği zaman daha az reaktif olduğu için insan sağlığı için zararlı kabul edilir (Ferrero, 2010).

Çizelge 4.1 Farklı sıcaklıklarda yanmış buğday kabuğu küllerinin kimyasal bileşimi

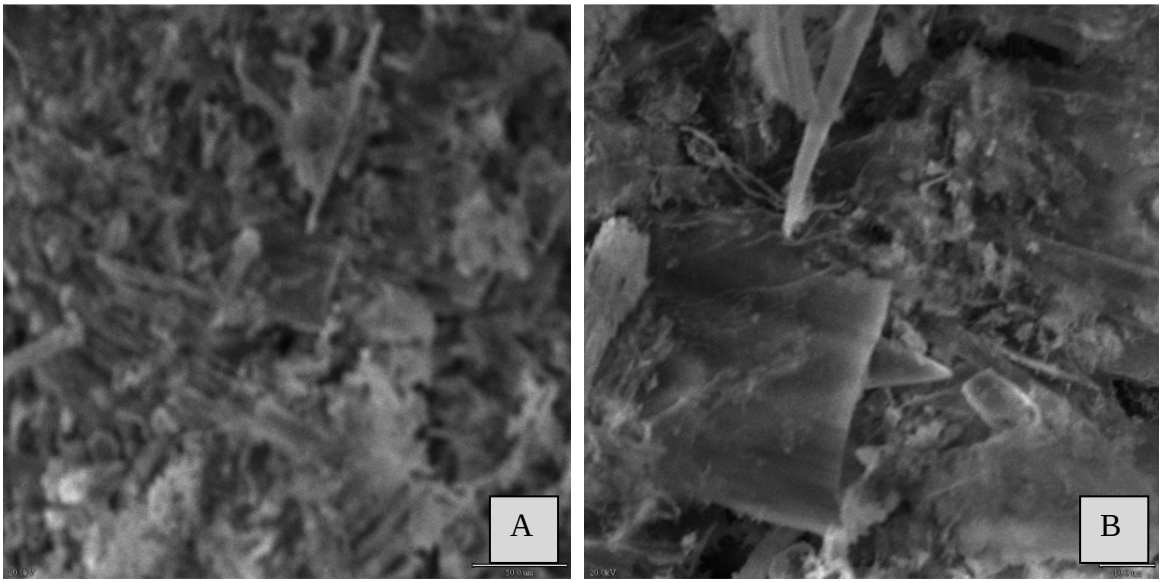
	400°C	**500°C**	**600°C**	**700°C**	**800°C**	**900°C**	**1000°C**
SiO_2(%)	38,36	37,72	43,22	49,17	58,15	58,86	58,75
K_2O(%)	10,81	12,88	11,30	11,27	11,86	11,12	12,50
MgO(%)	0,77	1,14	0,99	0,95	1,37	0,76	1,45
CaO(%)	4,08	6,42	5,46	5,46	7,24	4,61	6,14
Fe_2O_3(%)	0,76	1,06	0,84	0,86	1,00	1,00	1,08
Na_2O(%)	0,12	0,17	0,16	0,27	0,72	0,40	0,62
MnO_2(%)	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03
Cr_2O_3(%)	0,0003	0,0004	0,0004	0,0003	0,0005	0,0004	0,0005

4.2.3 Buğday kabuğu küllerinin SEM görüntüleri

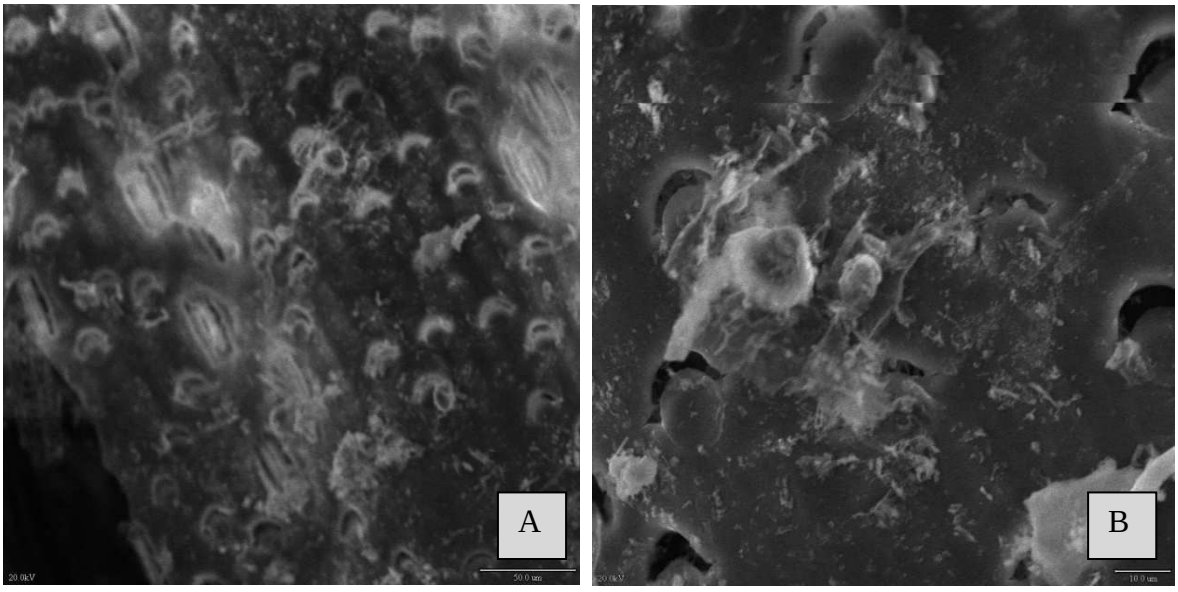
400°C**,** 500°C, 600°C, 700°C, 800°C ve 1000°C yanma sıcaklığında 5 saat süreyle yakılmış olan buğday kabuğu külü numunelerinin SEM mikroyapı görüntüleri alınmıştır. Şekil 4.3-4.9'da 350, 1000 kez olacak şekilde farklı büyütme oranları kullanılarak alınan SEM mikroyapı görüntüleri görülmektedir.



Şekil 4.3 400°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B) 1000x büyütme

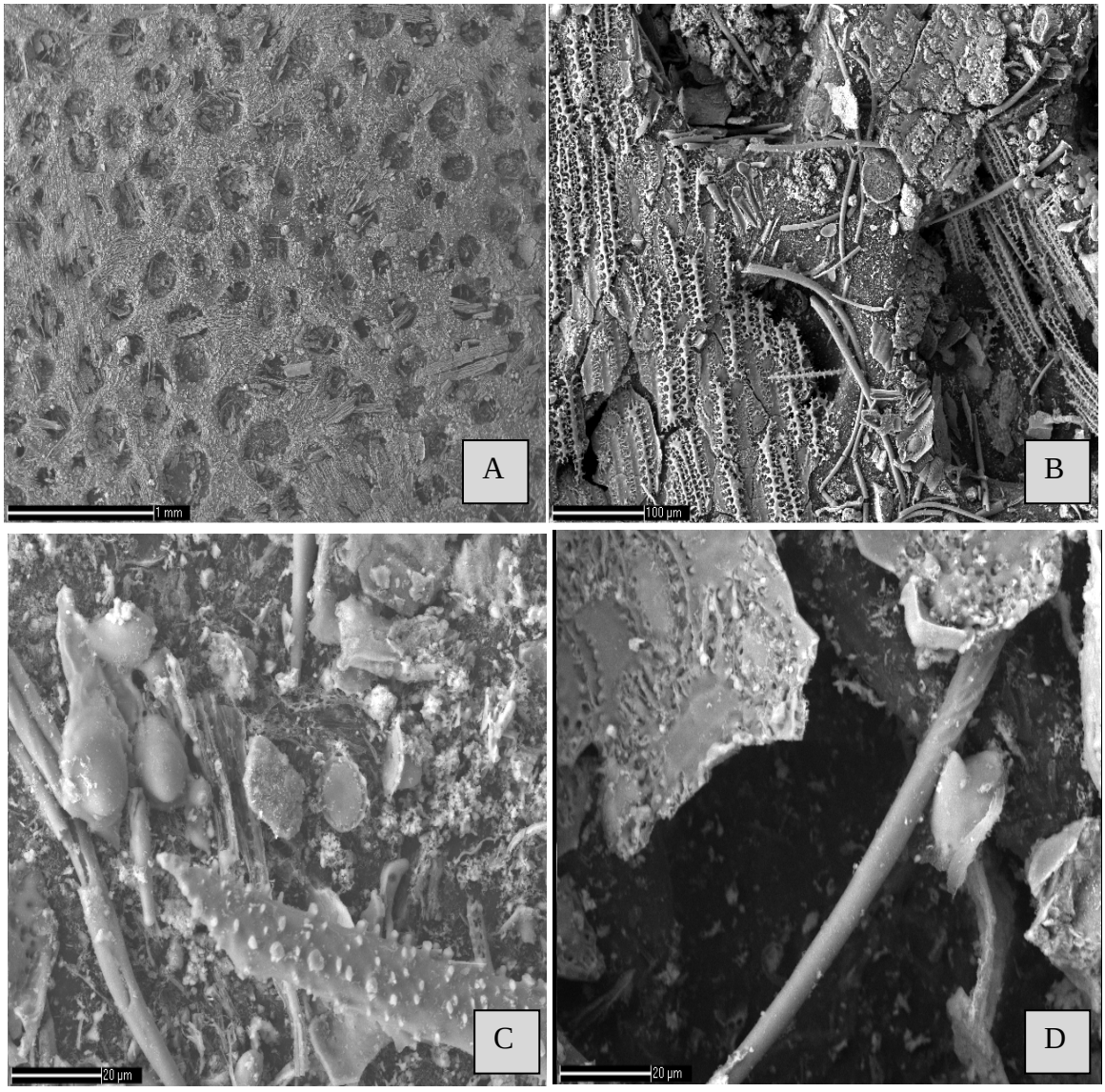


Şekil 4.4 500°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B) 1000x büyütme

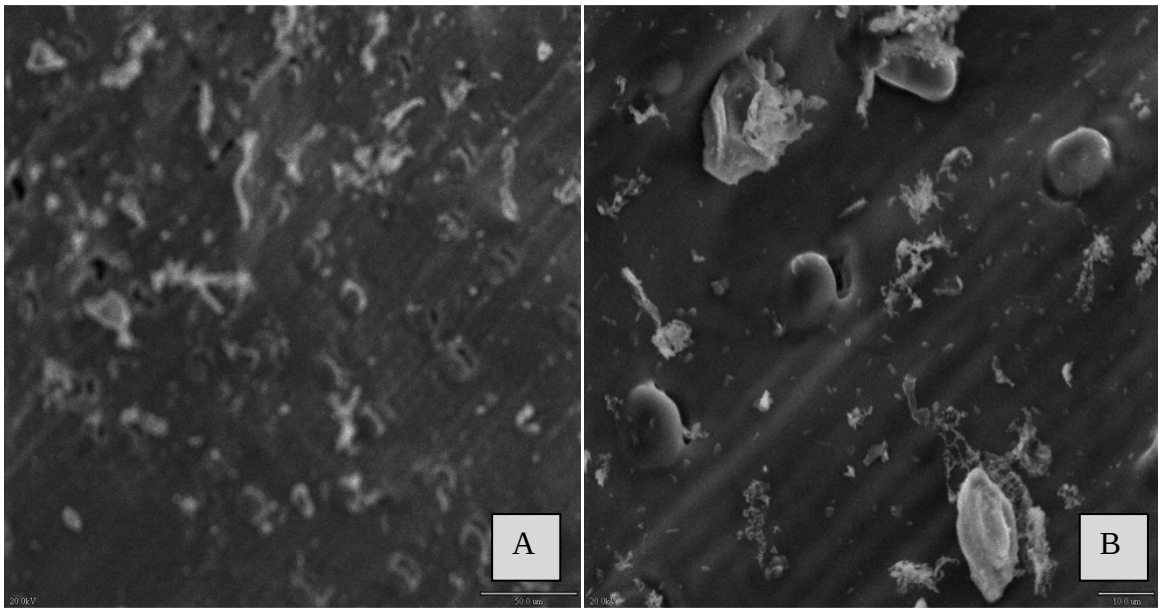


Şekil 4.5 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B)1000x büyütme

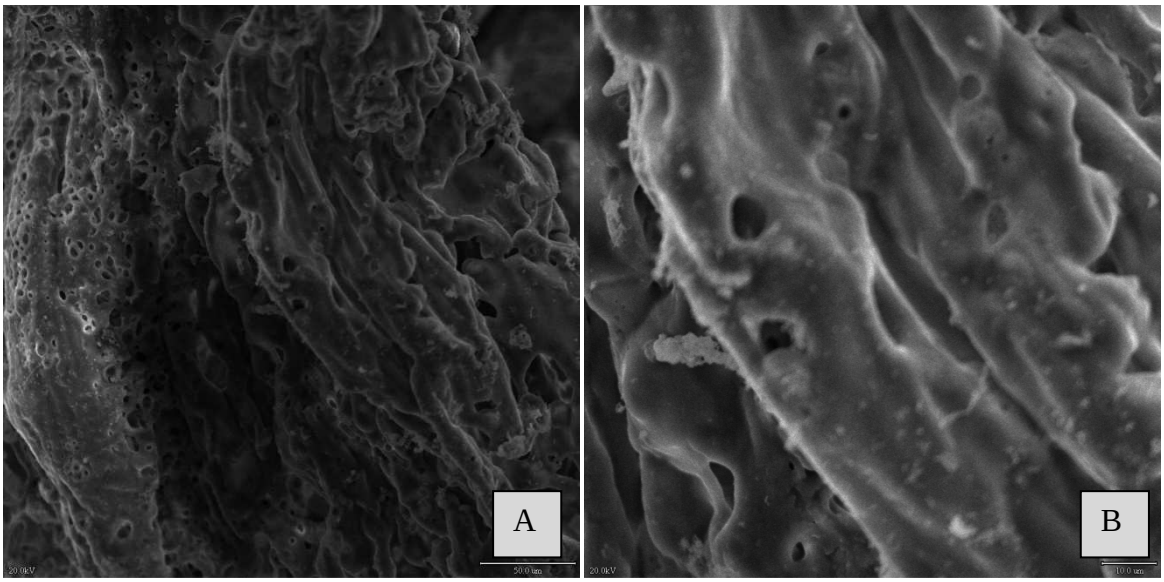
Sodyum silikat çözeltileri 600^0C'de 5 saat yakmayla elde edilen külden üretildiği için bu şartlardaki numune altınla kaplanarak 32,200, 1000, 1500 kez olmak üzere farklı büyütme oranlarında SEM mikroyapı görüntüleri elde edilmiştir.



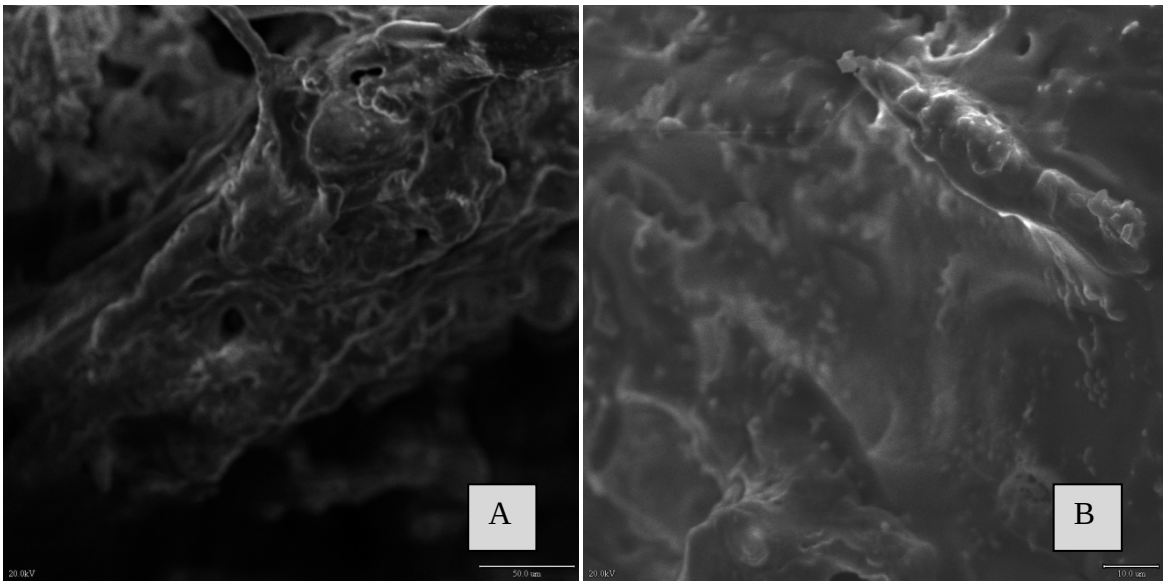
Şekil 4.6 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)32x B)200 x C)1000x D)1500x büyütme



Şekil 4.7 700°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B) 1000x büyütme



Şekil 4.8 800°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B) 1000x büyütme

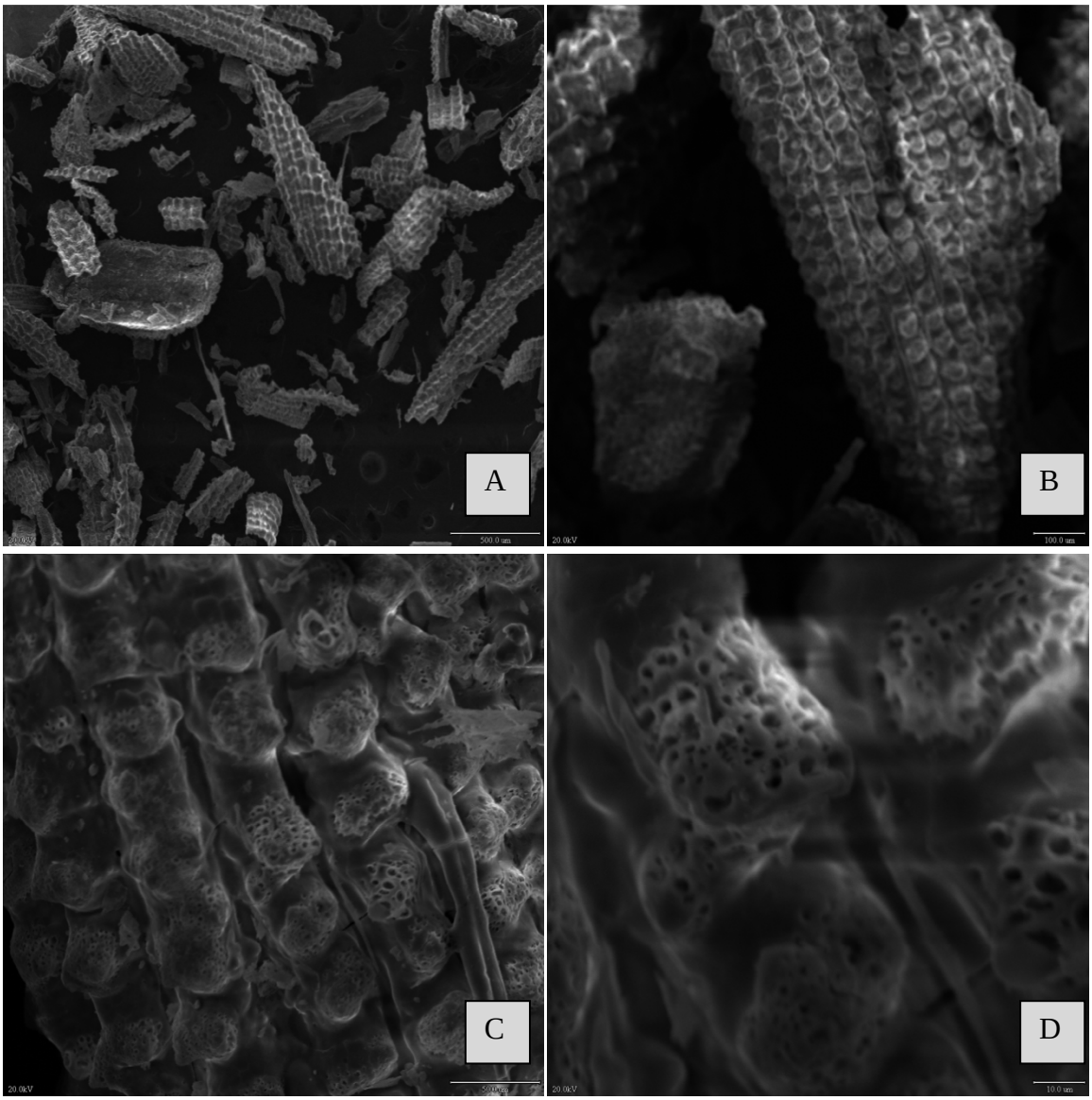


Şekil 4.9 1000°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün SEM görüntüleri A)350x B) 1000x büyütme

Şekil 4.3-4.4' de görüldüğü gibi düşük sıcaklıklarda (400-500°C) heterojen, dağınık ipliksi yapılar gözükmektedir. 600-800 °C ' de küller gözenekli bir yapıya sahipken 1000°C ' de bu durum ortadan kalkmakta, yapı iskeletinde çökme gözlemlenmekte ve camsı bir görüntü ortaya çıkmaktadır. 1000°C' de yakılan külün yapısında meydana gelen değişim sonucunda külün adsorpsiyon kapasitesinde düşüş meydana gelmektedir (Proctor, 1990).

4.2.4 Pirinç kabuğu küllerinin SEM görüntüleri

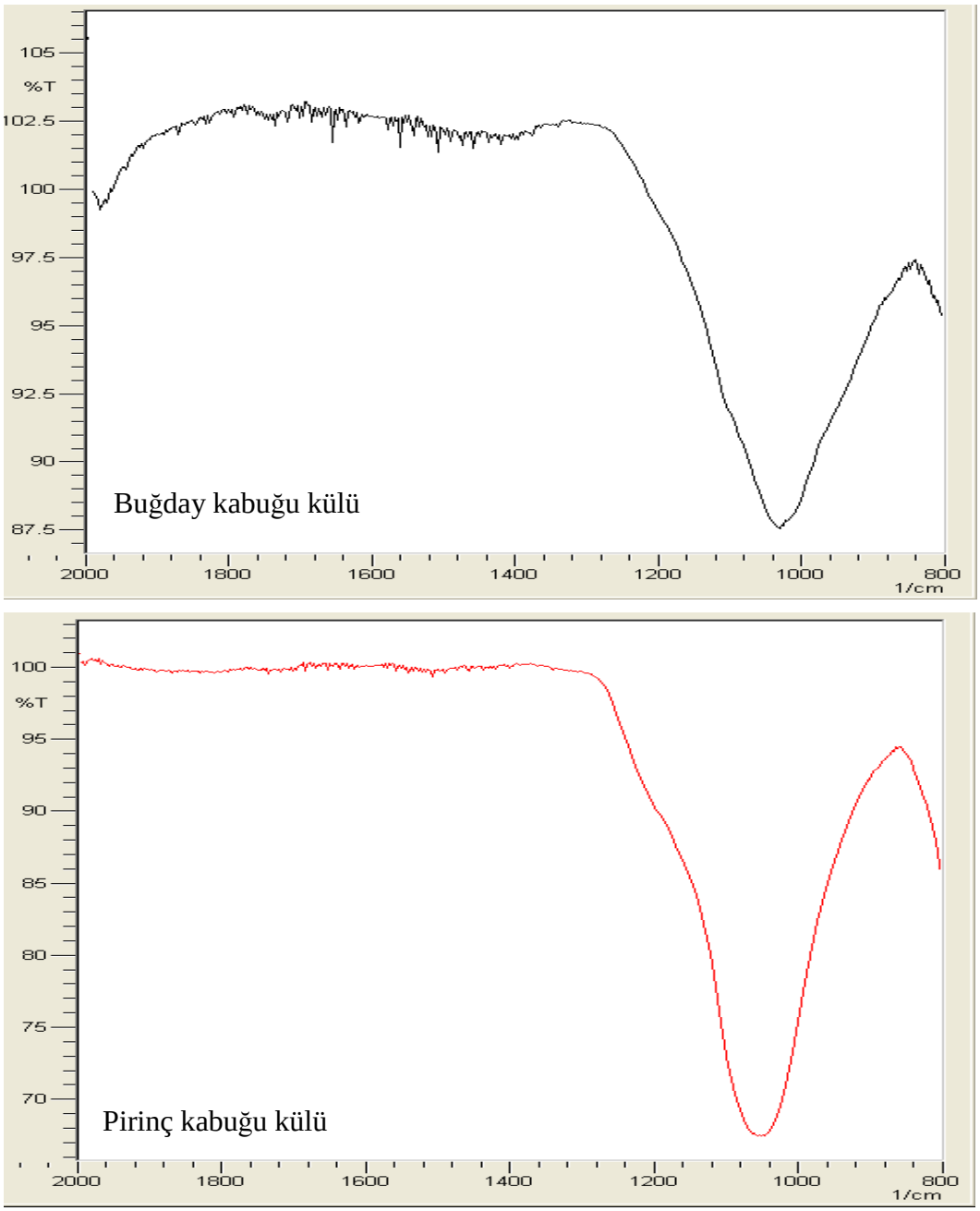
600^0C'de 5 saat yakmayla elde edilen pirinç kabuğu küllerinin 35, 100, 350 ve 1000 kez büyütmeyle elde edilen SEM mikroyapı görüntüleri Şekil 4.10'da görülmektedir. Şekil 4.10 A' da küller kümeler halinde bulunmaktadır ve mısır koçanı görüntüsüne sahiptir. Yapıların dış iskeletinde silis bulunmaktadır. Şekil 4.10D' de ise gözenekli bir yapı gözlemlenmektedir. Bu gözenekler yüksek sıcaklıklara çıkıldığında kabuğun yapısında bulunan uçucu bileşiklerin yapıdan uzaklaşmasıyla meydana gelmektedir. Bu gözenekli yapı sayesinde pirinç kabuğu tek başına bile adsorban olarak kullanılabilir.



Şekil 4.10 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen pirinç kabuğu külünün SEM görüntüleri A)35x B) 100x C) 350 x D)1000x büyütme

4.2.5 Buğday kabuğu ve pirinç kabuğu küllerinin FTIR analizi

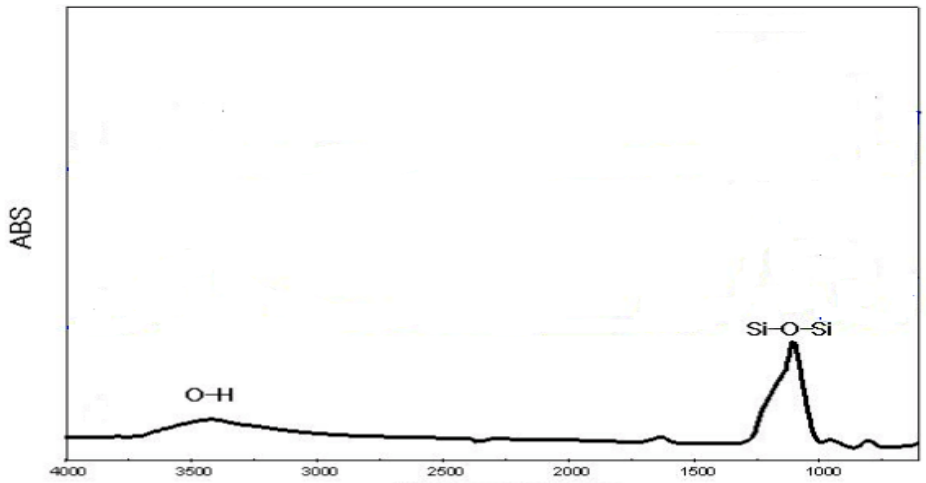
Çalışma koşulu olarak seçilen 600 C' de, 5 saat yakma sonucu elde edilen buğday kabuğu külü ve pirinç kabuğu külünün IR Prestige 21 model SHIMADZU (Amerika) cihazı ile elde edilen FTIR spektrumu Şekil 4.11'de gösterilmektedir. Buğday kabuğu külü ve pirinç kabuğu külü FTIR spektrumunda, sırasıyla, 1032 cm^{-1} ve 1054 cm^{-1}'de görülen pikler O-Si-O bantlarını temsil etmektedir.



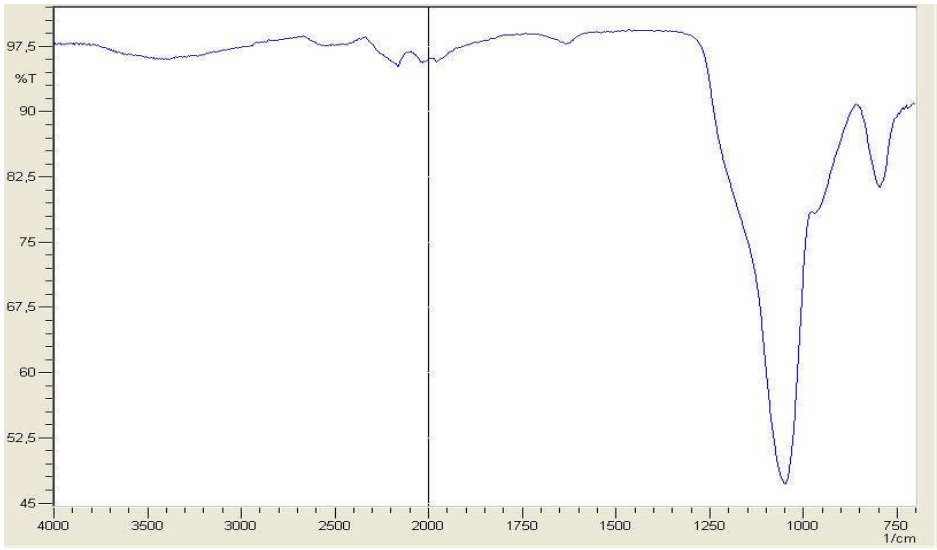
Şekil 4.11 Buğday kabuğu külü ve pirinç kabuğu külünün FTIR spektrumu

4.2.6 Buğday ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltilerinin titrasyonu ile elde edilen silisik asidin FTIR analizi

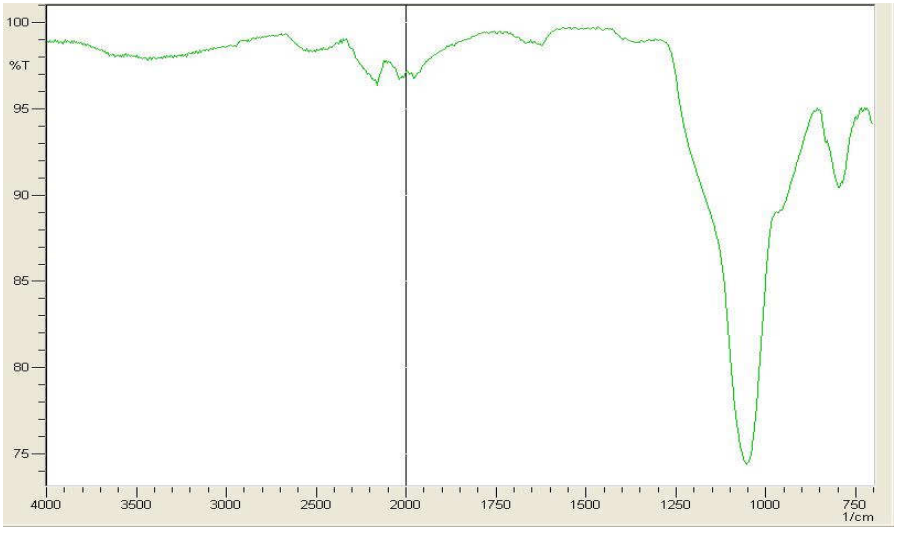
Buğday ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltilerinin silis içeriğini belirlerken alınan FTIR görüntüsü Şekil 4.13-4.14' de gösterilmektedir. Silisik asit görüntüleri birbirine çok benzemekte ve Si-O-Si piki 1050 cm^{-1}' de görülmektedir. Ayrıca karşılaştırmak üzere Şekil 4.12' de orijinal silisik asit FTIR spekturumu verilmiştir [14].



Şekil 4.12 Silisik asidin FTIR spekturumu [14]



Şekil 4.13 Buğday kabuğu külünden (600°C' de, 5 saat yakma) elde edilen sodyum silikat çözeltisinin HCl ile titrasyonu sonucu meydana gelen silisik asidin FTIR görüntüsü

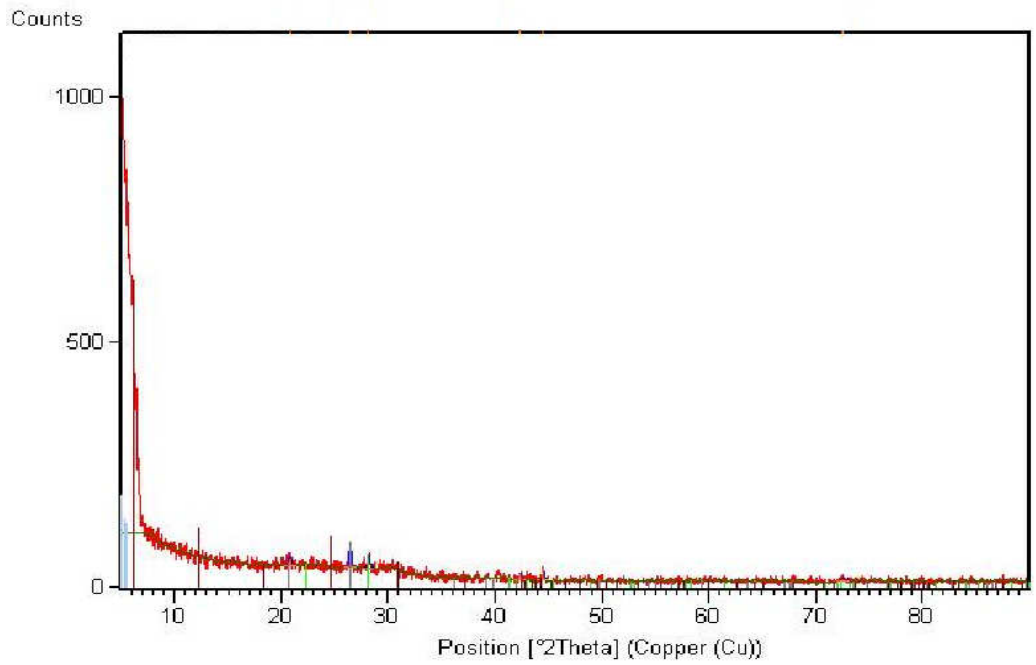


Şekil 4.14 Pirinç kabuğu külünden (600°C' de, 5 saat yakma) elde edilen sodyum silikat çözeltisinin HCl ile titrasyonu sonucu meydana gelen silisik asitin FTIR görüntüsü

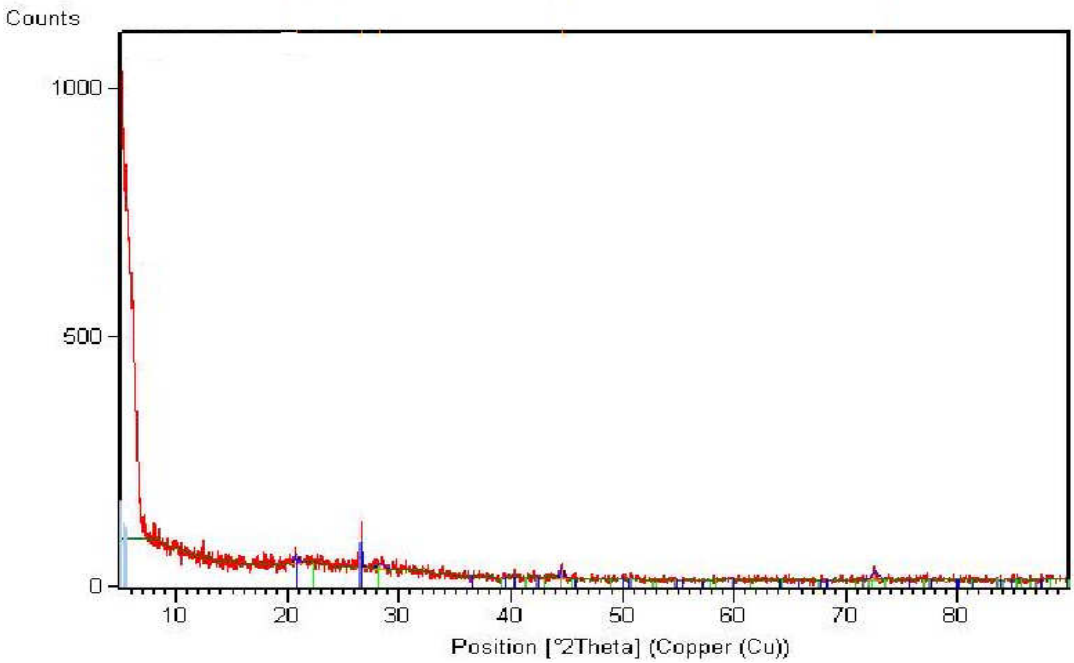
4.2.7 Buğday kabuğu küllerinin XRD analizi

Farklı sıcaklıklarda yakılan buğday kabuğu küllerinde bulunan SiO_2' nin yapısal formunu tespit etmek amacıyla X'Pert PRO PANalytical cihazı kullanılarak elde edilen XRD görüntüleri Şekil 4.15-4.18' de gösterilmektedir. 400°C-600 °C' de yakılan kabuğun yapısındaki silis amorf formdadır. 700°C' de quartz yapıyla birlikte az da olsa kristobalit form oluşmaya başlamaktadır.800-900' de kristobalit yapı bir miktar artmaktadır. 1000°C' de yapı tamamen kristobalit forma geçmektedir.

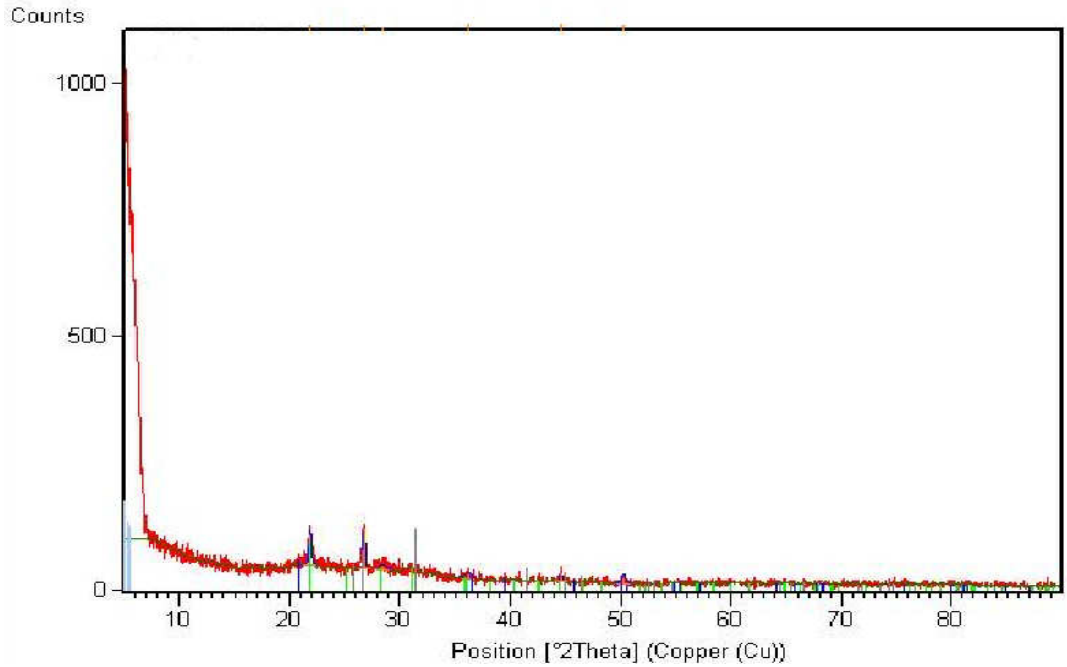
Proctor' un pirinç kabuğu külünün yapı ve bileşiminin soya yağı bileşenlerini, luteini ve serbest yağ asitlerini adsorpsiyonuna olan etkisini daha iyi anlamak amacıyla yaptığı çalışmada sıcaklık arttıkça giderek artan oranlarda külün yapısındaki kristal düzene geçişin külün var olan yüzey alanını azaltmakta olduğunu ve adsorpsiyon kapasitesini sınırladığını tespit etmiştir (Proctor, 1990).



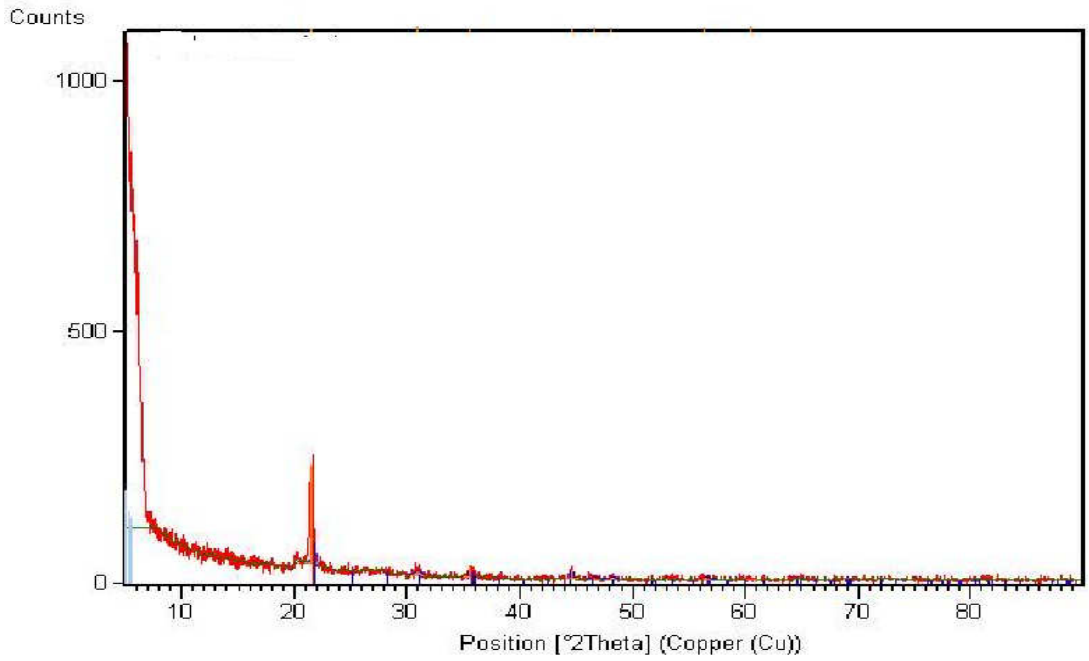
Şekil 4.15 500°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri



Şekil 4.16 600°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri



Şekil 4.17 700°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri



Şekil 4.18 1000°C' de 5 saat yakmayla elde edilen buğday kabuğu külünün XRD görüntüleri

4.3 Magnezyum Silikat Eldesine Parametrelerin Etkisi

4.3.1 Besleme hızının magnezyum silikat özelliklerine etkisi

Magnezyum silikat oluşumunda besleme hızının etkisini incelemek amacıyla 0,6 ml/dak, 35 ml/dak ve 70 ml/dak besleme hızlarında 25 °C' de, buğday kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi ile $MgCl_2.6H_2O$ çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatların tane boyutu dağılımları incelenmiş, BET yüzey alanları belirlenmiş, SEM mikroyapı görüntüleri ve XRD görüntüleri alınmıştır.

Çizelge 4.2' de farklı besleme hızlarında üretilen magnezyum silikatların özellikleri karşılaştırılmaktadır. Besleme hızındaki değişimin magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etki etmediği Çizelge 4.2 incelendiğinde açıkça görülmektedir. Besleme hızının tane boyutu üzerine etkisi incelendiğinde en düşük besleme hızı olan 0,6 ml/dak' da tane boyutunun daha büyük olduğu gözlemlenmektedir. 0,6 ml/dak iken ortalama tane boyutu 65 µm'dir. Fakat bir noktadan sonra besleme hızının artması tane boyutunu etkilememektedir ve ortalama tane boyutu 42-43 µm civarındadır. Şekik 4.19-4.20'de 0,6 ml/dak ve 35 ml/dak besleme ile üretilen magnezyum silikatların tane boyutu dağılımı gösterilmektedir.

Çizelge 4.2 Besleme hızının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**Ortalama Tane Boyutu (µm)**	**Mikropor Hacmi (mm^3/gr)**
$MgCl_2.6H_2O$	0,6	91,74	65	5,44
$MgCl_2.6H_2O$	35	87,41	42	11,01
$MgCl_2.6H_2O$	70	79,13	43	5,36

Çizelge 4.2’ de besleme hızının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi gösterilmektedir. Farklı besleme hızlarında elde edilen magnezyum silikatları BET yüzey alanı açısından karşılaştırdığımızda en düşük yüzey alanı olan magnezyum silikat 70 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikattır. En yüksek mikropor hacmi 35 ml/dak besleme hızıyla yapılan üretimden elde edilmiştir ve 11,01 mm^3/gr’ dır.

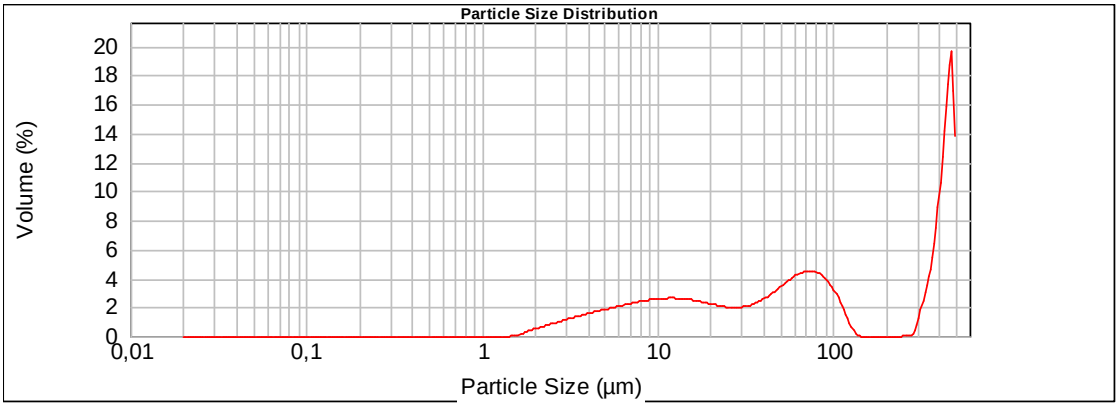
Çizelge 4.3 Besleme hızının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**Kimyasal Bileşim (%)**					
		SiO_2	**MgO**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**Na_2O**	**K_2O**
$MgCl_2.6H_2O$	0,6	42,6	7,82	Eser	0,03	0,05	0,13
$MgCl_2.6H_2O$	35	42,5	7,92	Eser	0,07	0,07	0,21
$MgCl_2.6H_2O$	70	42,4	7,99	Eser	0,05	0,05	0,15

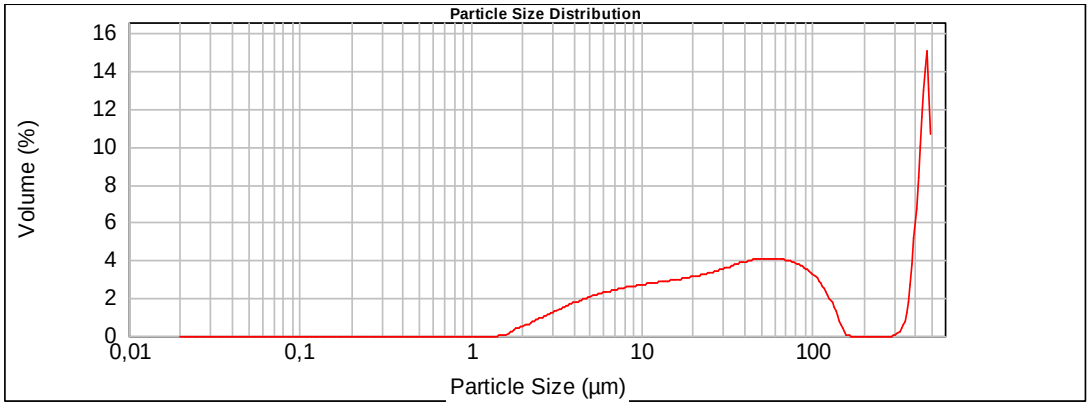
Çizelge 4.3 besleme hızının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi gösterilmiştir. 0,6 ml/dak, 35 ml/dak ve 70 ml/dak besleme hızıyla elde edilen magnezyum silikatlara bakıldığında magnezyum silikatların major bileşenleri olan SiO_2 ve MgO’ de önemli bir

değişim saptanmamıştır. Magnezyum silikatların kimyasal bileşimleri hemen hemen birbirleriyle aynıdır.

Şekil 4.19-4.20' de buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 0,6 mL/dak ve 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı gösterilmektedir.

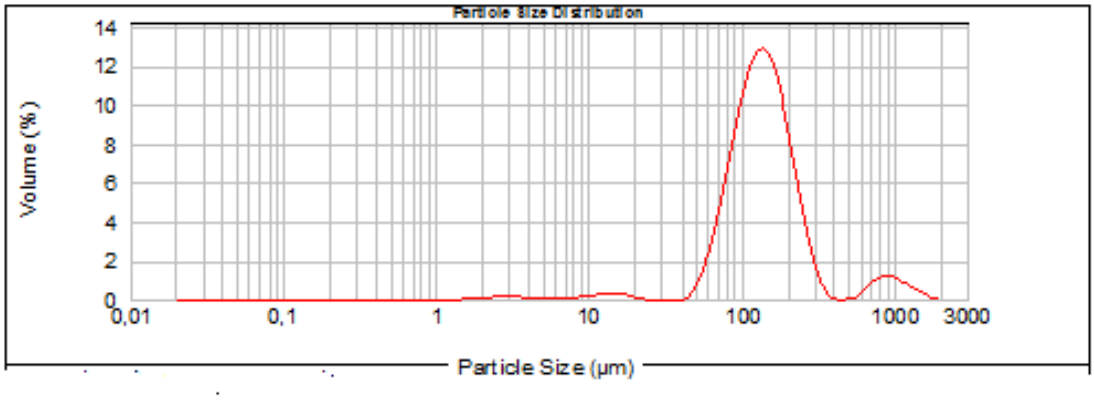


Şekil 4.19 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 0,6 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı

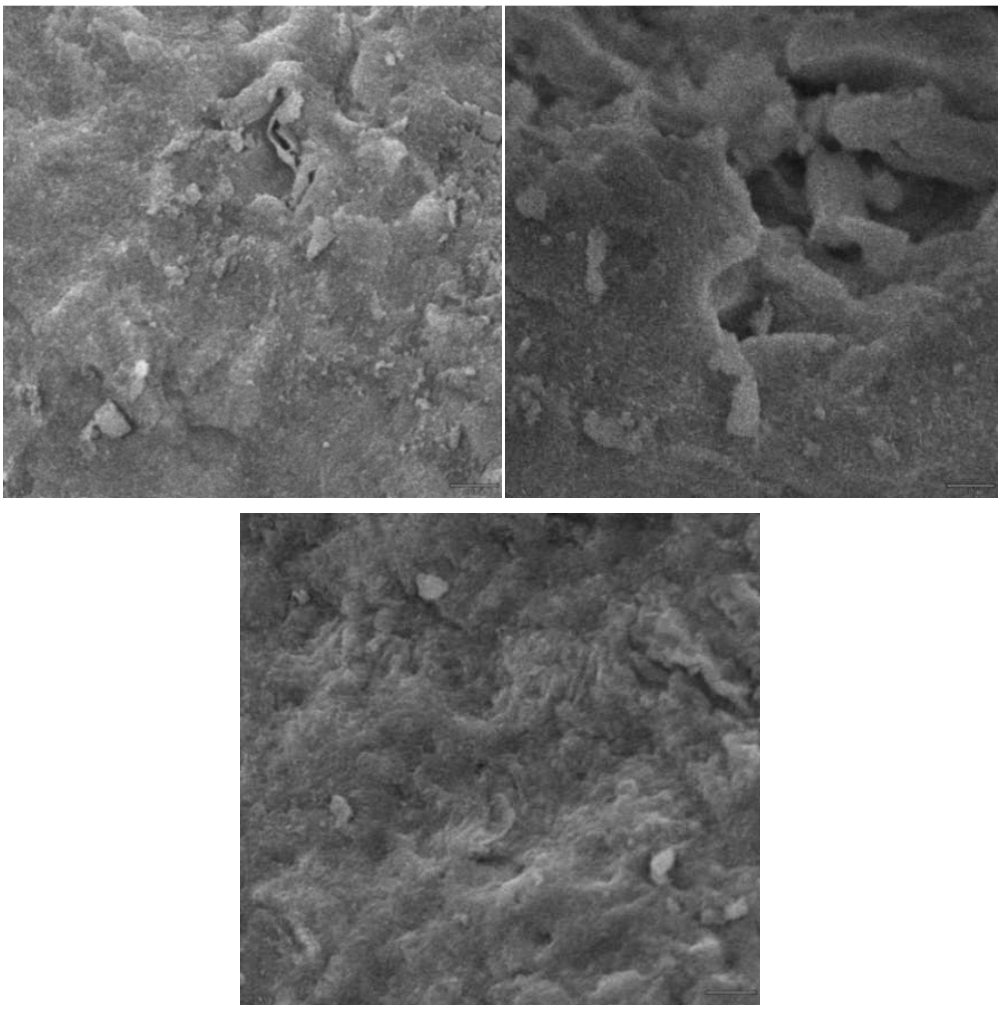


Şekil 4.20 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı

Ticari magnezyum silikat olan Florisil'in BET yüzey alanı 206,96 m^2/gr, mikropor hacmi de 1,35 mm^3/gr olarak bulunmuştur. Şekil 4.21'de tane boyutu dağılımı gösterilmekte olan Florisil' in ortalama tane boyutu 75 µm olarak bulunmuştur. Literatür ile karşılaştırma yaptığımızda buğday kabuğu külünden elde edilen magnezyum silikatların, BET yüzey alanı ve tanecik boyutu daha küçük, mikropor hacmi daha büyük bulunmuştur.



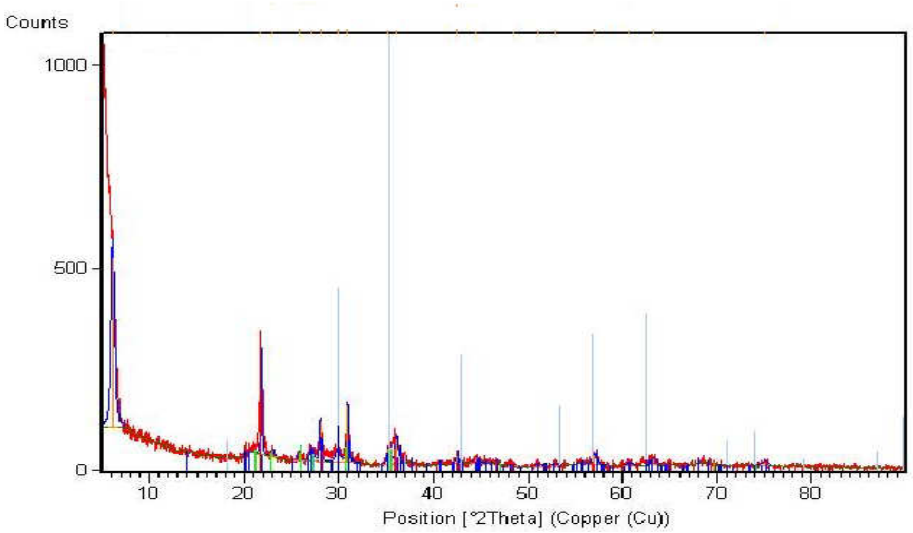
Şekil 4.21 Florisil' in tane boyutu dağılımı



Şekil 4.22 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüleri 1000x büyütme A) 0,6 ml/dak besleme debisi B) 35 ml/dak besleme debisi C) 70 ml/dak besleme debisi

Şekil 4.22 incelendiğinde, besleme hızı arttıkça oluşan magnezyum silikatın yüzey özelliklerinde çok büyük bir farklılık olmadığı ancak, artan besleme debisiyle birlikte azda olsa yüzey pürüzlülüğünün bir miktar arttığı gözlenmiştir.

Şekil 4.23 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak hızıyla üretilen magnezyum silikatın XRD görüntüsü gösterilmektedir.



Şekil 4.23 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak hızıyla üretilen magnezyum silikatın XRD görüntüsü

4.3.2 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikat özelliklerine etkisi

Magnezyum silikat oluşumunda reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin üretilen magnezyum silikatların özelliklerine etkisini incelemek amacıyla $MgCl_2.6H_2O$ ve $MgSO_4.7H_2O$ tuzlarının çözeltileri kullanılarak 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretim yapılmıştır. Üretilen magnezyum silikatların tane boyutu dağılımları incelenmiş, BET yüzey alanları belirlenmiş, SEM mikroyapı görüntüleri ve XRD görüntüleri alınmıştır.

Çizelge 4.4 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikatların özelliklerine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**Ortalama Tane Boyutu (µm)**	**Mikropor Hacmi (mm^3/gr)**
$MgCl_2.6H_2O$	35	87,41	42	11,01
$MgSO_4.7H_2O$	35	80,19	50	5,38

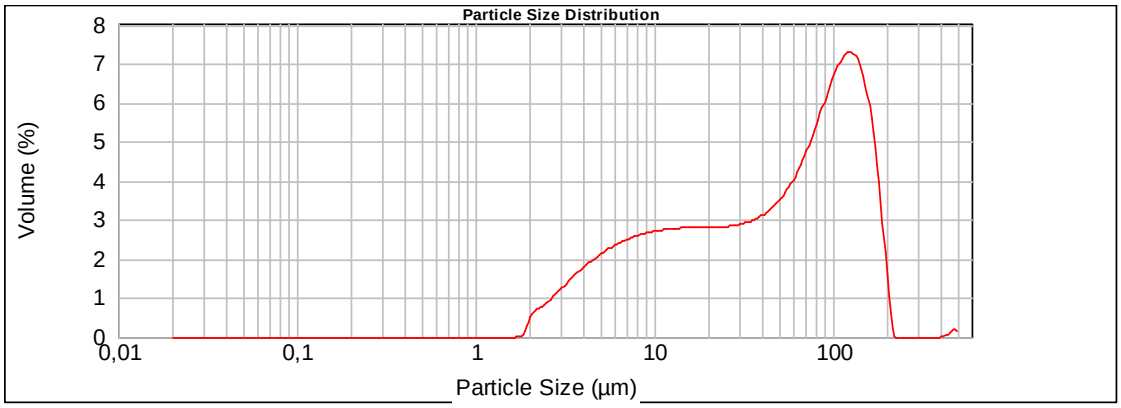
$MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi ya da $MgSO_4.7H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatların özellikleri Çizelge 4.4' de gösterilmektedir. Çizelge 4.4 incelendiğinde $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanının $MgSO_4.7H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikata göre daha yüksek olduğu bulunmuştur. $MgSO_4.7H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın ortalama tane boyutu daha büyük olup 50 µm, $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın ortalama tane boyutu ise 42 µm bulunmuştur. $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın mikropor hacmi $MgSO_4.7H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın mikropor hacminden yaklaşık 2 katı fazladır.

Çizelge 4.5 Reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidinin magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**Kimyasal Bileşim (%)**					
		SiO_2	**MgO**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**Na_2O**	**K_2O**
$MgCl_2.6H_2O$	35	42,5	7,92	Eser	0,07	0,07	0,21
$MgSO_4.7H_2O$	35	42,4	6,78	Eser	0,02	0,06	0,14

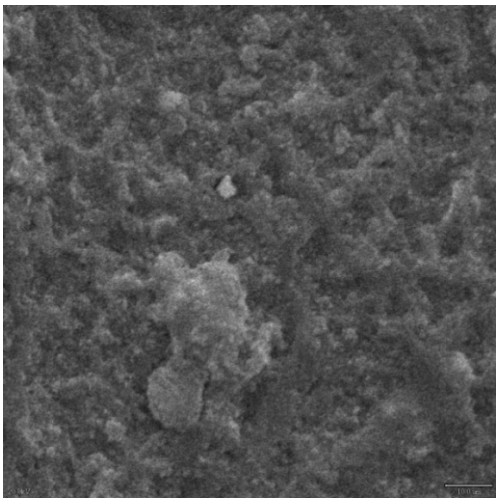
Çizelge 4.5 incelendiğinde üretilen magnezyum silikatların kimyasal bileşimlerine bakıldığında SiO_2 içeriğinde herhangi bir değişim yoktur. $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın MgO, Fe_2O_3, Na_2O ve K_2O içeriği açısından daha yüksek olduğu bulunmuştur.

Şekil 4.24' de buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı gösterilmektedir.

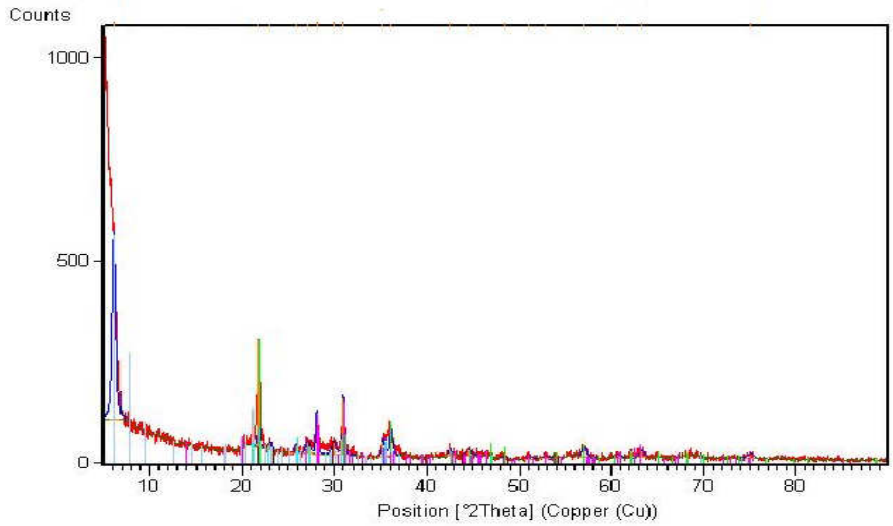


Şekil 4.24 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı

Şekil 4.25' de buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü, Şekil 4.26' da XRD görüntüsü gösterilmektedir.



Şekil 4.25 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 1000x büyütme



Şekil 4.26 Buğday kabuğu külünden $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın XRD görüntüsü

4.3.3 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikat özelliklerine etkisi

Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatın özelliklerine olan etkisini belirlemek amacıyla 25 ve 50°C sıcaklıkta $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile buğday kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi kullanılarak magnezyum silikat üretimi gerçekleştirilmiştir. Bu deneylerde üretilen magnezyum silikatların özellikleri Çizelge 4.6' de karşılaştırılmıştır.

Çizelge 4.6 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Reaksiyon Sıcaklığı (°C)**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**Ortalama Tane Boyutu (µm)**	**Mikropor Hacmi (mm^3/gr)**
$MgCl_2.6H_2O$	25	35	87,41	42	11,01
$MgCl_2.6H_2O$	50	35	82,00	48	2,34

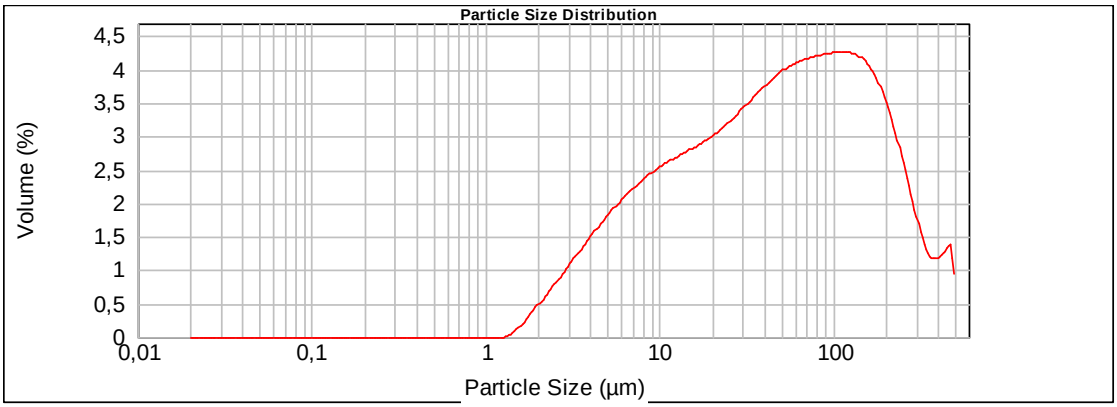
Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların eldesinde etkisi incelendiğinde 25 °C' de elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanının daha yüksek olduğu Çizelge 4.6' da görülmektedir. Magnezyum silikat üretiminde sıcaklık BET yüzey alanına ters etki etmiştir.

25 °C' nin üretim için en iyi sıcaklık olduğu söylenebilir. Ayrıca 25 °C' de daha düşük tane boyutuna sahip bir magnezyum silikat elde edilmiştir.

Çizelge 4.7 Reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Reaksiyon Sıcaklığı (°C)**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**Kimyasal Bileşim (%)**					
			SiO_2	**MgO**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**Na_2O**	**K_2O**
$MgCl_2.6H_2O$	25	35	42,5	7,92	Eser	0,07	0,07	0,21
$MgCl_2.6H_2O$	50	35	41,5	7,77	Eser	0,02	0,03	0,18

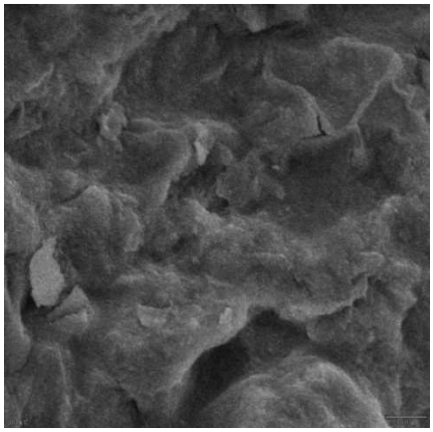
Çizelge 4.7' de reaksiyon sıcaklığının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi incelendiğinde kimyasal bileşim açısından çok önemli bir değişim olmamakla beraber 25 °C' de SiO_2 ve MgO bileşenleri 50 °C' ye göre daha yüksek bulunmuştur.



Şekil 4.27 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50 °C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı

Şekil 4.27 'de buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50 °C' de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı gösterilmektedir. Sıcaklığın artması sonucunda ortalama tane boyutunda da bir artış olduğu gözlemlenmektedir.

Şekil 4.28’ de buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50°C’ de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü gösterilmektedir.



Şekil 4.28 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 50°C’ de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 1000x büyütme

4.3.4 Polar çözücü ile yıkamanın magnezyum silikat özelliklerine etkisi

Magnezyum silikat üretimi sonucunda oluşan safsızlıkları gidermek amacıyla saf su ile yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Polar çözücü ile yıkamanın ürüne olan etkisini gözlemlemek amacıyla saf su ile yıkamanın ardından 200 ml aseton ile yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Üretilen magnezyum silikatların BET yüzey alanı, ortalama tane boyutu ve mikropor hacmi Çizelge 4.8’ de belirtilmiştir.

Çizelge 4.8 Aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların özelliklerine etkisi

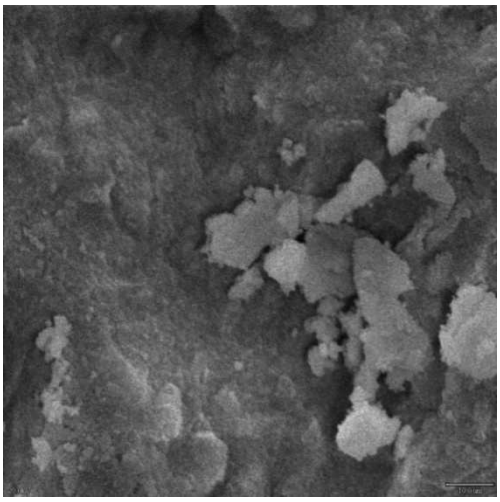
Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Yıkama Çözeltisi**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**Ortalama Tane Boyutu (µm)**	**Mikropor Hacmi (mm^3/gr)**
$MgCl_2.6H_2O$	Su	35	87,41	42	11,01
$MgCl_2.6H_2O$	Aseton	35	39,20	-	9,39

Çizelge 4.8’ de aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların özelliklerine etkisi gösterilmektedir. Aseton, uçucu bir organik çözücüdür ve temas ettiğinde magnezyum silikat porlarındaki suyu uçurmaktadır. Aseton ile yıkanarak elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanında büyük düşüşe neden olmaktadır. Aseton ile yıkanarak elde edilen magnezyum silikatın mikropor hacmi de daha küçüktür. Aseton ile yıkama işlemi ardından elde edilen magnezyum silikat numunelerinde topaklanma oluştuğundan bu numunelerin tane boyutu dağılımı incelenememiştir. Ancak aseton ile yıkama işlemi kristalizasyona etki etmeyeceği için elde edilen magnezyum silikat numunelerinin tane boyutunun aynı koşullarda üretilip sadece su ile yıkanarak elde edilen magnezyum silikatla aynı olacağı düşünülmektedir. Bu verilere bakıldığında magnezyum silikat üretiminde aseton ile yıkama işlemine gerek olmadığı sonucuna varılmıştır.

Çizelge 4.9 Aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Yıkama Çözeltisi**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**Kimyasal Bileşim (%)**					
			SiO_2	**MgO**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**Na_2O**	**K_2O**
$MgCl_2.6H_2O$	Su	35	42,5	7,92	Eser	0,07	0,07	0,21
$MgCl_2.6H_2O$	Aseton	35	42,5	7,56	Eser	0,02	0,09	0,25

Çizelge 4.9’ da aseton ile yıkamanın magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi gösterilmektedir. Aseton ile yıkamanın elde edilen magnezyum silikatların kimyasal bileşiminde herhangi bir değişime yol açmadığı Çizelge 4.9 incelendiğinde açıkça gözlenmektedir.



Şekil 4.29 Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C'de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen ve asetonla yıkanan magnezyum silikatın SEM görüntüsü 1000x büyütme

Şekil 4.29' da Buğday kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C' de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen ve asetonla yıkanan magnezyum silikatın SEM görüntüsü gösterilmektedir. Şekil 4.29 incelendiğinde suyla yıkamanın ardından aseton ile yıkama yapılması durumunda, aseton çözücüsünün kuruma prosesini hızlandırdığı için yapıda aglomerasyona neden olduğu bununda SEM mikroyapı görüntüsünde açıkça görüldüğü gözlenmiştir.

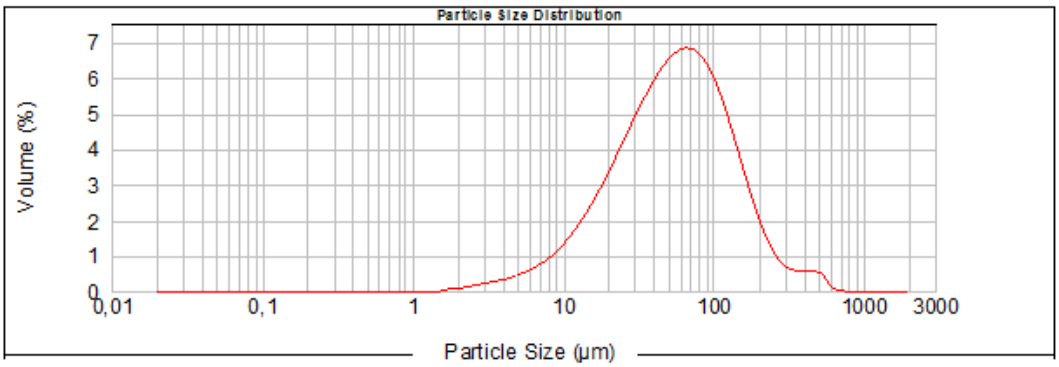
4.3.5 Pirinç kabuğu külü kullanımının magnezyum silikat özelliklerine etkisi

Tez çalışmasında buğday külünden elde edilen magnezyum silikat ile daha önceki çalışmalarda üretilen pirinç kabuğu külü magnezyum silikatı ile karşılaştırma yapabilmek için tek bir sıcaklık (25°C) ve besleme debisi (35 ml/dak) için, $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi kullanılarak magnezyum silikat üretimi gerçekleştirilmiştir. Üretilen magnezyum silikatların tane boyutu dağılımları incelenmiş, BET yüzey alanları belirlenmiş, SEM mikroyapı görüntüleri alınmıştır.

Çizelge 4.10 Pirinç kabuğu külü kullanımının magnezyum silikatların özelliklerine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Reaksiyona Giren Sodyum Silikat Çözeltisi Kaynağı**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**Ortalama Tane Boyutu (µm)**	**Mikropor Hacmi (mm^3/gr)**
$MgCl_2.6H_2O$	Buğday Kabuğu Külü	35	87,41	42	11,01
$MgCl_2.6H_2O$	Pirinç Kabuğu Külü	35	288,84	55	64,35

Çizelge 4.10’ da aynı koşullarda pirinç ve buğday kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatların BET yüzey alanı, ortalama tane boyutu ve mikropor hacmi gösterilmektedir. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanı, buğday kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın yaklaşık 3 kat fazla bulunmuştur. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın partikül boyutu buğday kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatınkine göre biraz daha yüksek olup 55 µm bulunmuştur. Şekil 4.30’da pirinç kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C’ de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı gösterilmektedir. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın mikropor hacmi ise buğday kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın mikropor hacminin yaklaşık 6 katı olarak bulunmuştur.



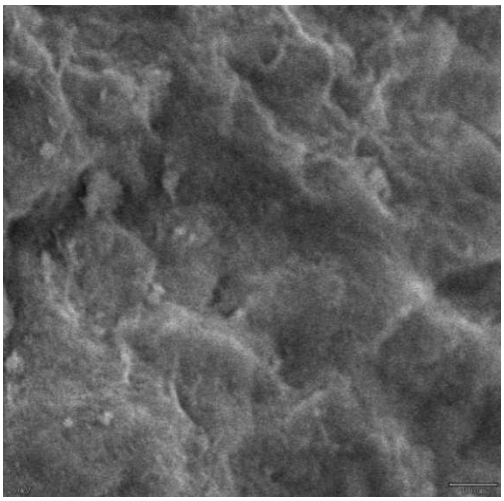
Şekil 4.30 Pirinç kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C’de 35 mL/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın tane boyutu dağılımı

Çizelge 4.11 Pirinç kabuğu külü kullanımının magnezyum silikatların kimyasal bileşimine etkisi

Reaksiyona Giren Magnezyum Tuzu	**Reaksiyona Giren Sodyum Silikat Çözeltisi Kaynağı**	**Besleme Hızı (ml/dak)**	**Kimyasal Bileşim (%)**					
			SiO_2	**MgO**	**CaO**	**Fe_2O_3**	**Na_2O**	**K_2O**
$MgCl_2.6H_2O$	Buğday Kabuğu Külü	35	42,5	7,92	Eser	0,07	0,07	0,21
$MgCl_2.6H_2O$	Pirinç Kabuğu Külü	35	47,9	6,42	Eser	0,03	0,05	0,14

Çizelge 4.11’ de pirinç kabuğu külü ve buğday kabuğu külü kullanılarak üretilen magnezyum silikatların kimyasal bileşimleri karşılaştırılmaktadır. Pirinç kabuğu külü kullanılarak üretilen magnezyum silikatın SiO_2 içeriği buğday kabuğu külü kullanılarak üretilen magnezyum silikatınkinden daha fazladır.

Şekil 4.31’de görüldüğü üzere pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen numunenin yüzey pürüzlülüğü buğday kabuğu külünden elde edilen ürüne göre daha fazladır. Zaten pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen numunenin BET yüzey alanı da bu sonucu desteklemektedir.



Şekil 4.31 Pirinç kabuğu külünden $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile 25°C’ de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatın SEM görüntüsü 1000x büyütme

Kuru bazda elde edilen bazı magnezyum silikatların MgO ve SiO_2 bileşenleri ticari magnezyum silikat olan Florisil ile karşılaştırmalı olarak Çizelge 4.12' de verilmektedir.

Çizelge 4.12 Elde edilen magnezyum silikatların kuru bazda bileşenleri, kızdırma kaybı ve nem içerikleri [11]

Reaksiyona Giren Hammadde		**SiO_2 (%)**	**MgO (%)**	**Kızdırma kaybı (%) (kuru baz)**	**Nem içeriği (%)**
Na_2SiO_3 çözeltisi kaynağı	Magnezyum tuzu				
Magnezyum silikat		67 (min)	15 (min)	15 (max)	20 (max)
Pirinç kabuğu külü	$MgCl_2.6H_2O$	56.35	7.55	14.46	15.2
Buğday kabuğu külü	$MgCl_2.6H_2O$	50	9.31	-	15
Buğday kabuğu külü	$MgSO_4.7H_2O$	49.88	7.97	14.02	14.9

4.4 Üretilen Magnezyum Silikatların Adsorpsiyon Kapasitesi

Buğday kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ya da $MgSO_4.7H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak 25°C' de 35 ml/dak besleme hızıyla üretilen magnezyum silikatlar ile adsorpsiyon deneyleri gerçekleştirilmiştir. Ayrıca karşılaştırma yapmak amacıyla pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın da adsorpsiyon performansı incelenmiştir. Üretilen magnezyum silikatların polar madde adsorpsiyon kapasitelerinin BET yüzey alanı ve kimyasal bileşime göre ilişkisi Çizelge 4.13' de yer almaktadır.

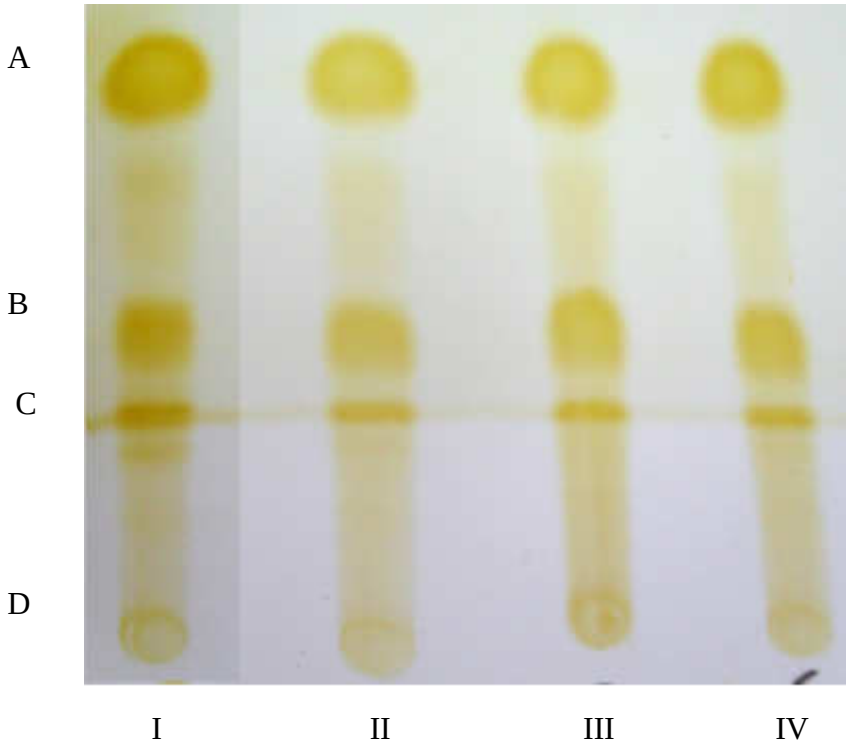
Çizelge 4.13 Elde edilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesi

Adsorpsiyonda Kullanılan Magnezyum Silikatın Hammaddesi		**Adsorpsiyon Kapasitesi (mg polar madde/ gr adsorban)**	**BET Yüzey Alanı (m^2/gr)**	**SiO_2 (%) (kuru bazda)**	**MgO (%) (kuru bazda)**
Na_2SiO_3 çözeltisi kaynağı	Magnezyum tuzu				
Pirinç kabuğu külü	$MgCl_2.6H_2O$	295	288,84	56.35	7.55
Buğday kabuğu külü	$MgCl_2.6H_2O$	238	87,41	50	9.31
Buğday kabuğu külü	$MgSO_4.7H_2O$	177	80,19	49.88	7.97

Çizelge 4.13 incelendiğinde pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın hem BET yüzey alanının hem de adsorpsiyon kapasitesinin daha iyi olduğu görülmektedir. Buğday kabuğu külü kullanılarak gerçekleştirilen üretimler karşılaştırıldığında ise $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak üretilen magnezyum silikatın adsorpsiyon kapasitesinin daha iyi bulunmuştur. . Elde edilen sonuçlara bakıldığında magnezyum silikatın adsorpsiyon kapasitesinin BET yüzey alanı ile doğru orantılı olduğu görülmektedir. Literatürde ticari magnezyum silikatın polar madde adsorplama kapasitesinin 199 mg polar madde/adsorban, yüzey alanının da en düşük 300 m^2/g olduğu verilmiştir. Kuru bazda MgO yüzdesinin 15, SiO_2 yüzdesinin ise 67 olduğu verilmektedir. Laboratuarda üretilen magnezyum silikatların MgO ve SiO_2 içerikleri ticari magnezyum silikattan daha düşük bulunmuştur. Mg oranını arttırmak için ileriki çalışmalarda magnezyum tuzu fazlalığında çalışmak gereklidir.

Buğday kabuğu külü ve pirinç kabuğu külünden magnezyum klorur hepta hidrat ile elde edilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasiteleri ticari magnezyum silikat ile karşılaştırıldığında daha iyi sonuçlar vermiştir.

Adsorpsiyon kapasitesinin, kimyasal bileşimin ve BET yüzey alanının daha iyi olması nedeni ile sentetik magnezyum silikat üretiminde pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltisi ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanmak daha uygun olacaktır.



Şekil 4.33 Adsorpsiyon sonrası fraksiyonların incelendiği bir ince yüzey kromatografi çalışması I: Standart karışım(atık yağ), II,III ,IV: Sırasıyla 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla pirinç kabuğu külü ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu , buğday kabuğu külü ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu, buğday kabuğu külü ve $MgSO_4.7H_2O$ tuzu ile üretilen magnezyum silikat kullanılarak gerçekleştirilen adsorpsiyon sonrası elde edilen yağ çözeltileri
A: Trigliserid B:Serbest Yağ Asidi C:Digliserid D: Monogliserid)

Şekil 4.33' de adsorpsiyon sonrası fraksiyonların incelendiği bir ince yüzey kromatografi çalışması gösterilmektedir. Şekil 4.33 incelendiğinde üretilen magnezyum silikatların adsorpsiyon kapasitesi hakkında çok net bir şey söylemek mümkün değildir. Fakat atık yağın adsorpsiyon öncesindeki haliyle karşılaştırma yapılırsa az da olsa renkteki değişimden trigliserid, serbest yağ asidi ve digliserid miktarlarında azalma meydana geldiği söylenebilir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Bu çalışmada buğday ve pirinç kabuğu külünden elde edilen sodyum silikat çözeltilerinin magnezyum tuzları ile reaksiyonu sonucu magnezyum silikat eldesi amaçlanmıştır. Çalışmanın birinci kısmında öncelikle buğday kabuğu külünün karakterizasyonu yapılmıştır. Literatürde buğday kabuğu külü ile ilgili çalışma bulunmadığından bu çalışmada elde edilen sonuçların literatüre bilimsel bir katkısı olacaktır. Pirinç kabuğu külü ile ilgili çalışmalar literatürde oldukça fazla sayıdadır. Gerek kül karakterizasyonu gerekse külden elde edilen silika türevleri ile ilgili çalışmalar mevcut olduğundan bu çalışmada özellikle buğday kabuğu külü üzerinde durulmuş ve magnezyum silikat eldesi için öncelikle buğday kabuğu külü ile deneyler yapılmış ve pirinç kabuğu külü ile karşılaştırılmıştır.

Buğday kabuğunun, 400-1000 °C sıcaklıklarda yanması ile elde edilen külün karakterizasyon çalışmasında 400 ve 600°C arasında amorf yapının mevcut olduğu, 700 °C' de kuartz yapıyla birlikte az da olsa kritobalit yapının başladığı ve sıcaklık arttırıldığında 1000 °C' de tamamen kristobalit yapıya dönüştüğü görülmüştür. SiO_2 içeriği 400°C' de 5 saat yanan külde 38,36 iken sıcaklıkla arttığı ve 1000 °C' de 58,75' ye ulaştığı saptanmıştır.

Pirinç kabuğunun külünün literatür verilerinde buğday kabuğu külüne benzer şekilde yine 700°C' de kristobalit yapının başladığı ve 1000 °C' de de tamamen kristobalit yapı olduğu verilmektedir. Ancak SEM görüntüleri ile küllerin yapıları incelendiğinde farklı yapılara sahip oldukları görülmüştür. Pirinç kabuğunda silisi temsil eden mısır koçanı görüntüsü hakimken buğday kabuğunda ise mısır koçanı görüntüsünün yanında daha lifli bir yapı gözlemlenmiştir.

Çalışmanın ikinci aşamasında buğday kabuğu külünün sodyum hidroksit ile sıcakta ekstraksiyonu gerçekleştirilmiş ve elde edilen silikat çözeltilerinin magnezyum tuzları ile reaksiyonu sonucu magnezyum silikat eldesi gerçekleştirilmiştir. Magnezyum silikat eldesine etki eden parametreler incelenmiştir. Bu parametreler besleme hızı (0,6 ml/dak, 35 ml/dak,70 ml/dak), reaksiyona giren magnezyum tuzu çeşidi ($MgCl_2.6H_2O$ ve $MgSO_4.7H_2O$), reaksiyon sıcaklığı (25°C ve 50°C), polar çözücü ile yıkama (aseton) ve pirinç kabuğu külü kullanımıdır. Tüm parametrelerin incelenmesi sonucu elde edilen sonuçlar şu şekildedir:

1. Farklı besleme hızlarında $MgCl_2.6H_2O$ ile yapılan reaksiyon sonucunda besleme hızlarının kimyasal bileşime etki etmediği, ancak daha düşük besleme hızlarında daha yüksek yüzey alanına sahip olduğu görülmüştür. Üretilen magnezyum silikatların BET yüzey alanları 0 ,6 ml/dak, 35 ml/dak,70 ml/dak besleme hızları için sırasıyla 91,74 m^2 /g, 87,41 m^2 /g, 79,13 m^2 /g bulunmuştur.

2. Reaksiyonda reaktan olarak $MgSO_4.7H_2O$ ve $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ve buğday kabuğu külü kökenli silikat çözeltilerinin 25°C' de 35 mL/dak besleme hızıyla reaksiyonu sonucunda her iki tuzla elde edilen silikatların bileşimlerinin aynı fakat yüzey özelliklerinin farklı olduğu görülmüştür. $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanı daha yüksek bulunmuştur (87,41 m^2/g). Tanecik boyutları da farklılık göstermiştir. Böylece $MgCl_2.6H_2O$ tuzu çözeltisi ile üretim BET yüzey alanı açısından daha uygun olacaktır.
3. Reaksiyon sıcaklığının (25°C ve 50°C) $MgCl_2.6H_2O$ tuzu ile buğday külü kökenli sodyum silikat çözeltilerinin reaksiyonuna etkisi incelendiğinde sıcaklığın artışının kimyasal bileşime etki etmediği ancak BET yüzey alanında azalttığı ve tane boyutunu arttırdığı görülmüştür. Reaksiyonun oda sıcaklığında gerçeklemesinin yüzey özellikleri açısından daha uygun olacağı belirlenmiştir.
4. Su ile yıkamanın ardından aseton ile yıkamanın ürün magnezyum silikatın kimyasal bileşimine etki etmediği, fakat BET yüzey alanında önemli bir oranda düşmeye sebep olduğu görülmüştür. BET yüzey alanı 87.41 m^2/g değerinden 39.20 m^2/g değerine düşmüştür. Bu da taneciklerin aglomere olmasından kaynaklanmaktadır. Aseton ile yıkamanın elde edilen magnezyum silikat üzerinde herhangi bir olumlu etkisi bulunmamaktadır.
5. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın kimyasal bileşimleri incelendiğinde SiO_2 içeriğinin % 47,9 olduğu ve aynı koşullarda buğday kabuğu külü ile gerçekleştirilen magnezyum silikatın SiO_2 içeriğinden daha yüksek olduğu saptanmıştır. Pirinç kabuğu külü kullanılarak elde edilen magnezyum silikatın BET yüzey alanı da buğday kabuğu külü kullanılarak üretilen magnezyum silikatınkinden daha büyük olup 288,84 m^2/g olarak bulunmuştur.
6. Tüm veriler değerlendirildiğinde sentetik magnezyum silikat eldesinde pirinç kabuğu külü kullanımının buğday kabuğu külü kullanımına göre daha iyi sonuç verdiği görülmektedir. Reaksiyon sıcaklığı olarak ise 25 °C' de çalışmak daha uygun olacaktır. Elde edilen magnezyum silikatların magnezyum içeriği biraz düşük bulunduğundan bundan sonra yapılacak olan çalışmalarda farklı reaktan mol oranlarının magnezyum silikatın özelliklerine olan etkisinin incelenmesi gerekmektedir.

Çalışmanın üçüncü aşamasında buğday kabuğu ve pirinç kabuğundan elde edilen magnezyum silikatların atık kızartma yağındaki polar maddeleri adsorplama kapasitesi incelenmiştir. Buğday kabuğundan $MgCl_2.6H_2O$ ile edilen magnezyum silikatın adsorpsiyon kapasitesi (238

mg polar madde/gr adsorban) $MgSO_4.7H_2O$' dan (177 mg polar madde/gr adsorban) daha yüksek bulunmuştur. En yüksek polar madde adsorblama kapasitesi 295 mg polar madde/gr adsorban değer ile pirinç kabuğundan elde edilen magnezyum silikata aittir. Bu değer literatür değeri olan değerden daha yüksektir. Bu da BET yüzey alanının yüksek olmasından kaynaklanmaktadır.

KAYNAKLAR

Akbaşı, B., İlhan, D. ve Güner,Ü., (2005), "Orta Anadolu Bölgesinde Tohumluk Olarak Kullanılan Buğday Tohumlarında Virüs Varlığı ", Bitki Koruma Bülteni, 45 (1-4): 55-60.

Amutha, K., Ravibaskar, R. ve Sivakumar G., (2010), "Extraction, Synthesis and Characterization of Nanosilica from Rice Husk Ash", International Journal of Nanotechnology and Applications, 4, 1 : 61-66.

Arvanitoyannis I.S. ve Tserkezou, P., (2008), "Cereal Waste Management: Treatment Methods and Potential Uses of Treated Waste", Waste Management For The Food Indudtries, 10: 629-681.

Aşkın,A., (1994), "Mezogözenekli Katılarda Boyar Madde Adsorpsiyonu", Yüksek Lisans Tezi, Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Osmangazi Üniversitesi, Eskişehir.

Augustine, B. ve Roy, G.K., (1981), " Recovery of Chemicals from Agricultural Residues- A Critical Review ", Journal of the Institution of Engineers , 62:37-40.

Bayrak, E., (2008), "Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü Kullanılarak Sulu Ortamdan Katyonik Boyar Madde Adsorpsiyonu", Yüksek Lisans Tezi, Çevre Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Atatürk Üniversitesi, Erzurum.

Bledzki, A. K., Mamuna, A. A. ve Volk, J., (2010), " Physical, Chemical and Surface Properties of Wheat Husk, Rye Husk and Soft Wood and Their Polypropylene Composites", Composites: Part A, 41: 480–488.

Berkin, G., (2006), "Sürdürülebilir Mimari için Pirinç Çeltiği Kabuk Külünden Üretilen Isı Korunumlu Cam Yapı Malzemesi", Doktora Tezi, Mimarlık Ana Bilim Dalı, Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi, İstanbul.

Belitz, H.D. , Grosch, W. ve Schieberle, P., (2009), "15 Cereals and Cereal Products", Food Chemistry, Springer, 670-745.

Boyacıoğlu, H., (2009), "Dünya Buğday Durumu 2009", Feed Management Systems.

Bruun S., Jensen, J. W., Magid, J., Lindedam, J. ve Engelsen, S.B., (2010), "Prediction of The Degradability and Ash Content of Wheat Straw from Different Cultivars Using Near Infrared Spectroscopy", Industrial Crops and Products, 31: 321–326.

Buczek. B. ve Chwialkowski, W., (2004), " Purification of Used Frying Oil by Treatment with Magnesium Silicate", 3. Euro Fed Lipid Congress, Edinburg. 5-8 September.

Buczek. B. ve Chwialkowski, W., (2004), "Purification of The Used Palm Oil by Adsorption", Polish Journal of Chemical Technology, 10(1): 19- 21.

Chandrasekhar, S. ve Pramada, P. N. (2006), "Rice Husk Ash as An Adsorbent for Methylen Blue-Effect of Ashing Temperature", Adsorption, 12: 27–43.

Chandrasekhar, S., Satyanarayana, K.G. ve Pramada, P. N. (2003), " Processing, Properties and Applications of Reactive Silica from Rice Husk—An Overview", Journal of Materials Scıence , 38: 3159 – 3168.

Cıesıelczyk, F., Krysztafkıewıcz, A. ve Jesıonowskı,T., (2007), "Adsorptive Propertıes of Synthetic Magnesium Silicates ", Physicochemical Problems of Mineral Processing, 41 : 185-193.

Cooke, B., Bertram, B. ve Abrams, C., (2005), "Purification of Biodiesel Using Synthetic Magnesium silicate", 96th AOCS Annual Meeting and Expo, Utah, 1-4 May.

El-Hosiny, F.I., Abo-El-Enein, S.A., Helmy, I.M. ve Khalil, K.A., (1997), "Effect of Thermal Treatment of Rice Husk Ash on Surface Propertıes of Hydrated Portland Cement-Rıce Husk Ash Pastes", Journal of Thermal Analysis, 48: 809-817.

Elgün,A. ve Ergutay,Z., (1995), "Tahıl İşleme Teknolojisi", İkinci Baskı, Atatürk Üniversitesi Yayınları, Erzurum.

Ferrero,F., (2010), "Adsorption of Methylene Blue on Magnesium Silicate: Kinetics, Equilibria and Comparison with Other Adsorbents", Journal of Environmental Sciences, 22(3): 467–473.

Fuad, M. Y. A., Ismail, Z., Ishak, Z. A. M. ve Oma, A. K. M., (1995), "Application of Rice Husk Ash as Fillers in Polypropylene: Effect of Titanate, Zirconate and Silane Coupling Agents", European Polymer Journal, 31(9): 885-893 .

Gemma, R. S., (2005), "Strength Development of Concrete with Rice-Husk Ash", Cement and Concrete Composites, 158-160.

Gül, H., (2007), "Mısır ve Buğday Kepeğinin Hamur ve Ekmek Nitelikleri Üzerindeki Etkilerinin İncelenmesi", Doktora Tezi, Gıda Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Çukurova Üniversitesi, Adana.

Habeeb, G.A. ve Fayyadh, M.M., (2009), "Rice Husk Ash Concrete: The Effect of RHA Average Particle Size on Mechanical Properties and Drying Shrinkage", Australian Journal of Basic and Applied Sciences, 3(3): 1616-1622.

Hoseney, C.R., (1994), " Principles of Cereals-Science and Technology", Second Edition,AACC,St.Paul,Minneasota,USA.

Jamil, M.S., Ahmad, I. ve Abdullah, I., (2006), "Effects of Rice Husk Filler on The Mechanical and Thermal Properties of Liquid Natural Rubber Compatibilized High-Density Polyethylene/ Natural Rubber Blends", Journal of Polymer Research, 13: 315-321.

Kalapathy , U., Proctor , A. ve Shultz, J., (2000), "A Simple Method for Production of Pure Silica from Rice Hull Ash", Bioresource Technology, 73: 257-262.

Kalapathy , U., Proctor , A. ve Shultz, J., (2002), "An İmproved Method for Production of Silica from Rice Hull Ash", Bioresource Technology, 85 : 285–289.

Kalapathy, U., Proctor, A., Shultz, J., (2003), "Silicate Thermal Insulation Material from Rice Hull Ash", Ind. Eng. Chem. Res., 42: 46-49.

Kamath, S.R. ve Proctor, A., (1998), "Silica Gel from Rice Hull Ash:Preparation and Characterisation", Cereal Chem.,75: 484-487.

Krysztafkıewıcz, A., Lıpska, L.K., Cıesıelczyk, F. ve Jesıonowskı, T., (2004), "Amorphous Magnesium Silicate Synthesis, Physicochemical Properties and Surface Morphology", Advanced Powder Technol., 15(5): 549–565.

Kuk, M.S. ve Tetlow, R., (2005), " Gossypol Removal by Adsorption from Cottonseed Miscella", JAOCS, 82: 905–909.

Lın, S., Akoh, C.C. ve Reynolds, A.E., (1998), "The Recovery of Used Frying Oils with Various Adsorbents", Journal of Food Lipids, 5: 1-16.

Mani, S., Tabil, G.L. ve Sokhansanj, S., (2004), "Grinding Performance and Physical Properties of Wheat and Barley Straws, Corn Stover and Switch Grass", Biomass and Bioenergy, 27: 339-352.

Marshall, W.E., Champagne, E.T. ve Evans, W.J., (1993), "Use of Rice Milling by Products (Hulls and Bran) to Remove Metal Ions from Aqueous Solution", J. Environ. Sci.Health, 28:1977-1982.

Maskan,M. ve Bağcı, H.İ., (2006), "Kızartma İşleminde Kullanılan Ayçiçek Yağının Çeşitli Adsorbantlar Yardımıyla Arındırılması", Türkiye 9. Gıda Kongresi, 24-26 Mayıs, Bolu.

Mehta, P. K., (1983), "Puzzolanic and Cementitious by Products as Mineral Admixtures for Concrete", Flay Ash, Silica Fume, Slag and Other Mineral by-Products in Concrete, 1, ACI SP 9, 23.

Miyagi,A. ve Nakajima, M., (2003), "Regeneration of Used Frying Oils Using Adsorption Processing", JAOCS 80: 91–96.

Motojima,S., Hori,Y., Gakei,S. ve Iwanaga, H., (1995), "Preparetion of Si_3N_4 Whiskers by Reaction of Wheat Husks with NH_3", Journal of Materials Science, 30: 3888-3892.

Nawar, S.S. ve Dona, H.S., (1989), "Removal of Dyes from Effluents Using Low-cost Agricultural By-products", The Science of the Total Environment, 79: 271-279.

Nielsen,S.S., (1993), "Food Analysis", Second Edition, A Chapman & Hall Food Science Title, An Aspen Publication, Githersburg, Maryland.

Özgül-Yücel, S., Tolay, M., Erdağ, S., ve Türkay, S., (2004), "Magnesium Silicate Synthesis from Rice Hull Ash", JAOCS, 81 (6), 619-620.

Proctor, A., (1990), "X-Ray Diffraction and Scanning Electron Microscope Studies of Processed Rice Hull Silica", JAOCS, 67 , 9 : 576-584.

Proctor, A., (2005), "Renewable Biomaterials", Rice Hull & Rice Hull Silica Utilization, Socrates Intensive Programme, Toulouse, France, April 8-25.

Rahmanlar,İ., (2010), "Kızartma Yağlarının Mikrodalga Yöntemi ile Alkolizi", Yüksek Lisans Tezi, Biyomühendislik Bölümü, Yıldız Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Roy, D., Greencaw, P.N. ve Shane, B.S., (1993), "Adsorption of Heavy Metals by Green Algae and Ground Rice Hulls", J. Environ. Sci., Health, 28: 37-50.

Sevinç, M., (2003), " Kimyasal Analiz Yöntemleri Kimya Terimleri Sözlüğü İlaveli", Beril Yayınları, 227-228.

Stahl, E., (1965), Thin-Layer Chromatography. A Laboratory Handbook. New York, Academic Press Inc., Publishers, , London.

Standen, A., (1967), Kirk & Othmer Encyclopedia of chemical technology, 2nd.ed., 19: 608, John Wiley & Sons, New York.

Subbukrishna, D.N., Suresh, K.C., Paul,P.J., Dasappa, S. ve Rajan, N.K.S., (2007), "Precipitated Silica from Rice Husk Ash by IPSIT Process",15th European Biomass Conferance & Exhibition, Berlin, Germany.

Suemitsu, R., Venishi, R., Akashi, I. ve Nakona, M., (1986), "The Use of Dye-stuff Treated Rice for Removal of Heavy Metals from Waste Water", Journal of Applied Polymer Science, 31: 75-85.

Sun, L. ve Gong, K., (2001) , "Silicon-Based Materials from Rice Husks and Their Applications" , Ind. Eng. Chem. Res., 40: 5861-5877.

Taspinar, O. O. ve Ozgul-Yucel S., (2008), "Lipid Adsorption Capacities of Magnesium Silicate and Activated Carbon Prepared from The Same Rice Hull", Eur. J. Lipid Sci. Technol., 110: 742–746.

Teixeira , M.F.S., Cavalheiro, C.C.S., Ramos, L.A. ve Neves E.A., (2003), "The Use of Magnesium Silicate (Talc) in A Potentiometric Sensor for Hydrogen Ions", Applied Clay Science, 23: 323– 328.

Thuadaij, N. ve Nuntiya, A., (2008), "Preparation of Nanosilica Powder from Rice Husk Ash by Precipitation Method", Chiang Mai J. Sci., 35 (1): 206-211.

Varol,D., (2006), "Pirinç Kabuğu Külünden Magnezyum Silikat Üretimi", Yüksek Lisans Tezi, Kimya Mühendisliği Ana Bilim Dalı, İstanbul Teknik Üniversitesi, İstanbul.

Yates, R.A. ve Caldwell, J.D., (1993), "Regeneration of Oils Used for Deep Frying: A Comprasion of Active Filter Aids", JAOCS, 70(5),507-511.

Yates, R.A., Caldwell, J.D. ve Perkins, E.G., (1997), "Diffuse Reflectance Fourier Transform Infrared Spectroscopy of Triacylglycerol and Oleic Acid Adsorption on Synthetic Magnesium Silicate", JAOCS, 74: 289–292.

Yurt,F., (1990), "Uranyum Seyreltik Sulu Çözeltilerinden, İnorganik Adsorbanlar Üzerinde Adsorpsiyonun Araştırılması", Yüksek Lisans Tezi, Nükleer Bilimler Enstitüsü, Ege Üniversitesi, İzmir.

Zevenhoven, R. ve Kohlmann,J., (2001), "CO_2 Sequestration by Magnesium Silicate Mineral Carbonation in Finland ", Second Nordic Minisymposium

Zhang,J. S. ve Khatıb, J. M., (2008), "Using Wheat Husk Ash Waste in The Production of A Sustainable Real Estate Construction Material", Real Estate and Development Economics Research Journal, 1(1): 18 – 29.

İNTERNET KAYNAKLARI

[1]http://www.tarimziraat.com/tarim_istatistikleri/bitkisel_uretim/tarla_urunleri_istatistikleri/bugday_uretim_istatistikleri/bugday_istatistikleri/ (İnternet: Tarım ve Ziraat Bilgi Bankası,2010).

[2] http://www.diyadinnet.com/YararliBilgiler-1188&Bilgi=bu%C4%9Fday (2010).

[3] http://tr.wikipedia.org/wiki/Ru%C5%9Feym (İntenet: Vikipedi, 2010).

[4] http://www.usarice.de/usarice_tr/Zusatz_tr1/TuerkischerArtikel1 (İntenet: USA Rice Federation, 2010).

[5] http://www.ricehuskash.com/application.htm (İntenet: Rice Husk Ash, 2009).

[6] http://www.feiplar.com.br/palestras/IRAP.pdf (2010).

[7] http://www.unienerji.com/?p=520 (2009).

[8] http://en.wikipedia.org/wiki/Talc (İntenet: Wikipedia, 2010).

[9] http://www.highbeam.com/doc/1E1-silicate.html (2009).

[10] http://www.runyoutech.com/magnesium-silicate.htm (İntenet: Shangyuchem, 2010).

[11] http ://www. dallas grp. com (İntenet: Dallas Group of America, Inc., 2009).

[12] http://www.etoplum.com/talk-madeni-kullanim-alanlari-hakkinda-bilgi.html (2010).

[13] http:// www.docbrown.info/page 01/AqueousChem/ AqueousChem.htm (2010).

[14]http://chem.kstu.ru/butlerov_comm/vol1/cd-a1/data/jchem&cs/english/n4/e4/iii.htm (2010).

ÖZGEÇMİŞ

Doğum tarihi	20.01.1986	
Doğum yeri	Erzurum	
Lise	2001-2003	Muğla Anadolu Lisesi
	2003-2004	Bursa Milli Piyango Anadolu Lisesi
Lisans	2004-2008	Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya-Metalurji Fakültesi
		Kimya Mühendisliği Bölümü
Yüksek Lisans	2008-2010	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü
		Biyomühendislik Anabilim Dalı