

**T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**AT KESTANESİ KABUKLARINDAN KİMYASAL
AKTİVASYON YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN AKTİF
KARBONLARA GÜMÜŞ ADSORPSİYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Şule KIRKIL

Enstitü Anabilim Dalı : KİMYA
Enstitü Bilim Dalı : ANORGANİK KİMYA
Tez Danışmanı : Yrd.Doç.Dr.Esra ALTINTIĞ

Haziran 2014

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

AT KESTANESİ KABUKLARINDAN KİMYASAL
AKTİVASYON YÖNTEMİ İLE ELDE EDİLEN AKTİF
KARBONLARA GÜMÜŞ ADSORPSİYONU


YÜKSEK LİSANS TEZİ

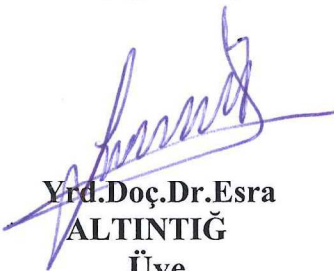
Şule KIRKIL

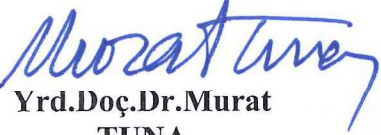
Enstitü Anabilim Dalı : KİMYA

Enstitü Bilim Dalı : ANORGANİK KİMYA

Bu tez 07 / 07 /2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.


Yrd.Doç.Dr.Fusun
BOYSAN
Jüri Başkanı


Yrd.Doç.Dr.Esra
ALTINTIĞ
Üye


Yrd.Doç.Dr.Murat
TUNA
Üye

TEŐEKKÜR

Çalıőmalarım süresince her türlü konuda bana destek olan danıőman hocam Yrd. Doç. Dr. Esra ALTINTIĐ' a sonsuz teőekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans dönemim boyunca deneyimlerinden ve bilgilerinden yararlandıđım Kimya Bölüm Başkanı Prof. Mustafa őahin DÜNDAR, diđer öğretim üyeleri ve araştırma görevlilerine göstermiş oldukları ilgilerinden dolayı teőekkür ederim.

Çalıőmalarım sırasında teknik anlamda bana yardımcı olan deđerli arkadaşlarıma teőekkür ederim.

Eđitimim için maddi ve manevi hiçbir fedakarlıktan kaçınmayan deđerli ve sevgili annem ve babama sabır ve anlayıőlarından dolayı sonsuz teőekkür ederim.

Bu tez Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araőtırma Projeleri Koordinatörlüğü tarafından FBly-Tez 2013-50-01-030 no' lu BAPK projesi ile desteklenmiştir.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER.....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ.....	vii
TABLolar LİSTESİ	x
ÖZET	xi
SUMMARY.....	xii
BÖLÜM.1.	
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2.	
AKTİF KARBON	4
2.1. Aktif Karbonun Tanımı.....	4
2.2. Aktif Karbonun Tarihçesi.....	5
2.3. Molekül ve Kristal Yapısı	6
2.4. Kimyasal Yapısı	8
2.5. Aktif Karbonların Sınıflandırılması	9
2.5.1. Toz aktif karbon.....	9
2.5.2. Granül aktif karbon.....	9
2.5.3. Pelet aktif karbon	10
2.5.4. Küresel aktif karbon.....	10
2.5.5. Fibröz aktif karbon	10
2.6. Aktif Karbonların Kullanım Alanları	11
2.7. Aktif Karbonların Hazırlanması	12
2.7.1. Fiziksel aktivasyon	12

2.7.2. Kimyasal aktivasyon.....	13
BÖLÜM.3.	
GÜMÜŞ	15
3.1. Gümüş ve Metalik Gümüş	15
3.2. Antibakteriyel Gümüş	16
3.3. Gümüş Nanopartikülleri	17
3.4. Gümüş Nanopartiküllerin Antibakteriyel Etkisi.....	19
3.5. Gümüşün Zararları	19
BÖLÜM 4.	
MATERYAL ve METOD	21
4.1. Hammadde ve Hazırlanması	21
4.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Cihazlar	21
4.3. Hammaddenin Hazırlanması.....	22
4.4. Nem Tayini	23
4.5. Kül Miktarı Tayini.....	23
4.6. Uçucu Madde Miktarı Tayini	24
4.7. Elementel Analiz	24
4.8. Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Ölçülmesi.....	25
4.9. AAK/Ag Karışımlarının Hazırlanması	25
4.10. AAK/Ag Karışımlarında AgNO ₃ Miktarının Ölçülmesi	26
4.11. AAK/Ag Karışımlarında Ag İyonunun Varlığının Belirlemesi.....	26
4.12. Karakterizasyon.....	26
BÖLÜM 5.	
BULGULAR ve DEĞERLENDİRME	27
5.1. Hammaddenin Analiz Sonuçları	27
5.2. Aktif Karbonun Özellikleri	28
5.3. Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Özellikleri	30
5.4. Sem Görüntüleri	35

5.5. XRD	41
5.6. FTIR	44
5.7. AAK/Ag Karışımlarında AgNO ₃ Miktarları	50
5.8. AAK/Ag Karışımlarında Ag İyonunun Varlığının Belirlenmesi	51
BÖLÜM 6.	
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	52
KAYNAKLAR.....	54
ÖZGEÇMİŞ	59

SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

A	: At keşanesi kabuđu
AAK	: At keşanesi kabuđu aktif karbonu
Ag	: Gümüş
AAK / Ag	: Gümüş destekli at keşanesi kabuđu
BET	: Brunauer-Emmet-Teller
FTIR	: Fourier Transform Infrared (Fourier dönüşümlü infrared Spektroskopisi)
SEM	: Scanning Elektron Microscopy (Taramalı elektron mikroskop)
XRD	: X-Ray Diffraction (X-ışını kırınımı)
⁰ C	: Derece santigrat
K	: Kelvin
μ m	: Mikrometre
Å	: Angstrom
nm	: Nanometre
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
%	: Yüzde
mL	: Mililitre
gr	: Gram
mg	: Miligram
dk	: Dakika

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1. Grafit kristallerin yapısı.....	6
Şekil 2.2. Aktif karbonun gözenek yapısı.....	7
Şekil 3.1. Metalik gümüş	15
Şekil 5.1. 600 °C, 700 °C, 800 °C sıcaklıklarda hazırlanan aktif karbonların adsorbsiyon izotermi.....	30
Şekil 5.2. 700 °C sıcaklıkta ve farklı oranlarda hazırlanan aktif karbonların adsorbsiyon izotermi.....	31
Şekil 5.3. 700 °C sıcaklıkta farklı oranlarda hazırlanan AAK/Ag karışımlarının adsorbsiyon izotermi.....	31
Şekil 5.4. 600 °C, 700°C, 800 °C sıcaklıklarda hazırlanan aktif karbonların gözenek Dağılımları	33
Şekil 5.5. 700 °C sıcaklıkta ve farklı emdirme oranlarında hazırlanan aktif karbonların gözenek dağılımları	34
Şekil 5.6. 700 °C sıcaklıkta ve farklı oranlarda hazırlanan AAK/Ag karışımlarının gözenek dağılımı	34
Şekil 5.7. At kestanesi kabuğunun SEM görüntüsü (100 µm).....	35
Şekil 5.8a. 600 °C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	36
Şekil 5.8b. 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	36
Şekil 5.8c. 800 °C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	36
Şekil 5.9a. 700 °C sıcaklıkta ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	37
Şekil 5.9b. 700 °C sıcaklıkta ve 8 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	37

Şekil 5.9c. 700 °C sıcaklıkta ve 16 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	37
Şekil 5.9d. 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm).....	37
Şekil 5.10a.700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,25 karışımının SEM görüntüsü (50 µm).....	38
Şekil 5.10b.700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,5 karışımının SEM görüntüsü (50 µm).....	38
Şekil 5.10c.700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,75 karışımının SEM görüntüsü (50 µm).....	39
Şekil 5.10d. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20 -1 karışımının SEM görüntüsü (50 µm).....	39
Şekil 5.11a. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20 -0,25 karışımının SEM görüntüsü (1 µm).....	40
Şekil 5.11b. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag -20/20- 0,50 karışımının SEM görüntüsü (1 µm).....	40
Şekil 5.11c. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20- 0,75 karışımının SEM görüntüsü (1 µm).....	40
Şekil 5.11d. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20- 1 karışımının SEM görüntüsü (1 µm).....	40
Şekil 5.12. At keşanesi kabuğunun XRD spekturumu.....	41
Şekil 5.13a. 700 °C ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) XRD spekturumu.....	42
Şekil 5.13b.700 °C ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) XRD spekturumu.....	42
Şekil 5.14. 700 °C ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) ve AAK/Ag karışımlarının (20/20) XRD spekturumu.....	43
Şekil 5.15. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag karışımlarının (20/20) XRD spekturumu.....	43
Şekil 5.16. At keşanesi kabuğunun FTIR spekturumu.....	44
Şekil 5.17a. 700 °C ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) FTIR spekturumu.....	45
Şekil 5.17b. 700 °C ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) FTIR spekturumu.....	45

Şekil 5.18a. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının FTIR spektrumu	46
Şekil 5.18b. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının FTIR Spektrumu	46
Şekil 5.18c. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının FTIR spektrumu.....	46
Şekil 5.18d. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumu	47
Şekil 5.19a. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının FTIR spektrumu	47
Şekil 5.19b. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının FTIR spektrumu	47
Şekil 5.19c. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının FTIR spektrumu	48
Şekil 5.19d. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumu	48
Şekil 5.20. 700 °C' deAktif karbonların (20/20) karşılaştırmalı FTIR Spektrumları.....	49
Şekil 5.21. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20 karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları	49
Şekil 5.22. 20/20 oranlı AAK/Ag karışımlarının karşılaştırılmalı AgNO ₃ yüzdeleri	50
Şekil 5.23. 20/20 oranlı AAK/Ag karışımlarının dalga boyu değerleri.....	51

TABLULAR LİSTESİ

Tablo 3.1. Geleneksel ve geleneksel olmayan yöntemler	18
Tablo 4.1. Emdirme oranları	22
Tablo 4.2. AAK/Ag karışım oranları	25
Tablo 5.1. At kestanesi kabuğunun analiz sonuçları.....	27
Tablo 5.2. At kestanesi kabuğunun elementel analiz sonuçları	27
Tablo 5.3. Elde edilen aktif karbonların verimleri	28
Tablo 5.4. Elde edilen aktif karbonun nem, kül ve uçucu madde miktarı analiz sonuçları	29
Tablo 5.5. 700 °C ve 24 saat süreli 20/20 oranlı aktif karbonun elementel analiz sonuçları	29
Tablo 5.6. Diğer aktif karbonların elementel analiz sonuçları.....	30
Tablo 5.7. Aktif karbonlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri	32
Tablo 5.8. AAK/Ag karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri	33
Tablo 5.9. AAK, üretilen aktif karbonların ve AAK/Ag karışımlarının tanımlanabilen fonksiyonel özellikleri.....	49
Tablo 5.10. 20/20 oranlı AAK/Ag karışımlarında bulunan AgNO ₃ yüzdeleri.....	50

ÖZET

Anahtar kelimeler: At Kestanesi Kabuğu, Aktif Karbon, Gümüş, Antibakteriyel Etki

Aktif karbon herhangi bir şekilde yapısal formül veya kimyasal analiz ile karakterize edilemeyen, oldukça yüksek gözenek ve iç yüzey yapısına sahip karbon atomlarından meydana gelen malzemedir ve laboratuvar ölçekli olarak çok sayıda malzemeden üretilmektedir. Çok iyi bir adsorban özelliğe sahip olan aktif karbon, endüstride birçok alanda kullanılmaktadır.

Gümüş antibakteriyel özelliği sahip yıllardır bilinen bir metaldir. Gümüş içeren malzemelerin güçlü antibakteriyel etkileri ve toksik olmaması çeşitli alanlarda kullanılmalarını sağlar. Özellikle son yıllarda su arıtımı, medikal cihazların dezenfeksiyonu gibi alanlardaki kullanımı artmaktadır.

Bu çalışmanın amacı, aktivasyon ve karbonizasyon yöntemi kullanılarak, at kestanesi kabuğundan aktif karbon üretilmesi ve elde edilen aktif karbona gümüşün kimyasal indirgenme yöntemi ile bağlanmasıdır (AAK/Ag). Bu çalışmada kimyasal aktivasyonda emdirme oranı, aktivasyon sıcaklığının etkisi ve emdirme süresi incelenmiştir. Kimyasal aktivasyon aracı olarak $ZnCl_2$ kullanılmıştır. Emdirme oranları 1/1, 1/2, 1/3 ve 1/4 olarak uygulanmıştır. $ZnCl_2$ ile yapılan aktivasyonda karbonizasyon sıcaklığı $600\text{ }^{\circ}C$, $700\text{ }^{\circ}C$ ve $800\text{ }^{\circ}C$ olarak uygulanmıştır. Karbonizasyon işlemi sırasında 50 mL/dk akış hızında azot gazı geçirilmiştir. Üretilen aktif karbonların en yüksek yüzey alanı $700\text{ }^{\circ}C$ sıcaklıkta, 24 saat emdirme süresinde ve 1/1 emdirme oranında elde edilen aktif karbonda $926,6\text{ m}^2/g$ olarak belirlenmiştir.

At kestanesi kabuğu, aktif karbon ve elde edilen AAK/Ag karışımları Brunauer-Emmet-Teller (BET), Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM), Fourier Dönüşümlü İnfrared spektroskopisi (FTIR) ve X-Işını Kırınımı (XRD) metotları kullanılarak karakterizasyonları gerçekleştirilmiştir.

ADSORPTION TO Ag⁺ IONS THAT IS HORSE CHESTNUT SHELL FROM CHEMICAL ACTIVATION METHOD ACTIVATED CARBON

SUMMARY

Key Words: Horse Chestnut Shell, Activated Carbon, Silver, Antibacterial Effect

Activated carbon is a material that cannot be characterized with any kind structural formula or chemical analysis and have high pore and internal surface structure and have produced by several kind of materials as lab scale. Activated carbon which is a good adsorbent is being used at several industry.

Antibacterial feature of the silver is being used for years. Strong antibacterial effects and nontoxicity of silver containing materials let them to be used in various fields. Especially in the recent years its use for water treatment and disinfection of medical devices have increased.

The aim of this study is producing activated carbon from conker by using activation and carbonization method and connection of silver to activated carbon by chemical reduction method (AAK/Ag). In this study impregnating rate, effect of activation temperature and impregnation time on chemical activation has investigated. ZnCl₂ is used as chemical activation tool. Impregnation rates are applied as 1/1, 1/2, 1/3 and 1/4. Carbonization temperatures are applied as 600 °C, 700 °C and 800 °C for the activation which is performed with ZnCl₂. Azote gas with 50 mL/min. flow speed has passed during carbonization procedure. The highest surface area of the produced activated carbons has determined as 926,6 m²/g at 700 °C, 24 hours impregnation time and 1/1 impregnation rate.

Conker shell and gathered AAK/Ag mixtures characterizations have performed by using Brunauer-Emmet-Teller (BET), Scanning Electron Microscope (SEM), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and X-Ray Diffraction (XRD) methods.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Aktif karbon, uygulama alanı çok geniş olan ve tarihi çok eskilere dayanan bir adsorbans maddedir. Aktif karbon, herhangi bir şekilde yapısal formül veya kimyasal analiz ile tanımlanamayan, yüksek iç yüzey alanına ve karbon içeriğine sahip adsorbans malzeme olarak tanımlanmaktadır. Aktif karbon, laboratuvar ölçekli olarak karbon içeriğine sahip birçok malzemeden üretilebilmektedir. Kullanılacak hammadde için bir sınırlama olmamasına rağmen, düşük inorganik yapılı, yüksek karbon içeriğine sahip ucuz hammaddeler, aktif karbon üretimi için tercih edilmektedir. Elde edilen aktif karbonlar suyunun iyileştirilmesi, endüstriden gelen organik ve inorganik kirliliklerin giderilmesi, kataliz, havanın saflaştırılması, soy metallerin iyileştirilmesinde ve enerji depolamasında yaygın bir şekilde kullanılmaktadır [1, 2, 3].

Adsorbans olarak eski zamanlarda, kömürden elde edilen aktif karbonlar kullanılmaktaydı. Ancak aktif karbonun kömürden elde edilmesi çok maliyetli olduğu için alternatif aktif karbon elde etme metodları üzerindeki çalışmalar sonucunda bitkisel materyallerden aktif karbon elde etme metodları geliştirilmiştir. Bu yöntemle hem atık bitkisel materyaller ekonomiye kazandırılmakta, hem de aktif karbon elde etme maliyeti düşürülmektedir. Günümüzde bitkisel materyallerden sentezlenen aktif karbonlar, kömürden elde edilen aktif karbonlara göre ekonomik olması sebebiyle daha fazla tercih edilmektedir. Ayrıca bu tarımsal ürünlerden elde edilen aktif karbonların yüzey alanlarının yüksek olması, aktif karbonların üretilmesinde ham materyal olarak kullanılmasında etkili bir faktör olmuştur [4, 5, 6].

Gümüş iyonlarının geniş spektrumlu antibakteriyel aktivitelerinin yanında güçlü bakteriyel etkileri uzun zamandır bilinmektedir ve bu yüzden antibakteriyel avantajları sayesinde ticari olarak kullanılmaktadır. Gümüş nanopartikülleri tekstili

de içine alan birçok alanda bakteri gelişimini engellemek için kullanılmaktadır. Gümüş partikülleri, hacim oranlarına göre geniş yüzey alanlarıyla ki bu durum mikroorganizmalar ile daha iyi bir temas sağlamakta, iyi bir antibakteriyel özellik sergilerler [7, 8, 9, 10].

Saka 2012 yılında Mardinden topladığı meşe palamutu kabuklarından $ZnCl_2$ aktivasyonu ile aktif karbon elde etmiştir. Yaptıkları çalışmada farklı sıcaklıklarda ($300, 400, 500, 600$ °C), farklı aktivasyon sürelerinde elde ettikleri aktif karbonlardan 24 saat emdirme ve 30 dakika aktivasyonda yapılan 600 °C' deki aktif karbonların BET alanı 1289 m²/g olarak bulmuştur [3].

Yorgun ve arkadaşları Paulownia ağacından $ZnCl_2$ aktivasyon ile farklı aktivasyon sıcaklığı ve emdirme oranı kullanarak aktif karbon elde etmişlerdir. Elde edilen ürünler gözenek yapıları SEM fotoğrafları ile belirlenmiş ve en yüksek yüzeyi alanı 700 °C sıcaklıkta elde ettikleri aktif karbonlarda 2736 m²/g olarak bulmuşlardır [6].

Wang ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, farklı miktarlardaki $[Ag(NH_3)_2]NO_3$ çözeltisi içindeki gümüş iyonunun gözenekli silikaya bağlanması incelenmiştir. Elde edilen numunelerin karakterizasyonu yapılmıştır ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Bu maddelerin Escherichia coli, Staphylococci Aureus ve Basillus'a karşı antibakteriyel özellik gösterdiği vurgulanmıştır [11].

Yang ve arkadaşları bamboo kömürüne kimyasal aktivasyon yöntemiyle gümüş ilave ederek nanokompozit hazırlamış, bu maddenin karakterizasyonunu yaparak antibakteriyel performansını incelemiştir [9]. Maddelerin içerdiği gümüş miktarı arttıkça antibakteriyel özelliğinin de arttığını gözlemlemişlerdir.

Husheng ve arkadaşları nano-SiO₂'e gümüş ve çinko iyonu ilave ederek her iki iyonun bağlanma miktarlarını ve antibakteriyel özelliklerini incelemişlerdir. Bunun sonucunda her iki iyonun da bağlı olduğu maddenin bakterilere karşı daha etkili olduğunu görmüşlerdir [12].

Bu çalışmada, at kestane kabuğundan kimyasal aktivasyon yöntemiyle aktif karbon üretimi gerçekleştirilmiştir. Çalışmada at kestanesi kabuğunu seçmemizin sebebi

yapmış olduğumuz literatür çalışması sonucunda birçok tarımsal atıktan aktif karbon üretilmesine rağmen, at kestanesi kabuğundan elde edilen aktif karbon çalışmasına rastlanılmamış olmasıdır. $ZnCl_2$ kullanılarak gerçekleştirilen üretim için en uygun koşullar belirlenmiştir. Bu amaçla, at kestane kabuğundan elde edilen aktif karbon numunelerinin karakteristik özellikleri X-Ray, FTIR , elemental analiz ve gözenek boyut dağılımları incelenerek en uygun aktif karbon üretim koşulları belirlenmiştir. Ayrıca, üretilen aktif karbon numunelerine gümüş iyonu bağlanarak antibakteriyel özelliği kazanması amaçlanmıştır. Bu şekilde elde edilen aktif karbonların antibakteriyel özellikleri incelenmiştir.

BÖLÜM 2. AKTİF KARBON

2.1. Aktif Karbon Tanımı

Aktif karbon geçmişi çok eskilere dayanan, çeşitli endüstrilerde kullanımı gittikçe artan ve adsorpsiyon amacıyla kullanılan bir maddedir. Aktif karbon; yüksek karbon içeriğine sahip maddelere uygulanan aktivasyon süreci ile iç yüzey alanı ve gözenek hacmi oldukça geliştirilmiş adsorbent malzeme olarak tanımlanabilmektedir [13].

Aktif karbonlar çok çeşitli hammaddelerden hazırlanır. Aktif karbon üretiminde en çok kullanılan hammaddeler kömür, odun ve hindistan cevizi olup bunlardan hazırlanan aktif karbonlar sıvı ve gaz fazda bulunan bazı organik ve inorganik bileşiklerin uzaklaştırılması işlemiyle kullanılmaktadır. Son yıllarda endüstriyel olarak badem kabuğu, seftali çekirdeği, kayısı çekirdeği kabuğu, fındık kabuğu, hurma çekirdeği, pirinç kabuğu gibi tarımsal atıklardan düşük maliyetli aktif karbon üretimi yapılmaktadır [6, 14, 15, 16, 17, 18, 1].

Günümüzde aktif karbon, genel amaçlı adsorbanslar arasında oldukça önemli bir yer işgal etmektedir. Aktif karbon pek çok ekonomik sektörün ilgili olduğu ve farklı endüstrilerde (gıda, ilaç, sağlık, atık su, kimyasal, petrol, madencilik, nükleer, otomotiv vs.) yaygın olarak kullanılan bir adsorbansdır [19, 20, 21, 22].

Aktif karbon fiziksel veya kimyasal aktivasyonla veya bu iki metodun birleşimi ile üretilebilir. Fiziksel aktivasyon, hammaddenin karbonizasyonu sonucunda elde edilen katı ürünün daha sonra bir oksitleyici gaz ile uygun bir sıcaklıkta ısı işleme tabi tutulmasıyla gerçekleştirilir. Uygun sıcaklık, aktivasyonda hava kullanılıyorsa 350-550 °C, eğer buhar veya CO₂ kullanılıyorsa 800-1100 °C'dir. Kimyasal aktivasyonda ise karbonizasyon ve aktivasyon süreçleri, bir aktivasyon kimyasalı varlığında (ZnCl₂, KOH, H₃PO₄, NaOH gibi) eş zamanlı olarak gerçekleşir [6, 22].

Aktif karbonu diğer adsorbanslardan ayıran başlıca özellikler; oldukça geniş bir aralığa yayılan gözenek boyut dağılımı, benzersiz yüzey kimyası ve yüksek yüzey alanıdır. Aktif karbon, büyük iç yüzey alanına ve gözenek hacmine sahip olan amorf bir katıdır. Aktif karbonlar hem sıvı hem de gaz fazdan molekül adsorplayabilirler [23].

2.2. Aktif Karbonun Tarihçesi

Aktif karbonun bilinen en eski kullanımı M.Ö. 3750 yıllarına dayanmaktadır. Mısırlılar ve Sümerliler bronz üretiminde bakır, kalay ve çinkonun redüksiyonunda ağaç kömürünü kullanmışlardır. Odun kömürünün tıp alanında kullanımına ilişkin bilgilere M.Ö. 1550 yıllarına ait Mısır papirüslerinde, daha sonra da Hipokrates ve Pliny kayıtlarında rastlanmıştır. Hipokrates ve Pliny'nin kayıtlarına göre odun kömürü, epilepsiden şarbona kadar geniş bir alanda tedavi amaçlı olarak kullanılmıştır [24].

Aktif karbon, endüstriyel anlamda ilk defa 1811 yılında İngiltere'de, çok az miktarda karbon içeren kemik külü ile şeker çözeltisinin renksizleştirilmesi işleminde kullanılmıştır. Kemik külünün yapısı kalsiyum fosfat ve çok az miktarda karbondan oluşmaktadır. Bu nedenle gerçek anlamda karbon değildir [25]. Bitkisel maddelerden renk giderici olarak kullanılan odun kömürü eldesi 1856-1863 yılları arasında İngiliz patenti olarak yayınlanmıştır [26].

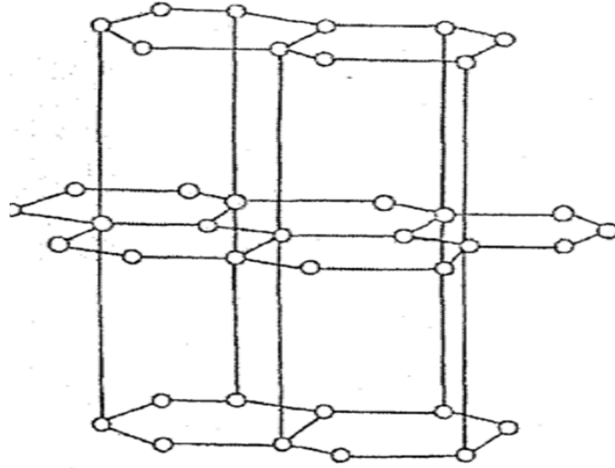
1900'lı yıllarda, aktif karbonun üretimi ve geliştirilmesinde iki çok önemli prosesin patenti alınmıştır. İlk ticari ürünler Eponit patenti altında 1909 yılında ağaç esaslı başlangıç malzemesi, 1911 yılında da turba esaslı başlangıç malzemesi kullanılarak Avrupa'da üretilmiştir.

Aktif karbonun Amerika'daki ilk üretimi ise 1913 yılında Westvaco Corp. tarafından Filteher adı altında, başlangıç malzemesi olarak kağıt üretim prosesinin bir yan ürünü kullanılarak gerçekleştirilmiştir. 1. Dünya Savaşı sırasında ortaya çıkan ihtiyaçlar, aktif karbonun gelişiminde büyük rol oynamıştır. 1918 yılında, koruyucu gaz maskelerinde kullanılmak üzere Hindistan cevizi kabuğundan sert ve granül aktif karbon üretilmiştir. Savaşın ardından aktif karbon şeker pancarının rafine edilmesi ve

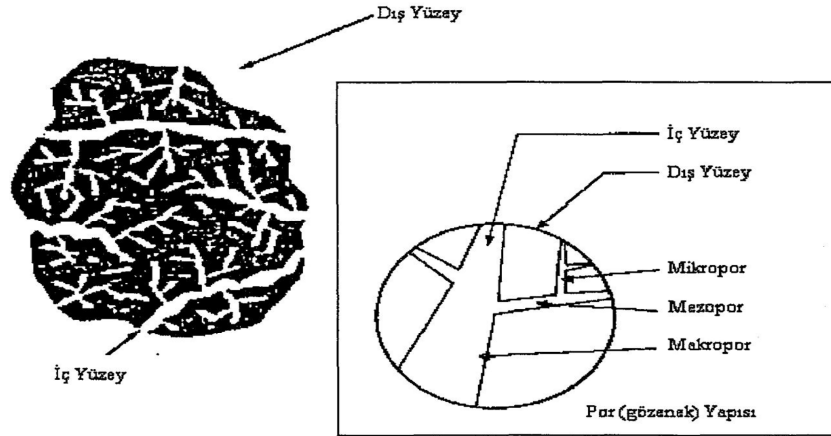
içme suyunun saflaştırılmasında ticari anlamda geniş uygulama alanı bulmuştur. 2. Dünya Savaşıyla birlikte Filipinler ve Hindistan kaynaklı hindistan cevizi ticaretinin sekteye uğraması, yerel hammadde kullanımını zorunlu kılmıştır. Buna bağlı olarak 1940 yılında kömürden aktif karbon üretimine yönelinmiştir. Takip eden yıllarda aktif karbonun üretimi ve kullanımına yönelik gelişme ve yenilikler geri dönüşüm yapılabilir ürün ihtiyacına ve çevre kirliliğini engelleme amacına uygun olarak ilerlemiştir [25].

2.3. Molekül ve Kristal Yapısı

Aktif karbonunu molekül ve kristal yapısını anlamak için bu maddenin yüzey kimyasını anlamak gerekmektedir. Aktif karbonla, karbon siyahı arasındaki fark karbon siyahının daha küçük iç yüzey alanına sahip olmasıdır. Aktif karbon yapısı hakkındaki birçok veri karbon siyahından elde edilmektedir. Karbon siyahı ve aktif karbonun temel birim yapısı saf grafitin yapısına benzemektedir. Karbon siyahı, boyama amacıyla kullanılan bir çeşit renk pigmentidir. Grafit kristalleri birleşik altıgen tabakalar halinde birbirlerine 3,354 Å uzaklıkta zayıf Van Der Waals kuvvetleri ile bağlanmaktadır.



Şekil 2.1. Grafit kristallerin yapısı



Şekil 2.2. Aktif karbonun gözenek yapısı

Karbon-karbon bağları arasındaki uzaklık $1,415 \text{ \AA}$ 'dır. Karbonun 3 elektronu komşu atomlarla düzenli olarak kovalent bağlar yapmakta, geriye kalan bir elektron bağ ise yapılar arasında salınmaktadır. Bu durum karbon atomları arasında çift bağ oluşumunu sağlamaktadır. Bu, grafit için baskın yapıdır. Aktif karbonun yapısı grafitten biraz farklıdır. Karbonizasyon işlemi süresince, birçok aromatik çekirdek (grafittekine benzer) oluşmaktadır. X-ışını ile yapılan incelemeler, bu yapıların altıgen olarak bağlanmış karbon atomlarını içeren mikrokristal yapısında olduğunu göstermektedir. Düzlemlerin yarıçapı 150 \AA 'dır. Mikrokristaller arasındaki uzaklık $20\text{--}50 \text{ \AA}$ 'dır [27].

Aktif karbonun yapısı, grafitte göre düzensizdir. Aktivasyon işlemi süresince kristallerin yüzeylerindeki karbon bağlarının düzenli dizilişi bozulmaktadır. Yapının gelişimi karbonizasyon ve aktivasyon sıcaklıklarının bir fonksiyonudur. Hegzagonal karbon halkları moleküler kırılmaya uğramış, rasgele sıralanmış, biri diğeriyle doğrudan ilişkili grafit kristallerden oluşmaktadır. Bütün yapı bundan dolayı çok düzensizdir ve çoğunlukla 'turbo ince tabakalı' olarak belirtilebilmektedir. Aktif karbonlardaki yüksek mertebeden yapısal bozukluklar nedeniyle, düzlemsel katmanların köşelerindeki karbon atomları için birçok tepkime olasılığı vardır. Sonuç olarak, genellikle kırık grafitik halka sistemlerinin kenarlarında mevzilenmiş oksijen içeren organik fonksiyonel gruplar karbonun yüzeyinde bulunmaktadır [28].

2.4. Kimyasal Yapısı

Aktif karbonun kimyasal yapısı, X-Ray analizi ile incelendiğinde grafit yapılı küçük kristallerden oluştuğu gözlemlenmiştir. Ancak, karbonun grafit yapısındaki tipik üst üste olan tabakalar yoktur. Yapıdaki kristaller, 0,7-1,1 nm kalınlığında ve 2-2,25 nm genişliğindedir. Bu yapı, grafitte gözlenen yapıdan oldukça küçüktür. Kristaller arasındaki boşluklar, amorf yapıdaki karbonlar tarafından doldurulmaktadır. Amorf yapıdaki karbon atomları, diğer atomlarla ve özellikle oksijen atomlarıyla 3 boyutlu bağlar kurmuş haldedir. Aktif karbon yapısı içerisinde karbon atomlarının düzensiz dizilişi, çok sayıda çatlak ve yarıkla parçalanmış durumdadır. Bu parçalanmalar genellikle silindirik şekilli gözeneklerin oluşumunu sağlar. Aktif karbon bünyesinde bulunan büyük miktardaki mikrogözenekler, aktif karbona çok geniş bir yüzey alanı sağlar ki bu da adsorpsiyon özelliklerinin temelini oluşturur [29].

Aktif karbon içerisindeki basit grafitik kristallerin köşe ve uçlarında bulunabilecek yüzey grupları, kimyasal yapının organik bölümünü oluşturur. Yüzey gruplarına kimyasal olarak bağlı hidrojen ve oksijen varlığının, aktif karbonun özelliklerine etkisi vardır. Hava ile teması durumunda karbon, oksijen ile bir bağ yapar. Hammaddede bulunan oksijen ve hidrojen, basit kristal yapı düzeninde önemli rol oynar. Hammadde yapısından bağımsız olarak sıcaklık ve aktivasyon süresinin mikro yapı üzerine etkisi vardır. Karbonizasyon ve aktivasyon süresince, yüksek sıcaklıklarda büyük bir C/H oranı sağlanır [29].

Kullanılan başlangıç maddesine bağlı olarak aktif karbonlar % 1-20 arasında mineral madde içerebilir. Aktif karbondaki mineral madde içeriğini silikatlar, alüminatlar, eser miktardaki kalsiyum, magnezyum, demir, potasyum, sodyum, çinko, kurşun, bakır ve vanadyum gibi inorganik maddeler oluşturmaktadır. Gazlardan ve çözeltilerden elektrolitlerin ve elektrolit olmayan bileşenlerin adsorpsiyonunda, aktif karbon yapısındaki mineral madde içeriği rol oynamaktadır. Yapıda bulunabilecek demir, kalsiyum ve diğer alkali bileşikler, su buharı ile yapılan aktivasyon sırasında katalizör görevi görmektedir. Sodyum ve potasyumun hidroksitleri ve karbonatlarının, dar ve uzun şekilli mikrogözeneklerin oluşumunu arttırdıkları; aynı zamanda bu toprak alkali bileşiklerin, metalik partiküllerin kanallaşması özellikleri ile mezo gözenek oluşumunu zenginleştirdiği bilinmektedir [30].

2.5. Aktif Karbonların Sınıflandırılması

Aktif karbonun özellikleri, yüzey karakteristikleri ve davranışları göz önünde bulundurularak sınıflandırılması karmaşık bir işlemdir. Zira sadece, örneğin yüzey alan gibi tek bir özelliğe göre sınıflandırma yapmak aktif karbonun kalitesi hakkında yeterli fikir vermez. Çünkü adsorplanan molekülün büyüklüğü değiştikçe, kullanılabilir yüzey alanı da değişmektedir. Buna rağmen, yüzey alanı ve gözenek yapısı ile ilgili bilgiler, karşılaştırma amacıyla kullanılabilir. Aslında adsorpsiyon kapasitesi, aktif karbonun kalitesi hakkında fikir verebilecek tek parametre olarak değerlendirilebilmektedir [3].

Aktif karbon toz ve granül şeklinde elde edilebilir. Aynı zamanda bazı özel uygulamalar için pellet, küresel ve fibröz şeklinde de hazırlanır [31].

2.5.1. Toz aktif karbon

Baskın olarak 0,18 mm'den küçük boyutlardaki öğütülmüş karbonlardır. Başlıca sıvı faz uygulamalarda ve baca gazı arıtımında kullanılır. Bu tip aktif karbonunu geniş yüzey alanı ve küçük yayılım mesafesi vardır. Çözelti fazı adsorpsiyonu için kullanılmaktadır. Kullanımı oldukça kolaydır. Karbon çözeltiye eklenir, karıştırılır, kısa bir süre temas ettirilir (5–30 dk.) ve filtrasyonla ayrılır. Bu gruba giren aktif karbonlar, tıbbi uygulamalar ve renk giderme için kullanılmaktadır. Kimyasal yolla aktive edilmiş karbonlara bakıldığında ise bu tip karbonların mikro ve mezo gözenek aralıklarında son derece gözenekli bir yapıya sahip oldukları görülür. Bununla birlikte, buharla aktive edilmiş karbonlarla karşılaştırıldıklarında, kimyasal yolla aktive edilmiş karbonlar daha az hidrofobik ve daha fazla negatif yüklü gözenek yüzeyi sağlarlar [32].

2.5.2. Granül aktif karbon

0,2–5 mm aralığındaki boyutlardaki düzensiz şekillerdeki parçacıklar halindedir. Sıvı ve gaz fazı uygulamalarında kullanılır. Toz aktif karbona göre daha büyük tanecik boyutu ve daha küçük dış yüzey alanına sahiptir. Gaz ve sıvı adsorpsiyonu

uygulamalarında tercih edilmektedir. Tanecik boyutu uygulama sürecine göre değişir.

2.5.3. Pelet aktif karbon

Basınçla sıkıştırılmış ve 0,8–5 mm çapında silindirik yapıdadır. Düşük basınç düşüşü sağlamasından, yüksek mekanik dayanıklılığından ve düşük toz içeriğinden dolayı başlıca gaz fazı uygulamalarında kullanılır [33, 34].

2.5.4. Küresel aktif karbon

Katori ve çalışma arkadaşları ile Nagai ve çalışma arkadaşları katrandan küresel aktif karbon üretmişlerdir. Katran, naftalin ve tetralin içerisinde eritilerek küresel aktif karbon elde edilmektedir. Bu küreler nafta çözücüsü ile temas ettirilmekte ve naftalin ekstrakte edilmektedir. Bu şekilde gözenek yapısı oluşturulmaktadır. Bu gözenekli küreler ağırlıkça % 30 oksijen içeren oksidasyon gazlarının varlığında 373 – 673 K arasındaki bir sıcaklığa ısıtılmaktadır. Katran küreler, oksijenin % 10'unu kimyasal olarak adsorplar. Okside küreler, amonyak ile 423 – 973 K sıcaklıkları arasında ısıtılır. Daha sonra CO₂ veya buharla aktive edilir. Bu karbonların yüksek mekanik dayanıklılığı vardır ve SO₂, NO₂ adsorpsiyon kapasitesi çok yüksektir [35].

2.5.5 Fibröz aktif karbon

Aktif karbon lifleri; fenolik reçine, poliakrilik reçine, viskon gibi sentetik liflerin yüksek sıcaklık ve inert atmosferde karbonizasyonu ve ardından dikkatlice aktivasyonu ile elde edilen yapılardır. Elde edilen bu yapının diğer aktif karbonlara göre başlıca üstünlükleri;

- Dar ve düzgün mikro gözenek yapısı ile soğurulacak faz ile daha kolay etkileşim sağlaması,
- Küçük ve düzgün lif yarıçapı ile daha hızlı adsorpsiyon ve desorpsiyon sağlaması,
- Grafit yapısı sayesinde daha yüksek elektrik iletkenliğine ve daha yüksek sıcaklık dayanımına sahip olması,

- Daha kuvvetli ve elastik yapısıyla kağıt ve giysi gibi farklı uygulama alanlarında kullanılabilmesi.

Tüm bu özellikleriyle aktif karbon liflerin gelecekte çok geniş kullanım alanlarına sahip olacakları düşünülmektedir [36].

2.6. Aktif Karbonların Kullanım Alanları

Günümüzde yaygın şekilde kullanılan aktif karbonların kullanım alanları, genel olarak buhar ve sıvı faz uygulamaları şeklinde sınıflandırılmaktadır [1].

Sıvı faz uygulamalarında; toz, granül ya da şekilli aktif karbonlar kullanılır. Bu şekilde kullanılan aktif karbonlarda makropor hacmi önemli oranda fazladır. Bu durum, aynı zamanda büyük moleküllerin adsorpsiyonunu önemli ölçüde artırmaktadır. Bu aktif karbonlar çözümlerde kirliliklere neden olabilecek renk, koku, tat gibi etkilerin giderilmesini sağlarlar [37].

Sıvı faz adsorpsiyonu uygulamalarında aktif karbonlar; endüstriyel, içme ve yeraltı sularının işlenmesinde renk giderici ve kimyasal saflaştırıcı olarak, yüzme havuzlarında organik içeriklerin uzaklaştırılması için ozon enjektresi, kloramin seviyesinin kontrolü ve kalan ozonun uzaklaştırılmasında, yüksek saflıkta su elde etmede ve son yıllarda maden cevherlerinden altın elde etmede kullanılmaktadır [1, 12].

Gaz faz uygulamalarında 1000-2000 m²/g yüzey alanına sahip ve sıvı faz uygulamalarında kullanılan aktif karbonlardan daha dayanıklı, daha yüksek yoğunluğa sahip granül halde veya farklı şekillere sahip aktif karbonlar kullanılmaktadır. Gaz fazda en önemli aktif karbon uygulama alanları; çözücü geri kazanımı, karbondioksit üretimi, aminlerin, merkaptanların ve alkollerin adsorpsiyonu, endüstriyel havalandırma işleminde organik buharların adsorpsiyonu, filtre birimleri ve baca gazlarından ağır metallerin uzaklaştırılmasıdır. Gaz maskelerinde aktif karbon, zehirli gazlardan, kimyasal mücadelede kullanılan maddelerden, savaşta kullanılan çeşitli gazlardan korunmada kullanılmaktadır. Gaz maskelerinin savaşta önemi ilk olarak 1. Dünya savaşında, klor gazının

kullanılmasıyla anlaşılmıştır. Bu boğucu gazın etkisini gidermek için granüler aktif karbon içeren gaz maskeleri geliştirilmiştir. Kimyasal savaşın devam eden korkusu, çok daha gelişmiş gaz maskelerinin gelişimine önderlik etmiştir. Kullanılabilecek saldırı gazlarının çok çeşitli olması nedeniyle aktif karbonlar hem fiziksel adsorpsiyonla (siner gazları gibi), hem de kimyasal adsorpsiyonla (hidrojen siyanid, siyanojen klorid gibi) gazların uzaklaştırılması için gerekli olmuştur. Bu nedenle aktif karbon bakır, krom, gümüş ve bazen organik türleri de içeren metal bileşiklerin kompleks bir karışımıyla impregnasyon (emdirme) yapılmıştır [1, 24, 38].

2.7. Aktif Karbonların Hazırlanması

Eskiden aktif karbonlar odun, lignin gibi maddelerden elde edilirken günümüzde teknolojinin gelişmesi ve buna paralel olarak gıda üretimi ve diğer üretim alanlarında ortaya çıkan atıkların çevre ve dolayısıyla insan sağlığına verdiği zararlar göz önüne alındığında bu atıkların hem çevreye olan zararlarının azaltılması hem de ülke ekonomilerine kazandırılması için bitkisel materyallerden aktif karbon üretimi büyük önem kazanmıştır. Bu amaçla atık ham bitkisel materyaller aktif karbona dönüştürülürken çeşitli aşamalardan geçirilirler. Bu aşamalarda amaç bitkisel materyalde var olan karbon iskeletinin ortaya çıkarılması ve eğer varsa ham materyalin yapısındaki diğer karbon içermeyen yapıların karbon iskeletinden uzaklaştırılmasıdır [6, 22].

Bir diğer aşama ise, porozitesinin yükseltilmesidir. Bu amaçlar doğrultusunda ham materyal önce aktivasyon işlemine daha sonra da karbonizasyon işlemine tabi tutulur. Aktivasyon işleminde yapı parçalanarak karbon iskeletinin ortaya çıkması sağlanıp, daha sonra karbonizasyon ile porların genişletilmesi gerçekleştirilir. Aktivasyon işlemi iki şekilde gerçekleştirilmektedir [1, 6, 22].

2.7.1. Fiziksel aktivasyon

Fiziksel aktivasyon iki basamakta gerçekleşir. Bu basamaklar karbonlu materyalin karbonizasyonu ve devamında, uygun oksidasyon gazı içinde (örneğin; CO₂, buhar, hava veya bunların karışımı ile) sıcaklığın artırılması ile aktivasyonunun

sağlanmasıdır. Fiziksel aktivasyonda genellikle temiz olması, kolay elde edilebilmesi, 800 °C' de yavaş reaksiyon vermesinden ve kolay kontrol edilebilmesinden dolayı CO₂ tercih edilir. Bu metotta, pirinç kabuğu, mısır koçanı, meşe ağacı, mısır kabuğu, kamış, fındık, yerfıstığı, badem kabukları ham materyal olarak tercih edilir. Karbonizasyon sıcaklığı, 400-850 °C ve bazen 1000 °C' ye ulaşır ve aktivasyon sıcaklığı, 600-900 °C arasındadır. Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonlar, adsorbent olarak veya filtrelerde fazla tercih edilmezler [38].

2.7.2. Kimyasal aktivasyon

Kimyasal aktivasyon işlemi, genel olarak, kimyasal aktifleyici bir madde ile hammaddenin belirli bir sıcaklıkta bozundurulması esasına dayanmaktadır. Kimyasal aktivasyon prosesinde hammadde dehidrasyon maddesi ve oksitleyici ortam olarak fonksiyon gösteren bir aktive edici madde ile karıştırılır. Kimyasal aktivasyon prosesinde çinko klorür, fosforik asit, alüminyum klorür, magnezyum klorür, potasyum hidroksit, sodyum hidroksit gibi birçok madde aktivasyon maddesi olarak kullanılabilir, fakat bunlardan en sık kullanılanları çinko klorür, potasyum hidroksit ve fosforik asittir [39].

Kimyasal aktivasyon prosesinin mekanizması kullanılan aktivasyon maddesine göre farklılık göstermektedir. Dolayısıyla kimyasal aktivasyon prosesine etki eden parametreler de kullanılan aktivasyon maddesine bağlı olmaktadır. Örneğin: lignin ile yapılan çalışmada ZnCl₂ ve H₃PO₄ için en uygun aktivasyon sıcaklığının 500-600 °C arasında belirlenirken; NaOH, KOH, K₂CO₃ ve Na₂CO₃ gibi alkali metal içeren aktivasyon maddeleri için bu değer 500-800 °C arasında olduğu belirlenmiştir. Alkali metal içeren bileşiklerle yapılan aktivasyon işlemlerinde elde edilen aktif karbonların yüzey alanı 2000 m²/g civarındadır ve bu değerler ticari aktif karbondan oldukça yüksektir [1, 6, 22, 40].

Kimyasal aktivasyon işleminde önemli bir faktör susuz aktivasyon maddesinin, başlangıç kuru maddeye ağırlıkça oranı şeklinde tanımlanan impregnasyon derecesidir. Hammadde ile aktive edici madde, karbonizasyon sürecinden önce aşağıdaki şekillerde muamele edilebilmektedir.

- Hammadde ile aktive edici maddenin fiziksel olarak doğrudan karıştırılması
- Hammadde ile aktive edici maddenin belirli bir derisimdeki çözeltisinin karıştırılması
- Hammadde ile aktive edici maddenin birlikte yoğurularak hamur haline getirilmesinden sonra 110 °C' de kurutulması.

Hammadde ve aktive edici maddenin doğrudan olarak karıştırılması, daha ziyade toz aktif karbon üretimi prosesinde uygulanır. Tanecik aktif karbon üretiminde genellikle çözeltiden impregnasyon yöntemi tercih edilir. Zira bu tür aktif karbon üretiminde aktive edici madde ve tanecik teması daha büyük önem kazanmaktadır.

Aktive edici madde çözeltisi ve hammadde taneciklerinin oda sıcaklığında karıştırılarak bir süre bekletildikten sonra ısı işleme tabi tutulması da uygulanan impregnasyon yöntemleri arasındadır [41].

BÖLÜM 3. GÜMÜŞ

3.1. Gümüş ve Metalik Gümüş

Kimyasal ajan olarak kullanılan gümüş atom numarası 47, elektron dağılımı $Kr.4d^{10}5s^1$, atom ağırlığı 107.868 g/mol, erime noktası $960.8^{\circ}C$, kaynama noktası $1950^{\circ}C$, yükseltgenme basamağı +1, +2, +3 olan bir metaldir [42]. Gümüş, %95'den daha fazla oranda kızılötesi (IR) yansıtırlığa sahiptir. Bu değer herhangi bir elementten daha yüksektir ki gümüşle temas eden radyoaktif enerjinin %95'i onun kaynağına geri dönecektir. Böylece ortamındaki ısı kaybı önemli ölçüde azalacaktır. Bu özelliğinden dolayı gümüşün çevrelediği ortam uzun süre sıcak kalacaktır.



Şekil 3.1.Metalik gümüş

Gümüş, gezegenin en çok ısı iletkenine sahip elementidir. Bununla birlikte ısıyı hızlı ve düzgünce tekstil ürününde baştan başa iletir ve dağıtır. Gümüş aynı zamanda ençok elektrik iletkenliğe sahip elementtir. Yalıtkan iki materyalin birbiriyle sürtünmesi ile oluşan elektrik yük, gümüşün varlığıyla çabucak dağılır. Böylece statik yükün verdiği stres gibi zararlardan korunulur.

Gümüşün, insan vücudu içinde ve dışında bir antimikrobiyal ajan olarak hareket ettiği bilinmektedir. Az miktarlarda kullanıldığı zaman gerekli olan antimikrobiyal etki memeli hücrelere toksik değildir. Antimikrobiyal kullanım için gümüşün en etkili formu, solüsyonlardaki iyon halidir. Gümüş iyonlarının geçmişte antimikrobiyal, antiviral ve antifungal özelliklere sahip olduğu görülmüştür. Dokuların yenilenmesine doğrudan yardım ettiği görülmüştür. Bu fonksiyonların nasıl gerçekleştiği tam olarak bilinmemesine rağmen şunların olabileceğine inanılmaktadır.

- Solunum aygıtı fonksiyonlarını bozmak veya tahrip etmek,
- Tek hücreli mikroorganizmaların hücre zarı fonksiyonlarını tahrip etmek ve
- Hücrenin DNA'sına bağlanarak ve hücre fonksiyonlarını tahrip etmek.

Gümüş bileşikler popöler olarak önemli bir yeniden dirilme maddesi olmaktadır. Oldukça emniyetli ve antimikrobiyal olarak kabul edilmektedir [43].

3.2. Antibakteriyel Gümüş

Modern batı tıbbı gümüş elementini doğal ve suni en etkili antimikrobiyal ajan olarak tanımlamaktadır. Gümüşün ilk antibiyotik madde olduğu düşünülmektedir. Tarihte gümüş metal yaprağı bir sargı bezi olarak kullanılmıştır. Bugün gümüş, neredeyse enfeksiyon kontrolünün kritik olduğu her yerde, bandajlardan yanık tedavisinde kullanılan ilaçlara kadar sağlık ürünlerinde çok geniş spektrumda antimikrobiyal özelliğinden dolayı kullanılmaktadır. Amerika'daki doğan çocuklara doğumdan hemen sonra gümüş içerikli göz damlaları, gözde oluşacak enfeksiyonları engellemek için kullanılmaktadır [43]. Gümüş teknolojisi ayrıca endüstriyel uygulamalarda da karşımıza çıkmaktadır. İçme suyu filtre sistemlerinde, yüzme havuzu filtre sistemlerinde ve savunma sistemlerinde geniş alanda kullanılmaktadır [44].

Gümüşün antimikrobiyal özelliği uzun yıllardır kullanılmaktadır. Örneğin: eski Roma ve Yunan medeniyetlerinde kullanılan gümüş sikkeler suyu temizlemek için kullanılırdı. Bugün gümüş NASA tarafından uzay mekiklerinde aynı amaç için hala

kullanılmaktadır. Gümüş nitrat 1800' lü yıllardan önce çeşitli medikal işlemlerde kullanılmaktaydı. Gümüş nitrat 1800' lü yıllardan önce çeşitli medikal işlemlerde kullanılmaktaydı. % 1 gümüş nitrat solüsyonu hala gonoreal oftalmi (bebeklerin korneasında oluşabilen ciddi bir enfeksiyon) rahatsızlığını engellemek amacıyla bebeklerde doğumdan sonra bugün yaygın olarak kullanılmaktadır. 19. yüzyılın son çeyreğinde gümüş çeşitli enfeksiyon yapan bakterileri engellemek ve tedavi etmek amacıyla farklı şekillerde kullanılmaktadır [43].

Günümüzde farklı patojenik bakterilerin sebep olduğu enfeksiyon hastalıklarına ve antibiyotiklere karşı direnç gösteren mikroorganizmaları öldürmek için yeni antibakteriyel ajanların bulunması büyük önem taşımaktadır. Antibakteriyel ajanlar organik ve inorganik malzemelerden oluşmaktadır. Örneğin; zeolitler, kalsiyum fosfat, silika, karbon fiberleri, gözenekli silika ve aktif karbon inorganik gümüş içeren destekleyici antibakteriyel malzemeler olarak bilinmektedir. Ayrıca gümüş, çinko, titanyum, magnezyum, bakır, altın gibi çeşitli metal iyonlarının antibakteriyel etkilerinin olduğu bilinmekte ve uzun yıllardır kullanılmaktadır. Bu metal iyonları bakterilerin metabolizmalarına girerek enzimlerini etkisiz hale getirmektedirler. Özellikle gümüş iyonlarının diğer metal iyonlarına göre bakterileri öldürücü, güçlü inhibitör ve geniş spektrumlu antibakteriyel etkilere sahip olduğu bilinmektedir. Gümüş temelli antibakteriyel malzemeler patojenlerin etrafına gümüş iyonlarını bırakarak inhibitör etkilerini gösterirler. Aynı zamanda ortamdaki su molekülleri ile etkileşimde bulunarak gümüşün inhibitör etkisini azaltırlar. Eğer gümüş gözenekli taşıyıcılara immobilize edilirse gümüş iyonunun ayrılma zamanı gecikecek ve gümüş iyonunun inhibitör etkisi arttırılacaktır. Böylece gümüş destekli malzemeler antibakteriyel uygulamalar için büyük önem kazanmış olacaktır. Sözü edilen bütün antibakteriyel ajanlar, hastane ve okul gibi toplu kullanım yerlerindeki banyo ve tuvalet fayansları, mutfak eşyaları, kırtasiye, oyuncak, tekstil sanayi, su arıtımı, hava filtreleri, yanık tedavileri, güneş losyonları ve dişçilik malzemelerinde yaygın olarak kullanılmaktadır [4, 12, 45, 46].

3.3. Gümüş Nanopartikülleri

Gümüş bin yıllar önce Çin' de ve Hindistan' da tıpta kullanıldığı bilinmektedir. Başlangıçta gümüş su kaplarında tıbbi amaçlar için kullanıldığı belgelenmiştir [47].

Nanoteknoloji ve nanopartikül üretimi geliştikçe, gümüş içeren nanopartiküller de bu gelişmenin önemli kısmında yer almaktadır. İlk nanopartiküllerin sentezlendiğinden itibaren, onların uygulanması bilimin birçok farklı alanlarında kendi yerlerini almaktadır. Gümüş sanayide en çok kataliz, bakterisit ajan, gerçek zamanlı optik sensör gibi alanlarda yaygın kullanılmaktadır [48].

Gümüş içeren nanopartiküllerin üretiminde birçok yöntem bilinmektedir. Bilinen yöntemleri geleneksel ve geleneksel olmayanlar diye iki gruba ayırabiliriz [49].

Çizelge 1.1’ de bu yöntemlerle ilgili detaylar verilmektedir.

Tablo 3.1. Geleneksel ve geleneksel olmayan yöntemler

YÖNTEMİN ADI	USUL	AVANTAJLARI	DEZAVANTAJLARI
Geleneksel Yöntemler	AgNO ₃ ve diğer gümüş tuzlarının indirgenmesi	Yüzey alanının hacme olan oranının yüksek olması	Partikül Boyutları 10 nm’ den küçük olması
Geleneksel Olmayan yöntemler	Gözenekli katı matrislerde sıcaklık indirgenmesi; metalin katı destek içine buhar faz yoğunlaşması; gümüş tuzu çözeltisinin elektrolizi	Yüksek enerji emmeliği	Geniş partikül boyutları; parçacıkta kristallik eksikliği

Gümüş içeren nanopartiküller genellikle kimyasal indirgeme yöntemi ile hazırlanmaktadır. Gümüş nitrat metal öncü olarak, hidrat ise indirgeyici ajan olarak kullanılmaktadır [50]. Sanayide en çok gümüş tuzlarının indirgeme yöntemi yaygın olmakta ve bu yöntem aynı zamanda geleneksel yöntem olarak da söylenmektedir. En yaygın yöntem olmasına rağmen, su ve reaktif saflığı, camların temizliği bu yöntem için kritik parametrelerdendir. Çözeltinin sıcaklığı, metal tuzlarının konsantrasyonu, indirgeyici ajan ve reaksiyon süresi nanopartiküllerin boyutunu

etkilemektedir. Nanopartiküllerin boyutu ve şekli önemli parametreler olmaktadır. Nanopartiküller boyut ve şekillerinin farklılıkları sayesinde kataliz, optik, mikro elektronik ve benzeri gibi birçok alanda farklı özellikler göstermektedirler [51].

3.4. Gümüş Nanopartiküllerin Antibakteriyel Özellikleri

17 ve 18. yüzyıldan beri, gümüş, özellikle gümüş nitrat etkili bir antimikrobiyal ajan olarak bilinir. 19. yüzyılın sonlarında kronik deri cilt ülserlerinin, açık yaraların tedavisinde gümüş nitratın yararlanılmıştır. Gümüşün birçok bakteriye karşı etkili olmasının anlaşılmasından sonra 1880 yılında Alman C.F. Crede yeni doğanlarda ophthalmia neonatorumunu engellemek için profilaktik % 2' lik gümüş nitrat göz solüsyonunu geliştirmiştir. 1968 yılında Fox tarafında gümüş sulfadiazin geliştirilmiş ve bu yanık tedavilerinde en çok kullanılan ve en etkili olan maddelerden biri olmuştur [52].

Antimikrobiyal olarak gümüşün kullanımı eski zamanlara dayanmaktadır. İlk medeniyetler içme sularının depolanmasında ve saflaştırılmasında gümüş metalini kullanmışlardır. Gümüş nitratın antimikrobiyal özelliği 1800'li yıllardan daha önce bilinmekteydi ve 200 yıldan daha fazla süredir de yaraların tedavisinde antiseptik olarak kullanılmaktadır. Crede 1881 yılında yeni doğmuşlarda göz enfeksiyonunu önlemek için % 1' lik gümüş nitrat çözeltisini kullanmaya başlamıştır ve bu yöntem hala kullanılmaktadır [53].

3.5. Gümüşün Zararları

Gümüş insanlar için toksik olmamasına rağmen, gümüşe uzun süre maruz kalan insanlarda göz, deri ya da her ikisindeki pigmentlere zarar verebilir. Bu karakteristik mavi-siyah yara gümüş sülfür vermek için yaralardaki proteinler ve membran ile gümüş iyonlarının etkileşimi ile oluşur [54].

Argyria, yaralara gümüş bileşiklerinin uygulamasından sonra ayrıca gümüşün ağızdan alınmasıyla, kana direk olarak enjekte edilmesiyle, direk solunmasıyla ya da mukozal yüzey uygulamalarıyla meydana gelir. Bu durumdan sonra gümüş absorplanır ve vücudun farklı yerlerine yani gözde, iç organlarda, el, ayak yüz, tırnak

gibi güneşe maruz kalan yerlerine taşınır. Gümüşün birikmesi vücuttaki iç organlarda ve farklı dokularda gösterilmesine rağmen, gümüşün toksik etkisi sadece birkaç durumda gözlenmiştir. Sonuçta, gümüşün diğer metallerle karşılaştırıldığında en az toksik metallerden biri olduğu görülmektedir [53].

BÖLÜM 4. MATERYAL VE METOT

4.1. Hammadde ve Hazırlanması

Bu çalışmada, Sakarya ve çevresinden toplanan at kestanesi kabukları (*Aesculus hippocastanum*) kullanılmıştır. Bu çalışmada toplanan at kestanesi dış kabuklarından kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon üretilmesi amaçlanmıştır. Toplanan kestaneler öncelikle oda sıcaklığında kurumaya bırakılmıştır. Kurutulan kestanelerin dış kabukları alınarak aktif karbon yapılmak üzere 2-4 mm aralığında havan yardımıyla öğütülmüştür.

4.2. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Cihazlar

Kimyasal aktivasyon işleminde $ZnCl_2$ (Spect Assay), pH ayarlanması için HCl (Merck) ve pH ölçümü için Hanna pH 211 marka pH metre kullanılmıştır. Gümüş bağlama işlemlerinde $AgNO_3$ (Merck), NH_3 (Merck), organik asit (Alfa Aesar) ve hidrazin monohidrat (Alfa Aesar) kullanılmıştır. Elde edilen aktif karbon numunelerini yıkamak için etanol (Merck) kullanılmıştır. Yapılan deneysel çalışmalarda miktar ölçümleri Precisa XB 220A marka hassas terazi ve tüm karıştırma işlemleri Wisestir MSH-20A marka magnetik karıştırıcı ile yapılmıştır. Deneysel çalışmalarda aktif karbon üretimi için yapılan karbonizasyon işlemi Proterm marka tüp fırın kullanılarak yapılmıştır. Deneysel çalışmalarda kullanılan saf su Nüve NS112 marka cihazdan sağlanmıştır. Kurutma işlemleri için Mıdo/2/AL marka etüv ve Heraeus Vacutherm marka vakumlu etüv kullanılmıştır. Kimyasal yaş analizler ve kül tayinleri Nüve MF 100 marka fırında gerçekleştirilmiştir. Aktif karbonun çinko iyonu ile yer değiştirmesi sırasında Nüve SL 350 marka çalkalayıcı kullanılmıştır. Maddelerin SEM fotoğrafları Jeol JSM-6060LV marka cihaz, XRD ölçümleri Rigaku marka cihaz, FTIR ölçümleri PERKİN ELMER UATR-TWO

diamond ATR marka cihaz, ICP-OES SPEKTRO MARCOS marka cihaz, UV HITACHI U-2900 Spectrophoto Meter marka cihaz ile yapılmıştır. Elde edilen ürünlerin BET yüzey alanı ölçümleri Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi'nde MICROMERITIC markalı ASAP 2020 model cihaz ile yaptırılmıştır. At kestanesi dış kabuğu ve aktif karbonların içerdiği azot, karbon, hidrojen ve oksijen miktarlarını belirlemek amacıyla uygulanan elemental analiz ölçümleri Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi'nde LECO markalı CHNS 628 model cihaz ile yaptırılmıştır.

4.3. Hammaddenin Hazırlanması

Bu çalışmada at kestane kabuklarından kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon üretilmiştir. Kimyasal aktivasyon için $ZnCl_2$ kullanılmıştır. Deneylede öğütülmüş at kestane kabuğu/ kimyasal madde oranı 1/1, 1/2, 1/3 ve 1/4 olarak belirlenmiştir. Emdirme oranları Tablo 4.1' de verilmiştir. At kestanesi kabuğu örneği ve kimyasal madde karışımları farklı sürelerde (4, 8, 16, 24 saat) manyetik karıştırıcıda karıştırılarak kimyasal maddenin at kestanesi kabuğunun üzerine emdirilmesi sağlanmıştır. Bu süreler sonunda karışım süzülerek kimyasal madde emdirilmiş olan örnekler karışımdan ayrılmış ve etüvde $105^{\circ}C$ ($\pm 5^{\circ}C$) sıcaklıkta ve 24 saatte kurutulmuştur.

Tablo 4.1. Emdirme oranları

At Kestanesi Kabuğu	$ZnCl_2$	Su (mL)	Emdirme Oranı ($ZnCl_2$ /At Kestanesi)
20	20	250	20/20
20	40	250	20/40
20	60	250	20/60

İkinci aşamada ise kimyasal madde emdirilen örnekler farklı sıcaklıklarda (600 , 700 ve $800^{\circ}C$) azot gazı ortamında karbonizasyon işlemine tabi tutulmuştur. Hazırlanan örnekler fırın içine yerleştirilmiş ve sıcaklığı (600 , 700 ve $800^{\circ}C$) ayarlanmış ve işlem boyunca sistemden 50 mL/dk akış hızında 1 saat boyunca azot gazı geçirilmiştir. Karbonizasyon sıcaklığı maksimum değere ulaştıktan sonra örnek bir saat daha bu sıcaklıkta bekletilmiştir. Bu süre sonunda sistem oda sıcaklığına kadar soğumaya bırakılmıştır [22].

Daha sonra elde edilen ürünlere yıkama işlemi uygulanmıştır. Bu amaçla ürünler, 100 mL 1 N HCl çözeltisi bulunan cam behere konulup sıcak yüzeyde 30 dk ısıtılıp karıştırılmış ve süzülerek pH 6-7 oluncaya kadar destile suyla yıkanmıştır. Yıkanan örnek kurutulmak üzere 24 saat ve 105 °C (±5 °C) sıcaklıkta etüve konulmuştur. Örnekler soğutuktan sonra çıkarılıp tartılmıştır ve verim hesapları yapılmıştır. Ürünlerin verimleri Denklem (4.1)' den hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Aktif Karbon Verimi} = (g_2/g_1) \times 100 \quad (4.1)$$

Denklem (4.1)' de g_2 , elde edilen ürünlerin miktarı g_1 , başlangıçta alınan emdirilmiş at kestanesi kabuğunun miktarıdır.

4.4. Nem Tayini

Analiz için hazırlanan örnekten saat camına bir miktar alınarak 103 °C' ye ayarlanmış etüvde 2 saat bekletilmiştir. Numune tartılmış ve iki tartım arasındaki fark eşitleninceye kadar bu işlem tekrarlanmıştır. Nem miktarı, ağırlık yüzdesi olarak Denklem (4.2)' den hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Nem} = [(g_1-g_2)/g_1] \times 100 \quad (4.2)$$

Denklem (4.2)' de g_1 , örneğin başlangıçtaki ve g_2 , örneğin fırında kurutulduktan sonraki ağırlığıdır.

4.5. Kül Miktarı Tayini

Boş bir porselen kroze ve kapağı 600 °C' deki fırına konulmuş, fırından çıkarıldıktan sonra desikatörde soğutulmuş ve iki tartım arasındaki fark 0,1 mg oluncaya kadar bu işlem tekrarlanarak kroze sabit tartıma getirilmiştir.

Sabit tartıma getirilmiş kroze hazırlanan hammaddelen yaklaşık 1 gr konulmuş ve üzeri kroze kapağı ile kapatılarak tartılmıştır. Daha sonra örnek, sıcaklığı 100-105 °C' ye ısıtılmış bir etüvde kurutulmuştur. Bir saat sonra etüvden çıkartılan krozenin kapağı kapatılmış ve desikatörde soğutulduktan sonra tartılmıştır. Bu işleme iki

tartım arasındaki fark 0,1 mg oluncaya kadar devam edilmiştir. Soğutma ve tartım işlemleri sırasında kroze ve hammaddenin havadan nem adsorplamamasına dikkat edilmiştir. Kroze ve kapağı ile hammaddenin beraber tartımından kroze ve kapağın ağırlığı çıkartılmış ve etüvdeki kuru örnek ağırlığı hesaplanmıştır.

Kroze içindeki hammadde, krozenin kapağı açık olarak tüm karbon okside oluncaya kadar 600 °C fırında yakılmıştır. Yakma işleminden sonra fırından çıkartılan krozenin kapağı kapatıldıktan sonra desikatörde soğutulmuştur. Bu işlem yarım saat ara ile iki tartım arasındaki fark 0,1 mg oluncaya kadar tekrarlanmıştır. Kuru kül miktarı ağırlık yüzdesi Denklem (4.3)' den hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Kül} = (g_1/g_2) \times 100 \quad (4.3)$$

Denklem (4.3)'de g_2 , kül ağırlığı ve g_1 , fırındaki kuru örneğin ağırlığıdır.

4.6. Uçucu Madde Miktarı Tayini

Sabit tartıma getirilmiş bir kroze içerisine havada kurutulmuş örnekten 1 gr tartılmış, 950 °C' deki fırına konulmuştur. Kroze fırında 7 dakika bekletildikten sonra fırından çıkarılmış ve desikatörde soğutulurak tartılmıştır. Örnekteki uçucu madde miktarı Denklem (4.4)' den hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Uçucu Madde Miktarı} = [(g_1-g_2)/g_1] \times 100 - M \quad (4.4)$$

Denklem (4.4)' de g_1 , örneğin başlangıçtaki ağırlığı g_2 , örneğin ısıtmadan sonraki ağırlığı, M ise örneğin nem yüzdesidir.

4.7. Elementel Analiz

Hammadde ve aktif karbonun içerdiği azot, hidrojen ve karbon miktarı belirlenmiştir. Elementel analiz Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi'nde LECO markalı CHNS 628 model bir cihaz ile yaptırılmıştır.

4.8. Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Ölçülmesi

BET cihazı katı veya toz numunelerde fiziksel adsorpsiyon yöntemi ile yüzey alanı ölçümleri, mikro, mezo ve makro gözenek boyutunu, gözenek boyut dağılımı düşük basınçlar ve yüksek çözünürlükte tespit edebilmektedir. Cihaz Branauer Emmet ve Teller teorisini kullanarak yüzey alanı hesaplamaktadır. Hammaddenin, aktif karbon ve AAK/Ag karışımının yüzey alanı ve gözenek hacmi ölçümü Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi'nde MICROMERITIC markalı ASAP 2020 model bir yüzey alanı ölçer ile yaptırılmıştır.

4.9. AAK/Ag Karışımlarının Hazırlanması

At kestanesi kabuklarından elde edilen aktif karbonlar (1 gr) sodyum alginat ile 1 saat karıştırılarak aktive edilmiştir. Diğer yandan da 100 ml, 0,25' lik NH_3 ile AgNO_3 katısı 1 saat karıştırılmıştır. Bu süre sonunda iki karışım çift boyunlu bir balonda birbirine karıştırılmış ve hidrazin monohidrat ile azot gazı ilavesi yapılmıştır. Elde edilen bu karışım manyetik karıştırıcıda oda sıcaklığında 4 saat karıştırılmıştır. Daha sonra karışım süzölmüş, saf su ve etanol ile yıkanmış ve bir gece etüvde 60°C sıcaklıkta kurutulmuştur [9]. Bu işlem gümüş iyonunun hidrazin monohidrat indirgeni kullanarak Ag^+ iyonlarının Ag meteline indirgenmesi olayıdır. Bu işlemler AgNO_3 katısının farklı miktarları ile denenmiştir. Kullanılan oranlar Tablo 4.2' de verilmiştir.

Tablo 4.2. AAK/Ag karışım oranları

Numune	Aktive Edilmiş At Kestanesi Kabuğu (gr)	AgNO_3 (gr)
AKK/Ag-0,25	1	0,25
AAK/Ag-0,5	1	0,5
AAK/Ag-0,75	1	0,75
AAK/Ag-1	1	1

4.10. AAK/Ag Karışımlarında AgNO₃ Miktarının Belirlenmesi

At kestanesi kabuğundan elde edilen aktif karbonlarla hazırlanan AAK/Ag karışımlarında % AgNO₃ miktarını belirlemek için örnekler fırında 16 saat boyunca 550 °C sıcaklıkta yakılmıştır. Kullanılan AAK/Ag karışımları 700 °C sıcaklıkta hazırlanan 24 saat 20/20 oranlı AAK/Ag-0,25, AAK/Ag-0,5, AAK/Ag-0,75 ve AAK/Ag-1 karışımlarıdır. AAK/Ag karışımlarını çözmek için 50 mL % 10' luk HNO₃ çözeltisi hazırlanmıştır. AAK/Ag karışımlarının yakılması ile oluşan küller hazırlanan nitrik asit çözeltisinde çözülmüştür ve oluşan karışımlar süzülüp sıvı kısımları ayrılmıştır. Daha sonra gümüş iyonları içeren bu süzüntülerdeki % AgNO₃ miktarları ICP-OES cihazı ile belirlenmiştir. Elde edilen sonuçlar ile karışımlardaki Ag miktarları Denklem (4.5)' den hesaplanmıştır.

$$\% \text{AgNO}_3 = 1,5748 \times c / 10 \times m \quad (4.5)$$

Denklem (4.5)' de m, analiz örneği için gram kütlesi c, örnek solüsyondaki milimetre başına düşen mikrogram olarak gümüş konsantrasyonudur.

4.11. AAK/Ag Karışımlarında Ag İyonunun Varlığının Belirlenmesi

At kestanesi kabuğundan elde edilen aktif karbonlarla hazırlanan AAK/Ag karışımları fırında 16 saat boyunca 550 °C sıcaklıkta yakılmıştır. Kullanılan AAK/Ag karışımları 700 °C sıcaklıkta hazırlanan 20/20 oranlı AAK/Ag-0,25, AAK/Ag-0,5, AAK/Ag-0,75 ve AAK/Ag-1 karışımlarıdır. Bu sırada da AAK/Ag karışımlarını çözmek için 50 mL % 10' luk HNO₃ çözeltisi hazırlanmıştır. AAK/Ag karışımlarının yakılması ile oluşan küller hazırlanan nitrik asit çözeltisinde çözülmüştür ve oluşan karışımlar süzülüp sıvı kısımları ayrılmıştır. Daha sonra 0,01 molar gümüş iyonu içeren çözeltilerdeki Ag iyonun varlığı UV cihazı ile belirlenmiştir.

4.12. Karakterizasyon

Elde edilen örneklerin BET yüzey alanları ve gözenek hacimleri ölçümleri alınmıştır. FTIR spektrumları, XRD ölçümleri ve SEM görüntüleri alınmıştır.

BÖLÜM 5. BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

5.1. Hammaddenin Analiz Sonuçları

Aktif karbon üretiminde kullanılan at kestanesi kabuklarının karakterizasyonu için nem, kül ve uçucu madde analizleri yapılmış ve elde edilen sonuçlar Tablo 5.1’ de , elementel analiz sonuçları Tablo 5.2’ de verilmiştir.

Tablo 5.1. At kestanesi kabuğunun analiz sonuçları

At kestanesi kabuğu	% Ağırlık
Nem	5,20
Uçucu Madde Miktarı	67,72
Sabit Karbon	22,21
Kül	4,87
Toplam	100

Tablo 5.2. At kestanesi kabuğunun elemental analiz sonuçları

At kestanesi kabuğu	% Ağırlık
% C	39,30
% N	2,99
% H	1,34
% O	56,37
Toplam	100

Aktif karbon üretiminde, düşük kül, yüksek sabit karbon ve uçucu madde içeriğine sahip hammaddeler tercih edilmektedir. Literatürde yapılan çalışmalar incelendiğinde uçucu madde içeriği % 20,4 – 67,36, sabit karbon içeriği % 17,62-70,70 ve kül içeriği % 0,3-5,0 arasında bileşen bitkisel atıkların aktif karbon üretiminde kullanıldığı görülmektedir [1,6,18,22]. Bu bağlamda bizim çalışmamızda hammaddenin kısa analiz sonuçlarına göre; düşük kül içeriği (% 4,87) ile yüksek uçucu madde madde (% 67,72) ve sabit karbon (% 22,21) içeriğiyle, at kestanesi

kabuğunun aktif karbon üretimi için uygun bir hammadde olduğu sonucuna varılmıştır.

5.2. Aktif Karbonun Özellikleri

At kestanesi kabuklarının farklı emdirme oranlarında, farklı sıcaklıklarda ve farklı sürelerde karbonizasyon sonucu elde edilen aktif karbonların verimleri Tablo 5.3' de verilmiştir.

Tablo 5.3. Elde edilen aktif karbonların verimleri

Sıcaklık (°C)	Emdirme Oranı (AAK/ZnCl ₂)	Emdirme Süresi (Saat)	Aktif Karbonun Verimi (%)
600	20/20	24	36,42
700	20/20	24	35,87
800	20/20	24	34,43
700	20/20	4	32,23
700	20/20	8	33,07
700	20/20	16	34,21
700	20/20	24	35,87
700	20/40	24	37,05

Emdirme süresi ve emdirme oranı sabit tutularak gerçekleştirilerek elde edilen aktif karbon verimi % 34,43 – 36,42 arasında hesaplanmıştır. Elde edilen verilere göre sıcaklık artıkcı verimin azaldığı görülmektedir.

Karbonizasyon sıcaklığı ve emdirme oranları sabit tutularak gerçekleştirilerek elde edilen aktif karbon verimi % 32,23- 35,87 arasında hesaplanmıştır. Elde edilen verilere göre emdirme süresi artıkcı verimin de arttığı görülmektedir.

Farklı oranlarda ZnCl₂ ile emdirilmesi sonucunda elde edilen aktif karbonların verimleri incelendiğinde verimin en yüksek 700 °C 20 / 20 oranındaki aktif karbon olduğundan yapılan denemelere bu oranla devam edilmiştir.

20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesi ile oluşan aktif karbonun nem, kül ve uçucu madde miktarı analiz sonuçları Tablo 5.4' de verilmiştir. Bu değerler at kestanesi kabuğuyla karşılaştırıldığında kül, nem ve uçucu miktarının beklendiği gibi azaldığı görülmektedir.

Tablo 5.4. 700 °C ve 24 saat süreli 20/20 oranlı aktif karbonun nem, kül ve uçucu madde miktarı analiz sonuçları

At kestanesi kabuğu	% Ağırlık
Nem	5,01
Uçucu Madde Miktarı	12,85
Sabit Karbon	77,93
Kül	4,21
Toplam	100

Tablo 5.5' de at kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesi ile oluşan aktif karbonun elementel analiz sonuçları verilmiştir.

Tablo 5.5. 700 °C ve 24 saat süreli 20/20 oranlı aktif karbonun elemental analiz sonuçları

Aktif Karbon (20/20)	% Ağırlık
% C	81,09
% N	2,25
% H	1,61
% O	15,05
Toplam	100

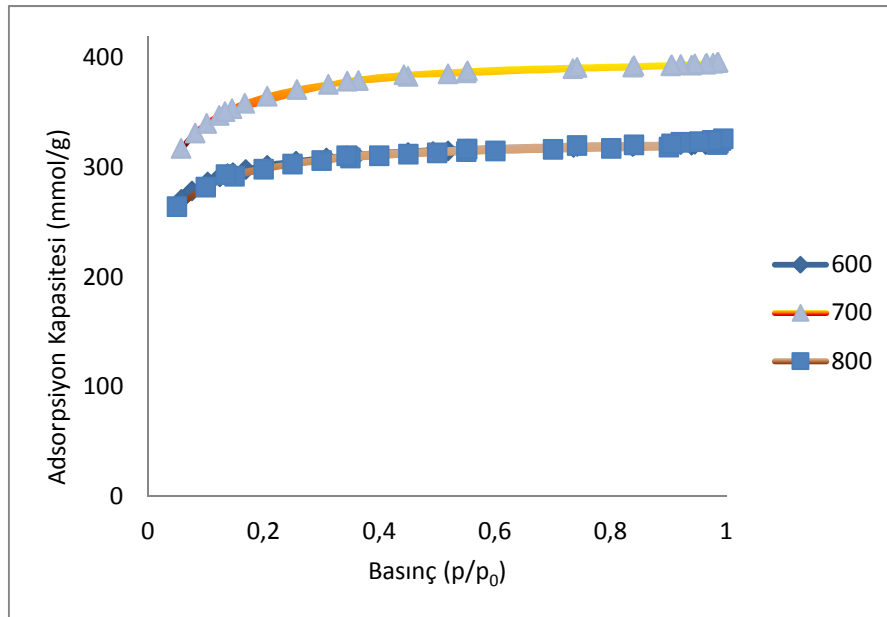
Aktif karbonun elementel analiz sonuçları, at kestanesi kabuğunun elementel analiz sonuçlarıyla karşılaştırıldığında aktif karbonun yapısında bulundurduğu karbon miktarının at kestanesi kabuğunun yapısındaki karbon miktarından daha fazla olduğu görülmektedir.

Diğer aktif karbonların elementel analiz sonuçları Tablo 5.6' da verilmiştir.

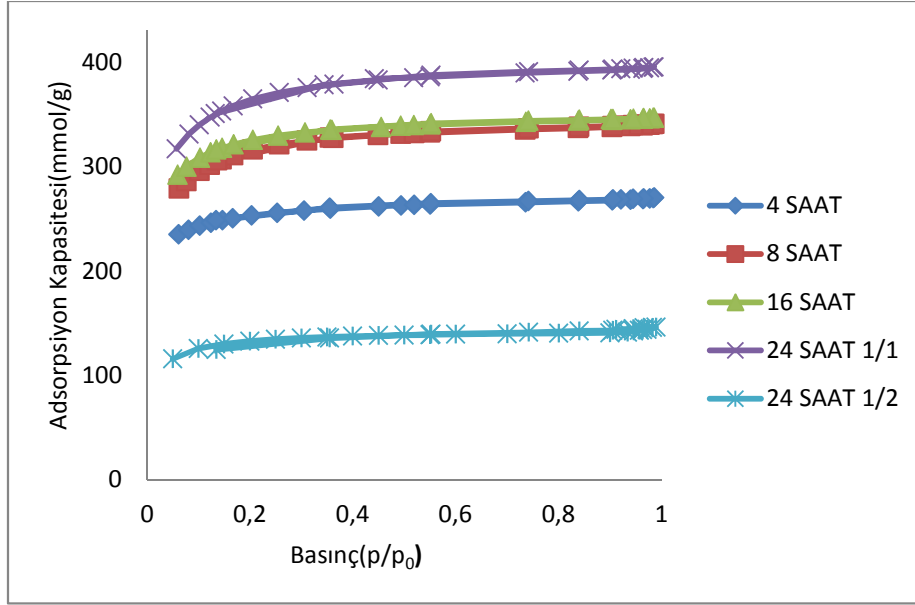
Tablo 5.6. Diğer aktif karbonların elemental analiz sonuçları

Sıcaklık (°C)	Emdirme Oranı (AAK/ZnCl ₂)	Emdirme Süresi (Saat)	% C	% N	% H	% O
600	20/20	24	77,06	1,66	1,75	19,53
700	20/20	24	81,22	2,01	1,40	15,37
800	20/20	24	80,36	2,29	2,26	15,09
700	20/20	4	78,20	1,76	1,50	18,54
700	20/20	8	81,04	1,46	1,52	15,98
700	20/20	16	78,98	1,96	1,91	17,15
700	20/20	24	81,22	2,01	1,40	15,37
700	20/40	24	81,09	2,25	1,61	15,05

5.3. Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Özellikleri



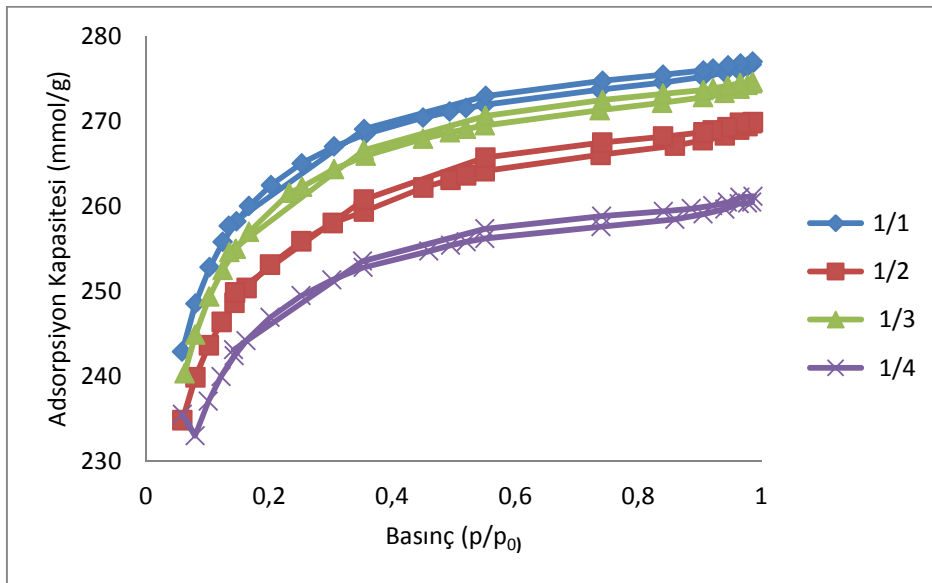
Şekil 5.1. 600, 700, 800 °C sıcaklıklarında hazırlanan aktif karbonların adsorpsiyon izotermi



Şekil 5.2. 700 °C sıcaklıkta ve farklı oranlarda hazırlanan aktif karbonların adsorpsiyon izotermi

Sıvı azot ortamında, azot (N_2) gazı adsorpsiyonu tekniğine dayalı at kestanesi kabuğuna $ZnCl_2$ ile aktivasyonundan sonraki adsorpsiyon izotermi Şekil 5.1 ve Şekil 5.2' de gösterilmiştir. Şekil 5.1 ve Şekil 5.2 incelendiğinde bağıl basınç oranı arttıkça adsorbe edilen miktarın da arttığı görülmektedir. Şekil 5.1 ve Şekil 5.2 izotermi incelendiğinde bütün izotermilerin Langmuir Type1 izotermine uyduğu görülmektedir.

AAK/Ag karışımlarının adsorpsiyon izotermi Şekil 5.3' de gösterilmiştir.



Şekil 5.3. 700 °C sıcaklıkta farklı oranlarda hazırlanan AAK/Ag karışımlarının adsorpsiyon izotermi

Şekil 5.3 incelendiğinde adsorblama miktarının AAK/Ag-20/20 numunesinde daha çok, AAK/Ag-20/80 numunesinde daha az olduğu görülmektedir. İlave edilen gümüş miktarı arttıkça adsorblama miktarının azaldığı görülmektedir.

Tablo 5.7’ de aktif karbonların yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri ve Şekil 5.8’ de AAK karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri karşılaştırılmalı olarak verilmiştir.

Tablo 5.7. Aktif karbonların yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri

Örnek (°C)	Emdirm e süresi (Saat)	Emdirme Oranı (AAK/Ag)	BET yüzey alanı (m ² /g)	Mikro Gözenek alanı (m ² /g)	Dış yüzey alanı (m ² /g)	Toplam gözenek alanı (cm ³ /g)	Mikro gözenek hacmi (cm ³ /g)	Ortalama gözenek boyutu (Å)
600	24	20/20	650,205	316,432	333,773	0,497	0,321	30,602
700	24	20/20	926,669	608,618	318,052	0,496	0,321	21,406
800	24	20/20	796,588	207,836	588,752	0,611	0,308	30,692

Tablo 5.7’ e göre sıcaklığın 600 °C’ den 700 °C’ e yükseltilmesi ile BET yüzey alanı değerinde artış 700 °C’ den 800 °C’ e yükseltilmesi ile BET yüzey alanı değerinde azalma olduğu görülmüştür. Bunun nedeni yüksek sıcaklıkta mikro gözenek duvarlarının yıkılması sonucunda makro ve mezo gözeneklere dönüşmesi ile açıklanabilir [55]. Emdirme süresi arttıkça BET yüzey alanının arttığı belirlenmiştir. Ayrıca emdirme oranının artması ile BET yüzey alanının arttığı tablodan görülmektedir.

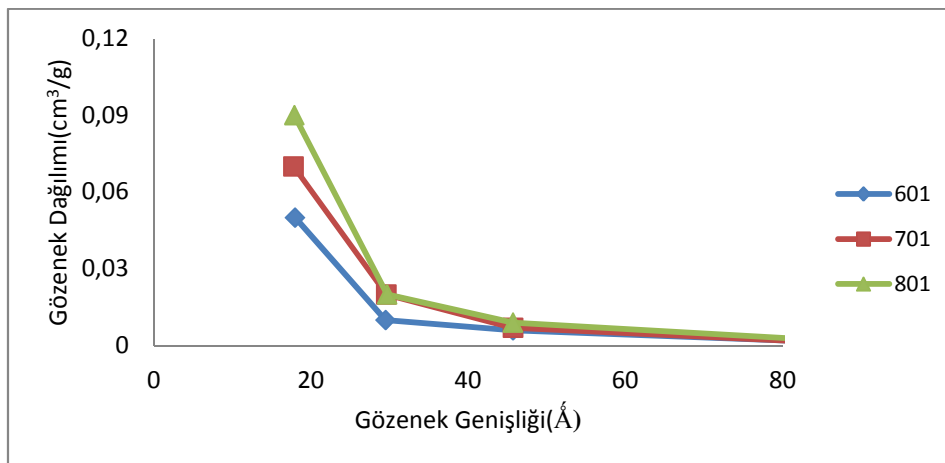
Hammadde olarak at kestanesi kabuğundan elde edilen aktif karbonlardan 700 °C sıcaklıkta 24 saat ve 1/1 emdirme oranında elde edilen aktif karbonun verimi 35,87, BET yüzey alanı 926,70 m²/g olarak ölçülmüştür.

Tablo 5.8. AAK karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri

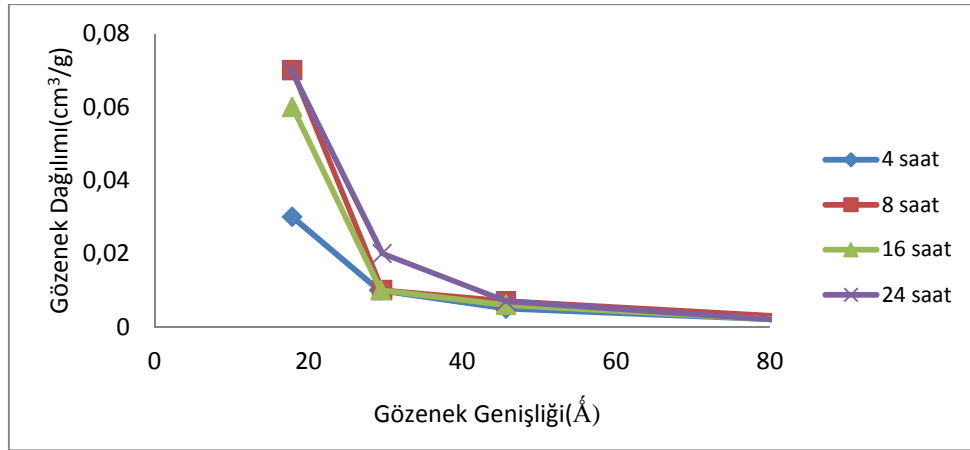
Örnek (°C)	Emdirme süresi (Saat)	Emdirme oranı (AAK/Ag)	BET yüzey alanı (m ² /g)	Mikro gözenek alanı (m ² /g)	Dış yüzey alanı (m ² /g)	Toplam gözenek alanı (cm ³ /g)	Mikro gözenek hacmi (cm ³ /g)	Ortalama gözenek boyutu (Å)
700	24	20/20	558,419	312,216	246,203	0,429	0,299	30,718
700	24	20/40	541,645	303,957	237,689	0,418	0,289	30,860
700	24	20/60	552,990	293,877	259,112	0,425	0,289	30,729
700	24	20/80	525,623	277,779	247,844	0,404	0,275	30,786

Tablo 5.8' e göre numunelerin gözenek hacmi ve gözenek boyutları incelendiğinde bunların en fazla aktif karbonda olduğu görülmektedir. Gümüş miktarı arttıkça yüzey alanının, mikrogözenek alanı, dış yüzey alanı, mikro gözenek hacmi ve ortalama gözenek boyutunun azaldığı görülmektedir. Yang ve ark. bamboo kömürüne gümüş ilave ederek hazırladığı gümüş nanokompozitlerin yüzey alanının ilave edilen gümüş miktarı arttıkça azaldığını göstermiştir [9].

Şekil 5.4' de 600 °C, 700 °C ve 800 °C sıcaklıkta hazırlanan aktif karbonların, Şekil 5.5' de 700 °C sıcaklıkta ve farklı emdirme sürelerinde hazırlanan aktif karbonların, Şekil 5.6' da 700 °C sıcaklıkta ve farklı oranlarda hazırlanan AAK/Ag karışımlarının gözenek dağılımları verilmiştir.

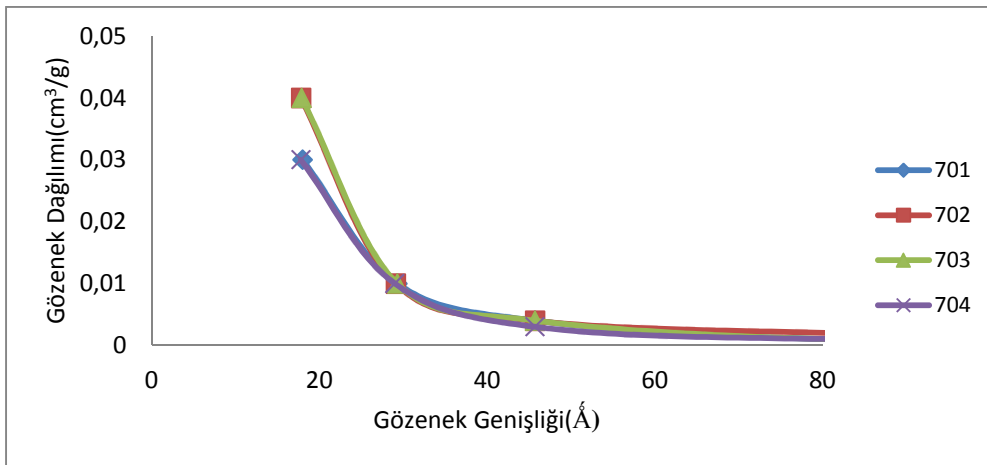


Şekil 5.4. 600, 700, 800 °C sıcaklıklarında hazırlanan aktif karbonların gözenek dağılımları



Şekil 5.5. 700 °C sıcaklıkta ve farklı emdirme oranlarında hazırlanan aktif karbonların gözenek dağılımları

IUPAC tarafından yapılan sınıflandırmaya göre gözenekler, boyutları 50 mm' den büyük ise makrogözenek , 50 ile 2 mm arasında ise mezogözenek, 2 mm'den küçük ise makrogözenek olarak adlandırılır. Burada gözenek boyutundan kast edilen eğer gözenekler silindir şeklinde ise gözeneklerin çapı, yarık şeklinde ise kik kenar arasındaki uzaklıktır. Makrogözenekler, besleyici gözenekler veya iletim gözenekleri olarak tanımlanabilir. Makrogözenekler, adsorplanacak molekülün aktifleştirilmiş karbonun içine kolaylıkla girmesini sağlarken mezo ve mikrogözenekler adsorpsiyon olayını gerçekleştirir [1]. Bu çalışmada gözenekler kısmen mikro genelde mezo boyutundadır.



Şekil 5.6. 700 °C sıcaklıkta farklı oranlarda hazırlanan AAK/Ag karışımlarının gözenek dağılımları

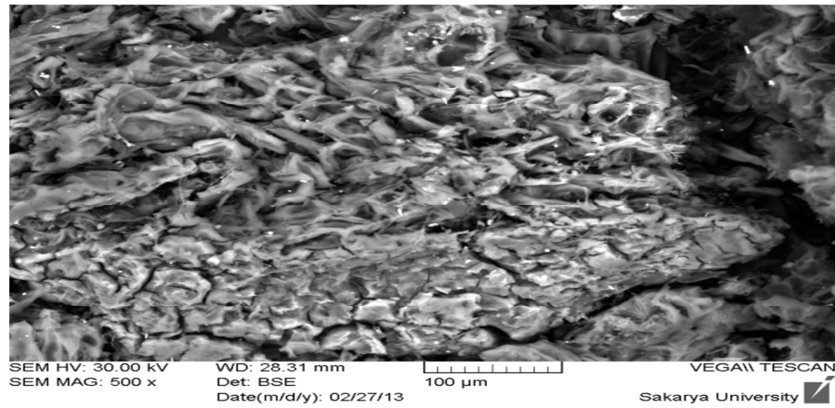
Aktif karbonlar çoğunlukla geniş yüzey alanı ve gözenek hacmi ile birlikte amorf katı şeklindedir. Yoğun aromatik halkarlardan oluşan temel bir yapıdan oluşur. Karbondaki gözenekler aktivasyondan sonra yüzey alanında artışa neden olur.

Yorgun ve ark. tarafından yapılan bir çalışmada aktif karbonun $ZnCl_2$ ile emdirme oranının artmasıyla gözenek hacminin artacağı ileri sürülmüştür [6].

Bu çalışmada gözenek genişliği 21,407-30,691 Å aralığındadır. Gümüş bağlandığında gözenek genişliği 30,17-30,860 Å aralığında görülmektedir. Bu sonuçlara göre gümüş bağlandığında gözenek boyutu çok az da olsa artmaktadır.

5.4. SEM Görüntüleri

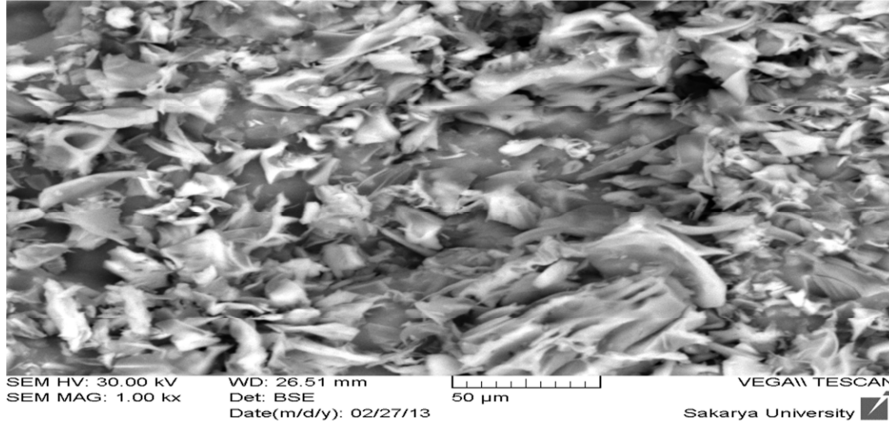
At kestanesi kabuğunun SEM görüntüsü Şekil 5.7' de verilmiştir.



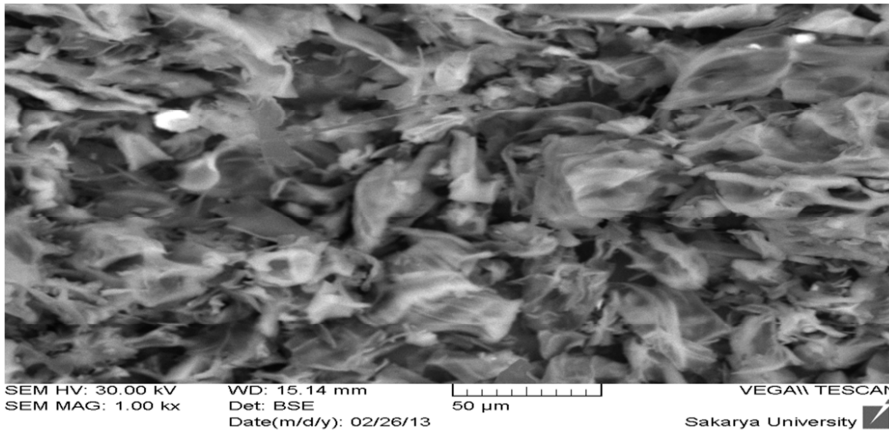
Şekil 5.7. At kestanesi kabuğunun SEM görüntüsü (100µm)

At kestanesi kabuğunda inişli çıkışlı bir yapı görülmektedir. Şekilde genellikle mikrogözenekler göze çarpmaktadır.

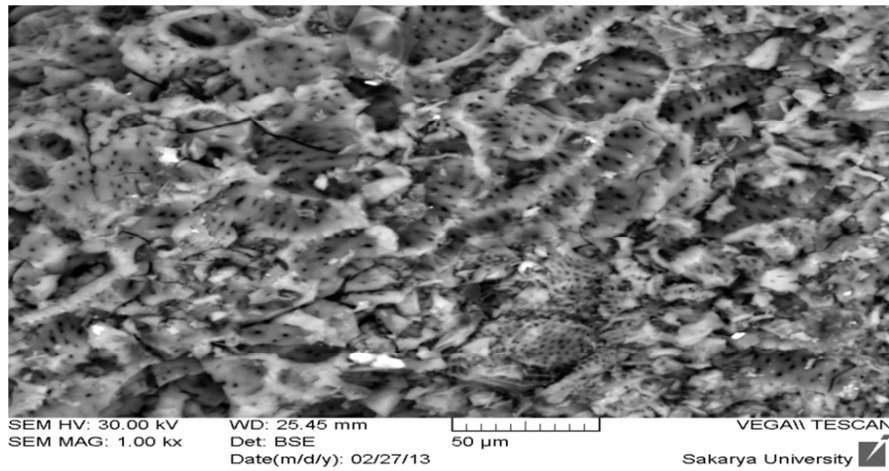
At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 600 °C, 700 °C ve 800 °C sıcaklıkta 24 saat $ZnCl_2$ ile aktivasyonu sonucunda elde edilen aktif karbonların SEM görüntüleri sırasıyla Şekil 5.8a, Şekil 5.8b ve Şekil 5.8c' de verilmiştir.



Şekil 5.8a. 600⁰C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)

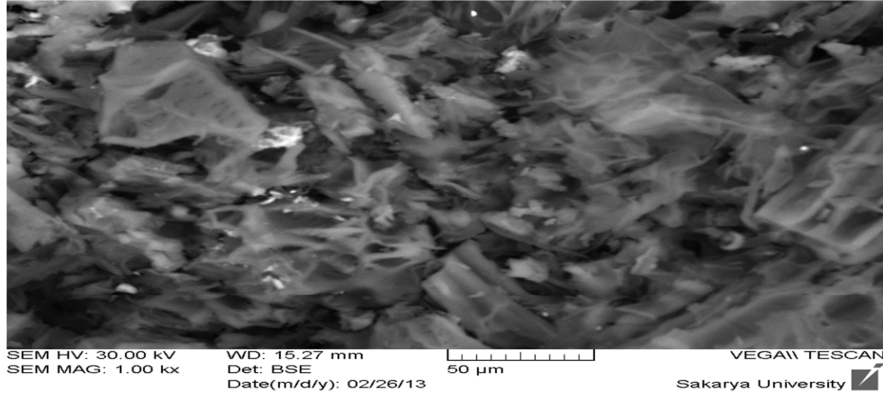


Şekil 5.8b. 700⁰C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)

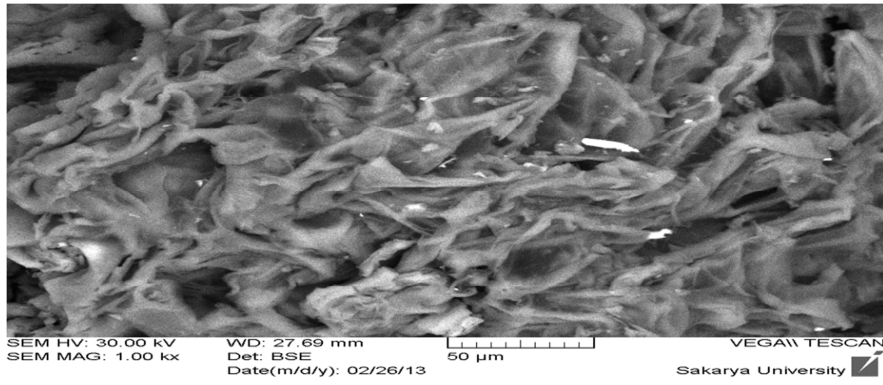


Şekil 5.8c. 800⁰C sıcaklıkta ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)

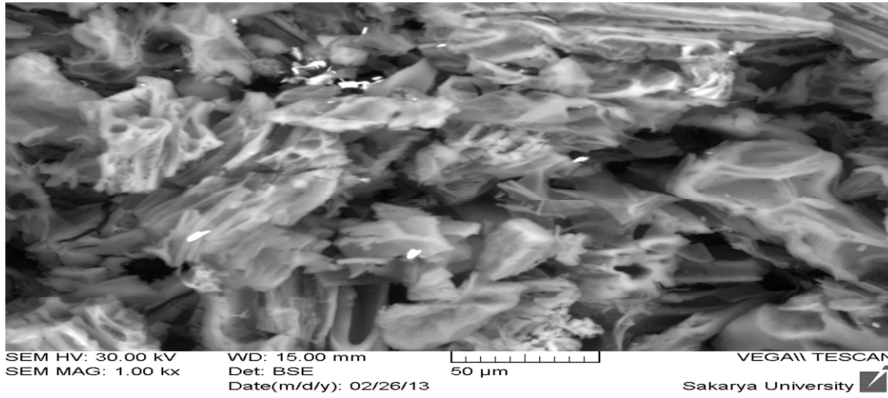
At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700⁰C sıcaklıkta ve sırasıyla 4 ,8, 16 ve 24 saat ZnCl₂ ile aktivasyonu sonucunda elde edilen aktif karbonun SEM görüntüleri Şekil 5.9a, Şekil 5.9b, Şekil 5.9c, Şekil 5.9d' de verilmiştir.



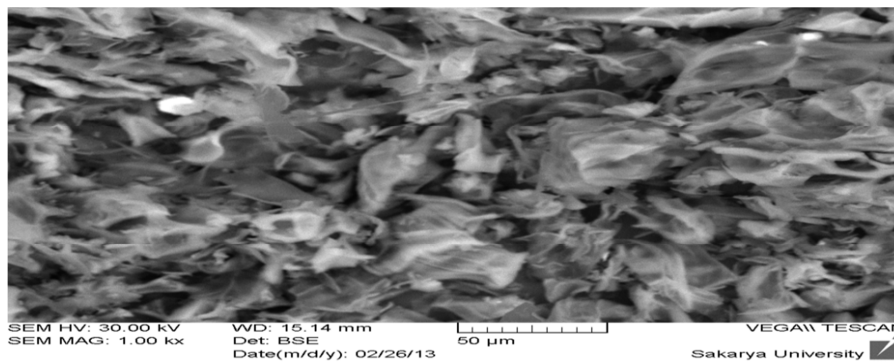
Şekil 5.9a. . 700⁰C ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)



Şekil 5.9b. 700⁰C ve 8 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)



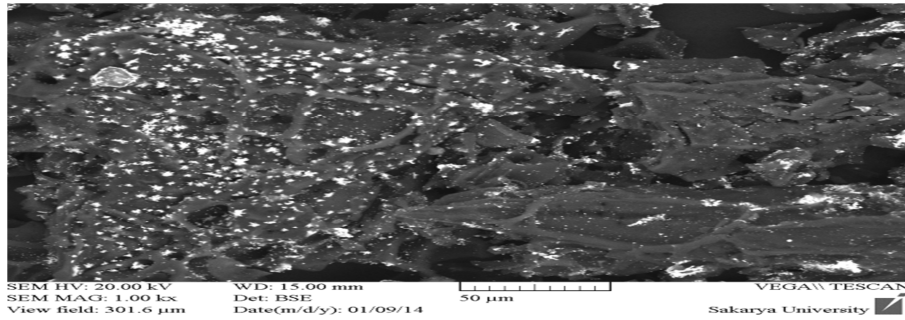
Şekil 5.9c. 700⁰C ve 16 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüsü (50 µm)



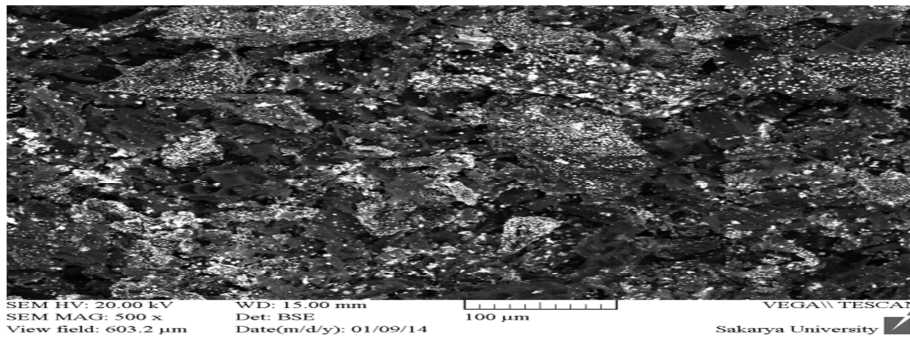
Şekil 5.9d. 700⁰C ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) SEM görüntüleri (50 µm)

At kestanesinde aktif karbon elde edilmesi sonucunda at kestanesi kabukları ile aktif karbonların yüzeyleri arasında büyük farklılıklar göze çarpmaktadır. SEM fotoğrafları irdelendiğinde genelde yapının mikro ve mezogözenek yapısına sahip olduğu anlaşılmaktadır. Emdirme süresi ve sıcaklık arttıkça aktif karbonların dış yüzeyindeki gözeneklerin farklı şekil ve büyüklükte olduğu gözlenmiştir. Emdirme süresi ve sıcaklık arttıkça bal peteğine benzer yapıların daha da arttığı görülmektedir. Benzer sonuçlar literatürde de görülmektedir [1, 22].

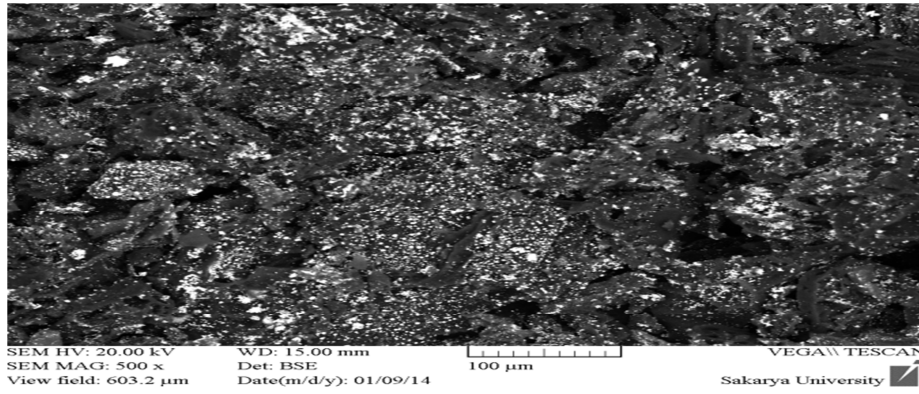
At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 4 saat $ZnCl_2$ emdirilmesi ile hazırlanan aktif karbonlardan oluşturulan karışımlardan Şekil 5.10a' da AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının, Şekil 5.10b' de AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının, Şekil 5.10c' de AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının ve Şekil 5.10d' de AAK/Ag-20/20-1 karışımının SEM görüntüleri verilmiştir



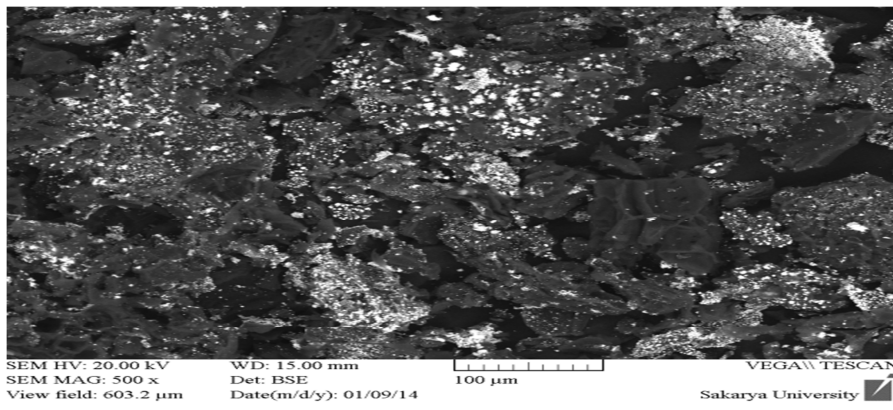
Şekil 5.10a. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,25 karışımının SEM görüntüsü (50 µm)



Şekil 5.10b. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,5 karışımının SEM görüntüsü (50 µm)



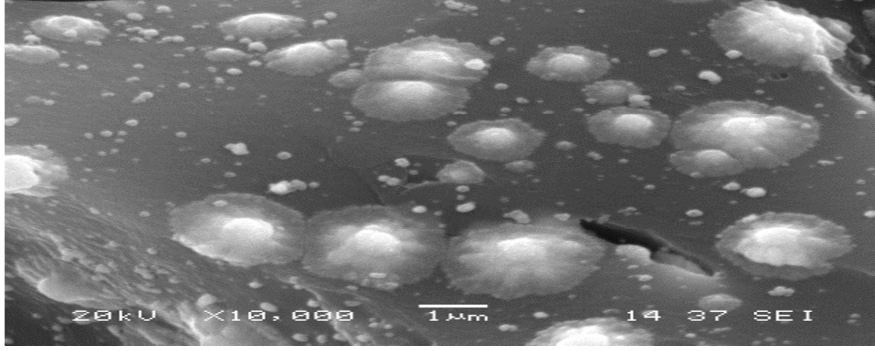
Şekil 5.10c. 700⁰C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20- 0,75 karışımının SEM görüntüsü (50 µm)



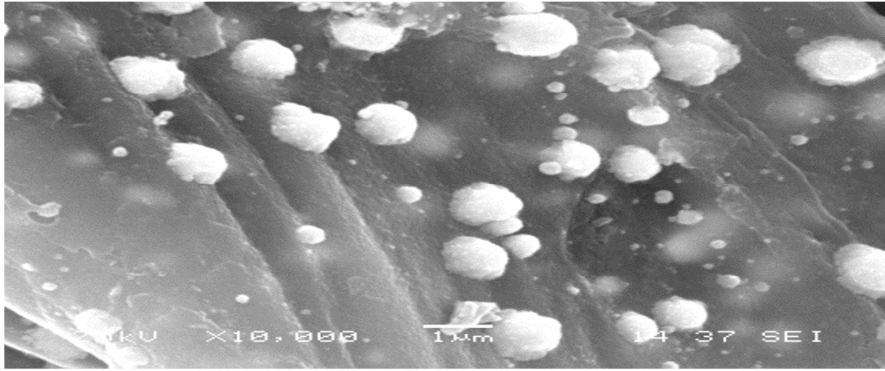
Şekil 5.10d. 700⁰C ve 4 saat süreli AAK/Ag- 20/20 -1 karışımının SEM görüntüsü (50 µm)

Bu görüntüler sonucunda gümüşün yapıya çok fazla bağlanmadığı görülmektedir. Bunun sonucu olarak 4 saat emdirme süresinde BET yüzey alanının düşük oluşu ve adsorpsiyon işlemine yüzey alanından dolayı tam olarak gerçekleşmemesinden kaynaklanmaktadır.

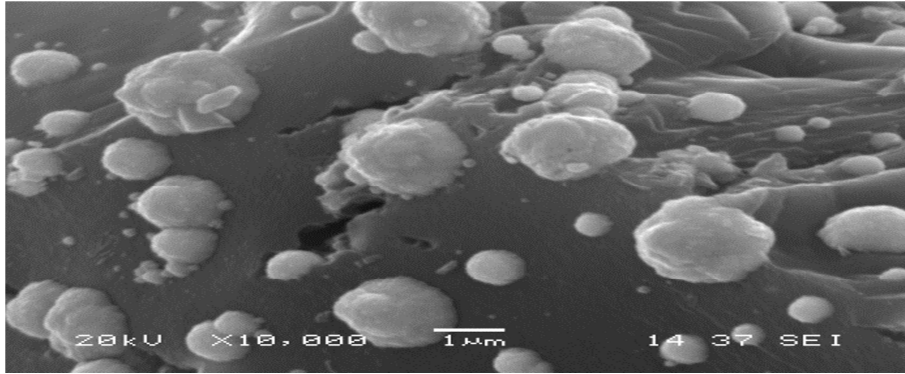
At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700⁰C sıcaklıkta ve 24 saat ZnCl₂ emdirilmesi ile hazırlanan aktif karbonlardan oluşturulan karışımlardan Şekil 5.11a' da AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının, Şekil 5.11b' de AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının, Şekil 5.11c 'de AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının ve Şekil 5.11d' de AAK/Ag-20/20-1 karışımının SEM görüntüleri verilmiştir.



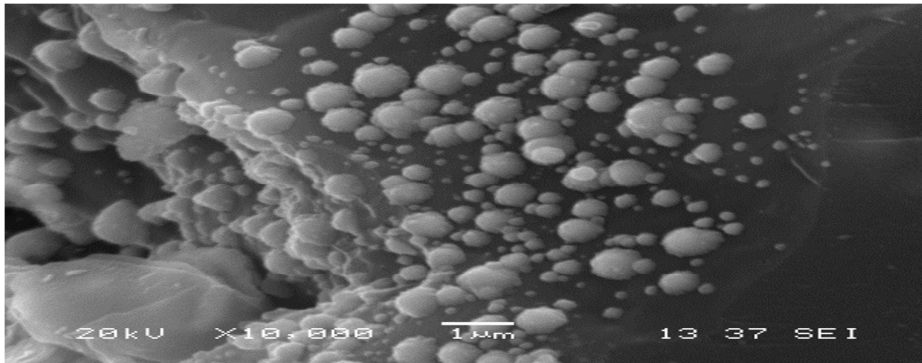
Şekil 5.11a. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20 -0,25 karışımının SEM görüntüsü (1 μm)



Şekil 5.11b. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag -20/20- 0,50 karışımının SEM görüntüsü (1 μm)



Şekil 5.11c. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20- 0,75 karışımının SEM görüntüsü (100 μm)

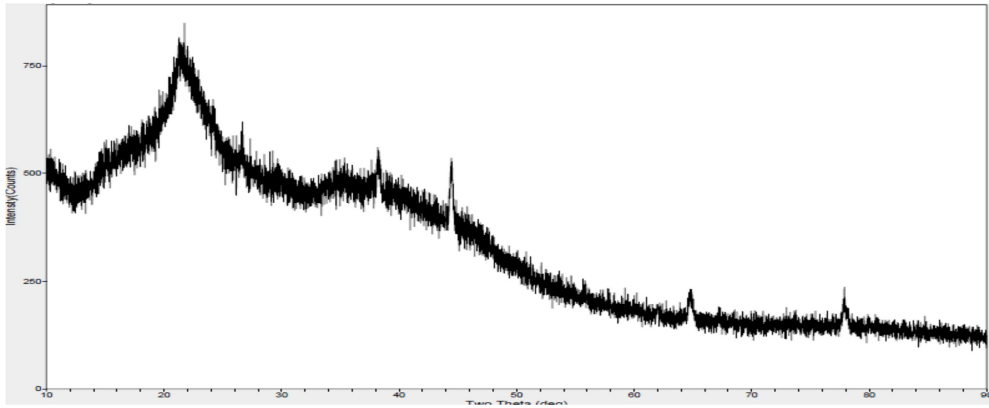


Şekil 5.11d .700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20- 1 karışımının SEM görüntüsü (1 μm)

SEM görüntüleri incelendiğinde gümüş parçalarının at kestanesi kabuğundan 24 saat ve 700 °C sıcaklıkta elde edilen aktif karbonun yüzeyine dağıldığı görülmektedir. 4 saat emdirme süreli aktif karbon ile kıyaslandığında 24 saat emdirme süreli aktif karbonunun gümüşü daha fazla adsorbe ettiği şekillerden açıkça görülmektedir. Ayrıca SEM sonuçları incelendiğinde gümüş miktarı arttıkça yüzeye tutulan gümüş miktarında artmaktadır. Elde ettiğimiz aktif karbonların gözenekli yapıda olması ve yüksek yüzey alanından dolayı gümüşü yüksek oranda bağladığı görülmektedir.

5.5. XRD

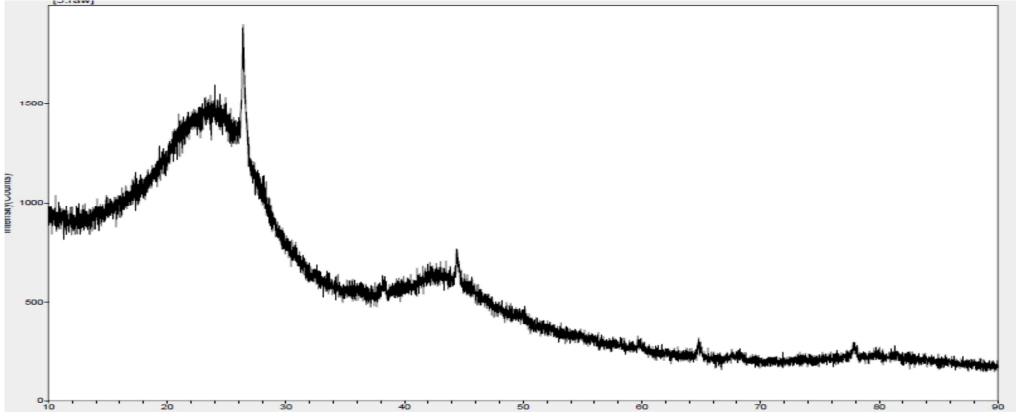
At kestanesi kabuğunun XRD spektrumu Şekil 5.12' de verilmiştir.



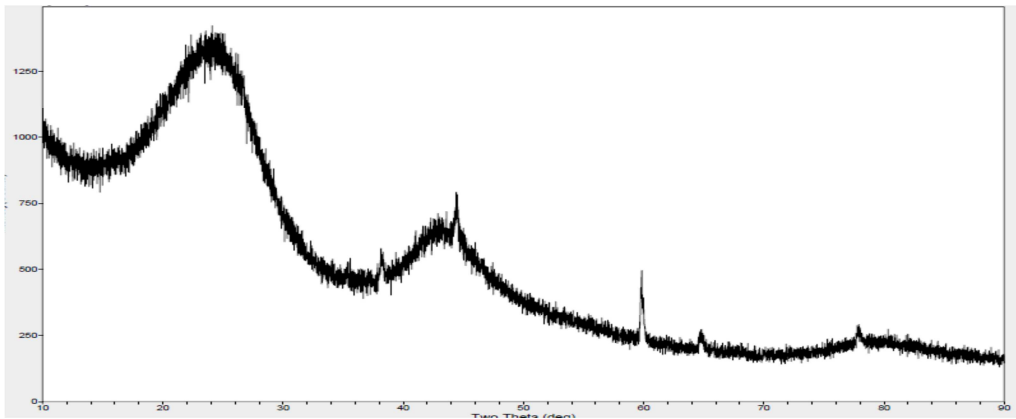
Şekil 5.12. At kestanesi kabuğunun XRD spektrumu

At kestanesi kabuğu zayıf pikler göstermektedir. Bu zayıf pikler bize at kestanesi kabuğunun amorf yapıda olduğunu kanıtlamaktadır.

Şekil 5.13a' de at kestanesi kabuklarının 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta 4 saat, Şekil 5.13b' de at kestanesi kabuklarının 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta 24 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesi sonucu elde edilen aktif karbonların XRD spektrumları verilmiştir.



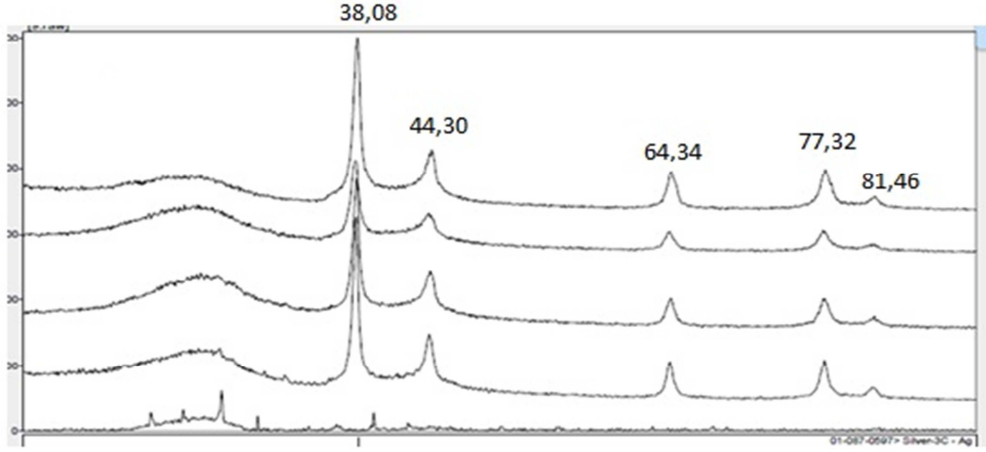
Şekil 5.13a. 700 °C ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) XRD spektrumu



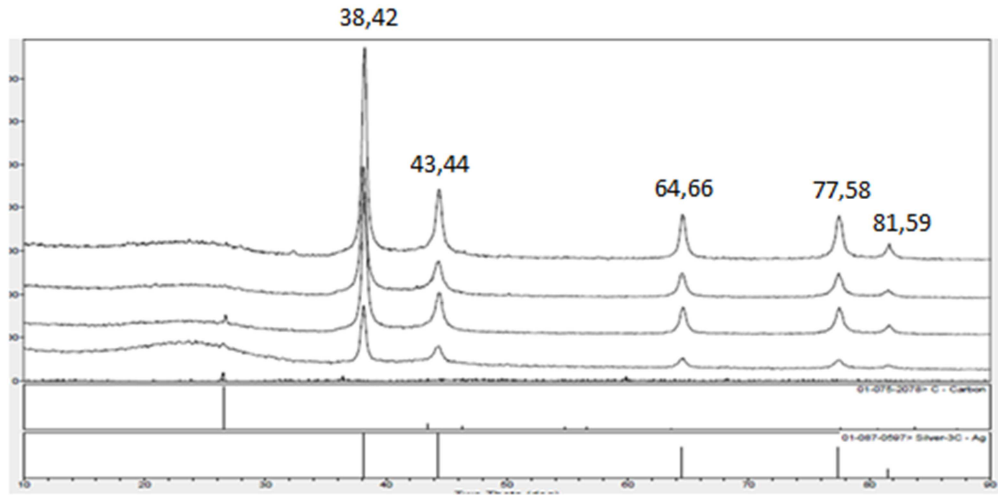
Şekil 5.13b. 700 °C ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) XRD spektrumu

Gümüş ilavesinin 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta 4 ve 24 saat emdirme süreli aktif karbonların nasıl etkilediğini araştırmak için XRD sonuçları alınmıştır. Her iki emdirme oranında elde edilen aktif karbonlar yaklaşık 22 ve 44 ° zayıf difraksiyon pikleri vermiştir. Bu zayıf pikler bize aktif karbonun amorf yapıya sahip olduğunu göstermektedir. Bu durum aktivasyondan sonra herhangi bir karakteristik pikin olmadığını göstermektedir. Benzer sonuçlar literatürde de görülmektedir [56].

Şekil.5.14' de 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 4 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesi ile hazırlanan aktif karbon ve AAK/Ag karışımlarının (20/20), Şekil 5.15' de 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesi ile elde edilen aktif karbonlardan hazırlanan AAK/Ag karışımlarının (20/20) XRD spektrumları verilmiştir.



Şekil 5.14. 20/20 oranlı 700 °C ve 4 saat süreli aktif karbonun ve AAK/Ag karışımlarının (20/20) XRD spektrumu



Şekil 5.15. 20/20 oranlı 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag karışımlarının XRD spektrumu

XRD spekturumları incelendiğinde karışımlarda belirgin pikler 2θ derecesinde 38° , 44° , 65° ve 77° ' da görülmüştür ve bunlar (111), (200), (220) ve (311) gümüş yüzeyini göstermektedir [11].

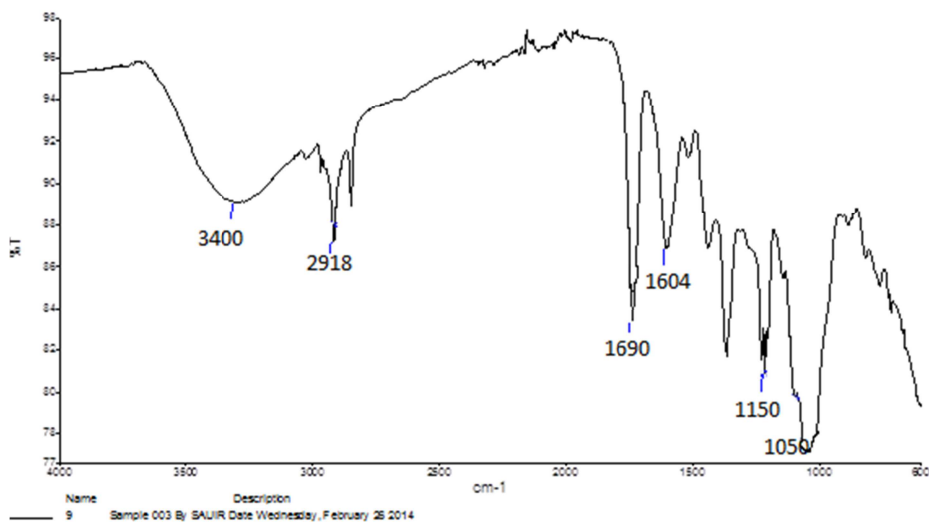
Karışımlarda gümüş varlığını destekleyen pikler görülmektedir. Gümüş ilavesi ile birlikte aktif karbonların amorf yapısı kristal yapıya dönüşmektedir. Aktif karbonlara ilave edilen AgNO_3 miktarının artmasıyla gümüşün karakteristik piklerinin şiddeti de artmaktadır. Bu da daha geniş kristalli gümüş parçacıklarının oluştuğunun göstermektedir. Bu sonuçlar SEM sonuçlarını desteklemektedir.

Gümüş iyonu reaktif elektronik yapısından dolayı sulfur, oksijen ve azot içeren donör gruplara bağlanır. Gümüş iyonunun bağlandığı bu üç bileşim tio, amino, imidazole, karboksilat ve fosfat grupları şeklinde biyolojik moleküllerde bulunmaktadır. Bu sayede gümüş iyonu tiyol grupları ile reaksiyona girer ve bakterilerin inaktivasyonuna neden olur. Ayrıca gümüş iyonu mikroorganizmaların tahrip edici oksidasyonunu katalizleyen hidrojen peroksitin oluşumuna neden olur. Gümüş iyonu ve hidrojen peroksit ikisi birlikte, proteinlerin hücrelerini tahrip eder. Gümüş iyonunun antibakteriyel etkisi Ag^+ konsantrasyonu ile orantılı olduğundan DNA ya da hücresel proteinler gibi çoğul hedefler üzerine gümüş iyonlarının çoğul hücumu sahip olması muhtemeldir. Ayrıca, materyallerin antibakteriyel etkisinin gümüş iyonu konsantrasyonu arttıkça arttığı görülmektedir [57].

5.6. FTIR

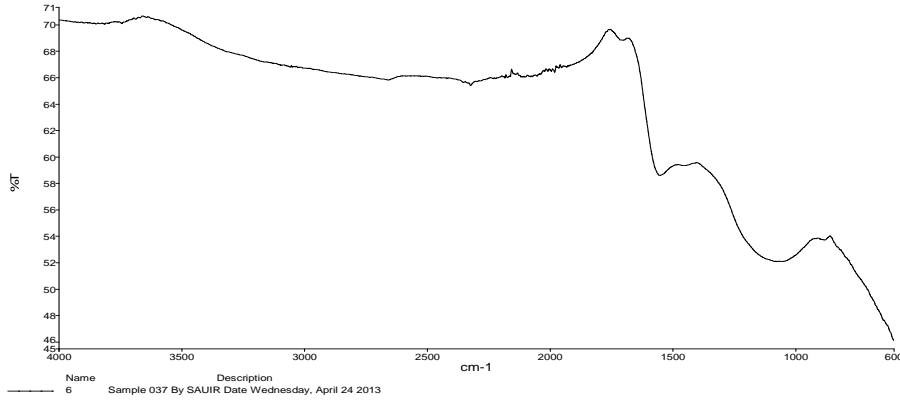
At kestanesi kabuğunun, kimyasal aktivasyonla elde edilen aktif karbonların ve aktif karbona gümüş bağlanması ile oluşan karışımların içerdiği fonksiyonel grupların belirlenmesi için FTIR spektrumları alınmıştır.

Şekil 5.16' de at kestanesi kabuğunun, Şekil 5.17a ve Şekil 5.17b 'de at kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve sırasıyla 4 ve 24 saat $ZnCl_2$ ile aktivasyonu sonucu elde edilen aktif karbonların FTIR spektrumları gösterilmiştir.

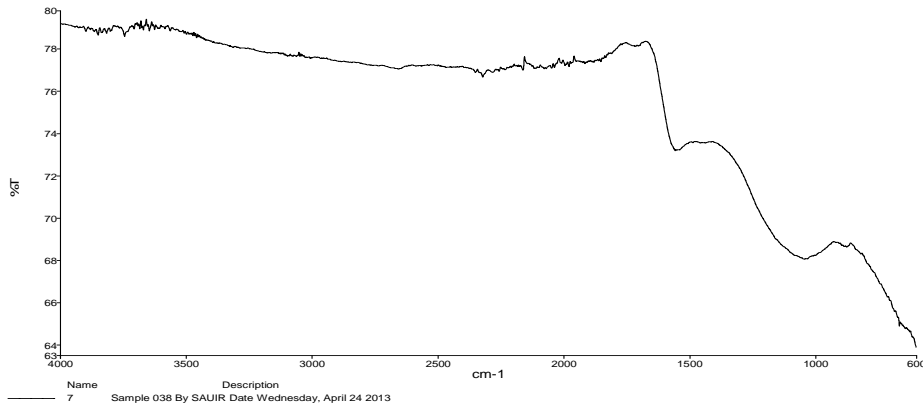


Şekil 5.16. At kestanesi kabuğunun FTIR spektrogramu

At kestanesi kabuğunda 3400 cm^{-1} civarında geniş bant O-H grubu, 2900 cm^{-1} olan bant C-H titreşimlerini göstermektedir. 1690 cm^{-1} civarındaki bant C=O karbonil gruplarını göstermektedir. 1500 cm^{-1} yakınlarındaki pikler $-\text{CH}_2=$ titreşimlerine işaret etmektedir. 1150 cm^{-1} fenol, ester, eterlerde bulunan C-O titreşimlerine işaret etmektedir. 1050 cm^{-1} civarındaki pik R-OH gruplarından kaynaklanmaktadır [1]. Literatürde de benzer sonuçlar elde edilmiştir [59, 60].



Şekil 5.17a. $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve 4 saat süreli aktif karbonun (20/20) FTIR spektrumu

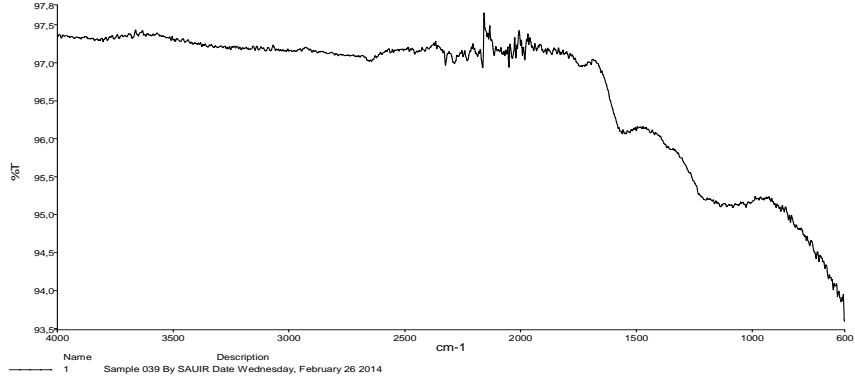


Şekil 5.17b. $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ve 24 saat süreli aktif karbonun (20/20) FTIR spektrumu

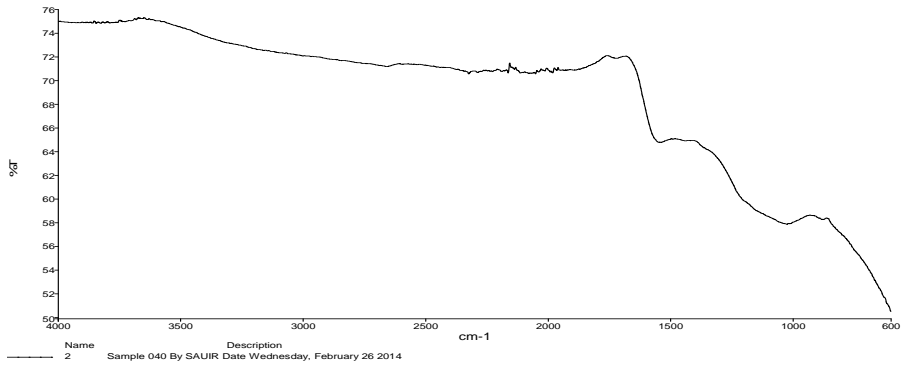
At kestanesi kabuğunun karbonizasyonunu gerçekleştirdikten sonra FTIR spektrumu at kestanesi kabuğuna göre farklılık göstermektedir. Organik maddeleri temsil eden titreşimler kaybolmuştur. 1600 ve 1150 cm^{-1} bantlar sırasıyla C=C ve C-O titreşimlerini göstermektedir. Bu veriler SEM ve XRD analizlerini desteklemektedir .

At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ sıcaklıkta ve 4 saat ZnCl_2 ile emdirilmesiyle elde edilen aktif karbondan hazırlanan karışımlardan Şekil 5.18a' da

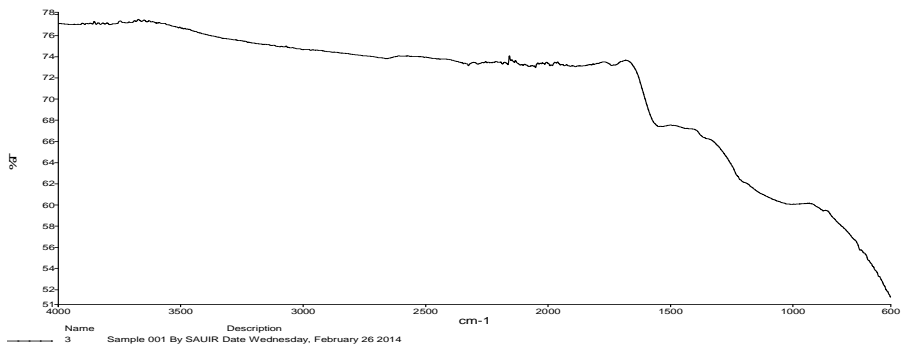
AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının, Şekil 5.18b' de AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının, Şekil 5.18c' de AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının ve Şekil 5.18d' de AAK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumları verilmiştir.



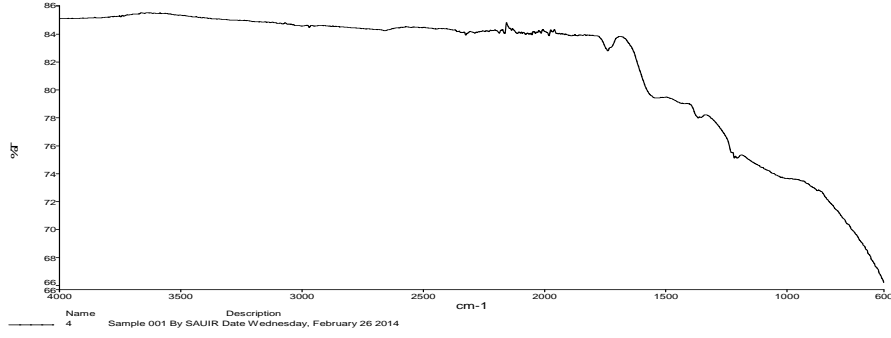
Şekil 5.18a. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının FTIR spektrumu



Şekil 5.18b. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının FTIR spektrumu

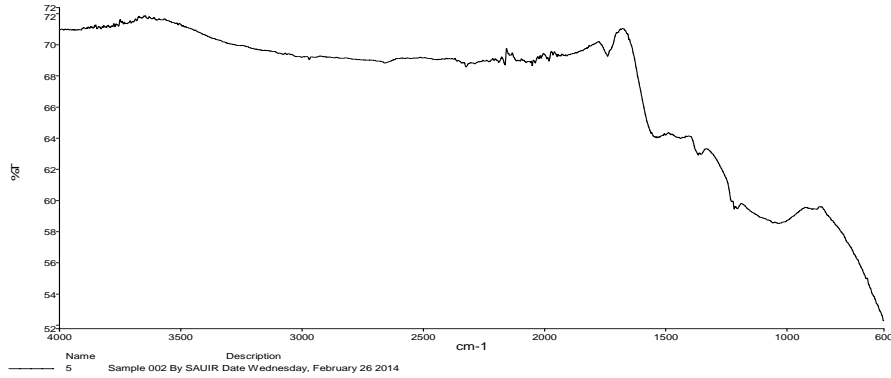


Şekil 5.18c. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının FTIR spektrumu

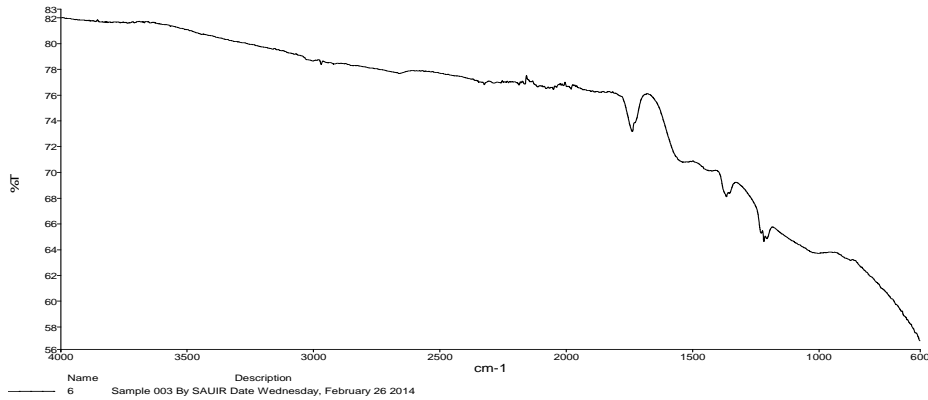


Şekil 5.18d. 700 °C ve 4 saat süreli AAK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumu

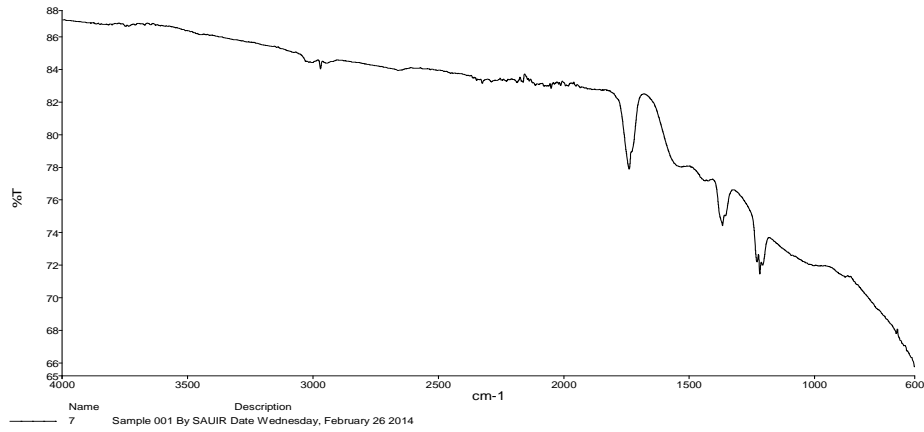
At kestanesi kabuğunun 20/20 oranlı 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat $ZnCl_2$ ile emdirilmesiyle oluşan aktif karbondan oluşan karışımlardan Şekil 5.19a' da AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının, Şekil 5.19b' de AAK/Ag-20/20-0,5 karışımının, Şekil 5.19c' de AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının ve Şekil 5.19d' de KK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumları verilmiştir.



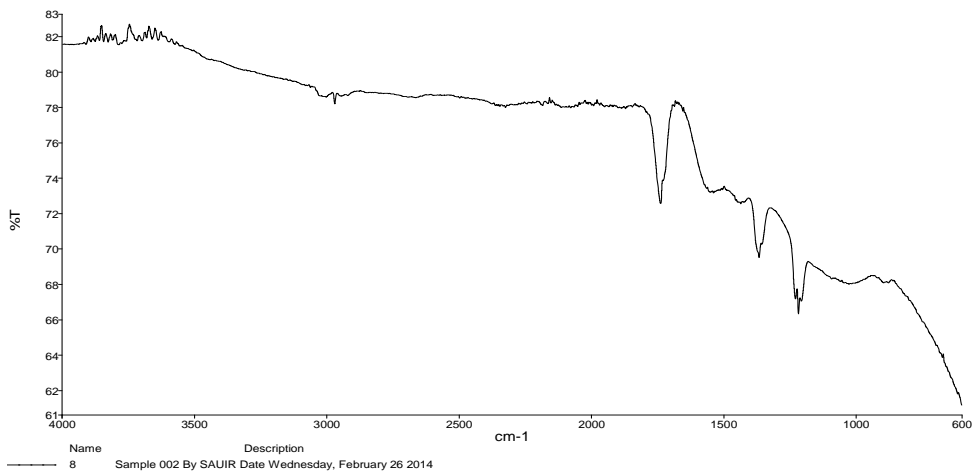
Şekil 5.19a. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,25 karışımının FTIR spektrumu



Şekil.5.19b. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/40-0,5 karışımının FTIR spektrumu



Şekil.5.19c. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-0,75 karışımının FTIR spektrumu



Şekil.5.19d. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20-1 karışımının FTIR spektrumu

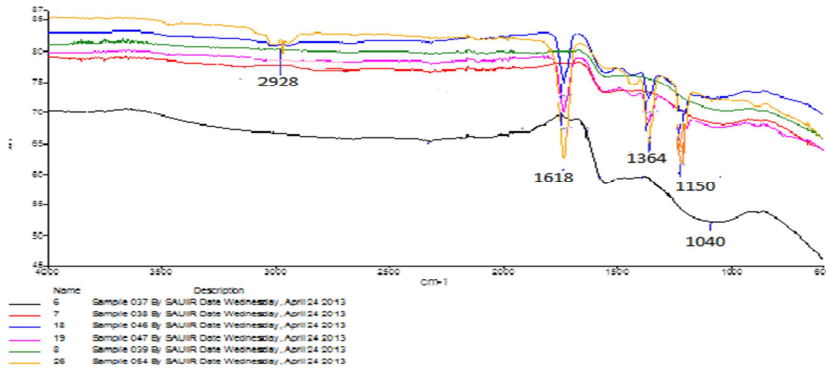
FTIR spektrumları incelendiğinde farklı miktarlarda gümüş ilavesi ile elde edilen karışımlarında 2928 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} ve 1041 cm^{-1} civarındaki aromatic C-C, C=C ve C-O titreşimleri görülmektedir. 1041 cm^{-1} ' deki pik Ag^+ iyonunun indirgenmesi görülmüştür ve bu band 1038 cm^{-1} ' e kayma göstermiştir. Gümüş ilavesi miktarı arttıkça da piklerde keskinleşme artmıştır [58].

Tablo 5.9' da at kestanesi kabuğunun (AAK), üretilen aktif karbonların ve AAK/Ag karışımlarının FTIR analizlerine göre tanımlanabilen fonksiyonel grupları verilmiştir [59, 60].

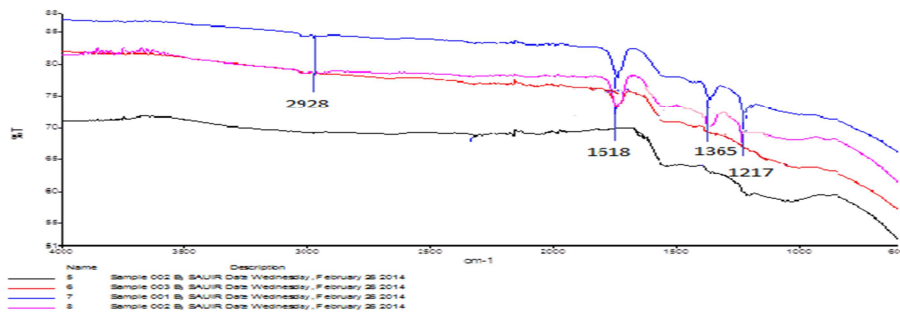
Tablo 5.9 AAK, üretilen aktif karbonların ve AAK/Ag karışımlarının tanımlanabilen fonksiyonel özellikleri

Dalga Boyu (cm ⁻¹)	Fonksiyonel Gruplar
At Kestanesi Kabuğu (AAK)	
3400	-OH gerilmesi
2900	Alifatik CH gerilmesi
1690	Aromatik COOH
1500	Alifatik CH ₂ gerilmesi
1150	Alifatik eter C-O ve ester C-O gerilmesi
Aktif Karbonlar	
1618	Aromatik C=C gerilmesi
1150	Alifatik C-O gerilmesi
AAK/Ag Karışımları	
2928	Aromatik C-C gerilmesi
1618	Aromatik C=C gerilmesi
1041	Alifatik C-O gerilmesi

Şekil 5.20' de 700 °C sıcaklıkta 20/20 oranlı aktif karbonların ve Şekil 5.21' de 700 °C sıcaklıkta ve 24 saat süreli 20/20 oranlı aktif karbondan hazırlanan AAK/Ag-20/20 karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları verilmiştir.



Şekil 5.20. 700 °C' de aktif karbonların (20/20) karşılaştırmalı FTIR spektrumları



Şekil 5.21. 700 °C ve 24 saat süreli AAK/Ag-20/20 karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları

Akif karbon ile gümüş eklenmiş aktif karbon kıyaslandığında 2928 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} ve 1041 cm^{-1} dalga boylu piklerin aktif karbonlarda belirsiz olmasına rağmen gümüş eklendiğinde bu pikler keskinleşmiştir ve özellikle 2928 cm^{-1} , 1618 cm^{-1} ve 1041 cm^{-1} pikler bize Ag^+ iyonunun indirgenme yoluyla aktif karbonlara bağlandığını göstermektedir [58].

5.7. AAK/Ag Karışımlarında AgNO_3 Miktarları

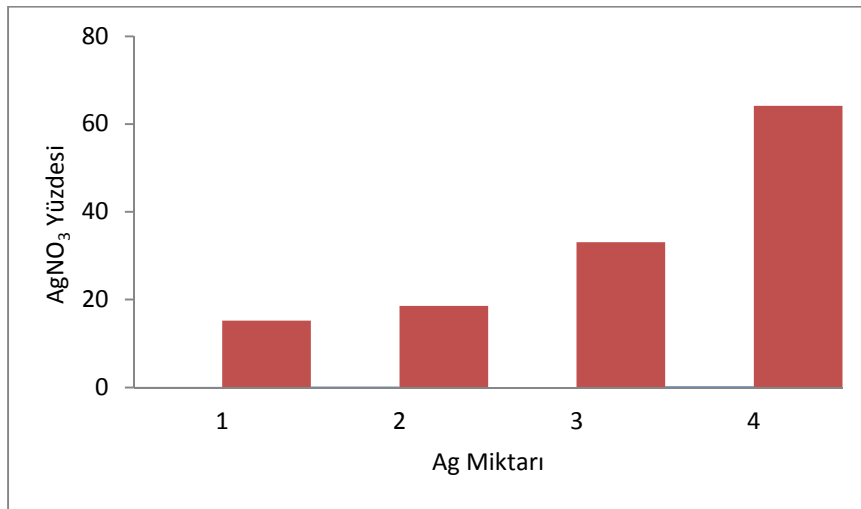
AAK/Ag karışımları 20/20 oranlı AAK/Ag-0,25, AAK/Ag-0,5, AAK/Ag-0,75 ve AAK/Ag-1 karışımları kullanılmıştır. Tablo 5.10’ da AAK/Ag karışımlarında bulunan AgNO_3 yüzdeleri verilmiştir.

Tablo 5.10. 20/20 oranlı AAK/Ag karışımlarında bulunan AgNO_3 yüzdeleri

	AAK/Ag-0,25	AAK/Ag-0,5	AAK/Ag-0,75	AAK/Ag-1
% Gümüş	15,220	18,526	33,061	64,114
Nitrat				

Eklenen gümüş miktarı arttıkça buna paralel olarak aktif karbona bağlanan gümüş nitrat miktarı da artmaktadır.

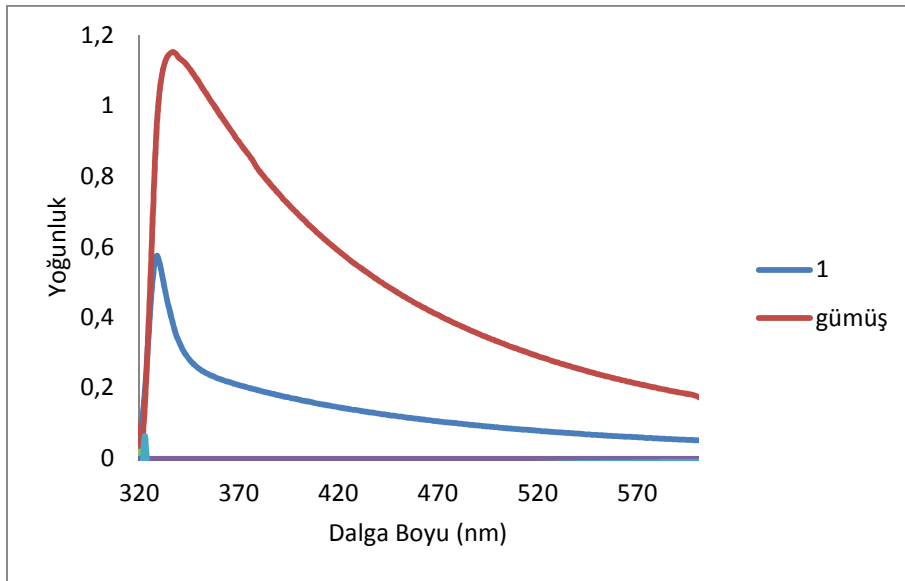
Şekil 5.22’ de 20/20 AAK/Ag-0,25, AAK/Ag-0,5, AAK/Ag-0,75 ve AAK/Ag-1 karışımlarının karşılaştırılmalı AgNO_3 yüzdeleri verilmiştir.



Şekil 5.22. 1-AAK/Ag-0,25, 2-AAK/Ag-0,5, 3-AAK/Ag-0,75, 4-AAK/Ag-1 karışımlarının karşılaştırılmalı AgNO_3 yüzdeleri

5.8. AAK/Ag Karışımlarında Ag İyonunun Varlığının Belirlenmesi

20/20 oranlı 0,1 molar AAK/Ag-1 ve 0,1 molar AgNO₃ karışımlarında Ag iyonunun varlığı UV ile belirlenmiştir. Ölçüm ile elde edilen dalga boyları gümüş iyonunun dalga boylarına benzer çıkmıştır. Bu da Ag iyonunun varlığını kanıtlamaktadır. Şekil 5.23' de AAK/Ag-1 ve AgNO₃ çözeltilerinin UV ölçümü sonucunda elde edilen dalga boyları değerleri verilmiştir.



Şekil 5.23. 20/20 oranlı AAK/Ag karışımlarının dalga boyu değerleri

Şekil 5.23' e bakıldığında AAK-Ag-1 karışımı ile AgNO₃ karışımının pikleri birbirleri ile orantılı olarak çıkmıştır. AgNO₃ adsorpsiyon pik 390-410 nm arasında değişmektedir. Bizim piklarımızın 320-350 nm arasında olması cihazdan ya da çözeltilerimizden kaynaklanmış olabilir. AgNO₃ ile AAK-Ag-1 karışımlarında benzer piklerin görülmesi bizi kaymanın cihazdan kaynaklandığı görülmektedir [11].

BÖLÜM 6. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Çevresel ihtiyaçlar ve diğer pek çok alanda aktif karbona olan ilgi günden güne artmaktadır. Bu nedenle düşük maliyetli olan; park ve bahçelerde kolay bulunabilen bir hammadde olan at kestanesi kabuğu bu çalışmada tercih edilmiştir.

Hammaddenin kısa analiz sonuçlarına göre; düşük kül içeriği (% 4,87) ile yüksek uçucu madde (% 67,72) ve sabit karbon (% 22,21) içeriğiyle, at kestanesi kabuğunun aktif karbon üretimi için uygun bir hammadde olduğu sonucunu desteklemektedir. Üretilen aktif karbonlardan 700 °C, 24 saat emdirme süresi ve 1/1 oranında atkestanesi kabuğu ve kimyasal madde kullanılarak elde edilen numunenin, yüksek yüzey alanı ve uygun yüzey fonksiyonel gruplara sahip olması nedeniyle, gümüş adsorpsiyonu için uygun bir adsorban olduğu sonucuna varılmıştır.

FTIR analizleri sonucunda, hammaddede tespit edilen aromatik yapıdaki bağların aktif karbon üretimi sonucunda bozulduğu tespit edilmiştir. Aktif karbon numunesinin yüzeyinde, adsorpsiyon için önemli olan karboksilik, fenol ve alkol gruplarına ait olan C-O ve C-CH bağlarının bulunduğu belirlenmiştir.

4 ve 24 saat emdirme süreli 700 °C ve 1/1 oranında at kestanesi kabuğu ve kimyasal madde kullanılarak elde edilen aktif karbonlara farklı miktarlarda AgNO₃ ilavesi gerçekleştirilmiştir. Bu aktif karbonlar kıyaslandığında 24 saat emdirme süresi olan aktif karbona daha fazla gümüşün bağlanması BET yüzey alanının yüksek olması ile açıklanabilir. Bu aktif karbona ilave edilen AgNO₃ miktarı arttıkça yüzeyine bağlanan gümüşün artması SEM, UV, ICP-OES ve XRD sonuçları ile desteklenmiştir.

Aktif karbonlar kullanılarak çevre açısından tehlike yaratabilecek birçok maddenin adsorpsiyonu çalışılabilir. Bunların en başta gelenleri boyalar ve bazı ilaç hammaddeleri olabilir.

Buna ek olarak, bu çalışmada üretilen yüksek yüzey alanlı aktif karbonların Ag ilavesi ile elde edildiği ürünlerin antibakteriyel etkileri sayesinde kirlilik kontrolü ve diğer uygulamalar için çok umut verici bir adsorban olarak kullanılabilceği düşünülmektedir.

İleriki çalışmalarda antibakteriyel özellik kazandırılmış aktif karbonların uygulama çalışmalarının yapılması düşünülmektedir. Bu çalışmada elde edilen gümüş karışımlarının Sağlık sektöründe, inşaat sektöründe, temizlik sektöründe gibi endüstride birçok kullanım alanı bulacağı tahmin edilmektedir. antibakteriyel özelliği nedeniyle kullanılabilceği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR

- [1] HADOUN, H., SADAOUÏ, Z., SOUAMÏ, N., SAHEL, D., TOUMERT, I., Characterization of mesoporous carbon prepared from date stems by H_3PO_4 chemical activation. *Applied Surface Science*, 280:1-7, 2013.
- [2] MARTNEZ, M.L., TORRES M.M., GUZMAN C.A., Maestri D.M., Preparation and characteristics of activated carbon from olive stones and walnut shells . *Industrial Cropsonal Products*, 23:23-28, 2006.
- [3] SAKA, C., BET, TG-DTG, FT-IR, SEM, İodine number analysis and preparation of activated carbon from acorn shell by chemical activation with $ZnCl_2$. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 95:21-24, 2012.
- [4] HAYASKÏ, J., HORÏKAVA, T., TAKEDA, I., MUROYAMA, K., and ANÏ, N.F., Preparing activated carbon from various nutshells by chemical activation with K_2CO_3 , *Carbon*, 40: 2381, 2002.
- [5] LEE, J., KIM, J., HYEON, T., Recent progress in the synthesis of porous carbon materials. *advance material*, 18:2073-2094, 2006.
- [6] YORGUN, S., VURAL, N., DEMÏRAL, H., Preparation of high-surface area activated carbons from paulownia wood by $ZnCl_2$ activation microporous and mesaporous materials. 122: 189-194, 2009.
- [7] KAWASHITA, M., TODA, S., KIM, H., KOKUBO, T., MASUDA, N., Preparation of antibacterial silver-doped silica glass microspheres. *Journal of Biomedical Materials Research A*, 66 (2):266-274, 2003.
- [8] M, BAJPAÏ., P, GUPTA., and S. K. BAJPAÏ., Silver(I) ions loaded cyclodextrin-grafted-cotton fabric with excellent antimicrobial property, fibers and polymers, Vol. 11, No.1, 8-13, 2010.
- [9] YANG, F., C., WU, K., H., LÏN, W., P., HU, M., K., Evaluation of antibacterial efficacy of bamboo charcoal/silver biological protective material. *Material Chemistry and Physics* 113 : 474-479, 2009.
- [10] GAONKAR, T.A., SAMPATH, L.A., MODAK, S.M., Evaluation of the antimicrobial efficacy of urinary catheters impregnated with antiseptics in an in vitro urinary tract.model. *Infection Control Hospital Epidemiology*, 24:506, 2003.

- [11] WANG, J., X., WEN, L., X., WANG, Z., H., CHEN, J., F., "Immobilization of silver on hollow silica nanospheres and their antibacterial effects", *Materials Chemistry and Physics* 96 : 90-97, 2009.
- [12] HUSBENG, J., ve frd., The structures and antibacterial properties of nano-SiO₂ supported silver/zinc-silver materials, *dental materials*, 24 : 244-249, 2008.
- [13] GYO, Y., ROCKSTRAW, A.D., Physical and chemical properties of carbons synthesized from xylan, cellulose and kraft lignin by H₃PO₄ activation, *Carbon*, 44:1464-1475, 2006.
- [14] MOHAN, D., SARSWAT, A., SINGH, V.K., ALEXANDRE-FRANCO, M., PİTTMAN, C.U., Development of magnetic activated carbon from almonds shells for trinitrophenol removal from water. *Chemical Engineering Journal* 172:111-1125, 2011.
- [15] SOARES MAİA, D.A., SAPAG, K., TOSO, J.P., LOPEZ, R.H., AZEVEDO, D.C.S., CAVALCANTE JR, C.L., ZGRABLİCH, G., Characterization of activated carbon from peach stones through the mixed geometry model. *Microporous and Mesoporous Materials* 147:633-643, 2010.
- [16] SENTORUN-SHALABY, C., UCAK-ASTARLIOGLU, M.G., ARTOK, L., SARICI, C., Preparation and characterization of activated carbon by one-step steam pyrolysis/activation from apricot stones. *Microporous and Mesoporous Materials* 88:126-134, 2006.
- [17] ÖZER, C., İMAMOĞLU M., TURHAN, Y., BOYSAN, F., Removal of methylene blue form aqueous solutions using phosphoric acid activated carbon produced form hazelnut husk. *Toxicological and Environmental Chemistry*, 94:1283-1293, 2012.
- [18] ALTINTIĞ, E., ARABACI, G., BİLGİN, S., Preparation and Antibacterial activity of silver coated activated carbon from rice husks, *Res. J. Biotech.*8(9): 17-21, 2013.
- [19] EL-HENDAWY, A. A., SAMRA, S. E. and GİRĞİS, B. S., Adsorption characteristics of activated carbons obtained from corncobs, colloids and surfaces, 180: 209- 221, 2001.
- [20] NABAİS, J.M., LAGİNHAS, C.E.C., CARROTT, P.J.M., CARROTT, R., Production of activated carbons from almond shells. *Fuel Processing* 92:234-240, 2011.
- [21] GASPARD, S., ALTENOR, S., DAWSON, E.A., BARNES, P.A., OUENSANGA, A., Activated carbon from veliger roots: Gas and liquid adsorption studies. *Journal of Hazardous Materials* 144:73-81, 2007.

- [22] UÇAR, S., ERDEM, M., TAY, T., KARAGÖZ, S., Preparation and characterization of activated carbon produced from pomegranate seeds by $ZnCl_2$ activation. *Applied Surface Science* 255:8890-8896, 2009.
- [23] BENADDİ, H., BANDOSZ, T. J., JAGIELLO, J., SCHWARZ, J. A., ROUZAUD, L. N., LEGRAS, D. And BEGUİN, F., Surface functionality and porosity of activated carbons obtained from chemical activation of wood, *Carbon*, 38, 669-674, 2000.
- [24] PATRICK, P.J., "Porosity in Carbons", Edward Arnold, ISBN: 0340544732, 209-253, London, 1995.
- [25] KIRK-OTHMER., *Encyclopedia of chemical technology*, M. Dekker Inc., Vol 2, 880-920 ,1971.
- [26] GERHARTZ, W., *Ullmann's Encyclopedia of industrial chemistry*, ed: Vo1.A5., VCH, Almanya, 124-140, 1986.
- [27] CHEREMISINOFF, P.N. and ELLERBUSCH F., *Carbon adsorption Handbook*, Ann Arbor Science Publisher, Inc., New York, 1978.
- [28] MCDOUGALL, G.J., The Physical nature and manufacture of activated carbon, *Journal of The South African Institute of Mining and Metallurgy.*, 91-4, pp 109-120, 1991.
- [29] NEVSKAIA, D.M., LOPEZ, P.A., LOPEZ, G.J., JEREZ, A., Preparation of activated carbon from sisal by chemical activation, 1 St Carbon Conference On Carbon, Vol II, Berlin Germany, 2000.
- [30] ADDOUN, A., DENTZER, J., EHRBURGER, P., Porosity of carbons obtained by chemical activation: Effect Of The Nature Of The Alkaline Carbonates, *Carbon*, 40:1140-1143, 2002.
- [31] BANSAL, R.C., GOYAL, M., *Activated carbon adsorption*, CRC Press Taylor & Francis Group, USA, 2005.
- [32] KÜÇÜKGÜL, E.Y., Ticari aktif karbonların üretimi ve özelliklerinin belirlenmesi. *DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi*, 6 (3):41-56, 2004.
- [33] KIM,V.J., SOHN, M.H., KIM, D.S., SOHN, S.M and KWON, Y.S., Production of granular activated carbon from waste walnut shell and its adsorption characteristics for Cu^{2+} ion, *J. Hazardous Materials B85*: 301-315, 2001.
- [34] YUE, Z., MANGUN, C.L and ECONOMY, J., Preparation of fibrous porous materials by chemical activation $ZnCl_2$ activation of polymer-coated fibers, *Carbon* 40: 1181-1191, 2002.
- [35] KATORI, K., NAGAI, H., SHÜK, Z., U.S. Patent, No:4045368, 1997.

- [36] YANG, T.Y., Adsorbent: Fundamentals and Applications, A. Jhon Wilwy&Sons Inc Publications, New Jersey, 2003.
- [37] ANGIN, D., ALTINTIĞ, E., KOSE, T.E., Influence of process parameters on the surface and chemical properties of activated carbon obtained from biochar by chemical activation, *Bioresource Technology*, 148:542-549, 2013.
- [38] IOANNIDOU, O., ZABANIOTOU, A., Agricultural Residues As Precursors For Activated Carbon Production-A Review. *Renewable and Sustainable Energy Reviews*, 11: 1966, 2007.
- [39] MOLINA-SABIO, M., RODRIGUEZ-REINOSO, F., Role of chemical activation in the development of carbon porosity. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical. Eng. Aspects*, 241: 15–25, 2004.
- [40] HAYASHI J., I., KAZEHAYA, A., MUROYAMA, K. , WATKINSON A.P., Preparation of activated carbon from lignin by chemical activation. *Carbon*, 38 :1873–1878, 2000.
- [41] BUDINOVA T., EKINCI E., YARDIM F., GRIMM A., BJÖRNBOM E., MINKOVA V., GORANOVA M., Characterization and application of activated carbon produced by H₃PO₄ and water vapor activation, *Fuel Processing Technology*, 2006.
- [42] TEZCAN, R., TEZCAN, H., *Metaller Kimyası*, 256, 2007.
- [43] YOUNGS, W.J, TESSIER, C.A, GARRISON, J., QUEZADE, C., MELAIYE, A., Metal complexes of N-Heterocyclic carbines as radiopharmaceuticals and antibiotics. W.O. Patent, 023760, 2005.
- [44] ANTELMAN, M.S., DIVALENT., Silver Halide Bactericide. U.S. Patent, 5:078-902, 1992.
- [45] HAYASHI, J., HORIKAWA, T., TAKEDA, I., MUROYAMA, K. and ANI, F.N., Preparing Activated Carbon from Various Nutshells by Chemical Activation with K₂CO₃, *Carbon* 40: 2381-2386, 2002.
- [46] KHALILI, R.N., CAMPBELL, M., SANDI, G. and GOLAS, J., Production of Micro and Mesoporous Activated Carbon from Paper Mill Sludge. *Carbon*, 38: 1905-1915, 2000.
- [47] SINGH, M., SINGH, S., PRASAD, S., GAMBHIR, I.S., Nanotechnology in Medicine and Antibacterial Effect of Silver Nanoparticles, *Digest Journal of Nanomaterials and Biostructures*, Vol. 3, No. 3, 115-122, 2008.
- [48] KILDEBY, N.L., ANDERSEN, O.Z., ROGE, R.E., LARSEN, T., PETERSEN, R., RİIS, J.F., Silver Nanoparticles, Institute for Physics and Nanotechnology, Aalborg University, 2005.

- [49] EVANOFF, D. D., CHUMANOV, G., Synthesis and Optical Properties of Silver Nanoparticles and Arrays, Department of Chemistry, Clemson University, ChemPhysChem, 6: 1221-1231, 2005.
- [50] GUZMAN, M. G., DİLLE, J., GODET, S., Synthesis of silver nanoparticles by chemical reduction method and their antibacterial activity, World Academy of Science, Engineering and Technology 43, 2008.
- [51] SİLİKAİTE, A., PROSYCEVAS, I., PUISO, J., JURAITIS, A., GUOBIENE, A., Analysis of Silver Nanoparticles Produced by Chemical Reduction of Silver Salt Solution, ISSN 1392-1320, Materials Science (Medziagotyra), Vol.12, No.4, 2006.
- [52] MELAIYE, A.; YOUNGS, W., Silver and its application as an antimicrobial agent. Expert Opin. Ther. Pat., 15: 125–130, 2005.
- [53] LANSDOWN, A.B.G., A review of the use of silver in wound care; facts and fallacies. Br. J. Nurs., 13: S6-19, 2004.
- [54] LANSDOWN, A. B., Silver Toxicity in mammals and how its products aid wound repair. J. Wound Care, 11:173–177, 2002
- [55] TSAI, W.T., CHANG, C.Y., LEE, S.L., Allow cost adsorbent from agricultural waste corn cob by zinc chloride activation, Bioresource Technology, 64:211-217, 1998.
- [56] LIU, T.H., WU, S.J., Characteristic of microporous/mesoporous carbons prepared from rice husk under base and acid treated conditions. Journal of Hazardous Materials, 171:693-703, 2009.
- [57] TUNCER, M., Effects of chloride ion and the types of oxides on the antibacterial activities of inorganic oxide supported ag materials, İzmir, July, 2007.
- [58] PRAKASH, P., GNANAPRAKASAM, P., EMMANUEL, R., AROKIYARAJ, S., SARAVANAN, M., Green synthesis of silver nanoparticles from leaf extract of Mimosa pudica, Linn. For enhanced antibacterial activity against multi drug resistant clinical isolates. Colloids and Surface B:Biointerfaces, 108:255-259, 2013.
- [59] GUO, Y., BUSTIN, R. M., FTIR Spectroscopy and reflectance of modern charcoals and fungal decayed woods: implications for studies of intertinite in coals, International Journal of Coal Geology, 37: 29 – 53, 1998.
- [60] FIGUEIREDO, J. L., PEREIRA, M. F. R., FREITAS, M. M. A., CRFAO, J. J. M., Modification of surface chemistry of activated carbons, Carbon, 37:1379 – 1389, 1999.

ÖZGEÇMİŞ

Şule Kırkıl, 06.10.1989 da Zonguldak' da doğdu. İlk, orta ve lise eğitimini Zonguldak' da tamamladı. 2007 yılında Kozlu Lisesi, Fen Bölümünden mezun oldu. 2008 yılında Sakarya Üniversitesi, Kimya Bölümüne girdi ve 2012 yılında mezun oldu. 2012 yılında Sakarya Üniversitesi, Kimya bölümünde Yüksek Lisansa girdi.