

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PİRİNÇ KABUĞUNA İLAVE EDİLEN Ag<sup>+</sup>  
İYONUNUN KARAKTERİZASYONU**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**Seyhan BİLGİN**

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

**Haziran 2010**

T.C.  
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

PİRİNÇ KABUĞUNA İLAVE EDİLEN Ag<sup>+</sup>  
İYONUNUN KARAKTERİZASYONU


YÜKSEK LİSANS TEZİ


Seyhan BİLGİN

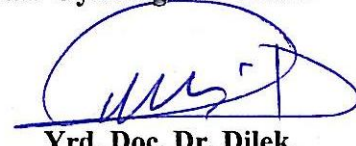
Enstitü Anabilim Dalı : KİMYA

Enstitü Bilim Dalı : ANORGANİK KİMYA

Bu tez 08 / 06 / 2010 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Oybirliği ile kabul edilmiştir.

  
Prof. Dr. Mehmet  
KANDAZ  
Jüri Başkanı

  
Yrd. Doç. Dr. Esra  
ALTINTIĞ  
Üye

  
Yrd. Doç. Dr. Dilek  
ANGIN  
Üye

## TEŞEKKÜR

Çalışmalarım süresince her türlü konuda bana destek olan danışman hocam Yrd. Doç. Dr. Esra ALTINTIĞ' a sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek Lisans dönemi boyunca deneyimlerinden ve bilgilerinden yararlandığım Kimya Bölüm Başkanı Prof. Dr. Ali Osman AYDIN, Prof. Dr. Mehmet KANDAZ, Doç. Dr. Mustafa İMAMOĞLU, Yrd. Doç. Dr. Gülnur ARABACI ve Araş. Görev. Armağan GÜNSEL' e, diğer öğretim üyeleri ve araştırma görevlilerine göstermiş oldukları ilgilerinden dolayı teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında teknik anlamda bana yardımcı olan değerli arkadaşım Umut DEMİRTAŞ' a yardımlarından dolayı teşekkür ederim.

Bu süre zarfında manevi desteğini esirgemeyen dersane müdürlerim, müdür yardımcılarım ve öğretmen arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Eğitimim için maddi ve manevi hiçbir fedakarlıktan kaçınmayan değerli aileme ve eşime sabır ve anlayışlarından dolayı sonsuz teşekkür ederim.

2010-50-01-022 proje numaralı, Pirinç Kabuğuna İlave Edilen Ag<sup>+</sup> İyonunun Karakterizasyonu isimli FBYL tezi olan bu tez, Sakarya Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Komisyonu tarafından desteklenmiştir.

# İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	vi
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	vii
TABLolar LİSTESİ.....	ix
ÖZET.....	x
SUMMARY.....	xi
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
PİRİNÇ KABUĞU .....	4
2.1. Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü.....	4
2.2. Pirinç Çeltiği Kabuğunun Kullanım Alanları.....	9
BÖLÜM 3.	
AKTİF KARBON.....	11
3.1. Tanımı.....	11
3.2. Aktif Karbonun Tarihçesi.....	11
3.3. Aktif Karbonun Özellikleri.....	13
3.3.1. Fizikel özellikler.....	13
3.3.2. Kimyasal özellikler.....	15
3.4. Aktif Karbon Üretimi.....	16
3.4.1. Hammadde seçimi.....	17
3.4.2. Hammaddeyi boyutlandırma.....	18



3.4.3. Kül giderimi .....	19
3.4.4. Kimyasal aktivasyon.....	20
3.4.5. Fiziksel aktivasyon.....	23
3.5. Aktif Karbonun Sınıflandırılması.....	24
3.6. Aktif Karbonun Uygulama Alanları.....	25
3.6.1. Gaz fazı uygulamaları.....	25
3.6.2. Sıvı faz uygulamaları.....	25
BÖLÜM 4.	
GÜMÜŞ VE GÜMÜŞ İYONUNUN ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİKLERİ..	27
4.1. Genel Özellikleri.....	27
4.2. Gümüşün Elde Edilmesi.....	28
4.3. Gümüşün Kullanıldığı Alanlar.....	29
4.4. Gümüşün Antibakteriyel Özellikleri.....	31
BÖLÜM 5.	
MATERYAL VE METOT.....	34
5.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler Ve Cihazlar.....	34
5.2. Pirinç Kabuğunun Temin Edilmesi ve Hazırlanması.....	35
5.3. Nem Tayini.....	35
5.4. Kül Miktarı Tayini.....	35
5.5. Uçucu Madde Miktarı Tayini.....	35
5.6. Sabit Karbon Tayini.....	35
5.7. Isıl Değerinin Belirlenmesi.....	37
5.8. Elementel Analiz.....	37
5.9. Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Ölçümü.....	37
5.10. Hammaddenin Kimyasal Yaş Analizi.....	37
5.10.1. SiO <sub>2</sub> tayini.....	37
5.10.2. R <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tayini.....	38
5.10.3. Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tayini.....	38
5.10.4. Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> tayini.....	39
5.10.5. CaO tayini.....	39
5.10.6. Kristal suyu tayini.....	39

5.11. Pirinç kabuđuna ZnCl <sub>2</sub> Emdirilmesi.....	40	
5.12. Emdirilmiş Numunenin Karbonizasyonu.....	40	
5.13. arların Yıkanması.....	41	
5.14. PK/Ag Karışımlarının Hazırlanması.....	41	
5.15. Karakterizasyon.....	41	
BÖLÜM 6.		
BULGULAR VE DEĐERLENDİRME.....		43
6.1. Pirin Kabuđunun Özellikleri.....	43	
6.2. Aktif Karbonun Özellikleri.....	44	
6.3. PK/Ag Karışımlarının Özellikleri.....	46	
6.4. BET Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Ölümleri.....	47	
6.5. SEM Görüntüleri.....	50	
6.6. EDS.....	60	
6.7. XRD.....	67	
6.8. FTIR.....	72	
BÖLÜM 7.		
SONULAR VE ÖNERİLER.....		80
KAYNAKLAR.....		82
ÖZGEMİŐ.....		86

## SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ

PK	: Pirinç kabuğu
Ag	: Gümüş
PK/Ag	: Gümüş destekli pirinç kabuğu
Pellet AC	: Pellet aktif karbon
PAC	: Toz aktif karbon
GAC	: Granüler aktif karbon
BET	: Brunauer-Emmet-Teller
FTIR	: Fourier Transform Infrared (Fourier dönüşümlü infrared spektroskopisi)
SEM	: Scanning Elektron Microscopy (Taramalı elektron mikroskobu)
XRD	: X-Ray Diffraction (X-ışını kırınımı)
EDS	: Elektron Diffraction Spectroscopy (Elektron kırınım spektroskopisi)
IUPAC	: The International Union of Pure and Applied Chemistry (Uluslar arası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği)
TÜBİTAK	: Türkiye Bilimsel ve Teknolojik Araştırma Kurumu
°C	: Derece santigrat
Wt %	: Ağırlıkça yüzde bileşim
$\mu$ m	: Mikrometre
cal	: Kalori
Mj/kg	: Megajoule/kilogram
Å	: Angstrom
nm	: Nanometre
ASTM	: American Society for Testing and Materials (Amerikan Test ve Malzemeler Derneği)

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Pirinç kabuğunun doğal yetiştirme alanı.....	4
Şekil 2.2.	Pirinç üretimi.....	5
Şekil 2.3.	Pirinç tanesinin yapısı.....	6
Şekil 2.4.	Pirinç kabuğunun görüntüsü.....	6
Şekil 2.5.	Pirinç kabuğu kesitinin SEM görüntüsü.....	7
Şekil 2.6.	Pirinç kabuğunun dış yüzeyinin SEM görüntüsü.....	8
Şekil 3.1.	Aktif karbonun grafitik tabakalarının düzeni.....	13
Şekil 3.2.	Aktif karbonun gözenek yapısı.....	14
Şekil 3.3.	Şematik olarak aktif karbon gözenek sistemi.....	15
Şekil 3.4.	Aktifleştirilmiş karbon üretimi.....	17
Şekil 6.1.	Aktif karbonun (20/60) 77 K'deki adsorbsiyon izotermi.....	47
Şekil 6.2.	PK/Ag-0,25 karışımının 77 K'deki adsorbsiyon izotermi.....	48
Şekil 6.3.	PK/Ag-3 karışımının 77 K'deki adsorbsiyon izotermi.....	48
Şekil 6.4a.	Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (100 $\mu m$ ).....	50
Şekil 6.4b.	Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (10 $\mu m$ ).....	51
Şekil 6.4c.	Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (5 $\mu m$ ).....	51
Şekil 6.4d.	Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (1 $\mu m$ ).....	51
Şekil 6.5a.	Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü (10 $\mu m$ ).....	52
Şekil 6.5b.	Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü (5 $\mu m$ ).....	52
Şekil 6.5c.	Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü (1 $\mu m$ ).....	53
Şekil 6.6a.	Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (10 $\mu m$ ).....	53
Şekil 6.6b.	Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (5 $\mu m$ ).....	54
Şekil 6.6c.	Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (1 $\mu m$ ).....	54
Şekil 6.7a.	PK/Ag-0,25 karışımının SEM (10 $\mu m$ ).....	55
Şekil 6.7b.	PK/Ag-0,25 karışımının SEM (5 $\mu m$ ).....	55
Şekil 6.7c.	PK/Ag-0,25 karışımının SEM (1 $\mu m$ ).....	55
Şekil 6.8a.	PK/Ag-0,5 karışımının SEM (10 $\mu m$ ).....	56

Şekil 6.8b.	PK/Ag-0,5 karışımının SEM (5 $\mu\text{m}$ ).....	56
Şekil 6.8c.	PK/Ag-0,5 karışımının SEM (1 $\mu\text{m}$ ).....	56
Şekil 6.9a.	PK/Ag-1 karışımının SEM (10 $\mu\text{m}$ ).....	46
Şekil 6.9b.	PK/Ag-1 karışımının SEM (5 $\mu\text{m}$ ).....	57
Şekil 6.9c.	PK/Ag-1 karışımının SEM (1 $\mu\text{m}$ ).....	57
Şekil 6.10a.	PK/Ag-2 karışımının SEM (10 $\mu\text{m}$ ).....	58
Şekil 6.10b.	PK/Ag-2 karışımının SEM (5 $\mu\text{m}$ ).....	58
Şekil 6.10c.	PK/Ag-2 karışımının SEM (1 $\mu\text{m}$ ).....	58
Şekil 6.11a.	PK/Ag-3 karışımının SEM (10 $\mu\text{m}$ ).....	59
Şekil 6.11b.	PK/Ag-3 karışımının SEM (5 $\mu\text{m}$ ).....	59
Şekil 6.11c.	PK/Ag-3 karışımının SEM (1 $\mu\text{m}$ ).....	59
Şekil 6.12.	Pirinç kabuğunun EDS spektrumu.....	60
Şekil 6.13.	(20/10) Aktif karbonun EDS spektrumu.....	61
Şekil 6.14.	(20/60) Aktif karbonun EDS spektrumu.....	62
Şekil 6.15.	PK/Ag-0,25 karışımının EDS spektrumu.....	63
Şekil 6.16.	PK/Ag-0,5 karışımının EDS spektrumu.....	64
Şekil 6.17.	PK/Ag-1 karışımının EDS spektrumu.....	65
Şekil 6.18.	PK/Ag-2 karışımının EDS spektrumu.....	66
Şekil 6.19.	PK/Ag-3 karışımının EDS spektrumu.....	67
Şekil 6.20.	Pirinç kabuğunun XRD spektrumu.....	68
Şekil 6.21.	(20/10) Aktif karbonun XRD spektrumu.....	68
Şekil 6.22.	(20/60) Aktif karbonun XRD spektrumu.....	69
Şekil 6.23.	PK/Ag-0,25 karışımının XRD spektrumu.....	69
Şekil 6.24.	PK/Ag-0,5 karışımının XRD spektrumu.....	70
Şekil 6.25.	PK/Ag-1 karışımının XRD spektrumu.....	70
Şekil 6.26.	PK/Ag-2 karışımının XRD spektrumu.....	71
Şekil 6.27.	PK/Ag-3 karışımının XRD spektrumu.....	71
Şekil 6.28.	Pirinç kabuğunun ve PK/Ag karışımlarının XRD spektrumu.....	72
Şekil 6.29.	Pirinç kabuğunun FTIR spektrumu.....	73
Şekil 6.30.	(20/10) Aktif karbonun FTIR spektrumu.....	74
Şekil 6.31.	(20/60) Aktif karbonun FTIR spektrumu.....	74

Şekil 6.32.	PK/Ag-0,25 karışımının FTIR spektrumu.....	75
Şekil 6.33.	PK/Ag-0,5 karışımının FTIR spektrumu.....	76
Şekil 6.34.	PK/Ag-1 karışımının FTIR spektrumu.....	76
Şekil 6.35.	PK/Ag-2 karışımının FTIR spektrumu.....	77
Şekil 6.36.	PK/Ag-3 karışımının FTIR spektrumu.....	77
Şekil 6.37.	PK/Ag karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumu.....	79

## TABLolar LİSTESİ

Tablo 2.1.	Pirinç kabuğunun ana bileşenleri ve içeriği.....	7
Tablo 2.2a.	Pirinç kabuğunun kimyasal özellikleri.....	8
Tablo 2.2b.	Pirinç kabuğunun fiziksel özellikleri.....	9
Tablo 3.1.	Farklı tanecik boyutları kullanılarak üretilen aktifleştirilmiş karbonun bazı özellikleri.....	19
Tablo 5.1.	Emdirme için hazırlanan karışımların içeriği.....	40
Tablo 5.2.	PK/Ag karışımlarının içeriği.....	41
Tablo 6.1.	Pirinç kabuğunun kaba analiz ve ısı değeri sonuçları.....	43
Tablo 6.2.	Pirinç kabuğunun elementel analiz sonuçları.....	44
Tablo 6.3.	Pirinç kabuğunun kimyasal yaş analiz sonuçları.....	44
Tablo 6.4.	Farklı emdirme oranlarında elde edilen aktif karbonun verimi.....	44
Tablo 6.5.	Aktif karbonun (20/60) kaba analiz ve ısı değeri sonuçları.....	45
Tablo 6.6.	Aktif karbonun elementel analiz sonuçları.....	45
Tablo 6.7.	Aktif karbonun kimyasal yaş analizi sonuçları.....	46
Tablo 6.8.	PK/Ag karışımları hazırlama koşulları ve gümüş içeriği.....	46
Tablo 6.9.	PK/Ag-3 karışımının kimyasal özellikleri.....	46
Tablo 6.9.	Aktif karbon (20/60), PK/Ag karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri.....	49
Tablo 6.9	PK, aktif karbon ve PK/Ag karışımlarının fonksiyonel grupları.....	78

## ÖZET

Anahtar Kelimeler: Pirinç kabuğu, Aktif Karbon, Gümüş, Antibakteriyel Etki.

Türkiye tarımsal atıklar açısından oldukça zengin bir ülkedir. Bu tarımsal atıkları katı, sıvı, gaz fazlarına dönüştürerek etkin bir şekilde kullanım için çeşitli süreçler mevcuttur ve aktif karbon eldesi bu süreçlerden bir tanesidir.

Gümüş antibakteriyel etkileri yıllardır bilinen bir metaldir. Son yıllarda antibakteriyel metallerin inorganik taşıyıcılara yüklenerek dezenfektan olarak kullanılabilmelerinden dolayı endüstride kullanımı artmakta ve geliştirilmektedir.

Bu çalışmada, aktivasyon ve kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak, pirinç kabuğundan hazırlanmış aktif karbona gümüş bağlanması (PK/Ag) çalışılmıştır. Pirinç kabuğu, aktif karbon ve elde edilen PK/Ag karışımları karakterize edilmiştir. Bu amaç doğrultusunda maddelerin Brunauer-Emmet-Teller (BET), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), Fourier Dönüşümlü İnfrared spektroskopisi (FTIR) ve X-Işını Kırınımı (XRD) alınmıştır.

Gümüşün pirinç kabuğu üzerindeki etkileri incelendiğinde, pirinç kabuğu en büyük yüzey alanına sahipken, ilave edilen ve periyodik olarak artırılan gümüşle yüzey alanının azaldığı gözlemlenmiştir. SEM fotoğrafları incelendiğinde, pirinç kabuğu gözenekli olarak yansırken, gümüş pirinç kabuğu matrisinin üzerinde düzenli şekilde dağılmıştır. Aynı şekilde gümüş ilaveye devam edildikçe, pirinç kabuğuna bağlanan gümüş miktarı da bu oranda artmıştır. Ayrıca gümüş parçalarının  $1 \mu\text{m}$ 'den daha küçük aralıkta nano boyutta olduğu, fotoğraflarda göze çarpan başka bir husustur. Bütün bunlara ilaveten, XRD sonuçları da SEM sonuçlarını desteklemiş,  $2\theta$  derecede gümüşe ait spesifik piklere yakın pikler göstermiş ve gümüş miktarı arttıkça piklerin şiddeti de artmıştır. PK/Ag karışımlarının içerdiği gümüş miktarı ICP ile incelendiğinde ise bağlanan gümüş miktarının ilave edilen gümüş miktarı ile orantılı olarak arttığı görülmüştür.



# CHARACTERIZATION OF Ag<sup>+</sup> IONS THAT IS ADDED TO RICE HUSK

## SUMMARY

Keywords: Rice Husk, Activated Carbon, Silver, Antibacterial Effect

Turkey is a rich country which has agricultural wastes. Various processes have been for using these wastes as active by changing them to solid, liquid and gases phases and obtaining activated carbon from them is a process.

Silver is a material that's antibacterial effect is known for years. Recent years, due to using antibacterial material as disinfectant by charging to inorganic carrier, their using in industry has been increased and developed.

In this study, bonding silver to activated carbon (RH/Ag) that has been prepared from rice husk, has been studied by using activation and chemical reduction method. Rice husk, activated carbon and (RH/Ag) have been characterized. At this aim, Brauner-Emmet-Teller (BET), Scanning Electron Microscopy (SEM), Fourier Transform Infrared (FTIR) and X-Ray Diffraction (XRD) measurements have been bought.

When the effective of silver on rice husk is examined, while rice husk has got the biggest surface area, it has been observed that the surface area has been decreased with the silver that is added and enhanced as periodic. when the SEM photographs have been examined, while rice husk has pore, silver has dispersed on rice husk orderly. When it has been continued to adding silver, silver amount which has engaged to rice husk, have been increased. Also, it is an other point that silver particles are nanosize which is smaller than 1  $\mu$  m, in SEM photographs. In addition to these, XRD results have been supported SEM results, have been represented specific peaks that are near to silver peaks and intensity of peaks have been increased when the silver amount increased. When the silver amount of RH/Ag samples have been examined, it has been seen that the silver amount which has engaged to rice husk have been increased as balanced with added silver.

## **BÖLÜM 1. GİRİŞ**

Türkiye bitkisel ve hayvansal atıklar açısından zengin bir potansiyele sahiptir. Bu atıklar genellikle yakma amaçlı ve hayvan yemi olarak kullanılmaktadır. Bununla birlikte bu artıkları katı, sıvı ve gaz ürünlere dönüştürerek etkin bir şekilde değerlendirilmesini sağlayacak süreçler bulunmaktadır. Bu tür artıklardan aktif karbon üretimi de bu süreçlerden bir tanesidir [1].

Aktif karbon geçmişi çok eskilere dayanan, çeşitli endüstrilerde kullanımı gittikçe artan bir maddedir [1]. Ülkemizde aktif karbon kullanımı gerek endüstriyel uygulamalarda gerekse günlük yaşamda sık sık karşımıza çıkmasına rağmen, endüstriyel anlamda aktif karbon üretimi gerçekleştiren bir tesis mevcut değildir. Bu nedenle aktif karbon ticari isimlerle ithal edilerek kullanıma sunulmaktadır.

Aktif karbon, büyük iç yüzey alanına ve gözenek hacmine sahip olan amorf bir katıdır ve çok çeşitli organik maddelerden üretilebilmektedir [2]. Üretimde kullanılacak hammadde için bir sınırlama olmamasına rağmen, düşük inorganik içerikli, yüksek karbon içeriğine sahip ucuz hammaddeler, aktif karbon üretimi için tercih edilmektedir [1]. Pirinç kabuğu, kolay bulunabilir ve ucuz olması gibi avantajlara sahip olması sebebiyle aktif karbon hazırlamak için tercih edilen tarımsal organik maddelerden biridir [3].

Pirinç kabuğu, pirinç üretiminde, pirincin işlenmesi sırasında ortaya çıkan en önemli yan ürünlerden biridir ve yüksek kül içeriği ile yaygın olarak kullanılabilen lignoselülozik maddelerden biridir [4]. Pek çok ülkede pirinç kabukları endüstriyel olarak yakılmaktadır [5]. Yakma işlemi enerji sağlamanın yanı sıra silis bakımından zengin ve endüstriyel olarak kullanılabilen yan ürün olan pirinç kabuğu külü elde edilmesini sağlar. Yakma işlemi sırasında organik kısımlar yanmasına rağmen, silisin

kabuktaki bitkisel hücrelerin zarında yoğunlaşmasından dolayı yapı kendini korumaktadır.

Gümüş, çinko, bakır, civa, kadmiyum ve talyum gibi ağır metallerin mikrop öldürücü etkisi on dokuzuncu yüzyıldan beri bilinmektedir. Bu iyonların en dikkat çekici özellikleri çok küçük konsantrasyonlarda bile etkilerini gösterebilmeleridir [6]. Bu metal iyonları arasında gümüş iyonu, güçlü antibakteriyel özelliği ve diğer metal iyonları ile karşılaştırıldığında daha az zehirli olmasından dolayı en çok kullanılanıdır.

Son yıllarda, gümüş içeren çeşitli inorganik antibakteriyel maddeler geliştirilmiştir ve bazıları yaygın olarak kullanılmaktadır [7]. Antibakteriyel metaller inorganik taşıyıcılara yüklendiğinde dezenfektan olarak kullanılabilirlerinden dolayı endüstride dikkate alınmaktadır ve geliştirilmektedir. Zeolit, fosfat, titanyum dioksit, aktif karbon ve mezo gözenekli silika gibi farklı inorganik taşıyıcılara gümüş ilave edilerek farklı çeşitte antibakteriyel maddeler elde edilebilir [8].

Wang ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, farklı miktarlardaki  $[Ag(NH_3)_2]NO_3$  çözeltisi içindeki gümüş iyonunun gözenekli silikaya bağlanması incelenmiştir [9]. Elde edilen numunelerin karakterizasyonu yapılmıştır ve antibakteriyel özellikleri incelenmiştir. Bu maddelerin *Escherichia coli*, *Staphylococci Aureus* ve *basillus*'a karşı mükemmel antibakteriyel özellik gösterdiğini vurgulamışlardır.

Yang ve arkadaşları bambu kömürüne kimyasal aktivasyon yöntemiyle gümüş ilave ederek nanokompozit hazırlamış, bu maddenin karakterizasyonunu yaparak antibakteriyel performansını incelemiştir [10]. Maddelerin içerdiği gümüş miktarı arttıkça antibakteriyel özelliğinin de arttığını gözlemlemişlerdir.

Tan ve arkadaşları sodyum zirkonyum fosfata gümüş ilave ederek elde ettikleri gümüş kaplı zirkonyum fosfat ( $AgZrP$ )'ın yapısını ve antibakteriyel aktivitesini incelemiştir [11]. Yaptıkları testlerde elde edilen numunelerinin *Escherichia coli* ve *Staphylococci Aureus* bakterilerinin hemen hemen hepsini yok ettiğini vurgulamışlardır.

Top ve arkadaşları Na-klinoptilolite gümüş, çinko ve bakır iyonları ilave etmiştir [12]. Elde ettiği numunelerin karakterizasyonunu yapmıştır ve Na-klinoptilolite en fazla gümüş iyonunun bağladığını görmüşlerdir.

Husheng ve arkadaşları nano-SiO<sub>2</sub>'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 [13].

Yang ve arkadaşları immobilizasyon yöntemi ile bambu kömürü/polyoksometalat biyolojik koruma maddesini sentezlemeye çalışmış, karakterizasyonunu ve antibakteriyel özelliklerini incelemiştir [14].

Bu çalışmanın amacı, kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak, nanoboyutta gümüş destekli antibakteriyel pirinç kabuğu (PK/Ag) elde etmek, gümüş ilavesinden önceki ve gümüş ilavesinden sonraki maddenin yüzey yapısını ve kimyasını incelemektir. Bu amaç doğrultusunda elde edilen PK/Ag karışımlarının, aktif karbonun ve pirinç kabuğunun yapısı Fourier Dönüşümlü Infrared Spektroskopisi (FTIR), Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve X-Işını Kırınımı (XRD) kullanılarak karakterize edilmiştir. Külün yüzey alanı ve gözenek hacmi Brunauer-Emmet-Teller (BET) metodu ile hesaplanmıştır.

## BÖLÜM 2. PİRİNÇ KABUĞU

### 2.1. Pirinç Kabuğu ve Pirinç Kabuğu Külü

Pirinç (*Oryza sativa* L.) buğdaygiller familyasından gelen ve mısır ile buğdaydan sonra en fazla ekimi yapılan otsu bitki türüdür [15]. İnsan beslenmesinde büyük öneme sahip olduğu görülen pirinç ilk olarak Hindistan'da MÖ 3000 li yıllarda yetiştirilmeye başlanmıştır. Batıya doğru yayılma gösteren pirinç tarımının, Türkiye'ye yaklaşık 500 yıl önce geldiği ileri sürülmektedir.

Pirinç, dünyada 1.6 milyar kişinin besin maddesinin yarısını oluşturmaktadır. Ekilebilen alanların % 11'inde yani yaklaşık olarak 145 milyon hektar alanda pirinç ekimi yapılmaktadır [16]. Şekil 2.1'de pirincin doğal yetişme ortamı gösterilmiştir.

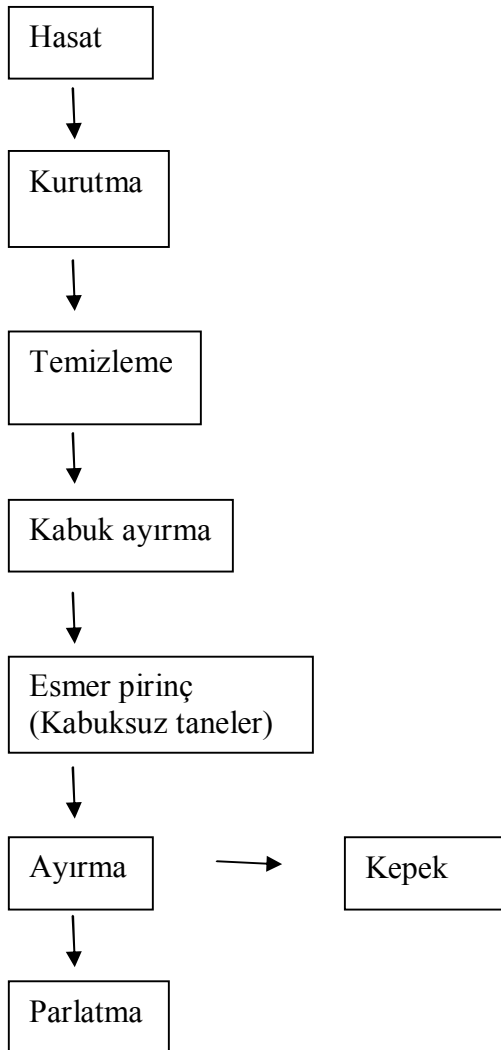


Şekil 2.1. Pirinç kabuğunun doğal yetişme alanı [17]

Dünyanın çeşitli yerlerinde yetiştirilebilen pirinç, en verimli olarak su içinde ve ılık iklimlerde yetiştirilir [15]. İlbaharda ekimi yapılan bu bitki, yaz sonu veya sonbahar basında hasat edilir. Özellikle Uzakdoğu ülkeleri için önemli bir besin kaynağı olduğundan, dünya çapında üretim miktarlarının bu bölgelerde bası çektiği görülmektedir.

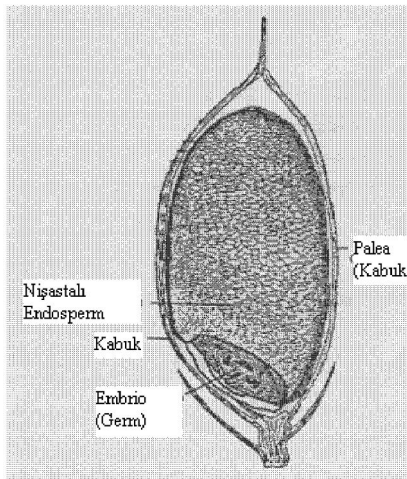
Türkiye’de pirinç her bölgede yetiştirilirken; en fazla üretim Marmara Bölgesi ve Karadeniz Bölgesi’nde yapılmaktadır [15]. Ekolojik yönden çeltik tarımına uygun olması ve dünya ortalamasının üzerinde verim elde edilmesine rağmen Türkiye, yılda ortalama 200.000 ton pirinç üretimi ile kendi için yeterli üretimi sağlayamamaktadır. Bu sebeple ihtiyacın karşılanması amacıyla pirinç ithalatı yapılmaktadır.

Çeltik olarak hasat edilen pirince, işleme öncesinde uygun görülen nem seviyesine kadar kurutma işlemi uygulanır. Uygun nem içeriğine sahip pirinç temizlendikten sonra pirinç öğütülerek kabuk ve kepek uzaklaştırılır. Şekil 2.2’ de yer alan pirinç üretimi akım semasında hasat edilen çeltiğin işleme basamakları da görülmektedir [15].



Şekil 2.2. Pirinç üretimi [15]

Pirinç kabuğu, pirinç üretiminde, pirincin beyaz pirince işlenmesi sırasında ortaya çıkan en önemli yan ürünlerden biridir. Pirinç tarladan toplandığında, tamamen kabuk ile kaplanmış tane halindedir. Çeltik fabrikalarında, ham pirinç öğütülerek pirinç tanesinin % 25'ini oluşturan en dışta bulunan kabuk alınır ve cilalama işlemi yapılarak beyaz pirinç elde edilir. Şekil 2.3'de bir pirinç tanesinin yapısı gösterilmiştir [5].



Şekil 2.3. Pirinç Tanesinin Yapısı [5]

Pirinç üretiminde iki tip kabuk oluşur. Birinci kabuk; pirinç tanesinin etrafını saran ince bir zar şeklindeki kepek adı verilen materyaldir. İkinci kabuk ise bir pirinç tanesinin en dışında bulunan kabuktur. Bu kabuk içteki kabuğa göre daha sert olup kavuz veya kapçık olarak adlandırılır. Kavuz, silis ve karbon iskeletini oluşturur ve amorf yapıdadır [18]. Şekil 2.4' de pirinç kabuğunun görüntüsü verilmiştir.



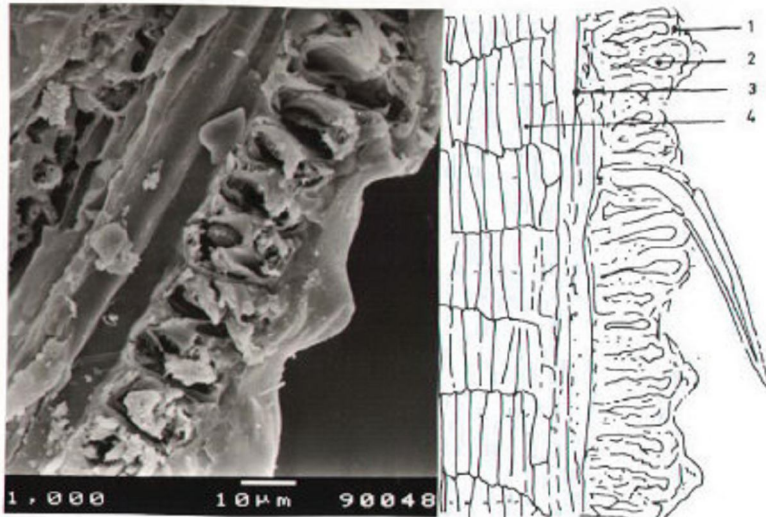
Şekil 2.4. Pirinç kabuğunun görüntüsü

Pirinç kabuğu yüksek silika içeriği olan lifli bir tarım atığıdır. Pirinç kabuğunun en önemli bileşeni selüloz, hemiselüloz, lignin ve küldür. Aslında gerçek bileşimi oldukça değişken olup şu değerler tipik kompozisyon olarak alınabilir; kül 20 %, lignin 22 %, selüloz 38 %, pentosans 18 % ve diğer organikler 2 % [19]. Pirinç kabuğunun kimyasal bileşimi, yetiştiği coğrafi konuma ve özel yetiştirme uygulamalarına göre değişiklik gösterir. Tablo 2.1’de pirinç kabuğunun bileşimi gösterilmiştir [5].

Tablo 2.1. Pirinç kabuğunun ana bileşenleri ve içeriği [4]

Ana Bileşenler	İçerik (wt.%)
SiO <sub>2</sub>	18,8-22,3
Lignin	9,0-20,0
Selüloz	28,0-38,0
Protein	1,9-3,0
Yağ	0,3-0,8
Tüm parçalanmadan sonraki besin maddeleri	9,3-9,5

Şekil 2.5’de pirinç kabuğu kesitinin SEM’deki görüntüsü yer almaktadır [20].



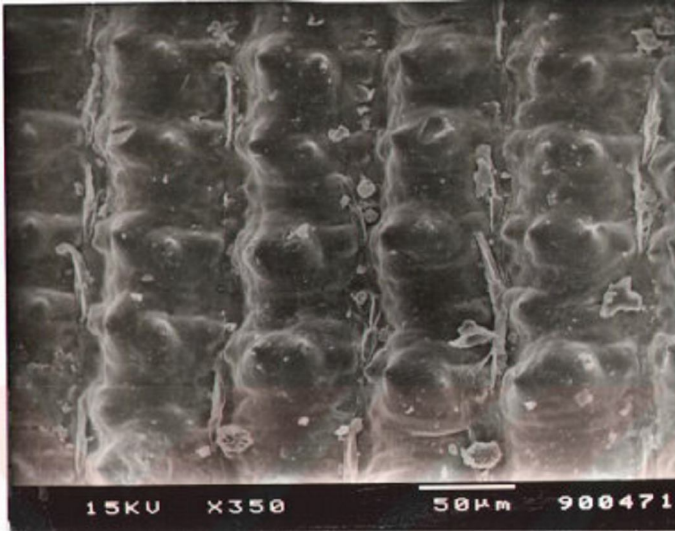
Şekil 2.5. Pirinç kabuğu kesitinin SEM görüntüsü [20]

Şekil 2.5’den görülebileceği gibi kabukta 4 ayrı tabaka yapısı vardır.



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

Saf su ile yıkanıp kurutulan pirinç kabuğunun dış yüzeyinin SEM'deki görüntüsü Şekil 2.6' da görülmektedir.



Şekil 2.6. Pirinç kabuğunun dış yüzeyinin SEM görüntüsü [20]

Pirinç hububatının etrafını saran kabuk, tarımsal bir atıktır. Tanenin ağırlık olarak % 78'i pirinç ve kepektir, geriye kalan % 22'si ise pirinç çeltiğidir. Bu çeltik pirinç fabrikalarında yarı kaynatım işleminde buhar elde edebilmek için yakıt olarak kullanılmaktadır. Çeltiğin % 75'i uçucu maddelerden oluşmuştur ve bu yakma işlemi sırasında yok olur ve geriye kalan % 25 lik kısmı pirinç çeltiği külü olarak fırınlardan çıkartılır. Bu külün ortalama % 90 'ı amorf silisyumdur. Isıtma değeri 13-15 Mj/kg'dır. Yakıldığında ağırlık olarak % 18-22 arasında kül oluşur [22]. Tablo 2.2'de pirinç kabuğunun kimyasal özellikleri (a) ve fiziksel özellikleri (b) verilmiştir.

Tablo 2.2a. Pirinç kabuğunun kimyasal özellikleri [18]

Pirinç Kabuğu Külünün Kimyasal Özellikleri (%)									
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	MgO	SO <sub>3</sub>	K <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	MnO	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>
91,15	3,84	1,87	0,81	0,59	-	0,71	0,17	0,21	0,65

Tablo 2.2b Pirinç kabuğunun fiziksel özellikleri [19]

Pirinç Kabuğunun Fiziksel Özellikleri		
Partikül büyüklüğü ( $\mu m$ )	Yüzey alanı ( $m^2 g^{-1}$ )	Yoğunluk ( $gcm^{-3}$ )
6,6	1,4	2,2

Bu durumda her 1000 kg'lık pirinç hububatının 220 kg'ı pirinç çeltiği olarak elde edilmektedir. 220 kg çeltik, fırınlarda enerji üretmek için yakıldıktan sonra, geriye kalan külü 55 kg'dır. Sadece Hindistan'da yılda 4 milyon ton pirinç çeltiği külü fırınlardan çıkmakta ve kullanılmayı beklemektedir. Pirinç çeltiği külleri atık olarak çevreye bırakılmakta ve doğaya zarar vermektedir [21].

Orijinal kabuktaki bitkisel hücre yapısının içindeki organik kısımlar yanmasına rağmen silisin hücre zarında yoğunlaşmasından dolayı yapı kendini korumakta ve külde de silis bu kabuk kısmında yoğunlaşmaktadır. Orijinal kabuk yaklaşık % 18 SiO<sub>2</sub> içerirken, yakıldıktan sonra bu oran % 95.8 SiO<sub>2</sub> değerine yükselmekte, orijinal pirinç kabuğunda silis amorf yapıda iken yakılmış pirinç kabuğunda silis kristobalit formundadır [21].

## 2.2. Pirinç Çeltiği Kabuğunun Kullanım Alanları

Pirinç kabuğunun çeşitli uygulama alanları vardır [16]. Pirinç kabuğu külünün kullanıldığı yerler literatürde geniş ölçüde belirtilmiştir. Kabuğun kullanım alanları şöyle sıralanabilir

- Yakıt olarak kullanım: Kırsal bölgelerde kış mevsiminde ısı gereksinimini karşılamak üzere sobalarda yakıt olarak kullanılmaktadır [16].
- Çelik endüstrisinde kullanım: Çelik üretimi sonunda kabuklar çelik külçelerin üzerine serilerek, çeliğin soğuması yavaşlatılır ve kristal yapı oluşur [16].
- Temizlik malzemesi olarak kullanımı: Yer döşemeleri ve metal malzeme üzerindeki kir ve pasın temizlenmesi, parlatılmasında külün abrasif özelliğinden yararlanır [21].

- Refrakter malzeme olarak kullanım: Özellikle Mısır, Japonya ve bazı diğer ülkelerde refrakter malzeme üretiminde ve izolasyon malzemesinde pirinç kabuğundan yararlanılır [16].
- Aktif karbon eldesinde kullanım: Pirinç kabukları havasız yerde yakılarak aktif karbon elde edilebilir ve ayrıca aktif karbon absorpsiyon özelliğinin yüksek oluşu nedeniyle sanayide renk, koku giderici olarak kullanılmaktadır [16]. Su saflaştırma işleminde, ince malzemelerin filtrasyonunda, adsorpsiyon aracı ve koagülatör olarak kullanılır [19]. Ortamda istenmeyen katı, sıvı veya gazların uzaklaştırılmasında, örneğin deniz ve göller üzerindeki kirler, döküntülerin yok edilmesinde yararlanılır.
- Yapı malzemesi olarak kullanım: Yapı malzemesi olarak hafif beton imalinde hafif agrega olarak kullanılmaya elverişlidir [16]. Çimentoya katılarak puzzolan gibi kullanılır [21].
- Sır maddesi olarak kullanım: Seramikte sır hammaddesi eldesinde kullanılır [21].
- Dolgu malzemesi olarak kullanımı: Diş macunlarında sabun endüstrisinde, boya, cila, vernik, mürekkep imalinde dolgu ve katkı şeklinde değişik yerlerde kullanılır [21].

## **BÖLÜM 3. AKTİF KARBON**

### **3.1. Tanımı**

Aktif karbon yüksek karbon içeriğine sahip maddelere uygulanan aktivasyon yöntemi ile iç yüzey alanı ve gözenek hacmi oldukça geliştirilmiş herhangi bir kimyasal formülü bulunmayan madde olarak tanımlanabilmektedir [22]. Aktif karbonlar insan sağlığına zararsız, kullanışlı ürünlerdir. Renk, tat, koku giderici olduğu gibi organik ve organik olmayan kirliliklerin giderilmesinde de önemli bir maddedir.

Aktifleştirilmiş karbon, karbon içeriği yüksek ve kül içeriği düşük olan birçok ham maddelerden üretilir [2]. Günümüzde aktif karbon yüksek karbon ve düşük inorganik madde içeriğine sahip, kolay elde edilebilen, bol ve ucuz maddelerden elde edilmektedir. Bunlar arasında tarımsal bir atık olan şeker pancarı küspesi, fındık zurufu, zeytin çekirdeği, kahve çekirdeği, kayısı çekirdeği, bambu kömürü, kavak ağacı atıkları, hindistan cevizi kabuğu, pirinç kabuğu gibi maddeler sayılabilir [22, 23, 24, 25, 26, 14, 1, 3].

Organik esaslı aktif karbon; bileşim olarak % 87-97 oranlarında karbon içermekte olup geri kalan oranlarda ise hidrojen, oksijen, kükürt ve azot içerebilir. Öte yandan kullanılan hammaddeye ve proseste katılan diğer kimyasal maddelerin içeriğine bağlı olarak daha farklı elementleri de içerebilmektedir [27].

### **3.2. Aktif Karbonun Tarihçesi**

Aktif karbonun bilinen en eski kullanımı M.Ö. 375 yıllarına dayanmaktadır. Mısırlılar ve Sümerliler bronz üretiminde bakır, kalay ve çinkonun indirgenmesinde 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 [22].

1773' te, Scheele tarafından aktif karbonun gaz adsorpsiyon özelliği keşfedilmiştir. 1785' te Lowitz, odun kömürünün birçok sıvıların rengini giderme özelliği olduğunu gözlemlemiştir. 1808' de, şeker pancarı ve şeker kamışı endüstrilerinde hammaddesi kemik olan aktif karbon kullanılarak ağartma işlemi gerçekleştirilmiştir [1]. Günümüzde şeker kamışı endüstrisinde renk giderme işleminde hala aktif karbon kullanılmaktadır.

1900' lü yılların başında, şu anki aktif karbon üretiminin temelini oluşturan patentler yayınlanmıştır. Bu patentler, bugün bile hala geçerli olan aktif karbon üretiminin iki temel prensibini açıklamaktadır [28]. Bunlar kimyasal aktivasyon ve gaz aktivasyonudur.

1915' te I. Dünya Savaşı sırasında ortaya çıkan ihtiyaçlar, aktif karbonun gelişiminde büyük rol oynamıştır. Almanlar klor gazını silah olarak kullanmışlardır. Bu gaz insanların nefes almalarını engelleyip, boğulmalarına sebep olmaktadır. Almanların bu gaza karşı korunmak için Hindistan cevizi kabuğundan sert ve granül aktif karbon üretilmiştir. Aktif karbon içeren gaz maskeleri kullanmaya başlanması, aktif karbonun ilk olarak savunma amaçlı kullanımını gündeme getirmiştir. Savaşın ardından aktif karbon şeker pancarının rafine edilmesi ve içme suyunun saflaştırılmasında ticari anlamda geniş uygulama alanı bulmuştur.

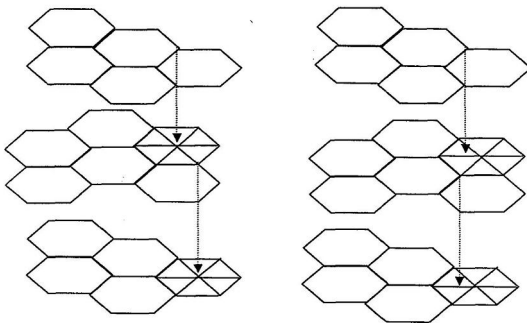
Aktif karbonun en önemli uygulama alanı sudan tat, koku, renk verici ve istenmeyen organik kirliliklerin uzaklaştırılması işlemidir. Birçok ecza ve kimya ürünlerinin saflaştırılmasında gaz faz uygulaması olarak karşımıza çıkmaktadır. Son yıllarda aktif karbonun hidrometalurji alanında altın, gümüş ve molibdenin geri kazanımındaki uygulamaları giderek artmaktadır. Günümüzde aktif karbonlar doğrudan veya dolaylı yollarla da olsa gündelik hayatımızın vazgeçilmez bir parçası haline gelmiştir [24].

### 3.3. Aktif Karbonun Özellikleri

#### 3.3.1. Fiziksel özellikler

Aktif karbon, özellikleri ve yapısı itibari ile grafitte benzer. Aktif karbon yapısı hakkındaki birçok veri grafitin yapısından elde edilmektedir. Grafit kristalleri, birleşik altıgen tabakalar halinde birbirlerine 3.354 Å uzaklıkta zayıf van der Waals kuvvetleri ile bağlanmaktadır [24]. Tek bir düzlem tabakada karbon atomları arasındaki mesafe 1,42 Å'dır. Karbon-karbon bağları arasındaki uzaklık 1.415 Å'dır. Karbonun üç elektronu komşu atomlarla düzenli 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. Grafitten farklı olarak, paralel tabakalar dikey bir eksen üzerinde mükemmel bir şekilde dizilmemiş olup, tabakaların birbirleri üzerindeki açılal konumları rastgele ve düzensizdir [22]. Şekil 3.1' de gösterilen bu yapı, turbostatik yapı olarak adlandırılır. Burada basit kristallerin dizilimi tamamen rastgele olup, karbonizasyon sıcaklığına bağlıdır. Aktif karbon yapısı ile ilgili diğer görüşe göre, yapı, karbon altıgenlerinin çapraz bağlı uzay kafesi (cross-linked space lattice) şeklindedir. Bu yapı hetero atomlarla kararlı hale getirilir.



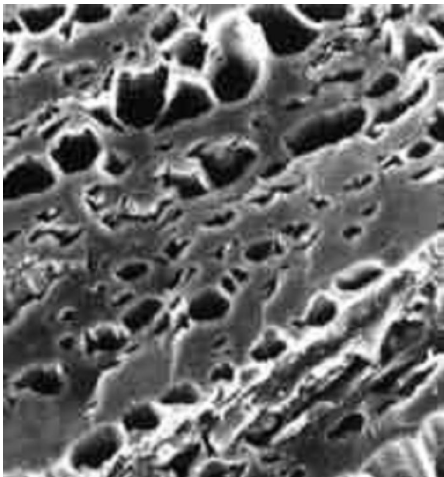
Şekil 3.1. Aktif karbonun grafitik tabakalarının düzeni [22]

### 3.3.1.1. Yüzey alanı

Aktif karbonun en önemli fiziksel özelliği, yüzey alanı olup, aktif karbon karakterizasyonunda önemli bir parametredir. Aktif karbon yüzey alanı, BET (Branauer- Emmet- Teller) yöntemi ile belirlenir. BET, gazların katı malzemelerin yüzeylerine fiziksel adsorpsiyon karakteristiğini kullanarak yüzey alanı hakkında bilgi veren bir yöntem olup, gazın, katı yüzeyinde oluşturduğu fiziksel olarak adsorbe olmuş mono tabaka prensibini esas alır. Malzemenin BET yöntemi ile analizi sonucu gözenek hacmi, gözenekliliği ve aktif yüzey alanı hakkında detaylı bilgi elde edilebilir [22].

### 3.3.1.2. Gözeneklilik

Aktif karbonun diğer önemli bir özelliği de gözenek yapısı ve bu gözeneklerin büyüklüğüdür [29]. Aktivasyon prosesi boyunca elementel kristaller arasındaki boşluklardan çeşitli karbonil gruplar temizlenir, basit kristallerin grafitik tabakalarındaki karbon uzaklaştırılır ve organize olmayan karbon yapısı oluşur. Meydana gelen delikler gözenek olarak adlandırılır. Aktif karbonun gözenek yapısını gösteren ve taramalı elektron mikroskobu ile çekilen fotoğraf Şekil 3.2' de verilmiştir.

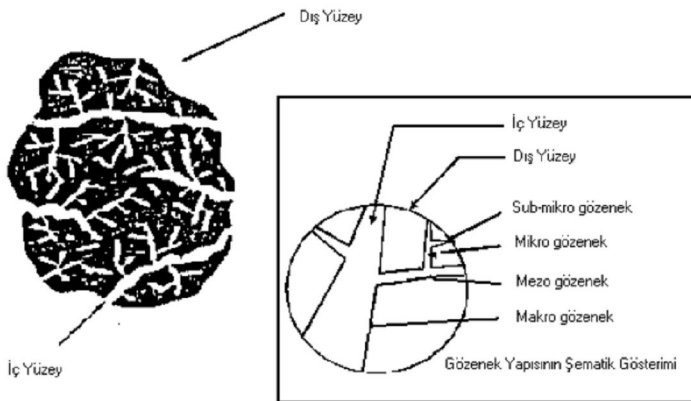


Şekil 3.2. Aktif karbonun gözenek yapısı [29]

Aktifleştirilmiş karbonun gözenek yapısı, büyük gözeneklerin üzerinde bulunan ve adeta bir ağacın dalları gibi uzantılar oluşturan pek çok küçük gözenek şeklinde hayal edilebilir (dallanmış gözenek teorisi). Küçük gözenekler daha büyük gözeneklere açılır, daha büyük gözenekler de aktifleştirilmiş karbonun yüzeyine açılır. Bazı gözeneklerin iki ucu kapalı olabilir. Bunlara, dışarı ile bağlantıları olmadığından ulaşılamaz (erişilemez) gözenekler denir [2].

The International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) gözenek büyüklüğünü yarıçaplarına göre dörde ayırmıştır [26];

1. Makro gözenekler ( $r > 25$  nm)
2. Mezo gözenekler ( $1 < r < 25$  nm)
3. Mikro gözenekler ( $0,4 < r < 1$  nm)
4. Submikro gözenekler ( $r < 0,4$  nm)



Şekil 3.3. Şematik olarak aktif karbon gözenek sistemi [28]

### 3.3.2. Kimyasal özellikler

Aktifleştirilmiş karbonların yüzey kimyası üzerine pek çok araştırma yapılmıştır [2]. Karbonun yapısını aydınlatma çalışmalarında infrared spektroskopisini kullanmanın deneysel zorluklarına karşın, IR spektroskopik ölçümleri (özellikle Fourier Transform IR, FTIR) oksidasyon ve sübstitüsyon reaksiyonları ile oluşan yüzey kimyasındaki değişiklikler hakkında bilgi verebilir.



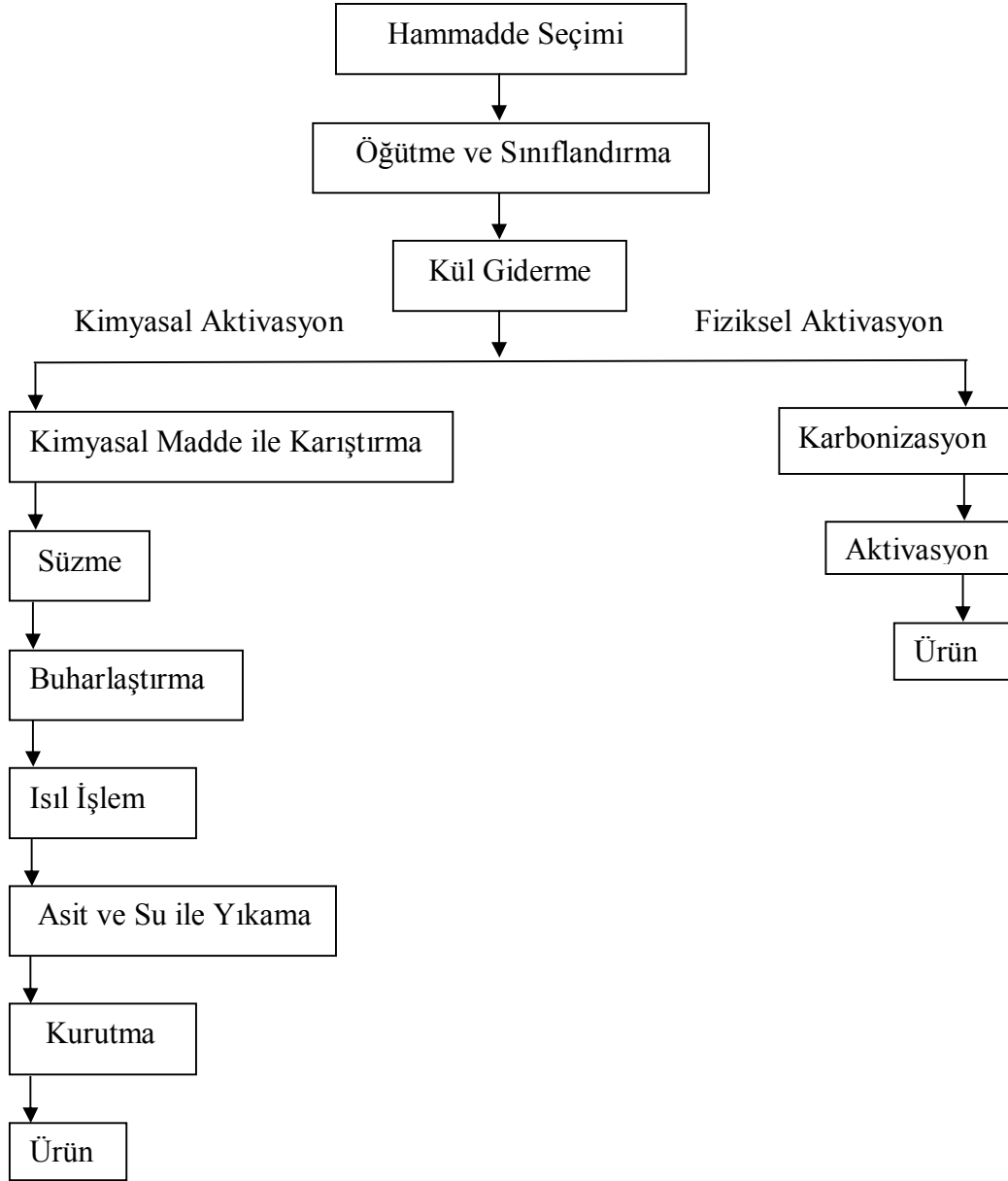
Aktif karbonun kimyasal yapısı, X-ışını analizi ile incelendiğinde grafit yapılı küçük kristallerden oluştuğu gözlemlenmiştir [22]. Aktif karbon içerisindeki basit grafitik kristallerin köşe ve uçlarında bulunabilecek yüzey grupları, kimyasal yapının organik bölümünü oluşturur. Yüzey gruplarına kimyasal 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 [22].

Aktifleştirilmiş karbonun kimyasal reaktivitesinin, karbon-oksijen komplekslerinin varlığından oldukça etkilendiği kabul edilir. Aktifleştirilmiş karbondaki, karboksiller, fenoller, aldehitler, ketonlar ve laktonlar gibi yüzey fonksiyonel grupları tanımlanabilmiştir, ama bütün yüzey bileşimini tespit etmek kolay değildir. Bazı araştırmacıların sistematik FTIR çalışmalarının sonucunda, IR bantlarını tayin edilmesinde büyük ilerleme sağlanmıştır. Aktifleştirilmiş karbonun hem asidik hem de bazik özellikler sergilediği çok uzun yıllardır bilinmektedir. Asidik özellikler, fenolik ve karboksilik asit gruplarının varlığı ile açıklanabilir ama bazik karakteri açıklamak çok daha zordur [2].

### 3.4. Aktif Karbon Üretimi

Aktif karbon üretimi, karbonlu ham malzemelerin havasız ortamda karbonizasyonu ve karbonize ürünün aktivasyonu olmak üzere iki temel adımı kapsar. Böylece tüm karbon içeren malzemeler, kullanılan hammaddenin yapısına, aktivasyon ajanının özelliğine ve aktivasyon işleminin şartlarına bağlı olarak farklı özelliklerde hedef ürünlere çevrilirler. Hammaddeye ve kullanılan farklı aktivasyon yöntemlerine bağlı olarak hidrofilik, elektriksel ve katalitik özellikleri iyileştirilebilir [22].

Aktif karbon hazırlanması fiziksel ve kimyasal aktivasyon olmak üzere başlıca iki yöntem ile gerçekleştirilmektedir [24]. Şekil 3.4' de aktifleştirilmiş karbonun üretim aşamaları gösterilmiştir.



Şekil 3.4. Aktifleştirilmiş karbon üretimi

### 3.4.1. Hammadde seçimi

Günümüzde aktif karbon yüksek karbon ve düşük inorganik madde içeriğine sahip birçok bol ve ucuz maddeden üretilabilmektedir [24]. Başlangıç hammaddesi;

- Aktif karbon veriminin iyi olması
- İnorganik madde içeriğinin düşük olması
- Kolay elde edilebilir ve düşük maliyete sahip olması

- Depolama sürecinde bozulmaması
- Kolay aktive edilebilmesi kriterlerine göre seçilmektedir [29].

Bunlar arasında kömür, petrol kalıntısı, ağaç, hindistan cevizi kabuğu, küspe çamuru, talaş ve fosil yakıtların pirolizinden elde edilen zift kullanılmaktadır. Ayrıca laboratuvar ortamında aktif karbon üretimi şeftali çekirdeği, vişne çekirdeği, zeytin çekirdeği, ceviz kabuğu gibi birçok atıl biyokütleden de gerçekleştirilmektedir [24].

Aktifleştirilmiş karbon üretiminde kullanılan hammadde, aktifleştirilmiş karbonun kimyasal ve fiziksel özelliklerini önemli ölçüde etkiler [2]. Örneğin, mısır kocağı ve yulaf kabuğundan üretilen aktifleştirilmiş karbonlar karşılaştırıldığında önemli farklılıklar gözlenmiştir. Su buharı kullanılarak yapılan fiziksel aktivasyon sonucunda yulaf kabuklarının car verimi, mısır koçanına göre daha düşük çıkmıştır ve yulaf kabuklarından üretilen aktifleştirilmiş karbonun yüzey alanı ( $625 \text{ m}^2/\text{g}$ ), mısır koçanından üretilen aktifleştirilmiş karbonun yüzey alanının ( $311 \text{ m}^2/\text{g}$ ) yaklaşık iki katıdır. Ceviz kabuğu ve zeytin çekirdeğinin KOH kullanılarak yapılan kimyasal aktivasyonu sonucunda, ceviz kabuğundan üretilen aktifleştirilmiş karbonun çoğunlukla makro gözeneklerden oluşan homojen bir gözenek boyut dağılımına, zeytin çekirdeğinden üretilen aktifleştirilmiş karbonun ise her boyuttan gözenek ihtiva eden heterojen bir gözenek boyut dağılımına sahip olduğu görülmüştür. Literatürde, üretim yöntemini sabit tutarak değişik hammaddelerden aktifleştirilmiş karbonlar üretilip, bunların fiziksel ve kimyasal özelliklerini karşılaştırmaya yönelik daha birçok çalışma bulunmaktadır. Tüm bu çalışmalardan anlaşılan kullanılan hammaddenin aktifleştirilmiş karbonun, verimini, yüzey alanını, gözenek boyut dağılımını ve hatta gözenek şeklini önemli ölçüde etkilediğidir.

### 3.4.2. Hammaddeyi boyutlandırma

Hammaddenin aktivasyon öncesi geçirdiği adımlardan biri de boyutlandırma dır. Bu işlem istenen boyutta ve gözenek yapısında aktif karbon üretilmesi için gereklidir. Hammaddenin tanecik boyutunun üretilen aktif karbonun yüzey alanı, mikro gözenek hacmi gibi önemli özellikleri üzerine etkisi olabilmektedir [24].

Mikro gözenekli aktif karbon üretiminde genellikle yüksek yoğunluğa sahip hammaddeler kullanılmakta ve uzun sürede yavaş bir şekilde aktivasyon işlemi uygulanmaktadır [1]. Makro gözenekli aktif karbon üretimi ise, hızlı gerçekleşen bir aktivasyon ile yapılmaktadır [22]. Kimyasal aktivasyon işleminde emdirilen malzemenin özelliklerine bağlı olarak nihai ürün olan aktif karbonun yapısı belirlenebilmektedir [1].

Bazı araştırmacılar, kütle transferi sınırlamasına dikkat çekmiştir. Piroliz reaksiyonlarını engelleyen gaz ürünlerin, hızlı bir şekilde ortamdan uzaklaştırılması piroliz hızının artmasını ve daha büyük gözenek hacimlerinin elde edilmesini sağlayabilir. Tanecik boyutu küçük olduğunda gaz ürünler daha etkin şekilde uzaklaşacağından piroliz hızı artar ve bu da gözenek oluşumunu etkiler. Zira hammaddenin tanecik boyutu küçüldükçe, genellikle gözenek hacminin attığı gözlemlenmiştir [2]. Çizelge 5.1’de, aynı hammaddeden sabit üretim yöntemiyle fakat üç farklı tanecik boyutu kullanılarak üretilen aktifleştirilmiş karbonların bazı özellikleri verilmiştir. Bu çalışmada hammadde olarak kayısı çekirdeği, üretim yöntemi olarak da 800 °C’de tek basamakta buhar aktivasyonu kullanılmıştır [30]. Çizelge 5.1’den görüldüğü üzere tanecik boyutu küçüldükçe, yüzey alanı artmakta ve katı verimi azalmaktadır. Hammaddenin tanecik boyutunun küçülmesi karbonun buhar ile daha fazla temas etmesini sağlar, dolayısıyla aktivasyonu kolaylaştırır.

Tablo 3.1. Farklı tanecik boyutları kullanılarak üretilen aktifleştirilmiş karbonun bazı özellikleri [30].

Tanecik Boyutu (mm)	Katı Verimi (%)	Bet Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Mikrogözenek Hacmi (cm <sup>3</sup> /g)
0,85-1,7	4,7	1157	0,39
1,7-3,35	9,5	1035	0,36
3,35-4	10,5	790	0,30

### 3.4.3. Kül giderimi

Kimyasal aktivasyon yöntemiyle üretilen malzemelerde, aktivasyon işleminde kullanılan çözelti içinde çözünebilen kül miktarlarının düşük olması istenmektedir [1]. Bunun sebebi de yıkama sonrası geri kazanıma tabi tutulan aktivatörün

temizlenmesinin mümkün olmamasıdır. Eğer hammaddenin kül içeriği yüksek ise kullanılmadan önce asitle ve/veya su ile yıkama yapılabilir [2].

Kimyasal aktivasyonun aksine fiziksel aktivasyonda durum biraz daha farklıdır [2]. Fiziksel aktivasyonda kullanılan aktivasyon aracı katı bir kimyasal değil, oksitleyici bir gazdır. Dolayısıyla aktivasyon bittikten sonra yıkama işlemi yapılmaz. Bu yüzden hammaddede bulunan inorganik safsızlıkların büyük bir kısmı fiziksel aktivasyondan sonra üretilen karbonda aynen kalmaktadır, çünkü hiç bir ısı işlem maddenin gerçek kül miktarını değiştirmez. Sonuç olarak, kullanılan hammaddenin kül içeriği yüksek ise ve yöntem olarak da fiziksel aktivasyon kullanılıyor ise aktivasyondan önce veya sonra kül giderimi yapmak faydalı olabilir.

#### **3.4.4. Kimyasal aktivasyon**

Kimyasal aktivasyon işlemi, genel olarak, kimyasal aktifleyici bir madde ile hammaddenin belirli bir sıcaklıkta bozundurulması esasına dayanmaktadır [24].

Kimyasal aktivasyon fiziksel aktivasyona göre birçok açıdan daha avantajlıdır [2]. Bu avantajlar;

- Fiziksel aktivasyonda iyi gelişmiş bir gözenekli yapı elde edebilmek için yüksek miktarda karbon tüketilir, bu da katı urun verimini oldukça azaltır.
- Fiziksel aktivasyon yüksek sıcaklıklarda (800-1000 °C), kimyasal aktivasyon ise nispeten düşük sıcaklıklarda (400-700 °C) gerçekleştirilir.
- Amaçlanan gözenek boyut dağılımında aktifleştirilmiş karbon üretiminde, kimyasal aktivasyon fiziksel aktivasyona göre daha esnekler. Yani kimyasal aktivasyonda gözenek boyut dağılımının kontrolü daha kolaydır.
- Tek basına fiziksel aktivasyonla çok yüksek özgül yüzey alanları elde edilemez, bu sadece kimyasal aktivasyonla veya kimyasal + fiziksel aktivasyonla sağlanabilir.

- Fiziksel aktivasyonda ısı işlem iki basamakta yapılır, kimyasal aktivasyon ise tek basamakta.

- Fiziksel aktivasyona oranla daha düşük aktivasyon süresi gerektirmektedir [1]

Dezavantajları ise [1];

- Kullanılan aktivasyon maddesinin çevreye etkisi,

- Aktif karbon içerisinde kullanılan aktivasyon maddesinden kaynaklanan safsızlıklar oluşması,

- Aktivasyon işlemi sonrasında yıkama sürecine gerek duyulmasıdır.

#### **3.4.4.1. Kimyasal madde ile karıştırma (Emdirme)**

Kimyasal aktivasyon sürecinde hammadde dehidrasyon maddesi ve oksitleyici ortam olarak fonksiyon gösteren bir aktive edici madde ile karıştırılır [1]. Kimyasal aktivasyon sürecinde amonyum klorür, borik asit, çinko klorür, fosforik asit, hidrojen klorür, kalsiyum fosfat, kalsiyum hidroksit, kalsiyum klorür, klor, kükürt dioksit, mangan dioksit, mangan klorür, mangan sülfat, nitrik asit, potasyum hidroksit, potasyum karbonat, potasyum permanganat, potasyum sülfür, sodyum fosfat, sodyum hidroksit, sodyum sülfat, sülfürik asit, sodyum klorür gibi birçok madde aktivasyon maddesi olarak kullanılabilir [29], fakat bunlardan en sık kullanılanları çinko klorür, potasyum hidroksit ve fosforik asittir.

Aktivasyon kimyasalı ile hammadde arasındaki reaksiyon emdirme işlemi sırasında başlar [2]. Aktivasyon kimyasalı, emdirme esnasında hammaddenin yapısında bazı değişikliklere neden olur. Bu değişiklikler daha sonra karbonizasyon prosesini de etkiler. Emdirme, lignoselulozik hammaddelerin bileşenlerinin (selüloz, hemiselüloz ve lignin) parçalanmasına neden olan reaksiyonların gerçekleşmesini sağlar. Emdirme işleminden sonra hammaddenin yapısında ve şeklinde gözle görülür

değişimler meydana gelir. Emdirme aynı zamanda karbona dönüşümün de başladığı basamaktır.

Çinko klorür ile yapılan kimyasal aktivasyon, 1970'lerden beri geniş uygulama alanı bulmuştur. Çinko klorür, başlangıç maddesine sulu çözelti olarak eklenir ve düşük sıcaklıkta (çoğu kez ortam sıcaklığı) bir karıştırma işlemine tabi tutulur. Kimyasal madde ile karıştırma sırasında başlangıç maddesinde büyük oranda yumuşama gözlenmektedir. Çinko klorür ile yapılan kimyasal aktivasyon ile üretilen aktif karbonlarda geniş gözenekler elde edilmektedir [22].

Emdirme metodu, kuru karıştırma metoduna kıyasla daha avantajlıdır çünkü emdirme yapıldığında kimyasalın karbonik tanecik kütlesi içine dağılımı daha iyidir [2]. Özellikle, lignoselülozik maddeler bir sıvı çözelti ile temas ettiklerinde sıvıyı emerek şişerler, sıvıyı emerken sıvı içinde çözülmüş kimyasalları da emerler ve bu kimyasallar hammadde taneciğinin iç kısımlarına kadar ilerler. Kuru karıştırmada ise aktivasyon kimyasalları hammaddenin yüzeyinde kalır ve bu kimyasallar topaklanmış halde olduğundan homojen bir karışma sağlanamaz.

Emdirme işleminde; süre, sıcaklık, kullanılan su miktarı ve en önemlisi emdirme oranı gibi parametrelerin üzerinde sıkça durulmuştur [24]. Emdirme süresi ve emdirme sıcaklığının artırılması aktifleştirilmiş karbonun yüzey alanının arttığı, emdirmede kullanılan su miktarının ürün üzerinde çok önemli bir etkisinin olmadığı görülmüştür [2].

Emdirme yönteminde, aktivasyon kimyasalı belirli miktarda suda çözülür, daha sonra hammadde eklenerek karıştırıcı ile belirli bir ısıda, belirli bir süre karıştırılır. Kullanılan aktivasyon kimyasalı miktarının, hammadde miktarına ağırlıkça oranına "emdirme oranı" denir. Emdirme oranı, proseste kullanılan kimyasal miktarını ifade eder ve kimyasal aktivasyon için önemli parametrelerden biridir [2].

### 3.4.4.2. Isıl işlem

Hammadde ile aktivasyon kimyasalı; kuru karıştırma, emdirme veya yoğurma işlemlerinden herhangi biriyle bir araya getirildikten sonra ısıl işleme tabi tutulur. Isıl işlemde, süre, sıcaklık, ısıtma hızı, süpürücü gaz kullanılıp kullanılmaması, kullanılıyorsa akış hızı gibi bazı önemli proses değişkenleri vardır [2].

### 3.4.4.3. Asit ile yıkama

Kimyasal aktivasyon bittikten sonra aktifleştirilmiş karbonun yıkama işleminden geçirilmesi iki sebepten dolayı şarttır. Birincisi, kimyasal aktivasyon ile üretilen aktifleştirilmiş karbon, yıkanmamış ise temas ettiği akışkanı kirletebilir. İkincisi, yıkama işlemi ile tıkanmış halde bulunan gözenekler açılır, adsorbentin yüzey alanı ve buna uygun olarak da adsorpsiyon kapasitesi artar. Yıkama işlemi sonrasında, hem aktivasyon kimyasalı hem de gözenek girişlerinde birikmiş olan is giderilmiş olur [2].

Asit ile yıkama işlemi karbonda bulunan, tüm alkali ve toprak alkali metallerin uzaklaşmasını sağlar. Su ile yıkama işlemi ise, asitle yıkama işleminden sonra kalan asidin ve suda çözünen bazı bileşenlerin giderilmesini sağlar [2].

### 3.4.5. Fiziksel aktivasyon

Fiziksel aktivasyon, başlangıç maddesinin ısıl bozunması (pirolizi) ya da karbonizasyonu ile kömürleşmiş yapının aktivasyonu olmak üzere iki aşamadan oluşur [22].

#### 3.4.5.1. Karbonizasyon

Karbonizasyon, hammadde içerisindeki nemin ve uçucu maddenin inert ortamda giderilmesi sonucunda temel gözenek yapısının oluştuğu bir işlemdir. Karbonizasyon sonucunda, ürünün karbon içeriği ve mineral maddenin özelliğine göre kül içeriği göreceli olarak artmaktadır [1].



Kaliteli ve verimli karbonize ürün elde etmek için önemli parametreler; ısıtma hızı, sonuç sıcaklık, sonuç sıcaklıkta kalma süresi, hammaddenin doğal ve fiziksel durumudur. Düşük ısıtma hızı ile piroliz sonucunda, düşük uçucu madde giderme ve yüksek katı ürün (char) verimi elde edilebilmektedir. Çünkü dehidrasyon artmakta ve polimerik bileşenler daha kararlı olmaktadır [1].

Karbonizasyon süreci şu özellikleriyle dikkate alınır [1]

- Hetero atomların ve uçucu bileşenlerin giderimi ile karbonla zenginleşmesi,
- İç alanın genişletilmesi veya uçucu maddenin uzaklaştırılması ile alan açılması,
- Karbonca zenginleşen maddede çapraz bağların oluşarak maddenin sertlik ve dayanıklılığının (rijitlik) gelişmesi.
- Sınırlı iki boyutlu grafit yapısının artan sıcaklıkla birlikte gözenek gelişimine son vermesi.

### 3.4.5.2. Aktivasyon

Katının reaktif bir atmosferde ısıtılması sonucunda elde edilen katı aktifleştirilmiş karbondur. Bu reaktif atmosfer genellikle CO<sub>2</sub>, hava veya su buharıdır [22]. Aktivasyon işleminde, karbonizasyon süresinde oluşmuş olan gözeneklerin hacmi ve yarıçapı artar ve yeni gözenekler oluşur. Gözeneklerin yapısını ve gözeneklerin boyut dağılımını karbonizasyonun koşulları ve hammaddenin yapısı belirler [24].

Buhar ile aktivasyon, oksijensiz ortamda 750-950 °C sıcaklıklarda gerçekleştirilmektedir. Ortamda oksijen olmasının istenmemesinin nedeni, bu sıcaklıklarda oksijenin karbon yüzeyine şiddetle hücum etmesi ve yüzey kütle azalımı ile ürün miktarını azaltmasıdır [24]. Buhar ile gerçekleştirilen aktivasyonda, karbonun su buharı ile olan en temel tepkimesi endotermiktir ve stokiometrik tepkime denklemi şu şekilde yazılabilir [27]:



Karbonun buhar ile reaksiyonu, alkali metal oksit ve karbonatlar ile katalizlenebilmektedir.

Karbondioksit ile gerçekleştirilen aktivasyonda ise, karbonun CO<sub>2</sub> ile olan en temel tepkimesi endotermiktir ve stokiometrik tepkime denklemi şu şekilde yazılabilmektedir [24]:



CO<sub>2</sub> ile aktivasyon, buhar ile gerçekleştirilen aktivasyondan daha yüksek sıcaklık gerektirmektedir (850-1100 °C). CO<sub>2</sub> ile reaksiyon için kullanılacak katalizörler alkali metal karbonatlardır.

### 3.5. Aktif Karbonun Sınıflandırılması

Piyasadaki ticari aktif karbonlar granüler, toz ve pelet formunda bulunurlar. Bu formların boyutları ve kullanıldığı yerler aşağıda verilmiştir [27]:

**Toz aktif karbon (PAC);** Baskın olarak 0.18 mm'den küçük boyutlardaki öğütülmüş karbonlardır. Başlıca sıvı faz uygulamalarda ve baca gazı arıtımında kullanılır.

**Granüler aktif karbon (GAC);** 0.2-5 mm aralığındaki boyutlardaki düzensiz şekillerdeki partiküller. Sıvı ve gaz fazı uygulamalarında kullanılır.

**Pellet AC (Pellet Aktif Karbon);** Basınçla sıkıştırılmış ve 0.8-5 mm çapında silindirik yapıdadır. Düşük basınç sağlamasından, yüksek mekanik dayanıklılığından ve düşük toz içeriğinden dolayı başlıca gaz fazı uygulamalarında kullanılır.

### **3.6. Aktif Karbonun Uygulama Alanları**

#### **3.6.1. Gaz fazı uygulamaları**

Gaz faz uygulamalarında 1000–2000 m<sup>2</sup>/g yüzey alanına sahip, sıvı faz uygulamalarında kullanılan aktif karbonlardan daha yüksek yoğunluğa sahip tanecikli halde veya şekillendirilmiş aktif karbonlar kullanılmaktadır. Gaz faz uygulamalarında kullanılan aktif karbonlarda bulunan küçük gözenekler, gazlar ve organik buharlar için seçicilik ve yüksek adsorpsiyon kapasitesi sağlamaktadır. Gaz faz uygulamaları, toplam aktif karbon kullanımının % 20'sini oluşturmaktadır. En geniş uygulama alanları; çözücü geri kazanımı, koruyucu filtreler ve otomobillerdeki emisyon kontrol ekipmanlarıdır [1].

#### **3.6.2. Sıvı faz uygulamaları**

Sıvı faz uygulamalarının çoğu yüksek moleküler ağırlıktaki maddelerin (örneğin; renkli yapılar ya da hümitik maddeler) adsorpsiyonunu içerir [27]. Aktif karbonların sıvı faz uygulamalarında kullanımına örnek olarak atık su saflaştırma mekanizması verilebilmektedir [1]. Atık su saflaştırma işlemi, su arıtımında; çözülmüş halde, tat ve kokuya sebep veren klorlu – hidrokarbon bileşikleri ve bazı ağır metallerin giderimi ve son zamanlarda, atık su arıtımında çürümeyen biyolojik atıkların, yüzey aktif maddelerin, tarım ilaçları ve bazı zehirli metal iyonları gibi atıkların giderimi için uygulanmaktadır.

## BÖLÜM 4. GÜMÜŞ VE ANTİBAKTERİYEL ÖZELLİKLERİ

### 4.1. Genel Özellikleri

Gümüş periyodik tabloda IB grubunda yer alan geçiş elementlerindedir. Atom ağırlığı 107,78 g, erime noktası 961 °C, kaynama noktası 1950 °C'dir [31].

Gümüş, ışığı çok iyi yansıtan, dövülebilen bir metaldir. Parlak, beyaz renklidir. Hava ve nemli ortamda parlaklığını korur. Saf gümüş kolay paslanmaz. Elektrik ve ısıyı çok iyi iletir. Fakat çok yumuşak olup, mekanik kuvvete karşı direnci azdır. Ayrıca atmosferde parlaklığını kaybederek donuklaşır. Bu sebepten daha sert diğer metallerle alaşımları halinde kullanılır [32].

Gümüş çoğu bileşiklerinde 1+ yükseltgenme basamağında bulunur. Diğer taraftan 2+ yükseltgenme basamağındaki gümüş ancak potasyum persülfat ( $K_2S_2O_7$ ) ve sodyum karbonat karışımı ile muamelesinde AgO olarak elde edilir [32]. 3+ oksidasyon sayılı gümüş periyodat,  $K_7[Ag(IO_6)_2]$  veya potasyum tetrafluorürdür,  $KAgF_4$  [33].

Sulu çözeltilerde, birçok metal iyonundan daha küçük olmak üzere  $2,5 A^\circ$  etkin iyonik çapa sahiptir. Bu da gümüş iyonunun yumuşak Lewis asidi grubunda yer aldığını göstermektedir. Bir metal iyonunun etkin iyonik çapının yüksek olması, oksijenle kuvvetli koordinasyon oluşturduğunu, yüksek yük yoğunluğuna sahip olduğunu ve dolayısıyla sert asit özellikte olduğunu gösterir [32]. Gümüş, soy bir metal olduğundan doğada genellikle metal şeklinde ve bir kısım da mineralleri halinde bulunmaktadır. En önemli mineralleri Argentit  $Ag_2S$ , Arsenikli Gümüş galeni  $Ag_3AsS_3$  Antimonlu Gümüş galeni  $As_2SbS_3$ , Kerargirittir. AgCl-Simli kurşun adlı mineral bileşiminde olup Ag içermektedir [33].

## 4.2. Gümüşün Elde Edilmesi

Gümüş, tarihte çeşitli yöntemlerle cevherlerinden üretilmiştir. En eski metodlardan biri, kurşunla karıştırma yöntemidir. Bu yöntemle gümüş cevherleri veya saf olmayan gümüş ürünleri kurşun veya kurşun filizleriyle basit bir fırında eritilir ve gümüş-kurşun karışımı elde edilir. Buradan da kolay bir şekilde saf gümüş elde edilir [32].

Amalgam metodu ile gümüş eldesi yönteminde ise, çamur haline getirilen gümüş cevherleri, tuz ve civayla muamele edilerek, elementel gümüş elde edilir [32].

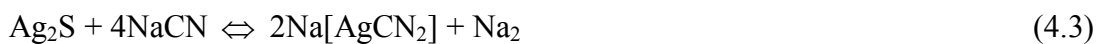


Açığa çıkan gümüş artan civanın fazlasında çözünerek amalgam (Ag-Hg) oluşturur. Amalgamdaki civa destillenerek uzaklaştırılır [32].

Yüksek sıcaklıklarda, erimiş çinkonun gümüşü iyi, kursunu az çözebilmesinden yararlanılmaktadır. Bu şekilde gümüş çinko içinde zenginleşerek kursundan ayrılmış olacaktır ve çinkonun gümüşten destile edilerek ayrılmasından gümüş kazanılmaktadır [33].

Gümüş içeren erimiş kurşun kristallendirirken önce saf kurşun ayrılmakta ve erimiş alaşım gümüş yönünden giderek zenginleşmektedir [33].

Sülfür içeren gümüş minerallerinden gümüşün sodyum siyanürle kompleks halinde bağlanarak çözülmesi temeline dayanmaktadır [33].



Böylece ele geçen çözeltiye alüminyum veya çinko çubuklar daldırılarak Gümüş metali bunların üzerinde toplanır [33]:

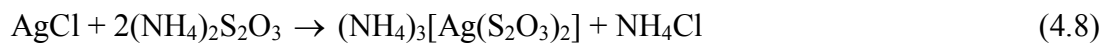


Diğer bir yöntemde bakır üretiminde bakırın elektrolitik tasfiyesi esnasında anot bakır çözüldükçe gümüş, altın, platin ve palladyum gibi soy metaller daha elektropozitif olduklarından geride çözünmeden kalarak anot çamuru içinde kalırlar [32]. Gümüş bir miktar çözünse de ortama katılacak klorür iyonlarının katılması ile anot çamurunda kalması sağlanır. Anot çamurunda toplanan altın, gümüş ve diğer metaller ilk önce seyreltik sülfürik asit ile muamele edilirler. Burada altın ve gümüşten daha aktif olan metaller çözünerek bu iki metalden ayrılırlar.

İşlemin devamında ise derişik sülfürik asidi ile muamele edilen altın-gümüş karışımında gümüş, gümüş sülfat çözeltisi halinde altından ayrılır. Sonra bu gümüş sülfat çözeltisine bir miktar saf halde hurda bakır atılarak gümüş metali elde edilir.



Bir başka şekilde gümüş cevheri sodyum veya amonyum tiyosülfat çözeltisi ile liç edilerek çözüldürülür ve elde edilen çözeltilerden gümüş çinko ile veya elektrokimyasal olarak kazanılabilir.



### 4.3. Gümüşün Kullanıldığı Alanlar

Gümüş pek çok endüstriyel alanda kullanılan alternatifi olmayan değerli bir metaldir [31]. Elektriği çok iyi ilettiğinden ve kolayca tel haline geldiğinden, elektrik teli

olarak kullanılmaktaydı. Fakat nadir bulunması ve kıymeti dolayısıyla, artık bu amaçla daha az kullanılmaktadır [32].

Gümüş alaşımlarının, arı gümüşün tersine, kullanım alanı çok yaygındır. Çünkü alaşım metalleri katkısı, gümüşün temel niteliklerini yitirmesine yol açmadan özellikle düşük olan sertliğini artırır. Bu yüzden gümüş-bakır alaşımları madeni para, madalya yapımında kullanılır [34].

Gümüş değerli ve korozyona dirençli bir metal olduğundan kuyumculukta yalnız başına kullanılmaktadır. Beyaz altın gümüş, palladyum veya nikel içerebilmektedir. Beyaz altın hazırlanmasında da kullanılmaktadır [34].

Gümüş mutfak ve süs eşyası kaplamasında kullanılmaktadır. Kaplamacılıkta kaplanacak eşya katotta bulunurken anotta saf gümüş yer almaktadır. Elektrolit olarak da  $\text{Na}[\text{Ag}(\text{CN})_2]$  çözeltisi kullanılmaktadır [34].

Gümüş halojenürler fotoğraf ve tıp alanında x-ray filmlerinde iki yüzyıldır geniş bir şekilde kullanılmaktadır [34].

10 ppm'in altında gümüş iyonları içeren sularda, gümüş, bakteriyel etkiyi önlemektedir. Bu nedenle gümüş iyodür kristalleri suların sterilizasyonunda kullanılmaktadır [32].

Gümüş pilleri uzun zamandır bilinmekte ve endüstride kullanılmaktadır. En çok kullanılan gümüş pilleri, alkali gümüş oksit-çinko, alkali gümüş oksit-kadmiyum, gümüş klorür-magnezyum ve uzay sistemlerinde kullanılan lityum-gümüş klorür pilleridir [32].

Bunların dışında dişçilikte amalgam üretiminde de kullanılmaktadır [31].

Ayrıca ilaç sanayinde ilaçların yüzeyinin kaplanmasında antiseptik özelliklerinden dolayı gümüş kullanılmaktadır [35].

#### 4.4. Gümüşün Antibakteriyel Özellikleri

Günlük yaşantımızda bakteriyel kirlenmeyi önleme, bilim adamlarının ve mühendislerin ilgilendiği ilginç bir uğraşı alanıdır [36]. Araştırma ve geliştirme çalışmaları, kirlenme yollarını daha iyi anlama ve yeni antimikrobiyel maddelerin geliştirilmesi üzerinedir. Günümüzde, bakterilere karşı kullanılan, iyi bilinen antibakteriyel maddelerden pek çok bulunmasına rağmen, daha çok biyolojik özelliği olan antibakteriyel maddeler üzerine araştırma çalışmaları her yıl artmaktadır.

Farklı antimikrobiyal etmenler arasında gümüş en yaygın çalışılanıdır ve çok eski zamanlardan beri enfeksiyon ve hasarı önleme savaşı için kullanılmıştır. Gümüş iyonlarının, gümüş bileşiklerinin ve gümüş nanoparçacıklarının antibakteriyel, mantarları yok edici ve virüs tesirini önleyen özellikleri en çok çalışılanıdır. Ayrıca gümüş küçük konsantrasyonlarda insanlar için toksik bulunmamıştır. Mikroorganizmalar, gümüş antibiyotiklerle karşılaştırıldığında gümüşe direnç geliştirememişlerdir, gümüş mikroplarda geniş bir alana nüfuz eder [19].

Birçok antibiyotiğe dirençli mikrobiyal organizmaların ortaya çıkması ve artmasıyla ve sağlığı koruma maliyetlerine verilen önemin devam etmesi ile pek çok araştırmacı mikroplara karşı dayanıklı ve daha düşük maliyeti olan yeni antimikrobiyal maddeler geliştirmeyi denemektedirler. Bazı problemler ve ihtiyaçlar, mikroplara karşı dayanıklılığı antibiyotiklerden daha fazla olan Ag-temelli antiseptiklerin kullanımında güçlenmeye yöneltmiştir [37].

Son günlerde, gümüş içeren çeşitli inorganik antibakteriyel maddeler geliştirilmiştir ve bazıları ticari olarak kullanılmaktadır [7]. Gümüş, bakır, çinko ve diğer antibakteriyel maddeler inorganik taşıyıcıya yüklendiklerinde ve tasarlanarak bu taşıyıcılardan serbest hale geçmeleri, onların diğer geleneksel organik maddelerle karşılaştırıldıklarında daha güvenli ve ısıya daha dayanıklı dezefektanlar olarak davranmaktadırlar. Çeşitli antibakteriyel metaller arasında gümüş, geniş antibakteriyel spektruma sahiptir ve diğerlerine oranla daha güvenli olarak bilinmektedir. Bu, çeşitli inorganik taşıyıcılara gümüş yüklenerek hazırlanan inorganik bakterisit ve dezenfektanların geliştirilmesinin yerli ve endüstriyel



alanlarda uygulamasına büyük önem verilmesinin sebebidir. İnorganik taşıyıcı olarak, apatit, fosfatlar, titanyum oksitler ve cam şimdiye kadar kullanılmaktadır.  $\text{SiO}_x$ , gözenek yapısı, çeşitli iyonları ve organik molekülleri kolayca gözeneklerine ve yüzeyine adsorblayabilir.  $\text{SiO}_2$ , adsorpsiyon özelliklerinden dolayı, yüksek performans antibakteriyel ve bakterisidal maddelerin gelişmesi için uygun en ümit verici taşıyıcılardan biri olarak kabul edilir.

Gümüş nanoparçaların antimikrobiyal aktivitesi *Escherichia coli*, *Staphylococcus aureus* [37] ve *S. Faecalis* [7] bakterilerine karşı olumlu sonuç vermektedir.

Gümüş nanoparçacıkları eşsiz kimyasal ve fiziksel özellikleri ile yeni antibakteriyel etkilerin gelişimi için bir alternatif olarak gelişmektedir. Ayrıca gümüş nanoparçacıkları yara pansumanın, tıbbi aletleri kaplama, tekstil fabrikalarında emdirme gibi çeşitli uygulamaları bulunmuştur. Emdirme için gümüş nanoparçacıklarının kullanımının avantajı, sürekli serbest gümüş iyonlarının olması ve bu sebeple aletlerin iç ve dış yüzeyinin ikisinin de kaplanabilmesi, onun antibakteriyel etkisini artırmasıdır. Gümüş nanoparçacıkları ile yanık yaralarının tedavi edilmesi daha iyi kozmetik görünüş ve yarasız iyileştirme gösterir [19].

Kateter gibi medikal cihazların içine yerleştirilen gümüş kaplı nano maddelerin kullanımı, bakteriyel enfeksiyonlara müdahale yöntemlerinin en umut verenlerinden biridir. Bazı enfeksiyonlar, Amerika'da hastanede hasta ölümlerinin önde gelen ilk beş sorunundan biri olan en önemli halk sağlığı sorunundan biridir. Son günlerde, merkezi toplardamar kateteri (CVSs) için yüzey kaplama nanomateryallerini kullanıma ilgi artmaktadır [34].

Gümüş iyonu ( $\text{Ag}^+$ ) reaktif elektronik yapısından dolayı sülfür, oksijen ve azot içeren donör gruplara bağlanır. Gümüş iyonunun bağlandığı bu üç bileşim tio, amino, imidazol, 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 hücrel proteinler gibi çoğul hedefler üzerine gümüş iyonlarının çoğul hücumu sahip olması muhtemeldir. Ayrıca, materyallerin antibakteriyel etkisinin gümüş iyonu konsantrasyonu artıkça arttığı görülmektedir [36].

Nanoparçacıklar, üretildikleri maddeden ötürü insan sağlığı üzerine farklı etkilere sahip olabilirler. Nanoparçaların biyolojik aktivitesinde çoğalma yaralı, zararlı ya da her ikisi de olabilir. Pek çok nanoparçacık cilt, ciğerler ve beyinin faydalanabileceği kadar küçüktür. Hala, nanoparçaların insan sağlığı üzerine kötü etkilerinin olduğuna dair yeterli bilgi yoktur, ama çalışmalar devam etmektedir [29].

## **BÖLÜM 5. MATERYAL VE METOT**

Bu çalışmada  $ZnCl_2$  ile kimyasal aktivasyon yöntemi kullanılarak pirinç kabuğundan aktif karbon üretimi amaçlanmıştır. Elde edilen aktif karbonlar kullanılarak kimyasal indirgeme yöntemi ile nanoboyutta gümüş destekli antibakteriyel pirinç kabuğu (PK/Ag) sentezlenmeye çalışılmıştır. Pirinç kabuğu, elde edilen aktif karbon ve PK/Ag karışımlarının yüzey yapısı ve kimyası çeşitli yöntemlerle karakterize edilmiştir.

### **5.1. Kullanılan Kimyasal Maddeler ve Cihazlar**

Kimyasal aktivasyon işlemlerinde emdirme işlemi için  $ZnCl_2$  (Spect Assay) kullanılmıştır. Elde edilen pirinç kabuğunun karbonizasyonu için Nüve MF100 marka fırın kullanılmıştır. Karbonizasyon sonrası elde edilen çarların yıkanması için HCl (Merck), pH ölçümü için Hanna pH 211 marka pH metre kullanılmıştır. Kurutma işlemleri ise Mıdo/2/AL marka etüv ile yapılmıştır.

Aktif karbona gümüş bağlama işlemlerinde  $AgNO_3$  (Merck),  $NH_3$  (Merck), alginik asit sodyum tuzu (Alfa Aesar), hidrazin monohidrat (Alfa Aesar) kullanılmıştır. Bu maddeyi yıkama işlemleri etanol (Merck) ile yapılmıştır.

Maddelerin kimyasal yaş analizleri için HCl (Merck),  $NH_4Cl$  (Merck),  $H_2O_2$  (Merck),  $NH_3$  (Merck), Sülfosalisilil (Merck),  $H_2SO_4$  (Merck), HF(Merck), EDTA(Merck), Fenolftalein (Merck), Hanna pH211 marka pH metre kullanılmıştır.

Deneyler süresince tüm miktar ölçümleri Precisa XB 220A marka hassas terazi ve tüm karıştırma işlemleri Wisestir MSH-20A marka magnetik karıştırıcı ile yapılmıştır. Deneylerde kullanılan saf su Nüve NS112 marka cihazdan sağlanmıştır.

Maddelerin SEM fotoğrafları Jeol JSM-6060LV marka cihaz, XRD analizleri Rigaku marka cihaz ve FTIR ölçümleri (Shimadzu, IR-Prestige-21) ile alınmıştır. Maddenin kül tayini analizi Thermolyne 48000 Furnace marka fırın ile yapılmıştır. Elde edilen ürünlerin BET yüzey alanı ölçümleri İzmir Yüksek Teknoloji Enstitüsü Malzeme Araştırma Merkezi'ne (Micromeritics Gemini V) yaptırılmıştır. Pirinç kabuğu ve aktif karbonun elementel analizi TÜBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'ne (Thermo Finnigan Flash EA 1112) yaptırılmıştır.

## 5.2. Pirinç Kabuğunun Temin Edilmesi Ve Hazırlanması

Pirinç kabuğu Trakya Bölgesinden temin edilmiştir. Fabrikadan alınan pirinç kabuğu laboratuarda kurumaya bırakılmıştır. Kurutulan pirinç kabuğu öğütülmüş ve çinko klorürle aktifleştirilmek ve takriben karbonizasyon işlemlerinde kullanılmak üzere kapalı bir şekilde muhafaza edilmiştir.

## 5.3. Nem Tayini

Analiz için hazırlanan örnekten saat camına bir miktar alınarak  $103 \pm 2$  °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 (5.1)'den hesaplanmıştır. Denklem (5.1)'de  $g_1$  örneğin başlangıçtaki ve  $g_2$  örneğin fırında kurutulduktan sonraki ağırlıklarıdır.

$$(\%) \text{ Nem} = [(g_1 - g_2) / g_1] \times 100 \quad (5.1)$$

## 5.4. Kül Miktarı Tayini

Boş bir porselen kroze ve kapağı 600 °C'deki fırına konulmuş, fırından çıkartıldıktan 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 hammaddelerden yaklaşık 1 g konulmuş ve üzeri kroze kapağı ile örtülerek tartılmıştır. Daha sonra örnek, sıcaklığı 100-105

$^{\circ}\text{C}$ 'ye ayarlanmış bir etüvde kurutulmuştur. Bir saat sonra etüvden çıkartılan krozenin kapağı kapatılmış 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 bulunmuştur.

Kroze içindeki hammadde, krozenin kapağı açık olarak tüm karbon giderilinceye kadar  $600^{\circ}\text{C}$  fırında yavaş yakılmıştır. Yakma işleminden sonra fırından çıkartılan krozenin kapağı kapatıldıktan sonra desikatörde soğuması sağlanmıştır. Bu işlem yarım saat ara ile iki tartım arasındaki fark 0,1 mg oluncaya kadar tekrarlanmıştır. Kuru temelde kül miktarı ağırlık yüzdesi olarak Denklem (5.2)'den hesaplanmıştır. Denklem (5.2)'de  $g_2$ , kül ağırlığı ve  $g_1$ , fırındaki kuru örneğin ağırlığıdır.

$$(\%) \text{Kül} = (g_2/g_1) \times 100 \quad (5.2)$$

### 5.5. Uçucu Madde Miktarı Tayini

Sabit tartıma getirilmiş bir kroze içerisine havada kurutulmuş örnekten 1 g tartılmış,  $950^{\circ}\text{C}$ 'deki fırına konulmuştur. Kroze fırında 7 dakika bekletildikten sonra fırından çıkarılmış ve desikatörde soğutularak tartılmıştır. Örnekteki uçucu madde miktarı Denklem (5.3)'den hesaplanmıştır. Denklem (5.3)'de  $g_1$  ve  $g_2$  örneğin sırasıyla başlangıçtaki ve ısıtmadan sonraki ağırlıkları, M ise örneğin nem yüzdesidir.

$$(\%) \text{Uçucu Madde Miktarı} = ((g_1 - g_2)/g_1) \times 100 - M \quad (5.3)$$

### 5.6. Sabit Karbon Tayini

Uçucu madde, kül, nem ve sabit karbon miktarı toplamı 100 kabul edilerek, sabit karbon miktarı uçucu madde, kül ve nem toplamı 100'den çıkarılarak farktan bulunmuştur.

### 5.7. Isıl Deęerin Belirlenmesi

Hammaddenin ve PK/Ag karışımlarını hazırlamada kullanılan aktif karbonun ısıl deęeri Parr 6200 Calorimeter cihazında, ASTM D 240 standardına gre yapılmıştır.

### 5.8. Elementel Analiz

Hammaddenin ve aktif karbonun ięerdięi azot, karbon ve hidrojen miktarını belirlemek amacıyla uygulanan elementel analiz, TBİTAK Marmara Araştırma Merkezi'nde yaptırılmıştır.

### 5.9. Yzey Alanı ve Gzenek Hacmi lçm

Hammaddenin, aktif karbonun ve PK/Ag karışımının yzey alanı ve gzenek hacmi lçm İzmir Yksek Teknoloji Enstits'ne yaptırılmıştır.

### 5.10. Hammaddenin Kimyasal Yaş Analizi

#### 5.10.1. SiO<sub>2</sub> tayini

Numuneden yaklaşık 1 g alınarak platin krozedede bir fırında adi sıcaklıktan başlayarak, 1 saat ięinde 800–850 °C'ye ısıtılmış ve bu sıcaklıkta da 1 saat tutulmuştur. Karışımı ihtiva eden kroze biraz soęutulduktan sonra, ięerisinde 100 mL sıcak su (40-50 °C) bulunan 400 mL'lik bir behere dikkatle alınarak st saat camı ile kapatılmıştır. Karışım sukunet bulduktan sonra behere dikkatle derişik HCl akıtılarak kroze muhteviyatının znp krozeden çıkması saęlanmıştır. Kroze saf su ile beher ięine dikkatle yıkanmıştır. Btn bu işlemler sonunda beher muhteviyatı 200-250 mL yi geęmemesine zen gsterilmiştir. Bu beher (ięinde bir cam baget olmak şartı ile) bir su banyosunda kuruluęa kadar buharlaştırılmıştır. İyice kuruyan beher muhteviyatı sonra, 3 - 4 mL su ve 4 - 5 mL derişik HCl ile muamele edilip, buharlaştırma işlemleri iki kere daha tekrarlanmıştır. Sonunda, behere 5 mL derişik HCl ve 100 mL H<sub>2</sub>O katılarak biraz dinlendirilmiştir ve siyah bant bir szgeç kaęıdı yardımı ile huniden 250 mL lik bir balon joje ięine szlmştr. Huni muhteviyatı ılık destile su ile iyice

yıkanmıştır. Huni muhteviyatı sabit tartımlı bir krozeeye alınarak 900 °C'de yakılmış ve soğutularak tartılmıştır. SiO<sub>2</sub>'in kütlece yüzdesi Denklem (5.4)'den hesaplanmıştır. Denklem (5.4)'de g<sub>1</sub>, son tartımı g<sub>2</sub>, başlangıç tartımını göstermektedir.

$$\% \text{SiO}_2 = \frac{g_2}{g_1} \times 100 \quad (5.4)$$

### 5.10.2. R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tayini

Silis tayininden elde edilen süzüntüden 100 mL alınarak 400 mL'lik bir behere konulmuştur. Behere 2 g NH<sub>4</sub>Cl ve 1 mL %3'lük H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> çözeltisi katıldıktan sonra, saat camı kapatılarak, ısıtılmıştır ve birkaç dakika hafifçe kaynatılmıştır. Sonra, yarı seyreltik amonyak çözeltisi bir baget yardımı ile beher muhteviyatı hafifçe amonyak kokuncaya kadar behere akıtılarak, Al(OH)<sub>3</sub> ve Fe(OH)<sub>3</sub> birlikte çöktürülmüştür. Ağzı kapalı olarak 1 saat su banyosunda bekletilen numune siyah bant süzgeç kağıdından süzölmüş ve yıkanmıştır. Çökelti, yaklaşık 800 °C'de kızdırılan fırında yakılmıştır. Desikatörde soğutulduktan sonra tartılmıştır. (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) karışımının kütlece yüzdesi Denklem (5.5)'den hesaplanmıştır. Denklem (5.5)'de g<sub>1</sub> silis tayinin başlangıcında alınan numune miktarı, g<sub>2</sub> ise son karışımın miktarıdır.

$$\% \text{R}_2\text{O}_3 = \frac{g_2 \times 2,5}{g_1} \times 100 \quad (5.5)$$

### 5.10.3. Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tayini

SiO<sub>2</sub> tayininden ele geçen süzüntüden 100 mL bir erlene alınmıştır ve pH değeri 0.1 N NaOH çözeltisi ilavesi ile 2,5'a ayarlanmıştır. Daha sonra 5 gr sülfosalisilil asidin 15 mL suda çözölmüşünden hazırlanmış olan indikatör çözeltisinden 1 mL ilave edilmiştir ve kırmızı renk kayboluncaya kadar 0,1 Molar Titripleks III çözeltisi ile titre edilmiştir. Numunedeki Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'in kütlece yüzdesi Denklem (5.6)'dan hesaplanmıştır. Denklem (5.6)'da S, harcanan titriplex III miktarı göstermektedir.

$$\% \text{Fe}_2\text{O}_3 = 3.992 \times S \quad (5.6)$$

#### 5.10.4. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tayini

Denklem (5.5)'den hesaplanan Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> + Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> karışımının kütlece yüzdesinden Denklem (5.6)'dan hesaplanan Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün kütlece yüzdesi çıkartılarak Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün kütlece yüzdesi hesaplanmıştır.

#### 5.10.5. CaO Tayini

R<sub>2</sub>O<sub>3</sub> tayininden ele geçen çözeltiden 400 mL lik bir beher içine 100 mL alınmıştır ve hacminin 1/3 ü azalınca kadar buharlaştırılmıştır. Biraz soğutulan çözeltiye 1-2 damla fenolftalein damlatılmıştır. Fenolftaleinin pembe rengi görününceye kadar 50 mL amonyum oksalat çözeltisi bir baget yardımı ile akıtılmıştır. Dikkatle 1 -2 dakika ve yavaşça karıştırılmıştır. Saat camı kapatılarak su banyosu üzerinde 2 -3 saat bekletilmiştir. Daha sonra siyah bantlı süzgeç kağıdından süzölmüştür. Soğuk ve hafif amonyaklı su ile iyice yıkanmış ve sabit tartımlı bir kroze de 900 °C de 2 - 3 saat kızdırılarak kroze muhteviyatı CaO'e dönüştürölmüştür. Desikatörde soğutulup ve tartılmıştır. Analiz numunesindeki CaO'in yüzde miktarı Denklem (5.7)'den hesaplanmıştır. Burada g<sub>1</sub> başlangıçta alınan miktarı, g<sub>2</sub> son tartımı göstermektedir.

$$\% \text{CaO} = \frac{g_2 \times 2.5}{g_1} \times 100 \quad (5.7)$$

#### 5.10.6. Kristal suyu tayini

Maddenin kristal suyunu tespit etmek için madde sabit tartımlı porselen kroze (T<sub>1</sub>) 0,1 g tartılıp desikatörde biraz kurutulmuştur. Daha sonra 375-380 °C'lik fırında 2 saat kızdırılmıştır. (T<sub>2</sub>) ağırlık kaybı tayin edilmiştir. Denklem (5.8)'den kristal suyu tayini yapılmıştır.

$$\% \text{H}_2\text{O} = \frac{T_1 - T_2}{T_1} \times 100 \quad (5.8)$$



### 5.11. Pirinç Kabuğuna ZnCl<sub>2</sub> Emdirilmesi

Emdirme işlemi, farklı emdirme oranları kullanılarak yapılmıştır. Her oran için gerekli miktarda ZnCl<sub>2</sub>, 400 mL cam beherin içinde 250 mL saf su ile çözülmüştür. Üzerine 20 g pirinç kabuğu ilave edilmiş ve buharlaşmayı önlemek amacıyla saat camı kapatılmıştır. Bu karışım manyetik karıştırıcı ile 7 saat boyunca, 70-80 °C'ta karıştırılmıştır. Bu süre sonunda karışımlar süzülüp, 1 gece etüvde bekletilmiştir. Kurduğunda numuneler tartılıp, etiketlenmiş ve saklanmıştır. Emdirme oranları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

Tablo 5.1. Emdirme için hazırlanan karışımların içeriği

Pirinç Kabuğu (g)	ZnCl <sub>2</sub> (g)	Su (mL)	Emdirme Oranı (ZnCl <sub>2</sub> /Pirinç Kabuğu)
20	10	250	20/10
20	20	250	20/20
20	40	250	20/40
20	60	250	20/60
20	80	250	20/80

### 5.12. Emdirilmiş Numunenin Karbonizasyonu

Karbonizasyon işlemi için paslanmaz çelikten yapılmış 400 cm<sup>3</sup> hacmindeki retort kullanılmıştır. 20 g emdirilmiş pirinç kabuğu retorta konulmuş ve retort, azot gazı ile bağlantısı gerçekleştirilerek fırın içine yerleştirilmiştir. Sıcaklık 700 °C'ye ayarlanmış ve işlem boyunca sistemden 150 mL/dk akış hızında sürekli azot gazı geçirilmiştir. Karbonizasyon sıcaklığı maksimum değere ulaştıktan sonra numune bir saat daha bu sıcaklıkta bekletilmiştir. Bu süre sonunda sistem soğutulmaya bırakılmıştır. Retort soğuduğunda çarlar içerisinden çıkarılıp tartılmıştır ve elde edilen çarların verim hesabı yapılmıştır. Daha sonra çarlar yıkama işlemine tabi tutulmuştur. Bu işlem her emdirme oranı için tekrar edilmiştir. Çarların verimi Denklem (5.4)'den hesap edilmiştir. Denklem (5.4)'de g<sub>2</sub> elde edilen çarın ağırlığı, g<sub>1</sub> başlangıçta alınan emdirilmiş pirinç kabuğu miktarıdır.

$$(\%) \text{ Aktif Karbon Verimi} = (g_2/g_1) \times 100 \quad (5.4)$$

### 5.13. Çarların Yıkaması

Elde edilen çarlar, içerisinde 100 mL 1 N HCl çözeltisi bulunan cam bir behere konulup, sıcak yüzey/manyetik karıştırıcı ile yarım saat sürekli ısıtılarak karıştırılmış, sonra süzgeç kağıdı ile süzülüp, üzerinden soğuk saf su geçirilmiştir. Daha sonra içi saf su ile doldurulmuş 1 L'lik cam bir behere asitle yıkanmış çarlar konulmuştur ve su içinde kaynayana kadar karıştırılarak ısıtılmıştır. Tekrar süzülüp üzerinden soğuk su geçirilmiştir ve bu işlem karbonun yıkama suyunun pH'ı 6-7 oluncaya kadar devam etmiştir. Yıkama işleminden sonra karbonlar bir gece etüvde bekletilerek kurutulmuştur, sonra tartılıp paketlenmiştir.

### 5.14. PK/Ag Karışımlarının Hazırlanması

Pirinç kabuğundan elde edilen aktif karbon tozları yüzey aktif sodyum alginat ile 1 saat karıştırarak aktive edilmiştir. Diğer yandan 100 mL, %25'lik NH<sub>3</sub> ile AgNO<sub>3</sub> katısı 1 saat karıştırılmıştır. Bu süre sonunda iki karışım çift boyunlu bir balonda birbirine karıştırılmış ve hidrazin monohidrat ile azot gazı ilavesi yapılmıştır. Bu karışım bir manyetik karıştırıcıda oda sıcaklığında 4 saat karıştırılmıştır. PK/Ag parçaları süzölmüş, saf su ve etanol ile yıkanmış ve 60 °C'de 1 gece vakumda kurutulmuştur. Elde edilen numune saklanmıştır. Bu işlemler AgNO<sub>3</sub> katısının farklı miktarları ile denenmiştir. Bu işlemler için kullanılan oranlar Tablo 5.2'deki gibidir.

Tablo 5.2. PK/Ag karışımlarının içeriği

Numune	Aktive Edilmiş Pirinç Kabuğu (g)	AgNO <sub>3</sub> (g)
PK/Ag-0,25	1	0,25
PK/Ag-0,5	1	0,5
PK/Ag-1	1	1
PK/Ag-2	1	2
PK/Ag-3	1	3

### 5.15. Karakterizasyon

Elde edilen numunelerin BET yüzey alanları ve gözenek hacimleri ölçümleri yapılmıştır. Fonksiyonel grupların belirlenmesi için FTIR spektrumları alınmıştır.

Karışımların morfolojilerini belirlemek amacıyla SEM görüntüleri alınmıştır. Ayrıca numunelerin XRD ölçümleri alınmıştır.

## BÖLÜM 6. BULGULAR VE DEĞERLENDİRME

Hammadde olarak pirinç kabuğu, aktive edici madde olarak  $ZnCl_2$  kullanılarak gerçekleştirilen kimyasal aktivasyon yöntemiyle aktif karbon üretimi ile ilgili bu çalışmada, pirinç kabuğunun genel özellikleri incelenmiş, hammadde emdirme oranının ürün verimini nasıl etkilediği konusunda genel değerlendirmeler yapılmıştır. Elde edilen aktif karbon kimyasal indirgeme yöntemi kullanılarak gümüş ile muamele edildiğinde, yüzey alanının artan gümüş miktarına göre nasıl değiştiği pirinç kabuğu ile de karşılaştırılarak incelenmiştir. Aktivasyon sürecinde ve gümüş bağlanması sırasında fonksiyonel grupların yapısal değişimleri FTIR sonuçları ile verilmiştir. Pirinç kabuğu, aktif karbon ve elde edilen PK/Ag karışımlarının SEM görüntüleri, EDS ve XRD sonuçları yorumlanmıştır.

### 6.1. Pirinç Kabuğunun Özellikleri

Pirinç kabuğunun, nem, kül, uçucu madde, sabit karbon ve ısı değer sonuçları Tablo 6.1’de, elementel analiz sonuçları Tablo 6.2’de ve kimyasal yaş analiz sonuçları Tablo 6.3’de verilmiştir.

Tablo 6.1. Pirinç kabuğunun kaba analiz ve ısı değer sonuçları

Analiz	Nem (%)	Uçucu Madde (%)	Sabit Karbon (%)	Kül (%)	Isıl Değer (Mj/kg)
Pirinç Kabuğu	6,45	62,47	12,95	18,13	14,19

Pirinç kabuğu yakıldığında ağırlık olarak %18-22 arasında kül miktarı olabilmektedir [21]. Yapılan analiz sonucunda kül miktarı %18,13 bulunmuştur. Isıl değer de 13-15 Mj/kg olabilmektedir [21], pirinç kabuğunun ölçümünde bulunan değer 14,19 Mj/kg’dur.

Tablo 6.2. Pirinç kabuğunun elementel analiz sonuçları

Element	% C	% H	% N	% O
Pirinç kabuğu	36,76	4,85	0,90	57,49

Liou ve ark. (2004) pirinç kabuğunun içerdiği ağırlıkça karbon miktarını % 38,01, hidrojen miktarını % 5,28, azot miktarını % 1,94 ve oksijen miktarını % 36,10 olarak yansıtmıştır [38]. Deneyler için kullanılan pirinç kabuğunun % C, % H ve % N miktarları bu sonuçlara yakındır.

Tablo 6.3. Pirinç kabuğunun kimyasal yaş analiz sonuçları

Pirinç Kabuğunun Kimyasal Özellikleri (%)				
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Diğer
%93,5	2,87	1,48	0,2	1,95

Pirinç kabuğu yakıldıktan sonra SiO<sub>2</sub> oranı %95.8 değerine yükselebilmektedir [21] ve kimyasal bileşimi, yetiştiği coğrafi konuma ve özel yetiştirme uygulamalarına göre değişiklik göstermektedir [5]. Bulduğumuz değerler bu değerlere yakın değerlerdir.

Ayrıca pirinç kabuğu için kristal suyu tayini yapılmıştır. Kristal suyu miktarı kütlece % 15,8049 bulunmuştur.

## 6.2. Aktif Karbonun Özellikleri

Pirinç kabuğunun farklı emdirme oranlarında, azot akımı altında karbonizasyonu sonucu elde edilen aktif karbonların verimleri Tablo 6.4 'de verilmiştir.

Tablo 6.4. Farklı emdirme oranlarında elde edilen aktif karbonun verimi

Karbonizasyon Sıcaklığı (°C)	Aktif Karbonun Emdirme Oranı (PK/ZnCl <sub>2</sub> )	Aktif Karbon Verimi (%wt)
700	20/10	37,85
700	20/20	39,25
700	20/40	40,10
700	20/60	40,90
700	20/80	40,91

Karbonizasyon sıcaklığı sabit tutularak gerçekleştirilen aktif karbon eldesi denemelerinde aktif karbon verimi % 37,85 - 40,90 arasında hesaplanmıştır. Elde edilen sonuçlara göre emdirme oranı arttıkça çar veriminin de arttığı görülmektedir. Yüksek emdirme oranlarında retortta daha fazla aktivasyon kimyasalı bulunmasından dolayı daha fazla etkileşimin olmasının buna neden olabileceği düşünülmektedir [22].

Farklı oranlarda  $ZnCl_2$  ile emdirme sonucunda elde edilen aktif karbonların verimleri incelendiğinde verimin en yüksek 20/60 oranındaki aktif karbonda sağlandığından incelemelerde bu oranla devam edilmiştir.

Aktif karbonun nem, kül, uçucu madde, sabit karbon ve ısı değer sonuçları Tablo 6.5’de verilmiştir. Bu değerler pirinç kabuğuyla karşılaştırıldığında kül, nem ve uçucu madde miktarının azalırken sabit karbon ve ısı değerinin arttığı görülmektedir.

Tablo 6.5. Aktif karbonun (20/60) kaba analiz ve ısı değer sonuçları

Analiz	Nem (%)	Uçucu Madde (%)	Sabit Karbon (%)	Kül (%)	Isıl Değer (cal/g)
Aktif karbon	4,36	21,14	71,30	3,20	4863,20

Tablo 6.6’ da 20/60 oranındaki aktif karbonun elementel analizi, Tablo 6.7’de kimyasal yaş analizi sonuçları verilmiştir.

Tablo 6.6. Aktif karbonun (20/60) elementel analiz sonuçları

Element	% C	% H	% N	% O
Aktif karbon	58,12	0,80	0,90	40,18

Aktif karbonun elementel analiz sonuçları pirinç kabuğunun elementel analiz sonuçlarıyla karşılaştırıldığında aktif karbonun yapısında bulundurduğu karbon miktarının pirinç kabuğunun yapısında bulundurduğu karbon miktarından daha çok olduğu, aktif karbonun yapısında bulundurduğu hidrojen miktarının ise pirinç kabuğunun yapısında bulundurduğu hidrojen miktarından daha az olduğu görülmektedir. Hidrojen miktarındaki azalmanın nedeninin  $ZnCl_2$  ile emdirmeden sonra artan karbon miktarının olabileceği düşünülmektedir [39].

Tablo 6.7. Aktif karbonun kimyasal yaş analiz sonuçları

Aktif Karbonun Kimyasal Özellikleri (%)				
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Diğer
%91,75	0,65	0,04	0,03	7,53

Aktif karbonun içerdiği SiO<sub>2</sub> miktarı, pirinç kabuğunun içerdiği SiO<sub>2</sub> miktarından daha azdır. Aynı zamanda yapıdaki Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> ve CaO miktarları da azalmıştır.

### 6.3. PK/Ag Karışımlarının Özellikleri

Tablo 6.8’de farklı oranlarda elde edilen PK/Ag karışımlarının içerdiği gümüş miktarlarını (EDS analizi sonuçları ile görülen) verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, AgNO<sub>3</sub> çözeltisinin konsantrasyonu arttıkça karışımın içerdiği Ag miktarının da arttığı gözlemlenmiştir.

Tablo 6.8. PK/Ag karışımları hazırlama koşulları ve gümüş içeriği

NUMUNE	PK(g)	AgNO <sub>3</sub> (g)	W <sub>Ag</sub> (%)
PK	1	0	0
PK/Ag-0,25	1	0,25	7,075
PK/Ag-0,5	1	0,5	15,434
PK/Ag-1	1	1	43,832
PK/Ag-2	1	2	69,535
PK/Ag-3	1	3	78,500

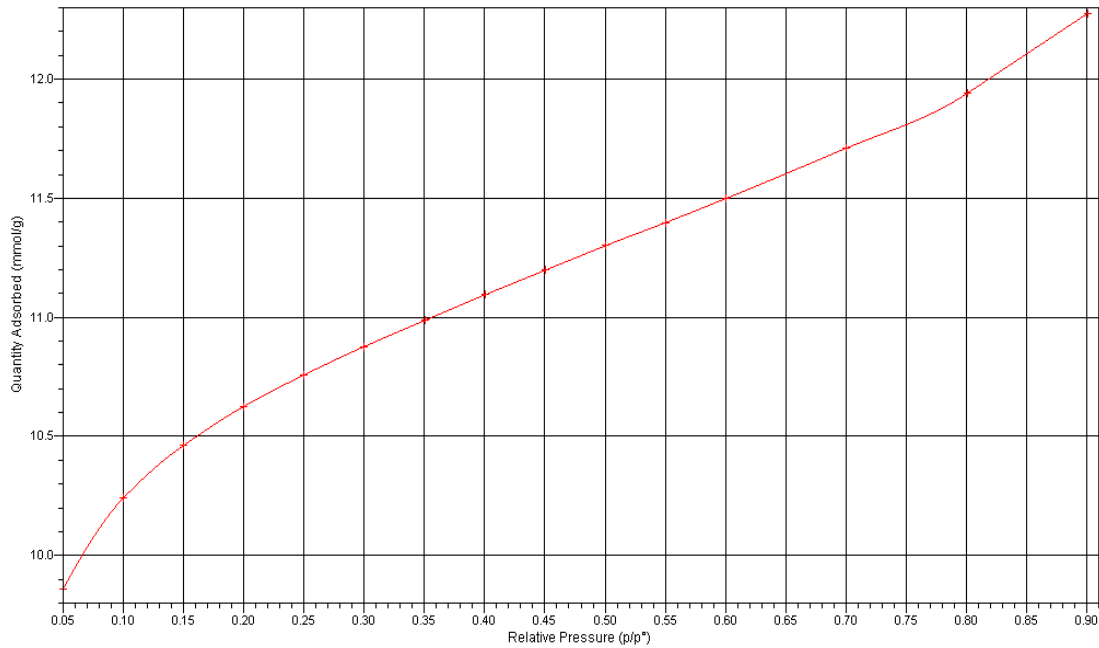
Tablo 6.9’da PK/Ag-3 karışımının kimyasal özellikleri verilmiştir. Sonuçlar incelendiğinde, SiO<sub>2</sub> miktarı pirinç kabuğunda % 93,5 iken aktif karbondaki bu değer % 91,75’e düştüğü, PK/Ag karışımında ise % 39,21’e kadar azaldığı görülmektedir. Bu azalmanın yapıya bağlanan gümüş miktarından kaynaklanabileceği düşünülmektedir.

Tablo 6.9. PK/Ag-3 karışımının kimyasal özellikleri

PK/Ag Karışımının Kimyasal Özellikleri (%)				
SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	CaO	Diğer
%39,21	0,11	0,01	-	60,67

#### 6.4. BET Yüzey Alanı ve Gözenek Hacmi Ölçümleri

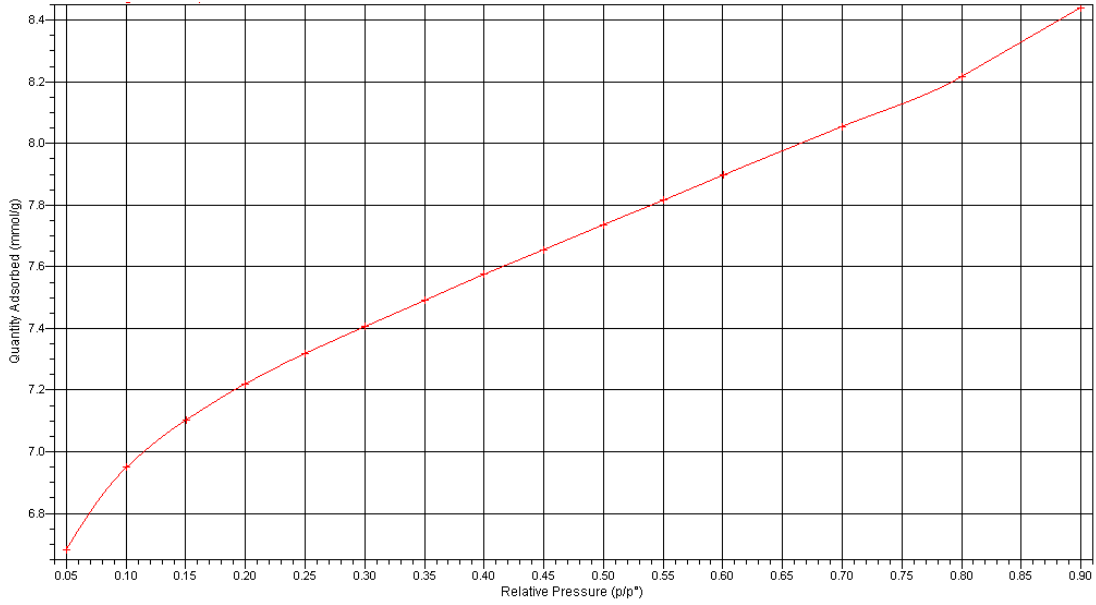
77 K'deki sıvı azot ortamında, azot ( $N_2$ ) gazı adsorbsiyonu tekniğine dayalı pirinç kabuğunun  $ZnCl_2$  ile aktivasyonundan sonraki adsorbsiyon izotermi Şekil 6.1'de gösterilmiştir. Şekil 6.1 incelendiğinde bağıl basınç oranı arttıkça adsorbe edilen miktarın da arttığı görülmektedir. Başlangıçta bağıl basınç değeri 0,05 iken 10,0 mmol/g' ın altında olan adsorblama miktarı, bağıl basınç değeri 0,90' a yükseldiğinde yaklaşık olarak 12,3 mmol/g' a yükselmektedir. Liou (2004) pirinç kabuğu ile yaptığı çalışmada pirinç kabuğunun yakılmadan önceki ve sonraki adsorblama miktarlarını karşılaştırdığında Şekil 6.1' e benzer sonuçlar bulmuştur. Bu sonuç aktif karbonun gözenekli bir materyal olabileceğini göstermektedir [38]. Ayrıca pirinç kabuğunun gözeneklerinin aktivasyondan sonra açılmış olabileceği düşünülmektedir. Yorgun ve ark. tarafından yapılan bir başka çalışmada ise aktif karbonun  $ZnCl_2$  ile emdirme oranının artmasıyla gözenek hacminin artacağı ileri sürülmüştür [40].



Şekil 6.1. Aktif karbonun (20/60) 77 K'deki adsorbsiyon izotermi

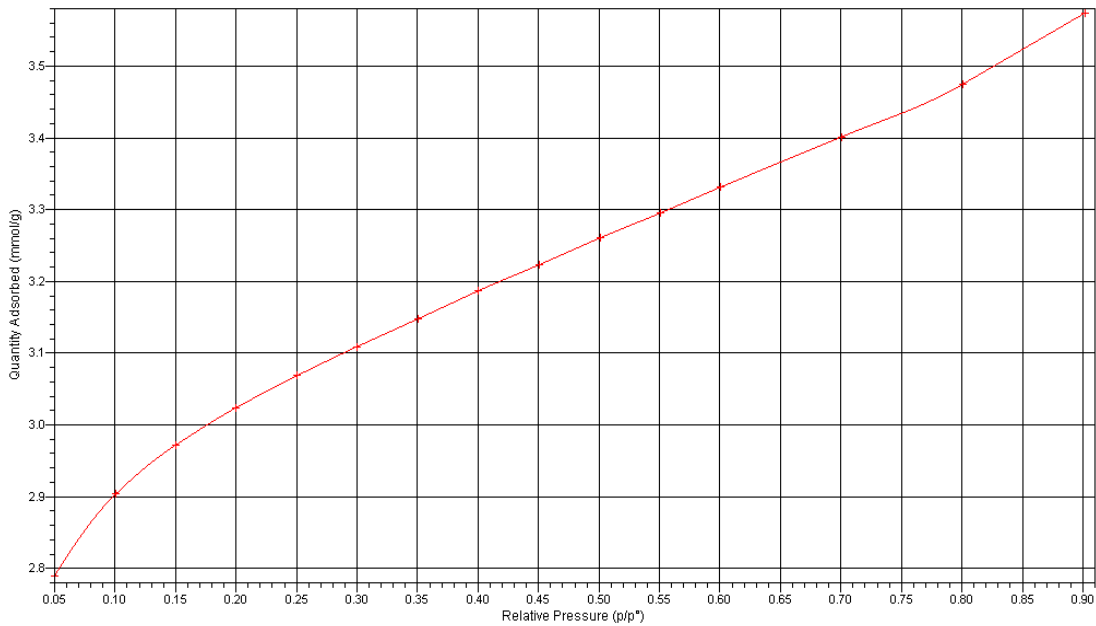
PK/Ag-0,25 karışımının 77 K'deki sıvı azot ortamında, azot ( $N_2$ ) gazı adsorbsiyonu tekniğine dayalı adsorbsiyon izotermi Şekil 6.2'de gösterilmiştir.





Şekil 6.2. PK/Ag-0,25 karışımının 77 K'deki adsorbsiyon izotermi

PK/Ag-3 karışımın 77 K'deki sıvı azot ortamında, azot (N<sub>2</sub>) gazı adsorbsiyonu tekniğine dayalı adsorbsiyon izotermi Şekil 6.3'de gösterilmiştir.



Şekil 6.3. PK/Ag-3 karışımının 77 K'deki adsorbsiyon izotermi

Şekil 6.2 ve Şekil 6.3 incelendiğinde adsorblama miktarının PK/Ag-0,25 numunesinde daha çok, PK/Ag-3 numunesinde daha az olduğu görülmektedir. İlave edilen gümüş miktarı arttıkça adsorblama miktarının azaldığı gözlemlenmektedir.

Tablo 6. 10. Aktif karbon (20/60), PK/Ag karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri

	Aktif karbon (20/60)	PK/Ag-0,25 karışımı	PK/Ag-3 karışımı
BET yüzey alanı (m <sup>2</sup> /g)	204,1946	140,7976	59,1395
Langmuir yüzey alanı (m <sup>2</sup> /g)	1202,5586	829,5308	351,6684
t-Plot mikrogözenek alanı (m <sup>2</sup> /g)	27,1611	14,3125	2,7124
t-Plot dış yüzey alanı (m <sup>2</sup> /g)	177,0335	126,4852	56,4272
Toplam gözenek hacmi (cm <sup>3</sup> /g)	0,341801	0,231692	0,096704
t-Plot mikro gözenek hacmi (cm <sup>3</sup> /g)	0,290511	0,194773	0,080063
Ortalama gözenek boyutu (Å)- (4V/A by BET)	66,9560	65,8226	65,4070

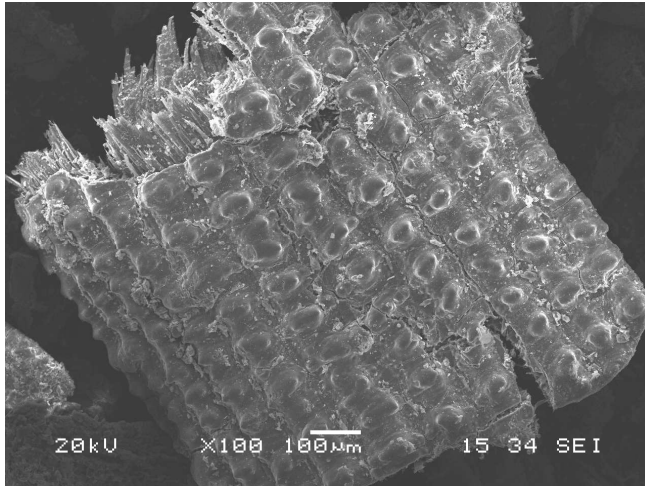
Tablo 6.10'da aktif karbonun, PK/Ag-0,25 ve PK/Ag-3 karışımlarının yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu özellikleri karşılaştırmalı olarak gösterilmiştir. BET yüzey alanı ölçümleri incelendiğinde aktif karbonun yüzey alanının en fazla olduğu, PK/Ag-0,25 karışımından PK/Ag-3 karışımına doğru gidildikçe yüzey

alanının azaldığı görülmektedir. Bakırcıoğlu (2004) tarafından yapılan çalışmada pirinç kabuğunun BET yüzey alanı  $1,4 \text{ m}^2/\text{g}$  olabileceği vurgulanmıştır [19]. Liou (2004) ise çalışmasında pirinç kabuğunun asit ile muamele edildikten sonra yüzey alanını  $10,4 \text{ m}^2/\text{g}$ , bu numunenin yakıldıktan sonraki yüzey alanının da  $235 \text{ m}^2/\text{g}$  olabileceğini vurgulamıştır [38]. Yang ve ark. ise bambu kömürüne gümüş ilave ederek hazırladığı gümüş nanokompozitlerin yüzey alanının ilave edilen gümüş miktarı arttıkça azaldığını göstermiştir [10].

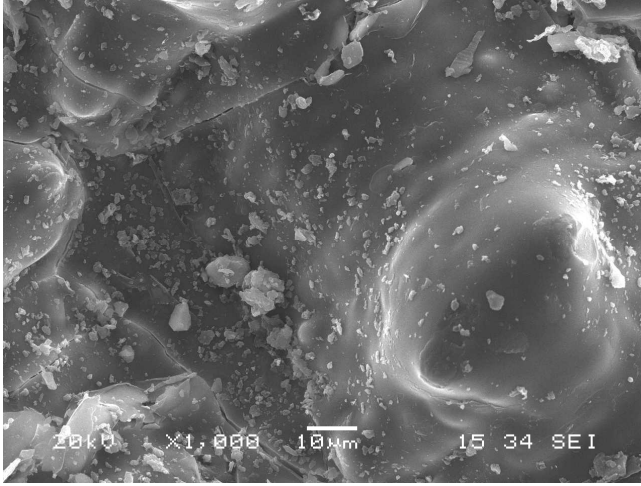
Bununla birlikte numunelerin gözenek hacmi ve gözenek boyutları da incelendiğinde bunların da en fazla aktif karbonda olduğu görülmektedir. PK/Ag-0,25 karışımından PK/Ag-3 karışımına doğru gidildiğinde ise gözenek hacminin ve boyutlarının azaldığı görülmektedir.

### 6.5. SEM Görüntüleri

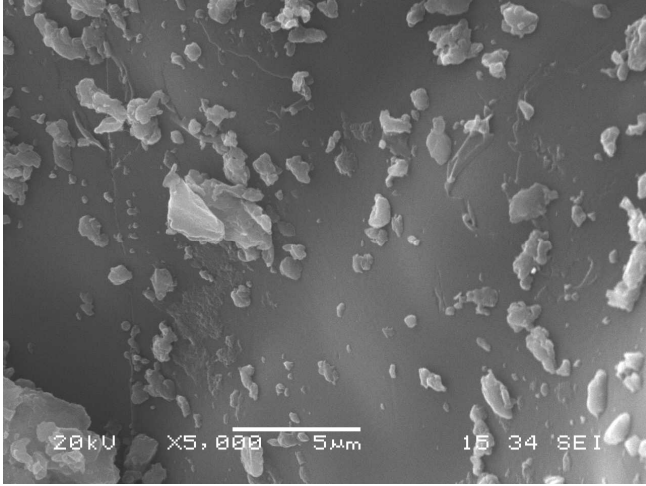
Pirinç kabuğunun SEM görüntüleri Şekil 6.4a, Şekil 6.4b, Şekil 6.4c ve Şekil 6.4d' de verilmiştir.



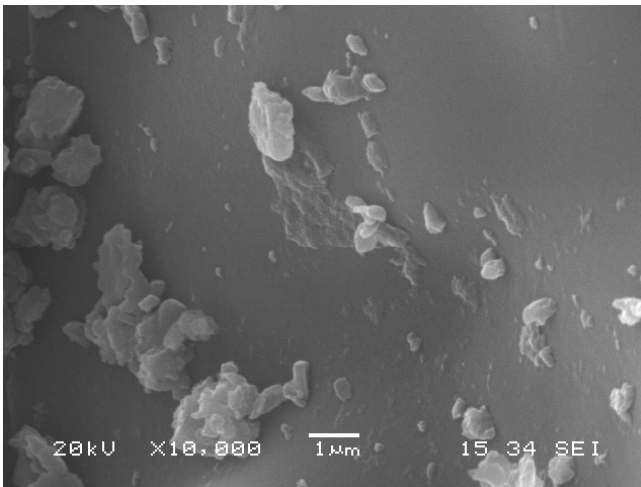
Şekil 6.4a. Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü ( $100 \mu\text{m}$ )



Şekil 6.4b. Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )



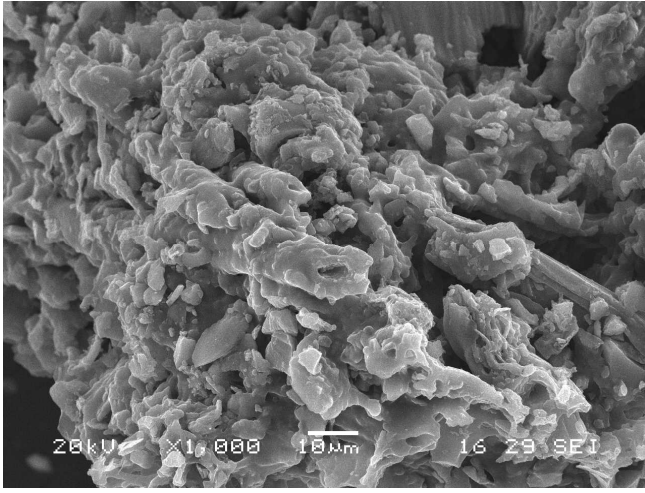
Şekil 6.4c. Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )



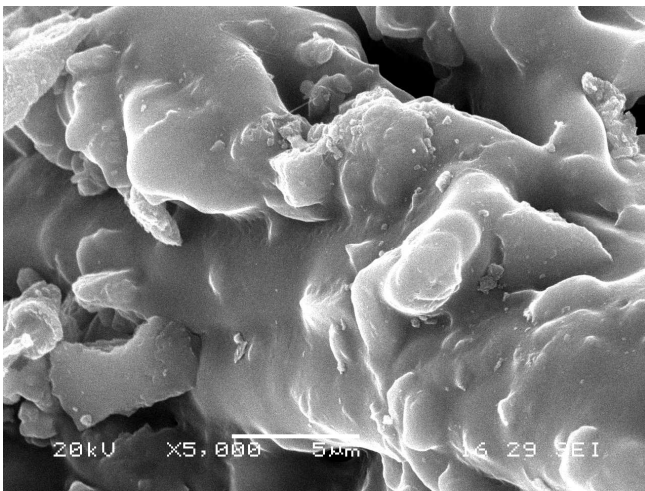
Şekil 6.4d. Pirinç kabuğunun SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )

Şekil 6.4a pirinç kabuğunun ( $100 \mu\text{m}$ ) dış epidermisinin SEM görüntüsünü göstermektedir. Burada pirinç kabuğu inişli-çukurlu tepeleri olan yapı olarak görülmektedir. Şekil 6.4b pirinç kabuğunun ( $10 \mu\text{m}$ ), Şekil 6.4c pirinç kabuğunun ( $5 \mu\text{m}$ ), ve Şekil 6.4d pirinç kabuğunun ( $1 \mu\text{m}$ ) iç yüzeyini göstermektedir.

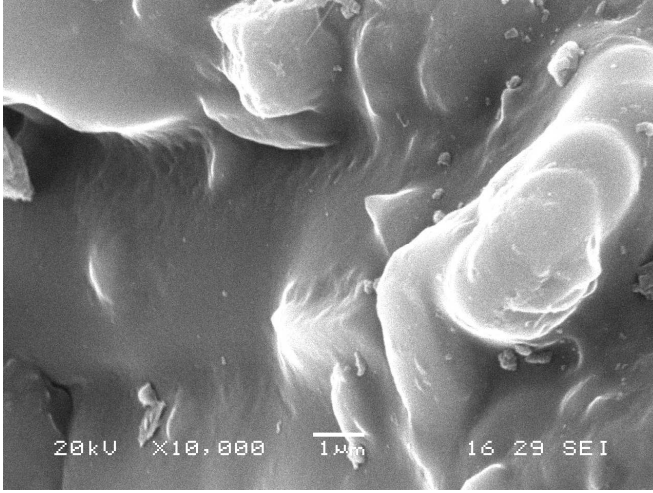
Şekil 6.5a pirinç kabuğunun  $\text{ZnCl}_2$  kullanarak aktivasyonundan sonra elde edilen 20/10 oranındaki aktif karbonun ( $10 \mu\text{m}$ ), Şekil 6.5b aktif karbonun ( $5 \mu\text{m}$ ) ve Şekil 6.5c. aktif karbonun ( $1 \mu\text{m}$ ) SEM görüntülerini göstermektedir.



Şekil 6.5a. Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü ( $10 \mu\text{m}$ )

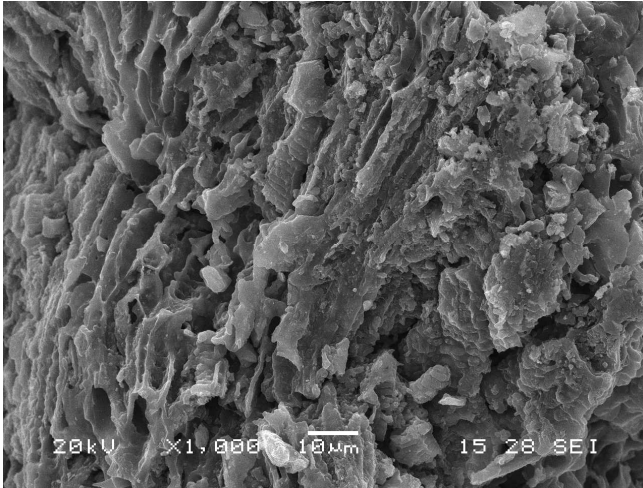


Şekil 6.5b. Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü ( $5 \mu\text{m}$ )

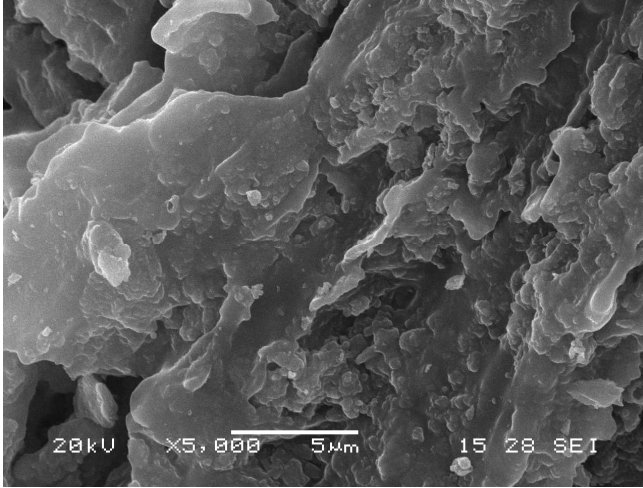


Şekil 6.5c. Aktif karbonun (20/10) SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )

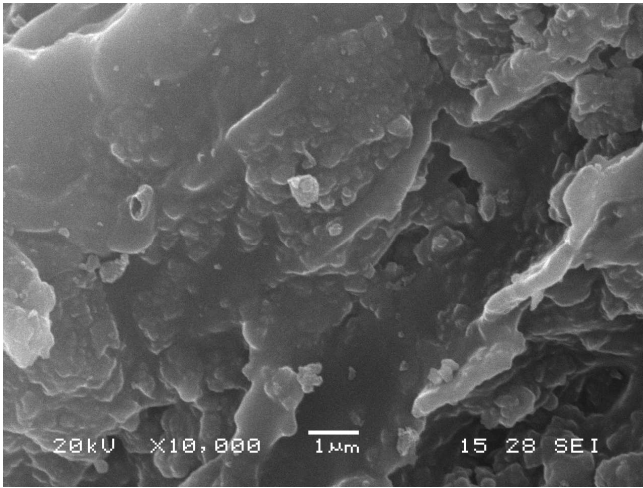
Şekil 6.6a pirinç kabuğunun  $\text{ZnCl}_2$  kullanarak aktivasyonundan sonra elde edilen 20/60 oranındaki aktif karbonun (10  $\mu\text{m}$ ), Şekil 6.6b 20/60 oranındaki aktif karbonun (5  $\mu\text{m}$ ) ve Şekil 6.6c 20/60 oranındaki aktif karbonun (1  $\mu\text{m}$ ) SEM fotoğraflarını göstermektedir. Aktive edilmiş karbonların dış yüzeylerinin girintili ve çıkıntılı bir yapıya sahip olduğu ve birçok oyukların oluştuğu görülmektedir. Artan kimyasal emdirme oranıyla da gözenekli yapının arttığı gözlenmektedir.



Şekil 6.6a. Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )

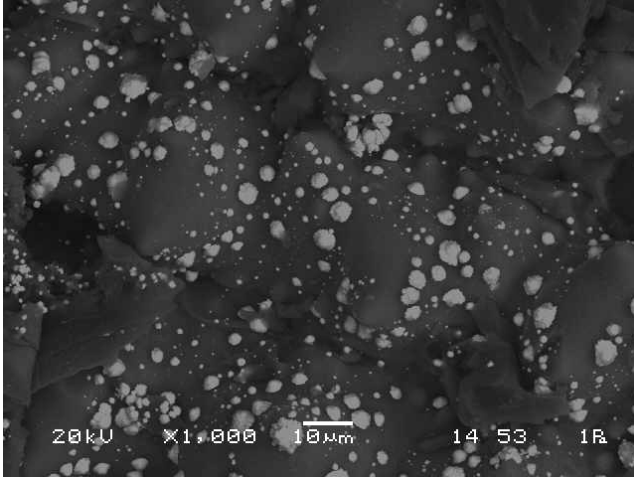


Şekil 6.6b. Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )

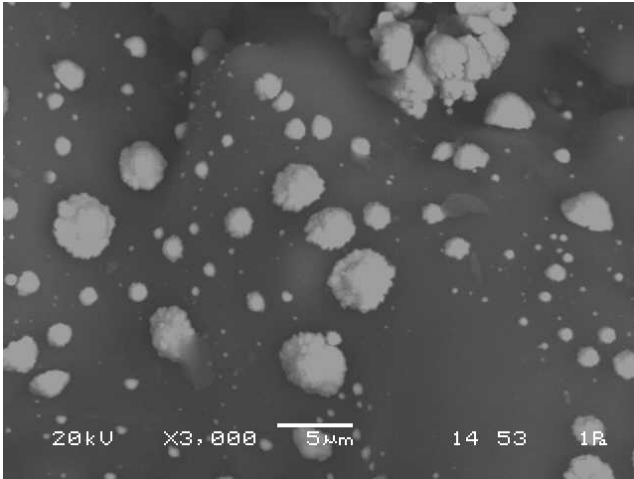


Şekil 6.6c. Aktif karbonun (20/60) SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )

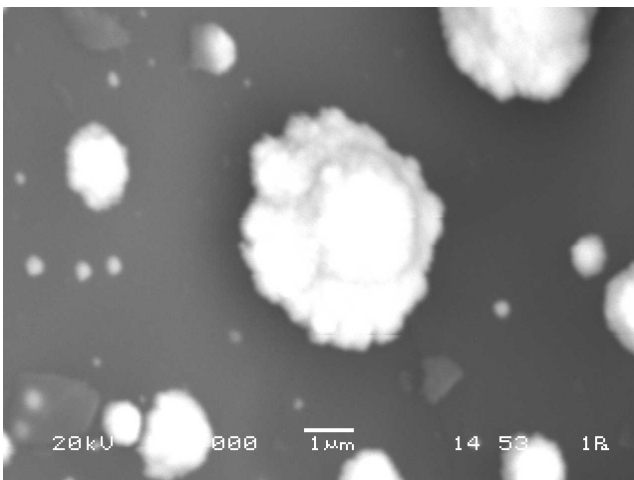
Şekil 6.7 PK/Ag-0,25 karışımının, Şekil 6.8 PK/Ag-0,5 karışımının, Şekil 6.9 PK/Ag-1 karışımının, Şekil 6.10 PK/Ag-2 karışımının ve Şekil 6.11 PK/Ag-3 karışımının SEM görüntülerini göstermektedir. Fotoğraflar incelendiğinde gümüş parçalarının pirinç kabuğunun yüzeyine dağıldığı görülmektedir. Elde edilen aktif karbonlar gözenekli yapıya sahiptir. Gümüş parçaları doğasında taneciklidir ve genellikle 1  $\mu\text{m}$  'den küçük aralıkta nano boyutta görülmektedir [24]. SEM sonuçları incelendiğinde elde edilen PK/Ag karışımları 1  $\mu\text{m}$  'den küçük boyutta gözlemlenebilmiştir. Ayrıca aktif karbona ilave edilen  $\text{AgNO}_3$  miktarı arttıkça yüzeye tutunan gümüş miktarının arttığı da görülmektedir.



Şekil 6.7a. PK/Ag-0,25 karışımının SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )

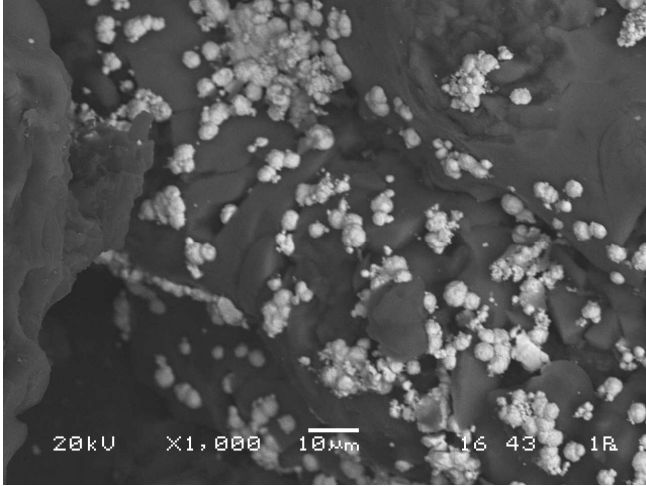


Şekil 6.7b. PK/Ag-0,25 karışımının SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )

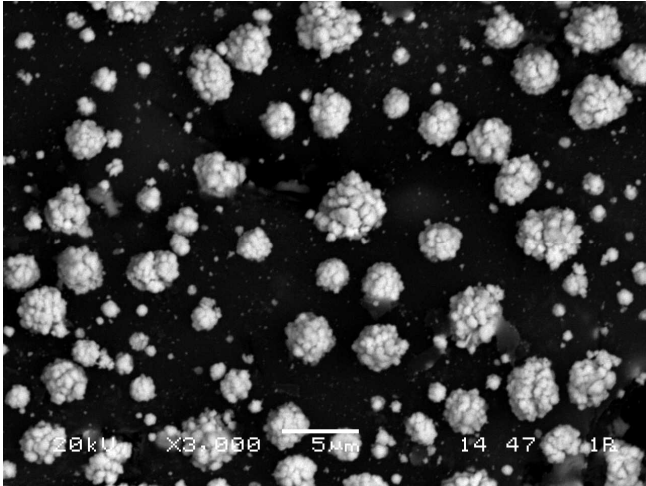


Şekil 6.7c. PK/Ag-0,25 karışımının SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )

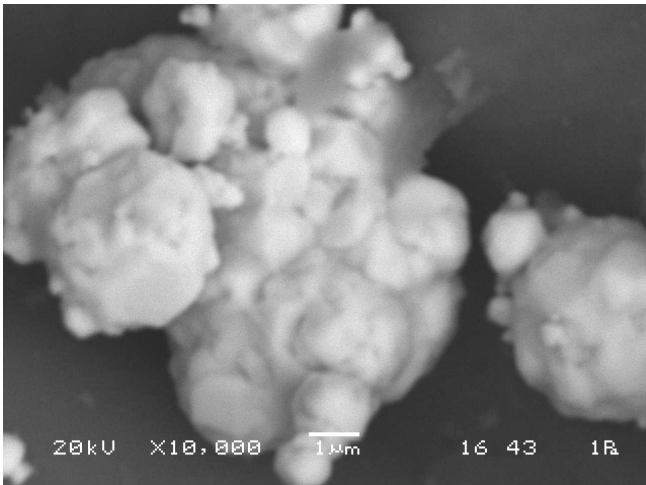




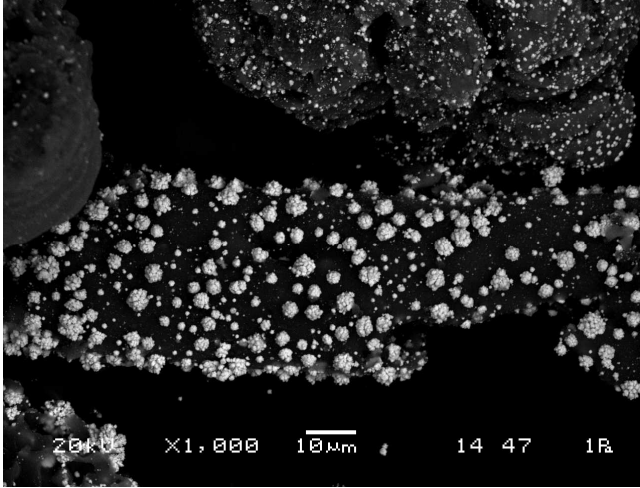
Şekil 6.8a. PK/Ag-0,5 karışımının SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )



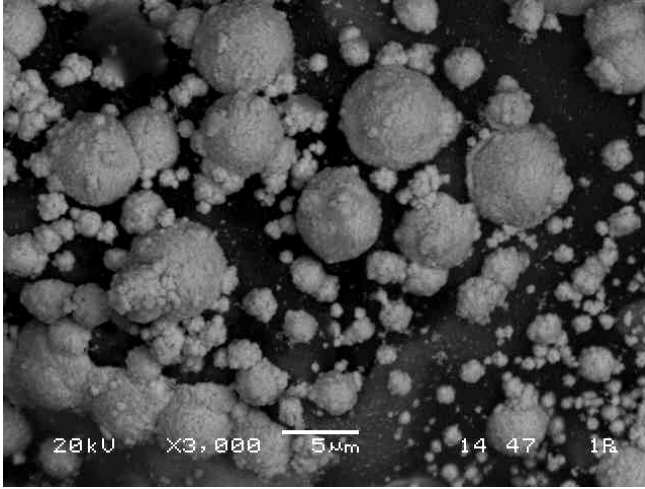
Şekil 6.8b. PK/Ag-0,5 karışımının SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )



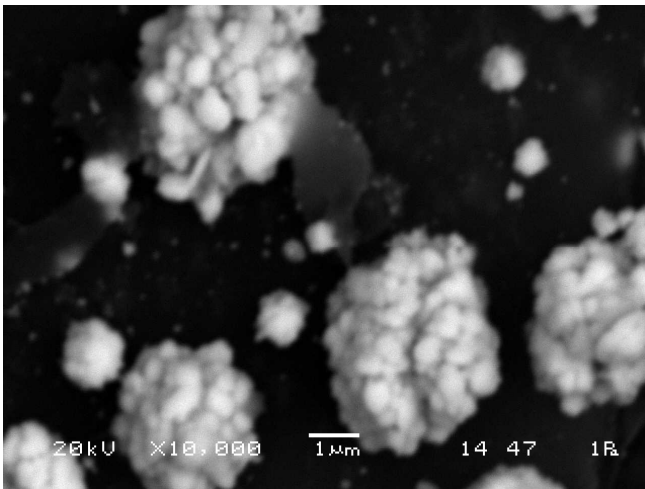
Şekil 6.8c. PK/Ag-0,5 karışımının SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )



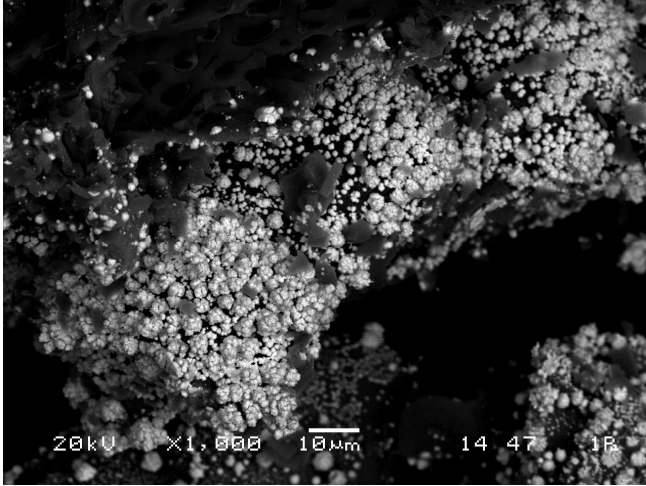
Şekil 6.9a. PK/Ag-1 karışımının SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )



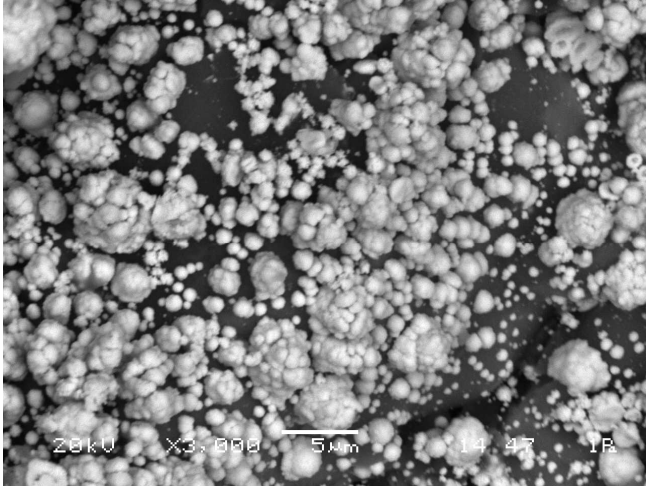
Şekil 6.9b. PK/Ag-1 karışımının SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )



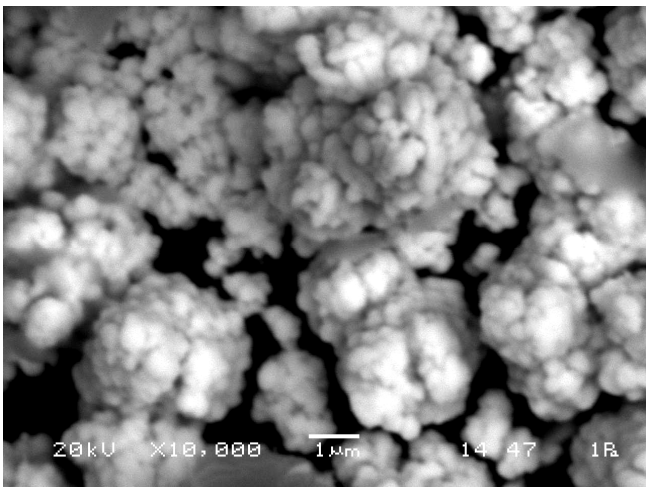
Şekil 6.9c. PK/Ag-1 karışımının SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )



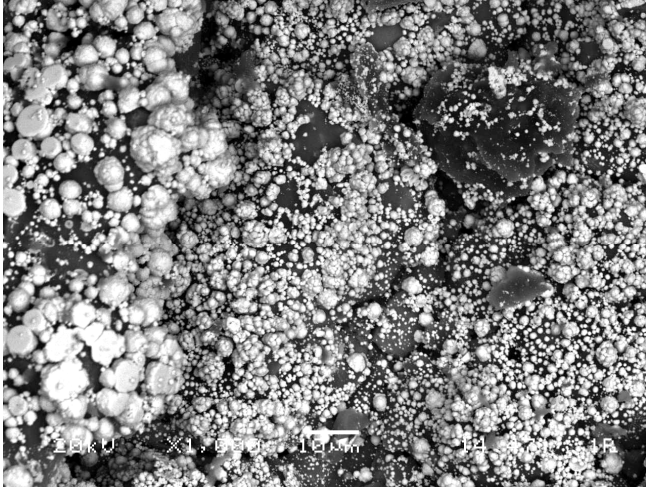
Şekil 6.10a. PK/Ag-2 karışımının SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )



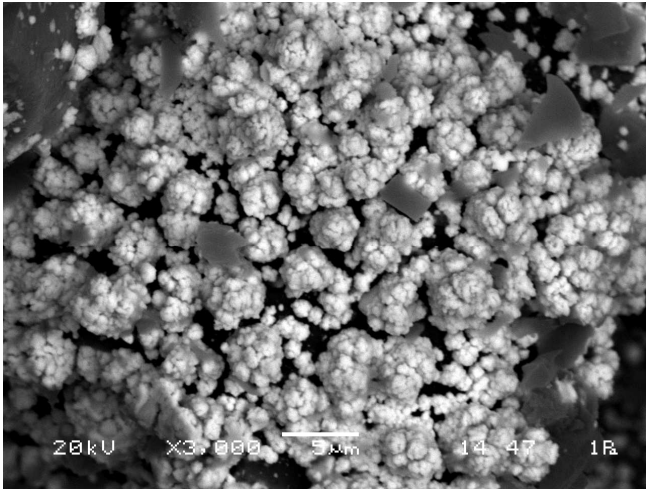
Şekil 6.10b. PK/Ag-2 karışımının SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )



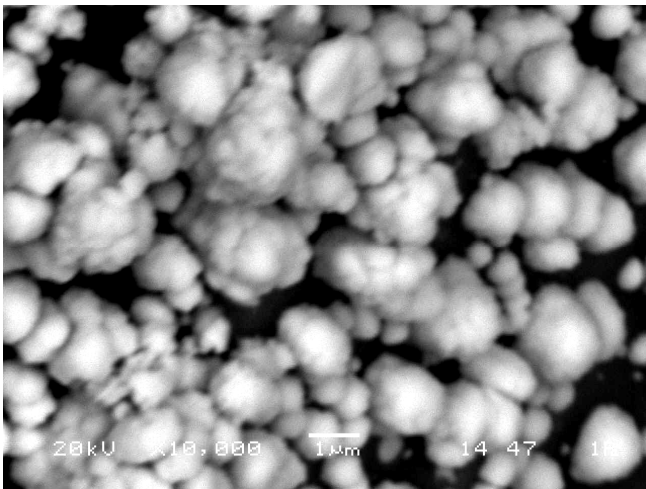
Şekil 6.10c. PK/Ag-2 karışımının SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )



Şekil 6.11a. PK/Ag-3 karışımının SEM görüntüsü (10  $\mu\text{m}$ )



Şekil 6.11b. PK/Ag-3 karışımının SEM görüntüsü (5  $\mu\text{m}$ )

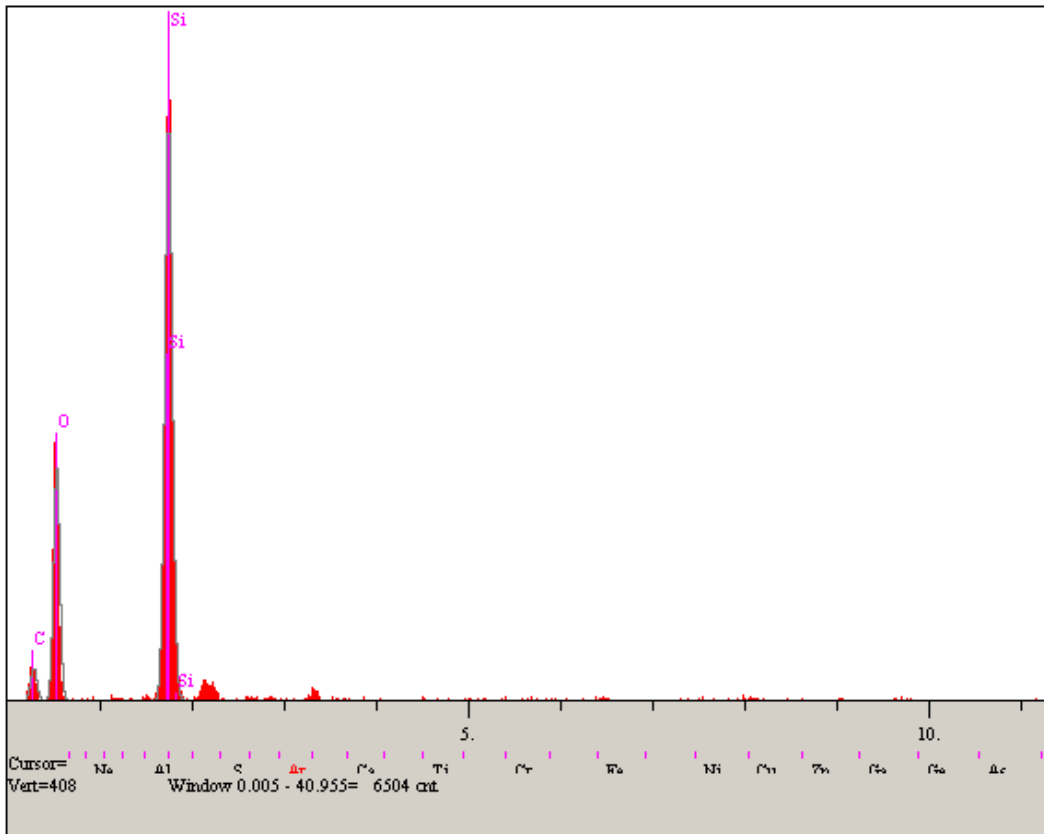


Şekil 6.11c. PK/Ag-3 karışımının SEM görüntüsü (1  $\mu\text{m}$ )

## 6.6. EDS

EDS analizi, gözenekli silikada gümüşün varlığını tek başına doğrulayamamaktadır ve ayrıca gümüş içeriğini kantitatif olarak açığa vuramamaktadır [9]. Ancak diğer verilerle karşılaştırılarak yorum yapmaya yardımcı olmaktadır.

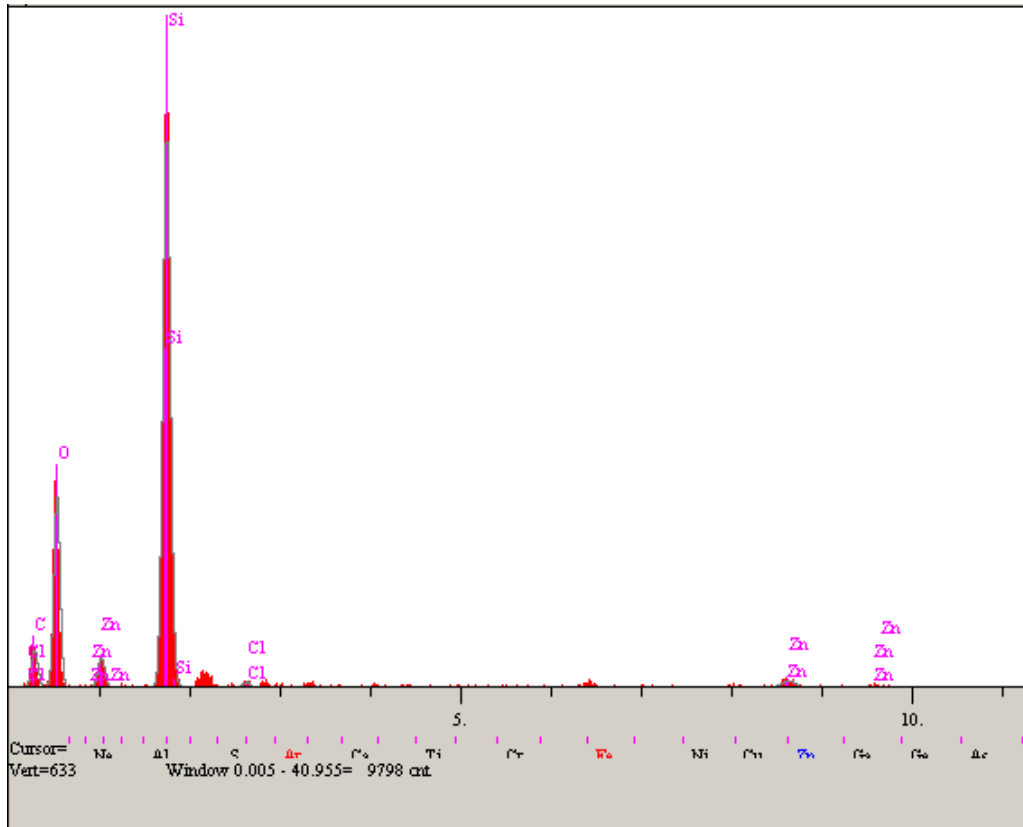
Şekil 6.12’de pirinç kabuğunun EDS spektrumu verilmiştir. Spektrum incelendiğinde pirinç kabuğunun yoğun olarak C, Si ve O elementlerini içerdiği, en yüksek pik yoğunluğunu da Si elementinin oluşturduğu gözlemlenmiştir. Bu veri pirinç kabuğunun kimyasal yaş analizi verileri ile uyusmaktadır.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	18,08	2,688	28,883	wt.%	
O	Ka	117,58	6,856	52,531	wt.%	
Si	Ka	354,43	11,903	18,586	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

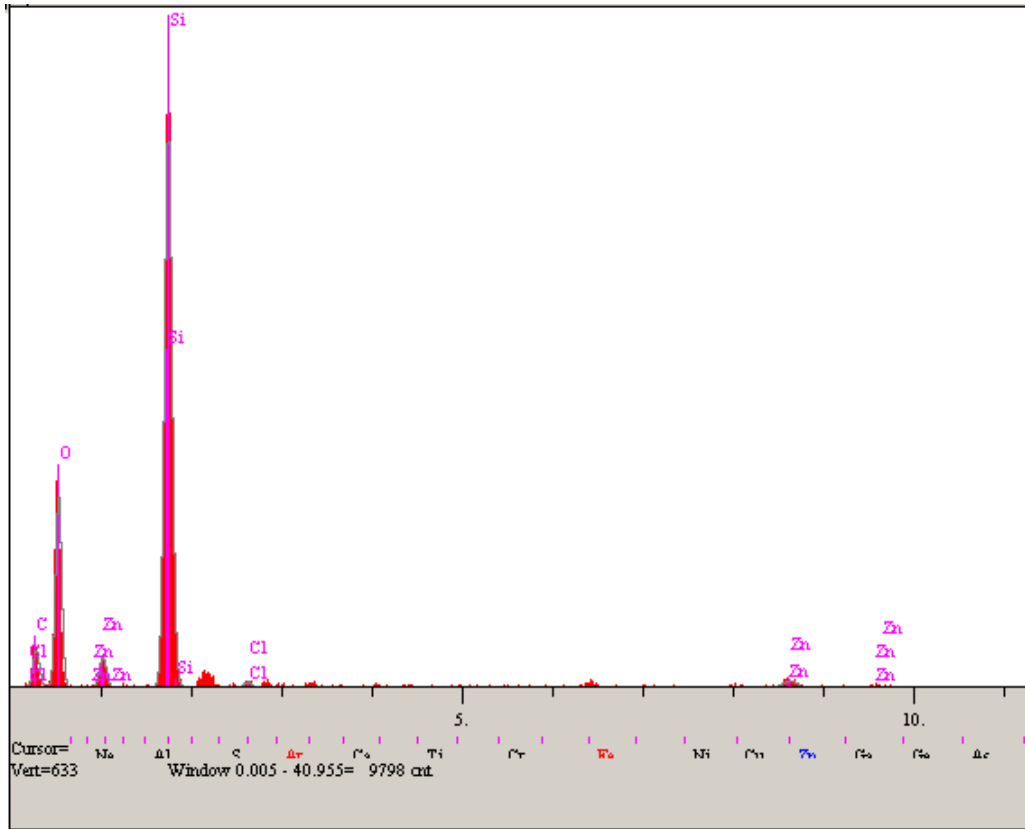
Şekil 6.12. Pirinç kabuğunun EDS spektrumu

Şekil 6.13’de 20/10 emdirme oranı ile elde edilen aktif karbonun, Şekil 6.14’de 20/60 emdirme oranı ile elde edilen aktif karbonun EDS spektrumu verilmiştir. Pirinç kabuğunda olduğu gibi aktif karbonda da yoğun olarak C, Si ve O elementleri ile karşılaşmıştır ancak aktivasyondan sonra yapıya çok az miktarda Zn ve Cl elementleri katılmıştır. En yüksek pik yoğunluğu da Si elementinde görülmüştür. Elementlerin maddelerdeki kütlece yüzdeleri incelendiğinde ise aktif karbona dönüştükten sonra maddedeki C miktarının arttığı görülmektedir.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	31,60	3,554	32,431	wt.%	
O	Ka	152,35	7,804	46,853	wt.%	
Si	Ka	537,73	14,662	18,136	wt.%	
Cl	Ka	6,05	1,555	0,244	wt.%	
Zn	Ka	12,09	2,199	2,336	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

Şekil 6.13. 20/10 Aktif karbonun EDS spektrumu



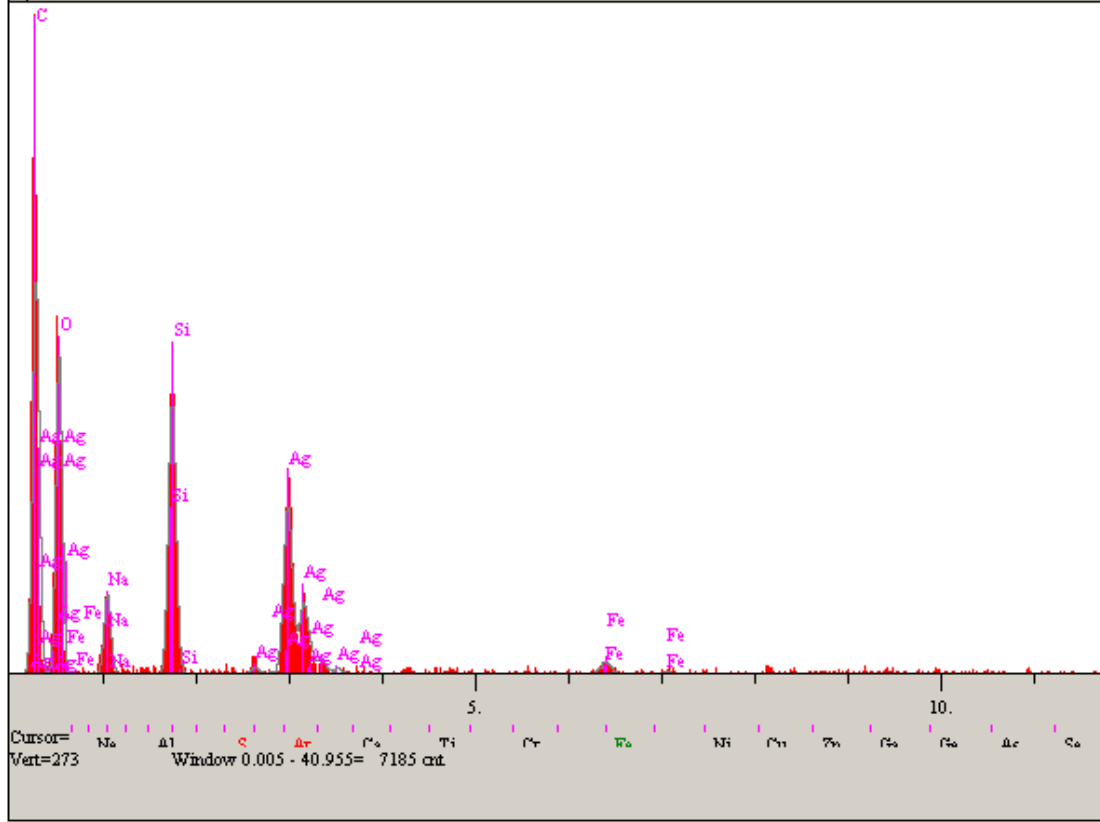
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	169,18	8,225	69,031	wt.%	
O	Ka	48,58	4,408	23,158	wt.%	
Si	Ka	271,26	10,415	7,155	wt.%	
Cl	Ka	8,26	1,818	0,253	wt.%	
Zn	Ka	2,48	0,996	0,404	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

Şekil 6.14. 20/60 Aktif karbonun EDS spektrumu

20/10 oranındaki aktif karbon ile 20/60 oranındaki aktif karbonun EDS spektrumları karşılaştırıldığında Si elementinin pik şiddetinin emdirme oranı arttıkça azaldığı, C elementinin pik şiddetinin ise emdirme oranı arttıkça arttığı gözlenmiştir. Aynı zamanda C elementinin kütlece yüzdesi de emdirme oranı arttıkça artmıştır.

Şekil 6.15-19'da PK/Ag karışımlarının EDS spektrumları verilmiştir. Bu veriler incelendiğinde pirinç kabuğundan elde edilen aktif karbonun yüzeyine gümüşün kantitatif olarak katıldığı görülmektedir. Bu durumda yapıdaki hem C, hem de Si

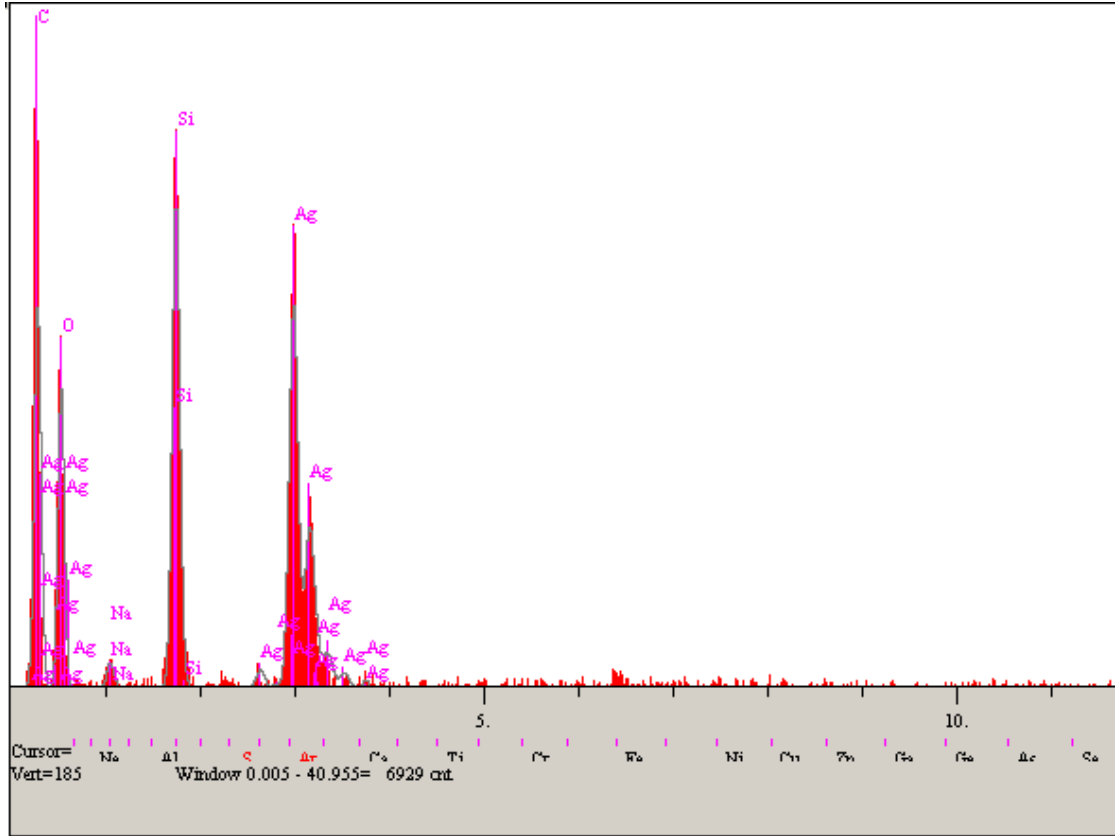
oranı daha önceki maddelere göre azalmıştır. Ayrıca ilave edilen gümüş miktarı arttıkça maddeye tutunan gümüş içeriğinin de arttığı görülmüştür.



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	147,87	7,691	51,967	wt.%	
O	Ka	110,93	6,661	35,013	wt.%	
Na	Ka	30,05	3,467	1,854	wt.%	
Si	Ka	115,49	6,797	3,462	wt.%	
Fe	Ka	7,80	1,767	0,629	wt.%	
Ag	La	81,66	5,715	7,075	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

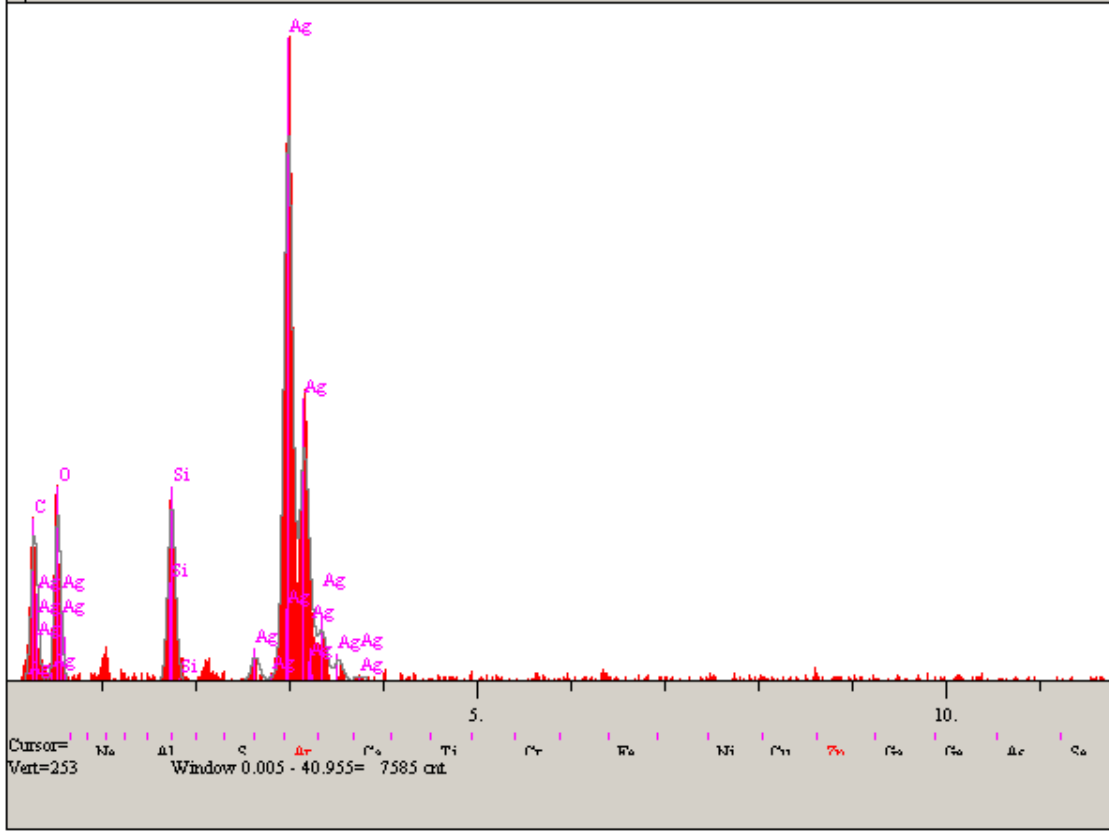
Şekil 6.15. PK/Ag-0,25 karışımının EDS spektrumu





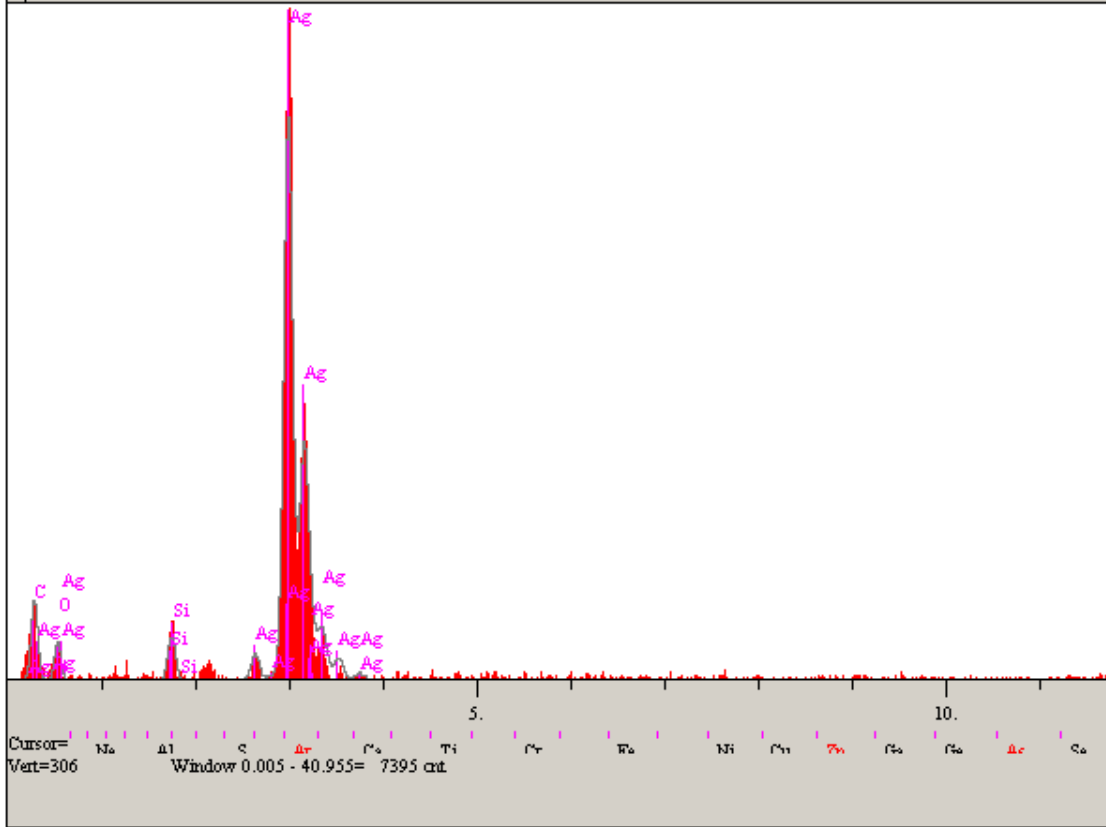
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	95,34	6,173	50,059	wt.%	
O	Ka	69,46	5,269	28,059	wt.%	
Na	Ka	6,62	1,626	0,575	wt.%	
Si	Ka	138,01	7,427	5,873	wt.%	
Ag	La	124,09	7,042	15,434	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

Şekil 6.16. PK/Ag-0,5 karışımının EDS spektrumu



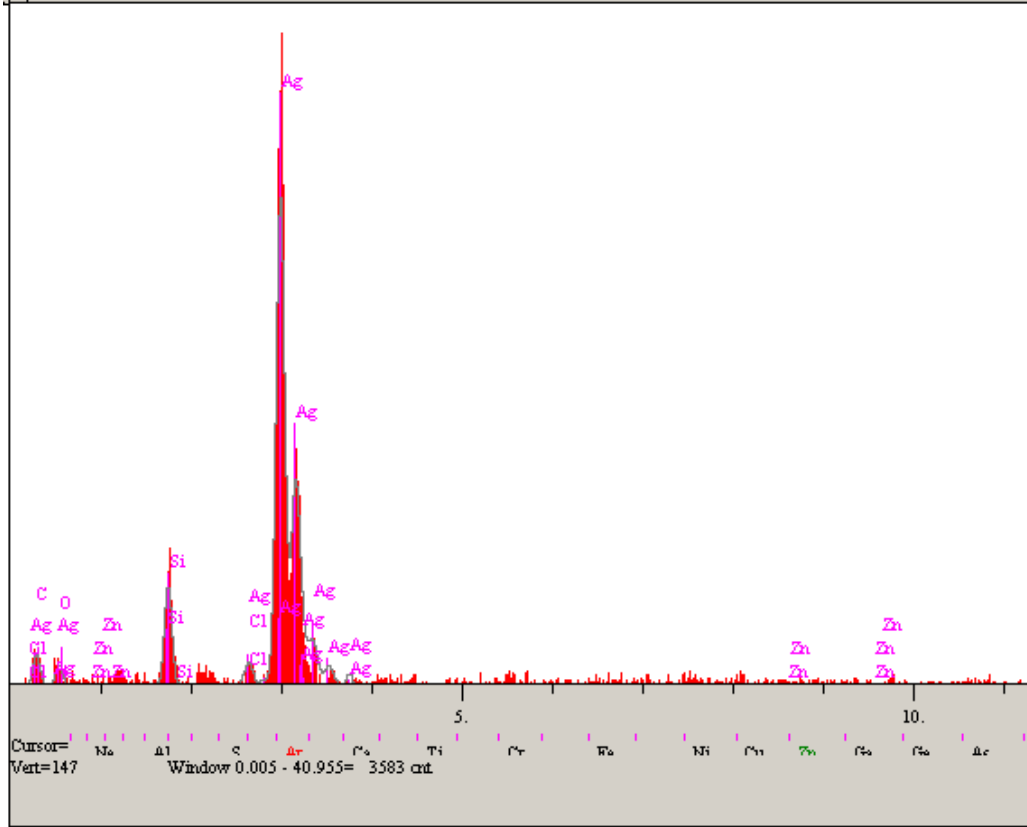
El.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	50,24	4,481	32,889	wt. %	
O	Ka	53,97	4,644	18,755	wt. %	
Si	Ka	67,92	5,210	4,523	wt. %	
Ag	La	245,44	9,904	43,832	wt. %	
				100,000	wt. %	Total

Şekil 6.17. PK/Ag-1 karışımının EDS spektrumu



Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	33,24	3,645	23,644	wt.%	
O	Ka	14,90	2,441	4,923	wt.%	
Si	Ka	20,85	2,887	1,898	wt.%	
Ag	La	305,81	11,057	69,535	wt.%	
				100,000	wt.%	Total

Şekil 6.18. PK/Ag-2 karışımının EDS spektrumu



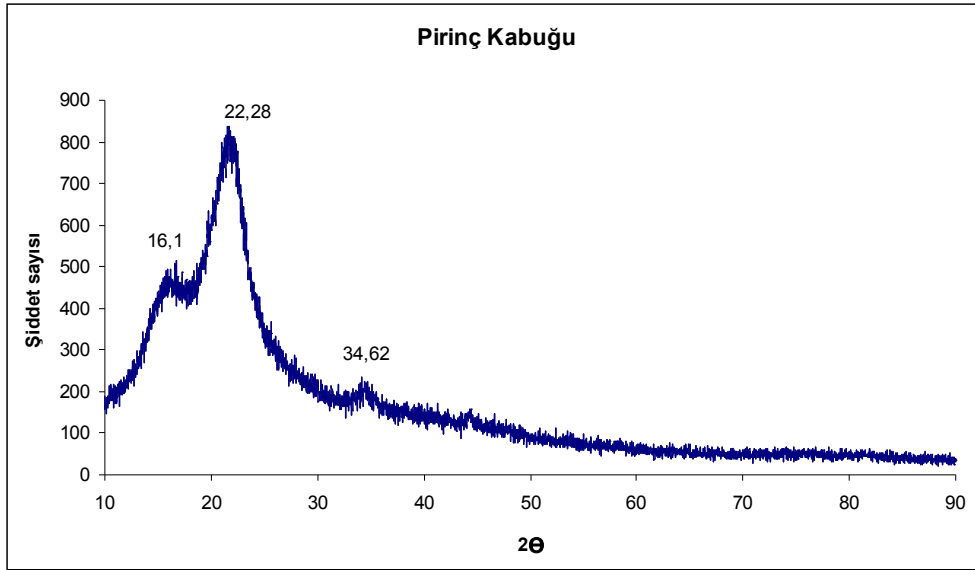
Elt.	Line	Intensity (c/s)	Error 2-sig	Conc	Units	
C	Ka	5,17	1,438	12,392	wt. %	
O	Ka	3,45	1,174	2,469	wt. %	
Si	Ka	22,31	2,987	5,604	wt. %	
Cl	Ka	0,00	0,000	0,000	wt. %	
Zn	Ka	0,97	0,622	1,033	wt. %	
Ag	La	126,62	7,116	78,503	wt. %	
				100,000	wt. %	Total

Şekil 6.19. PK/Ag-3 karışımının EDS spektrumu

Tüm bu sonuçlara bakılarak EDS analizlerinin, pirinç kabuğuna gümüş bağlanmasını doğrulamakta olduğu ve SEM ve XRD verilerini desteklediği söylenebilir.

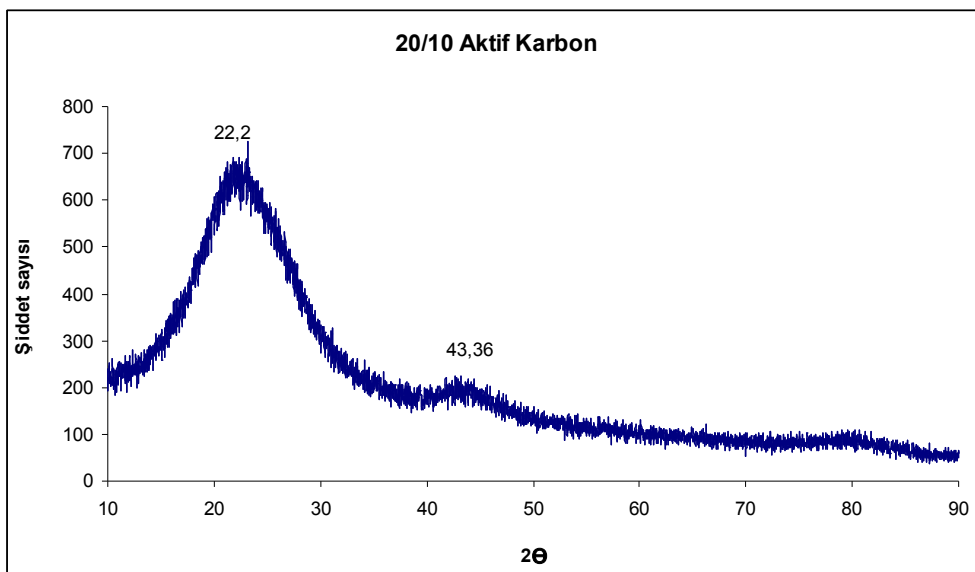
## 6.7. XRD

Gümüş ilavesinin pirinç kabuğunu nasıl etkilediğini araştırmak amacıyla XRD ölçümü de alınmıştır. Şekil 6.20. pirinç kabuğunun XRD sonucunu göstermektedir. Pirinç kabuğu  $22,28^{\circ}$  de şiddetli,  $16,1$  ve  $34,62^{\circ}$  de zayıf pikler göstermiştir. Yaklaşık  $2\theta = 22,5^{\circ}$  silikanın karakteristik pikini göstermektedir [3].

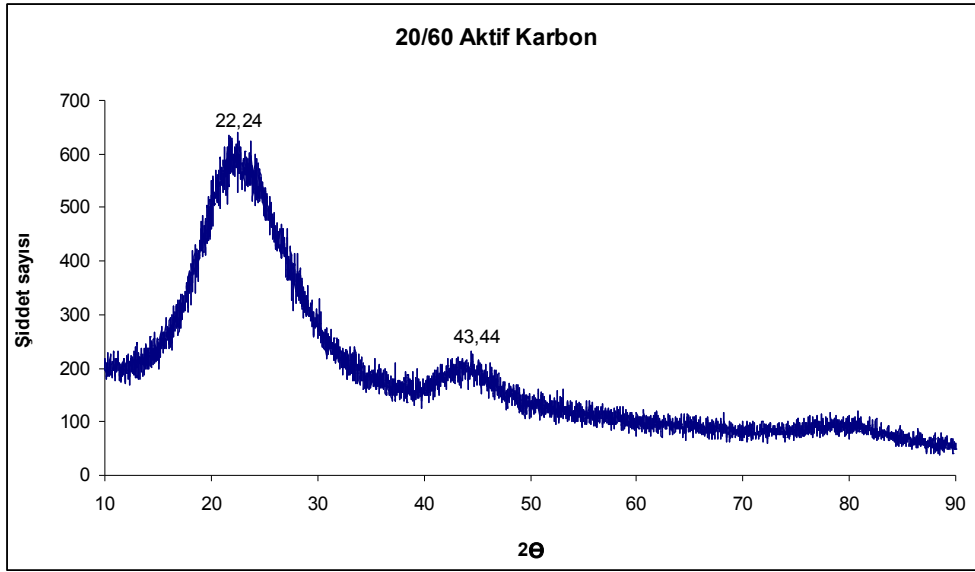


Şekil 6.20. Pirinç kabuğunun XRD spektrumu

Şekil 6.21  $ZnCl_2$  ile 20/10 oranında emdirme sonucunda elde edilen aktif karbonun, Şekil 6.22 ise  $ZnCl_2$  ile 20/60 oranında emdirme sonucunda elde edilen aktif karbonun XRD sonucunu göstermektedir. Her iki emdirme oranında elde edilen sonuçlara göre aktif karbon yaklaşık  $22^{\circ}$  ve  $44^{\circ}$ 'de zayıf difraksiyon pikleri vermiştir. Bu durum aktivasyondan sonra herhangi bir karakteristik pikin olmadığını göstermektedir [3]. Ayrıca,  $22^{\circ}$ 'de görünen pikin şiddet sayısı emdirme oranı arttıkça azalmıştır. Bu da yapıdaki silisyum miktarının azaldığını doğrulamaktadır.

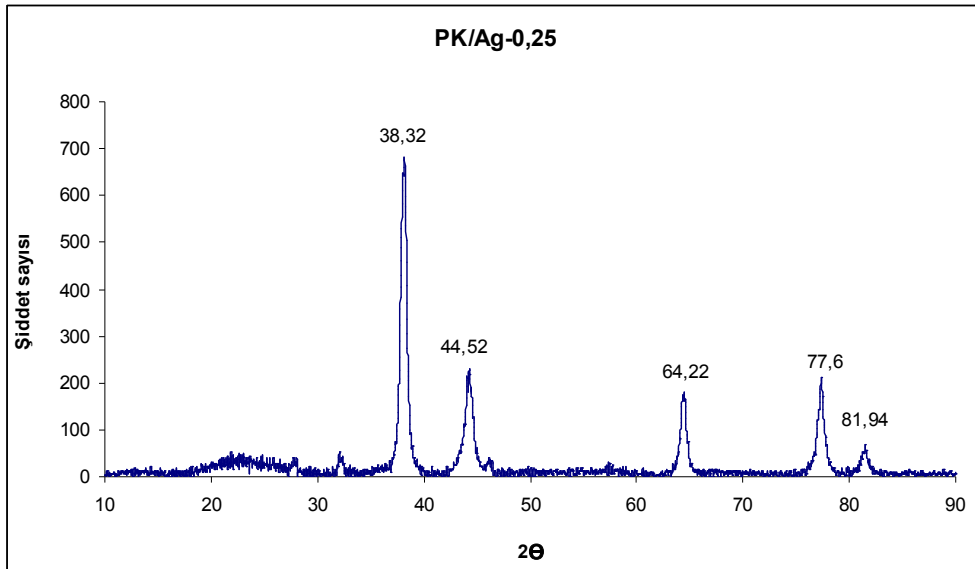


Şekil 6.21. 20/10 Aktif karbonun XRD spektrumu

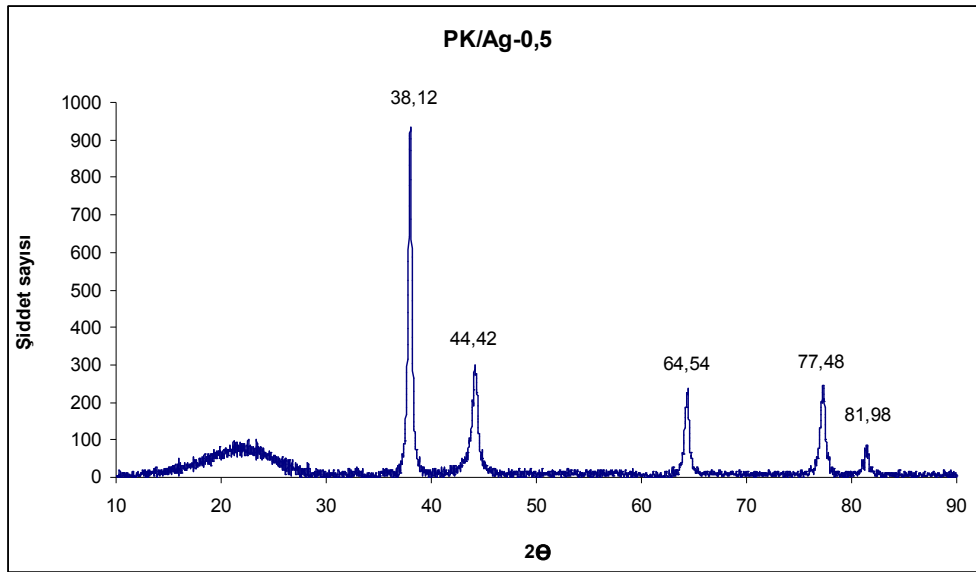


Şekil 6.22. 20/60 Aktif karbonun XRD spektrumu

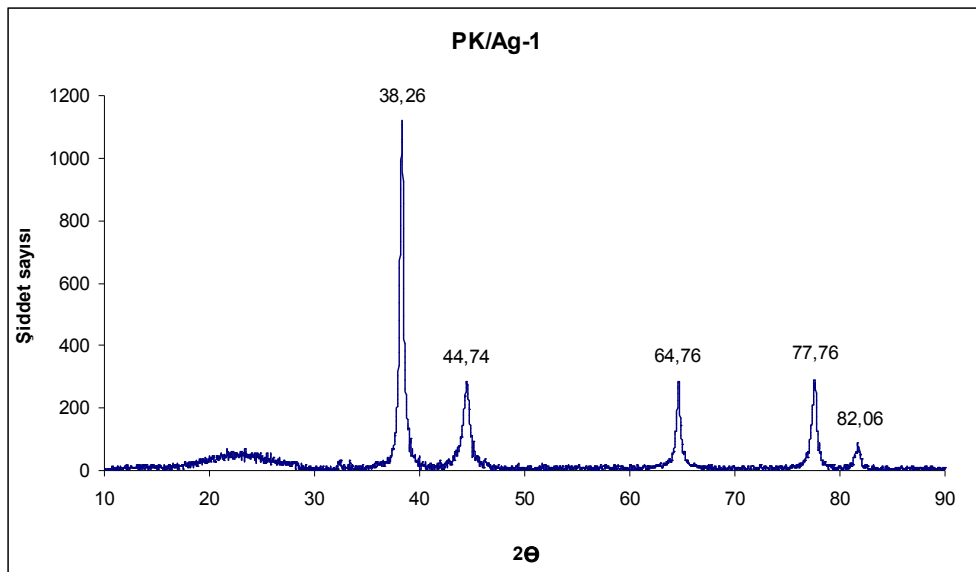
Şekil 6.23-27 PK/Ag karışımlarının XRD spektrumlarını göstermektedir. Bu karışımlarda belirgin pikler  $2\theta$  derecesinde 38, 44, 65 ve 77 olarak çıkmıştır ve bunlar (111), (200), (220) ve (311) Bragg yansıması (yüzey merkezli kübik gümüş kristali) göstermektedir.



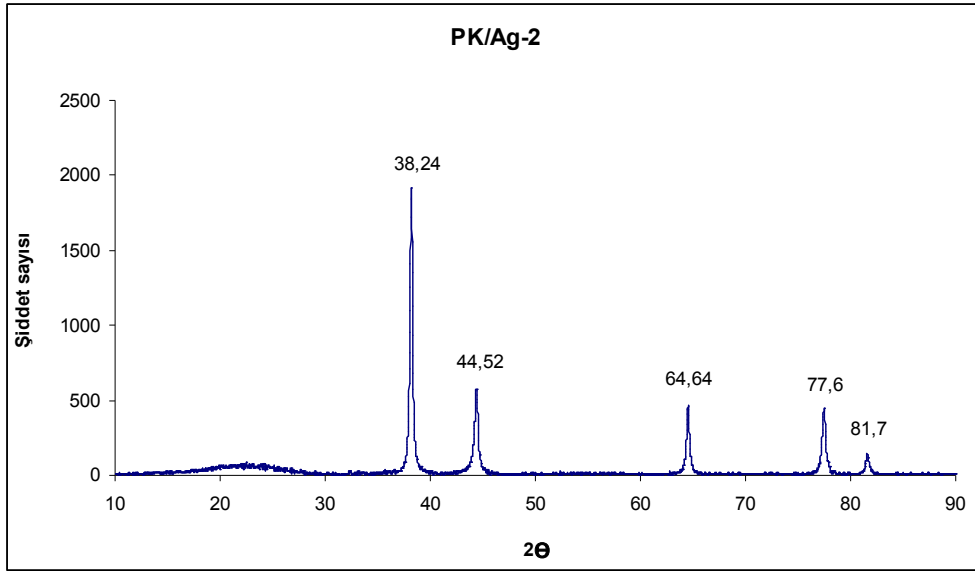
Şekil 6.23. PK/Ag-0,25 karışımının XRD spektrumu



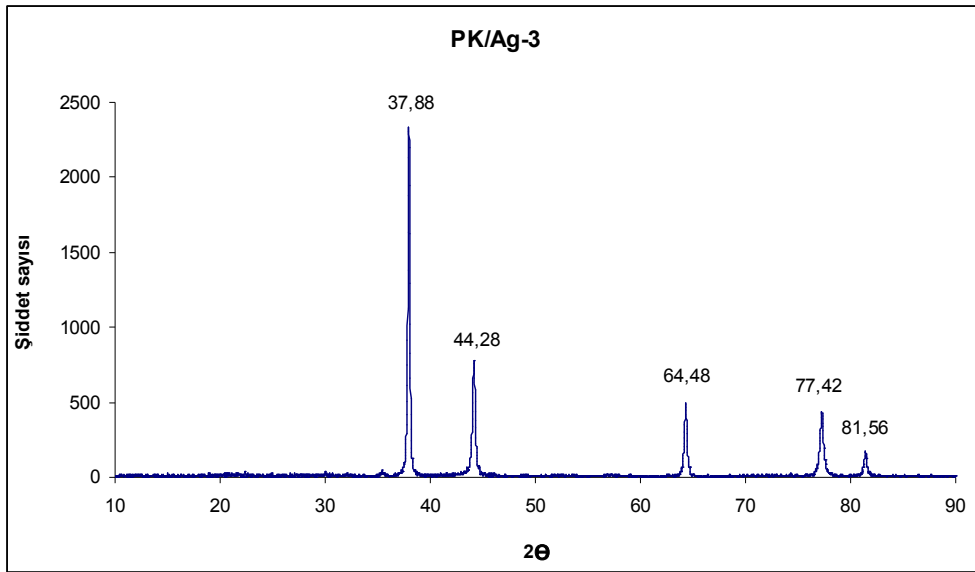
Şekil 6.24. PK/Ag-0,5 karışımının XRD spektrumu



Şekil 6.25. PK/Ag-1 karışımının XRD spektrumu



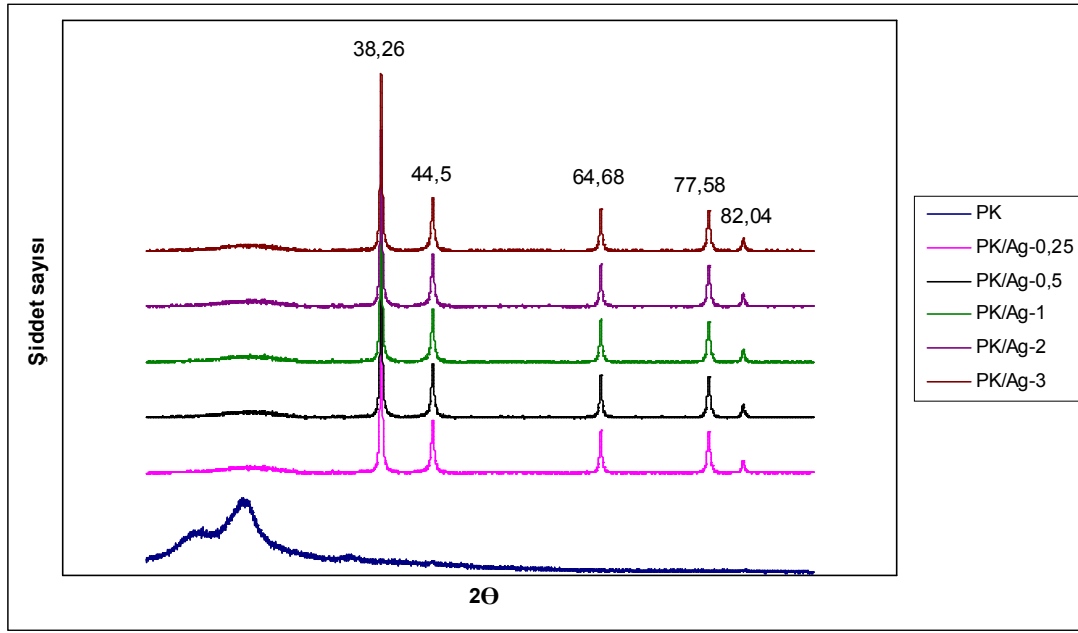
Şekil 6.26. PK/Ag-2 karışımının XRD spektrumu



Şekil 6.27. PK/Ag-3 karışımının XRD spektrumu

Pirinç kabuğu herhangi bir karakteristik pik göstermezken, karışımlarda gümüş varlığını destekleyen pikler görülmektedir. Bu sonuç pirinç kabuğunun amorf yapıya sahipken, aktive edilip gümüş ile muamele edildiğinde kristal yapıda olabileceğini göstermektedir. Ayrıca pirinç kabuğundaki  $\text{AgNO}_3$  miktarının artmasıyla gümüşün karakteristik piklerinin gözlenmesi de artmaktadır. Bu da daha geniş kristalli gümüş nano parçacıklarının oluştuğunu göstermektedir [10]. Bu sonuçlar SEM sonuçlarını desteklemektedir.



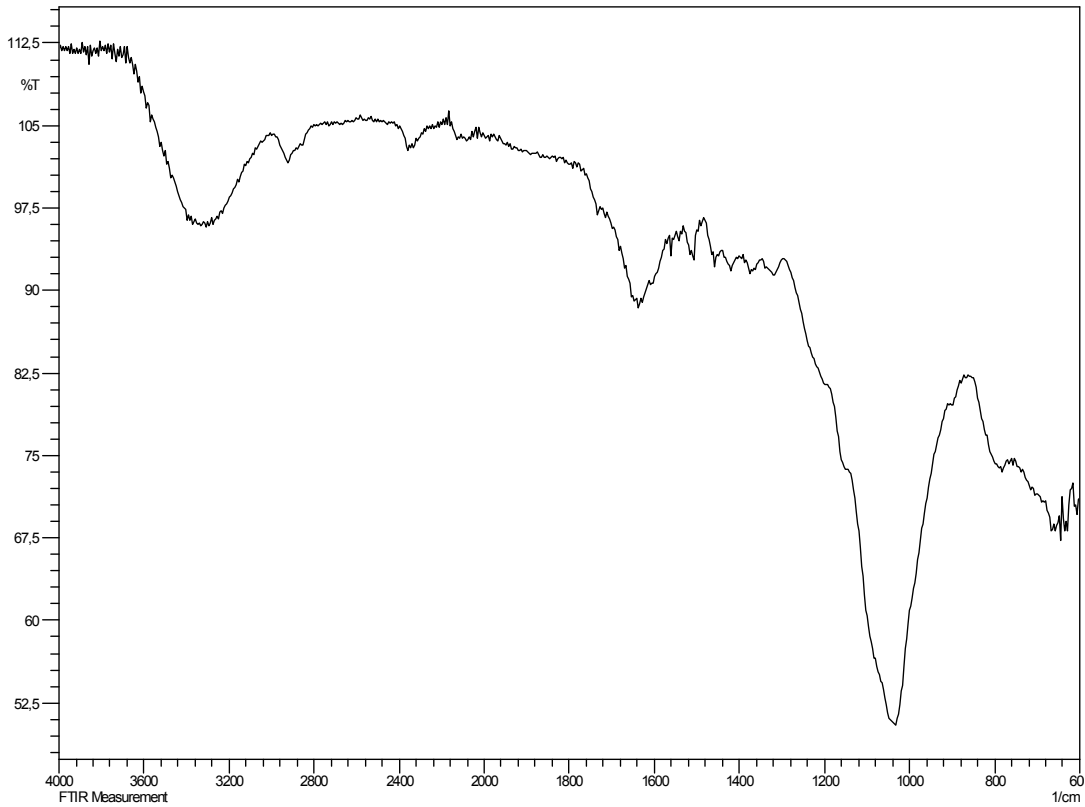


Şekil 6.28. Pirinç kabuğunun ve PK/Ag karışımlarının XRD spektrumu

## 6.8. FTIR

Pirinç kabuğunun, kimyasal aktivasyonla elde edilen aktif karbonların ve aktif karbona gümüş bağlaması ile oluşan karışımların içerdiği fonksiyonel grupların belirlenmesi amacıyla FT-IR spektrumları alınmıştır. Şekil 6.29’de pirinç kabuğu FTIR spektrumu, Şekil 6.30’da en az kimyasal emdirme oranı (20/10), Şekil 6.31 ise en yüksek kimyasal emdirme oranı (20/60) ile elde edilen aktif karbonların FTIR spektrumları verilmiştir.

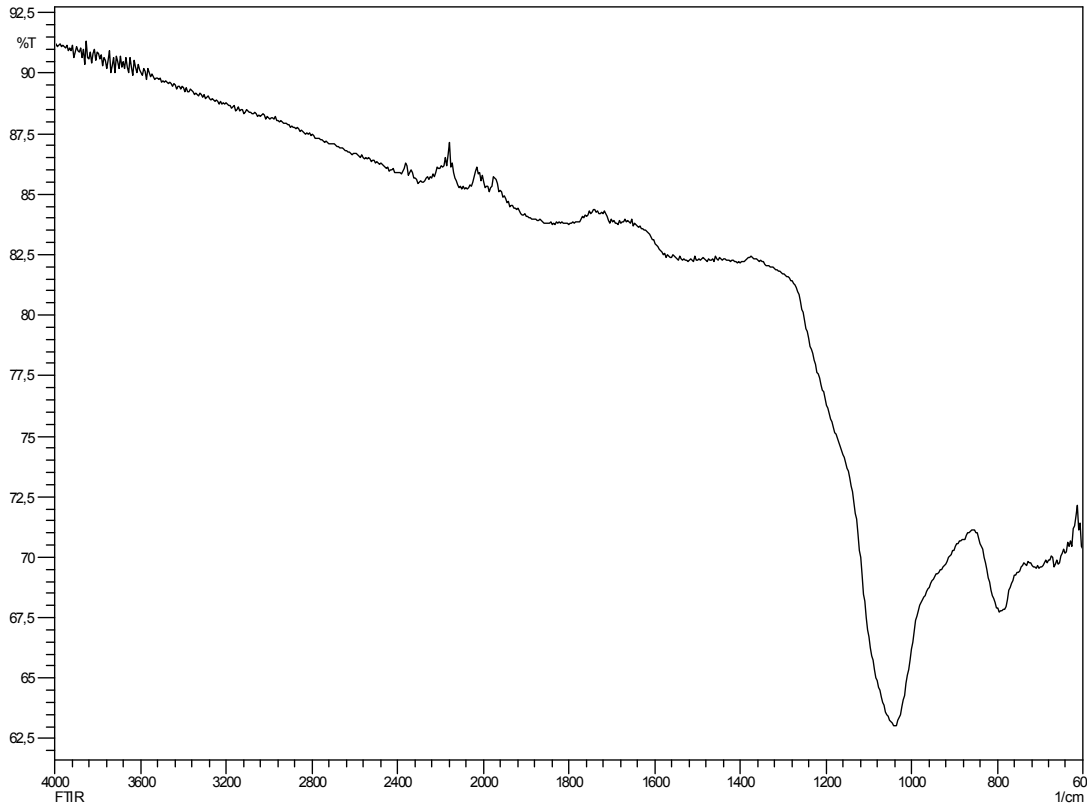
Pirinç kabuğunda  $3400\text{ cm}^{-1}$  civarında saptanan geniş bant O-H grubuna bağlanabilir [3]. Hemen hemen  $2900\text{ cm}^{-1}$  olan bant C-H titreşimlerine tekabül ettiği söylenebilir.  $1692\text{ cm}^{-1}$  civarındaki bant C=O karbonil gruplarına işaret etmektedir.  $1615\text{ cm}^{-1}$  C=C aromatik titreşimlerini göstermekte olabilir.  $1492\text{ cm}^{-1}$  yakınlarında görünen küçük pik ise  $-\text{CH}_2=$  titreşimlerine işaret etmektedir.  $1158\text{ cm}^{-1}$  fenol, eter, esterlerde bulunan C-O titreşimlerine işaret etmektedir.  $1051\text{ cm}^{-1}$ ’deki pik, R-OH gruplarından kaynaklanmakta denilebilir.  $464, 735, \text{ ve } 1105\text{ cm}^{-1}$  pirinç kabuğundaki silisyuma bağlı oksijenden olabileceği düşünülmektedir.



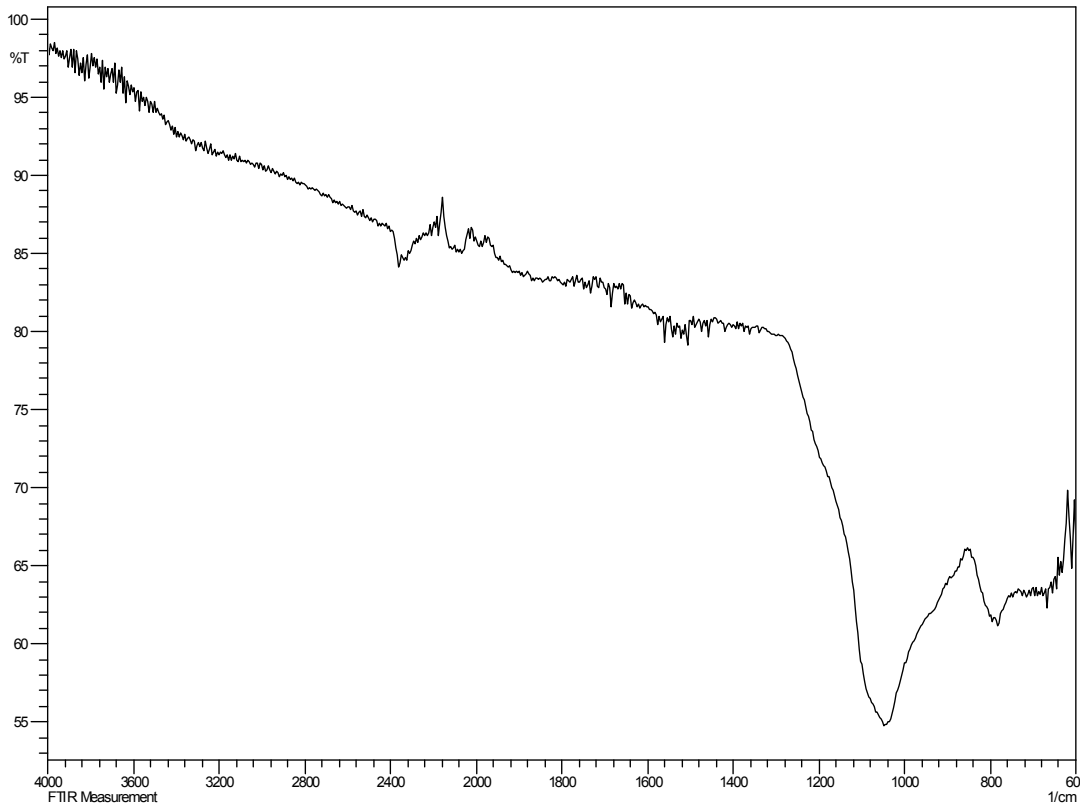
Şekil 6.29. Pirinç kabuğunun FTIR spektrumu

Pirinç kabuğunu  $N_2$  atmosferinde karbonizasyonunu gerçekleştirdikten sonra FTIR spektrumu pirinç kabuğuna göre farklıdır [3]. Organik maddeleri simgeleyen titreşimler kaybolmuştur. Şekil 6.30 ve Şekil 6.31’de görünen 1590, 1158 ve çok az da olsa  $840\text{ cm}^{-1}$  deki bantlar sırasıyla C=C, C-O ve C-H titreşimlerine bağlanabilir.

Ayrıca, bağ yoğunlukları incelendiğinde, 20/60 oranındaki aktif karbonun şiddetinin 20/10 oranındaki aktif karbonun şiddetine göre daha fazla olduğu görülmektedir. Bu da  $ZnCl_2$  ile aktivasyon yönteminde aktivasyon kimyasalının çok olduğu oranlardan oluşan aktif karbonda, karbon içeriğinin daha yüksek oranda olduğu gerçeğine dayandırılarak açıklanabilir [3]. Bu veriler SEM ve EDS analizlerini desteklemektedir.

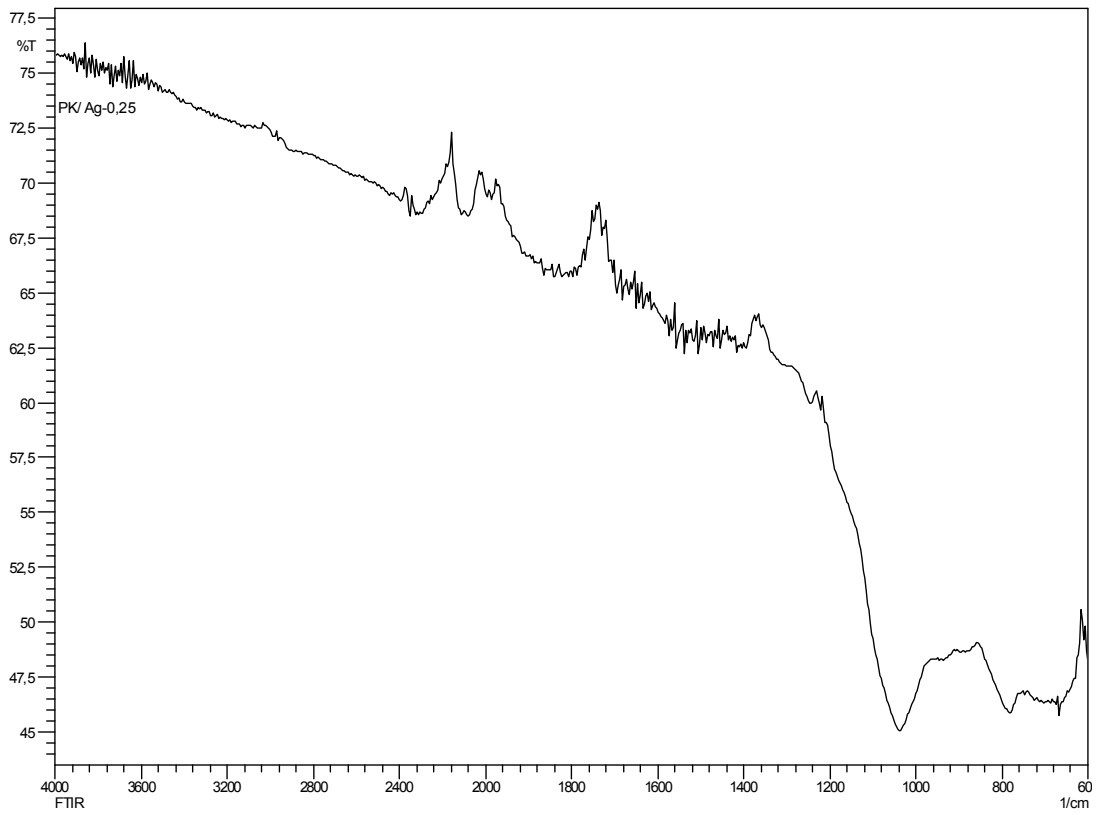


Şekil 6.30. 20/10 Aktif kabuğunun FTIR spekturumu

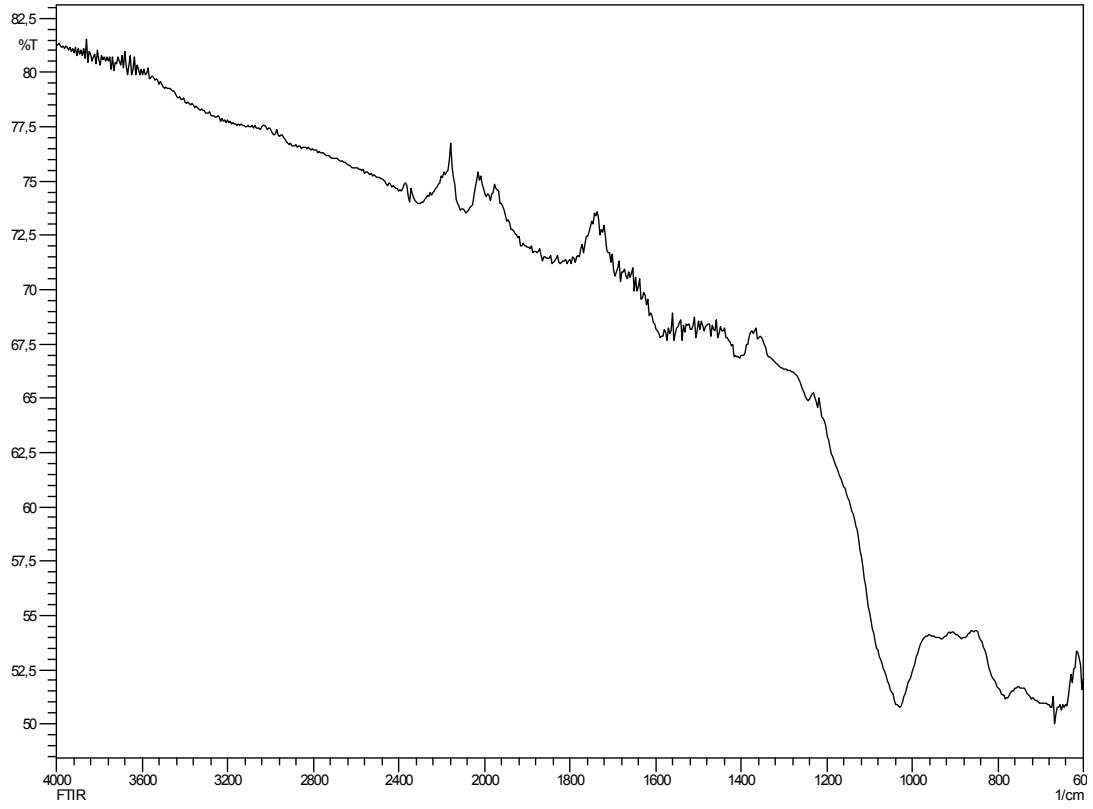


Şekil 6.31. 20/60 Aktif kabuğunun FTIR spekturumu

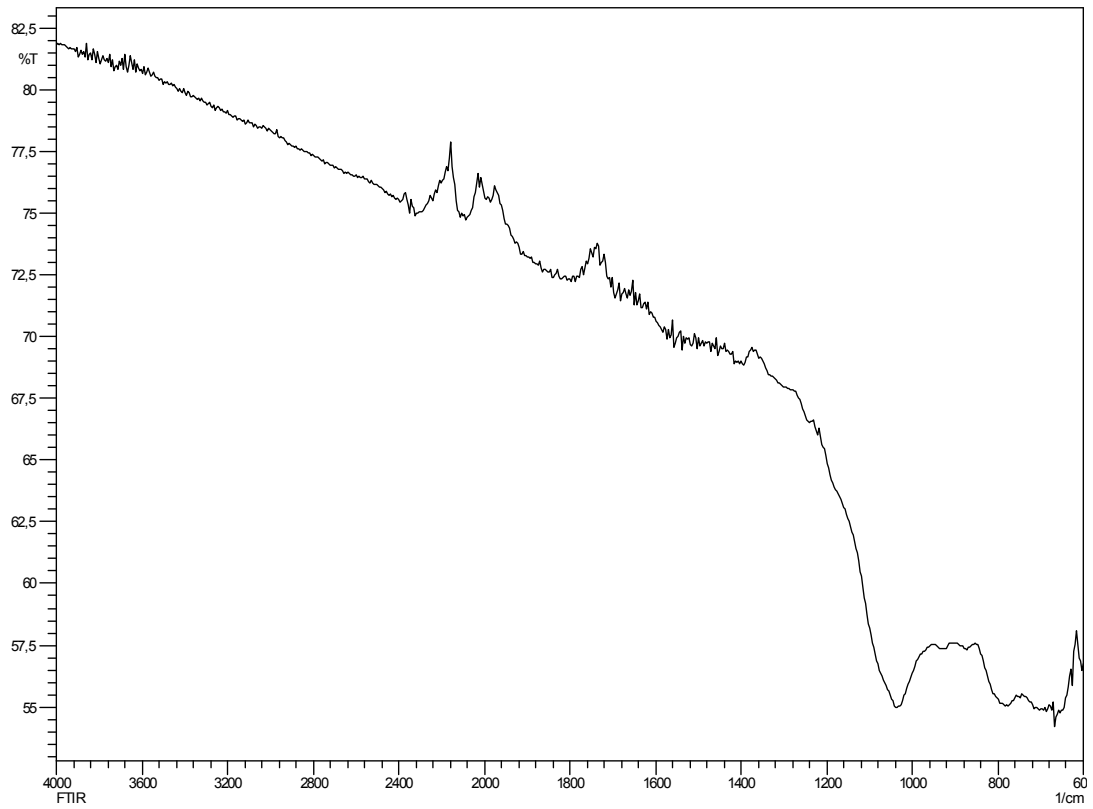
Şekil 6.32-36 PK/Ag karışımlarının (artan gümüş miktarına göre) FTIR spektrumlarını göstermektedir. Spektrumlar incelendiğinde, farklı miktarlarda gümüş ilavesi ile elde edilen karışımların hemen hemen aynı frekans değerlerinde titreşim gösterdiği söylenebilir. Bu titreşimlerin en göze çarpan değerleri olan 1085, 800 ve 464  $\text{cm}^{-1}$  civarındaki bantları Si-O-Si asimetrik gerilmesi, simetrik gerilme ve bükülme titreşimlerine tekabül eden üç önemli titreşim bandını göstermektedir [9]. Yaklaşık 953  $\text{cm}^{-1}$  frekans değerinde görünen bant ise [Si-(OH)] gruplarının gerilim titreşimlerine bağlanabilir.



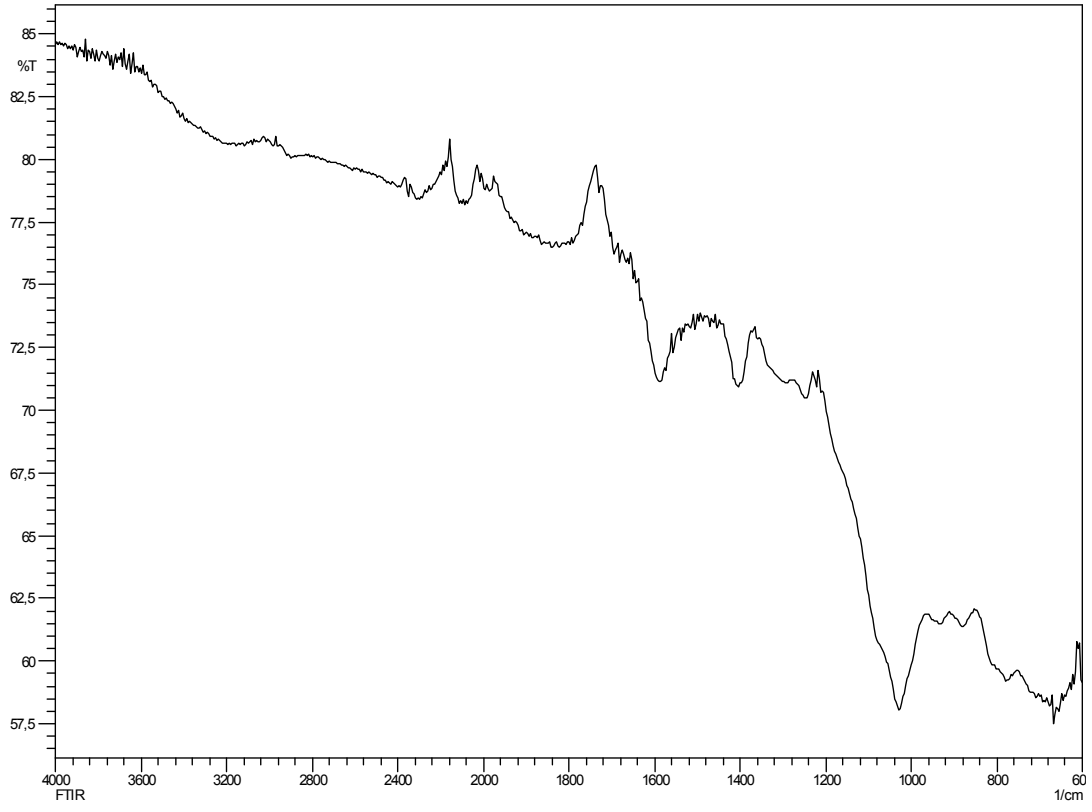
Şekil 6.32. PK/Ag-0,25 karışımının FTIR spektrumu



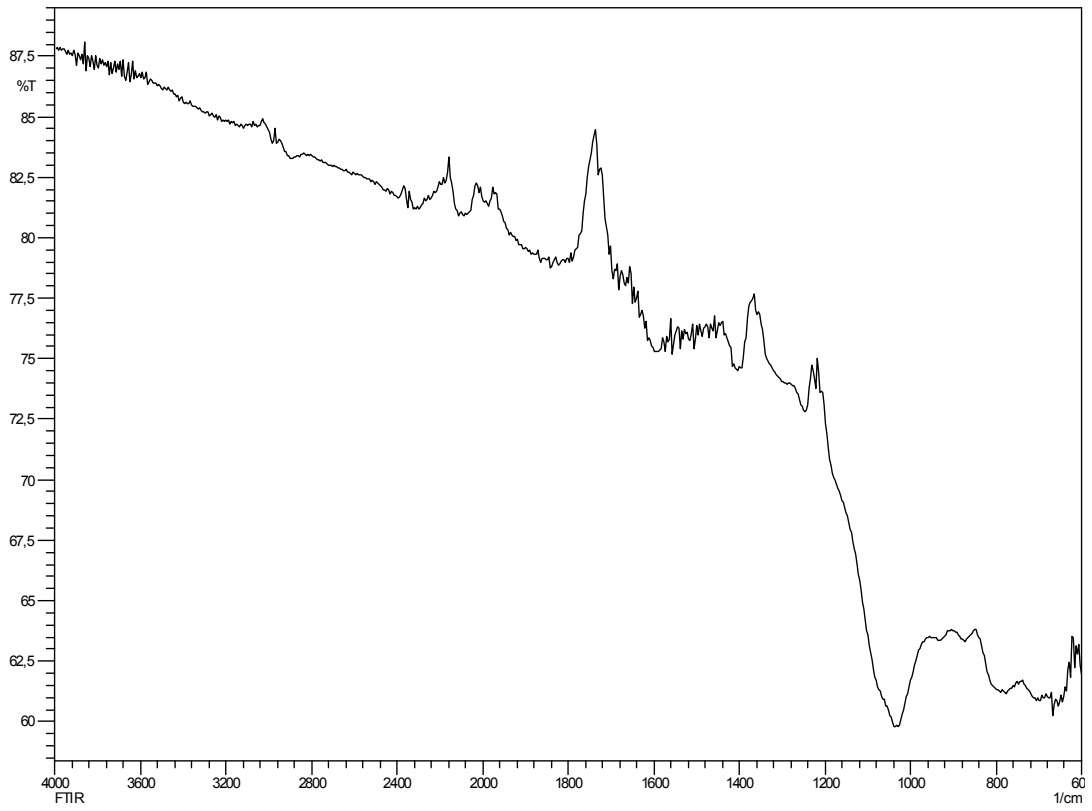
Şekil 6.33. PK/Ag-0,5 karışımının FTIR spekturumu



Şekil 6.34. PK/Ag-1 karışımının FTIR spekturumu



Şekil 6.35. PK/Ag-2 karışımının FTIR spektrumu



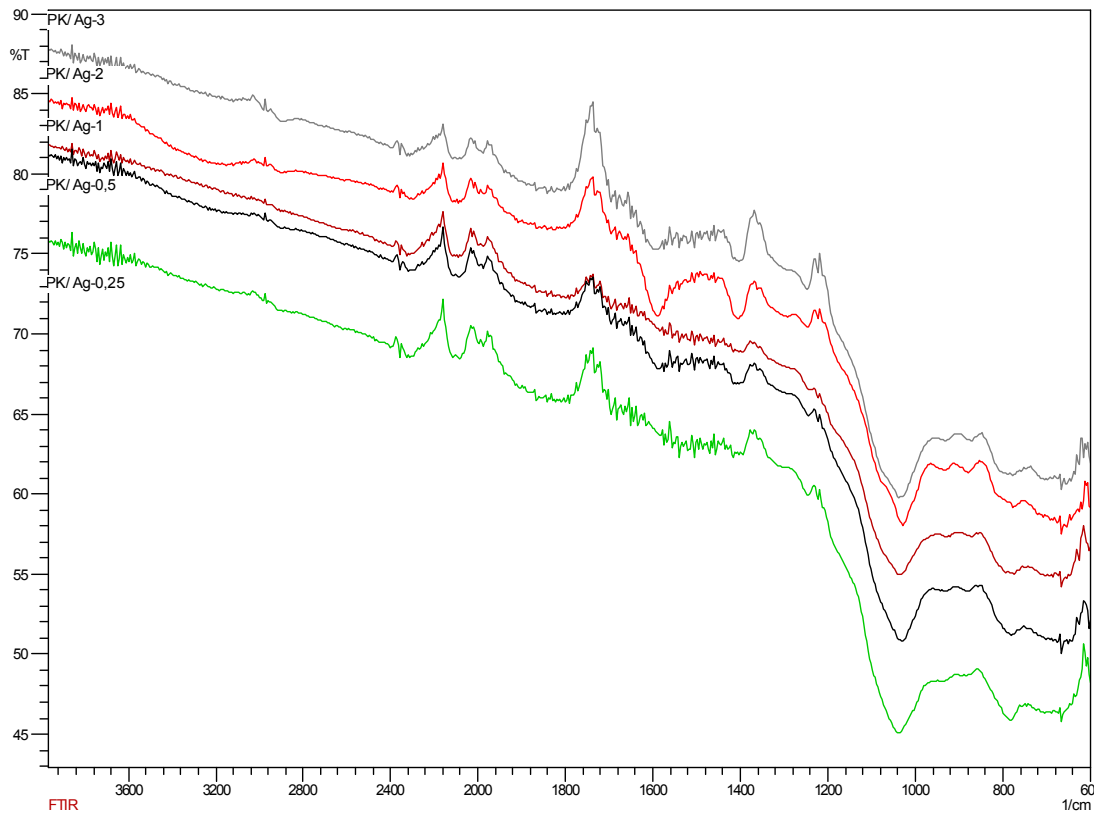
Şekil 6.36. PK/Ag-3 karışımının FTIR spektrumu

Tablo 6.11’de pirinç kabuğu, farklı emdirme oranları ile elde edilen aktif karbonların ve farklı gümüş ilavesi ile elde edilen PK/Ag karışımlarının FTIR spektrumu sonucunda gözlenen titreşimlerin yaklaşık frekans değerleri ve bu değerlerin sahip olabileceği tahmini fonksiyonel grupları verilmiştir.

Tablo 6. 11. Pirinç kabuğu, aktif karbon ve PK/Ag karışımlarının fonksiyonel grupları

Pirinç kabuğu		Aktif karbon		PK/Ag karışımları	
Frekans ( $\text{cm}^{-1}$ )	Fonksiyonel Grup	Frekans ( $\text{cm}^{-1}$ )	Fonksiyonel Grup	Frekans ( $\text{cm}^{-1}$ )	Fonksiyonel Grup
3400	O-H	1590	C=C	2900	C-H
2900	C-H	1158	C-O	1692	C=O
1692	C=O	840	C-H	1615	C=C
1615	C=C			1590	C=C
1590	C=C			1492	CH <sub>2</sub> =
1492	CH <sub>2</sub> =			1158	C-O
1158	C-O			1051	R-OH
1051	R-OH			1105	Si-O
735	Si-O			1085	Si-O-Si
464	Si-O			953	[Si-(OH)]
				840	C-H
				735	Si-O
				464	Si-O

Şekil 6.37’de PK/Ag karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumları verilmiştir. Bu grafik incelendiğinde en düşük titreşim derecesinin PK/Ag-0,25 numunesinde, en yüksek titreşim derecesinin ise PK/Ag-3 numunesinde olabileceği gözlenmiştir. Sonuçlar dikkate alındığında eklenen AgNO<sub>3</sub> miktarı arttığında titreşimlerin derecesinin de arttığı söylenebilir.



Şekil 6. 37. PK/Ag karışımlarının karşılaştırmalı FTIR spektrumu



## BÖLÜM 7. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Aktifleştirilmiş karbon, tarımsal atıklardan, kimyasal veya fiziksel aktivasyon metotları kullanılarak üretilen, oldukça gözenekli, yüksek yüzey alanına sahip bir katı karbon şeklidir. Aktif karbonların başlıca kullanım alanları, gaz saflaştırma ve arıtılması, karışımların ayrılması, gıda sanayinde saflaştırma, su ve atık su arıtılması, metal sanayisinde karbon katkısı, savunma sanayisinde koruyucu giysi yapımı, silah sanayisinde patlayıcı ve elektronik sistemleri susturmak için bomba yapımı ve sağlık sektörü gibi alanlardır.

Çevresel ihtiyaçlar ve diğer pek çok alanda aktif karbona olan rağbet günden güne artmaktadır. Bu nedenle düşük maliyetli ve kolay bulunabilen bir madde olan pirinç kabuğu bu çalışmada tercih edilmiştir.

Çalışmada pirinç kabuğu, sabit sıcaklıkta, farklı miktarlarda  $ZnCl_2$  kullanarak aktifleştirilmiş ve bu miktarların aktif karbon verimine nasıl etkilediği incelenmiştir. Dört farklı emdirme oranı ile yapılan denemelerde en yüksek miktarda kimyasal madde ilave edilerek elde edilen aktif karbonun veriminin en yüksek olduğu görülmüştür.

En yüksek verim ile elde edilen aktif karbona farklı miktarlarda  $Ag^+$  iyonu ilavesi gerçekleştirilmiştir. İlave edilen gümüş miktarı arttıkça gümüşün aktif karbonun yüzeyine bağlanma miktarının da arttığı SEM, EDS ve XRD sonuçlarıyla desteklenmiştir.

Ayrıca pirinç kabuğunun, aktif karbonun ve elde edilen gümüş nano karışımların BET yüzey alanı incelemesi yapılmıştır. Pirinç kabuğu aktifleştirildiğinde yüzey alanının arttığı görülmüştür.

Pirinç kabuđu, aktif karbon ve gümüş karışımlarının kimyasal yaş analizleri yapılmıştır. Yaş analizi sonuçlarına göre SiO<sub>2</sub> miktarının pirinç kabuđundan gümüş nano karışımlara doğru gidildikçe azaldığı görülmüştür. Bunun sebebinin pirinç kabuđundan aktif karbona geçildiğinde yapıdaki organik maddelerin karbona dönüşmesi olabileceđi düşünülmektedir. Gümüş nano karışımlarında ise ağırlığın büyük bir kısmını gümüşün oluşturduđu düşünülmektedir.

Bu çalışmada elde edilen gümüş karışımlarının endüstride birçok kullanım alanı bulacağı düşünülmektedir. Sağlık sektöründe, inşaat sektöründe, temizlik sektöründe antibakteriyel özelliđi nedeniyle kullanılabilenleceđi düşünülmektedir.

## KAYNAKLAR

- [1] UZUN, I., “Kavak ağacı artıklarından aktif karbon üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eylül 2008.
- [2] VURAL, N., “Paulownia ağacı odunundan  $ZnCl_2$  aktivasyonu ile aktifleştirilmiş karbon üretimi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran 2007.
- [3] 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 (2009), 693-703.
- [4] GUO, Y., ROCKSTRAW, D., A., “Activated carbons prepared from rice hull by one-step phosphoric acid activation”, Microporous and Mesoporous Materials, 100 (2007) 12–19.
- [5] VAROL, D., “Pirinç kabuğu külünden magnezyum silikat üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Eylül 2006.
- [6] KAMIŞOĞLU, K., “Synthesis of zeolite - polymer composites for biological applications”, Middle East Technical University, The Degree Of Master Of Science, Haziran 2007.
- [7] HUSHENG, J., WENSHENG, H., LIQIAO, W., BINGSHE, X., XUGUANG, L., “The structures and antibacterial properties of nano-sio<sub>2</sub> supported silver/zinc-silver materials”, Dental Materials, 24 (2008), 244–249.
- [8] SHARMA, V., K., YNGARD, R., A., LIN, Y., “Silver nanoparticles: green synthesis and their antimicrobial activities”, Advances in Colloid and Interface Science 145 (2009), 83-96.
- [9] 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 (2009) 90-97.
- [10] YANG, F., C., WU, K., H., LIN, W., P., HU, M., K., “Evaluation of antibacterial efficacy of bamboo charcoal/silver biological protective material”, Material Chemistry and Physics 113 (2009) 474-479.

- [11] TAN, S., OUYANG, Y., ZHANG, L., CHEN, Y., LIU, Y., “Study on the structure and antibacterial activity of silver-carried zirconium phosphate”, *Materials Letter* 62 (2008), 2122-2124.
- [12] AYBEN, T., ÜLKÜ, S., “Silver, zinc, and copper exchange in a nacloptilolite and resulting effect on antibacterial activity” *Applied Clay Science*, 27 (2004), 13-19.
- [13] HUSHENG, J., ve ark., “The structures and antibacterial properties of nano-SiO<sub>2</sub> supported silver/zinc-silver materials”, *Dental Materials*, 24 (2008), 244-249.
- [14] YANG, F., C., WU, K., H., LIN, W., P., HU, M., K., “Preparation and antibacterial efficacy, of bamboo charcoal/polyoxometalate biological protective material”, *Microporous and Mesoporous Materials* 118 (2009), 467-472.
- [15] OLGUN, Z., “Pirinç kabuğu külünden magnezyum silikat üretimi ve kızartma yağlarının rejenerasyonunda kullanılması”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul 2009.
- [16] YILDIZ, S., BALAYDIN, İ., ULUCAN, Z. Ç., “Pirinç kabuğu külünün beton dayanımına etkisi”, *Fırat Üniv. Fen ve Müh. Bil. Dergisi*, 19 (1), 85-91, 2007.
- [17] <http://tr.wikipedia.org/19-02-2010>.
- [18] BAYRAK, E., “Pirinç kabuğu ve pirinç kabuğu külü kullanılarak sulu ortamdan katyonik boyar madde adsorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Atatürk Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Erzurum 2008.
- [19] BAKIRCIOĞLU, D., “Pirinç kabuğu ve külü üzerinde bazı eser elementlerin adsorpsiyonunun ve desorpsiyonunun incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Edirne 2004.
- [20] SADIÇ, E., “Pirinç kabuğu külünden çeşitli silikatların üretilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ekim 2008.
- [21] BERKİN, G., “Sürdürülebilir mimari için pirinç çeltiği kabuk külünden üretilen ısı korunumlu cam yapı malzemesi”, Doktora Tezi, Mimar Sinan Güzel Sanatlar Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, Mart 2006.
- [22] GÜNDÜZOĞLU, G., “Şeker pancarı küspesinden aktif karbon üretimi ve karakterizasyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ağustos 2008.
- [23] TEKİR, O., “Fındık zurufundan aktif karbon eldesi ve bazı ağır metal iyonlarının adsorpsiyonu”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran 2006.

- [24] AKYILDIZ, H., “H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> aktivasyonu ile zeytin çekirdeğinden aktif karbon üretimi”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri, Haziran 2007.
- [25] OLIVEIRA, L. C. A; “Preparation of activated carbons from coffee husks utilizing FeCl<sub>3</sub> and ZnCl<sub>2</sub> as activating agents” Journal of Hazardous Materials, 165 (2009), 87–94.
- [26] EKİCİ, H., S., “Kayısı çekirdeğinden elde edilen aktif karbonla sulardan fosfat ve bakır(II) giderimi”, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Elazığ 2007.
- [27] KÜÇÜKGÜL, E., Y., “Ticari aktif karbon üretimi ve özelliklerinin belirlenmesi”, DEÜ Mühendislik Fakültesi, Fen Ve Mühendislik Dergisi, Ekim 2004, Cilt 6, Sayı 3, 41-56.
- [28] KILIÇER, T., “Malatya 1. organize sanayi bölgesi atık suyunun aktif karbon, zeolit ve ozon kullanılarak arıtımının incelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Malatya 2006.
- [29] DERMANLI, Y., “Gıda fabrikasyon atıklarından aktif karbon üretimi ve soya yağına ağartma performansının incelenmesi”, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Haziran 2006.
- [30] SHALABY, Ç., ASTARTLIOĞLU, M., G., ARTOK, L., SARICI, Ç., “Preparation and characterization of activated carbons by one-step steam pyrolysis/activation from apricot stones”, Microporous and Mesoporous Materials 88 (2006) 126-134.
- [31] KARABACAĞOĞLU, B., “Seyreltik çözeltilerden gümüş iyonlarının uzaklaştırılmasında elektrodializ uygulaması” Doktora Tezi, Osmangazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ekim 2001.
- [32] KIRCI, S., “Tiyöüre- ve üre-formaldehit reçineleri ile gümüş iyonlarının geri kazanılması”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Ocak 2008.
- [33] KURTULMUŞ, E., “Gümüş kaplama atık suyundan gümüşün geri kazanılması”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Mayıs 2008.
- [34] YİRİKOĞLU, H., “Melamin-formaldehit-tiyöüre (MFT) şelat oluşturuçu reçinesi ile çözeltilerden Ag(I) iyonunun kazanılması”, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Aralık 2006.
- [35] STEVENS, K., N., J., et. all., “The relationship between the antimicrobial effect of catheter coatings containing silver nanoparticles and the coagulation of contacting blood”, Biomaterials, 30 (2009), 3682–3690.

- [36] TUNÇER, M., “Effects of chloride ion and the types of oxides on the antibacterial activities of inorganic oxide supported ag materials”, İzmir, July 2007.
- [37] KİM, J., S., et. all., “Antimicrobial effects of silver nanoparticles”, *Nanomedicine: Nanotechnology, Biology, and Medicine* 3 (2007), 95– 101.
- [38] LİOU, T., H., “Preparation and characterization of nano-structured silica from rice husk”, *Materials Science and Engineering*, A364 (2004), 313-323.
- [39] UÇAR, S., ERDEM, M., TAY, T., KARAGÖZ, S., “Preparation and characterization of activated carbon produced from pomegranate seeds by  $\text{ZnCl}_2$  activation”, *Applied Surface Science* 255 (2009) 8890-8896.
- [40] YORGUN, S., VURAL, N., DEMİRAL, H., “Preparation of high-surface area activated carbons from paulownia wood by  $\text{ZnCl}_2$  activation”, *Microporous and Mesoporous* 122 (2009) 189-194.
- [41] RAI, M., “Silver nanoparticles as a new generation of antimicrobials”, *Biotechnology Advances*, 27 (2009), 76-83.

## ÖZGEÇMİŞ

Seyhan BİLGİN, 15.07.1984'te Sakarya'da doğmuştur. İlkokulu Adapazarı Sabiha Hanım İlkokulu'nda, orta okulu Adapazarı Merkez Atatürk Orta Okulu'nda ve Lise öğrenimini Adapazarı Atatürk Süper Lisesi'nde tamamlamıştır. Lisans Öğrenimini Gazi Üniversitesi Gazi Eğitim Fakültesi Kimya Öğretmenliği Bölümü'nde tamamlamıştır. 2007-2008 Eğitim-Öğretim Yılında Ankara Özel Eti Zafer Eğitim Kurumlarında, 2008-2009 ve 2009-2010 Eğitim-Öğretim yılında Özel Sakarya Özelsiniz Dershanesinde çalışmıştır.