

**BAZI BİTKİSEL VE ENDÜSTRİYEL ATIKLARIN KARBONİZASYON YOLU İLE AKTİF KARBON ELDESİ VE KURŞUN ADSORBSİYON ETKİSİNİN İNCELENMESİ**

Bülent BÜYÜKKIDAN

Dumlupınar Üniversitesi Fen/Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Öğretim Üyesi, 43000 Merkez / Kütahya, [bulent.buyukkidan@dpu.edu.tr](mailto:bulent.buyukkidan@dpu.edu.tr)

Geliş Tarihi:30.03.2016

Kabul Tarihi:22.12.2016

**ÖZ**

Bu çalışmanın amacı, özellikle arap coğrafyasında yetişen hurmanın çekirdeğinin ve kimyasal bir atık olan kauçuğun aktif karbon üretiminde hammadde olarak kullanılabilme özelliğinin araştırılmasıdır. Bu amaçla öncelikle hurma çekirdeği ön işleminden geçirilerek çekirdek parçaları ayrıldı, elde edilen çekirdek parçaları ve kauçuk, çinko klorür ile aktive edildi. Elde edilen aktif karbonların BET cihazında yüzey alanı ve gözenek hacmine bakıldı. Elementel analizi alınarak karbon miktarları incelendi. Atomik adsorbsiyon cihazı ile de atık sularındaki kurşun adsorblama kapasitesine bakıldı. Elementel analiz sonuçlarına göre hurma çekirdeğinin karbon miktarı %84,950 dir ve aktif karbon üretmek için uygun bir materyeldir. Kauçuk atığından elde edilen aktif karbonun miktarı ise %31,383 dür. Kurşun için adsorbsiyon denemelerinde kayda değer bir adsorblama miktarı bulunamamıştır. Çünkü karbon miktarı adsorblama yapabilecek bir değerde değildir. Bu nedenle deneysel verilere de yer verilmemiştir. Adsorbsiyon deneylerinde hurma çekirdeğinden elde edilen aktif karbonun sonuçları dikkate alınmıştır.

**Anahtar Kelimeler:** *Aktif karbon, atık, karbonizasyon, ağır metal, adsorbsiyon.*

**SOME WAYS WITH VEGETABLE AND INDUSTRIAL WASTE ACTIVATED CARBON PRODUCTION CARBONIZATION AND INVESTIGATION OF LEAD ADSORPTION EFFECT****ABSTRACT**

The purpose of this study, to investigate the ability especially of the core of palm that grows in the Arabgeography and waste rubber, which is a chemical used as raw material in the production of activated carbon. For this end, pre-treated palm kernel was separated, the resulting core parts and rubber parts, were activated with zinc chloride. The obtained activated carbon in the BET surface area and pore volume of the device were evaluated. Elemental analysis of the carbon content was also examined. Lead in the waste water retention capacity were examined by using atomic adsorption device. According to elemental analysis results, the amount of carbon in the palm kernel is 84.950 %, suitable material for producing activated carbon. The amount of active carbon obtained from the rubber waste is 31.383%. No significant amount of adsorbing was found in the adsorption experiments for lead. Because the amount of carbon is not worth to adsorb. For this reason, experimental data are not included. The results of active carbon obtained from palm kernel in adsorption experiments are taken into account.

**Keywords:** *Activated carbon, waste, carbonization, heavy metal, adsorption.*

## 1. GİRİŞ

Sanayileşme hızının ve dünya nüfusunun artması ile teknolojiadaki ilerlemeler, çevre kirlenmesini de beraberinde getirmiştir. Su kirliliği, çevre kirliliğinin önemli bir parçasını oluşturmaktadır. Su kaynaklarından büyük ölçüde yararlanılmayı sınırlayacak olan organik, inorganik, biyolojik ve radyoaktif herhangi bir maddenin suya karışarak suyun nitelik ve kalitesinde değişikliklere neden olması su kirliliği olarak tanımlanabilir. Kirlenme olgusunun su açısından önemi; suyun fiziksel, kimyasal ve biyolojik özelliklerini olumsuz yönde etkilemesi ve böylece kullanım alanlarının kısıtlanması, biyolojik yaşantıyı bozması ile bünyesinde bulundurabileceği, salgın hastalıklara yol açan mikroorganizmalardan ve kimyasal kirleticilerden kaynaklanmaktadır [1]. Ağır metallerin zehirleyici özelliklerinden dolayı ekosistemi kirletme etkileri insan sağlığımızı da tehlikeye sokmaktadır. Buna rağmen bu elementler endüstride kullanılmakta ve endüstriyel atıklardan belli bir miktar besin zincirine girmektedir. Bu nedenle kirlilik kaynaklarından oluşan atık suların ağır metal içerikleri, çevreye verilmeden önce artırılarak çeşitli su standartlarına göre izin verilen değerlerin altına düşürülmesi gerekmektedir [2]. Atık suların ağır metal gideriminde günümüzde kullanılan en yaygın yöntemler: çöktürme, iyon değişimi, kimyasal koagülasyon, elektrokimyasal işlemler ve adsorpsiyondur. Özellikle aktif karbon, sulu çözeltilerden metal iyonları gideriminde oldukça etkili bir adsorban olmasına rağmen maliyetinin yüksek olması araştırmacıları maliyeti daha düşük adsorbanlar bulmaya yöneltmiştir. Bu amaçla çalışılan adsorbanlar arasında çeşitli endüstriyel atıklar (kül, çamur, lignin, vb.) ile tarımsal atıklar (ağaç kabukları, muz, pirinç kabuğu, yer fıstığı kabuğu, çeşitli bitkilerin yaprak ve sapları, vb.) yer almaktadır [3]. Biyokütle ana bileşenleri karbonhidrat bileşenleri olan, bitkisel veya hayvansal kökenli tüm doğal maddeler biyokütle enerji kaynağı; bu kaynaklardan üretilen enerji ise "Biyokütle Enerjisi" olarak tanımlanır. Bitkilerini fotosentezi sırasında kimyasal olarak özellikle selüloz şeklinde depo edilen ve daha sonra çeşitli şekillerde kullanılabilen bu enerjinin kaynağı güneştir. Güneş enerjisinin biyokütle şeklinde depolanmış enerjiye dönüşümü insan yaşamı için esastır. Fotosentez yoluyla enerji kaynağı olan organik maddeler sentezlenirken bütün canlıların solunumu için gerekli olan oksijene atmosfere verilir [4]. Biyokütle yenilenebilir ve çevre açısından temiz bir enerji kaynağıdır. Biyokütle yakıldığında karbondioksit açığa çıkmasına rağmen biyokütle enerji kaynakları genel olarak fotosentez yoluyla atmosferdeki karbondioksiti kullanan bitkisel atıklar oluşturduğu için, çevreye karbondioksit salınımı açısından önemli bir katkı söz konusu değildir. Başka bir deyişle, biyokütle doğal karbon çevriminin bir parçasıdır. Biyokütle yakıtları ihmal edilebilecek derecede az kükürt içerdiği için yakıldıkları zaman asit yağmurlarına neden olan kükürt oksitler oluşmaz. Ayrıca biyokütlenin yakılmasıyla, kömürün yakılması sonucu elde edilen külden daha az miktarda kül elde edilir ve bu kül tarımsal amaçlar için toprakta katkı maddesi olarak kullanılabilir. Ayrıca kentsel katı atıkların enerji üretimi için değerlendirilmesi belediyelerdeki atık yönetim problemini azaltmaktadır [5]. Biyokütle hemen her yerde yetiştirilebilmesi, üretim ve çevrim teknolojilerinin iyi bilinmesi, depolanabilir olması düşük ışık şiddetlerinin yeterli olması, sosyoekonomik gelişmelerde önemli olması gibi özelliklere sahip olduğundan enerji kaynağı olarak kullanılabilir [5]. Ancak biyokütle ile biyokütleden oluşmuş fosil yakıtları fiziksel ve kimyasal olarak birbirinden oldukça farklıdır. Enerji kaynağı olarak kullanılabilen çeşitli biyokütle türlerinin, fosil yakıtlara kıyasla sahip olduğu dezavantajlar aşağıdaki şekilde sıralanabilir [6]:

1. Enerji içerikleri oldukça düşüktür.
2. Yanmayı engelleme, yanma sırasında yüksek enerji kaybı ve depolama sırasında çürüme gibi istenmeyen etkilere neden olan yüksek oranda nem içerirler.
3. Düşük yoğunluklu, fazla hacimli olduklarından taşıma, depolama ve yakma sırasında sorunlara neden olurlar.
4. Heterojen yapıya sahiptirler.

Biyokütle kaynaklarının sahip olduğu bu dezavantajları Şekil 2.1’de özetlenen çeşitli dönüşüm süreçleri ile ortadan kaldırmak olasıdır [7]. Aktif karbon geniş yüzey alanı ve özgün gözenek yapısına sahip herhangi bir yapısal formül veya kimyasal analiz ile karakterize edilemeyen karbon içeriği yüksek olan adsorblayıcı bir maddedir. [8]. 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 [9]. Aktif karbon bünyesinde 5 ile 20 oranında yararlı maddelerde bulunabilir, ancak kullanım öncesi bu tür maddelerin uzaklaştırılması gerekir. Bu işleme kül içeriğinin düşürülmesi denilmektedir ve adsorban olarak kullanımında kül içeriğinin % 0,1- 0,2 oranına getirilmesi gerekmektedir [10]. İdeal yapıdaki bir aktif karbondaki gözenekler  $0,2-1,0 \text{ cm}^3 \text{ g}^{-1}$  civarındadır. Yüzey alanı ise  $400-1000 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$  aralığında olmakla birlikte özel amaçlı üretimlerde bu değer aşılabilmektedir [11]. Gözenek boyutları ise 0,3 ile binlerce nanometre aralığında değişiklik göstermektedir. Aktif karbon, endüstriyel anlamda ilk defa 1811 yılında İngiltere’de çok az miktarda karbon içeren kemik külü ile şeker

çözeltilsinin renksizleştirilmesi işleminde kullanılmıştır. Günümüzde şeker kamışı endüstrisinde ağartma işleminde halen aktif karbon kullanılmaktadır. Bitkisel hammaddelerden renk giderici olarak kullanılan odun kömürü eldesi 1856-1863 yılları arasında İngiliz patenti olarak yayımlanmıştır [12]. Aktif karbonun molekül ve kristal yapısını anlamak için bu maddenin yüzey kimyasını anlamak gerekmektedir. Aktif karbonla, karbon siyahı arasındaki fark karbon siyahının daha küçük iç yüzey alanına sahip olmasıdır. Karbon siyahı ve aktif karbonun temel birim yapısı saf grafitin yapısına benzemektedir. Karbon siyahı, boyama amacıyla kullanılan bir çeşit renk pigmentidir. Aktif karbon yüzey alanı son derece genişletilmiş olan bir amorf karbon zinciridir. 1 gram karbonun yüzey alanı yaklaşık olarak  $300-2000 \text{ m}^2$  arasında olabilmektedir. Bu kadar az miktar katı maddenin yüzey alanındaki genişliğin sebebi gözenekli bir yapının teşekkül etmesidir [13]. Aktif karbonlar gelişigüzel istiflenmiş basit mikro kristaller içerir. Gözenek özelliklerine göre üç temel aktif karbon vardır. Bu aktif karbonlar Tablo 1’de verilmiştir.

**Tablo 1.** Gözenek özelliklerine göre aktif karbonlar [14].

	Mikro gözenek	Mezo gözenek	Makro gözenek
Çap (nm)	< 2	2-50	>50
Yüzey Alanı ( $\text{m}^2/\text{g}$ )	0,15-0,5	0,02-0,1	0,2-0,5
Gözenek hacmi ( $\text{cm}^3/\text{g}$ )	100-1000	10-100	0,5-2
Partikül yoğunluğu( $\text{g}/\text{cm}^3$ )	0,6-0,9	0,6-0,9	0,6-0,9

Tablo 2’de ise aktif karbonun buhar ve sıvı faz uygulamaları ve kullanım alanları verilmiştir.

**Tablo 2.** Aktif karbonun buhar ve sıvı faz uygulamaları ve kullanım alanları [15,16].

		<b>Aktif Karbonun Kullanım Alanları</b>
<b>Buhar Faz Uygulamaları</b>	<b>Çözücü Geri Kazanımı</b>	Süreçlerin ekonomisi ve gaz emisyonlarının kontrolü için organik çözeltilerin geri kazanımı: Asetatfiberler (aseton), eczacılık, film kaplama ve boya sanayisinde uygulamalar.
	<b>Karbondioksit Üretimi</b>	Fermentasyon işlemlerinde elde edilen karbondioksit saflaştırılması: Aminlerin, merkaptanların ve alkollerin adsorpsiyonu.
	<b>Endüstriyel Havalandırma Tehlikeli Atıkların İmhası</b>	Organik buharların adsorpsiyonu
	<b>Sigara Üretimi</b>	Evsel, kimyasal ve hastane atıklarının yüksek sıcaklıkta yakılarak imhası: Baca gazlarından ağır metallerin uzaklaştırılması.
	<b>Şartlandırma</b>	Isıtma ve havalandırma: Havaalanları ve ofisler
	<b>Kompozit Fiberler</b>	Köpük/lifli bileşenler içinde zor aktif karbonun empenyesi: Gaz maskeleri, suyun işlenmesi, ayakkabı içi koku gidericileri
	<b>Koku Gidericisi</b>	İstenmeyen kokuların giderilmesi: Filtre birimleri
	<b>Sıvı Faz Uygulamaları</b>	<b>İçilebilir Su İşlemleri</b>
<b>Alkolsüz İçecekler</b>		Proses suyu eldesi, klor ile sterilizasyon, organik bileşiklerin uzaklaştırılması ve kötü kokuların giderilmesi
	<b>Altının Geri Kazanımı</b>	Leaching işlemleri: Sodyum siyanitte çözünmüş altının geri kazanımı
	<b>Petrokimya Yeraltı Suları</b>	Yağ ve hidrokarbonların uzaklaştırılması
	<b>Endüstriyel Atık Sular</b>	Yer altı sularındaki istenmeyen maddelerin uzaklaştırılması: Kloroform, tetrakloroetilen ve trikloroetan içeren adsorplanabilir organik halojenlerin ve toplam organik halojenlerin azaltılması
	<b>Yüzme Havuzları</b>	İşlemler sırasında açığa çıkan suların çevre için uygun hale getirilmesi: Biyolojik oksijen içeriğinin, kimyasal oksijen içeriğinin toplam organik halojenlerin azaltılması ağır metallerin giderilmesi
	<b>Yarı İletkenler</b>	Kloroamin seviyesinin kontrolü
	<b>Alkoller</b>	Yüksek saflıkta su eldesi Toplam organik karbonun azaltılması
	<b>Alkoller</b>	Proses suyu eldesi: Fenol ve trihalometanların uzaklaştırılması.

Aktif karbon temelde, fosil maddeler, biyolojik kökenli maddeler ve karbon içeren endüstriyel atıklardan üretilmektedir [17]. Ancak üretim maliyetlerinin yüksek oluşu, araştırmaları alternatif hammaddelere ve üretim yöntemlerine yöneltmiştir. Son yıllarda, doğada bulunan yenilenebilir biyokütle kaynaklarının aktif karbon üretiminde kullanılması önem kazanmıştır [18]. Bouchelta ve ark. [19] hurma çekirdeğinden piroliz ve fiziksel aktivasyon ile elde ettikleri aktif karbonun karakterizasyonu üzerine çalışmışlardır. Sonuç olarak, 700 °C ve 100 cm<sup>3</sup>/dak. azot gazı ortamında piroliz işlemi ardından 6 saat süre ile su buharı aktivasyonu sonucunda yapılan çalışmalarda en yüksek (635 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>) yüzey alanını elde etmişlerdir. Aksu ve ark. [20] *Trametersversicolor* (beyaz çürük mantar) kullanarak sulu çözeltilerde Asit Mavi 161 (AB 161) giderimi üzerine pH, sıcaklık, başlangıç boya konsantrasyonu etkilerini çalışmışlardır. En uygun model olarak Freundlich modelini belirlemişler ve modeli kullanarak termodinamik sabitlerini hesaplamışlardır. En uygun adsorpsiyon koşulları olarak pH değeri 3, derişimi 500 mg L<sup>-1</sup>, sıcaklığı 45 °C ve adsorpsiyon kapasitesini 471,6 mg<sup>-1</sup> olarak belirlemişlerdir.

## 2. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

### **Kullanılan materyaller ve cihazlar:**

80 g hurma çekirdeği atığı, 80g kauçuk, % 25'lik ZnCl<sub>2</sub>, saf su, kapaklı kroze, erlen, beher, etüv, havan, kül fırını: Micrometrics Gemini VI Surface Area and Pore Size Analyzer Bet Cihazı: Micromeritics Asap 2020 Elementel Analiz Cihazı: Leco CHN628, Atomik Adsorpsiyon Perkin Elmer Analyst 400 Alevli Atomik Adsorpsiyon.

### **Yöntem:**

Bu çalışmada 80 g hurma çekirdeği kırıcıdan geçirilerek havanda dövüldü ve toz haline getirilerek elekten geçirildi. Hurma çekirdeği tozu 110 °C' de etüvde kurutuldu. Kurutma işleminden sonra kimyasal aktivasyon işlemleri için 15 gram kurutulmuş hurma çekirdeği tozu tartılarak % 25'lik ZnCl<sub>2</sub> çözeltilisine ilave edildi ve 1 saat süre ile karıştırıldı. Karışım saf su ile yıkanıp süzöldü, etüvde 1 saat kurutuldu ve kalıntı 900 °C'de 2 saat süre ile inert atmosferinde ısıtıldı. Gerekli analizlerin yapılabilmesi için üretilen aktif karbon 40 °C'de etüvde 12 saat süre ile kurutuldu. Aynı işlemler 80 g kauçuk içinde yapıldı. Yüzey alanı ve gözenek boyutunu ölçmek için BET yöntemi kullanıldı. Bu yöntem için öncelikle aktif karbonlar hassas terazide tartıldı. Tartılan numunelerden nemin giderilmesi için degaz yöntemi uygulandı. Bu yöntem için numuneler 100 °C' den 200 °C'ye kademeli olarak 3 saat içerisinde çıkarıldı. Tekrar tartım alındı ve değerler cihaza girilerek BET Metodu ile üretilen aktif karbonun yüzey alanı, gözenek hacmi ve gözenek boyutu belirlendi. Elementel analiz yapılarak karbon yüzdelere bakıldı. En son olarak atomik adsorpsiyon ile numunenin içinde bulunan kurşun miktarının ne kadar adsorplandığı hesaplandı.

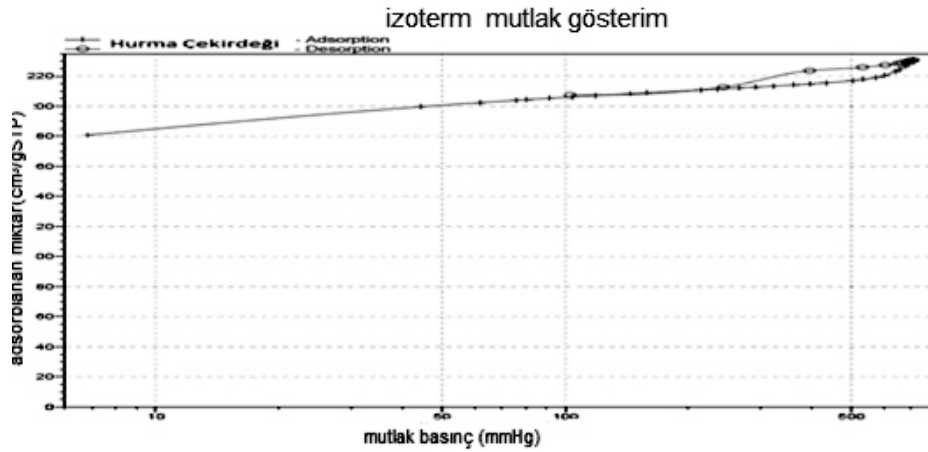
### 3. DENEY SONUÇLARI

**Tablo 3.** Bet analiz sonuçları

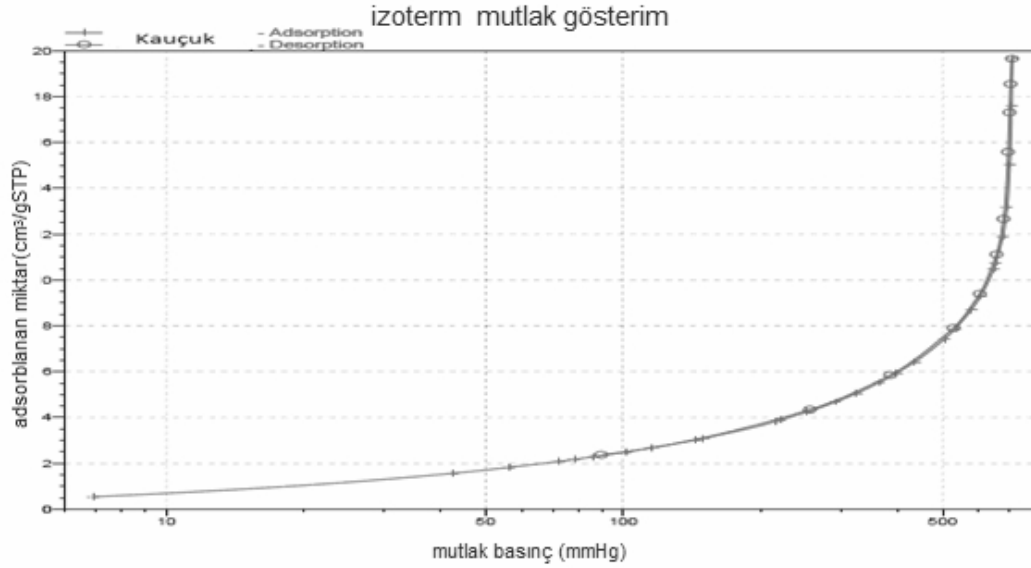
Materyal	Yüzey Alanı ( $m^2g^{-1}$ )	Tanecik Boyutu (Å)	Gözenek Hacmi ( $cm^3g^{-1}$ )	Nano partkül Boyutu (Å)
Hurma Çekirdeği	574,4441	24,8029	0,356196	104,449
Kauçuk	13.6090	80.0410	0,027232	4408,851

**Tablo 4.** Langmuir ve t-Plot analiz sonuçları

Materyal	Langmuir Yüzey Alanı ( $m^2g^{-1}$ )	t-Plot Mikro gözenek Alanı ( $m^2g^{-1}$ )
Hurma Çekirdeği	924,9002	459,8640
Kauçuk	21,4518	21,2920



**Şekil 1.** BET analizine göre hurma çekirdeği için adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi



Şekil 2. BET analizine göre kauçuk için adsorpsiyon/desorpsiyon izotermi

Bet analiz sonuçlarından, hurma çekirdeğinin yüzey alanının aktif karbon standartlarına uygun olduğu anlaşılmaktadır.

#### Elementel Analiz Sonuçları:

Tablo 5. Hurma çekirdeği için elementel analiz sonuçları

Azot	%	2,2055
Karbon	%	84,950
Hidrojen	%	1,4335

Tablo 6. Kauçuk için elementel analiz sonuçları

Azot	%	-0,08475
Karbon	%	31,383
Hidrojen	%	4,2848

Elementel analiz sonuçlarından da görüldüğü gibi aktif karbon için önemli olan yüksek orandaki karbon miktarı hurma çekirdeğinde bulunmaktadır.

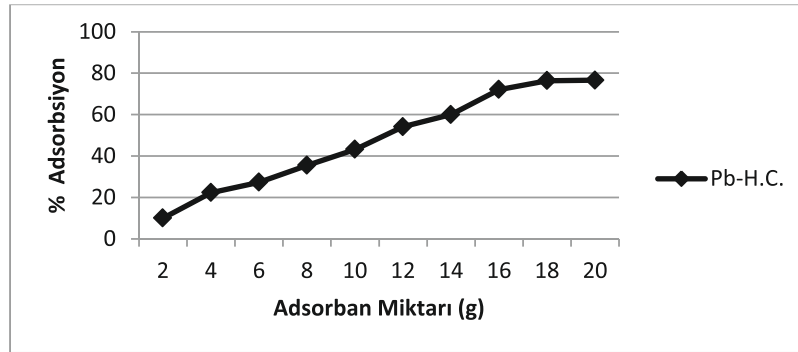
### Adsorban miktarının adsorpsiyon üzerine olan etkisinin incelenmesi:

50 mL'lik erlenlerin içerisine 0,05; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 ve 0,5 g olarak tartılan hurma çekirdeği üzerine önceden hazırlanmış olan 10 mL HF, 10 mL HCl ve 5 mL HNO<sub>3</sub> ilave edilir. Kuruluğa kadar ısıtıcıda ısıtılır. Kuruduktan sonra üzerlerine 25 mL HCl ilave edilir. Köpürme bitene kadar ısıtılır. Amaç tuzların safsızlıklarının giderilmesidir. Köpürme bitince 250 mL balon jöjelere alınarak saf su ile tamamlanır. Daha sonra atomik adsorpsiyon cihazında okumaya verilir. Atomik adsorpsiyon cihazı için Pb<sup>+2</sup> standartları 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 ppm olarak % 5 lik HCl ile hazırlanır kalibrasyon grafiği çizilerek analiz yapılır. Başlangıç Pb<sup>+2</sup> miktarı 4,40 mgL<sup>-1</sup>dir.

**Tablo 7.** Hurma çekirdeği miktarı ile Pb<sup>+2</sup> adsorpsiyonu arasındaki ilişki

Adsorban Miktarı (g)	Çözeltideki Pb <sup>+2</sup> Konsantrasyonu (mgL <sup>-1</sup> )	% Adsorpsiyon
0,05	3,40	51,81818
0,1	2,12	54,31818
0,2	2,01	57,95455
0,3	1,85	74,31818
0,4	1,13	76,59091
0,5	1,03	51,81818

Sonuçlar, adsorban miktarının artması ile beraber adsorplanan Pb<sup>+2</sup> iyonlarının da arttığını göstermektedir.



**Şekil 3.** Farklı miktarlardaki hurma çekirdeği adsorbanın Pb<sup>+2</sup> iyonu adsorpsiyonundaki etkisi

### Temas süresinin adsorpsiyon üzerine olan etkisinin incelenmesi:

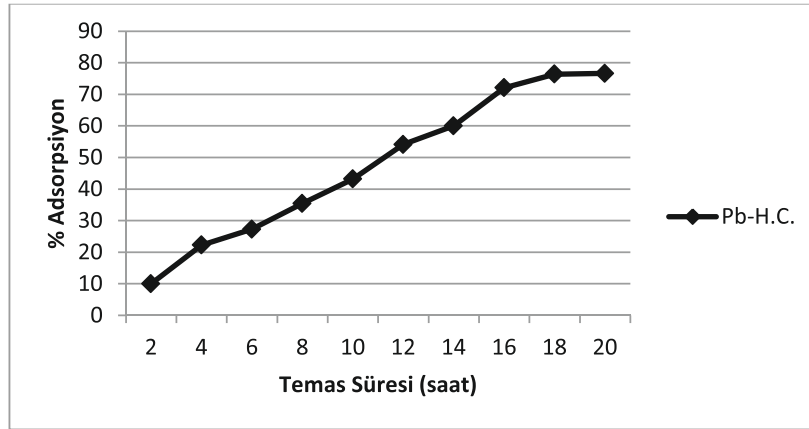
50 mL'lik erlenlerin içine 0,5 g olarak tartılan hurma çekirdeği üzerine önceden hazırlanmış olan 10 mL HF, 10 mL HCl ve 5 mL HNO<sub>3</sub> ilave edilir. Kuruluğa kadar ısıtıcıda ısıtılır. Kuruduktan sonra üzerlerine 25 mL HCl ilave edilir. Köpürme bitene kadar ısıtılır. Amaç tuzların safsızlıklarının giderilmesidir. Köpürme bitince 250 mL balon jöjelere alınarak saf su ile tamamlanır. Daha sonra atomik adsorpsiyon cihazında okumaya verilir. Atomik adsorpsiyon cihazı için Pb<sup>+2</sup> standartları 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 ppm olarak % 5 lik HCl ile hazırlanır kalibrasyon grafiği çizilerek analiz yapılır. Başlangıç Pb<sup>+2</sup> miktarı 4,40 mgL<sup>-1</sup>dir.



**Tablo 8.** Temas süresine karşı çözeltide kalan  $Pb^{+2}$  iyonu konsantrasyonu ve % adsorpsiyon değerleri

Temas Süresi (saat)	Çözeltideki $Pb^{+2}$ Konsantrasyonu(mg/L)	% Adsorpsiyon
2	3,96	10
4	3,42	22,27273
6	3,20	27,27273
8	2,84	35,45455
10	2,50	43,18182
12	2,02	54,09091
14	1,76	60
16	1,23	72,04545
18	1,04	76,36364
20	1,03	76,59091

Sonuçlar, temas süresinin artması ile beraber adsorplanan  $Pb^{+2}$  iyonlarının da arttığını göstermektedir.



Şekil 4. Temas süresinin  $Pb^{+2}$  iyonu adsorpsiyonundaki etkisi

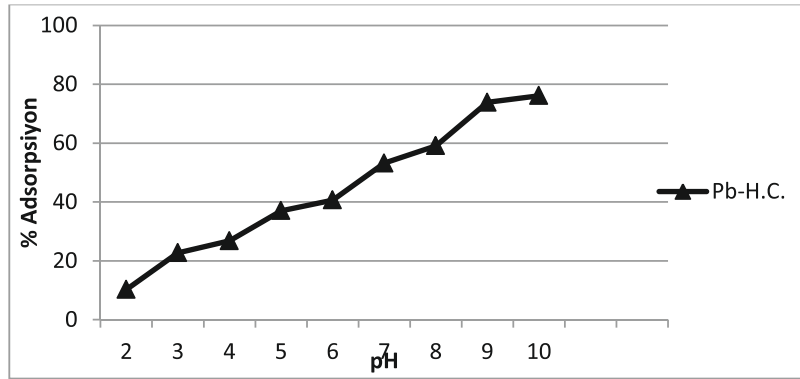
#### pH'in Adsorpsiyon üzerine olan etkisinin incelenmesi:

50 mL'lik erlenlerin içerisine pH değerleri 2-10 arasında ayarlanmış  $100 \text{ mgL}^{-1}$   $Pb^{+2}$  çözeltisi hazırlanır. 0,5 gram olarak tartılan hurma çekirdeği üzerine önceden hazırlanmış olan 10 mL HF, 10 mL HCl ve 5 mL  $HNO_3$  ilave edilir. Kuruluğa kadar ısıtıcıda ısıtılır. Kuruduktan sonra üzerlerine 25 mL HCl ilave edilir. Köpürme bitene kadar ısıtılır. Amaç tuzların safsızlıklarının giderilmesidir. Köpürme bitince 250 mL balon jöjelere alınarak saf su ile tamamlanır. Daha sonra atomik adsorpsiyon cihazında okumaya verilir. Atomik adsorpsiyon cihazı için  $Pb^{+2}$  standartları 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 ppm olarak % 5 lik HCl ile hazırlanır kalibrasyon grafiği çizilerek analiz yapılır. Başlangıç  $Pb^{+2}$  miktarı  $4,40 \text{ mgL}^{-1}$  dir.

**Tablo 9.** pH değişimi ile adsorpsiyon arasındaki ilişki

pH	Çözeltideki Pb <sup>+2</sup> Konsantrasyonu (mg L <sup>-1</sup> )	% Adsorpsiyon
2	3,95	10,22727
3	3,40	22,72727
4	3,22	26,81818
5	2,77	37,04545
6	2,61	40,68182
7	2,06	53,18182
8	1,80	59,09091
9	1,15	73,86364
10	1,05	76,13636

Sonuçlar, pH değerinin artması ile beraber adsorplanan Pb<sup>+2</sup> iyonlarının da arttığını göstermektedir.



**Şekil 5.** pH'ın Pb<sup>+2</sup> iyonu adsorpsiyonudaki etkisi

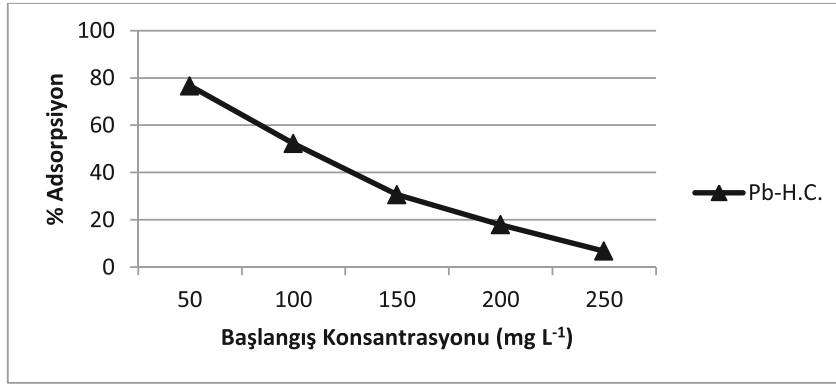
#### **Başlangıç konsantrasyonunun adsorpsiyon üzerine olan etkisi:**

Hazırlanan Zn<sup>+2</sup> stok çözeltisinden saf su ile seyreltmeler yapılarak 50, 100, 150, 200 ve 250 mgL<sup>-1</sup>'lik Pb<sup>+2</sup> çözeltileri hazırlanmıştır. 0,5 g olarak tartılan hurma çekirdeği üzerine önceden hazırlanmış olan 10 mL HF, 10 mL HCl ve 5 mL HNO<sub>3</sub> ilave edilir. Kuruluğa kadar ısıtıcıda ısıtılır. Kuruduktan sonra üzerlerine 25 mL HCl ilave edilir. Köpürme bitene kadar ısıtılır. Amaç tuzların safsızlıklarının giderilmesidir. Köpürme bitince 250 ml balon jodelere alınarak saf su ile tamamlanır. Daha sonra atomik adsorpsiyon cihazında okumaya verilir. Atomik adsorpsiyon cihazı için Pb<sup>+2</sup> standartları 2,5; 5,0; 10,0; 20,0 ppm olarak % 5 lik HCl ile hazırlanır kalibrasyon grafiği çizilerek analiz yapılır. Başlangıç Pb<sup>+2</sup> miktarı 4,40 mgL<sup>-1</sup> dir.

**Tablo 10.** Başlangıç konsantrasyonu ile Pb<sup>+2</sup> adsorpsiyonu arasındaki ilişki

Başlangıç Konsantrasyonu(mg L <sup>-1</sup> )	Çözeltideki Pb <sup>+2</sup> Konsantrasyonu (mg L <sup>-1</sup> )	% Adsorpsiyon
50	1,03	76,59091
100	2,10	52,27273
150	3,05	30,68182
200	3,61	17,95455
250	4,10	6,818182

Başlangıç konsantrasyon miktarlarının artması ile beraber adsorplanan Pb<sup>+2</sup> iyonlarında azalma gözlenmektedir.



**Şekil 6.** Başlangıç konsantrasyonunun Pb<sup>+2</sup> iyonu adsorpsiyonundaki etkisi

#### 4. SONUÇLAR

Bitkisel atık olan hurma çekirdeği ve endüstriyel atık olan kauçuktan karbonizasyon ve aktivasyon işlemleri sonucunda aktif karbonlar elde edilmiştir. Elde edilen aktif karbonların standartlarına uygunluğu BET ve elementel analiz yöntemleri ile tayin edilmiştir. Endüstride kullanılabilirliği ise atomik adsorpsiyon cihazı ile kurşun adsorpsiyonu yapılarak test edilmiştir. Bu çalışma ile ilgili genel sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

1. Biyokütle olarak seçilen hurma çekirdeği ve endüstriyel atık olan kauçuk kimyasal aktivasyon ile aktif karbonlar elde edilmiş ve bunların karakterizasyonu incelenmiştir.
2. Aktif karbon bileşim olarak % 87-97 oranlarında karbon içermekte olup geri kalan oranlarda ise hidrojen, oksijen, kükürt ve azot içerebilir. Yapılan analiz sonuçlarına göre karbon oranına en çok yaklaşan bitkisel atık hurma çekirdeği olmuştur. Aktif karbon için en önemli element karbondur. Karbon oranı ne kadar yüksek ise adsorplanan madde miktarı o kadar artar. Hurma çekirdeğinin karbon oranı % 84.950 dir. Kauçuğun karbon oranı ise %31.383 dür. Elementel analiz sonuçlarına göre hurma çekirdeği aktif karbon üretmek için uygun bir materyeldir. Kauçuk atığından elde edilen aktif karbonun, kurşun adsorpsiyon denemelerinde kayda değer bir adsorblama miktarı bulunamamıştır. Çünkü karbon miktarı adsorblama yapabilecek bir değerde değildir. Bu nedenle deneysel verilere de yer verilmemiştir. Adsorpsiyon deneylerinde hurma çekirdeğinden elde edilen aktif karbonun sonuçları dikkate alınmıştır.

3. Farklı ısıtma hızlarında gerçekleştirilen deneyler sonunda 10-20 °C/dk arasındaki ısıtma hızlarında, ürünün yüzey alanı, verim ve gözenek yapısında önemli bir değişiklik olmadığı gözlenmiştir. Isıtma hızının 5 °C/dk olduğu koşulda en yüksek yüzey alanı (574,4 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>) elde edilmiştir.
4. Yüzey alanı ise 400-1000 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup> aralığında olmakla birlikte özel amaçlı üretimlerde bu değer aşılabilmektedir. (BET analiz sonucu yüzey alanı hurma çekirdeği ve endüstriyel atık olan kauçuk için sırasıyla 574,4441 ve 13,6090 m<sup>2</sup>g<sup>-1</sup>dir. Analiz sonuçlarında hurma çekirdeğinin yüzey alanının aktif karbon standartlarına uygun olduğu anlaşılmıştır. Fakat kauçuğun yüzey alanı ticari aktif karbonun yüzey alanından çok aşağıdadır.
5. Makro gözenekler adsorpsiyon için çok önemli olmamakla birlikte, mikro gözeneklere doğru difüzyonun hızlı olması için iletici olarak gereklidirler. Makro gözenekler molekülün aktif karbon içerisine girmesini, mezo gözenekler daha iç bölgelere doğru taşınmasını sağlarken, mikro gözenekler ise adsorpsiyon olayı için kullanılırlar. BET analiz sonucu tanecik boyutu hurma çekirdeği ve endüstriyel atık olan kauçuk için sırasıyla 24.8029 ve 80.0410 Å dur. Hurma çekirdeği ve endüstriyel atık olan kauçuğun tanecik boyutu mezo gözenektir. Adsorpsiyonun yapıldığı gözenektir.
6. Kimyasal aktivasyon ile elde edilen yüksek yüzey alanlı aktif karbonun çözeltilerden kurşun metalin iadsorplama kapasitesi ve çözelti pH'ı, adsorban miktarı, çözelti başlangıç derişimi, temas süresi gibi parametrelerin adsorpsiyona etkileri incelenmiştir.
7. Çözelti adsorban miktarının etkisini incelemek amacıyla altı farklı adsorban miktarında deneyler gerçekleştirilmiş ve en yüksek kurşun adsorpsiyonu % 76,13636 olup 0,5 gram adsorban kullanıldığı zaman gerçekleştirilmiştir.
8. Çözelti pH'ının etkisini incelemek amacıyla dokuz farklı pH ortamında deneyler gerçekleştirilmiş ve en yüksek kurşun adsorpsiyonu % 76,13636 olup pH'nın 10 olduğu ortamda gerçekleştirilmiştir.
9. pH değeri 10 olduğunda ve aktif karbon miktarı 0,5 gram sabit tutulduğunda çözelti başlangıç değişiminin artırılması ile ağır metal gideriminin azaldığı saptanmıştır.
10. Adsorpsiyon süresinin adsorpsiyona etkisinin incelenmesi ve adsorpsiyonda dengeye ulaşma süresinin belirlenmesi amacıyla pH değeri (5), aktif karbon miktarı (0,5 g) ve çözelti derişimi (4,40 ppm Pb<sup>+2</sup>) sabit tutularak gerçekleştirilmiştir. Adsorpsiyon süresi 18 saate çıkarıldığında adsorpsiyonun dengeye ulaştığı görülmüştür.

## 5. ÖNERİLER

1. Aktif karbon üretimi için gerçekleştirilen kimyasal aktivasyon işleminde ZnCl<sub>2</sub> dışında diğer aktive edici kimyasallar kullanılabilir ve farklı aktivasyon koşulları denenerek elde edilen aktif karbonların fiziksel ve kimyasal özellikleri karşılaştırılabilir.
2. Elde edilen aktif karbonların farklı ağır metalleri ve organik maddeleri adsorplama özellikleri, farklı koşulların adsorpsiyon kapasitesi üzerine etkisi araştırılabilir.
3. Kül fırınındaki karbonizasyon işleminin süresi uzatılabilir.
4. Isıtma hızının etkisi farklı sıcaklıklar ve gaz debileri için ayrıca incelenebilir.
5. Yıkama işlemi sonucundaki çözelti çinko klorür, organik olası yapılar vb. incelenebilir ve farklı ortam koşullarındaki aktivasyon ile olası yapısal değişimler aydınlatılmaya çalışılabilir.
6. Yüksek sıcaklıklarda meydana gelen gözenek daralması ile ilgili daha ayrıntılı çalışmalar gerçekleştirilebilir ve olası gözenek daralma nedenleri ortaya çıkarılabilir.
7. Aktivasyon işleminde uygulanan süre etkisi, gözenek yapı gelişiminin sıcaklık ile değışmesi nedeniyle, aktivasyon işleminde uygulanan sıcaklık ile değişim göstereceğinden, bu etkilerin farklı aktivasyon sıcaklıkları için de uygulanması önerilmektedir. Ayrıca süre etkisini daha belirgin bir hale getirmek için, başlangıçtan itibaren daha düşük zaman aralıkları için gerçekleştirilmesi, gözenek gelişiminin başlangıçtan itibaren hangi gözenek ağırlıklı geliştiğini ortaya çıkaracak olması nedeniyle büyük önem arz edecektir.

### KAYNAKÇA

- [1] B. Taşkaya, Çevre ve Çevre Sorunları, *TEAE-Bakış*, 5, 1-8, (2004).
- [2] C. D. Adriano, Trace Elements in Terrestrial Environments Biogeochemistry, Bioavailability, and Risks of Metals, Verlag Berlin Heidelberg, New York, (2001).
- [3] H. Kumbur, H. D. Özsoy, Z. Özer, H. Demiray, ve O. Misci, Pamuk Kozasının Adsorbent Olarak Kullanımı ile Sulu Çözeltilerden Cu(II) İyonlarının Gideriminin Araştırılması, 6. *Ulusal Çevre Mühendisliği Kongresi*, İTÜ, İstanbul, 24-26 Kasım, S. 308-313, (2005).
- [4] S. Türe, Biyokütle Enerjisi, TÜbitak Matbaası, Ankara, (2001).
- [5] A. Demirbaş, Biomass Resource Facilitated and Biomass Conversion Processing for Fuels and Chemicals, Energy Conversion and Management, 42, 1357-1378, (2001).
- [6] L. P. White and L. Plaskett, Biomass as Fuel, Academic Press, London, (1981).
- [7] D. L. Klass, Biomass for Renewable Energy, Fuels and Chemicals, Academic Press, London, (1998).
- [8] H. Marsh, Porosity in carbons in Foundation Course Lectures, pp,1-20, United Kingdom, (2002).
- [9] W. M. Thcoboglanous, "Waste water Engineering Treatment-Disposal-Reuse" 3rd. Ed. McGraw-Hill Int., USA, (1991).
- [10] J. Choma, M. Jaroniec, "Materials Chem. Phys. 18, 409, (1987).
- [11] I. Morgan, C. E. Fink, "Activated Carbon Production", Chem. Ind. Eng. 2, 219, (1989).
- [12] W. Gerhartz, Ullmann's Encyclopedia Of Industrial Chemistry, A5., 124-140, VCH, Germany, (1986).
- [13] H. Gülensoy, A. Şengil, "Aktif Karbon ve Üretimi", Sakarya Devlet Mühendis ve Mimarlık Akademisi Dergisi, Sayı: MMA-11, 77-90, SAKARYA, (1981).
- [14] Y. Dermanlı, Gıda Fabrikasyon Atıklarından Aktif Karbon Üretimi ve Soya Yağını Ağartma Performansının İncelenmesi", Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, (2009).
- [15] İ. Orbak, Tunçbilek Linyitinde Kimyasal Aktivasyon Yöntemiyle Aktif Karbon Üretimi, Yüksek Lisans Tezi, İTÜ Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul, (2002).
- [16] R. C. Bansal, J. B. Donnan, F. Stoeckli, Activated Carbon, Marcel Dekker, Inc. New York, (1988).
- [17] Ç. S. Özdemir ve Y. Önal, "Tekstil atığında kimyasal aktivasyon ile aktif karbon eldesi", 8. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi Bildiri Özetleri Kitabı, İnönü Üniversitesi Malatya, 247, (2008).
- [18] İ. I. Gürten, M. Ozmak, E. Yağmur ve Z. Aktaş, "Kullanılmış çaydan K<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> aktivasyonu ile aktif karbon üretimi ve karakterizasyonu", 8. Ulusal Kimya Mühendisliği Kongresi Bildiri Özetleri Kitabı, İnönü Üniversitesi Malatya, 168, (2008).
- [19] C. Bouchelta, M. S. Medjram, O. Bertrand, ve J. P. Bellat, "Preparation and characterization of activated carbon from date Stones by physical activation with steam", J. Anal. Appl. Pyrolysis, 82, 70-77, (2008).
- [20] Z. Aksu, A. İ. Tatlı, ve Ö. Tunç, "A comparative adsorption/biosorption study of Acid Blue 161: Effect of temperature on equilibrium and kinetic parameters", Chemical Engineering Journal, 142, 28-39, (2008).

