

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

**ENDÜSTRİYEL TEKSTİL ATIKLARINDAN
KİMYASAL VE FİZİKSEL AKTİVASYON YÖNTEMLERİ İLE AKTİF
KARBON ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Dilek ŞARAPNAL

UYGULAMALI BİLİMLER VE TEKNOLOJİ ANABİLİM DALI

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Yunus ÖNAL

Ocak 2026

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

**ENDÜSTRİYEL TEKSTİL ATIKLARINDAN
KİMYASAL VE FİZİKSEL AKTİVASYON YÖNTEMLERİ İLE AKTİF
KARBON ÜRETİMİ VE
KARAKTERİZASYONU**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

**Dilek ŞARAPNAL
(36223631012)**

UYGULAMALI BİLİMLER VE TEKNOLOJİ ANABİLİM DALI

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Yunus ÖNAL

Ocak 2026

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ

Bu tez çalışmasının her aşamasında yardım, öneri, bilgi, tecrübe ve desteklerini esirgemedi beni her konuda yönlendiren ve manevi desteğini de her zaman hissettiğim danışman hocam Sayın Doç. Dr. Yunus ÖNAL'a,

Çalışmalarında ayrıca tüm hayatım boyunca olduğu gibi bu çalışmalarım süresince de benden her türlü desteklerini esirgemeyen ve beni bugünlere getiren değerli aileme ve kardeşim Öznur YOL'a,

Tezimin hazırlanma aşamasında desteklerini esirgemeyen Öğr. Gör. Dr. Tuğba UTKU hanıma,

Tezin uygulama aşamasında vermiş oldukları maddi ve manevi destekten dolayı, İnönü Üniversitesi BAP birimine

teşekkür ederim.

ONUR SÖZÜ

Yüksek lisans tezi olarak sunduğum “Endüstriyel tekstil atıklarından kimyasal ve fiziksel aktivasyon yöntemleri ile aktif karbon üretimi ve karakterizasyonu” başlıklı bu çalışmanın bilimsel ahlak ve geleneklere aykırı düşecek bir yardıma başvurmaksızın tarafımdan yazıldığına ve yararlandığım bütün kaynakların hem metin içinde hem de kaynakçada yöntemine uygun biçimde gösterilenlerden oluştuğunu belirtir, bunu onurumla doğrularım.

Dilek ŞARAPNAL



İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR VE ÖNSÖZ	i
ONUR SÖZÜ	ii
İÇİNDEKİLER	iii
ÇİZELGELER DİZİNİ	v
ŞEKİLLER DİZİNİ	vi
SEMBOLLER VE KISALTMALAR.....	viii
ÖZET	ix
ABSTRACT.....	xi
1.GİRİŞ	xii
2.KURAMSAL TEMELLER	3
2.1.Aktif Karbon Tarihçesi	3
2.2.Aktif Karbon	5
2.2.1.Molekül ve kristal yapı	6
2.3.Aktif Karbonun Temel Özellikleri	8
2.3.1.Aktif karbondaki gözeneklerin şekilleri ve boyutları	8
2.4.Aktif Karbon Üretim Yöntemleri	9
2.4.1.Aktivasyon	11
2.4.1.1.Fiziksel aktivasyon.....	12
2.4.1.2.Kimyasal aktivasyon.....	14
2.5.Aktif Karbonun Sınıflandırılması.....	16
2.5.1.Toz aktif karbon (PAC)	17
2.5.2.Granüler aktif karbon (GAC)	17
2.5.3.Ekstrüde aktif karbon (EAC).....	17
2.5.4.Boncuk aktif karbon (BAC)	17
2.5.5.İmpregne edilmiş aktif karbon	18
2.5.6.Polimer kaplanmış aktif karbon	18
2.5.7.Woven karbon	18
2.6.Aktif Karbonun Kullanım Alanları.....	19
2.6.1.Buhar faz uygulamaları.....	21
2.6.2.Sıvı faz uygulamaları	22
3.MATERYAL VE YÖNTEM.....	29
3.1.Materyal	29
3.1.1.Kullanılan hammadde	29
3.1.2.Kimyasal maddeler	29
3.1.3.Cihazlar	29
3.2. Yöntem.....	30
3.2.1.Aktif karbon sentezleri.....	30
3.2.2.Verim hesapları	31
3.2.3.Aktif karbonların kül analizleri	32
3.2.4.Aktif karbon analizleri	32
4. ARAŞTIRMA VE BULGULAR.....	33
4.1.Hammadde Analizleri	33
4.2.Karbonize işlemi.....	37
4.2.1.Siyah iplik üstüğü atıklarından elde edilen karbonize katı (CD5) analiz ve sonuçları.....	37
4.2.2.Parça denim hambez atıklarından elde edilen karbonize katı (CD17) analiz ve sonuçları	39

4.2.3.Haşılı çözü üstü denim atıklarından elde edilen karbonize katı (CD25) analiz ve sonuçları	41
4.3.Karbonize Katıdan Aktif Karbon eldesi	42
4.3.1.KOH aktivasyonu ile karbonize katıdan sentezlenen aktif karbonların FT-IR analizleri	53
4.3.2.KOH aktivasyonu ile karbonize katıdan sentezlenen aktif karbonların elementel analizleri	54
4.3.3.Karbonize tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri	56
4.3.3.1.Karbonize tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri	56
4.3.3.2.Karbonize tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların azot izoterm grafikleri	56
4.4.Ham Tekstil Atıklardan Kimyasal Aktivasyon ile Aktif Karbon Eldesi ...	60
4.4.1.KOH aktivasyonu ile ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların FT-IR analizleri.....	70
4.4.2.KOH aktivasyonu ile ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların elementel analizleri	71
4.4.3.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri	73
4.4.3.1.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri	74
4.4.3.2.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların azot izoterm grafikleri	76
4.5.Ham Tekstil Atıklardan Fiziksel Aktivasyon ile Aktif Karbon Eldesi	78
4.5.1.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların FT-IR analizleri.....	82
4.5.2.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların elementel analizleri	83
4.5.3.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri	83
4.5.4.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri	84
4.5.5.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların azot izoterm grafikleri	84
4.5.6.Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların verimleri	85
KAYNAKLAR.....	89
ÖZGEÇMİŞ.....	94

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1 : Adsorpsiyon biliminin erken deneysel çağının kronolojisi	3
Çizelge 2.2 : Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri	10
Çizelge 2.3 : Kimyasal aktivasyonda kullanılan kimyasallar	14
Çizelge 2.4 : Aktif karbon üretilmesinde kullanılan başlıca hammaddeler	20
Çizelge 2.5 : Aktif karbonun buhar faz uygulamaları	22
Çizelge 2.6 : Aktif karbonun sıvı faz uygulamaları	23
Çizelge 3.1 : Kullanılan kimyasal maddeler	29
Çizelge 3.2 : Cihazlar ve kullanım amaçları	30
Çizelge 4.1 : Hammadde elementel analiz bulguları.....	36
Çizelge 4.2 : Hammaddeye ait kül analizleri	36
Çizelge 4.3 : Karbonize tekstil katısı ve toplam yanabilen değerler	37
Çizelge 4.4 : Karbonize katıdan AK eldesine ait deneysel koşullar ve elde edilen aktif karbonlara ait kül değerleri.	43
Çizelge 4.5 : Karbonize katıdan KOH aktivasyonu ile üretilen aktif karbonların elementel analizleri	54
Çizelge 4.6 : KOH ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları	56
Çizelge 4.7 : Ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonlara ait kül değerleri.	62
Çizelge 4.8 : Ham tekstil atıklarından KOH aktivasyonu ile üretilen aktif karbonların elementel analizleri:	72
Çizelge 4.9 : KOH ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları	74
Çizelge 4.10 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların elementel analizleri ...	83
Çizelge 4.11 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların yüzey alanları.....	83
Çizelge 4.12 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların verimleri	85

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 : Grafit yapısı	6
Şekil 2.2 : Isıtma sırasında karbondaki oluşan yapısal değişiklik modeli	7
Şekil 2.3 : Aktif karbonun gözenek yapısı	8
Şekil 2.4 : Aktif karbonun gözenek boyutları	9
Şekil 2.5 : Aktif karbonun üretim şeması	11
Şekil 2.6 : Aktif karbonun fiziksel ve kimyasal üretim prosesinin şeması	16
Şekil 2.7 : Aktif Karbon üretiminde kullanılan tekstil atık türlerini sınıflandırma şeması	21
Şekil 3.1 : SUI, PBD ve HÜD maddelerine ait görüntüler	21
Şekil 3.2 : Karbonizasyon ve aktivasyon işleminin yapıldığı deney düzeneği	31
Şekil 3.3 : Karbonizasyon işleminde kullanılan üç zonlu fırın	31
Şekil 4.1 : Siyah iplik üstüğü (SUI) FT-IR spektrumları	33
Şekil 4.2 : Siyah iplik üstüğü (SUI) SEM görüntüleri	33
Şekil 4.3 : Parça bez denim (PBD) atıkları FT-IR spektrumları	34
Şekil 4.4 : Parça bez denim (PBD) atıkları SEM görüntüleri	34
Şekil 4.5 : Haşılı çözümlü üstüğü denim (HÜD) atıkları FT-IR spektrumları	35
Şekil 4.6 : Haşılı çözümlü üstüğü denim (HÜD) atıkları SEM görüntüleri	35
Şekil 4.7 : Siyah İplik üstüğü karbonize katı ürününün (CD5) farklı FT-IR spektrumları	38
Şekil 4.8 : CD5 karbonize katı numunesine ait SEM Görüntüleri	38
Şekil 4.9 : CD5 karbonize katı numunesine ait XRD grafiği	39
Şekil 4.10 : Parça bez denim karbonize katı ürününün (CD17) farklı FT-IR spektrumları	39
Şekil 4.11 : Parça bez denim karbonize katı ürününün (CD17) ait SEM Görüntüleri	40
Şekil 4.12 : CD17 karbonize katı numunesine ait XRD grafiği	40
Şekil 4.13 : Haşılı çözümlü üstüğü denim karbonize katı ürününün (CD25) farklı FT-IR spektrumları	41
Şekil 4.14 : CD25 karbonize katı numunesine ait SEM görüntüleri	41
Şekil 4.15 : CD25 karbonize katı numunesine ait XRD grafiği	42
Şekil 4.16 : (a) CD5K1 (b) CD5K2 (c) CD5K3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	45
Şekil 4.17 : (a) CD5K1 (b) CD5K2 (c) CD5K3 aktif karbonlarının XRD spektrumu	46
Şekil 4.18 : (a) CD17K1 (b) CD17K2 (c) CD17K3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	47
Şekil 4.19 : (a) CD17K1 (b) CD17K2 (c) CD17K3 aktif karbonlarının XRD spektrumu	49
Şekil 4.20 : (a) CD25K1 (b) CD25K2, (c) CD25K3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	50
Şekil 4.21 : (a) CD25K1 (b) CD25K2 (c) CD25K3 aktif karbonlarının XRD spektrumu	53
Şekil 4.22 : Karbonize tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD5K3, CD17K1, CD17K2, CD17K3, CD25K1, CD25K2, CD25K3) aktif karbonların FT-IR spektrumları	53
Şekil 4.23 : Karbonize maddelerin 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD17K1, CD17K2, CD25K1) aktif karbonların por dağılımları	58
Şekil 4.24 : Karbonize tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD5K3, CD17K1, CD17K2, CD25K1, CD25K2) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermi	59
Şekil 4.25 : (a) CD5H1 (b) CD5H2 (c) CD5H3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	62
Şekil 4.26 : (a) CD5H1 (b) CD5H2 (c) CD5H3 aktif karbonlarının XRD spektrumu	64
Şekil 4.27 : (a) CD17H1 (b) CD17H2 (c) CD17H3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	65
Şekil 4.28 : (a) CD17H1 (b) CD17H2 (c) CD17H3 aktif karbonlarının XRD spektrumu	67
Şekil 4.29 : (a) CD25H1 (b) CD25H2 (c) CD25H3 aktif karbonlarının SEM görüntüleri	68

Şekil 4.30 :	(a) CD25H1 (b) CD25H2 (c) CD25H3 aktif karbonlarının XRD spektrumu ..	70
Şekil 4.31 :	Ham tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD5H3, CD17H1, CD17H2, CD17H3, CD25H1, CD25H2, CD25H3) aktif karbonların FT-IR spektrumları	71
Şekil 4.32 :	Ham maddelerin 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD17H1, CD17H2, CD25H1, CD25H2, CD25H3) aktif karbonların por dağılımları	76
Şekil 4.33 :	Ham tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD5H3, CD17H1, CD17H2, CD17H3, CD25H1, CD25H2, CD25H3) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermeleri	77
Şekil 4.34 :	(a) PBD, (b) SUI, (c)PDFA, (d) SUIFA numunelerine ait SEM görüntüleri...	80
Şekil 4.35 :	(a) PDFA, (b) SUIFA aktif karbonunun XRD spektrumu	81
Şekil 4.36 :	(a) PBDFA, (b) SUIFA örneklerinden fiziksel aktivasyon ile elde edilen ürünün farklı FT-IR spektrumları.....	82
Şekil 4.37 :	Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen (PBDFA ve SUIFA) aktif karbonların por dağılımları	84
Şekil 4.38 :	Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyonu ile elde edilen (PBDFA ve SUIFA) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermeleri	85

SEMBOLLER VE KISALTMALAR

BET	: Branauer-Emmett-Teller
FT-IR	: Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrometresi
XRD	: X ışınları spektroskopisi
SEM	: Taramalı Elektron Mikroskopisi
a.u.	: Göreceli Birim
t	: Zaman
°C	: Santigrat derece
cm⁻¹	: Dalga boyu
ml	: Mililitre
KOH	: Potasyum hidroksit
N₂	: Azot gazı
CO₂	: Karbondioksit
Å	: Angstrom
IUPAC	: Uluslararası Temel ve Uygulamalı Kimya Birliği
g	: Gram
ppm	: Milyonda bir parça

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

ÇALIK DENİM TEKSTİL ATIKLARINDAN KİMYASAL VE FİZİKSEL AKTİVASYON YÖNTEMLERİ İLE AKTİF KARBON ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

DİLEK ŞARAPNAL

İnönü Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Uygulamalı Bilimler Ve Teknoloji Anabilim Dalı

95+xii sayfa

2026

Danışman: Doç. Dr. Yunus Önal

Bu çalışmanın amacı kimyasal ve fiziksel aktivasyon yolu ile üç farklı tekstil atığından aktif karbon eldesidir. Ham tekstil atıkları ve bu atıkların 500°C sıcaklıkta karbonize edilerek KOH kullanılarak kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon elde edilmesi ve elde edilen aktif karbonların karakterizasyonlarının yapılması ve ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon yöntemi ile aktif karbon elde edilmesi ve elde edilen aktif karbonların karakterizasyonlarının yapılması amaçlanmıştır.

Bu çalışmada kullanılan tekstil atıkları denim kumaş üretim prosesleri esnasında ortaya çıkan siyah iplik üstüğü (%80 Pamuk %20 Pes), parça denim ham bez (%98,5 Pamuk %1,5 Elastan) ve Haşılı çözgü üstüğü (%100 Pamuk) olup karbonize işlemi uygulanarak ve karbonize işlemi uygulanmadan ham olarak kullanılmıştır.

Karbonize işlemi için tekstil atıkları önce 500°C sıcaklıkta azot gaz akış hızı 100 ml/dak alınmış olup ısıtma hızı 10°C /dak. ve maksimum sıcaklıkta 1 saat süre ile karbonizasyon işlemi gerçekleştirilmiştir.

500°C’de karbonize edilmiş tekstil atıkları ve ham olarak alınan tekstil atıkları KOH ile ağırlıkça 1:1, 1:2 ve 1:3 olacak şekilde (1 birim karbonize malzeme, 3 birim KOH) saf su ile impregnasyon yapılarak etüvde kurutulmuş ve silindirik fırında 800°C maksimum sıcaklıkta sıcaklıkta 10°C/dakika ısıtma hızında, 100 ml/dakika azot akış hızında 1 saat süre ile aktivasyon işlemi yapılmıştır. Karbonize edilen ürünlerin kimyasal aktivasyon işlemi sonucunda en yüksek yüzey alanı 1.826,98 m²/g yüzey alanı ile 1:2 oranında KOH ile

muamele edilmiş olan CD17K2 (parça bez denim) ürününde, ham tekstil atıklarına aktivasyon işlemi sonucunda en yüksek yüzey alanı 1.181,21 m²/g ile 1:1 oranında KOH ile muamele edilmiş olan CD17H1 (Parça bez denim) ürününde tespit edilmiştir.

Fiziksel aktivasyon işleminde ham tekstil atıkları olan parça bez denim ve siyah iplik üstüğü numunelerinden (PBD ve SUI); 10 °C/dk ısıtma hızında 600 °C maksimum sıcaklıkta 1 saat süresince tutulmuş akabinde 10 °C /dk ısıtma hızında 950 °C maksimum sıcaklıkta 30 dakika süresince 900 °C 'de su buharı verilmeye başlanarak muamele edilmiştir. Fiziksel aktivasyon yolu ile elde edilen aktif karbonların en düşük yüzey alanı 574,26 m²/g SUIFA (siyah iplik üstüğü) iken, en yüksek yüzey alanı ise 656,02 m²/g PBDFA (parça bez denim) olarak bulunmuştur.

Karbonize edilmiş tekstil atıkları ve ham tekstil atıklarından elde edilen aktif Karbonların fizikokimyasal karakteristikleri x-ray difraksiyon (XRD), taramalı mikroskopu (SEM), Bruneur – Emmet – Teller (BET), elementel analiz ve Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi (FT-IR) analizleri kullanılarak çalışıldı.

Anahtar Kelimeler: Aktif Karbon, Tekstil Atıkları, Kimyasal Aktivasyon, Fiziksel Aktivasyon

ABSTRACT

Master Thesis

PRODUCTION AND CHARACTERIZATION OF ACTIVATED CARBON FROM ÇALIK DENİM TEXTILE WASTES USING CHEMICAL AND PHYSICAL ACTIVATION METHODS

Dilek ŞARAPNAL

Inonu University
Institute of Science
Department of Applied Sciences and Technology
95+xii pages

2026

Supervisor: Doç. Dr. Yunus ÖNAL

The aim of this study is to produce activated carbon from three different textile wastes through chemical and physical activation methods. Activated carbon was obtained from raw textile wastes and from these wastes after carbonization at 500 °C using KOH as the chemical activating agent, and the characterization of the resulting activated carbons was carried out. In addition, activated carbon was produced from raw textile wastes by the physical activation method, and the characterization of the obtained activated carbons was performed.

The textile wastes used in this study consist of black yarn waste generated during denim fabric production processes (80% cotton, 20% polyester), denim fabric waste (98.5% cotton, 1.5% elastane), and sized warp yarn waste (100% cotton). These wastes were used both in their raw form and after applying a carbonization process.

For the carbonization process, the textile wastes were heated to 500 °C at a heating rate of 10 °C/min under a nitrogen gas flow rate of 100 mL/min, and carbonization was carried out by holding the maximum temperature for 1 hour.

Textile wastes carbonized at 500 °C and raw textile wastes were impregnated with KOH at weight ratios of 1:1, 1:2, and 1:3 (1 part carbonized material to 3 parts KOH) using distilled water. After impregnation, the samples were dried in an oven and then activated in a cylindrical furnace at a maximum temperature of 800 °C with a heating rate of 10 °C/min under a nitrogen flow rate of 100 mL/min for 1 hour. As a result of the chemical activation of carbonized products, the highest surface area (1826.98 m²/g) was obtained for the

CD17K2 (denim fabric waste) sample treated with KOH at a 1:2 ratio. For the raw textile wastes, the highest surface area ($1181.21 \text{ m}^2/\text{g}$) was determined for the CD17H1 (denim fabric waste) sample treated with KOH at a 1:1 ratio.

In the physical activation process, raw textile waste samples consisting of denim fabric waste and black yarn waste (PBD and SUI) were heated at a rate of $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ to a maximum temperature of $600 \text{ }^\circ\text{C}$ and held for 1 hour. Subsequently, the temperature was increased to $950 \text{ }^\circ\text{C}$ at a heating rate of $10 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ and maintained for 30 minutes, during which steam was introduced at $900 \text{ }^\circ\text{C}$. Among the activated carbons obtained by physical activation, the lowest surface area was found to be $574.26 \text{ m}^2/\text{g}$ for SUIFA (black yarn waste), while the highest surface area was $656.02 \text{ m}^2/\text{g}$ for PBDFA (denim fabric waste).

The physicochemical characteristics of the activated carbons obtained from carbonized and raw textile wastes were investigated using X-ray diffraction (XRD), scanning electron microscopy (SEM), Brunauer–Emmett–Teller (BET) surface area analysis, elemental analysis, and Fourier transform infrared spectroscopy (FT-IR).

Keywords: Activated Carbon, Textile Waste, Chemical Activation, Physical Activation

1.GİRİŞ

Sürdürülebilirlik kavramı günümüzün en kritik konularının arasında yer almaktadır. Çevresel boyutunun yanısıra toplumsal boyutu ile de önem arz etmektedir. Kullanmış olduğumuz üretim sistemleri ve yaşam tarzımız içerisinde yaşamakta olduğumuz gezegenin kaynaklarını tükenme noktasına getirmektedir ve gelecek nesiller için ciddi riskler oluşturmaktadır. Bu nedenle doğayla uyumlu, döngüsel ekonomiye destek verecek, atık üretimini en aza indirecek, yerel üretimleri teşvik edecek modellere geçmek sürdürülebilirlik adına önemli kazanımlar sağlayacaktır.

Tekstil endüstrisi de sürdürülebilirlik açısından ilerleme kaydedilmesi gereken alanlardan birisidir. Tekstil endüstrisinde su tüketimi, kimyasal kullanımı, enerji kullanımı ve atık üretimi gibi aksiyon alınması gereken pek çok başlık yer almaktadır. Özellikle modanın hızlı bir şekilde değişmesi ve tüketicilerin bu modaaya ayak uydurması nedeni ile çevreye verilen zararın yanı sıra doğal kaynakların tükenmesi ve atık miktarının artmasına sebebiyet vermektedir. Organik pamuk kullanımı, geri dönüştürülmüş malzemeler, su ve enerji tasarruflarını içeren üretim süreçleri, etik iş gücü uygulamaları gibi yaklaşımlar endüstride olumlu değişimler yaratmaktadır.

Tekstil atıklarının değerlendirilmesi mekanik geri dönüşüm, kimyasal geri dönüşüm, yeniden kullanım, Upcycling, geri dönüştürülemeyen tekstil atıklarının yakılarak enerji kazanılması, kompostlama gibi yöntemlerle sağlanmaktadır. Upcycling olarak tekstil atıklarının değerlendirilmesi atıkların yüksek katma değerli bir ürüne dönüşmesi sebebi ile önem arz etmektedir. Atıkların aktif karbona dönüştürülmesi de upcycling kapsamına girmektedir. Aktif karbon yüksek yüzey alanına sahip, gözenekli yapıda bir karbon türüdür. Karbon içeren hammaddelerin (odun, selüloz, kabuklar, tekstil atıkları, kömür) yüksek sıcaklıkta karbonlaştırılması ve sonrasında gözenekli hale getirilmesi ile elde edilmektedir. Filtrasyon ve arıtma sistemleri, altın ve metallerin ayrıştırılması, gaz saflaştırma, solvent geri kazanımı, sağlık ve gıda endüstriisi gibi pek çok alanda kullanım alanı mevcuttur. Bu çalışmada tekstil atıkları hammadde olarak kullanılarak fiziksel ve kimyasal aktivasyon yolu ile aktif karbon üretimi yapılmıştır. Tekstil atıklarından aktif karbon elde edilmesi ile atıklar değerlendirilerek atık yönetimine önemli oranda katkı sağlanmış olacaktır. Elde edilen aktif karbonların kristal yapısı X-Işını Difraksiyon (XRD) analizi, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektrofotometre (FT-IR) analizleri, yapısal özellikleri Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve yüzey alanı ve gözenek yapısı Brunauer Emmett Teller (BET) analizi ile yapılmıştır. Yapılan çalışmada farklı özellikteki tekstil atıkları kimyasal yöntemle KOH

kullanarak karbonize ve hamdan aktif karbon elde edilmesinin yanısıra fiziksel aktivasyon yolu ile de aktif karbon eldesi gerçekleştirilmiştir.



2.KURAMSAL TEMELLER

2.1.Aktif Karbon Tarihçesi

Aktif karbon milattan önceki dönemlerden itibaren kullanılmaktadır. M.Ö. 3750 yıllarında Mısırlılar ve Sümerler bronz üretimi sırasında ağaç kömürünü kullandıkları, M.Ö. 1550 yıllarında ise odun kömürünü tıp alanında kullandıklarına dair önce Mısır papirüslerinde sonra da Pliny ve Hipokrates'e ait kayıtlarda bilgilere rastlanmıştır. (Patrick, 1995) [1].

Çizelge 2.1: Adsorpsiyon biliminin erken deneysel çağının kronolojisi. [2]

Tarih	Keşfedenler	Önem
MÖ 3750	Mısırlılar ve Sümerliler	Bakır, çinko ve kalay cevherlerinin bronz yapımı için kömür kullanımı.
MÖ 1550	Mısırlılar	Putrefaktif yaralardan ve bağırsaktan kötü kokulu buharları emmek için kömürün tıbbi amaçlarla kullanımı.
MÖ 460	Hipokrat ve Pliny	Epilepsi, kloroz ve şarbon gibi çeşitli hastalıkların tedavisinde kömürün kullanımı.
MÖ 460	Fenikeliler	İçme suyunun arıtılmasında kömür filtrelerinin ilk kaydedilen kullanımı.
MS 157	Claudius Galen	Bitkisel ve hayvansal kökenli karbona, çeşitli şikayetleri tedavi etmek için kullanımı.
1773	Scheele	Kömürün gazları almasıyla ilgili bazı deneyler raporlama.
1777	Fontana ve kil grupları	Farklı kaynaklardan elde edilen kilin gaz emme özellikleri üzerine rapor.
1786	Lowitz	Organik safsızlıkların alımı sonucu tartarik asit çözeltilerinin renk değişimi için kömür kullanımı.

1788	Lowitz	Organik safsızlıkların alımı sonucu tartarik asit çözeltilerinin renk değişimi için kömür kullanımı.
1793	Kehl	Gangrenöz ülserlerden kötü kokuların giderilmesinde kömürün faydalarını tartışma ve şekerin renk giderilmesinde hayvansal kömürlerin kullanımı.
1794	İngiltere	Şeker endüstrisinde şeker şuruplarının dekolorize edilmesinde kömür kullanımı.
1814	De Saussure	Deniz köpüğü, mantar, kömür ve asbest gibi gözenekli maddelerin çeşitli gazları adsorbe etme üzerine sistematik çalışmalar başlattı. Adsorpsiyon işleminin ekzotermik doğasını keşfetti.
1881	Kayser	‘Adsorpsiyon’, ‘izoterm’ veya ‘izoterm eğrisi’ terimlerini tanıttı; ayrıca monomoleküler adsorpsiyon teorisinin temelini oluşturan bazı teorik kavramlar geliştirdi.
1879-1883	Chapuis	Çeşitli karbonların sıvılarla ıslanması sırasında ısı üretiminin kalorimetrik ölçümleri.
1901	Von Ostreyko	Aktivasyona uğramış karbonların ticari gelişimi için temeli attı. Karbürleşme öncesi karbonlu maddelerle metal klorürlerinin birleşimini içeren ve kömürleşmiş maddelerin karbon dioksit veya buhar ile hafif oksidasyonunu içeren süreçleri geliştirdi.
1903	Tswett	Seçici adsorpsiyon fenomenini keşfetti, klorofil ve diğer bitki pigmentlerinin silika materyalleri ile ayrılması sırasında. "Sütun katı-sıvı adsorpsiyon kromatografisi" terimini tanıttı. Bu keşif, sadece yeni bir analiz tekniğinin başlangıcı değil, aynı zamanda yeni bir yüzey bilimi alanının da kaynağıydı.
1904	Dewar	Karbonla hava alımı sırasında, oksijenin azotla karışımından seçici adsorpsiyonunu buldu.
1909	McBain	Karbonun hidrojeni adsorpsiyondan daha yavaş alımını tanımlamak için ‘absorpsiyon’ terimini önerdi. Ayrıca hem adsorpsiyon hem de absorpsiyon için ‘sorpsiyon’ terimini önerdi.
1911	NORIT Fabrikası	Amsterdam’da kuruldu ve şu anda dünyanın en gelişmiş aktif karbon üreticilerinden biri olarak yer almaktadır.
1911	Hajnówka, Polonya	İlk olarak sadece odun malzemelerinden aktif karbon üreten bir odun distilasyon tesisi kuruldu.

1. Dünya Savaşı		İnsanların solunum yollarını toksik savaş ajanlarından koruma problemi tanıtıldı.
1915	Zelinsky (Moskova Üniversitesi Profesörü)	Aktif karbonları gaz maskelerinde adsorpsiyon ortamı olarak kullanma fikrini önerdi ve uyguladı.
1941	Martin ve Synge	Laboratuvar ölçeğinde hem sütun hem düzlem formunda katı-sıvı bölünme kromatografisi tanıtıldı.
1956	Barrer ve Breck	Zeolit sentezi yöntemini icat ettiler. Bu yıl, Kuzey-Amerikalı Linde Şirketi, ticari ölçekte sentetik zeolit üretimine başladı.

18.yüzyılın ortalarına gelindiğinde aktif karbonun gaz ve sıvılardan kirleticileri uzaklaştırma özellikleri bulunmuştur. Aktif karbon, su arıtma işlemlerinde etkili bir yöntem olarak kabul edilip yaygın olarak kullanılmıştır. Bu sayede, aktif karbon endüstriyel uygulamalar için temel bir malzeme haline gelmiştir [3].

19.yüzyılda, aktif karbonun kullanımı genişledi ve birçok endüstride vazgeçilmez bir bileşen oldu. Özellikle kimya sanayisinde kritik rol oynamıştır [4].

Son yıllarda, aktif karbon üzerine yapılan araştırmalar nanoteknoloji ve çevre mühendisliği alanında yeni ufuklar açmıştır. Aktif karbonun çevresel uygulamalarda kullanımı ve önemi zaman ilerledikçe artmaktadır [5].

2.2.Aktif Karbon

Aktif karbon, yüksek karbon içeriğine sahip maddelerin özel bir aktivasyon süreci ile işlenmesiyle elde edilen bir adsorpsiyon malzemesidir. Bu aktivasyon, malzemenin iç yüzey alanını ve gözenek hacmini önemli ölçüde artırır.

Aktif karbonun belirli bir kimyasal formülü yoktur; ancak çok sayıda özgün özelliğe sahiptir. Bu özellikler arasında geniş yüzey alanı, mikro gözenek yapısı, yüksek adsorpsiyon kapasitesi ve yüzey reaktivitesi yer alır. Genellikle, aktif karbonun gözenek hacmi 0,2 ml/g'dan fazla olup, iç yüzey alanı azot gazı kullanılarak yapılan BET yöntemiyle 400 m²'nin üzerinde ölçülebilir. Gözenek çapları ise 3 Å ile birkaç bin Å arasında değişmektedir [6].

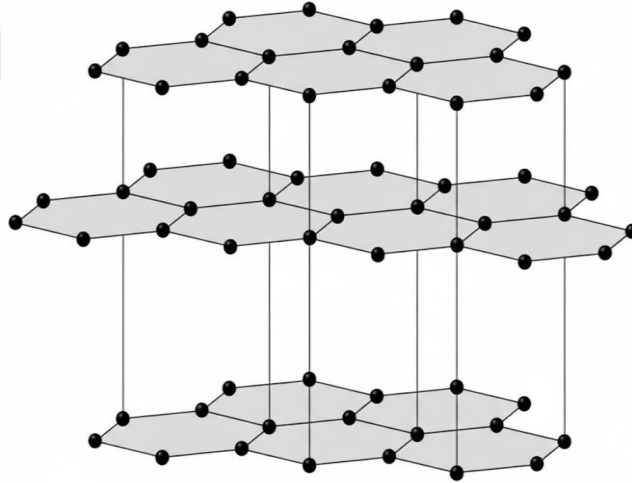
Aktif karbonun temel bileşeni karbon olup, genellikle % 85 ila % 95 arasında bir oranla bulunur. Ayrıca, aktif karbonlar azot, hidrojen, oksijen ve sülfür gibi farklı

elementleri de içerir. Bu heteroatomlar, kaynak malzemeden gelebileceği gibi, aktivasyon sürecinde ve diğer hazırlama aşamalarında da karbonla birlikte oluşabilir. Bir aktif karbonun elemental yapısı; % 88 Karbon, % 0,5 Hidrojen, % 0,5 Azot, % 1 Sülfür ve % 6–7 Oksijen içerir. En çok kullanılan aktif karbon türleri, 0,2 ila 0,6 cm³/g gözenek hacmine ve 800 ila 1500 m²/g yüzey alanına sahiptir [7].

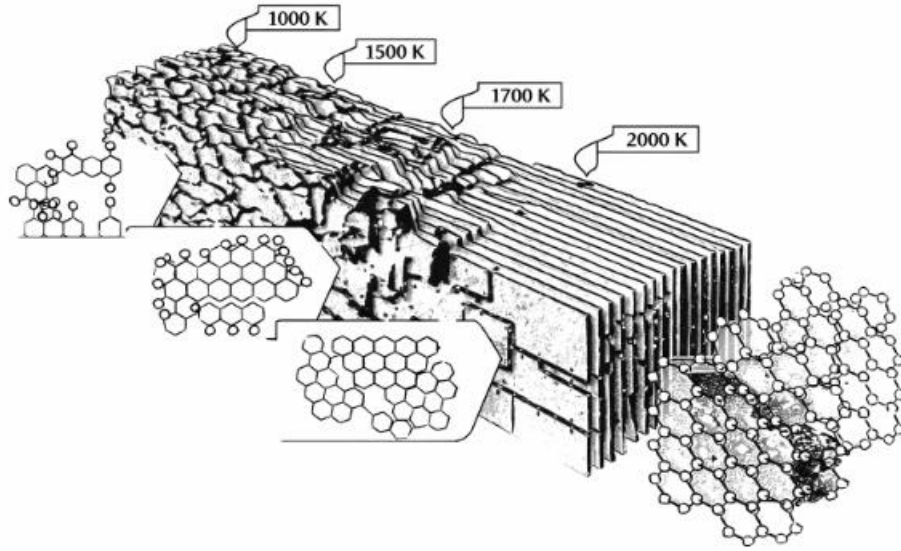
2.2.1.Molekül ve kristal yapı

Aktif karbon, karbonizasyon işlemi sırasında oluşan mikro kristal bir yapıya sahiptir. Bu yapı, grafit yapısından farklılık gösterir; aktif karbonda ara katman boşluğu 0,34 ile 0,35 nm arasında iken grafitteki ara katman boşluğu 0,335 nm arasında bulunur. Mikro kristaller arasındaki yönelme farklılık göstermektedir. Aktif karbonda daha düzensiz bir yapı mevcutken bu düzensizliğin kaynağı, hidrojen ve oksijen gibi heteroatomların var olmasıdır[8].

Şekil 2.1 ve Şekil 2.2 'de Grafit yapısı ve ısıtma sırasında karbonda oluşan yapısal değişikliğe ait model gösterilmiştir.



Şekil 2.1: Grafitin yapısı.



Şekil 2.2: Isıtma sırasında karbondaki oluşan yapısal değişiklik modeli. [9]

Grafitte bulunan Karbon-karbon bağları arasında $1,415 \text{ Å}$ i uzaklık bulunmaktadır. Karbonda bulunan 3 elektron yakınında bulunan atomlarla düzenli olarak kovalent bağlar yapmaktadır. Kalan bir elektron bağ ise yapılar arasında salınım hareketi yapmaktadır. Salınım hareketi ile karbon atomları arasında çift bağ meydana gelmesini sağlamaktadır. Bir çok aromatik çekirdek, karbonizasyon işlemi boyunca (grafittekine benzer) olarak meydana gelmektedir. Altıgen şeklinde bağlanmış karbon atomlarının mikro kristal bir yapıya sahip olduğu X-ışını ile yapılan incelemeler sonucunda görülmüştür.

Mikrokristaller arasındaki uzaklık $20\text{-}50 \text{ Å}$ iken düzlemlerin yarıçapı ise 150 Å olarak ölçülmüştür [10].

Aktif Karbonda Aktivasyon işlemi boyunca kristallerin yüzeylerinde yer alan karbon bağlarının düzenli sıralanışı bozulmaktadır. Yapının gelişimi aktivasyon ve karbonizasyon sıcaklıkları ile ilişkilidir [11].

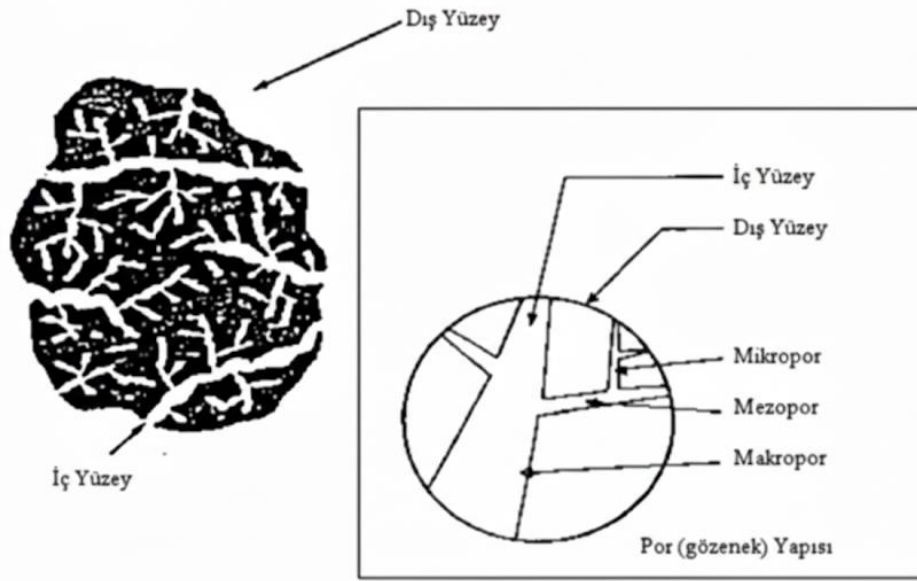
BET yönteminde aktifleştirilmiş yüzey (m^2/g) olarak ifade edilmektedir. Yüzey alanları Azot gazı kullanılarak tespit edilmektedir. Aktif karbonda bulunan gözenekler $0,2\text{--}1,0 \text{ cm}^3/\text{g}$ civarında olmaktadır. Gözenek boyutları $0,3 \text{ nm}$ den başlayarak binlerce nanometre aralığında olabilmektedir. Yüzey alanı $400\text{--}1000 \text{ m}^2/\text{g}$ aralığında yer alır ancak bazı üretimlerde bu değerin üzerine de çıkılabilmektedir [12].

2.3 Aktif Karbonun Temel Özellikleri

2.3.1. Aktif karbondaki gözeneklerin şekilleri ve boyutları

Bir aktif karbon parçacığında farklı boyutlarda gözenekler bulunmaktadır ve IUPAC tarafından gözenek boyutuna göre Mikro, mezo ve makro olmak üzere sınıflandırma yapılmıştır. Mikro gözenekler yarıçapı 2 nm'den küçük, Mezo gözenekler yarıçapı 2-50 nm aralığında olan ve Makro gözenekler ise yarıçapı 50 nm' den büyük olan gözenek boyutları olarak belirlenmiştir [12].

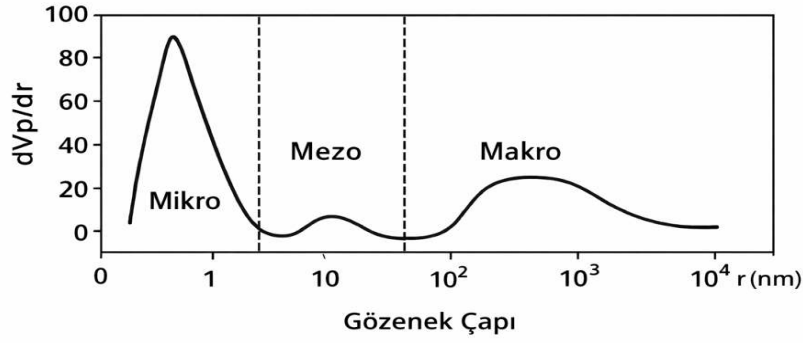
Şekil 2.3 'te aktif karbonun gözenek yapısı gösterilmiştir.



Şekil 2.3: Aktif karbonun gözenek yapısı. [13]

Mikro gözeneklerin adsorpsiyon işlemlerinde önemi büyüktür. Mikrokristal düzlemler karbonizasyon işlemi ile kısmi olarak yanmakta ve toplam yüzey alanının %95'i oranında mikro gözenekler oluşmaktadır. Mezo gözenekler, orta büyüklüğe sahip moleküllerin adsorpsiyonunda görev alırken kapiler kondenzasyon işleminin gerçekleştiği gözenek yapılarıdır. Toplam yüzey alanının %5'ini teşkil etmektedir. Makro gözenekler çaplarının büyük olmasından dolayı difüzyon kolay bir şekilde gerçekleşmekte ve adsorbe edilecek maddeler aktif karbon içerisinde mikro ve mezo gözeneklere ulaşmasına olanak sağlamaktadır. En önemli görevi büyük moleküllerin adsorpsiyon işleminin gerçekleşmesidir [13].

Şekil 2.4 'te aktif karbonda bulunan mikro, mezo ve makro gözeneklerin hacim dağılımı gösterilmiştir.



Şekil 2.4: Aktif karbonun gözenek boyutları [13]

Buhar aktivasyonu ve kimyasal aktivasyon olmak üzere iki çeşit aktivasyon prosesi mevcuttur. Bu işlemlerin sonucunda farklı gözenek yapıları meydana gelmektedir. Granüler aktif karbonlar (GAC), sahip olduğu makro gözenekler sayesinde asıl adsorpsiyon işleminin oluşacağı mikro ve mezo gözeneklere ulaşılmasını hızlandırmaktadır. Toz aktif karbonlarda (PAC) küçük partikül boyutlarının bulunmasından dolayı toz aktif karbonlar içerisine giriş de sorunsuz gerçekleşmektedir [12].

2.4. Aktif Karbon Üretim Yöntemleri

Aktif Karbon üretiminde kullanılacak olan hammaddelerin belirli kriterleri sağlaması önemlidir. Bu kriterler :

- Maliyetinin düşük ve kolay elde edilebilir olması
- Üretilcek aktif karbon veriminin iyi olması
- Kolay aktive edilebilmesi
- Depolama sürecinde bozulmaması
- İnorganik madde içeriğinin düşük olması

olarak sayılabilir [14].

Odun, odun talaşı, turba, odun kömürü, linyit teknik uygulamalarda yer alırken yemiş kabukları (hindistan cevizi, fındık, vs.), meyve çekirdekleri, meyve, kağıt fabrikası atıkları ve petrol rafinasyon atıkları da sık olmasa da aktif karbon üretiminde yer almaktadır [15].

Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelere göre elde edilen aktif karbonların kimyasal ve fiziksel özellikleri değişiklik göstermektedir. Çizelge 2.1 'de aktif üretiminde kullanılan başlıca hammaddeler gösterilmiştir.

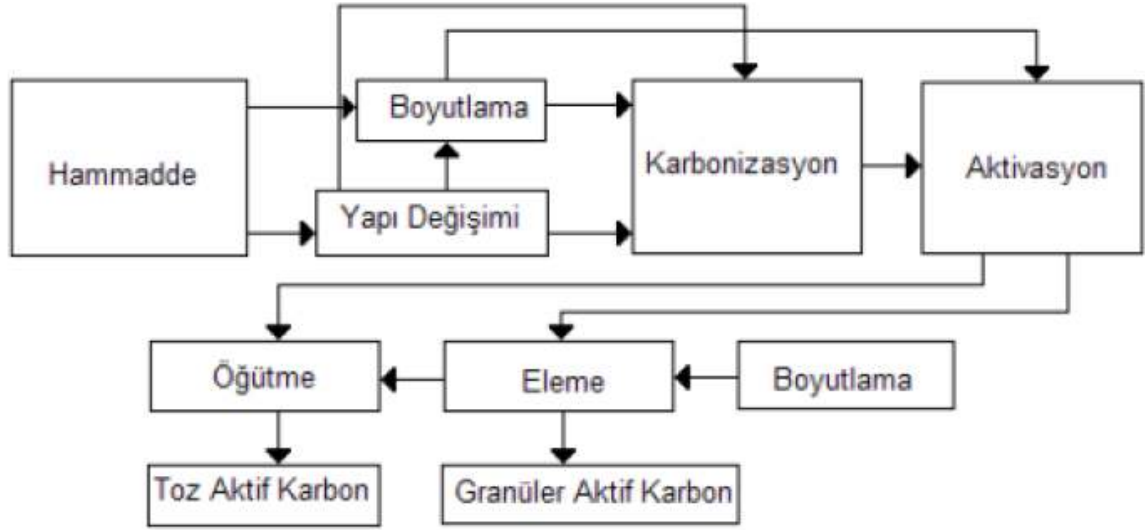
Çizelge 2.2: Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri. [16]

Hammadde	Karbon (%)	Uçucu Miktarı (%)	Yoğunluk (g/cm³)	Kül Miktarı (%)	Üretilen Aktif Karbon Özellikleri
Yumuşak Odun	40-45	55-60	0,4-0,5	0,3-1,1	Yumuşak, toplam gözenek hacmi büyük
Sert Odun	40-44	55-66	0,55-0,80	0,3-1,2	Yumuşak, toplam gözenek hacmi büyük
Selüloz	35-40	58-60	0,3-0,4	-	Yumuşak, toplam gözenek hacmi büyük
Kabuklar	40-45	55-60	1,4	-	Sert, toplam mikro gözenek hacmi büyük
Linyit	55-70	25-40	1,0-1,35	5-6	Sert, toplam gözenek hacmi küçük
Yumuşak Kömür	65-80	20-30	1,25-1,5	2-12	Orta sertlikte, toplam gözenek hacmi orta büyüklükte
Petrol Koku	70-85	15-20	1,35	0,5-0,7	Orta sertlikte, toplam gözenek hacmi orta
Sert Kömür	85-95	5-10	1,5-1,8	2-5	Sert, toplam gözenek hacmi büyük

Karbonizasyon ve aktivasyon aktif karbon üretiminde yer alan basamaklardır. Karbonizasyon işlemi karbon olmayan maddelerin ortamdan uzaklaşmasını sağlarken gözeneklilik için katkı sağlamamaktadır. Karbonizasyon işleminde hammaddenin pirolitik bozunması ile karbon dışındaki sülfür oksijen, hidrojen ve azot gibi maddeler uçucu gaz olarak uzaklaşmaktadır. İnert atmosfer ortamında ve sıklıkla 800°C'nin altındaki sıcaklıklarda karbonizasyon işlemleri yapılmaktadır. Karbonizasyon işlemi boyunca gözeneklerin düzgün olmaması veya tıkanması, bu malzemenin yüzeyinin yeterince etkili bir şekilde kullanılmasına engel olmakta ve dolayısıyla maddenin diğer maddeleri bağlama yeteneği azalmaktadır. Bu durumun üstesinden gelmek için aktivasyon işlemi uygulanmaktadır. Aktivasyon işlemi ile yeni gözeneklilik oluşturulacağı gibi gözeneklerin çaplarını genişletmek de mümkündür. Aktivasyon, gözeneklerin daha etkin hale gelmesini sağlayarak, çeşitli boyut ve biçimlerde daha iyi dağılmış gözenekler oluşturur.

Aktivasyon işlemi, karbonize olmuş malzemenin yüzey alanını artırır. Daha geniş bir yüzey alanı, malzemenin adsorpsiyon kapasitesini yükselterek, onu daha etkili hale getirir. [17,18,19,20]

Hammaddeden yola çıkarak toz aktif karbon ve Granüler aktif karbon elde edilmesine ait üretim şeması Şekil 2.5 'te verilmiştir.



Şekil 2.5: Aktif karbonun üretim şeması. [21]

2.4.1. Aktivasyon

Aktivasyon işlemi iki aşamada gerçekleşmektedir. Birinci aşamada kapalı olan gözeneklerin açılması için katran ve düzensiz karbon uzaklaştırılır. İkinci aşamada ise yapıda halihazırda bulunan gözeneklerin genişlemesi ve yan yana bulunan gözeneklerin arasındaki duvarın ortadan kalkması ile daha büyük gözeneklerin oluşması için reaksiyon esnasında aromatik bileşenler yapıdan uzaklaşır. Mikro gözeneklerin azalması mezo ve makro gözeneklerin artması ile gerçekleşir. Mikro, makro ve mezo gözenekli yapılar aktivasyon süresine ve aktivasyon işlemi sırasında kullanılan malzemelere göre değişiklik göstermektedir [22].

Aktivasyon işlemi genel olarak aşağıdaki adımlardan oluşmaktadır;

1. Dehidrasyon: İçerisinde bulunan suyun tamamının uzaklaştırılması
2. Karbonizasyon: Organik maddelerin karbon olmayan kısımlarının uzaklaştırılması sureti ile elementel karbona dönüştürülmesi
3. Aktivasyon: Katranın yanması ve gözeneklerin genişlemesi [23,24].

Aktivasyon işlemi ile yüzey alanı genişletilerek gözeneklilik artırılırken gözenek hacmi de artırılmaktadır. Aktivasyon yöntemi genel olarak fiziksel aktivasyon ve kimyasal aktivasyon olmak üzere 2'ye ayrılmaktadır [25].

2.4.1.1.Fiziksel aktivasyon

Fiziksel aktivasyon işlemi karbonizasyon ve aktivasyon işlemi olmak üzere iki aşamadan oluşmaktadır. Öncelikle hammadde yüksek sıcaklıkta karbonize edildikten sonra ortaya çıkan ürün yüksek sıcaklıkta su buharı, oksijen (O_2) ve karbondioksit (CO_2) karışımı ile aktive edilmektedir. İşlem sırasında kullanılan oksitleyici gaz fonksiyonel grupları kendine bağlayarak karbonlu yapıda bahsi geçen grupların uzaklaştırılır ve fiziksel aktivasyon işleminde yapı üzerinde gözeneklilik ve yüzey alanı artırılmış olur. Endotermik olarak gerçekleşen fiziksel aktivasyon işleminde aktivasyon hızı aktivasyon maddelerine ve aktivasyon işleminin sıcaklığına göre değişmektedir [26].

Karbonizasyon işlemi 4 adımdan oluşmaktadır. Bu adımlar sıcaklık ile bağlantılıdır.

- Sıcaklık $200^{\circ}C$ 'nin altına düştüğünde, hammaddeden su ve nem uzaklaşmaya başlar.
- Sıcaklık $170^{\circ}C$ ile $270^{\circ}C$ arasında yükseldiğinde, hammadde hafif bir piroliz sıvısı üretir ve özellikle biyokütle kullanılıyorsa organik asitler açığa çıkmaya başlar; bu esnada hammadde bozulma sürecine girer.
- Sıcaklık $270^{\circ}C$ ile $350^{\circ}C$ arasında olduğunda, hammadde belirgin şekilde bozulur ve yapıda önemli miktarda gaz ve sıvı salınımı görülür, ayrıca char adı verilen katı madde oluşmaya başlar [27].
- Sıcaklık $350^{\circ}C$ 'yi geçtiğinde, karbon oranı artar ve yapıda gözeneklerin oluşumu başlar [28].

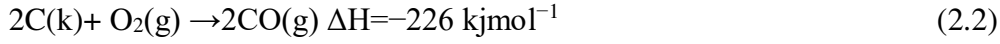
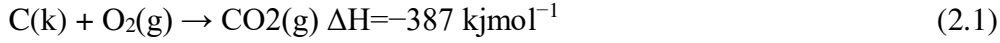
Ancak, bu ilk oluşan gözenekler küçüktür ve yeterli alanı sağlamaz. Bu gözeneklerin yüzey alanı $300\text{ m}^2/\text{g}$ 'den daha düşük olup, adsorpsiyon kapasitesi gereksinimlerini karşılamak için yetersizdir [29].

Oda sıcaklığında reaksiyon vermemesinden dolayı temiz kalması ve $800^{\circ}C$ 'ye kadar düşük reaksiyon göstermesinden dolayı Fiziksel aktivasyon işlemlerinde CO_2 en fazla tercih edilen oksitleyicidir [30,31].

CO_2 kullanılmasının yanı sıra CO_2 ve N_2 karışımı da kullanılabilir [32,33,34]. Karışımın kullanılması durumunda N_2 ortamdan uzaklaşırken CO_2 ve char reaksiyona girmektedir [35].

Fiziksel aktivasyon yönteminde kullanılan gazların reaksiyonları ve açığa çıkardıkları entalpi miktarları şu şekildedir;

a) Oksijen ile yapılan aktivasyon tepkimesi



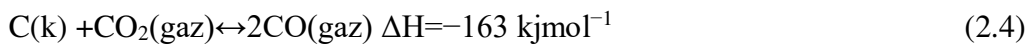
Eşitlik 2.1 ve 2.2’de yer alan tepkimeye göre; karbon ve oksijenin reaksiyona girmesi sonucunda karbondioksit ve karbonmonoksit gazı ortaya çıkmaktadır. Sıcaklık yükseldikçe, reaksiyon sonucunda ortaya çıkan karbonmonoksit ve karbondioksit gazlarının miktarında da artış görülmektedir. Entalpinin artmasıyla birlikte reaksiyon kendiliğinden tutuşmaya başlar ve sıcaklığın kontrol edilmesi zorlaşır. Bu sebeple, oksijen gazı kullanımına daha az başvurulmaktadır.

b) Su buharı ile yapılan aktivasyon tepkimesi



Oksijen, yüksek sıcaklıklarda karbon yüzeyine bağlanarak kütlede azalmaya neden olmaktadır. Bu sebeple, su buharı ile yapılan fiziksel aktivasyon işlemi, yüksek sıcaklıkta ve oksijen bulunmayan bir ortamda gerçekleştirilir. Eşitlik 2.3’te belirtilen reaksiyonda, karbon su buharı ile reaksiyona girerek karbonmonoksit ve hidrojen üretir. Reaksiyon hızı H_2 gazının karbonun aktif bölgeleri tarafından adsorbe edilmesi ile azalır. Isıl işlem sırasında, küçük organik gruplar karbondioksit, karbonmonoksit, kondanse olabilen sıvılar ve su buharı ile uzaklaşarak yüzey alanını artırır ve mikro-mezo gözeneklerin oluşumunu sağlar.

c) Karbondioksit gazı ile yapılan aktivasyon tepkimesi



Eşitlik 2.4’te belirtilen reaksiyon, yüksek sıcaklıklarda ve oksijensiz bir ortamda gerçekleşmekte olup, fiziksel aktivasyon sırasında karbonmonoksit gazı salınmaktadır. Bu süreçte genellikle alkali metal karbonatları, katalizör olarak kullanılmaktadır. Oksidasyon işleminin karbon yapısının yüzeyinde gerçekleşmesi ile gözenekler daha fazla genişler. Fiziksel aktivasyon işlemlerinde en yaygın olarak kullanılan gazlar ise su buharı, karbondioksit ya da bu iki gazın karışımından oluşmaktadır [36].

2.4.1.2. Kimyasal aktivasyon

Hammaddelerin bir aktivatör vasıtası ile belirlenmiş olan sıcaklıkta karbonize edilmesi ile kimyasal aktivasyon işlemi yapılmaktadır [37]. Kimyasal aktivasyon ile büyük gözenek hacmi ve daha büyük yüzey alanı elde edilmektedir [38].

Kullanılan aktivatör maddeler potasyum hidroksit (%5), kalsiyum klorür (%25) fosforik asit (%25), çinko klorür (%25) ve sodyum hidroksit (%5) olabilir. Hava girişinin engellenmesinden sonra 500–700°C gibi yüksek sıcaklıklara karbon ısıtılır. Bu işlemin amacı katran ve aktif karbon oluşumunu önlemek için yapılmaktadır. Sıcaklık sebebi ile karbon aktive olması ile madde de çatlamalar meydana gelir. Meydana gelen çatlamalar sonucunda daha çok küçük gözenek oluşur. Düşük sıcaklık kullanılması daha iyi bir ünite, kalitede iyileşme ve aktive olma süresinde kısalma meydana gelmesinden dolayı fiziksel aktivasyona göre kimyasal aktivasyon tercih sebebi olmaktadır.

Katran oluşumunu önlemek amacı ile odun türevi ürünler yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılmaktadır. Kimyasal ajanlar odun türevi ürünlerin lif yapılarını bozarak iç kısımlara kadar girebilmektedir. $ZnCl_2$, KOH , K_2CO_3 ve H_3PO_4 en yaygın olarak kullanılmakta olan aktivatörler arasında yer almaktadır [39,40]

Kimyasal aktivasyon da genel olarak kullanılan kimyasallar Çizelge 2.3’de gösterilmektedir.

Çizelge 2.3: Kimyasal aktivasyonda kullanılan kimyasallar. [41]

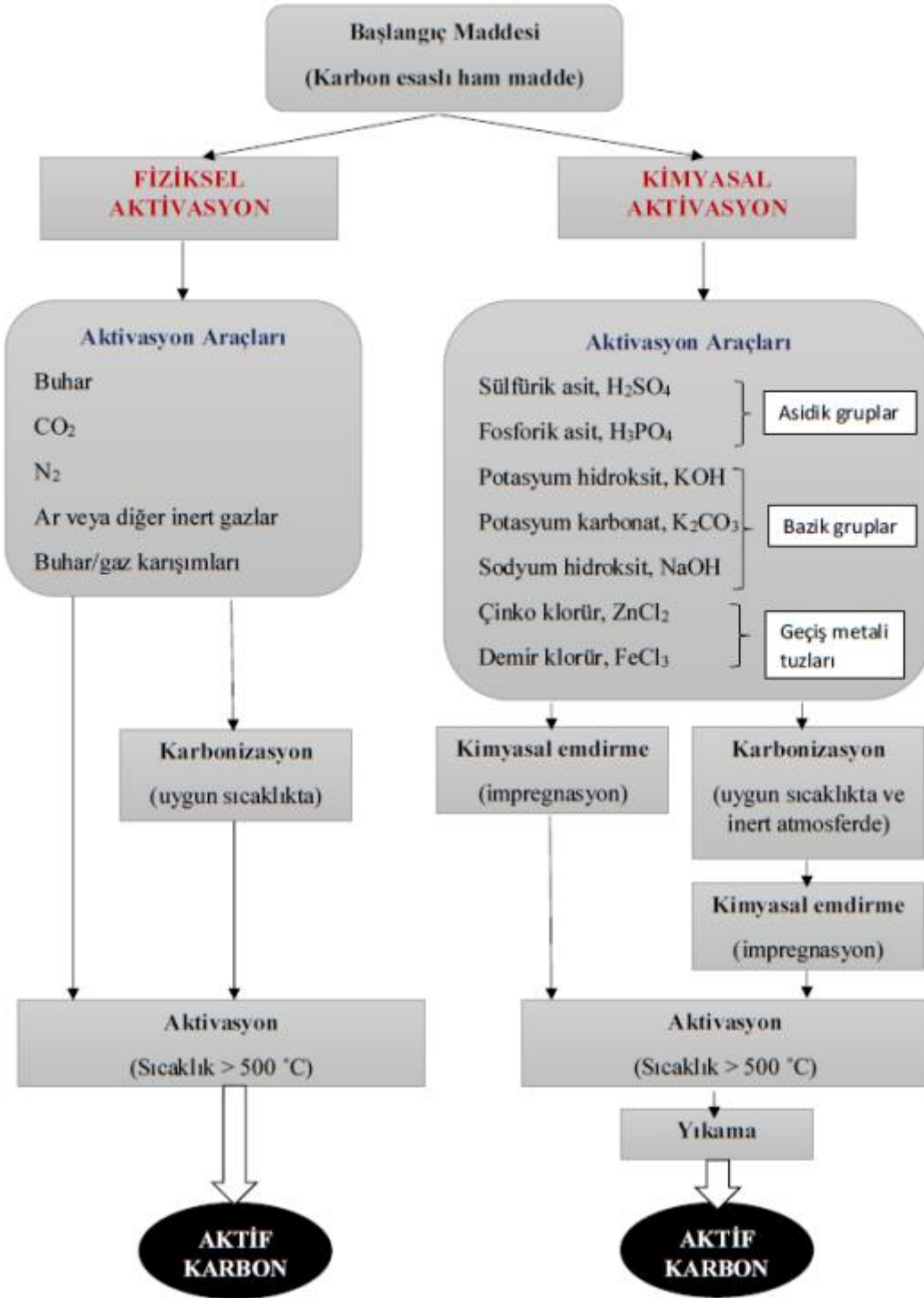
Fosforik Asit (H_3PO_4)	Hidrojen Peroksit (H_2O_2)
Çinko Klorür ($ZnCl_2$)	Sodyum Karbonat (Na_2CO_3)
Sülfürik Asit (H_2SO_4)	Alüminyum Klorür ($AlCl_3$)
Potasyum Karbonat (K_2CO_3)	Nitrik Asit (HNO_3)
Sodyum Hidroksit ($NaOH$)	Borik Asit (H_3BO_3)
Nitrik Asit (HNO_3)	Dolomit $CaMg(CO_3)_2$
Potasyum Permanganat ($KMnO_4$)	Potasyum Sülfür (K_2S)
Potasyum Hidroksit (KOH)	Amonyum Persülfat ($(NH_4)_2S_2O_8$)
Amonyum Klorür (NH_4Cl)	Demir Klorür ($FeCl_3$)
Kalsiyum Hidroksit ($Ca(OH)_2$)	Potasyum Tiyosiyanat ($KSCN$)

Aktivasyon yönteminde aktifleştirici madde eklenmesi işlemi uygulanmaktadır. Karbonize maddeye aktivatörün ilave edilmesi (impregnasyon) ya da doğrudan hammaddenin eklenmesi olmak üzere iki yöntem ile yapılmaktadır [42,43,44].

Hammadde üzerine uygun görülen kimyasal farklı kütleli oranlarda karıştırılarak ve üzerine su ilave edilerek hamur kıvamına getirilir. Yapılan bu işleme emdirme ya da impregnasyon adı verilir. Elde edilen karışım etüv içerisinde kurutularak kullanılan kimyasalın en üst ısıtılma sıcaklığında azot gazı ile inert atmosferde aktivasyon işlemi gerçekleştirilir [45,46].

Emdirme oranı kütleli olarak 1:1 ile 1:4 oranları aralığında değişkenlik göstermektedir. En üst sıcaklıkta 1 saat süresince muamele olur ve soğutularak oda sıcaklığına geldikten sonra kullanılan kimyasal baz ve $ZnCl_2$ ise HCl ilavesi akabinde saf su ile yıkama işlemi yapılır [47,48].

Hammaddeden aktif karbonun fiziksel ve kimyasal üretimine ait proses şeması Şekil 2.6'da verilmiştir.



Şekil 2.6: Aktif karbonun fiziksel ve kimyasal üretim prosesinin şeması. [49]

2.5. Aktif Karbonun Sınıflandırılması

Aktif karbon üretiminde kullanılan işlemlerin teknikleri ve endüstriyel uygulamalar gibi parametreler esas alınarak bazı genel sınıflandırmalar yapılmıştır [50].

2.5.1.Toz aktif karbon (PAC)

Aktif Karbon ya da toz halinde bulunan aktif karbon ASTM (eski adıyla Amerikan Malzeme ve Test Derneği) tarafından sınıflandırılmıştır. Sınıflandırmada ana husus 80 mesh (0.180 mm) boyutundan geçen parçacık olmasıdır.

Toz aktif karbonlar 0,075 mm'den küçük ve ortalama partikül çapları ise 0,045 mm'den küçük olan aktif karbon parçacıklarıdır. Yüksek yüzey alanı-hacim ve düşük difüzyon özelliklerine sahiptir.

Toz aktif karbon parçaları %95–100'ü ezilerek toz haline getirilir ve elekten geçirilmek sureti ile hazırlanır. Genel kullanım alanları ham su girişleri, hızlı karıştırma havuzları, temizleme tankları ve yerçekimi filtreleri olarak yer alır.

2.5.2.Granüler aktif karbon (GAC)

Granüler aktif karbonun yüzeyi düzensiz şekilli parçacıkların boyutları 0,2-0,5 mm arasında değişkenlik göstermektedir. Daha büyük parçacık büyüklüğüne sahip olduğu için dış yüzey alanı PAC'a (Toz Aktif Karbon) göre daha küçüktür. Ana malzemenin doğrudan doğruya aktive edilmesi veya granüler aktivasyon işlemi ile elde edilmektedir. Gazları difüzyonunun hızlı olması nedeni ile buhar ve gaz adsorpsiyonu için uygun karbonlardır. GAC, kömür, turba, hindistancevizi kabukları ve yüksek karbon içeren diğer organik malzemelerden elde edilmektedir. Karbon yüzeyinin ısıtılması yolu ile suda bulunan çözünmüş bileşenler GAC ile yapılmış olan filtreden geçirilerek uzaklaştırılır. Kimyasal bileşenleri gözenekli yapı nedeniyle adsorbe etmektedir. Adsorpsiyon işlemi maddelerin aktif karbonun gözenekli yüzeyine difüzyon yolu ile sıvı ve gazlardan difüzyon yolu ile taşınarak tutunması ile gerçekleşmektedir.

2.5.3.Ekstrüde aktif karbon (EAC)

Ekstrüde aktif karbonlar, pulvarize antrasit ya da kömür'ün bir bağlayıcı ile muamele edilmesi ile elde edilir. Bu işlem sırasında yüksek basınç kullanılır ve silindirik yapıda 8-130 mm arasında çapa sahip ekstrüde aktif karbon elde edilir. Düşük toz içerikleri, mekanik güçlerinin çok iyi olması ve düşük basınç sebebi ile daha çok gaz fazı uygulamalarında tercih edilmektedir.

2.5.4.Boncuk aktif karbon (BAC)

Petrol kokundan elde edilen Boncuk Aktif Karbonlar (BAC) 0,35-0,8 mm arasında çapa sahiptirler. Ekstrüde aktif karbonlara göre daha düşük parçacık boyutuna sahiptir. Yüksek

mekanik güç, düşük kirletici konsantrasyonu ve çok düşük basınç kaybı en belirgin özellikleridir. Boncuk şeklinde olması nedeni ile daha çok su filtrasyonu işlemlerinde tercih edilmektedir.

2.5.5.İmpregne edilmiş aktif karbon

Kimyasallar ve metal parçacıkları, aktif karbonun gözenekli yapısındaki iç yüzeylere homojen bir şekilde dağılır ve bu durum malzemenin kimyasal yapısının değişmesine olanak tanır. Kimyasallar ile karbon arasındaki etkileşim, karbonun adsorpsiyon kapasitesini önemli ölçüde artırır. Gümüş ve İyot gibi birçok inorganik bileşik, gözenekli karbon yapılarında yer alabilir. Demir, alüminyum, lityum çinko, manganez ve kalsiyum gibi katyonlar daha çok hava kirliliğini azaltma işlemlerinde yaygın olarak kullanılır. Gümüşle zenginleştirilmiş aktif karbon, antiseptik ve antibakteriyel özelliklerinden dolayı evlerde kullanılacak olan su arıtma işlemlerinde tercih sebebi olmuştur. Doğal su, flokülant olan $Al(OH)_3$ ve aktif karbon ile işlenerek içme suyu haline getirilebilir. Tioller ve H_2S ile impregnasyon yapılmış karbonlarda adsorbe yapılabilir. %50'ye varan H_2S 'nin adsorpsiyon oranları elde edilebilmektedir. Gümüşle işlenmiş karbon, evler ve diğer su arıtma sistemlerinde etkili bir adsorbandır. Kömürle çalışan termik santrallerde, diğer hava kirliliği kontrol sistemlerinde, flü gazların uzaklaştırılmasında impregnasyonlu aktif karbon kullanıldığı gibi arsine, radyoaktif iyot, aldehytler, fosfin ve civa gibi inorganik gazlara karşı da impregnasyonlu karbon da kullanılabilir.

2.5.6.Polimer kaplanmış aktif karbon

Gözenekli karbon üzerine Biyokompatible bir polimer uygulanması ile geçirgen ve pürüzsüz bir kaplama elde edilmektedir. Hemoperfüzyon gibi tıbbi uygulamalarda kullanılabilecek bir karbon elde edilmektedir. Hemoperfüzyon işleminde hastanın kanının zararlı maddelerden arındırmak için bir adsorban üzerinden geçirilmesi işlemidir.

2.5.7.Woven karbon

Teknik rayon liflerini kullanarak karbon filtrasyonu işlemlerinde kullanmak için aktif karbon kumaşı üretilir. Aktif kömüre kıyasla aktif karbon kumaşının daha iyi emilim kapasitesine sahip olduğu BET teorisinde yer almaktadır. (gözenek hacmi: $0.3-0.8 \text{ cm}^3/\text{g}$, yüzey alanı: $500-1500 \text{ m}^2/\text{g}$).

2.6.Aktif Karbonun Kullanım Alanları

Aktif karbon mikro ve mezo gözeneklere sahip olması, yüzey alanlarının geniş olması ve reaktivite özelliklerinin yüksek olması sebebi ile çeşitli alanlarda kullanılmasının yanı sıra en çok kullanılan adsorbentler arasında yer almaktadır. Kimya sektörü ve gıda sektörü başta olmak üzere, renk giderme, koku temizleme, klor uzaklaştırma, içme suyu arıtma, çözücü geri kazanımı, hava temizliği, saflaştırma ve gaz tutma uygulamalarında kullanılmaktadır. Hidrometalürji alanında artan bir şekilde altın, gümüş ve diğer inorganik maddelerin elde edilmesi ile evsel ve endüstriyel atık suların arıtımında kullanılmasının yanı sıra Tıpta bazı bakteriyel hastalıkların tedavisinde de rol oynamaktadır. Birçok ekonomik sektörü etkilemekte ve kimya, gıda üretimi, madencilik, nükleer enerji, petrol, otomotiv gibi çeşitli endüstrilerde önemli bir yer edinmektedir [51,52,53].

Aktif karbonun en çok kullanıldığı uygulama alanları aşağıdaki şekilde maddeler halinde sıralanabilir.

- Altın üretiminde ve geri kazanılmasında (Hidrometalürjide)
- İçme suları ve endüstriyel atık sularda bulunan organik ve inorganik yapıda bulunan koku, tad ve renk veren kirliliklerin uzaklaştırılmasında,
- Çözücülerin geri kazanılmasında,
- Aktif polimerik membranlarda,
- Soy metallerin geri kazanılmasında,
- Tekstilde
- Gaz maskelerinin üretiminde,
- Toksik maddelerin ortamdan uzaklaştırılması,
- Elektrotlarda,
- Süper kapasitörlerde enerji depolaması olarak,
- Şeker endüstrisinde,
- İlaç alanında zararlı kimyasal ve ilaç adsorpsiyonunda,
- Katalizör olarak,
- Enerji depolamada (Doğal gaz ve hidrojen depolanması),
- Gaz karışımlarının saflaştırılmasında,
- Gaz emisyonlarının kontrollerinde,

- Sıvıların ve gazların ayrıştırılmasında kullanılmaktadır [54,55].

Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddeler, ürünün özelliklerini ve kullanım alanlarını doğrudan etkilemektedir.

Çizelge 2.4: Aktif karbon üretilmesinde kullanılan başlıca hammaddeler. [56]

Şeftali Çekirdeği Kabuğu	Ayçekirdeği Kabuğu	Antep Fıstığı Kabuğu
Üzüm Sapı	Pirinç Kabuğu	Demirhindi Tohumu
Şeker Kamışı Küspesi	Manyok Kabuğu	Yosun
Kayısı Çekirdeği Kabuğu	Bambu Çekirdeği	Ceviz Kabuğu
Zeytin Çekirdeği	Hurma Çekirdeği	Mısır Sapı
Kozalak Tohumu	Çam Kozalağı	Çamur
Kiraz Çekirdeği	Badem Kabuğu	Fındık Kabuğu
Çay Artığı	Zeytin Çekirdeği	Sığır Kuyruğu
Saman (Arpa samanı)	Odun	Sarımsak Kabukları
Vişne Çekirdeği	Hindistan Cevizi Kabuğu	Kiraz Çekirdeği Kabuğu
Nar Çekirdeği	Yerfıstığı Kabuğu	Huş Ağacı
Asma Yapağı	Talaş	Balık
Ayçekirdeği Kabuğu	Antep Fıstığı Kabuğu	Kabak Çekirdeği
Pirinç Kabuğu	Demirhindi Tohumu	Mısır Koçanı
Manyok Kabuğu	Yosun	Kemik
Bambu Çekirdeği	Ceviz Kabuğu	Muz Kabukları
Hurma Çekirdeği	Mısır Sapı	Buğday Kabukları
Çam Kozalağı	Çamur	Kan
Badem Kabuğu	Fındık Kabuğu	Mandalina Kabuğu
Zeytin Çekirdeği	Sığır Kuyruğu	Okaliptus Yapağı
Odun	Sarımsak Kabukları	Enginar Yapağı
Hindistan Cevizi Kabuğu	Kiraz Çekirdeği Kabuğu	Kızılılık Çekirdeği
Yerfıstığı Kabuğu	Huş Ağacı	Çam Fıstığı

Tekstil atıklarının aktif karbon eldesinde kullanımı, çevre dostu bir yaklaşım olarak atıkların giderilmesi ve geri dönüşümü noktasında önem arz etmektedir.

Aktif karbonların üretilmesinde kullanılan tekstil malzemeleri sentetik ve doğal tekstil atıkları olarak iki ana başlık altında toplanmaktadır. Şekil 2.7’de gösterilmektedir.



Şekil 2.7: Aktif karbon üretiminde kullanılan tekstil atık türlerini sınıflandırma şeması [57]

2.6.1.Buhar faz uygulamaları

Gaz fazı uygulamalarında, sıvı faz uygulamalarında kullanılmakta olan aktif karbon türlerine kıyasla, daha dayanıklı ve yüksek yoğunluğa sahip granüle edilmiş veya şekillendirilmiş aktif karbonlar tercih edilmektedir [58].

Fermentasyon işlemlerinde aktif karbon zehirli maddeleri adsorbe ederek fermentasyon işleminin daha hızlı olmasını sağlamaktadır. Aktif karbon, sigara ağızlıklarında bir filtre olarak, kötü kokuları ve duman içerisindeki bazı zararlı bileşenleri gidermekte de kullanılmaktadır [59].

Hava arıtımı amacıyla, 10 ppm'in altındaki kirlilik konsantrasyonlarında (sıklıkla 2-3 ppm) levha şeklindeki karbon lifleri kullanılabilir. Bu tür filtreler, uzun süreli kullanım için elverişlidir. Çizelge 2.5 'te aktif karbonun buhar faz uygulamaları görülmektedir.

Çizelge 2.5: Aktif karbonun buhar faz uygulamaları. [60]

ENDÜSTRİ	TANIMI	TİPİK KULLANIMI
ÇÖZÜCÜ GERİ KAZANIMI	Organik çözeltilerin yeniden kazanılması, buhar emisyonlarını kontrol etmek ve ekonomik verimliliği artırmak için yapılmaktadır.	Asetat lifleri (aseton), ilaç ile ilgili uygulamalar (metilen klor), boya ve film kaplama (etil asetal), manyetik bant (MEK)
KARBONDİOKSİT	Karbondioksitin temizlenmesi, fermentasyon işlemlerinde sağlanmaktadır.	Adsorpsiyon işlemleri, aminler, merkaptanlar ve alkoller için kullanılmaktadır.
ENDÜSTRİYEL HAVALANDIRMA	Adsorpsiyon süreci, organik buharlar için gerçekleştirilir.	
ATIK İMHA	Yüksek sıcaklıkta yakılarak evsel, kimyasal ve tıbbi atıkların bertarafı sağlanmaktadır.	Ağır metallerin ve dioksitlerin baca gazlarından uzaklaştırılması gerçekleştirilir.
SİGARA	Filtreler, ağızlıklarda toz ve granül şeklinde bulunmaktadır.	Sigara dumanındaki bazı zararlı elementlerin ekstraksiyonu veya tadının ve kokusunun kontrolü için kullanılmaktadır.
SARTLANDIRMA	Havalandırma ve ısıtma sistemleri için uygulanmaktadır.	Ofisler ve havaalanları gibi alanlarda kullanılmaktadır.
KOMPOZİT FİBERLER	Toz aktif karbon, köpük veya lif bileşenlerine emprenye edilir.	Su arıtma, gaz maskeleri ve ayakkabı içi koku gidericileri gibi alanlarda kullanılır.
KOKU GİDERİCİLER	Ortadan kaldırılması gereken istenmeyen kokular için kullanılır.	Filtre sistemleri ile sağlanmaktadır.

2.6.2.Sıvı faz uygulamaları

Su insan hayatında tartışılmaz bir öneme sahiptir. Endüstride çok kullanılmasının yanı sıra yanlış kullanım ya da israf gibi sebeplerden dolayı su tüketimleri çok fazladır. Kullanılmış olan suların tekrar kullanımı su kaynaklarının verimli kullanılması noktasında destek vermektedir. Su arıtma işlemlerinde suyun insanların kullanımına uygun hale getirilmesi için bakteriyolojik ve kimyasal açıdan gerekli şartları sağlaması gerekir. Bu parametrelerin içerisinde kokusuz, berrak olması gibi özellikler de yer almaktadır.

Tanecikli ve şekilli aktif karbonlar, genellikle sıvının sürekli bir sistemde sabit bir yataktan geçirildiği uygulamalarda kullanılır. Bu sistemde, karbon yatak, adsorpsiyon bölgesinde bulunan bileşikler soğurur. Karbon yatak doygun hale geldiğinde, adsorpsiyon bölgesi akış yönünde ilerler ve süreç, tüm aktif karbonların doygun hale gelene kadar devam eder. Normalde en az iki kolon seri olarak kullanılır; ilk kolon doygunlaştığında devre dışı kalır

ve yerine taze karbon içeren bir kolon eklenir. Toz aktif karbon, genellikle karıştırma tanklarının kullanıldığı sistemlerde uygulanmaktadır. Bu sistemlerde, kullanılan karbonun türü, temas süresi ve karbon miktarı, istenen saflaştırma seviyesine göre değişiklik gösterir. Karbon, sistemden filtrasyon veya çöktürme yöntemiyle ayrılmaktadır [61]. Çizelge 2.6 'da aktif karbonun sıvı faz uygulamalarına ait detaylar verilmiştir.

Çizelge 2.6: Aktif karbonun sıvı faz uygulamaları. [59]

ENDÜSTRİ	TANIMI	TİPİK KULLANIMI
İÇECEKLER SU İŞLEMLERİ	Aktif karbon filtreleri, granül olarak kullanılmaktadır.	Kötü koku ve tadın ortadan kaldırılması, organik bileşenlerin giderilmesi
ALKOLSÜZ İÇECEKLER	Sterilizasyon için klor ile içme suyu işlemleri gerçekleştirilir.	Klorun giderilmesi ve organik bileşenlerin uzaklaştırılması
ALTININ GERİ KAZANIMI	Leaching işlemleri yapılmaktadır.	Altının geri kazanımı
PETROKİMYA	İşlemlerde kullanılan buharın temizlenmesi	Hidrokarbonlar ve yağların bertaraf edilmesi
YER ALTI SULARI	İstenmeyen maddelerin uzaklaştırılması işlemi yeraltı sularında yapılmaktadır.	Kloroform, tetrakloroetilen ve trikloreten içeren adsorblanabilir organik halojenlerin ve toplam organik halojenlerin azaltılması
ENDÜSTRİYEL ATIK SULAR	Endüstriyel işlemler sırasında oluşan Çevre açısından elverişli duruma getirilmesi	Toplam organik halojenlerin azaltılması, Kimyasal oksijen içeriğinin, biyolojik oksijen içeriğinin düşürülmesi
YÜZME HAVUZLARI	Sularda bulunan organik içeriklerin Ozon ile uzaklaştırılması	Kalan ozonun uzaklaştırılması ve kloramin seviyesinin denetimi
YARI İLETKENLER	Yüksek saflıkta su, kullanılmaktadır.	Organik karbonun miktarının düşürülmesi
ALKOLLER	İçilebilir su işlemleri	Fenol ve trihalometanlar gibi maddelerin giderilmesi

Nik H. Nazarloo ve arkadaşları, Pamuk Atığından Elde Edilen Aktif Karbon ile Plastik Atıkların Katalitik Pirolizi konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışmada; Plastik atık yönetimi

ve enerji geri kazanımı konusunda yenilikçi bir yaklaşım ile atık pamuklu kumaş (WCF) kullanılarak, H_3PO_4 aktivasyon ajanı ile yüksek derecede poröz özelliklere sahip aktif karbon sentezlenmiştir. Sentezlenen atık pamuklu kumaş aktif karbon örnekleri (WCF-AC), düşük yoğunluklu polietilen (LDPE) katalitik pirolizinde katı asit katalizörü olarak kullanılmış ve LDPE'nin yakıt aralığındaki hidrokarbonlara dönüştürülmesi hedeflenmiştir. H_3PO_4 emdirme oranının ve karbonizasyon/aktivasyon sıcaklığının elde edilen WCF-AC örneklerinin fizikokimyasal özellikleri üzerindeki etkisini incelemiş ve aktif karbon üretiminin optimize edilmesine dair değerli bilgiler sunmuştur. Sentezlenen WCF-AC örneklerinin katalitik aktivitesi değerlendirilmiş ve LDPE bozulma sıcaklığında $12^\circ C$ 'lik bir azalma gözlemlenmiştir. Ayrıca, bu çalışma, piroliz ürünlerinde benzol, toluol ve ksilen gibi hafif aromatik bileşiklerin %43'e kadar bir artışla önemli ölçüde oluştuğunu ortaya koymuştur. Bazı durumlarda, C11'in üzerindeki daha ağır hidrokarbonların azalması gözlemlenmiş ve bu durum, belirli aralıktaki hidrokarbonların selektif olarak oluştuğunu göstermektedir [62].

Derya Yıldız ve arkadaşları, Atık kumaşlardan elde edilen aktif karbonun $NaBH_4$ metanolizinde katalizör olarak kullanımı konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışmada; Aktif karbonun hazırlanmasında kullanılan farklı koşulların HGR üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Atık kumaşlardan, farklı emprenye oranlarında (%1:1, %2:1 ve %3:1 w:w) ve farklı karbonizasyon sıcaklıklarında (H_3PO_4 için 400, 500, 600 $^\circ C$ ve KOH için 600, 700, 800 $^\circ C$) H_3PO_4 ve KOH kimyasal ajanları kullanılarak kimyasal aktivasyon yöntemiyle aktif karbonlar üretilmiştir. Bu karbonlar, hidrojen üretimi için katalizör olarak kullanılmış ve katalitik aktiviteleri, hidrojen üretim hızı (HGR) temelinde değerlendirilmiştir. Karbonizasyon sıcaklığındaki artış, katalizörün HGR değerini düşürmektedir. Asit konsantrasyonundaki artış, HGR değerini artırmaktadır. En yüksek HGR değeri, YKK1–800 aktif karbonu ile 39600 mL/(dak.gkat) olarak elde edilmiştir. Yüksek aktiviteye sahip karbon belirlendikten sonra, $NaBH_4$, metanol, katalizör miktarı ve sıcaklık gibi reaksiyon koşullarının HGR üzerindeki etkisi araştırılmıştır. Hazırlanan aktif karbonların $NaBH_4$ elektrokiditasyonundaki katalitik aktiviteleri de incelenmiştir. YKK3–700 aktif karbonu, -0.63 V zirve potansiyelinde 1.91 mA/cm² ile en yüksek katalitik aktiviteyi göstermektedir. Bu sonuç, metal içermeyen katalizörlerin doğrudan sodyum borohidrit yakıt hücrelerinde kullanımına yönelik umut vericidir [63].

Heejin Yang ve arkadaşları, Seçici İlaç Kirleticilerinin Giderilmesi için Tekstil Atıklarından Elde Edilen Fonksiyonel Karbon Malzemeler konusunda çalışma yapmıştır. Tekstil atığı

(örneğin, kot kumaşı atığı) kökenli fonksiyonel karbon malzemeleri (DFCMs), piroliz taşıyıcı gazları olarak CO₂ ve N₂ kullanılarak sentezlenmiş ve ardından yüzey özellikleri sistematik olarak incelenmiştir. Karşılaştırmalı analiz, CO₂-DFCM'de çok sayıda C-H bağının oluştuğunu, N₂-DFCM'de ise oksijen içeren fonksiyonel gruplar ve amin gruplarının ortaya çıktığını göstermiştir. Ayrıca, DFCM ile su molekülleri arasındaki temas açısının değerlendirilmesi, CO₂-DFCM için 94.6° yüksek bir temas açısı gösterirken, N₂-DFCM'nin 69.8° temas açısına sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bu bulgular, CO₂-DFCM'nin hidrofobik, N₂-DFCM'nin ise hidrofilik olduğunu göstermektedir. Benzer şekilde, kapiler kuvvet analizleri, CO₂-DFCM ve N₂-DFCM'nin sırasıyla $8.41 \times 10^6 \text{ N m}^{-2}$ ve $2.35 \times 10^7 \text{ N m}^{-2}$ kapiler kuvvetlere sahip olduğunu ortaya koymuştur. Bu yüzey farklılıkları, farklı antibiyotik adsorpsiyon kapasitelerinde de kendini göstermiştir; CO₂-DFCM, sülfametoksazol ve asetaminofen gibi hidrofobik antibiyotiklerin giderilmesinde artmış oranlar sergilerken, N₂-DFCM, hidrofilik özelliklere sahip olan tetrasiklin asidi ve oksitetrasiklin hidroklorür gibi antibiyotiklerde üstün giderme oranları göstermiştir. Genel olarak, kinetik, izoterm ve hidrotermal dinamik modelleme sonuçları, DFCM'ler üzerine antibiyotiklerin adsorpsiyon mekanizmalarına dair bilgiler sunmakta olup, bu mekanizmaların antibiyotik türüne bağlı olarak farklılık gösterdiğini ortaya koymaktadır [64].

Gabriela Dur'an-Jim'enez ve arkadaşlarının yaptığı çalışmada, Atık biyokütlenin Mikrodalga Pirolizi ve Mikro-Mesoparöz Aktif Karbonların Sentezi: CO₂ ve Tekstil Boyası Adsorpsiyonu için Yüzeysel Özelliklerin Rolü araştırılmıştır. Bu çalışma, impregnellenmiş biyokütle (H₃PO₄ ile ceviz kabuğu) ile mikrodalgalar arasındaki etkileşimi anlamak ve tek adımlı mikrodalga işleminin aktif karbonların (AC) fiziksel ve kimyasal özellikleri üzerindeki etkisini değerlendirmek amacıyla kapsamlı bir çalışma yapmayı hedeflemiştir. Tek adımlı bir yöntemle, elde edilen AC'ler, 1000 m²g⁻¹'yi aşan büyük özel yüzey alanlarına sahip olup, 2 dakikadan kısa sürede ve nispeten düşük enerjiyle (2.4 GJ ton⁻¹) elde edilmiştir. 0.4H₄ örneği, 1145 m²g⁻¹ yüzey alanına ve önemli bir ultra-mikropor (<0.7 nm) içeriğine sahip olup, 0 ve 25 °C'de sırasıyla 4.1 ve 2.8 mmolg⁻¹ CO₂ alımı göstermiş ve yüksek CO₂/N₂ seçiciliği (>38) sergilemiştir. Bu örnek, 5 dakika içinde hızlı CO₂ alımı yapmış ve 20 adsorpsiyon-desorpsiyon döngüsünden sonra verimli bir şekilde yeniden jenerasyon göstermiştir. 0.3H₃ örneği, büyük mesoporozite ve 1217 m²g⁻¹ yüksek yüzey alanına sahip olup, 3 dakikadan kısa bir işlem süresiyle geliştirilmiştir. Maksimum boya giderme 281 mgg⁻¹ olarak elde edilmiş ve adsorpsiyon mekanizmaları, mesoparöz matrise difüzyon, elektrostatik etkileşimler, AC ile MB asidik grupları arasında H-bağları ve π - π

etkileşimlerini içermektedir. Sonuçlar, mikrodalgaların atıkları, geleneksel teknolojilere kıyasla işlem süresi azaltımları ve üstün ürün kaliteleri ile geniş bir uygulama yelpazesinde kullanılabilecek mikro-mesoparöz AC'lere dönüştürme potansiyeline sahip olduğunu doğrulamaktadır [65].

Sharifah Iziuna Sayed Jamaludin ve arkadaşları, Su Kirleticilerinin Giderilmesi İçin Tekstil Atıklarının Potansiyel Aktif Karbon Öncüsü Olarak Değerlendirilmesi konusunda çalışma yapmıştır. Bu makale, tekstil atıklarını aktif karbona dönüştürmek için kullanılan aktivasyon yöntemlerini vurgulamayı ve su kirleticilerinin giderilmesindeki yüzeysel özelliklerini ve performansını tartışmayı amaçlamıştır. Literatürden elde edilen veriler, tekstil atığı kökenli aktif karbonların ağır metaller, boyalar ve ilaçlar gibi kirleticilere karşı umut verici yüksek adsorpsiyon kapasitelerine sahip olduğunu göstermektedir. Genel olarak, tekstil atıklarının aktif karbona dönüştürülmesi genellikle uygulanabilir bir yöntemdir. Ayrıca, üstün yüzey kimyası ve yüzeysel özellikler, tekstil atığı aktif karbonunun atık su arıtma uygulamalarındaki olağanüstü performansı için gereklidir [66].

Paul T. Williams ve Anton R. Reed, Doğal lif tekstil atıklarının kimyasal aktivasyon ve pirolizi ile elde edilen yüksek kaliteli aktif karbon döşemesi konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışmada; keten ve kenevir doğal lifleri, dokusuz, önceden şekillendirilmiş bir döşeme malzemesi olarak üretilmiş ve ardından kimyasal aktivasyon ve piroliz işlemleri ile aktif karbona dönüştürülmüştür. Çinko klorür ve fosforik asit kullanılarak yapılan kimyasal aktivasyon süreci koşulları ile ardından gelen piroliz süreci koşullarının etkisi incelenmiştir. Sonuçlar, $2000 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ 'yi aşan çok yüksek yüzey alanına sahip bir aktif karbon döşemesi üretilebileceğini göstermiştir. Yüzey alanı, kullanılan aktivasyon ajanının konsantrasyonu ve ardından gelen piroliz sıcaklığı tarafından güçlü bir şekilde etkilenmiştir. Yüksek yüzey alanları, aktivasyon ajanının daha yüksek konsantrasyonları ve piroliz işleminin daha düşük sıcaklıkları ile ilişkilendirilmiştir. Çinko klorür, fosforik asit aktivasyonuna kıyasla aktif karbonun yüzey alanlarını önemli ölçüde artırmıştır. Karbonların gözenek boyutu dağılımı, kullanılan işlem koşullarına bağlı olarak değiştirilebildiği görülmüştür [67].

Mohamad Anas Nahil ve Paul T. Williams, Akrilik Tekstil Atıklarından Elde Edilen Aktif Karbonlar konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışmada; Akrilik tekstil atığı, 500°C ile 900°C arasındaki farklı piroliz sıcaklıklarında, azot atmosferinde statik yatak reaktöründe piroliz edilmiştir. 800°C ve 900°C 'de üretilen çarların buharla aktivasyonu, üç farklı sıcaklıkta, 800°C , 850°C ve 900°C 'de gerçekleştirilerek aktif karbonlar üretilmiştir. Piroliz çarlarının BET yüzey alanı $2 \text{ m}^2 \text{ g}^{-1}$ 'den az olup, buhar aktivasyonu ile artarak 800°C 'de üretilen ve

900 °C'de buharla aktivasyonu yapılan çardan üretilen aktif karbon için maksimum 619 m² g⁻¹ yüzey alanına ulaşmıştır. Buhar aktivasyon sıcaklığı, ürün aktif karbonunun yüzey alanlarını etkilemiş, 800 °C'de üretilen çarlardan elde edilen aktif karbonlar, 900 °C'de üretilen çarlardan elde edilenlerden belirgin şekilde daha yüksek olmuştur [68].

Huichao liu ve arkadaşları, Atık Akrilik Liflerden Türetilen Hiyerarşik Poroza Sahip Karbonların Süper Yüksek Kapasiteli Lityum İyon Pili Anotları (LIBs) hakkında çalışma yapmıştır. Bu çalışmada, atık akrilik liflerden, ön oksidasyon, karbonizasyon ve KOH aktivasyonu yoluyla poroz karbon türetilmiştir. Melamin azot kaynağı olarak kullanılarak poroz karbon malzemelerine doping yapılmıştır. Lityum iyon pillerin anodu olarak kullanıldığında, bu azot-doplanmış poroz karbon, 50 döngüde 0.1 A g⁻¹'de yaklaşık 1200 mA h g⁻¹ yüksek tersinir kapasite göstermiştir. Daha yüksek akım yoğunluklarında, sırasıyla 1 ve 5 A g⁻¹'de 500 döngü sonrasında 550 ve 370 mA h g⁻¹ tersinir kapasiteler elde edilmiştir. Olağanüstü elektrokimyasal performans, büyük mesopor hacmi, yüksek düzeyde N-dopingi (özellikle pirodinik-N), büyük miktarda kenar hataları ve üç boyutlu hiyerarşik poroz yapısının bir sonucu olduğu sonucuna varılmıştır [69].

Rakib Mustafa ve Eylem Asmatulu, atık suların arıtılması için meyve, kağıt ve giysi atıkları kullanarak aktif karbon hazırlanması konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışmanın amacı, gölet suyu ve diğer içme suyu kaynaklarını temizlemek için atık malzemeler kullanarak ucuz ve sürdürülebilir bir süreç geliştirmektir. Burada, eski giysiler, atık kağıt ve hurma ile zeytin çekirdekleri gibi meyve atıkları peletlenmiş, karbonize edilmiş ve aktif karbon üretmek için aktive edilmiştir. Kimyasal aktivasyon, çinko klorür (ZnCl₂) ve kalsiyum klorür (CaCl₂) kullanılarak yapılmıştır. Atık kağıt ve pamuk kullanılarak ZnCl₂ aktivasyonu ile üretilen aktif karbonun daha iyi değerler sağladığı (1496.97m²/g ve 1293.02m²/g) görülmektedir. Pore hacmi analizine göre, ZnCl₂ aktivasyonu ile pamuktan üretilen aktif karbonun daha yüksek değerler sağladığı (0.68654 cm³/g) belirlenmiştir [70].

Sema Sert ve arkadaşları, elektromanyetik koruma uygulamaları için jüt ve pamuk atıklarından üretilen aktif karbon tekstillerinin geliştirilmesi konusunda çalışma yapmıştır. Bu çalışma, iletken parçacıklar eklemek yerine, yapının kendisini karbonize ederek, iletken olmayan atık tekstilleri iletken, değerli ürünler ve poroz kumaşlara dönüştürerek elektromanyetik koruma malzemeleri geliştirmeyi amaçlamaktadır. Sülfürik asit, dehidratasyon ve aktivasyon ajanı olarak kullanılmış, uçucu organik maddelerin salınımını baskılayarak sera gazı emisyonlarını ortadan kaldırmıştır. Aktif karbon tekstilinin yapıları, 1-6 GHz frekans aralığında 20-30 dB (yüzde 99,9 zayıflama) elektromanyetik girişim (EMI)

koruması göstermektedir. Mikrodalga sonrası işlenen aktif karbon tekstili ile maksimum SSE/t değeri $950.71 \text{ dB} \cdot \text{cm}^2 \cdot \text{g}^{-1}$ elde edilmiştir. Maksimum yüzey alanı $383.92 \text{ m}^2/\text{g}$, % 8 asit ile elde edilmiştir. Ultrason işlemi, su-enerji tüketimini ve maliyeti azaltmıştır. Sadece 5 dakikalık mikrodalga işlemi sonrası, tekstilin iletkenliğini ve termal stabilitesini artırmış ve elektromanyetik korumaya olumlu katkıda bulunmuştur [71].

Emire Ülkü Parmakoğlu ve arkadaşlarının yaptığı tekstil endüstrisinden katı atıkların aktif karbon üretimiyle adsorban olarak değerlendirilmesi hakkında çalışma yapmıştır. Bu çalışmada, katı tekstil atıklarının aktif karbona geri dönüşümü ve bu aktif karbonların renk giderme potansiyel kullanımı araştırılmıştır. Pamuk ve pamuk/poliester karışımı kumaş atıkları ile tekstil atık su arıtma çamuru, katı tekstil atıkları olarak seçilmiştir. Kumaş atıkları ve tekstil endüstrisindeki çamurdan büyük yüzey alanına ve zengin gözenek yapısına sahip aktif karbon hazırlamak için düşük sıcaklık karbonizasyonu ve ZnCl_2 ile kimyasal aktivasyon içeren iki aşamalı bir yöntem uygulanmıştır. Aktif karbon verimleri %28–34 arasında bulunmuştur. Pamuk tekstil atıkları bazlı aktif karbonların en yüksek yüzey alanına ($\sim 1380 \text{ m}^2/\text{g}$) sahip olduğu, bunu pamuk/poliester ve atık su arıtma çamuru bazlı aktif karbonların izlediği tespit edilmiştir. Atık su arıtma çamuru bazlı aktif karbonlar, daha yüksek mezoporoziteye sahip olabileceği için en yüksek boya adsorpsiyon kapasitesine ($161,29 \text{ mg/g}$) sahip olmuştur. Elde edilen sonuçlar, iki aşamalı süreçle üretilen tekstil atığı bazlı aktif karbonlar üzerine reaktif boyanın adsorpsiyonunun olumlu olduğunu göstermiştir [72].

3.MATERYAL VE YÖNTEM

3.1.Materyal

3.1.1.Kullanılan hammadde

Bu tez çalışması kapsamında hammadde olarak Malatya ilinde faaliyetlerini yürüten Çalık Denim Tekstil Sanayi A.Ş.'nin kumaş üretim süreçlerinde ortaya çıkan tekstil atıkları kullanılmıştır. Aktif karbon üretmek amacıyla hammadde olarak tekstil atıkları grubu içerisinde yer alan % 98,5 Pamuk ve % 1,5 Elastan kompozisyonuna sahip parça bez denim (PBD) dokuma kumaş, % 100 pamuk esaslı haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) ve % 80 pamuk ve %20 polyester içerikli siyah iplik üstüğüleri (SUI) kullanılmıştır.



(a)

(b)

(c)

Şekil 3.1 : (a) Siyah iplik üstüğüleri (SUI) hammaddesine ait görüntü
(b) Parça bez denim (PBD) hammaddesine ait görüntü
(c) Haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) hammaddesine ait görüntü.

3.1.2.Kimyasal maddeler

Potasyum hidroksit kimyasal aktivasyon yönteminde kullanılan kimyasal bir maddedir. Tez çalışmasında kullanılan kimyasal maddeler Çizelge.3.1’de gösterilmiştir.

Çizelge 3.1 : Kullanılan kimyasal maddeler

Kimyasal Adı	Formülü	Firma Adı	Ürün No
Potasyum Hidroksit	KOH	Merck	M1466759230
Gümüş nitrat	AgNO ₃	Merck	M1385321869

3.1.3.Cihazlar

Aktif karbon üretiminde ve adsorbsiyon işlemlerinde gerekli olan cihazlar Çizelge 3.2’de yer almaktadır.

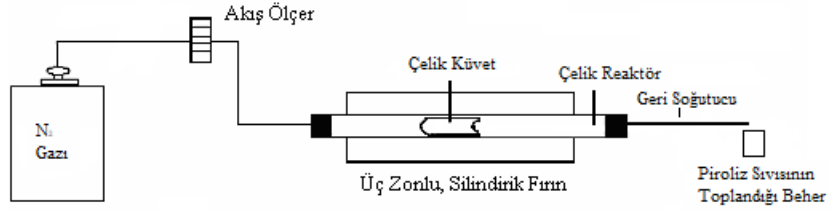
Çizelge 3.2 : Cihazlar ve kullanım amaçları

Cihazlar	Kullanım Amaçları
Protherm PZF 12/50/700 Model Borusal Fırın	Karbonizasyon Ve Kimyasal Aktivasyon İşlemleri
Denver Instrument Uhossos Ve Precisa 3100 C Terazı	Numune Tartımları
Nüve PN500	Kurutma İşlemleri
Proterm Furnace	Kül Analizleri
Micromeritics Marka Tristar II Plus	BET Analizi
Rigaku RadB-DMAX II	XRD Analizi
Perkin Elmer 100 FT-IR Spektrofotometre	FT-IR Analizleri
IKA- WERKE	Karıştırıcı
Leo EV040 Marka Taramalı Elektron Mikroskobu	SEM Analizi
LECO CHNS 932	Elementel Analiz

3.2.Yöntem

3.2.1. Aktif karbon sentezleri

Temin edilen bu hammaddeler (PBD, HÜD, SUI) hiçbir işleme tabi tutulmaksızın direk olarak kullanılmıştır. Karbonizasyon işlemi için hammaddeler çelik küvetlere konulmuştur ve çelik reaktörlere yerleştirilerek üç zonlu silindir fırın vasıtasıyla ısı işleme tabi tutulmuştur. Bu ısı işlemler 500°C olarak yapılmıştır. Sistemdeki inert atmosfer N₂ gazı ile sağlanmış ve her bir numune için akış hızı 100 ml/dk olarak ayarlanmıştır. Fırın 10°C/dk ısıtma hızıyla son sıcaklıklara çıkarıldı ve bu sıcaklıklarda 1 saat kalarak tekrar soğutulmuştur. Fırın 24 saat sonra açılarak içerisindeki katı ürün alınmıştır. Karbonizasyon işleminin yapıldığı deney düzeneği şekil 3.1’de verilmiştir.



Şekil 3.2 : Karbonizasyon ve aktivasyon işleminin yapıldığı deney düzeneği

Tekstil atıklarının piroliz işlemi için kullanılan üç zonlu fırına ait görsel Şekil 3.x’de verilmiştir.



Şekil 3.3 : Karbonizasyon işleminde kullanılan üç zonlu fırın

Karbonizasyon işlemi sonucunda elde edilen karbonize ürünler aktivasyon işlemi için kullanılmıştır. Bu örnekler karbonizasyondan çıktığı gibi hiçbir işleme başvurulmadan aktivasyon işlemi gerçekleştirildi. 500 derecedeki karbonize edilmiş ürün KOH ile ağırlıkça 1:1, 1:2 ve 1:3 olacak şekilde (1 birim karbonize malzeme, 3 birim KOH) saf su ile impregnasyon yapılarak 800°C sıcaklıkta etüvde muamele edilmiştir. Fırın oda sıcaklığına soğutulduktan sonra alınan numune üzerine saf su ile AgNO_3 kullanılarak Klor iyonu kalmayınca kadar yıkanmıştır. 100°C de kurutulan örnekler öğütülerek plastik kaplarda analizler için saklanmıştır.

3.2.2. Verim hesapları

Karbonizasyon işlemi sonucunda ürünler katı, sıvı ve gaz olarak elde edilebilir. Katı ürün verimi, karbonizasyon işlemi ile elde edilen katı maddenin miktarının toplam madde miktarına oranıdır. Sıvı ürün verimi, karbonizasyon işlemi ile elde edilen sıvı maddenin miktarının toplam madde miktarına oranıdır. Gaz ürün verimi ise piroliz işlemi ile elde edilen gaz maddenin miktarının toplam maddenin miktarına oranıdır. Karbonizasyon işlemleri sonucunda elde edilen katı ürünler tartılmıştır. Gaz ürün miktarı ise kütle denkliğinden hesaplanmıştır. Katı, sıvı ve gaz ürün verimleri eşitlik 3.1-3.3 ile hesaplanmıştır.

$$\text{Katı (Char)Verimi (Ağırlıkça\%)} = \frac{\text{Karbonize katı miktarı (g)}}{\text{Toplam biyokütle miktarı (g)}} * 100 \quad (3.1)$$

$$\text{Toplam Sıvı ve Gaz Verimi (Ağırlıkça\%)} = 100 - \text{Katı (Char)Verimi} \quad (3.2)$$

$$\text{Toplam dönüşüm oranı:} \frac{\text{Toplam biyokütle miktarı (g)} - \text{Katı miktarı (g)}}{\text{Toplam örnek miktarı (g)}} * 100 \quad (3.3)$$

3.2.3. Aktif karbonların kül analizleri

Sentezlenen aktif karbonlardan 1 gram alınarak porselen krozelere konuldu. Kül fırını 650°C’de 3 saat boyunca yakılarak tamamının kül haline gelmesi sağlandı. Daha sonra porselen krozelere oda sıcaklığında soğutularak hassas terazide tartıldı ve sonuç aşağıdaki denklem ile hesaplandı.

$$K = \frac{D-M}{C-M} \times 100 \quad (3.4)$$

Burada;

K= Toplam kül yüzdesi (%)

M= Kroze kütlesi (g)

C= Numune ile birlikte kroze kütlesi (g)

D= Kül ile birlikte kroze kütlesi (g)

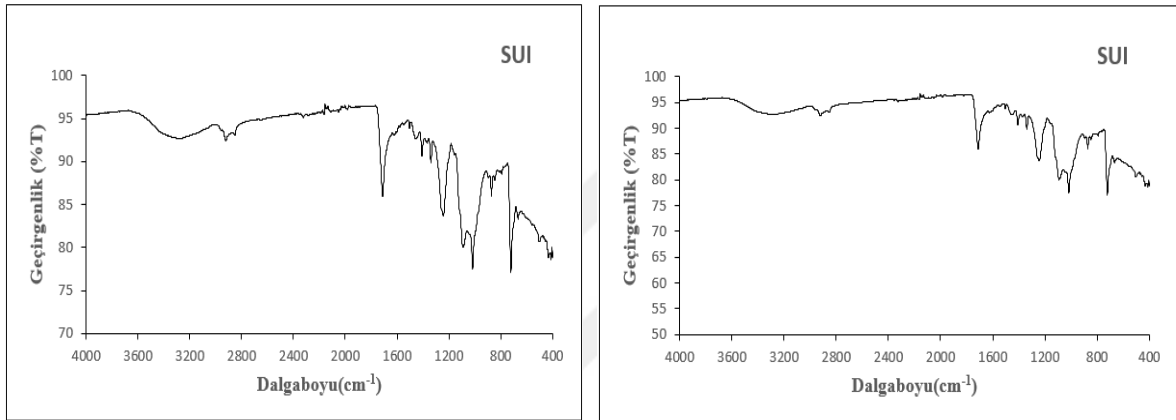
3.2.4. Aktif karbon analizleri

Sentezleme sonucunda elde edilen aktif karbonlar agat havanda iyice öğütülerek analiz için hazırlanmıştır. Öğütülen aktif karbonlar Leo EV040 marka taramalı elektron mikroskobu ile SEM örnekleri, Rigaku RadB-DMAX II bilgisayar kontrollü X-ışını diffraktometresi ile XRD örnekleri, Micromeritics marka Tristar II Plus ile BET sonuçları, CHNS-932 (LECO) elementel analiz cihazı ile de element analizleri yapılmıştır.

4. ARAŞTIRMA VE BULGULAR

4.1.Hammadde Analizleri

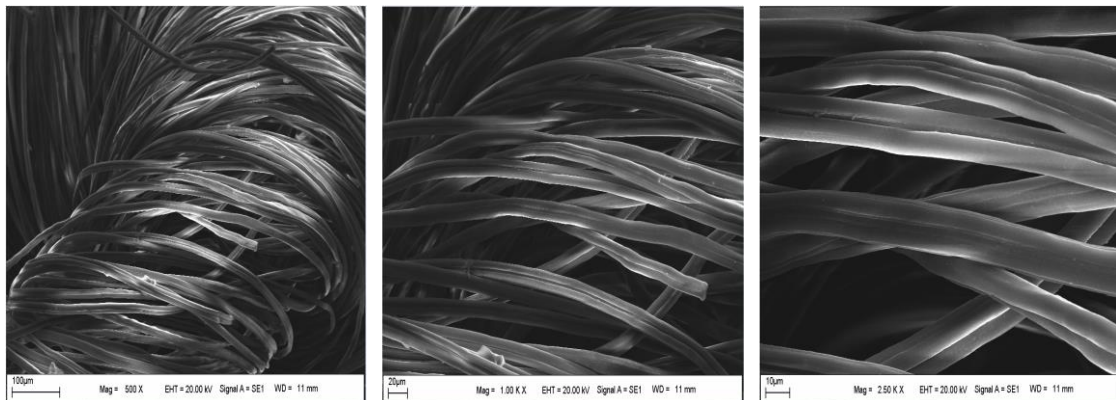
Hammadde olarak parça bez denim (PBD) dokuma kumaş, haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) ve siyah iplik üstüpleri (SUI) kullanılmıştır. Hammaddelere SEM, elementel analiz ve kül analizi yapılmıştır. Siyah iplik üstüpleri (SUI) % 80 Pamuk ve %20 Polyester kompozisyonuna sahip tekstil atıklarıdır. Siyah iplik üstüğü numunesine FT-IR, SEM ve element analiz yöntemleri ile analizler yapılmıştır. Siyah iplik üstüğü'nün FT-IR görüntüleri şekil 4.1'de verilmiştir.



Şekil 4.1 : Siyah iplik üstüğü hammaddesine ait farklı FT-IR spektrumları.

3200-3600 cm^{-1} bandında hidroksil gruplarına ait geniş bir bant görülürken 1000 cm^{-1} bandında C-O ve C-O-C titreşimlerine ait pik görülmektedir. 1710–1730 cm^{-1} bandında görülen pik polyestere ait karakteristik bir bant olup C=O gerilemesini göstermektedir.

Siyah iplik üstüğü'nün SEM görüntüleri şekil 4.2'de verilmiştir.



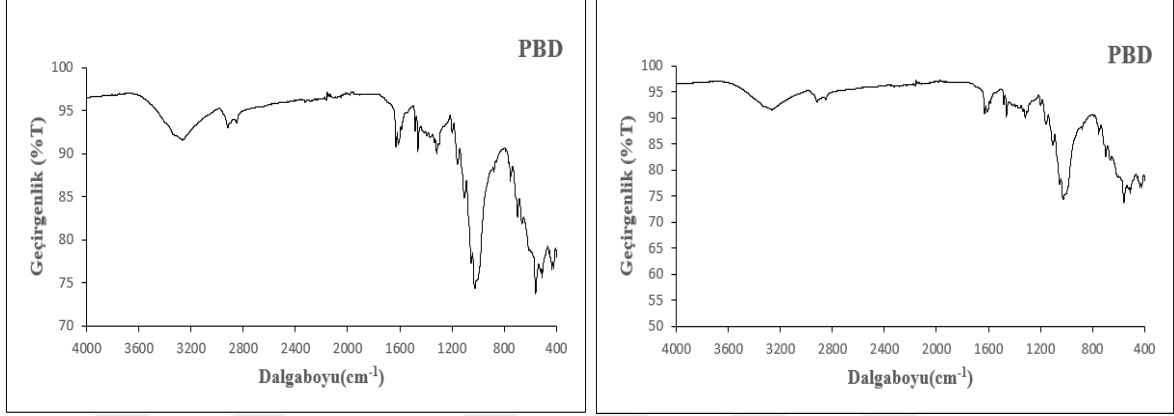
500X

1.00KX

2.50KX

Şekil 4.2 : Siyah iplik üstüğü (SUI) SEM görüntüleri.

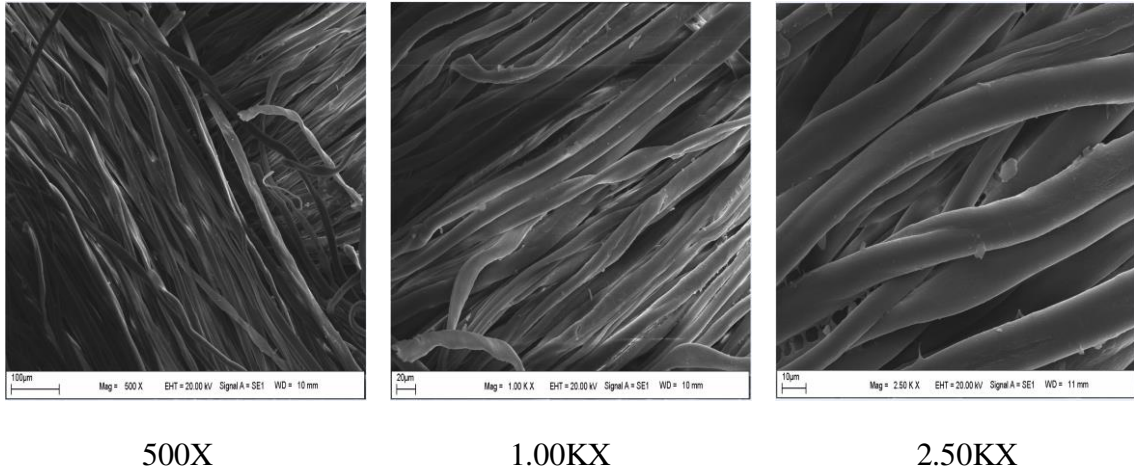
Her üç görüntüden söz konusu numunenin oldukça homojen kalınlıkta fiber yapısına sahip olduğu görülmüştür. Parça bez denim (PBD) % 98,5 Pamuk ve % 1,5 Elastan kompozisyonuna sahip tekstil atıklarıdır. Parça bez denim (PBD) numunesine FT-IR, SEM ve element analiz yöntemleri ile analizler yapılmıştır.



Şekil 4.3 : Parça bez denim hammaddesine ait farklı FT-IR spektrumları.

3200-3600 cm^{-1} bandında hidroksil gruplarına ait geniş bir bant görülürken 1000 cm^{-1} bandında C-O ve C-O-C titreşimlerine ait pik görülmektedir. 1530–1550 cm^{-1} bandında görülen pik elastanda bulunan poliüretandan kaynaklanmaktadır.

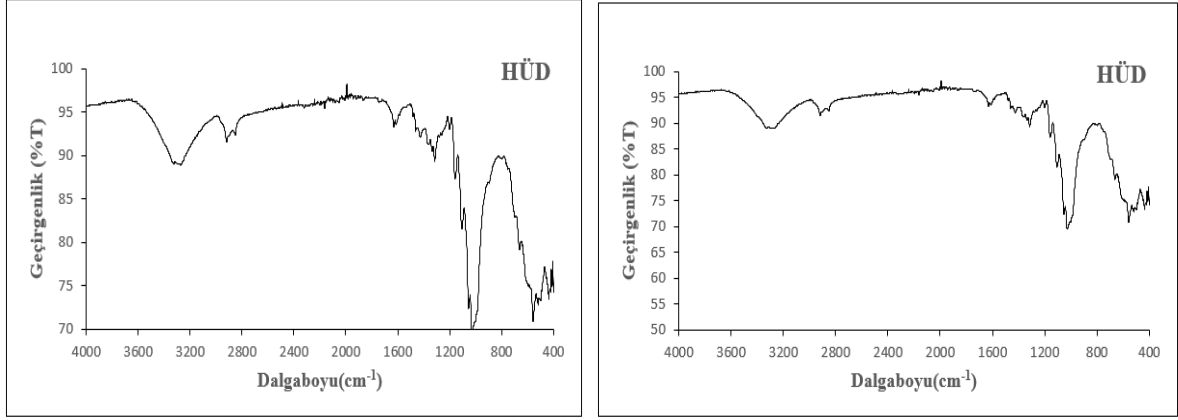
Parça bez denim'in SEM görüntüleri şekil 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.4 : Parça bez denim (PBD) atıkları SEM görüntüleri.

Parça bez denim (PBD), Siyah iplik üstüpleri (SUI) ile benzer görüntüde ancak fiber çapı daha büyüktür.

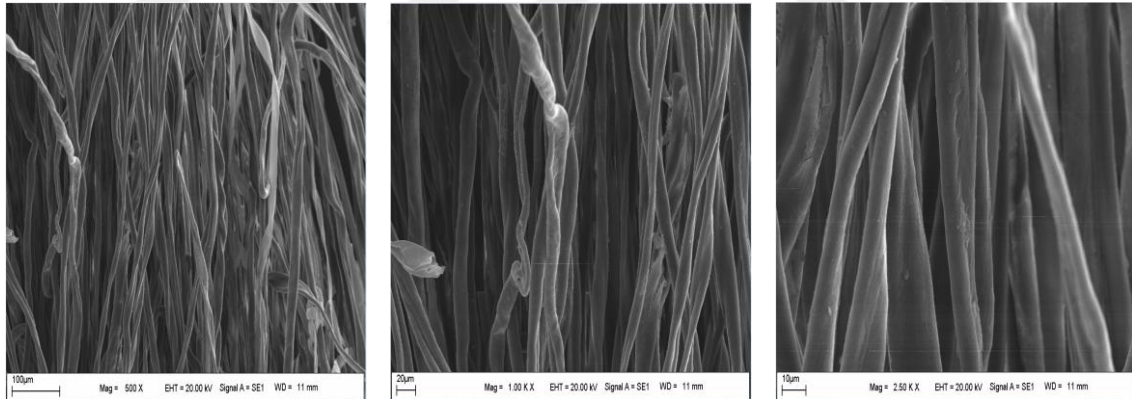
Haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) % 100 Pamuk kompozisyonuna sahip tekstil atıkları olup, haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) numunesine FT-IR, SEM ve element analiz yöntemleri ile analizler yapılmıştır.



Şekil 4.5 : Haşılı çözgü üstüğü denim hammaddesine ait farklı FT-IR spektrumları.

3200-3600 cm^{-1} bandında hidroksil gruplarına ait geniş bir bant görülürken 1000 cm^{-1} bandında C-O ve C-O-C titreşimlerine ait pik görülmektedir. Tipik doğal lif karakteri sergilemektedir.

Haşılı çözgü üstüğü denim'in SEM görüntüleri şekil 4.6'te verilmiştir.



500X

1.00KX

2.50KX

Şekil 4.6 : Haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) atıkları SEM görüntüleri.

Haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) numuneleri %100 pamuk olduğu için içerisinde polimer bulunmamaktadır bu nedenle fiberlerin çaplarında farklılık açıkça görülmektedir.

Karbonizasyon işleminde hammadde olarak kullanılacak olan siyah iplik üstüğüleri (SUI) , parça bez denim (PBD), haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) tekstil atıklarının elementel analiz sonuçları Çizelgede 4.1'te yer almaktadır.

Çizelge 4.1: Hammadde elementel analiz bulguları (orijinal temel).

Atık İsmi	Numune Kodu	%C	%H	%N	%S	%O*
Siyah İplik Üstüğü (%80 Pamuk ve %20 Polyester)	SUI	49,84	6,48	0,23	0,06	43,39
Haşılı Çözüğü Üstüğü Denim (%100 Pamuk)	HÜD	43,12	6,32	0,14	0,06	50,36
Parça Bez Denim (%98,5 Pamuk ve %1,5 Elastan)	PBD	43,95	5,97	0,23	0,01	49,84

*Farktan hesaplanmıştır.

Çizelge 4.1’de hammaddelerin elementel analizi sonucunda karbon yüzdelерinin 43,95 - 49,84 arasında değıştiğı görölmüşür. Oksijen oranları ise %50,36-43,39 arasında değışmektedir. İçerisinde PES (Polyester) bulunan SUI numunelerinde C oranı yüksektir. Karboksil grubu ve hidroksil grupları bulunmaktadır. Kükürt ise numunelerden kullanılmış olan boya gruplarından gelmektedir. HÜD örneğinde oksijenin yüksek olması örneğin %100 Pamuk elyafından oluşmasından kaynaklıdır.

650 °C (%) ve 850 °C (%) sıcaklıkta yapılmış olan hammaddeye ait kül analizleri Çizelge 4.2’ de verilmiştir.

Çizelge 4.2 : Ham maddeye ait kül analizleri.

Hammadde Kodları	Hammadde tanımları	Kül Ağırlıkça (%) 650 °C	Kül Ağırlıkça (%) 850 °C
Siyah İplik Üstüğü	SUI	0,30	0,17
Haşılı Çözüğü Üstüğü Denim	HÜD	0,71	0,34
Parça Bez Denim	PBD	0,50	0,31

Her üç numunenin bileşimi incelendiğinde kül analizleri bileşenleri doğrular niteliktedir. HÜD örneğinde en yüksek, SUI örneğinde ise en düşük olarak görölmüşür.

Karbonize Tekstil katısı ve toplam yanabilen değerlere ait çizelge 4.3’te verilmiştir.

Çizelge 4.3 : Karbonize tekstil katısı ve toplam yanabilen değerler.

Karbonize Numune Kodu	Karbonize Tekstil Katısı (m/m%)	Kondense edilebilen sıvı+gaz bileşimi (m/m%)	Karbonize Katı Üst Isıl Değer (cal/g)
CD5	20,28	79,72	7832,34
CD17	20,52	79,48	7418,63
CD25	19,46	80,54	7343,85

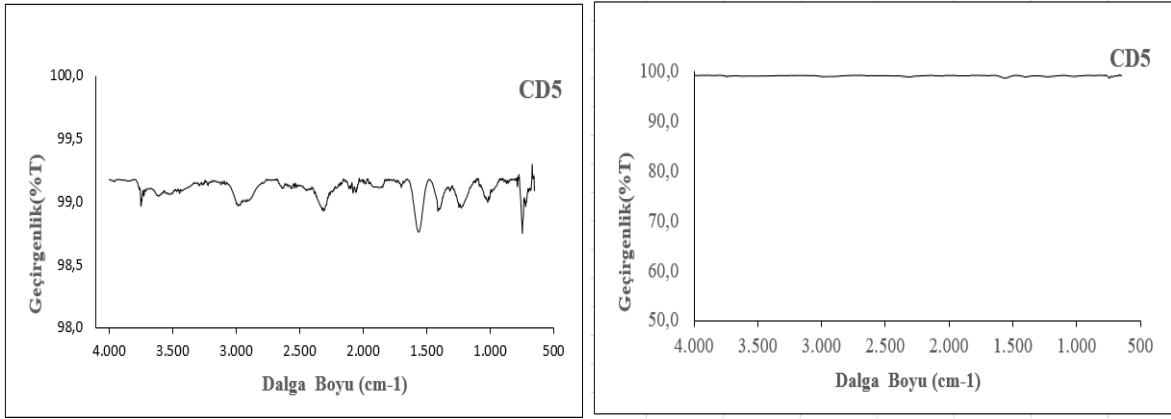
Tekstil atıklarının karbonizasyonu sonucunda katı ürün verimi yaklaşık %19,46–20,52 aralığında gerçekleşmiştir. CD5, CD17 ve CD25 numuneleri arasında karbonize katı verimleri birbirine oldukça yakın olup, en yüksek katı verimi %20,52 ile CD17, en düşük katı verimi ise %19,46 ile CD25 numunesinde elde edilmiştir. Bu durum, kullanılan tekstil atıklarının lif bileşimi ve organik içeriklerinin karbonizasyon davranışı üzerinde etkili olduğunu göstermektedir. Karbonize katıların üst ısıl değerleri incelendiğinde, tüm numunelerin yüksek enerji içeriğine sahip olduğu görülmektedir.

4.2.Karbonize İşlemi

Tekstil işletmesinden alınan atıklar hiçbir ön işleme tabi tutulmadan kullanılmıştır. Bu atıklar öncelikle piroliz işlemine tabi tutularak elde edilen katı char üzerinden aktif karbon sentezine gidilmiştir. Tekstil atıklarının piroliz işlemi için üç zonlu fırın kullanılmıştır. Bu fırında mevcut olan çelik reaktör içerisine çelik küvet yardımıyla atıklar tek başına belirli miktarlarda tartılıp 10 °C/dk ısıtma hızında, 500 °C maksimum sıcaklıkta 1 saat süresince tutularak inert atmosferde (100 ml/dk azot gazı) karbonizasyon (piroliz) işlemine tâbi tutulmuştur.

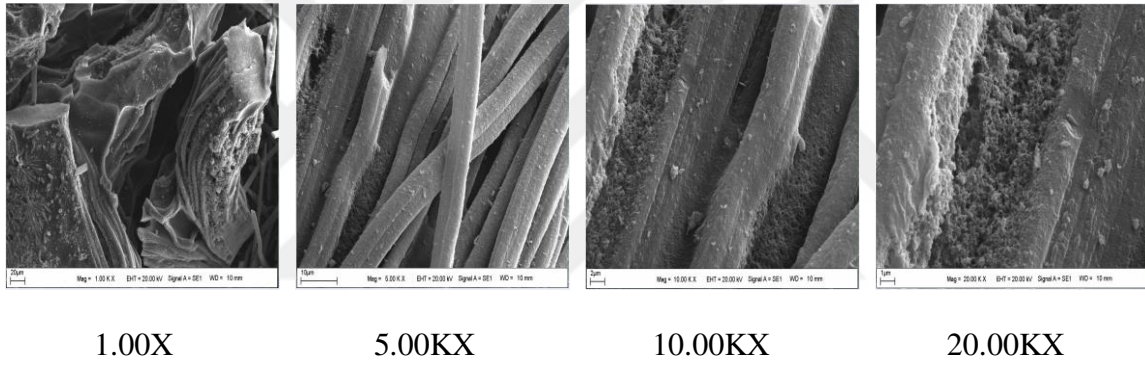
4.2.1.Siyah iplik üstüğü atıklarından elde edilen karbonize katı (CD5) analiz ve sonuçları

Siyah iplik üstüğü karbonize katı (CD5) FT-IR, XRD ve SEM yöntemleriyle analiz edilmiş ve içeriği hakkında veriler toplanmıştır. Siyah iplik üstüğü karbonize katı'nın FT-IR spektrumu şekil 4.7'te verilmiştir. Siyah iplik üstüğü polyester içerikli olduğu için en düşük Oksijen yüzdesine sahiptir. Haşılı çözgü üstüğü %100 pamuk elyafından oluşmaktadır. Bu nedenle en fazla oksijen yüzdesine sahiptir. Azot elementi kullanılan boyalar ve pamuk elyafının kendisinden gelirken kükürt elementi de tekstil yüzeyinde kullanılan boyalardan gelmektedir.



Şekil 4.7 : CD5 siyah iplik üstüğü karbonize katı ürününün farklı FT-IR spektrumları.

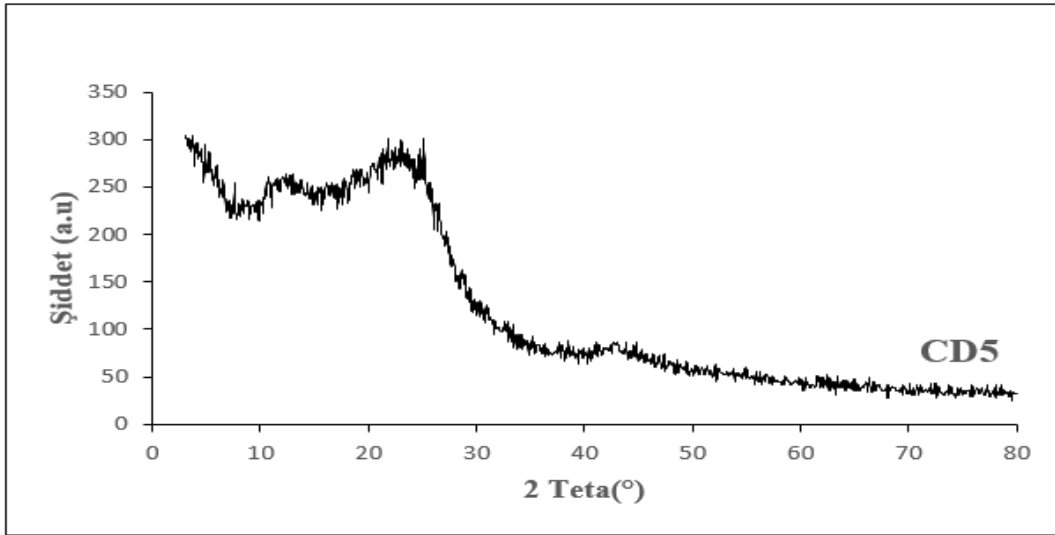
Şekil 4.8’de siyah iplik üstüğü hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (CD5) ait SEM analizi görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.8 : CD5 500 °C Karbonize sıcaklık, SEM görüntüleri.

Şekil 4.8’de fiber yapının büyük oranda korunduğu, yüksek büyütmede karbonizasyon sonucu küçük parçacıklar şeklinde yapıda parçacıkların ayrıldığı görülmektedir. Özellikle 20.00 KX büyütmede pamuk ve polyesterin bozunma sıcaklıklarının farklı olmasından dolayı deformasyona uğradığı açıkça görülmektedir.

Şekil 4.9’da siyah iplik üstüğü hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (CD5) ait XRD analizi verilmiştir.

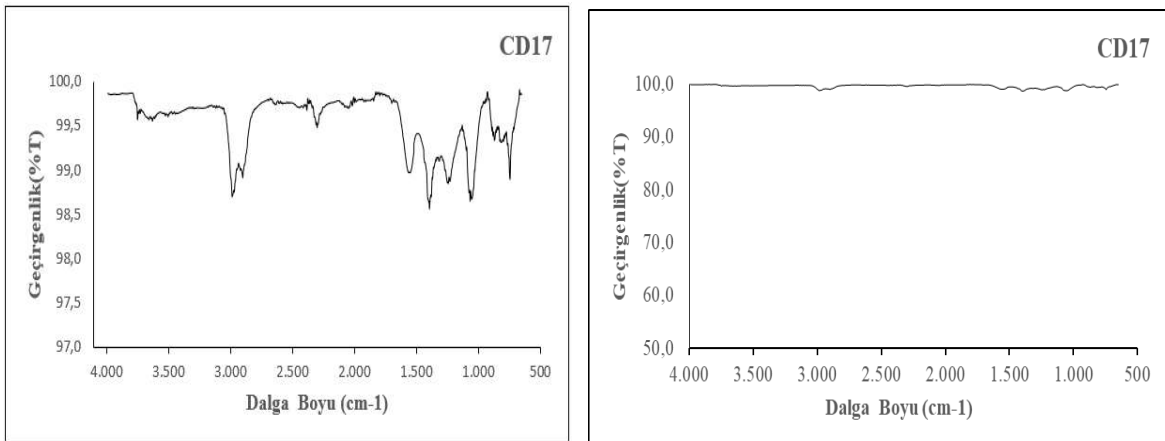


Şekil 4.9 : CD5 numunesine ait XRD grafiği.

Şekil 4.9’da verilen XRD grafikleri incelendiğinde 13, 23 ve 43 2θ değerlerinde üç farklı amorf birimlere ait pik görülmektedir. CD5 numunesinde 23 2θ ’da bulunan pik daha büyük 43 2θ ’da grafenik yapılara ait pik açıkça görülmektedir. CD17 ve CD25 numunesinde 13 2θ ’da yer alan pik daha şiddetli olarak görülmüştür. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. Krisatil birimler boya yapısındaki inorganik bileşenlerden kaynaklanmaktadır. Polyester yapı düzenlenmesinde daha amorf davranmıştır.

4.2.2.Parça bez denim atıklarından elde edilen karbonize katı (CD17) analiz ve sonuçları

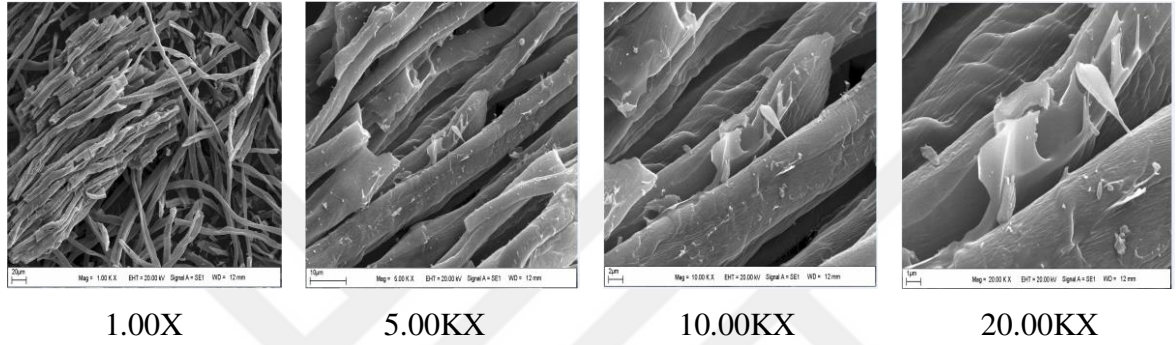
Parça bez denim karbonize katı (CD17) FT-IR, XRD ve SEM yöntemleriyle analiz edilmiş ve içeriği hakkında veriler toplanmıştır. Parça bez denim karbonize katı’nın FT-IR spektrumu şekil 4.10’da verilmiştir.



Şekil 4.10 : CD17 kodlu parça bez denim karbonize katı ürününün farklı FT-IR spektrumları.

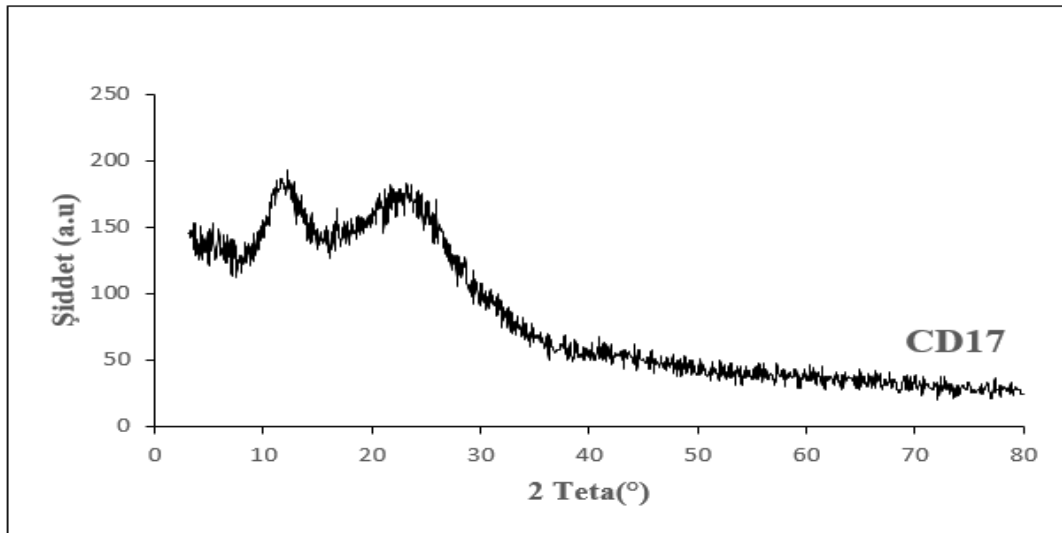
Şekil 4.10 incelendiğinde karbonize katının çok fazla fonksiyonel gruplara sahip olmadığı sağdaki spektrumdan açıkça görülmektedir. Ancak geçirgelik 97-100 aralığında verildiğinde alifatik C-H titreşimlerine ait pikler açıkça görülmektedir. Ayrıca karbonil ve C-O ile C-O-C titreşimlerine ait pikler görülmektedir. Bu durum karbonize katının grafenik ve grafitik yapıda olduğu bu düzlemlerin kenarlarında oksijen kaynaklı fonksiyonel grupların yer aldığı ifade edilebilir.

Şekil 4.11’de parça bez denim hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (C17) ait SEM analizi görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.11 : CD17 500 °C Karbonize Sıcaklık, SEM Görüntüleri.

Şekil 4.11 incelendiğinde karbonizasyon sonucu fiber yapıların büyük oranda deformasyona uğradığı, kırılmaların olduğu, yüzeyden film şeklinde yapıların ayrıldığı açıkça görülmektedir. Ancak fiber iplik yapısının tamamen bozulmaması bu yapının çok sayıda iplikçikten oluşması ile açıklanabilir. Şekil 4.12’de parça bez denim hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (CD17) ait XRD analizi verilmiştir.



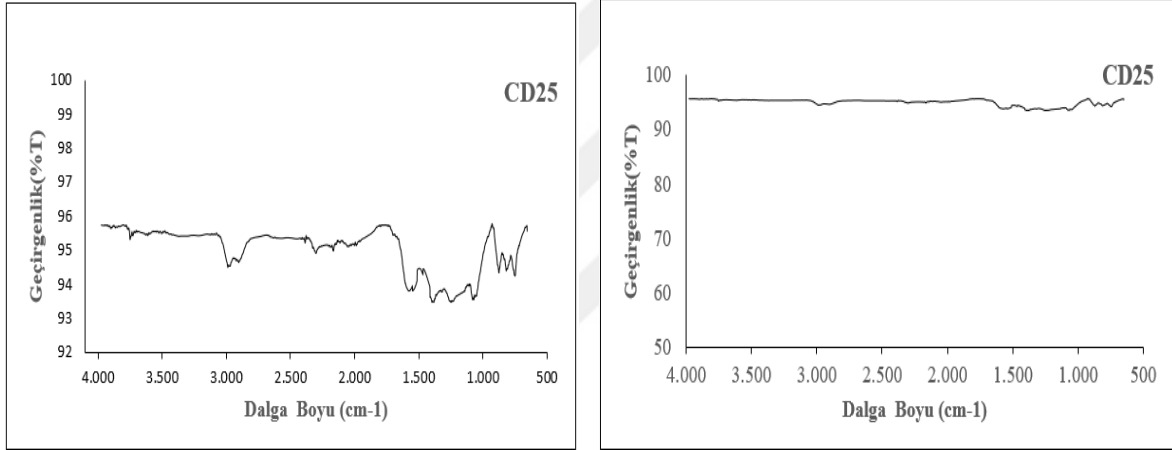
Şekil 4.12 : CD17 numunesine ait XRD grafiği.

Şekil 4.12 yapı bakımından Şekil 4.9 karbonize katısının yapısı ile benzer özelliktedir.

Şekil 4.12’de verilen XRD grafiği incelendiğinde 13, 23 ve 43 2θ değerlerinde üç farklı amorf birimlere ait pik görülmektedir. CD17 numunesinde 23 2θ ’da ve 43 2θ ’da grafenik yapılara ait pik açıkça görülmektedir. CD17 numunesinde 13 2θ ’da yer alan pik daha şiddetli olarak görülmüştür. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. Kristal birimler boya yapısındaki inorganik bileşenlerden kaynaklanmaktadır.

4.2.3. Haşılı çözgü üstüğü denim atıklarından elde edilen karbonize katı (CD25) analiz ve sonuçları

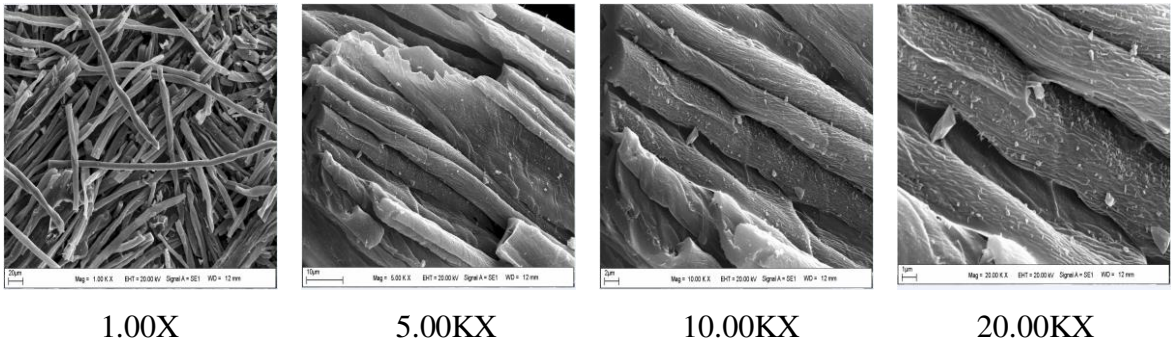
Haşılı çözgü üstüğü denim karbonize katı FT-IR, XRD, element analizi ve SEM yöntemleriyle analiz edilmiş ve içeriği hakkında veriler toplanmıştır. Haşılı çözgü üstüğü denim karbonize katı’nın (CD25) FT-IR spektrumu şekil 4.13’de verilmiştir.



Şekil 4.13 : CD25 haşılı çözgü üstüğü denim karbonize katı ürününün farklı FT-IR spektrumları.

Şekil 4.13 da verilen karbonize katısının FTIR spektrumu Şekil 4.10 ile benzerdir.

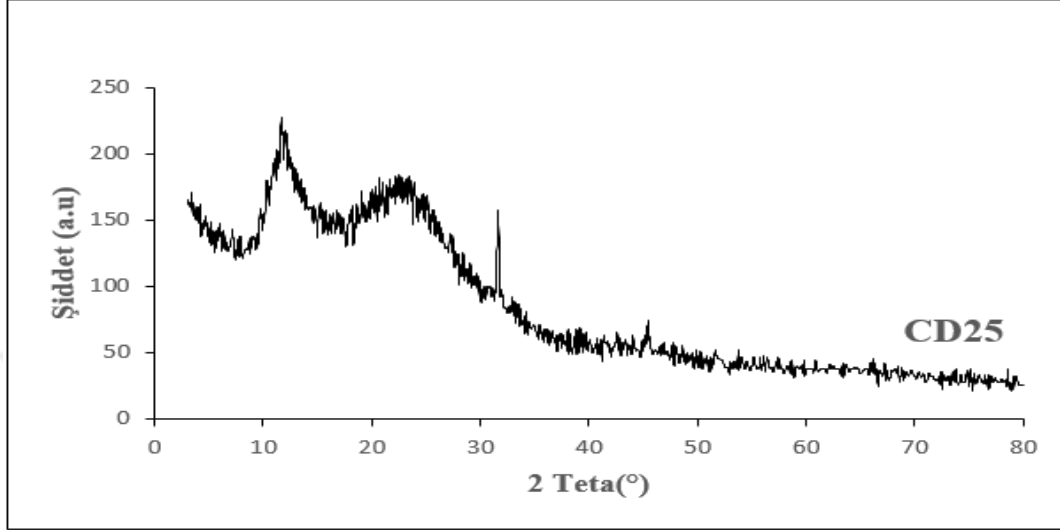
Şekil 4.14’de haşılı çözgü üstüğü denim hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (CD25) ait SEM analizi görüntüleri verilmiştir.



Şekil 4.14 : CD25 500 °C karbonize sıcaklık, SEM görüntüleri

Şekil 4.14’de verilen karbonize katı numunesine ait SEM görüntüleri Şekil 4.11 numunesi ile tamamen benzerdir.

Şekil 4.15’de Haşılılı Çözüğü Üstüğü Denim hammaddesinden elde edilen karbonize katıya (CD25) ait XRD analizi verilmiştir.



Şekil 4.15 : CD25 numunesine ait XRD grafiği.

Şekil 4.15’de yer alan CD25 numunesine ait XRD izleri şekil 4.9 ve şekil 4.12’de yer alan CD5 ve CD17 numunelerine ait XRD izleri ile büyük oranda benzer olup 31 ve 45 2 teta değerlerindeki keskin pikler boyadaki inorganik bileşenlere ait kristal piklerdir.

CD25 numunesinde 31 2θ’da saf pamuktan kaynaklanan yüksek kül içeriğinden dolayı kalsit’e ait pik görülmüştür.

4.3.Karbonize Katıdan Aktif Karbon Eldesi

Karbonize katıya uygulanan aktivasyon işleminde emdirme oranının (hammadde miktarı/ Potasyum Hidroksit miktarı) değişmesiyle yüzey alanında farklılıklar oluşurken, karbonize maddelere uygulanan aktivasyon işleminde ise sıcaklık ve emdirme oranına (karbonize madde/ Potasyum Hidroksit miktarı) bağlı olarak yüzey alanında değişiklikler meydana gelmiştir. Hammadde, karbonize katı ve karbonize katıdan elde edilen aktif karbonlara ait kül verimleri Çizelge 4.4’te verilmiştir.

Çizelge 4.4 : Karbonize katıdan AK eldesine ait deneysel koşullar ve elde edilen aktif karbonlara ait kül değerleri.

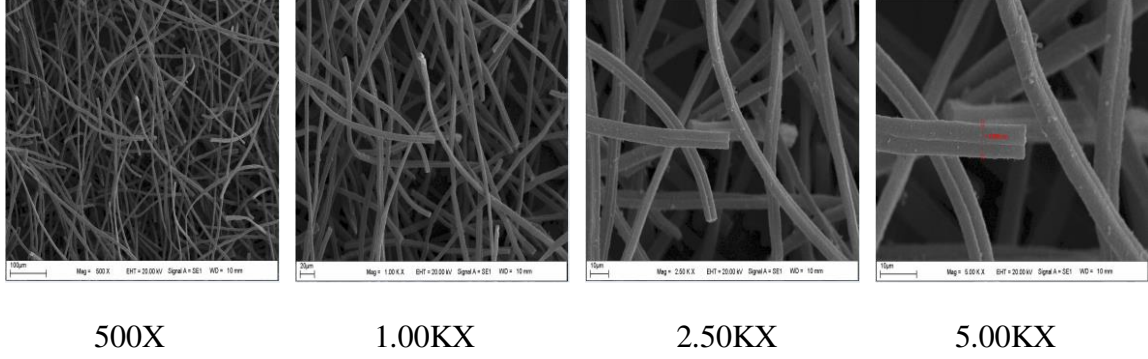
Karbonizasyon Sıcaklıkları (°C)	Isıtma Hızı (°C)/dk	Akış Hızı (ml)	Karbonize Numune Kodları	Emdirme Oranları	Aktivasyon Sıcaklıkları (°C)	Aktif Karbon Kodları	Karbonize katıya göre Aktif Karbon Verimleri (%)	Aktif Karbon verimleri (%)	Kül 650 °C (m/m %)	Kül 850 °C (m/m %)
Ham Siyah İplik Üstüptü (SUI)									0,3	0,17
Karbonize Siyah İplik Üstüptü (CD5)									1,81	1,63
500	10	100	CD5	1:1	800	CD5K1	79,78	16,18	1,22	0,75
				1:2		CD5K2	84,75	17,18	2,29	1,49
				1:3		CD5K3	88,61	17,33	0,95	0,72
Ham Parça Denim Hambez (PBD)									0,5	0,31
Karbonize Parça Denim Hambez (CD17)									2,8	1,72
500	10	100	CD17	1:1	800	CD17K1	88,08	18,08	0,61	0,36
				1:2		CD17K2	67,94	13,94	0,09	0,02
				1:3		CD17K3	64,48	13,23	0,02	0,02
Ham Haşılı Çözü Üstübü Denim (HÜD)									0,71	0,34
Karbonize Haşılı Çözü Üstübü Denim (CD25)									3,88	1,77
500	10	100	CD25	1:1	800	CD25K1	84,68	16,48	3,69	2,97
				1:2		CD25K2	79,75	15,52	5,89	5,03
				1:3		CD25K3	81,19	15,08	7,64	6,57

Her üç örneğin farklı oranlarda KOH kullanımı ile elde edilen numunelerde ham numunelere göre yükseldiği, karbonize örneklerin kül değerlerine göre ağırlıkça 1:2 oranında KOH kullanımında yükselme görülürken diğer örneklerde düşme olduğu görülmüştür. Söz konusu elyafların boyalı olmasından dolayı boyadaki inorganik element külde kalırken yüksek KOH oranında suda çözünabilir forma dönüşmesinden dolayı kül değerleri karbonize numunelere göre daha düşük çıkmıştır.

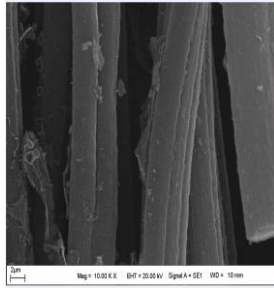
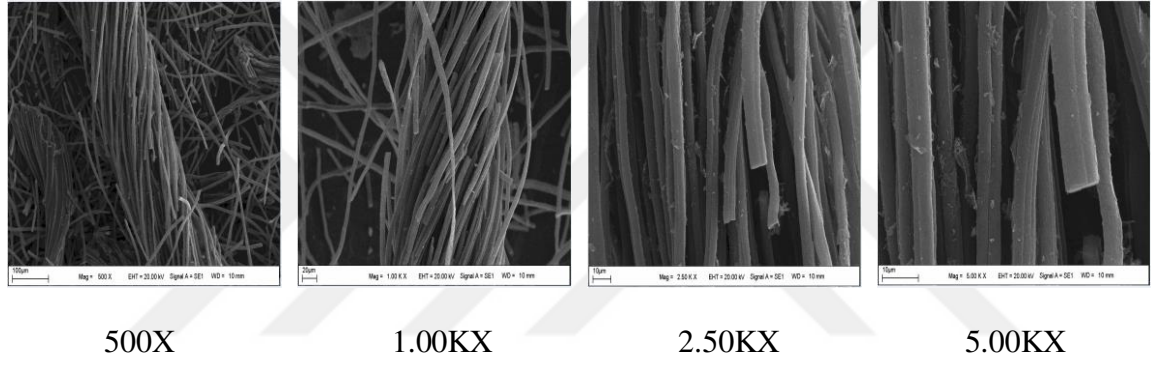
CD17 numunesinin aktif karbon örneklerinde elyafların yapısından dolayı kül değerleri özellikle karbonize numunenin kül değerlerine göre çok düşük çıkmıştır. Bu elyafların boyalı yapısının KOH ile parçalanabilir, inorganik bileşenin suda çözünabilir forma dönüştüğü şeklinde açıklayabiliriz.

CD25 numunesinin aktif karbon kül değerleri incelendiğinde; ham ve karbonize numunelere göre önemli oranda artış olduğu görülmektedir. Bunun nedeni bu örnekteki Kalsit varlığından kaynaklanmaktadır. Nitekim karbonize örneğin XRD verisinde kalsite ait pik açıkça görülmektedir ancak 800 °C’de kalsit CaO’ye dönüştüğünden aktif karbon yapısında Potasyum ile beraber farklı bir yapı oluşturarak aktif karbonun yapısında kalmıştır.

800°C’de aktivasyonu yapılmış CD5K1, CD5K2 ve CD5K3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM görüntüleri ve XRD analizleri ve elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafik ve çizelgeler görülmektedir.

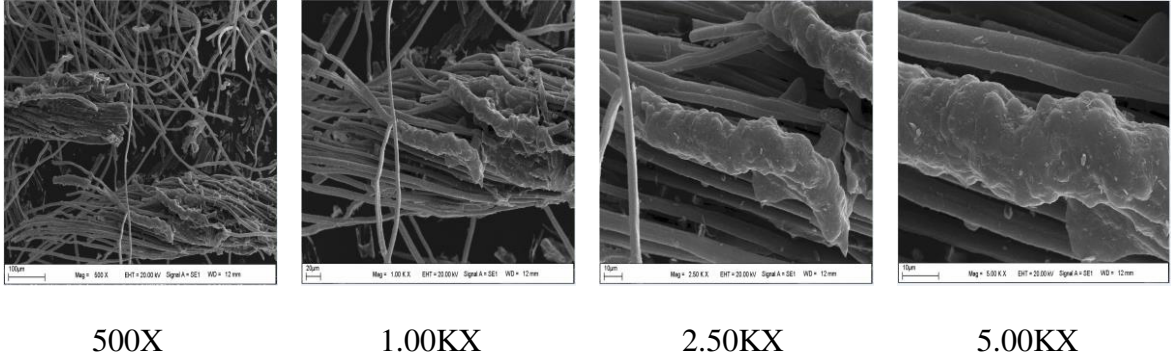


(a)



10.00KX

(b)



(c)

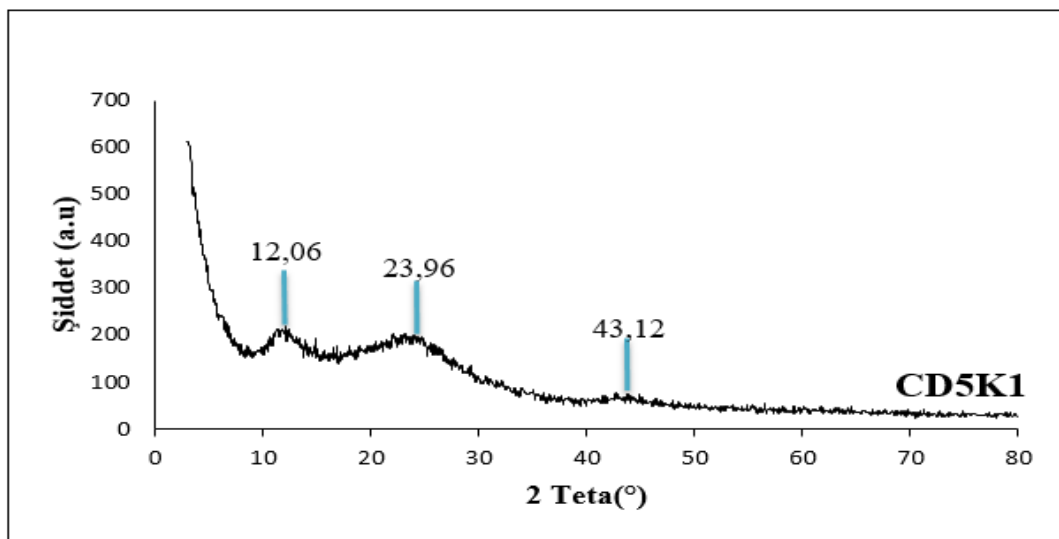
Şekil 4.16 : (a) CD5K1. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:1 emdirme oranı aktif karbon SEM görüntüleri

(b) CD5K2. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:2 emdirme oranı aktif karbon SEM görüntüleri

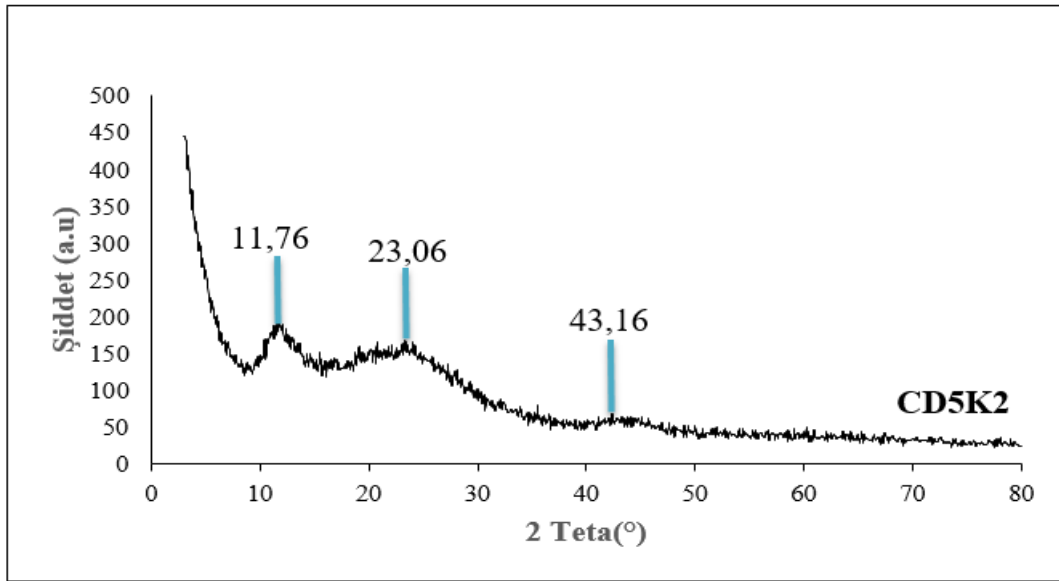
(c) CD5K3. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:3 emdirme oranı aktif karbon SEM görüntüleri.

Siyah iplik üstüğü (CD5) numunelerin bileşiminde pamuk ve polyester elyafları bulunmaktadır. Şekil 4.16 incelendiğinde KOH oranı arttıkça numunelerde bozunmaların da arttığı görülmüştür. En çok KOH kullanılan numune olan CD5K3 örneğinde 2.50KX büyütmede de görüldüğü üzere polyester elyafında bozunma olurken pamuk elyafında deformasyon olmadığı görülmüştür.

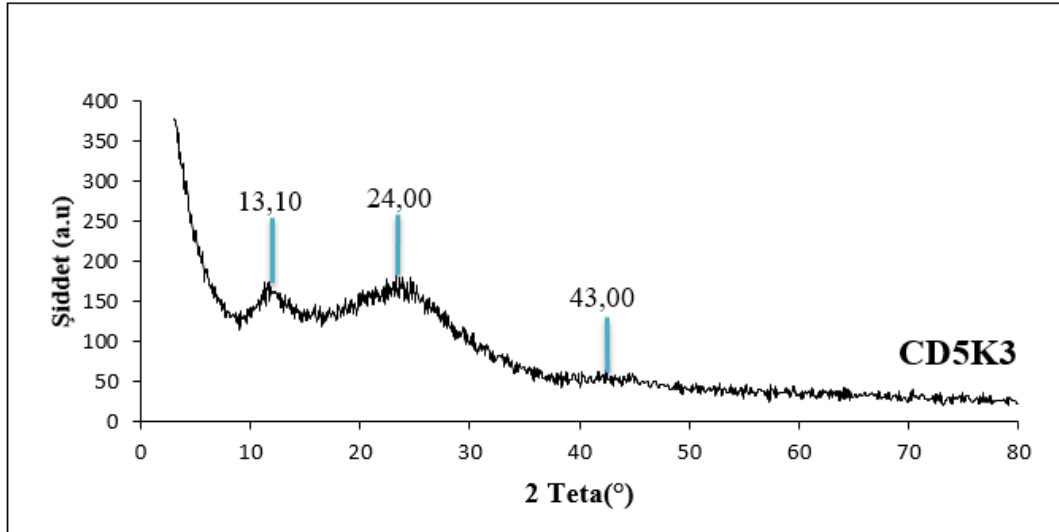
Şekil 4.17’de CD5K1, CD5K2, CD5K3 aktif karbonlarına ait XRD spektrumları verilmiştir



(a)



(b)



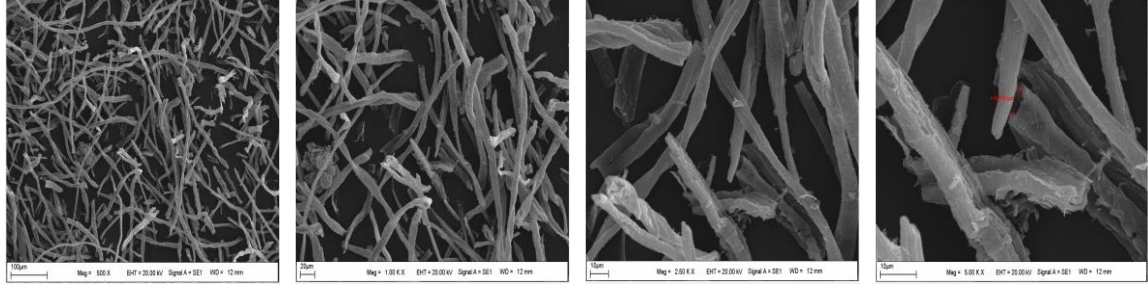
(c)

Şekil 4.17 : (a) CD5K1 aktif karbonunun XRD spektrumu
 (b) CD5K2 aktif karbonunun XRD spektrumu
 (c) CD5K3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.17’de verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD5K1 numunesinde 12,06, 23,96 ve 43,12 2θ değerlerinde, CD5K2 numunesinde 11,76, 23,06 ve 43,16 2θ değerlerinde, CD5K3 numunesinde 13,10, 24,0 ve 43,0 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. CD5 numunesinde 43 2θ ’da grafenik yapılara ait pik açıkça görülmektedir. CD5K1 numunesinde 12,06 2θ ’da yer alan pik daha şiddetli olarak

görülmüştür. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimler de mevcuttur. Krisatil birimler boya yapısındaki inorganik bileşenlerden kaynaklanmaktadır.

800 °C’de aktivasyonu yapılmış CD17K1, CD17K2 ve CD17K3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM, FT-IR ve XRD görüntüleri ve bu görüntülerden alınan kesitlerden elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafik ve çizelgeler görülmektedir.



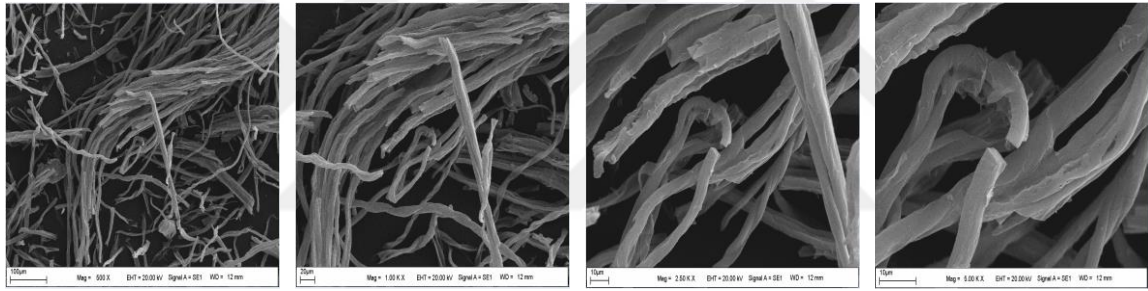
500X

1.00KX

2.50KX

5.00KX

(a)



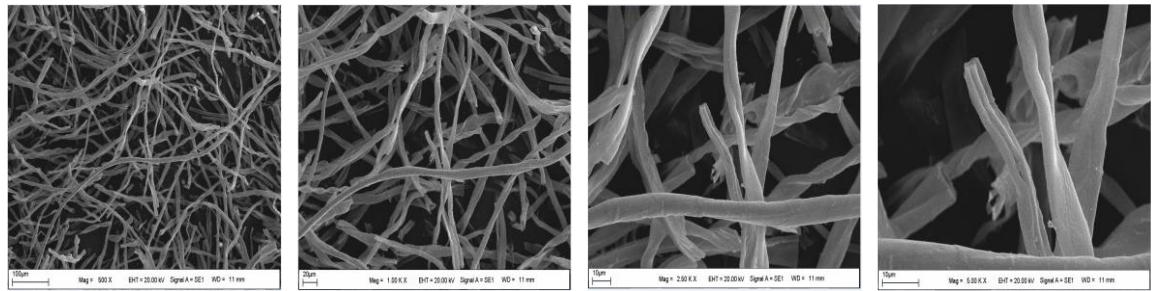
500X

1.00KX

2.50KX

5.00KX

(b)



500X

1.00KX

2.50KX

5.00KX

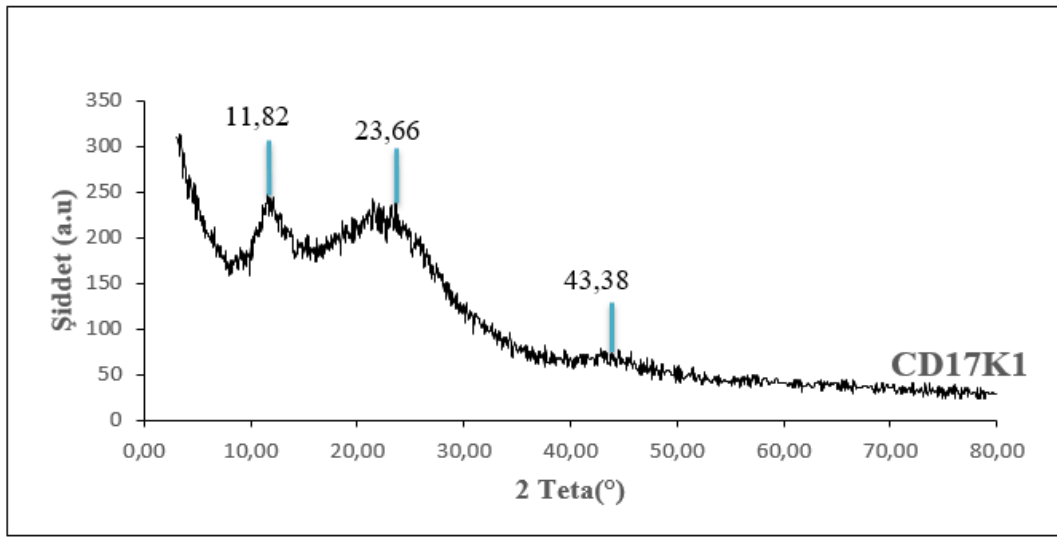
(c)

Şekil 4.18 : (a) CD17K1. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:1 emdirme oranı SEM görüntüleri
(b) CD17K2. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:2 emdirme oranı SEM görüntüleri
(c) CD17K3. 500 °C Karbonize sıcaklık,1/3 emdirme oranı SEM görüntüleri.

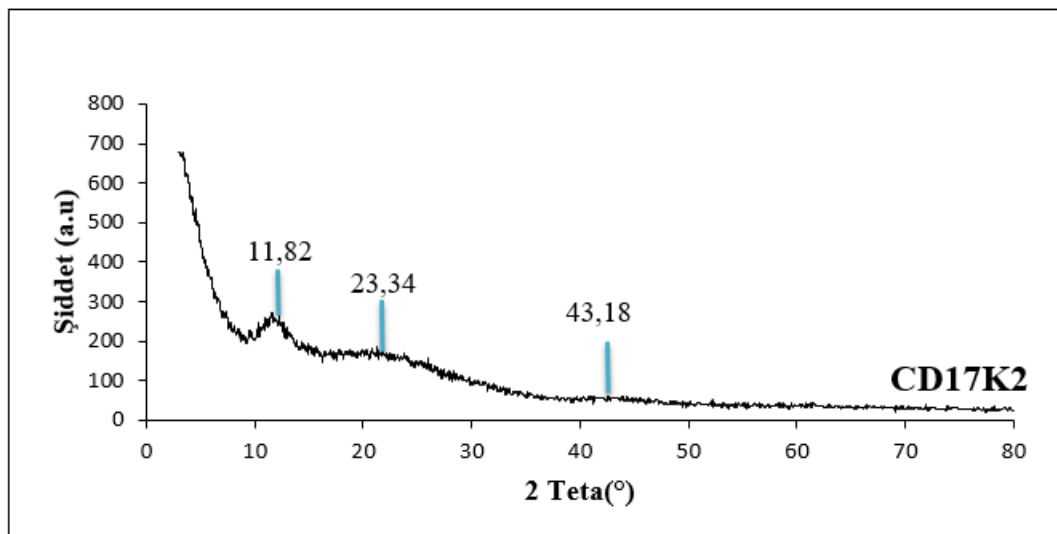
Şekil 4.18 incelendiğinde karbonize maddelerden elde edilen aktif karbon örneklerinde fiber yapıların büyük oranda deformasyona uğradığı, kırılmaların ve çatlakların olduğu, yüzeyden film şeklinde yapıların ayrıldığı açıkça görülmektedir. Ancak fiber iplik yapısının tamamen bozulmaması bu yapının çok sayıda iplikçikten oluşması ile açıklanabilir.

SEM görüntülerinde KOH oranı arttıkça elyaf yapısındaki deformasyonun arttığı görülmektedir. Özellikle ağırlıkça 1:3 oranında KOH kullanılan örnek olan CD17K3'te fiber çapının homojenliğini kaybettiği görülmektedir.

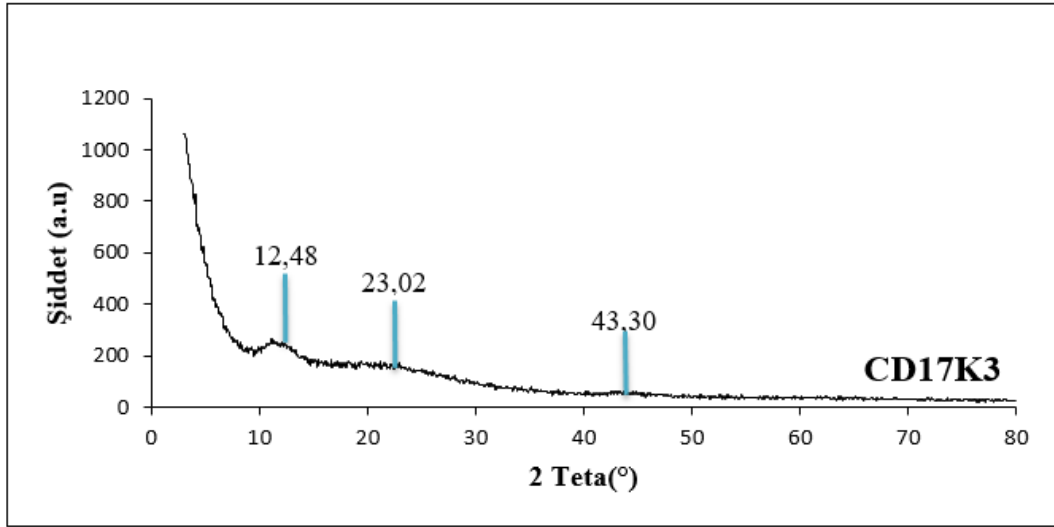
Şekil 4.19'da CD17K1, CD17K2, CD17K3 aktif karbonunlarına ait XRD spektrumları verilmiştir.



(a)



(b)



(c)

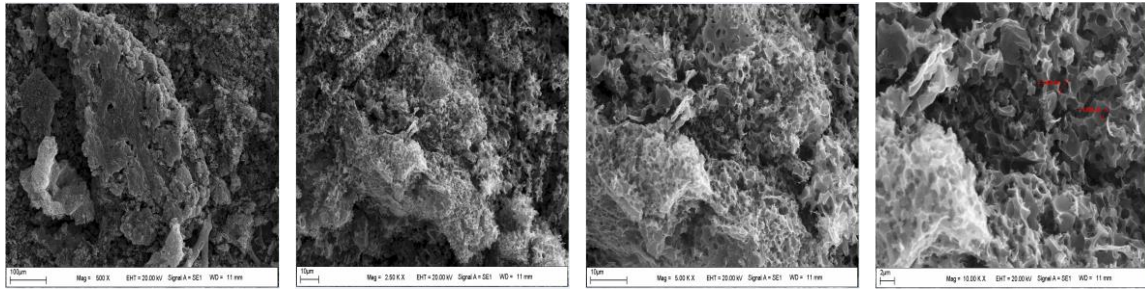
Şekil 4.19 : (a) CD17K1 aktif karbonunun XRD spektrumu

(b) CD17K2 aktif karbonunun XRD spektrumu

(c) CD17K3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.19’da verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD17K1 numunesinde 11,82, 23,06 ve 43,38 2θ değerlerinde, CD17K2 numunesinde 11,82, 23,34 ve 43,18 2θ değerlerinde, CD17K3 numunesinde 12,48, 23,02 ve 43,30 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. CD17 numunesinde 43 2θ ’da grafenik yapılara ait pik açıkça görülmektedir. CD17K1, CD17K2 ve CD17K3 numunesinde 11,82-12,48 2θ ’da yer alan piklerin daha şiddetli olarak görülmüştür. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. Krisatil birimler boya yapısındaki inorganik bileşenlerden kaynaklanmaktadır.

800 °C’de aktivasyonu yapılmış CD25K1, CD25K2 ve CD25K3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM, FT-IR ve XRD görüntüleri ve bu görüntülerden alınan kesitlerden elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafik ve çizelgeler görülmektedir.



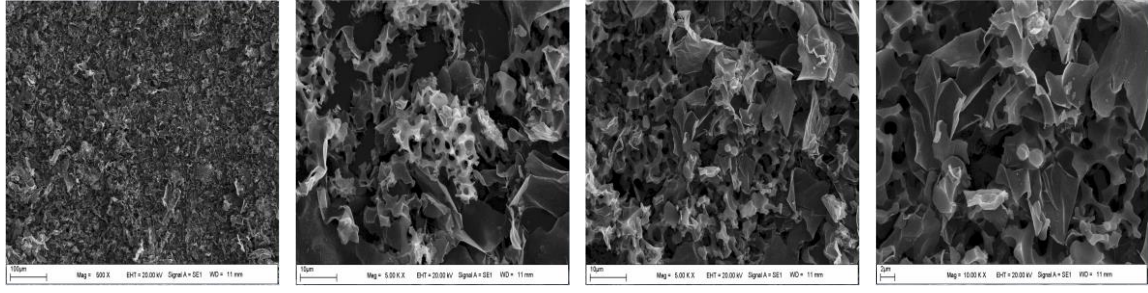
500X

2.50KX

5.00KX

10.00KX

(a)

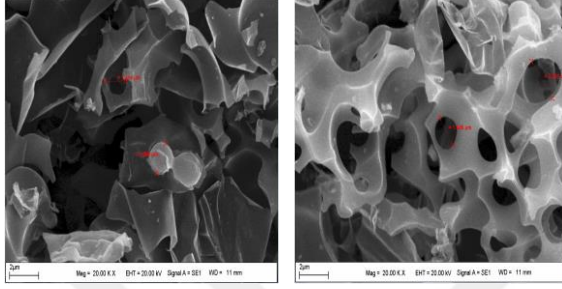


500X

500X

5.00KX

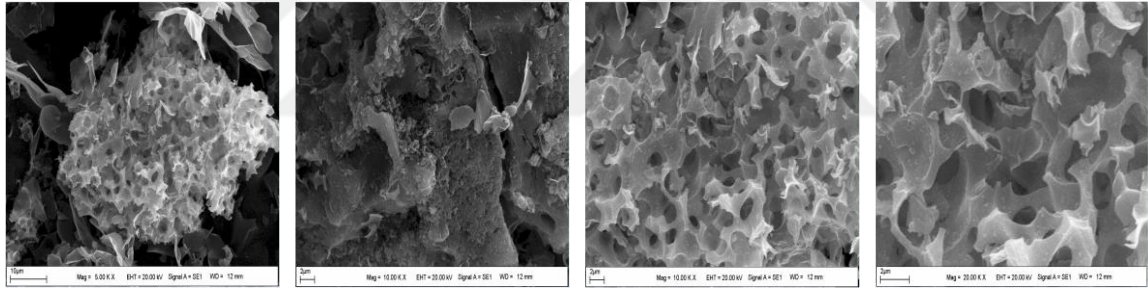
10.00KX



20.00KX

20.00KX

(b)

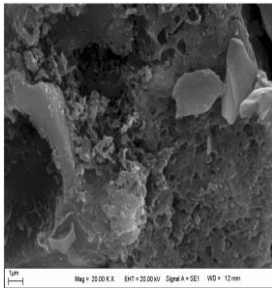


5.00KX

10.00KX

10.00KX

20.00KX



20.00KX

(c)

Şekil 4.20 : (a) CD25K1. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:1 emdirme oranı SEM görüntüleri
(b) CD25K2. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:2 emdirme oranı SEM görüntüleri
(c) CD25K3. 500 °C Karbonize sıcaklık,1:3 emdirme oranı SEM görüntüleri.

500°C 'de karbonize edilmiş haşılı çözgü üstüğü denim (CD25) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:1 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25K1 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; SEM görüntüsünde gözenek oluşumunun fazla olduğu, belirgin gözenekli ve pürüzlü alanların varlığı görülmüştür. 10.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözenekli yüzey açıkça gözlemlenmiştir.

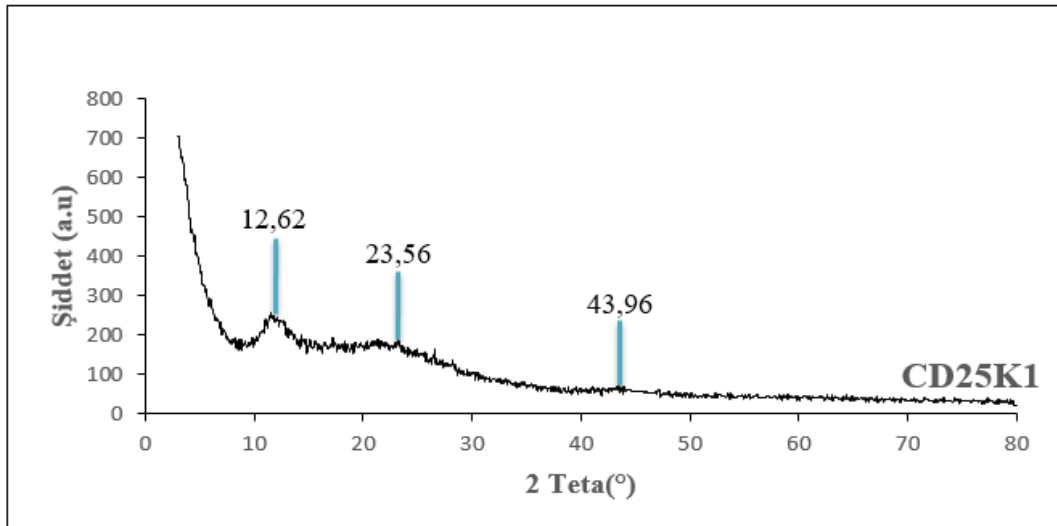
500°C 'de karbonize edilmiş haşılı çözgü üstüğü denim (CD25) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:2 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25K2 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; yaprak benzeri (flaky) yapılar görülmüştür. Bu tabakalar arasında çok sayıda gözenek ve mikro boşluk bulunmaktadır. 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözenekli yüzey gözlemlenmiştir.

500°C 'de karbonize edilmiş haşılı çözgü üstüğü denim (CD25) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:3 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25K3 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; SEM görüntüsünde gözenek oluşumunda artış olduğu, gözeneklerin düzensiz boyut ve şekillerde dağılmış olduğu görülmüştür. 10.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözenekli yüzey gözlemlenmiştir.

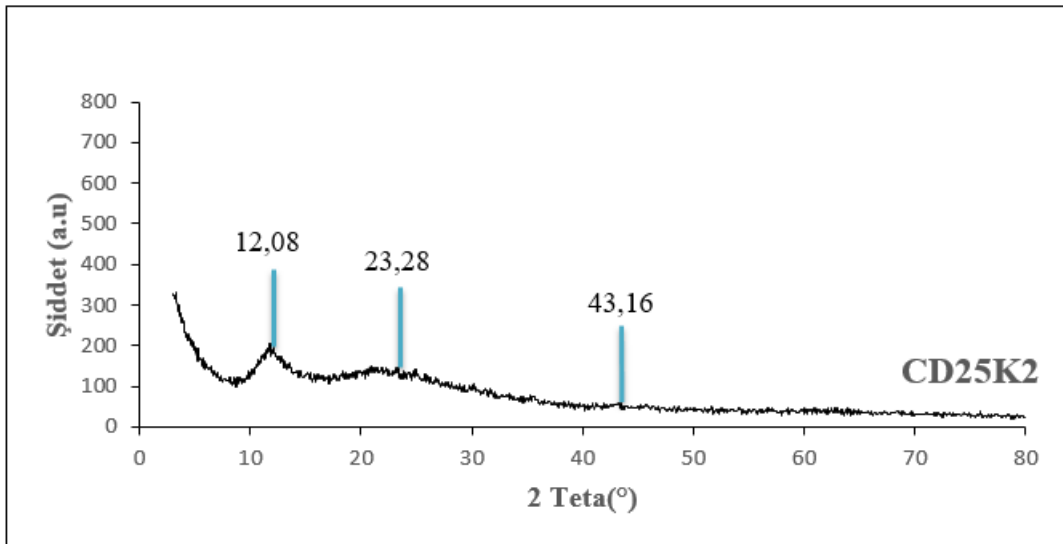
CD25 numuneleri %100 pamuk elyafı içeriğine sahiptir. Kullanılan KOH'ın hidroksillerle etkileşmesi sonucu tüm KOH oranlarında selülozik yapının parçalandığı görülmektedir. Fiber yapı tamamen bozulmuştur. KOH selülozik yapı ile etkileşimde olduğu için oldukça yüksek yapıda gözeneklilik oluşmuştur.

CD25K3 SEM görüntülerinde gözeneklerin küresel şekilde ayrıca çanak şeklinde olup adsorbsiyona katkı yapacak çukurların oluştuğu da görülmektedir.

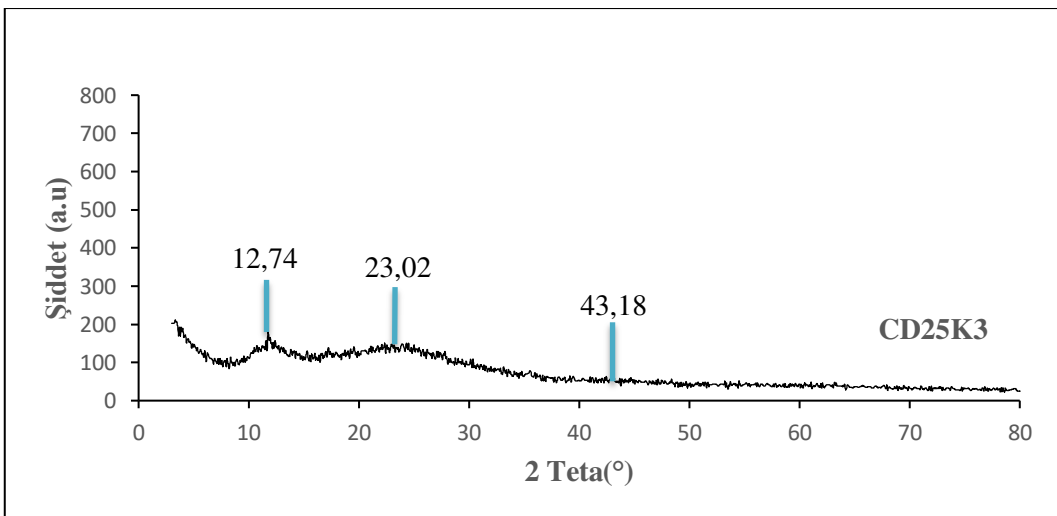
Şekil 4.21'de CD25K1, CD25K2, CD25K3 aktif karbonlarına ait XRD spektrumları verilmiştir.



(a)



(b)



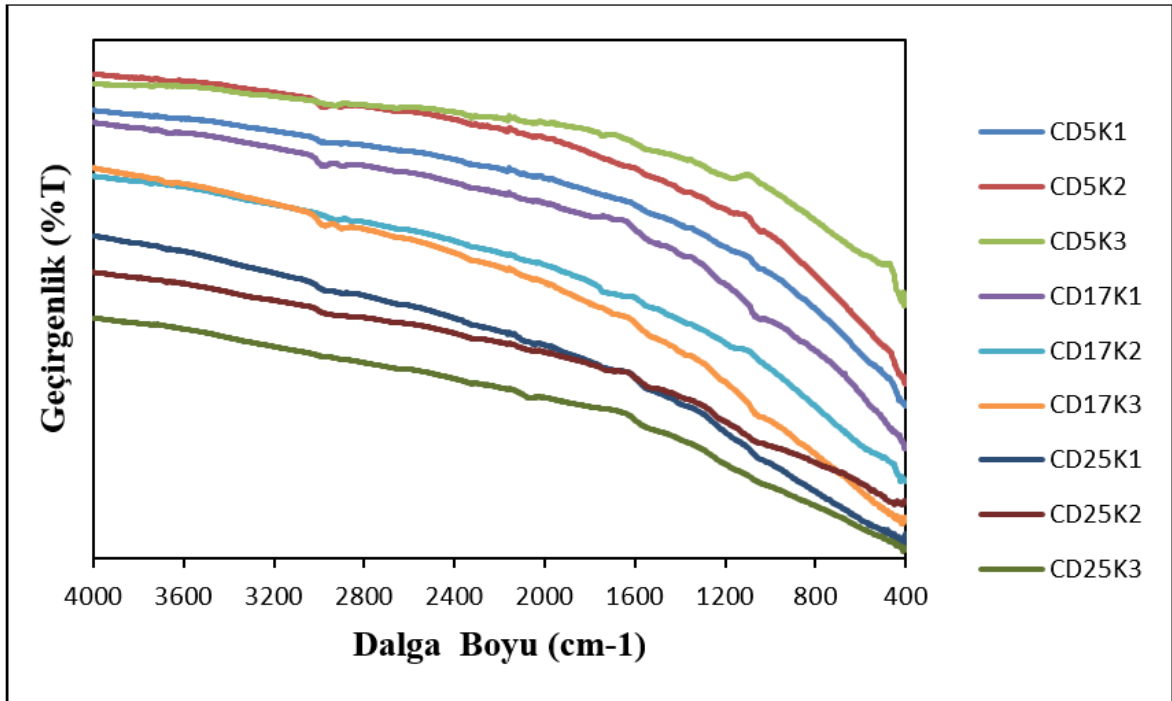
(c)

Şekil 4.21 : (a) CD25K1 aktif karbonunun XRD spektrumu
(b) CD25K2 aktif karbonunun XRD spektrumu
(c) CD25K3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.21’de verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD25K1 numunesinde 12,62, 23,56 ve 43,96 2θ değerlerinde, CD25K2 numunesinde 12,08, 23,28 ve 43,16 2θ değerlerinde, CD25K3 numunesinde 12,74, 23,02 ve 43,18 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. CD25 numunesinde 43 2θ ’da grafenik yapılara ait pik açıkça görülmektedir. CD25K1 numunesinde 12,62 2θ ’da yer alan pik daha şiddetli olarak görülmüştür. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. Krisatil birimler boya yapısındaki inorganik bileşenlerden kaynaklanmaktadır.

4.3.1.KOH Aktivasyonu ile karbonize katıdan sentezlenen aktif karbonların FT-IR analizleri

800°C aktivasyon sıcaklığı ve farklı emdirme oranlarında 500°C sıcaklığında elde edilmiş olan karbonize katılara uygulanan potasyum hidroksit aktivasyonu sonucu sentezlenen Şekil 4.22’de yer alan aktif karbonların FT-IR spektrumları aşağıdaki grafiklerde gösterilmektedir.



Şekil 4.22 : Karbonize tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD5K3, CD17K1, CD17K2, CD17K3, CD25K1, CD25K2, CD25K3) aktif karbonların FT-IR spektrumları.

Tüm örneklerle ait FT-IR pikleri incelendiğinde tüm analizlerin benzer olduğu görülmüştür. Ancak 2897-3000 cm^{-1} bandında alifatik C-H pikleri daha belirgin diğerlerinde belirgin değildir. Belirgin olan örnekler CD5K2, CD17K1, CD17K2, CD17K3, CD25K1, CD25K2 olarak sıralanabilir. 2897-3000 cm^{-1} bandında görünen küçük pik grafen ve grafitik yapıdaki alifatik C-H grubuna ait simetrik ve asimetrik titreşimlere aittir. 1000 cm^{-1} bandında görünen pik kimyasal aktivasyon işlemi sonucunda C-O ve C-O-C titreşim piklerine aittir.

4.3.2.KOH aktivasyonu ile karbonize katıdan sentezlenen aktif karbonların elementel analizleri

Çizelge 4.5’de karbonize katıların 800 °C sıcaklıklarda potasyum hidroksit kullanılarak gerçekleştirilen kimyasal aktivasyon işlemi sonucunda elde edilen aktif karbonların elementel analiz sonuçları gösterilmektedir.

Çizelge 4.5 : Karbonize katıdan KOH aktivasyonu ile üretilen aktif karbonların elementel analizleri.

Numune Adı	%C	%H	%N	%S	%O*
CD5K1	80,81	1,48	4,03	0,12	13,56
CD5K2	73,68	0,73	0,94	0,25	24,40
CD5K3	68,53	3,16	3,33	0,18	24,80
CD17K1	79,24	2,15	1,45	0,15	17,01
CD17K2	66,49	0,38	0,77	0,42	31,94
CD17K3	83,88	1,24	0,52	0,15	14,21
CD25K1	70,51	1,10	1,60	0,39	26,40
CD25K2	78,46	1,50	4,26	0,44	15,34
CD25K3	70,1	0,31	1,41	0,28	27,90

*Farktan hesaplanmıştır.

Çizelge 4.5’de tekstil atıklarının karbonizasyonu işleminden sonra KOH ile ağırlıkça 1:1, 1:2, 1:3 oranlarında muamele edilmesi sonucunda elde edilen aktif karbon numunelerine ait elementel analiz sonuçları bulunmaktadır. Elementel analizi sonucunda karbon yüzdelерinin 66,49-80,81 arasında değiştiği görülmüştür. Oksijen oranlarının ise %13,56-31,94 arasında değiştiği tespit edilmiştir. Çizelge 4.1 ‘de ham numunelere ait elemental analiz sonuçları paylaşılmış olup Çizelge 4.1 ve çizelge 4.5’de yer alan veriler beraber değerlendirilerek yorum yapılmıştır.

Ham siyah iplik üstüğüden elde edilen karbonize katıya farklı oranlarda KOH emdirilmesi ile oluşan aktif karbonlara ait elementel analiz sonuçları Çizelge 4.5’de verilmiştir. Çizelge 4.1’den görüldüğü gibi ham siyah iplik üstüğüde yaklaşık %49,84 olan C miktarı ağırlıkça 1:1 oranında KOH emdirilerek hazırlanan aktif karbonda çizelge 4.5’de belirtildiği gibi

%80,81'e yükselmiş, buna karşılık Çizelge 4.1'de yer alan H içeriği % 6,48'den çizelge 4.8'de belirtildiği gibi %1,48'e düşmüştür. N ve S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1'de yer alan Oksijen oranları ise % 43,39'dan Çizelge 4.5'de belirtildiği gibi % 13,56'e düşmüştür. Aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan, ağırlıkça 1:1 aktif karbonda ham siyah iplik üstüpye kıyasla 1,2 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür.

Ham parka bez denimden elde edilen karbonize katıya farklı oranlarda KOH emdirilmesi ile oluşan aktif karbonlara ait elementel analiz sonuçları Çizelge 4.5'de verilmiştir. Çizelge 4.1'den görüldüğü gibi ham parça denim hambez yaklaşık %43,95 olan C miktarı ağırlıkça 1:3 oranında KOH emdirilerek hazırlanan aktif karbonda %83,88'e yükselmiş, buna karşılık Çizelge 4.1'de yer alan H içeriği ise % 5,97'den Çizelge 4.5'de belirtildiği gibi %1,24'e düşmüştür. N ve S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1'de yer alan Oksijen oranları ise % 49,84'dan Çizelge 4.5'de belirtildiği gibi % 14,21'e düşmüştür. Aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan, ağırlıkça 1:3 aktif karbonda parka denim hambeze kıyasla 1,9 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür.

Haşılı çözgü üstüpy denimden elde edilen karbonize katıya farklı oranlarda KOH emdirilmesi ile oluşan aktif karbonlara ait elementel analiz sonuçları Çizelge 4.5'de verilmiştir. Çizelge 4.1'den görüldüğü gibi ham haşılı çözgü üstüpy denim yaklaşık %43,12 olan C miktarı ağırlıkça 1:2 oranında KOH emdirilerek hazırlanan aktif karbonda %78,46'e yükselmiş, buna karşılık Çizelge 4.1'de yer alan H içeriği ise % 6,32'den Çizelge 4.5'de belirtildiği gibi %1,50'e düşmüştür. N ve S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1'de yer alan Oksijen oranları ise % 50,36'den Çizelge 4.5'de belirtildiği gibi % 15,34'e düşmüştür. Aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan, ağırlıkça 1:2 aktif karbonda ham haşılı çözgü üstüpy denime kıyasla 1,8 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür.

Genel olarak aktif karbonların farklı KOH oranlarında C oranları yüksek çıkmıştır. CD5 grubunda karbon oranı KOH kimyasalı ağırlıkça 1:1 oranında kullanıldığında en yüksek çıkarken, pamuk/elastan içeren CD17 grubunda KOH kimyasalı ağırlıkça 1:3 oranında kullanıldığında en yüksek ve %100 pamuk içeren CD25 grubunda KOH kimyasalı ağırlıkça 1:2 oranında kullanıldığında en yüksek çıkmıştır. Bunun sebebi elyaf bileşenlerinin farklı olması, KOH'ın bu bileşimdeki etkileşme (pamuk, polyester, elastan) hızının farklı olması ile açıklanır.

4.3.3.Karbonize tekstil atıklarından KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri

BET analizini etkileyen başlıca faktörler; numunenin doğru şekilde hazırlanması (özellikle uygun sıcaklık ve sürede degaz işlemi yapılması), numunenin gözenek yapısı ve fiziksel formu, analiz sırasında kullanılan gaz tipi (genellikle azot) ve sıcaklık (genellikle 77 K), cihazın kalibrasyonu ve düzgün çalışması, doğru P/P_0 aralığında veri analizi yapılması ve uygun hesaplama modelinin (BET, BJH, DFT gibi) seçilmesidir.

KOH aktivasyonu ile elde edilen aktif karbonların gözenek hacimleri ve yüzey alanları, Çizelge 4.6’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.6: KOH ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları.

Aktif Karbon	S_{Toplam} (m ² /g)	S_{mezo} (m ² /g)	S_{mikro} (m ² /g)	V_{toplam} (cm ³ /g)	V_{mikro} (cm ³ /g)	V_{mezo} (cm ³ /g)	dp^* (nm)
CD5K1	632,42	103,36	529,06	0,39	0,28	0,11	2,44
CD5K2	526,96	86,77	440,19	0,29	0,24	0,05	2,09
CD5K3	538,15	0	538,15	0,18	0,18	0	1,37
CD17K1	512,73	45,96	466,77	0,32	0,24	0,08	2,49
CD17K2	1.826,98	754,34	1.072,64	0,85	0,52	0,33	1,86
CD17K3	1.127,65	0	1.127,65	0,32	0,32	0	1,12
CD25K1	976,83	211,92	764,91	0,47	0,40	0,07	1,94
CD25K2	877,89	4,19	873,70	0,40	0,40	0	1,84
CD25K3	280,77	0	280,77	0,28	0,28	0	0,29**

*: dp ortalama gözenek çapı değeri BET denkleminde $4V/A$ ile hesaplanmıştır.

**MP-Metot’a göre hesaplanmıştır.

Çizelge 4.6 incelendiğinde tüm örneklerin yüzey alanının 280,77-1826,98 m²/g aralığında değiştiği gözlemlenmiştir. En düşük CD25K3 örneğinde, en yüksek CD17K2 örneğinde toplam yüzey alanı elde edilmiştir. Mezo gözenekler açısından tüm örneklerin yüzey alanı 4,19-754,34 m²/g aralığında değiştiği görülmektedir. Her üç örneğin ağırlıkça 1:3 KOH oranında mezo gözeneklerin olmadığı belirlenmiştir. Mikro gözeneklerin alanı açısından baktığımızda tüm örneklerin mikro gözenek alanlarının 280,77-1127,65 m²/g aralığında değiştiği görülmektedir. En düşük mikro gözenek alanı CD25K3 örneğinde elde edilirken en yüksek CD17K3 örneğinde elde edilmiştir. Toplam gözenek hacmi açısından incelediğimizde tüm örneklerin toplam gözenek hacimlerinin 0,18-0,85 cm³/g aralığında değiştiği görülmüştür.

Ortalama gözenek çapı değerleri incelendiğinde tüm örneklerin ortalama gözenek çaplarının 0,29-2,44 nm aralığında değiştiği görülmektedir.

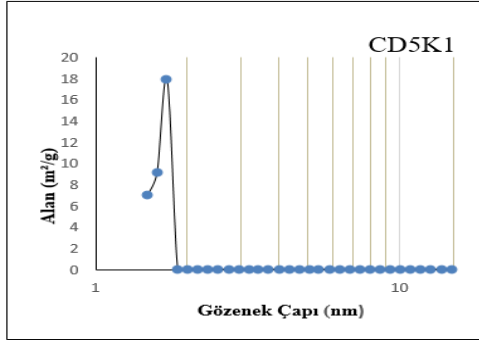
Çizelge incelendiğinde 800°C aktivasyon sıcaklığında işlem görmüş aktif karbonların en düşük yüzey alanı 280,77 m²/g (500°C sıcaklıktaki karbonizasyon maddesinin ağırlıkça 1:3 oranında KOH ile muamelesi sonucu elde edilen CD25K3 aktif karbon) iken, en yüksek yüzey alanı ise 1.826,98 m²/g (500°C sıcaklıktaki karbonizasyon maddesinin ağırlıkça 1:2 oranında KOH ile muamelesi sonucu elde edilen CD17K2 aktif karbon) 'dır. Mikro ve mezo gözeneklerin artması sonucu çizelgede yer alan aktif karbonların yüzey alanlarının artmasına neden olmuştur.

En yüksek mezogözenek fraksiyonunu CD5K1 ve CD17K2 ve CD25K1 numunelerinde görülmüştür. Farklı yüzey kimyasına sahip karbonize edilmiş numuneler farklı oranlarda KOH ile aktive edildiği zaman, üretilen aktif karbonların (CD5K1, CD17K2, CD25K1) kimyasal ve fiziksel olarak farklı yüzey davranışları göstermesi beklenmektedir.

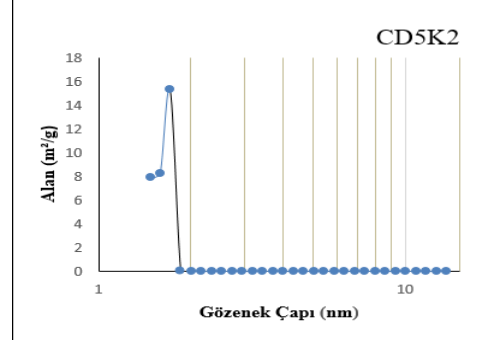
4.3.3.1. Karbonize tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri

Tekstil atıklarının karbonize edilmesinin ardından potasyum hidroksit kullanılarak gerçekleştirilen aktivasyon işlemi sonucunda elde edilen aktif karbonların por dağılım grafikleri Şekil 4.23'de gösterilmektedir.

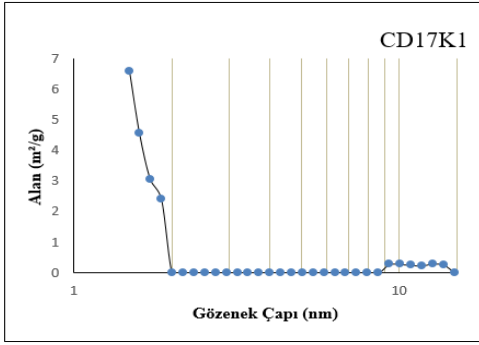
Bet analizi ile ölçülen değerler Çizelge 4.6'de belirtilmiş olup mikro ve mezo gözeneklerin varlığını kanıtlanmıştır.



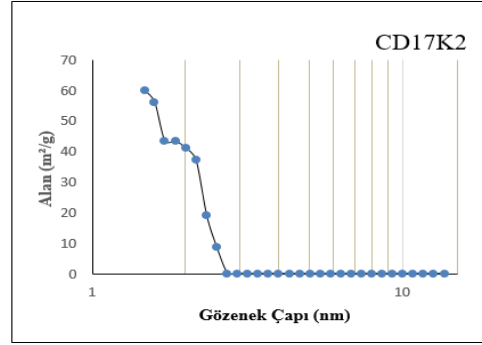
CD5K1. (500 °C Karbonizasyon sıcaklık, 1:1 emdirme oranı)



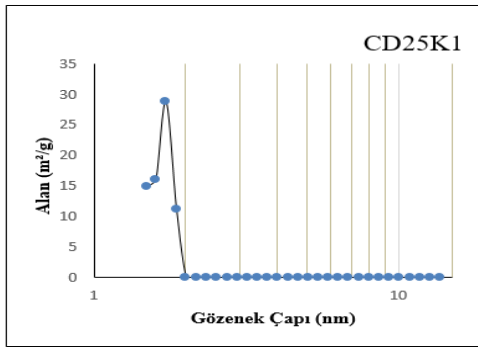
CD5K2. (500 °C Karbonizasyon sıcaklık, 1:2 emdirme oranı)



CD17K1. (500 °C Karbonizasyon sıcaklık,
1:1 emdirme oranı)



CD17K2. (500 °C Karbonizasyon sıcaklık,
1:2 emdirme oranı)



CD25K1. (500 °C Karbonizasyon sıcaklık,
1:1 emdirme oranı)

Şekil 4.23 : Karbonize maddelerin 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD17K1, CD17K2, CD25K1) aktif karbonların por dağılımlar.

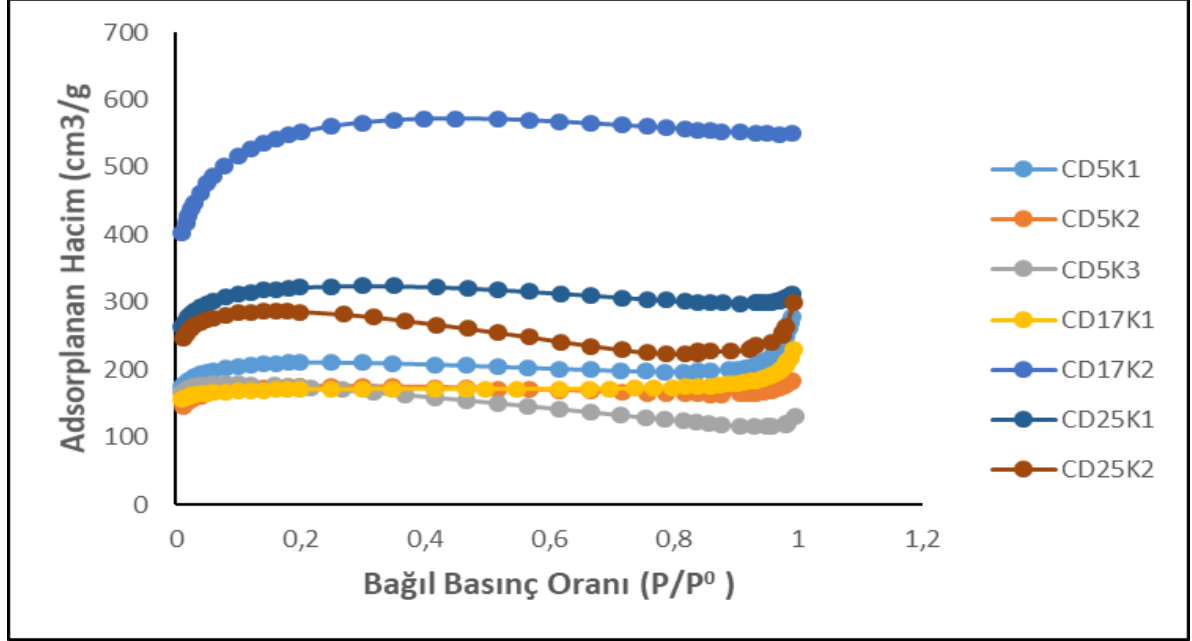
Şekil 4.23 incelendiğinde CD5K1, CD5K2, CD17K1, CD17K2, CD25K1 karbonize örneklerinden elde edilen aktif karbonların gözenek boyut dağılımının farklı olduğu görülmektedir.

CD5K1 ve CD5K2 örneklerinin oldukça homojen gözenek boyut dağılımına sahip olduğu, mikro gözeneklerin 0,5-0,8 nm aralığında olduğu görülmektedir. CD17K1 örneğinde 0,5-2,1 nm aralığında bir miktar mezo gözenek içerdiği ancak en yüksek yüzey alanının elde edildiği CD17K2 örneğinde 0,5-2,8 nm arası mezo gözeneklerin çoğunlukta olduğu gözenek boyut dağılımı elde edilmiştir. Nitekim mikro gözenek azalıp mezo gözenek arttıkça yüzey alanının arttığı bilinmektedir.

%100 pamuk elyafından elde edilen CD25K1 örneğinde yüzey alanı düşük olup gözenek boyut dağılımı 0,5-2,0 nm aralığında olduğu görülmüştür.

4.3.3.2. Karbonize tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların azot izoterm grafikleri

Karbonize tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta potasyum hidroksit aktivasyonu ile sentezlenmesiyle elde edilen aktif karbonların azot izoterm grafikleri Şekil 4.24’de gösterilmektedir.



Şekil 4.24 : Karbonize tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5K1, CD5K2, CD5K3, CD17K1, CD17K2, CD25K1, CD25K2) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermi.

Şekil 4.24 incelendiğinde CD5K1, CD5K2, CD5K3 örneklerine ait izotermi incelendiğinde düşük P/P_0 aralığında (0,05) adsorpsiyonun tamamlandığı görülmektedir. CD5K1 ve CD5K2 örneğinde P/P_0 0,9 değerine kadar adsorpsiyonu sabit kalırken 0,9-1,0 P/P_0 aralığında tekrar adsorpsiyon olduğu görülmektedir. CD5K3 örneğinde ise P/P_0 değerinin 0,1-0,95 aralığında desorpsiyon olduğu, P/P_0 değerinin 0,95-1,0 aralığında adsorpsiyonun tekrar olduğu görülmektedir. Bunun sebebi çizelge 4.6’da görüldüğü üzere bu örnekte tamamen mikro gözenek olduğu ayrıca gözeneklerin iki ucu açık gözenekler şeklinde olması ile açıklanabilir.

CD17K1, CD17K2, CD17K3 örnekleri incelendiğinde bu numunelerin izoterm eğrileri CD5 numunesi ile tamamen yapısal benzerlik vardır. Ancak CD17K3 örneğinde desorpsiyon daha fazla olmaktadır. Bunun sebebi gözenek hacminin CD5 örneklerinden daha fazla olması ile açıklanabilir.

CD25K1, CD25K2, CD25K3 örnekleri incelendiğinde her üç örnek 0,05 bağıl basınç aralığında adsorpsiyon yaparken CD25K1 örneğinde 0,1-0,95 P/P_0 arası adsorpsiyon hemen hemen sabit kalırken 0,95-1,0 P/P_0 arası az da olsa adsorpsiyon olduğu görülmektedir. CD25K2 örneğinde 0,1-0,3 P/P_0 arası adsorpsiyon sabit kalırken 0,3-0,9 P/P_0 arası desorpsiyon, P/P_0 0,9-1,0 arası tekrar adsorpsiyon olduğu görülmüştür. CD25K3 numunesinde P/P_0 0,1-0,95 arasında çok hızlı bir desorpsiyon olurken 0,95-1,0 arasında hafif bir desorpsiyon görülmektedir. BET analizi sonucu gözenek boyut dağılımı SEM görüntülerinden desorpsiyonun hızlı olmasının sebebi açıkça görülmekte olup iki tarafı açık gözenekler, geniş çanak şeklinde yapıların olması azotun kondenzasyon yapmasını engellemesi şeklinde açıklanabilir.

Azot izotermi incelendiği zaman Tip I ve Tip II adsorpsiyon izotermi görülmüştür. BET analizi ile elde edilen yüzey alanları Çizelge 4.6'da verilmiş olup mikro ve mezo yapıdaki gözeneklerin varlığını göstermektedir. Basıncın artması ile Tip II izotermi yükselme görülürken yükselmenin akabinde mikro gözeneklerin dolması ile adsorpsiyonun durmasıyla izotermde düzleşme görülmektedir. Mikro gözeneklerin tamamen dolması ile grafikte düzleşme meydana gelmiştir. Basıncın artmasıyla adsorpsiyon mezo gözenekler üzerinde oluşmuş ve izoterm grafiğinde tekrar artış meydana gelmiştir.

Tip I izotermi de mikro gözeneklerin dolmasıyla meydana gelmekte ve izotermde bir düzleşme görülmektedir.

4.4.Ham Tekstil Atıklardan Kimyasal Aktivasyon İle Aktif Karbon Eldesi

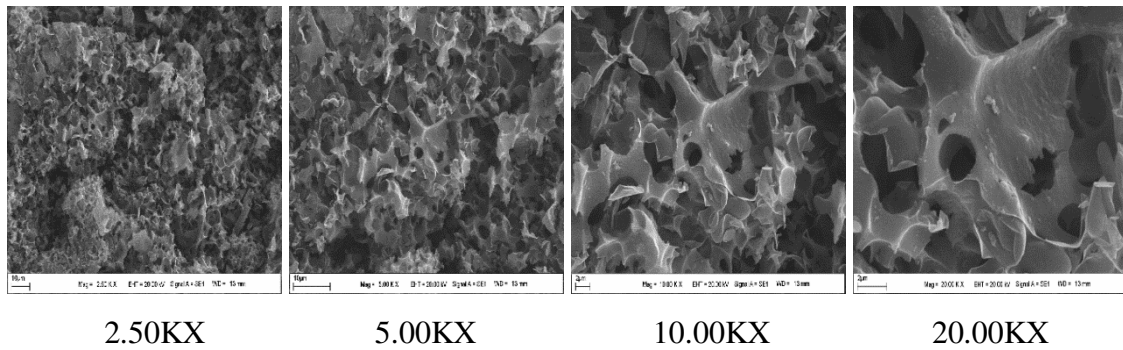
Ham Tekstil atıklarına uygulanan aktivasyon işleminde emdirme oranının (hammadde miktarı/ Potasyum Hidroksit miktarı) ve sıcaklığın değişmesi- nedeni ile yüzey alanında farklılıklar oluşmaktadır. Hammadde, Karbonize Katı ve Ham Tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonlara ait kül verimleri Çizelge 4.7'da verilmiştir.

Çizelge 4.7 : Ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonlara ait kül değerleri.

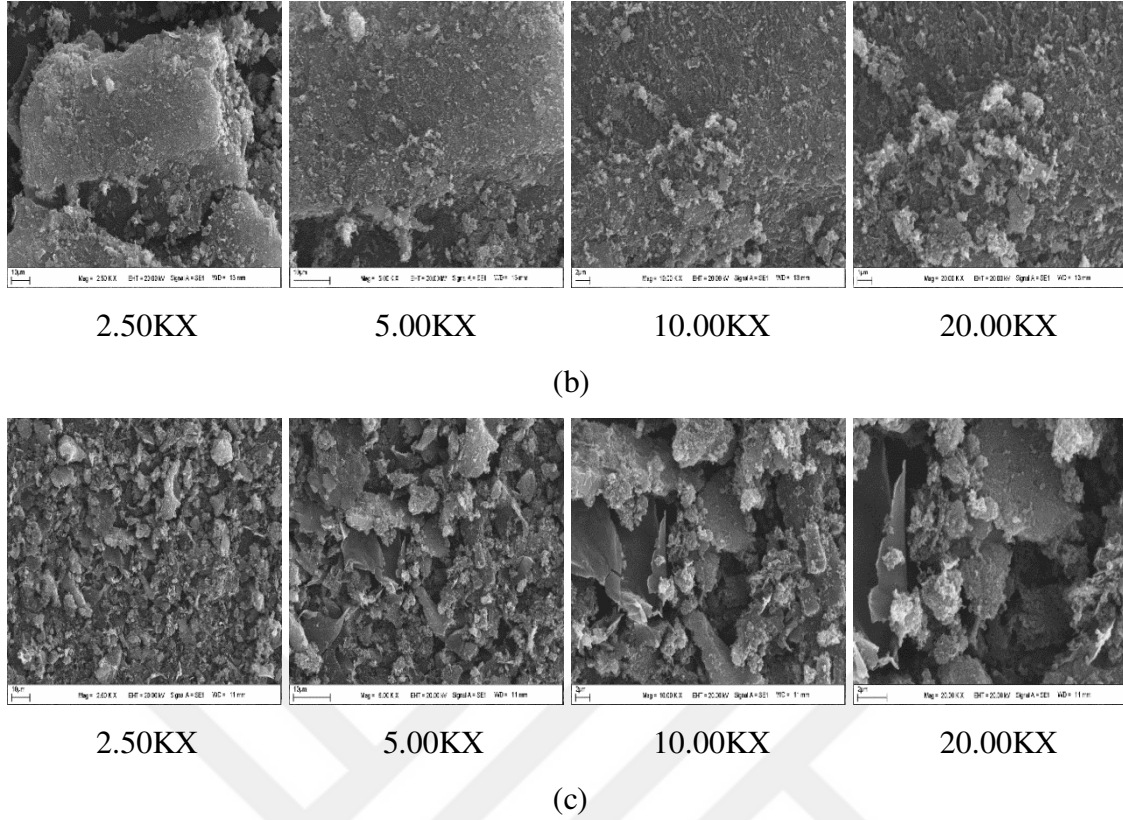
Karbonizasyon Sıcaklıkları (°C)	Ham Numune Kodları	KOH Emdirme Oranları	Aktivasyon Sıcaklıkları (°C)	Aktif Karbon Kodları	Aktif Karbon Verimleri (%)	Kül 650 °C (m/m %)	Kül 850 °C (m/m %)
Ham Siyah İplik Üstüğü (SUI-%80 Pamuk ve %20 Polyester)						0,3	0,17
Ham	SUI	1:1	800	CD5H1	10,41	2,72	2,23
		1:2		CD5H2	3,04	10,8	10,38
		1:3		CD5H3	5,85	6,2	5,85
Ham Parça Denim Hambez (PBD-%98,5 Pamuk ve %1,5 Elastan)						0,5	0,31
Ham	PBD	1:1	800	CD17H1	10,76	1,64	1,02
		1:2		CD17H2	5,77	7,11	6,43
		1:3		CD17H3	11,31	6,14	5,32
Ham Haşılı Çözüğü Üstüğü Denim (HÜD-%100 Pamuk)						0,71	0,34
Ham	HÜD	1:1	800	CD25H1	3,01	0,4274	0,38
		1:2		CD25H2	10,22	0,2464	0,16
		1:3		CD25H3	10,72	0,3038	0,2

Ham örneklerden elde edilen aktif karbonların kül değerleri, orijinal ham örneklerin kül değerleri ile kıyaslandığında SUI (Ham siyah iplik üstüğü) ve PBD (Ham parça bez denim) örnekleri için yükseldiği HÜD (Ham haşılı çözgü üstüğü) örneği için düştüğü görülmektedir. HÜD örneği doğal pamuk olduğundan KOH ile çözünebilir tuzlara dönüştüğünde kül değerleri daha düşük çıkmıştır ancak diğer örneklerde boyadaki ağır metal KOH ile etkileşime girmemiş ya da ağır metal oksitin gözenekleri içerisine hapsolmuştur.

500 °C’de karbonize edilmiş CD5H1, CD5H2 ve CD5H3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM, FT-IR ve XRD görüntüleri ve bu görüntülerden alınan kesitlerden elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafikler görülmektedir.



(a)



Şekil 4.25 : (a) CD5H1. 800 °C 1:1 emdirme oranı SEM görüntüleri
 (b) CD5H2. 800 °C 1:2 emdirme oranı SEM görüntüleri
 (c) CD5H3. 800 °C 1:3 emdirme oranı SEM görüntüleri.

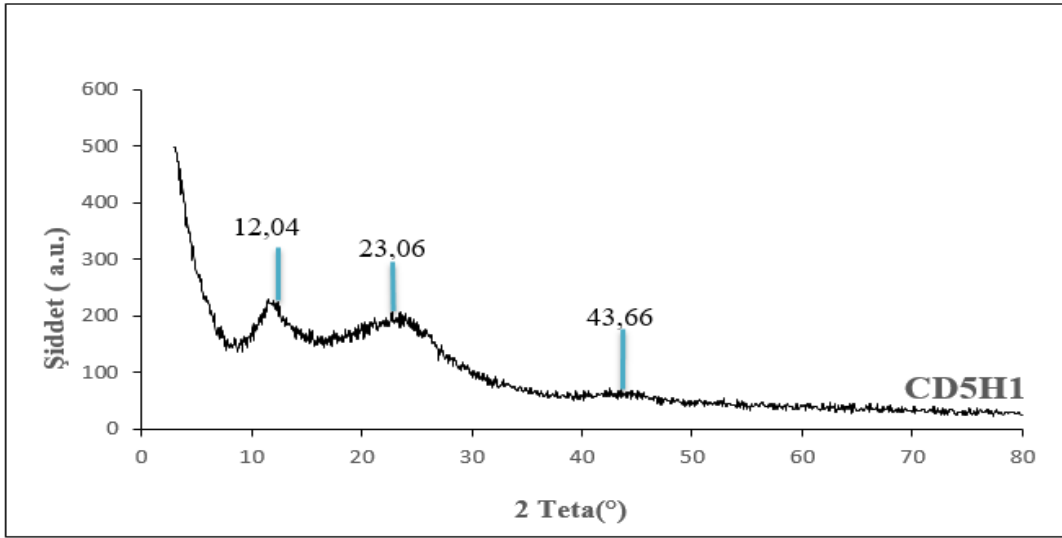
Şekil 4.25 incelendiğinde ham örneklerden elde edilen aktif karbonlardan elde edilen SEM örnekleri incelendiğinde KOH oranı arttıkça organik yapının tamamen deforme olduğu nitekim ağırlıkça 1:1 KOH oranında en yüksek yüzey alanının elde edildiği görülmektedir. Bunun aksine grafen yapılaşmanın arttığı görülmektedir. XRD verilerinde özellikle 42 2θ'daki pik bu sonucu desteklemektedir.

500°C 'de ham siyah iplik üstüğü (SUI) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:1 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD5H1 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözenekli bir yüzey gözlemlenmiştir. Pamuk kısmı karbonlaşma sırasında gaz çıkışıyla gözenek oluştururken, polyester kısmı ısı etkisiyle eriyip akışkanlaşarak kanalcık benzeri boşlukların oluşumuna katkıda bulunmuştur. Mikro gözenekli yüzeyler SEM analizi görüntülerinde tespit edilmiştir. Şekil 4.25'de SEM görüntüleri verilmiştir.

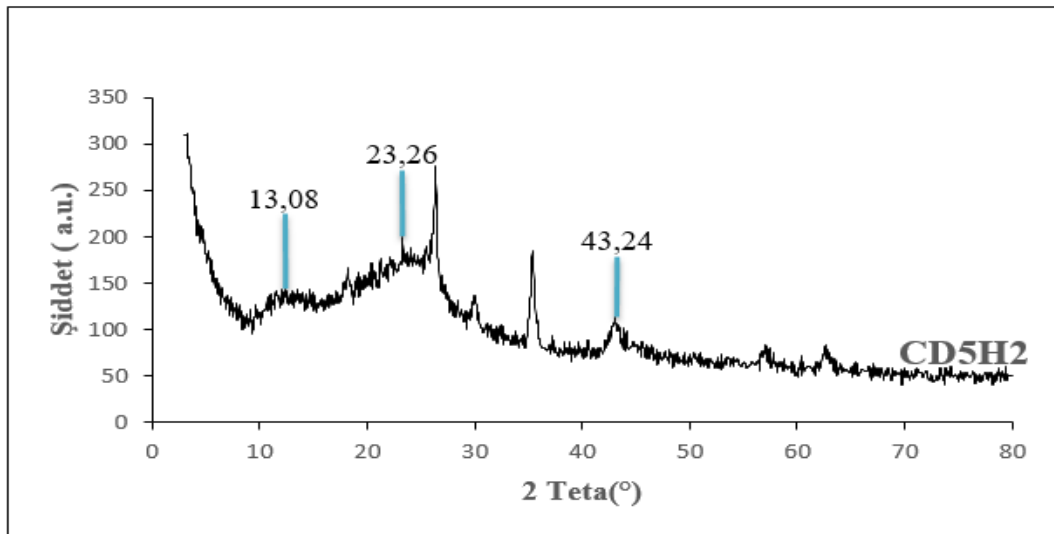
500°C 'de ham siyah iplik üstüğü (SUI) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:2 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD5H2 numunesine ait SEM görüntüleri

incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözeneklerin çoğu düzgün geometrik bir forma sahip değil; kenarları kırıklı, pürüzlü ve düzensiz olmasının yanı sıra bazı alanlarda da çukur şeklinde ve yaklaşık dairesel/oval formda görünümlere rastlanmıştır. Yüzey görünümünü karbonizasyon sırasında liflerin farklı oranlarda yanması veya uçucu bileşiklerin çıkışıyla ilişkilidir. BET analizinde mezo gözeneklerin de varlığı tespit edilmiştir.

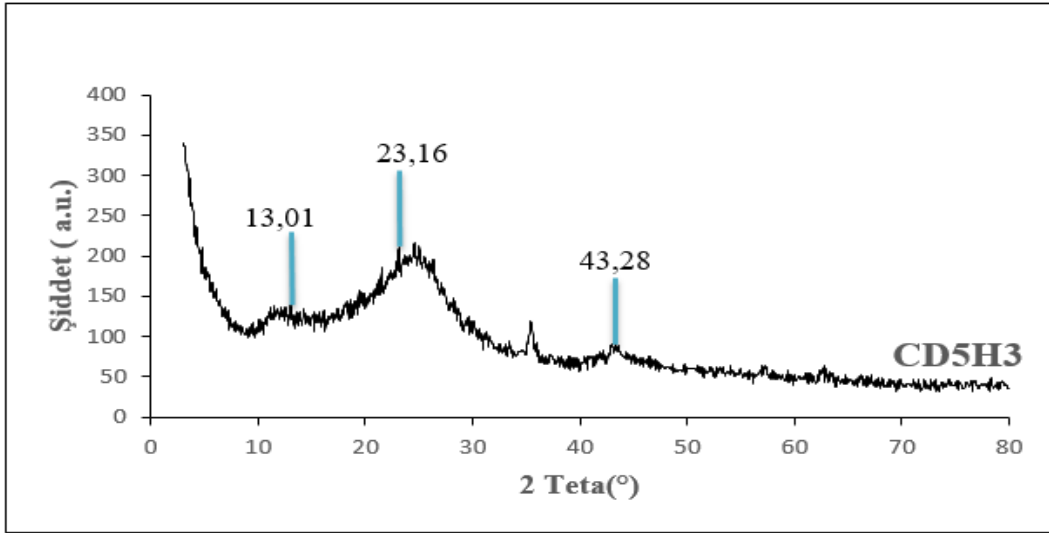
500°C 'de ham siyah iplik üstüğü (SUI) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:3 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD5H3 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde yarık tipli gözenekler görülmektedir. BET analizinde mikro ve mezo gözeneklerin de varlığı tespit edilmiştir.



(a)



(b)

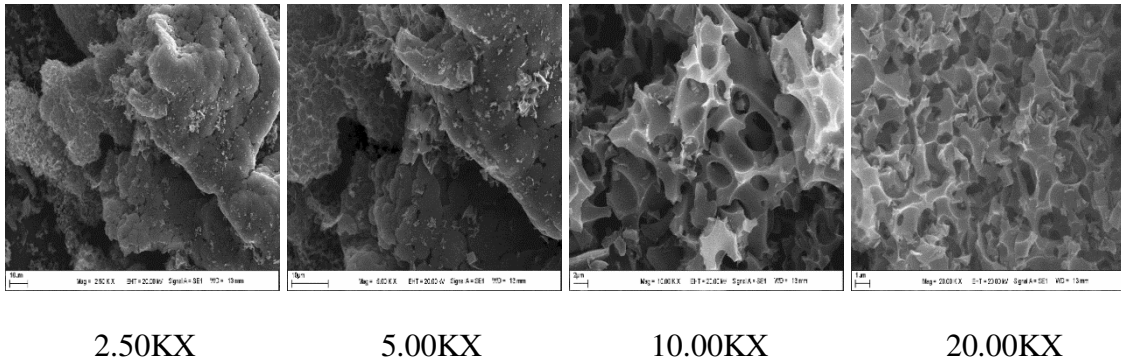


(c)

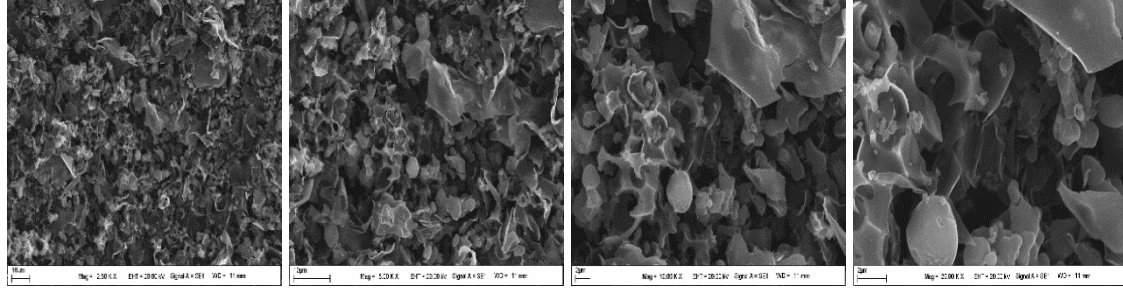
Şekil 4.26 : (a) CD5H1 aktif karbonunun XRD spektrumu
(b) CD5H2 aktif karbonunun XRD spektrumu
(c) CD5H3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.26’da verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD5H1 numunesinde 12,04, 23,06 ve 43,66 2θ değerlerinde, CD5H2 numunesinde 13,08, 23,26 ve 43,24 2θ değerlerinde, CD5H3 numunesinde 13,01, 23,16 ve 43,28 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. 13, 23 ve 43 2θ ’da piklerin olması grafenik bir yapıda olduğunu göstermektedir.

500 °C’de karbonize edilmiş CD17H1, CD17H2 ve CD17H3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM, FT-IR ve XRD görüntüleri ve bu görüntülerden alınan kesitlerden elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafik ve çizelgeler görülmektedir.



(a)



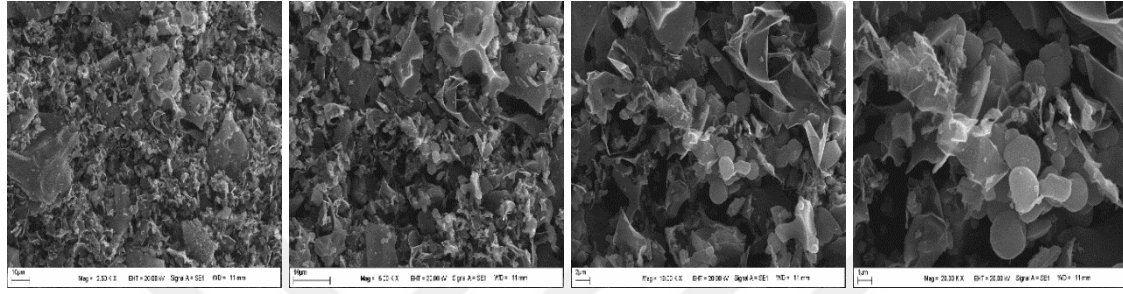
2.50KX

5.00KX

10.00KX

20.00KX

(b)



2.50KX

5.00KX

10.00KX

20.00KX

(c)

Şekil 4.27 : (a) CD17H1. 800 °C 1:1 emdirme oranı SEM görüntüleri

(b) CD17H2. 800 °C 1:2 emdirme oranı SEM görüntüleri

(c) CD17H3. 800 °C 1:3 emdirme oranı SEM görüntüleri.

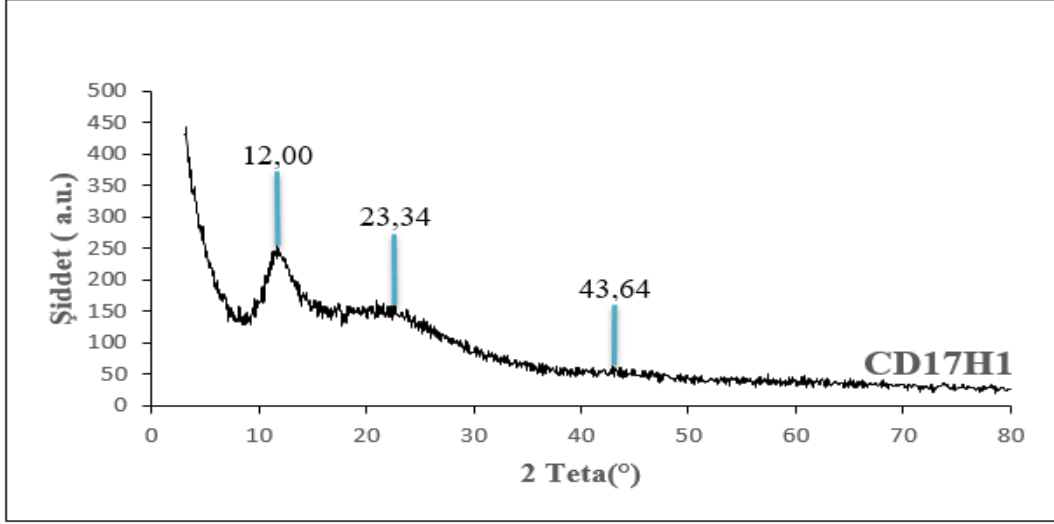
Şekil 4.27’de yer alan SEM görüntüleri incelendiğinde CD5 örneğinin aksine örneğin organik yapısına bağlı olarak KOH oranı arttıkça gözenekliliğin arttığı grafenleşme oranının da arttığı, ağırlıkça 1:3 KOH oranında organik yapının yıkıma uğradığı açıkça görülmektedir.

500°C ‘de ham parça denim hambez (PBD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:1 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD17H1 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 20.00 KX büyütmede çekilen bu görüntüde oldukça belirgin süngerimsi ve gözenekli bir yüzey yapısı gözlemlenmiştir. Mikro ve mezo gözenekli yüzeyler SEM analizi görüntülerinde tespit edilmiştir.

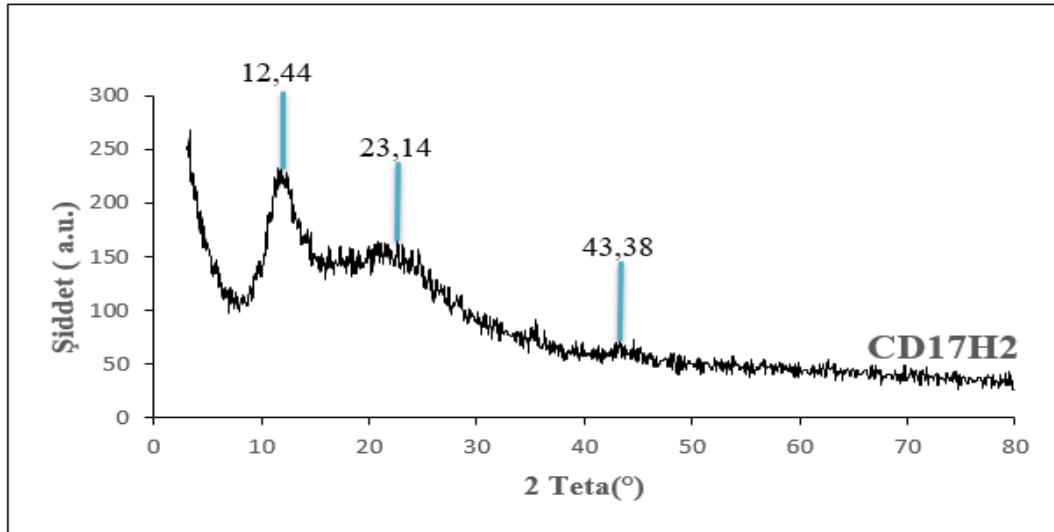
500°C ‘de ham parça denim hambez (PBD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:2 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD17H2 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 10.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde yüzeyin süngerimsi, gözenekli ve oldukça düzensiz bir morfolojide olduğu gözlemlenmiştir.

500°C ‘de ham parça denim hambez (PBD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça

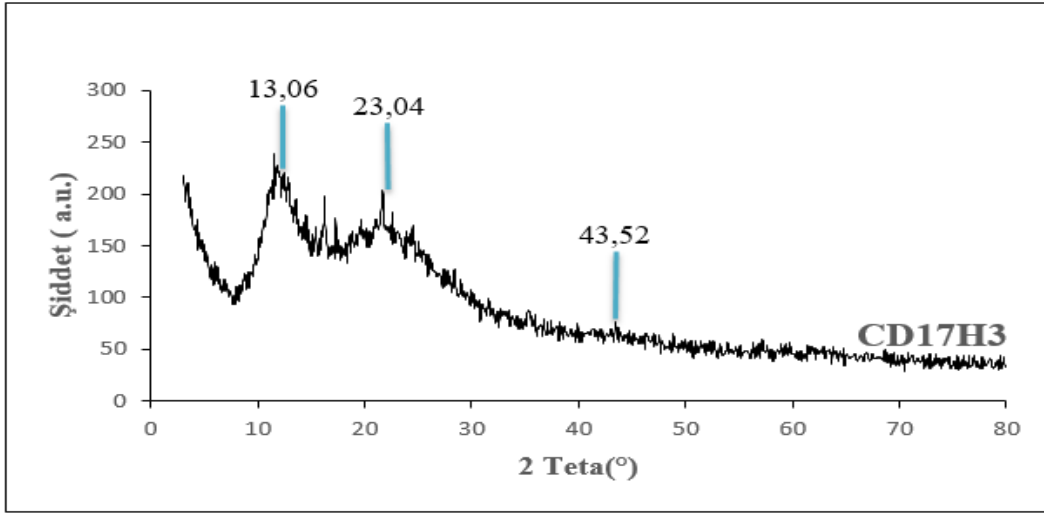
1:3 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD17H3 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 10.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde gözenekliliğin arttığı gözlemlenmiştir.



(a)



(b)



(c)

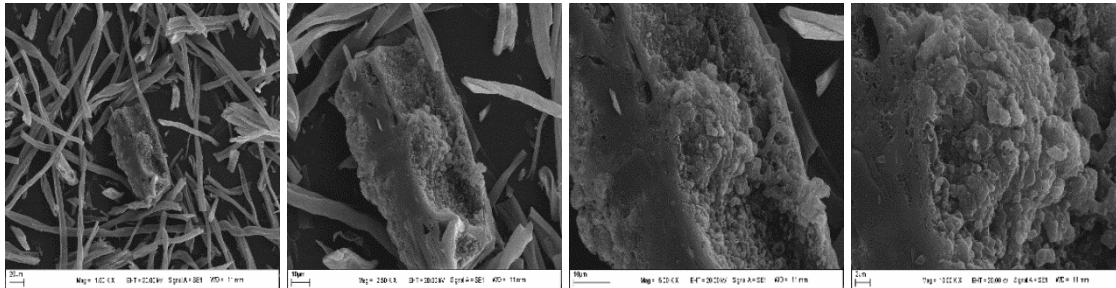
Şekil 4.28 : (a) CD17H1 aktif karbonunun XRD spektrumu

(b) CD17H2 aktif karbonunun XRD spektrumu

(c) CD17H3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.28’de verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD17H1 numunesinde 12,0, 23,34 ve 43,64 2θ değerlerinde, CD17H2 numunesinde 12,44, 23,14 ve 43,38 2θ değerlerinde, CD17H3 numunesinde 13,06, 23,04 ve 43,52 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. 13, 23 ve 43 2θ ’da piklerin olması grafenik bir yapıda olduğunu göstermektedir. KOH miktarı, oluşan düzenli (grafitik) karbon miktarını belirgin şekilde etkilememiştir. Bu da, gözeneklilik ve yüzey alanı gibi performans özelliklerinin CD17H1’den CD17H3’e doğru azalacağını BET analiz sonuçları ile de göstermiştir.

500 °C’de karbonize edilmiş CD25H1, CD25H2 ve CD25H3 yapılarına ait yüzey morfolojilerini gösteren SEM, FT-IR ve XRD görüntüleri ve bu görüntülerden alınan kesitlerden elde edilen analiz sonuçlarını gösteren grafik ve çizelgeler görülmektedir.

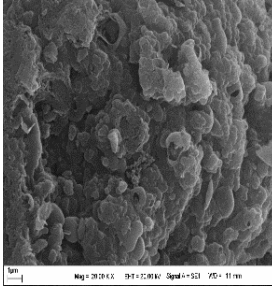


1.00KX

2.50KX

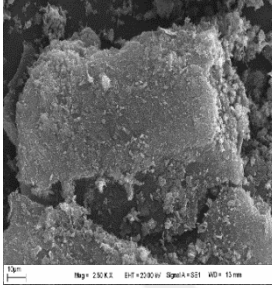
5.00KX

10.00KX

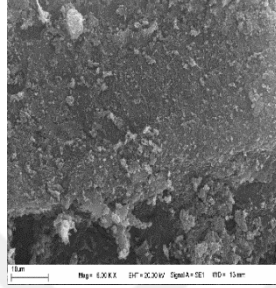


20.00KX

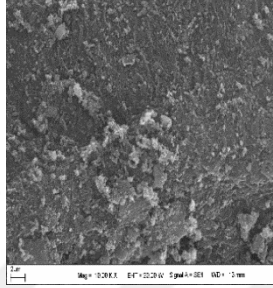
(a)



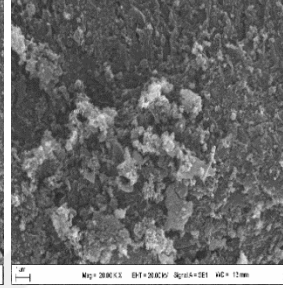
2.50KX



5.00KX

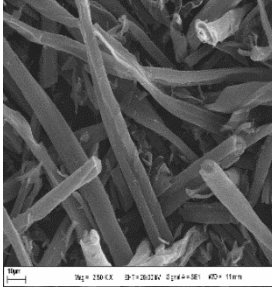


10.00KX

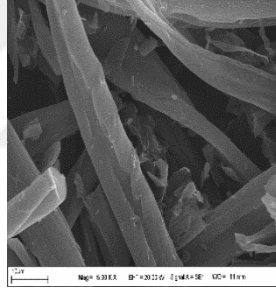


20.00KX

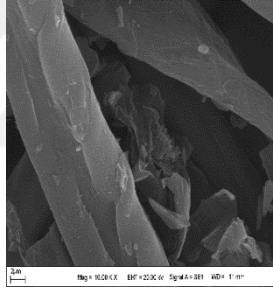
(b)



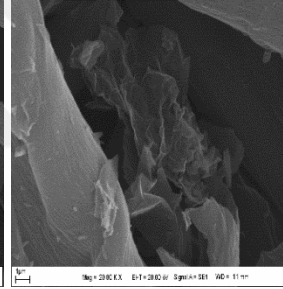
2.50KX



5.00KX



10.00KX



20.00KX

(c)

Şekil 4.29 : (a) CD25H1. 800 °C 1:1 emdirme oranı SEM görüntüleri
(b) CD25H2. 800 °C 1:2 emdirme oranı SEM görüntüleri
(c) CD25H3. 800 °C 1:3 emdirme oranı SEM görüntüleri.

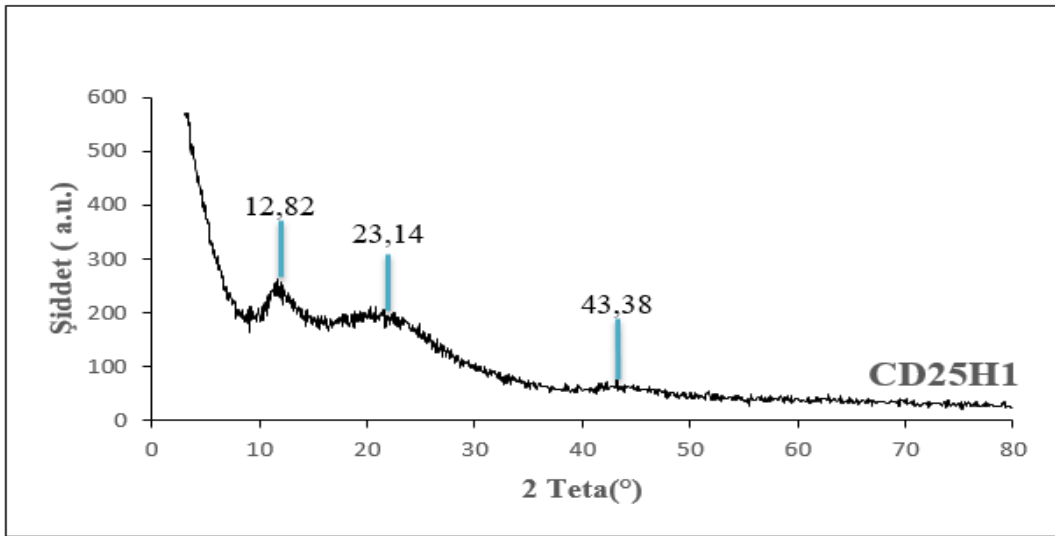
Şekil 4.29 'da CD25 saf pamuk örneği için organik arttıkça saf selülozik yapıda yapısal düzenlenmenin çok iyi olduğu, özellikle liflerin ortasından açılarak kayak şeklinde ve homojen olmayan gözeneklerin oluştuğu açıkça görülmektedir. Bu da KOH oranı arttıkça yüzey alanının artmasına neden olmuştur.

500°C 'de ham haşılı çözgü üstüğü denim (HÜD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:1 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25H1 numunesine ait SEM

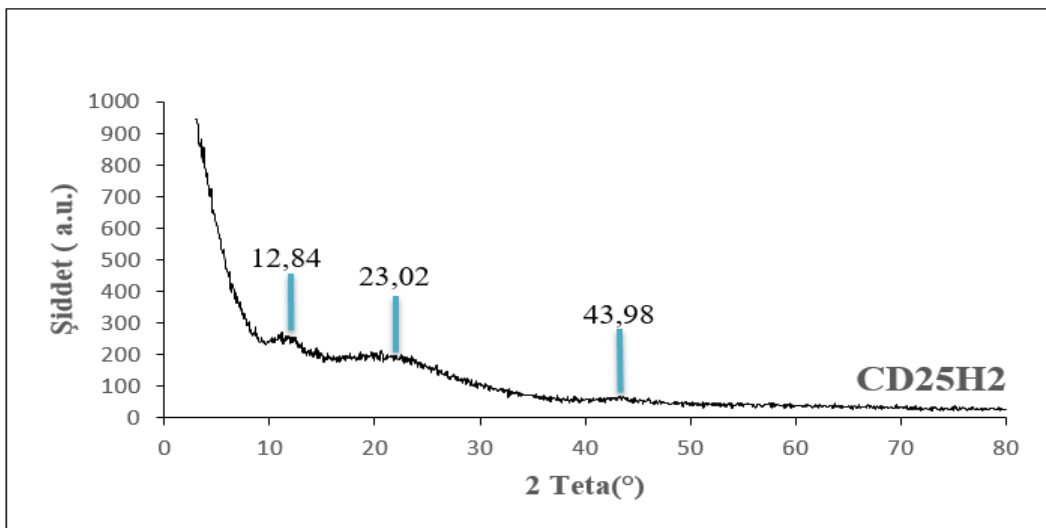
görüntüleri incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde homojen olmayan yapıda gözenekli bir yüzey gözlemlenmiştir.

500°C 'de ham haşılı çözü üstü denim (HÜD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:2 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25H2 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde homojen olmayan yapıda gözenekli bir yüzey gözlemlenmiştir.

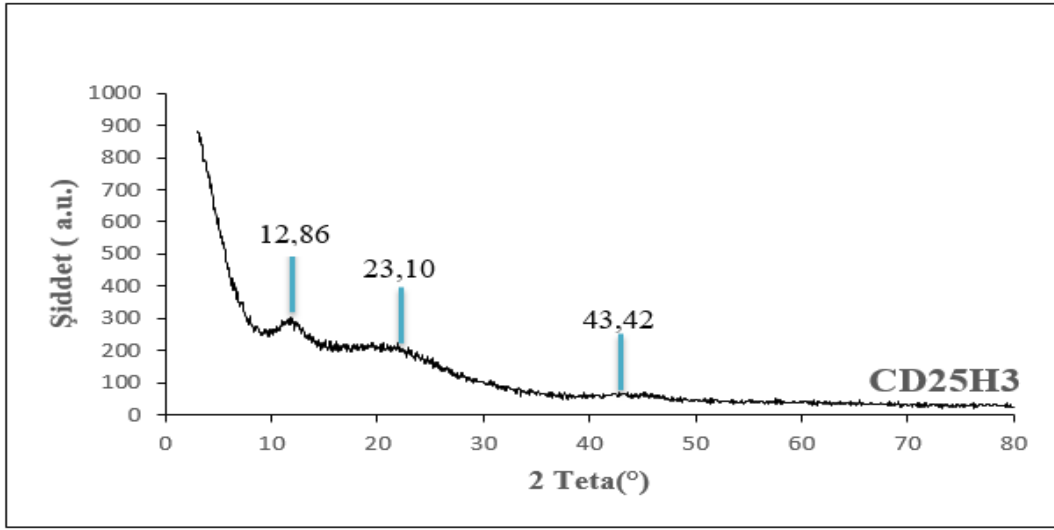
500°C 'de ham haşılı çözü üstü denim (HÜD) yapısının, 800°C sıcaklıkta KOH ile ağırlıkça 1:3 oranında aktivasyon edilmesinden oluşan CD25H3 numunesine ait SEM görüntüleri incelendiğinde; 20.00KX büyütmede çekilen bu görüntüde yarık şeklinde gözenekli bir yüzey gözlemlenmiştir. Şekil 4.29'da SEM görüntüleri verilmiştir.



(a)



(b)



(c)

Şekil 4.30 : (a) CD25H1 aktif karbonunun XRD spektrumu

(b) CD25H2 aktif karbonunun XRD spektrumu

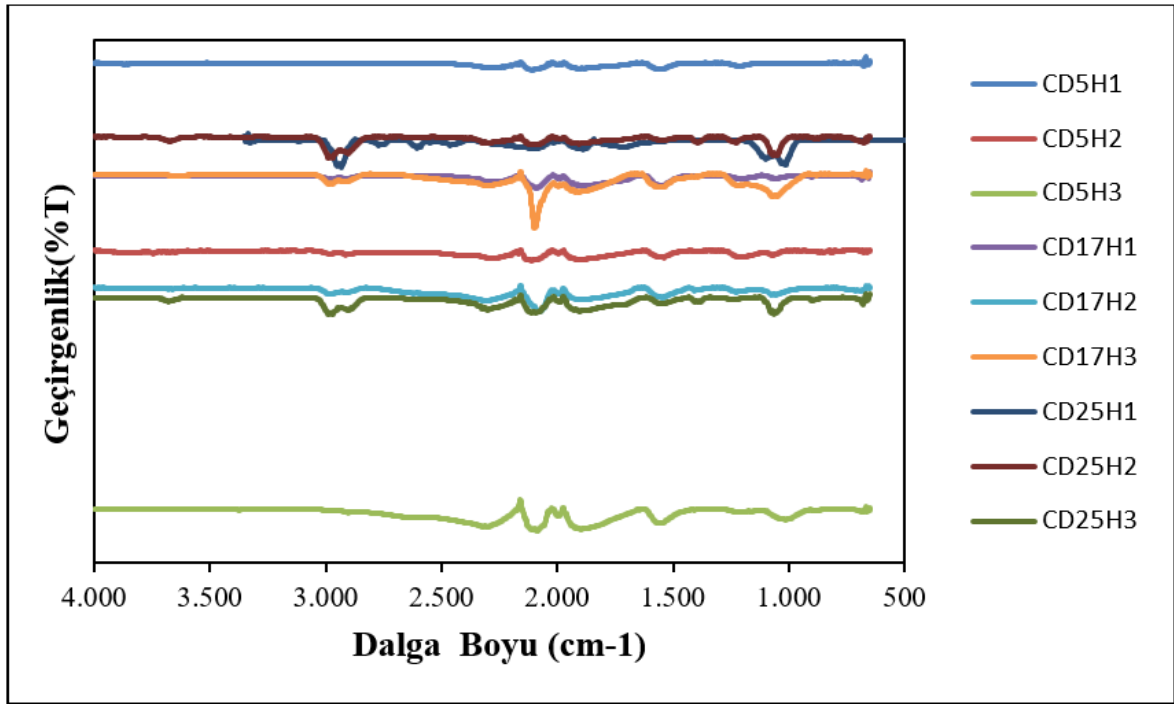
(c) CD25H3 aktif karbonunun XRD spektrumu.

Şekil 4.30’da verilen XRD grafikleri incelendiğinde CD25H1 numunesinde 12,82, 23,14 ve 43,38 2θ değerlerinde, CD25H2 numunesinde 12,84, 23,02 ve 43,98 2θ değerlerinde, CD25H3 numunesinde 13,86, 23,10 ve 43,42 2θ değerlerinde olmak üzere üç farklı amorf birimine ait pik görülmektedir. Karbonize katının yapısı büyük oranda amorf olup kristalin birimlerde mevcuttur. 13, 23 ve 43 2θ ’da piklerin olması grafenik bir yapıda olduğunu göstermektedir.

XRD sonuçları değerlendirildiğinde 9 örneğin tümünde yaklaşık 13, 23 ve 43 2θ ’da şiddeti ve alanı farklı pikler olduğu görülmektedir. Ancak külü yüksek CD5H2 örneğinde inorganik yapıya bağlı kristal yapılar da mevcuttur. Tüm örneklerin aktif karbonlarının grafitik ve grafenik yapılara sahip olduğu ifade edilebilir.

4.4.1.KOH aktivasyonu ile ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların FT-IR analizleri

800°C aktivasyon sıcaklığı ve farklı emdirme oranlarında ham tekstil atıklarına uygulanan potasyum hidroksit aktivasyonu sonucu sentezlenen (Şekil 4.31’de yer alan) aktif karbonların FT-IR spektrumları aşağıdaki grafiklerde gösterilmektedir.



Şekil 4.31 : Ham tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD5H3, CD17H1, CD17H2, CD17H3, CD25H1, CD25H2, CD25H3) aktif karbonların FT-IR spektrumları.

Tüm örneklerle ait FT-IR pikleri incelendiğinde 2897-3000 cm^{-1} bandında görünen pik grafen ve grafitik yapıdaki alifatik C-H grubuna ait simetrik ve asimetrik titreşimlere aittir. 1000 cm^{-1} bandında görünen pik kimyasal aktivasyon işlemi sonucunda C-O ve C-O-C titreşim piklerine aittir.

4.4.2.KOH aktivasyonu ile ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların elementel analizleri

Çizelge 4.8’de 800°C aktivasyon sıcaklığı ve farklı emdirme oranlarında ham tekstil atıklarına uygulanan potasyum hidroksit aktivasyonu sonucu sentezlenen aktif karbonların elementel analiz sonuçları gösterilmektedir.

Çizelge 4.8 : Ham tekstil atıklarından KOH aktivasyonu ile üretilen aktif karbonların elementel analizleri.

Numune Adı	%C	%H	%N	%S	%O*
CD5H1	86,99	0,58	2,34	1,26	8,83
CD5H2	82,85	0,82	0,71	1,45	14,17
CD5H3	84,58	0,78	0,33	0,99	13,32
CD17H1	81,19	0,41	0,65	0,44	17,31
CD17H2	78,52	0,46	0,55	0,18	20,29
CD17H3	72,61	0,99	3,10	0	23,3
CD25H1	76,62	0,39	2,34	0,18	20,47
CD25H2	86,86	0,27	0	0,09	12,78
CD25H3	87,97	0,32	0	1,26	10,45

*Farktan hesaplanmıştır.

Çizelge 4.8’de tekstil atıklarının karbonizasyonu işleminden sonra KOH ile ağırlıkça 1:1, 1:2, 1:3 oranlarında muamele edilmesi sonucunda elde edilen aktif karbon numunelerine ait elementel analiz sonuçları bulunmaktadır.

Tüm numunelerde karbon oranının %72,61–87,97 aralığında olduğu görülmektedir. Özellikle CD5H1, CD25H2 ve CD25H3 numuneleri yüksek karbon içerikleriyle (> %86) dikkat çekmektedir. Bu durum, KOH aktivasyonunun lignoselülozik tekstil atıklarında karbonlaşmayı artırdığını ve aromatik/graphitik yapının geliştiğini göstermektedir.

CD5 grubu olan siyah iplik üstüğü numunelerinde aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan ham örnekte % 49,84 olan C miktarı ağırlıkça ağırlıkça 1:1 KOH kullanılan CD5H1 örneğinde % 86,99’a yükselmiş 1,74 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür. Çizelge 4.1’de yer alan H içeriği ise % 5,97’den Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi % 0,58’e düşmüştür. N ve S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1’de yer alan Oksijen oranları ise % 49,84’dan Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi en düşük % 8,83’e düşmüştür.

CD17 grubu Ham parça denim hambezden elde edilen karbonize katıya farklı oranlarda KOH emdirilmesi ile oluşan aktif karbonlara ait elementel analiz sonuçları Çizelge 4.8’de verilmiştir. CD17 grubu olan siyah iplik üstüğü numunelerinde aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan ham örnekte % 43,95 olan C miktarı ağırlıkça ağırlıkça 1:1 KOH kullanılan CD17H1 örneğinde % 81,19’a yükselmiş 1,84 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür. Çizelge 4.1’de yer alan H içeriği ise % 5,97’den Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi % 0,41’e düşmüştür. N ve S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1’de yer alan Oksijen oranları ise % 49,84’dan Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi en düşük % 17,31 olarak yer almıştır.

Haşılı çözüğü üstüğü denimden elde edilen karbonize katıya farklı oranlarda KOH emdirilmesi ile oluşan aktif karbonlara ait elementel analiz sonuçları Çizelge 4.8’de verilmiştir. CD25 grubu olan haşılı çözüğü üstüğü numunelerinde aktif karbon açısından bakıldığında karbon içeriğinin artışı önemli olduğundan ham örnekte % 43,12 olan C miktarı ağırlıkça 1:3 KOH kullanılan CD25H3 örneğinde % 87,97 değerine yükselmiş 2,02 kat civarında bir karbon artışı olduğu görülmüştür. Çizelge 4.1’de yer alan H içeriği ise % 6,32’den Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi % 0,32’ye düşmüştür. CD25H2 ve CD25H3 örneklerinde N içerik kalmamıştır. S içeriklerinde önemli bir değişiklik gözlenmemiştir. Çizelge 4.1’de yer alan Oksijen oranları ise % 50,36’dan Çizelge 4.8’de belirtildiği gibi % 10,45’e düşmüştür.

Genel olarak aktif karbonların farklı KOH oranlarında C oranları yüksek çıkmıştır. CD5 grubunda karbon oranı KOH kimyasalı ağırlıkça 1:1 oranında kullanıldığında en yüksek çıkarken, pamuk/elastan içeren CD17 grubunda KOH kimyasalı ağırlıkça 1:1 oranında kullanıldığında en yüksek ve %100 pamuk içeren CD25 grubunda KOH kimyasalı ağırlıkça 1:3 oranında kullanıldığında en yüksek çıkmıştır. Bunun sebebi elyaf bileşenlerinin farklı olması, KOH’ın bu bileşimdeki etkileşme (pamuk, polyester, elastan) hızının farklı olması ile açıklanır.

4.4.3.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri

BET analizini etkileyen başlıca faktörleri özetlemek gerekirse; numunenin doğru şekilde hazırlanması (özellikle uygun sıcaklık ve sürede degaz işlemi yapılması), kullanılan numunenin gözenek yapısı ve fiziksel yapısı, analiz esnasında kullanılan gaz tipi (genellikle azot) ve sıcaklık, cihazın kalibrasyonu ve düzgün çalışması, doğru P/P₀ aralığında veri analizi yapılması ve uygun hesaplama modellerinden birinin (BET, BJH, DFT gibi) seçilmesidir. Yüzey alanı, aktif karbonun en önemli özelliklerinden biridir. BET yüzey alanı (SBET), Mezo gözenek alanı (Smikro) t-plot mikro gözenek alanı (Smikro), toplam gözenek alanı (Stoplam), toplam gözenek hacmi (V_{toplam}), mikrogözenek hacmi (V_{mikro}), mezogözenek hacmi (V_{mezo}) ve ortalama gözenek çapı değerleri D_p (nm) Çizelge 4.8’de verilmiştir. KOH aktivasyonu ile elde edilen aktif karbonların gözenek hacimleri ve yüzey alanları, Çizelge 4.9’de gösterilmiştir.

Çizelge 4.9 : KOH ile sentezlenen aktif karbonların yüzey alanları.

Aktif Karbon	S_{Toplam} (m²/g)	S_{mezo} (m²/g)	S_{mikro} (m²/g)	V_{toplam} (cm³/g)	V_{mikro} (cm³/g)	V_{mezo} (cm³/g)	dp* (nm)
CD5H1	494,53	0	494,53	0,27	0,26	0,01	2,16
CD5H2	390,66	268,85	121,81	0,41	0,06	0,35	4,14
CD5H3	344,82	239,88	104,94	0,42	0,05	0,37	4,90
CD17H1	1.181,21	266,95	914,26	0,56	0,44	0,12	1,89
CD17H2	861,01	122,44	738,57	0,49	0,39	0,10	2,25
CD17H3	527,94	3,16	524,78	0,27	0,26	0,01	2,10
CD25H1	883,19	97,83	785,36	0,42	0,38	0,04	1,93
CD25H2	933,21	85,22	847,99	0,48	0,44	0,04	2,05
CD25H3	1.052,13	93,63	958,5	0,52	0,49	0,03	2,00

*: dp ortalama gözenek çapı değeri BET denkleminde göre 4V/A ile hesaplanmıştır.

Çizelge 4. 9 incelendiğinde CD5 ve CD17 elyaf numuneleri için KOH oranı attıkça yüzey alanının düştüğü, CD25 saf pamuktan yapılan elyaf için arttığı görülmektedir. Pamuk polimer karışımlarında polimerin KOH ile daha fazla deforme olduğu doğal selüloz içeren örnekte ise selüloz, hemiselüloz ve ligninin KOH ile etkileşiminin daha kontrollü olması sonucu oran arttıkça yüzey alanı artmıştır. Çizelge 4. 9'da en yüksek yüzey alanı 1181,21 m²/g olarak CD17H1örneğinde elde edilirken en düşük yüzey alanı CD5H3 örneğinde 344,82 m²/g olarak elde edilmiştir.

CD5 örnekleri için KOH oranı attıkça mikro gözenek alanının azaldığı bunun nedeninin polyester elyafın artan KOH oranı ile organik yapısının tamamen gözeneksiz yapıya doğru dönüşmesi ile açıklanabilir.

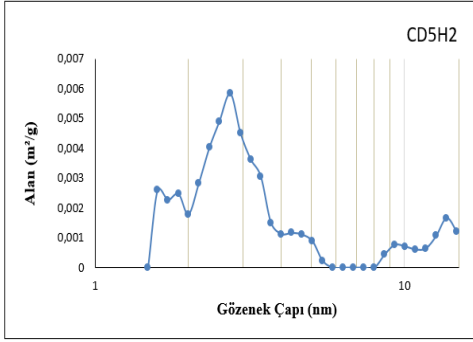
CD25 örneğinde mikro gözenek alanı KOH oranı ile arttığı görülmekte olup SEM görüntülerinde gözeneklilik bu görüşü desteklemektedir. Ortalama gözenek çapı tüm örneklerde farklılık göstermekte olup en düşük CD17H1 örneğinde 1,89 nm, en yüksek CD5H3 örneğinde 4,90 nm ile elde edilmiştir.

En yüksek mezogözenek fraksiyonunu CD5H2 ve CD17H1 numunelerinde görülmüştür. Farklı yüzey kimyasına sahip karbonize edilmiş numunelerin farklı oranlarda KOH ile aktive edildiği zaman, üretilen aktif karbonların (CD5H2 ve CD17H1) kimyasal ve fiziksel olarak farklı yüzey davranışları göstermesi beklenmektedir.

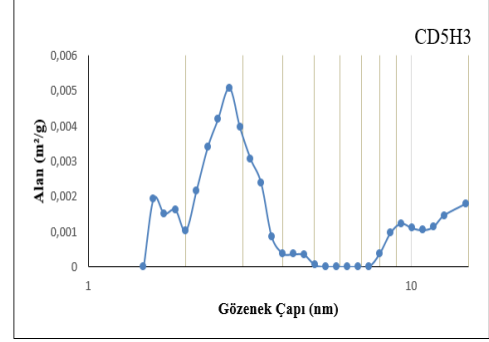
4.4.3.1.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri

Ham tekstil atıklarından potasyum hidrokoksit kullanılarak gerçekleştirilen aktivasyon işlemi sonucunda elde edilen aktif karbonların por dağılım grafikleri Şekil 4.32 'de

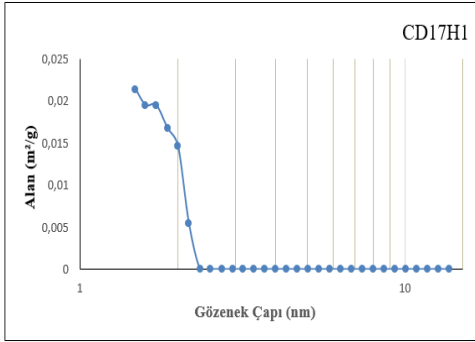
gösterilmektedir. Bet analizi ile ölçülen değerler Çizelge 4.9’da belirtilmiş olup mikro ve mezo gözeneklerin varolduğunu kanıtlanmıştır.



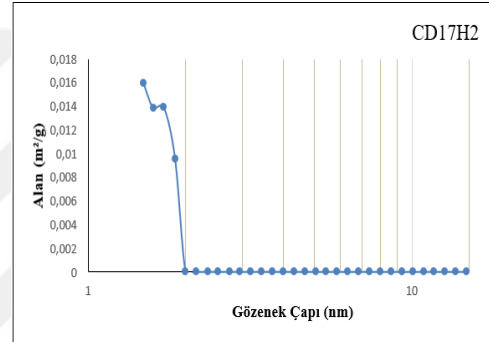
CD5H2. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1:2 Emdirme Oranı)



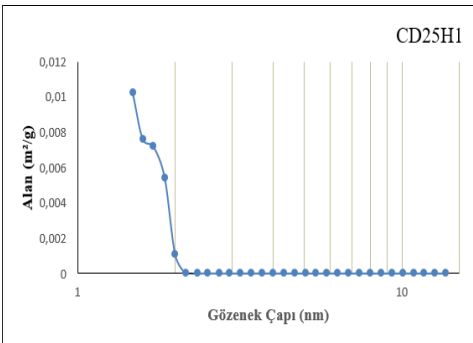
CD5H3. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1/3 Emdirme Oranı)



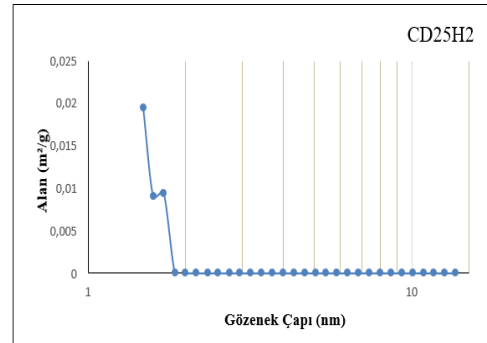
CD17H1. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1:1 Emdirme Oranı)



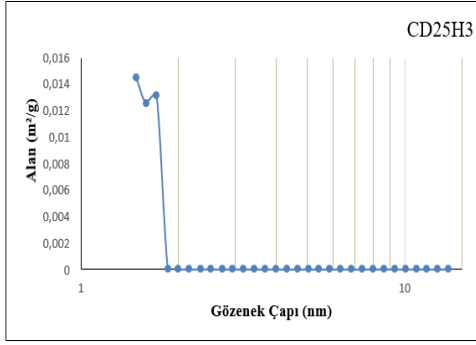
CD17H2. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1:2 Emdirme Oranı)



CD25H1. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1:1 Emdirme Oranı)



CD25H2. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1:2 Emdirme Oranı)



CD25H3. (Ham Tekstil atıklarından aktif karbon, 1/3 Emdirme Oranı)

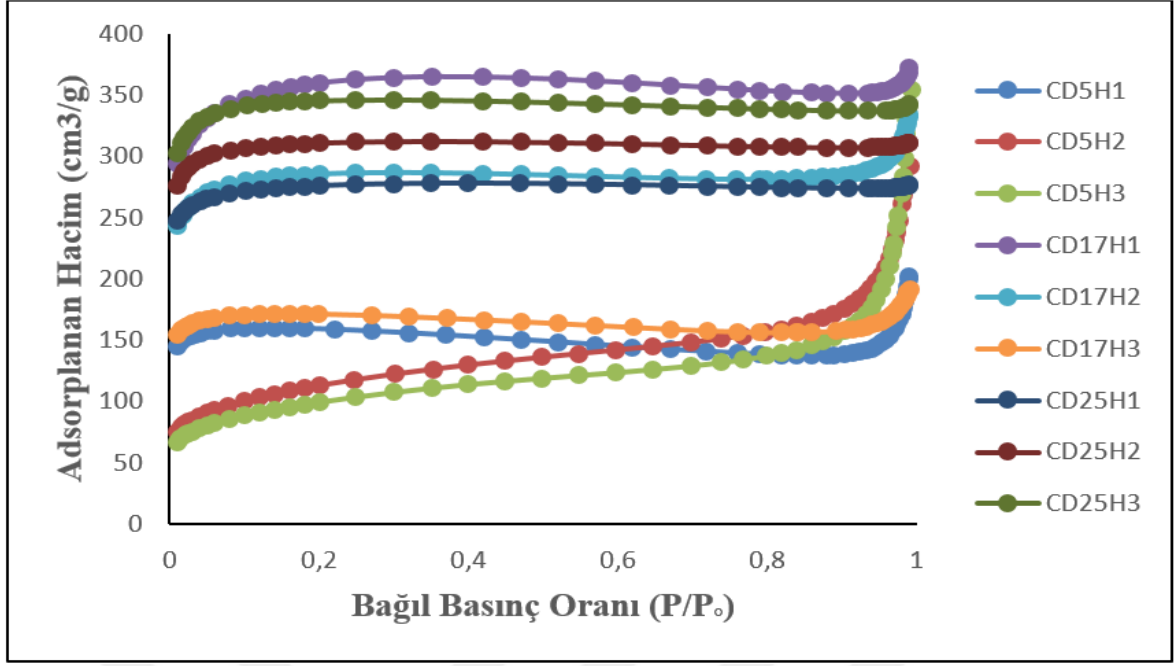
Şekil 4.32 : Ham maddelerin 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD17H1, CD17H2, CD25H1, CD25H2, CDH325) aktif karbonların por dağılımları.

Şekil 4.32 incelendiğinde yüzey alanı tablosunda yüzey alanı ve gözenek çapı değerleri uyum içerisinde.

Şekil 4.32 incelendiğinde aktif karbon örneklerinin farklı gözenek boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir. Farklı oranlarda potasyum hidroksit kullanılmasından dolayı gözenek boyutlarında farklılık olması beklenen bir sonuçtur. CD17H1, CD17H2, CD25H1, CD25H2, CD25H3 numunelerinin homojen ve dar gözenek boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir. Genellikle mikro gözeneklerin olmasından dolayı yüzey alanı düşük çıkmıştır. Por dağılımlarına ait grafikler incelendiği zaman gözenek çaplarının bazı numunelerde 2nm'nin altında iken bazı numunelerde ise 2 nm'nin üzerine çıktığı görülmektedir. 2 nm üzerindeki porlara mezo gözenek, 2nm'nin altındaki porlara mikro gözenek, denilmektedir. Bu gözeneklere ait yüzey alanları Çizelge 4.9'da yer alan BET yüzey alanı tablosunda görülmektedir.

4.4.3.2.Ham tekstil atıklarının KOH aktivasyonu ile sentezlenen aktif karbonların azot izoterm grafikleri

Ham tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta potasyum hidroksit aktivasyonu ile sentezlenmesiyle elde edilen aktif karbonların azot izoterm grafikleri Şekil 4.33'de gösterilmektedir.



Şekil 4.33 : Ham tekstil atıklarının 800°C sıcaklıkta KOH aktivasyonu ile elde edilen (CD5H1, CD5H2, CD5H3, CD17H1, CD17H2, CD17H3, CD25H1, CD25H2, CD25H3) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermi.

CD5H1, CD5H2, CD5H3'e ait BET izotermi incelendiğinde CD5H2 ve CD5H3 örneklerinde 0,9 P/P_0 aralığında çok yavaş adsorpsiyon olduğu 0,9-1,0 P/P_0 aralığında hızla arttığı görülmektedir. CD5H1 örneğinde 0-0,05 P/P_0 aralığında yavaş bir adsorpsiyon buradan 0,95 P/P_0 'a kadar yavaş bir desorpsiyon, 0,95-1,0 P/P_0 aralığında hızlı bir adsorpsiyon olduğu görülmektedir.

CD17H1, CD17H2 ve CD17H3 örneğinde her 3 adsorpsiyon izotermi birbirinin benzeri olup 0-0,1 P/P_0 aralığında yüksek oranda bir adsorpsiyon buradan 0,97 P/P_0 'a kadar adsorpsiyon büyük oranda sabit kalmakta olduğu, buradan P/P_0 1'e kadar hafif bir adsorpsiyonun olduğu görülmektedir.

CD25H1, CD25H2, CD25H3 örnekleri için adsorpsiyon izotermi birbirinin benzeri olup 0-0,1 P/P_0 aralığında yüksek oranda bir adsorpsiyon olduğu 0,1-0,95 P/P_0 arası hafif bir desorpsiyon buradan P/P_0 1'e doğru tekrar bir adsorpsiyon olduğu görülmektedir.

Azot izotermi incelendiği zaman Tip I ve Tip II adsorpsiyon izotermi görülmüştür. Tip I izotermi mezo gözeneklerin yok denilecek kadar az olduğu Tip II izotermi ise mikro ve mezo gözenek yapılarının varlığı görülmüştür. BET analizi ile elde edilen yüzey alanları verilmiş olup mikro ve mezo yapıdaki gözeneklerin varlığını göstermektedir. Basıncın artması ile Tip I izotermi yükselme görülürken yükselmenin akabinde mikro gözeneklerin dolması ile adsorpsiyonun durmasıyla izotermde düzleşme görülmektedir.

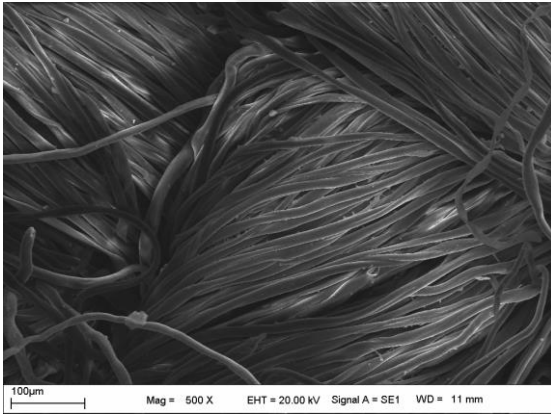
Mikro gözeneklerin tamamen dolması ile grafikte düzleşme meydana gelmiştir. Basıncın artmasıyla adsorpsiyon mezo gözenekler üzerinde oluşmuş ve izoterm grafiğinde tekrar artış meydana gelmiştir.

Tip II izotermelerinde de mikro gözeneklerin dolmasıyla izotermde artış meydana gelmiştir.

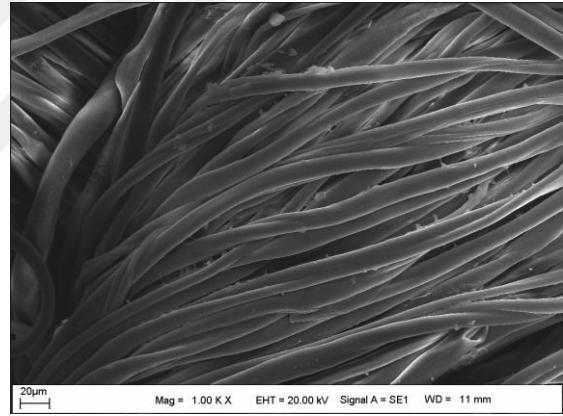
4.5. Ham Tekstil Atıklardan Fiziksel Aktivasyon ile Aktif Karbon Eldesi

Ham Tekstil atıkları olan parça bez denim ve siyah iplik üstüğü numunelerinden (PBD ve SUI); 10 °C/dk ısıtma hızında 600 °C maksimum sıcaklıkta 1 saat süresince tutulmuş akabinde 10 °C/dk ısıtma hızında 950 °C maksimum sıcaklıkta 30 dakika süresince 900 °C 'de su buharı verilmeye başlanarak muamele edilmiştir.

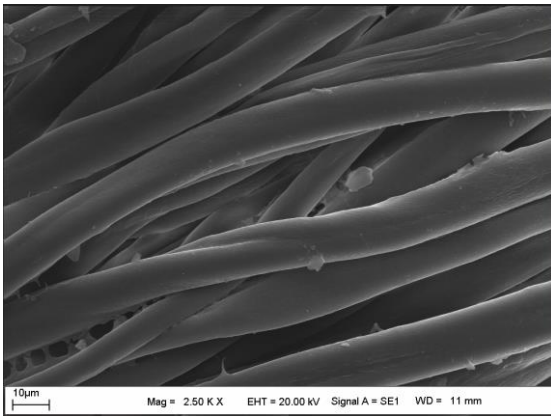
Ham tekstil atıklarının fiziksel aktivasyon öncesi PBD (parça bez denim) ve SUI (siyah iplik üstüğü) ve fiziksel aktivasyon sonrası PBDFA (Parça bez denim) ve SUIFA (siyah iplik üstüğü) olarak SEM görüntüleri alınmıştır. SEM analizlerine ait görüntüler şekil 4.34'de verilmiştir.



500X

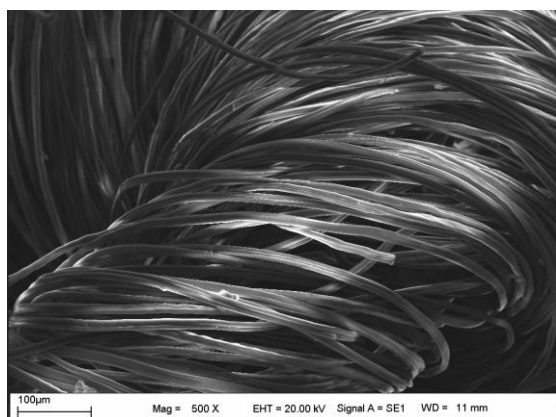


1.00KX

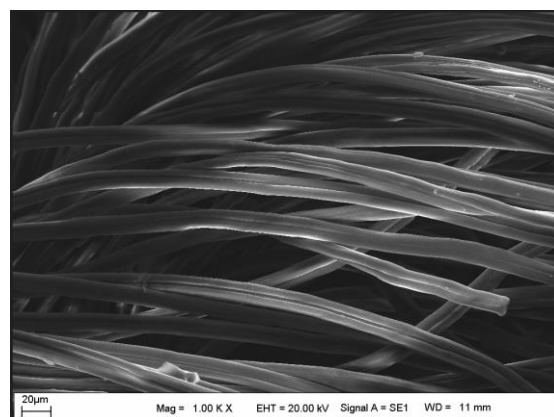


2.50KX

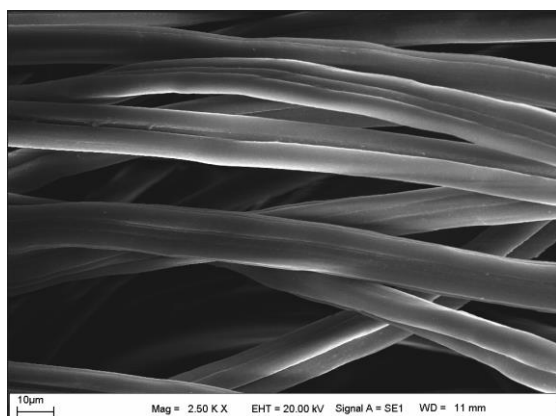
(a)



500X

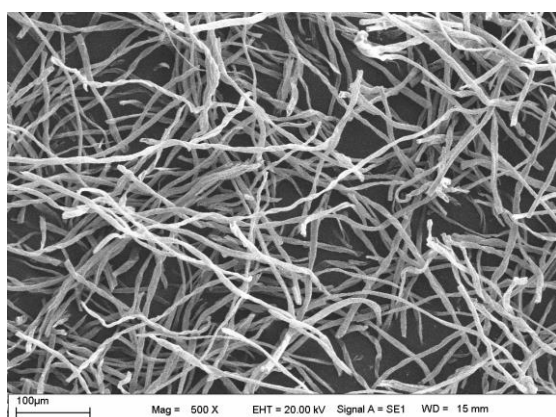


1.00KX

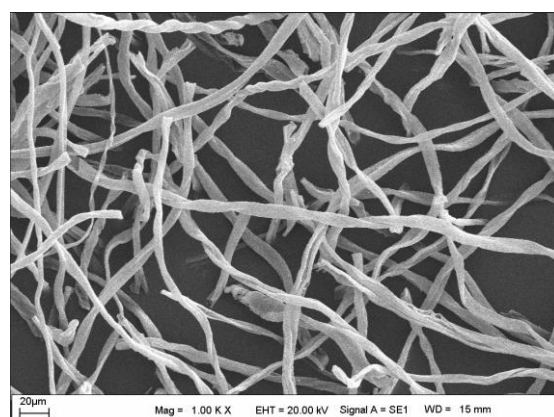


2.50KX

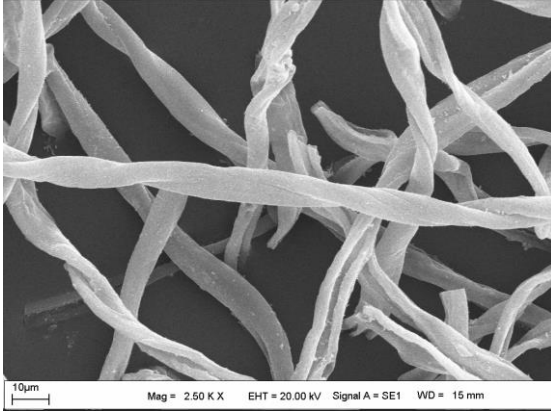
(b)



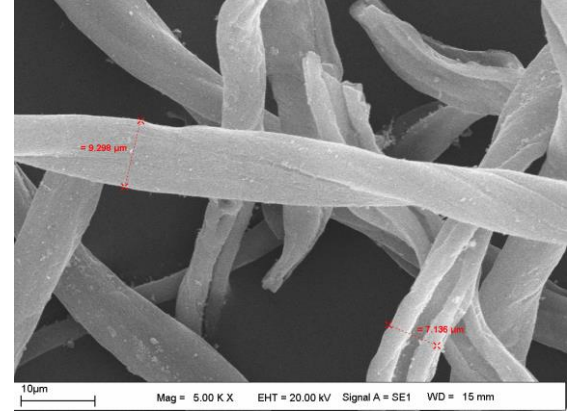
500X



1.00KX

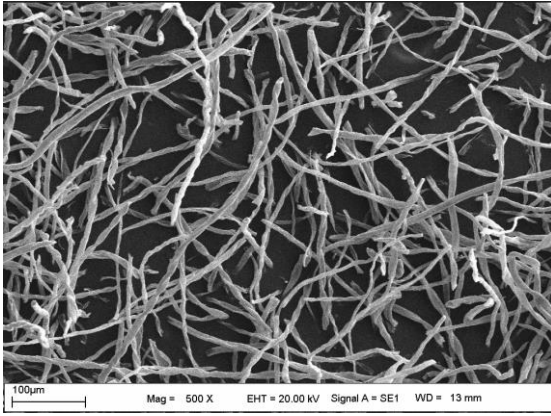


2.50KX

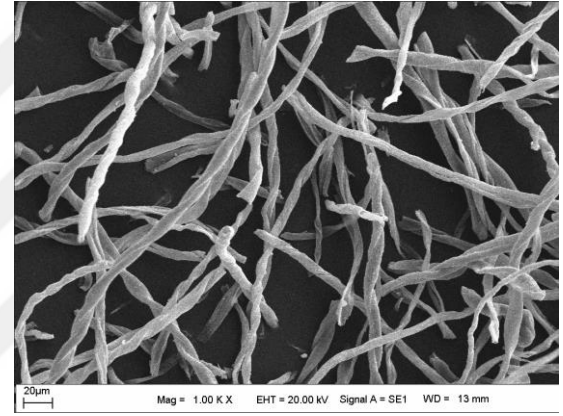


5.00KX

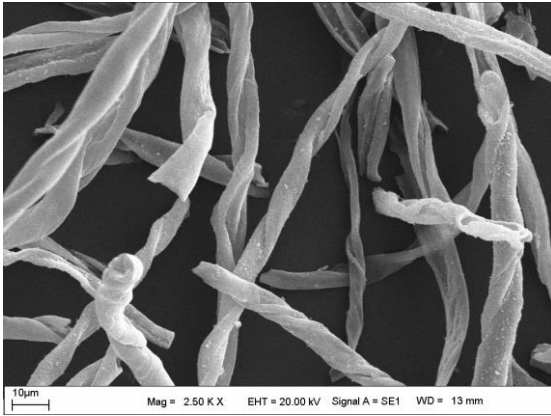
(c)



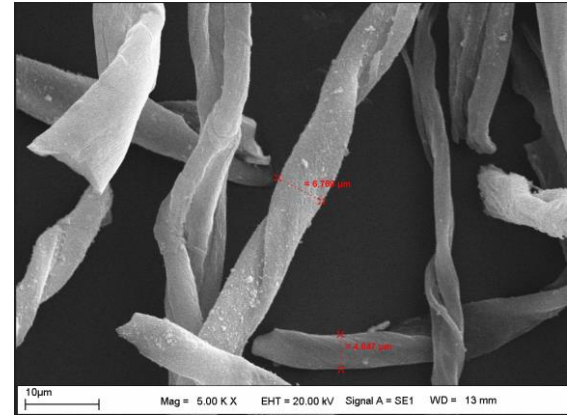
500X



1.00KX



2.50KX



5.00KX

(d)

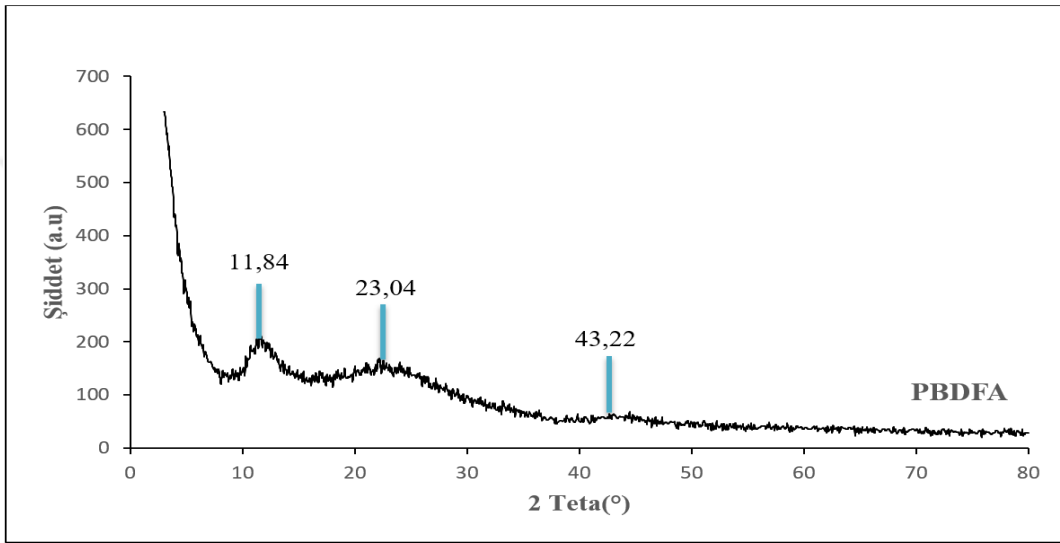
Şekil 4.34 : (a) PBD Ham numunelere ait SEM görüntüleri

(b) SUI Ham numunelere ait SEM görüntüleri

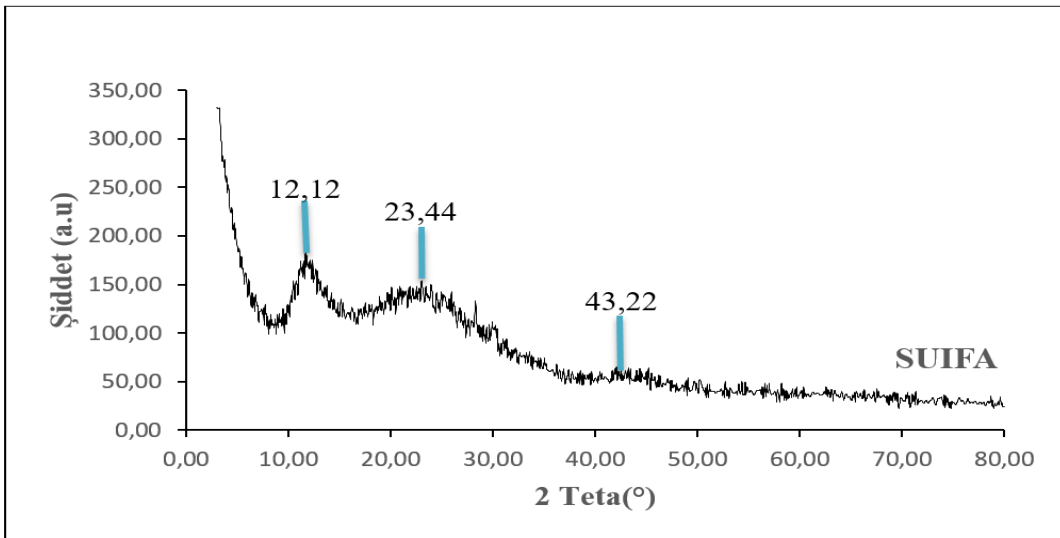
(c) PBDFA Fiziksel aktivasyon SEM görüntüleri

(d) SUIFA Fiziksel aktivasyon SEM görüntüleri.

SEM görüntülerinde fiziksel aktivasyonlarda her iki örneğin elyaf fiber yapısının büyük oranda korunduğu gözlenmiştir. Ancak sıcaklığın yüksek olması nedeniyle fiber çapının küçüldüğü ve fiberlerde kırılğanlığın çok fazla olduğu görülmektedir. Aktif karbonların SEM görüntülerinde görüntülerin beyaza yakın görünmesi malzemenin büyük oranda grafen yapıya dönüştüğünü göstermektedir. Daha sonra tartışılacağı üzere XRD sonuçları bu veriyi doğrulamaktadır.



(a)



(b)

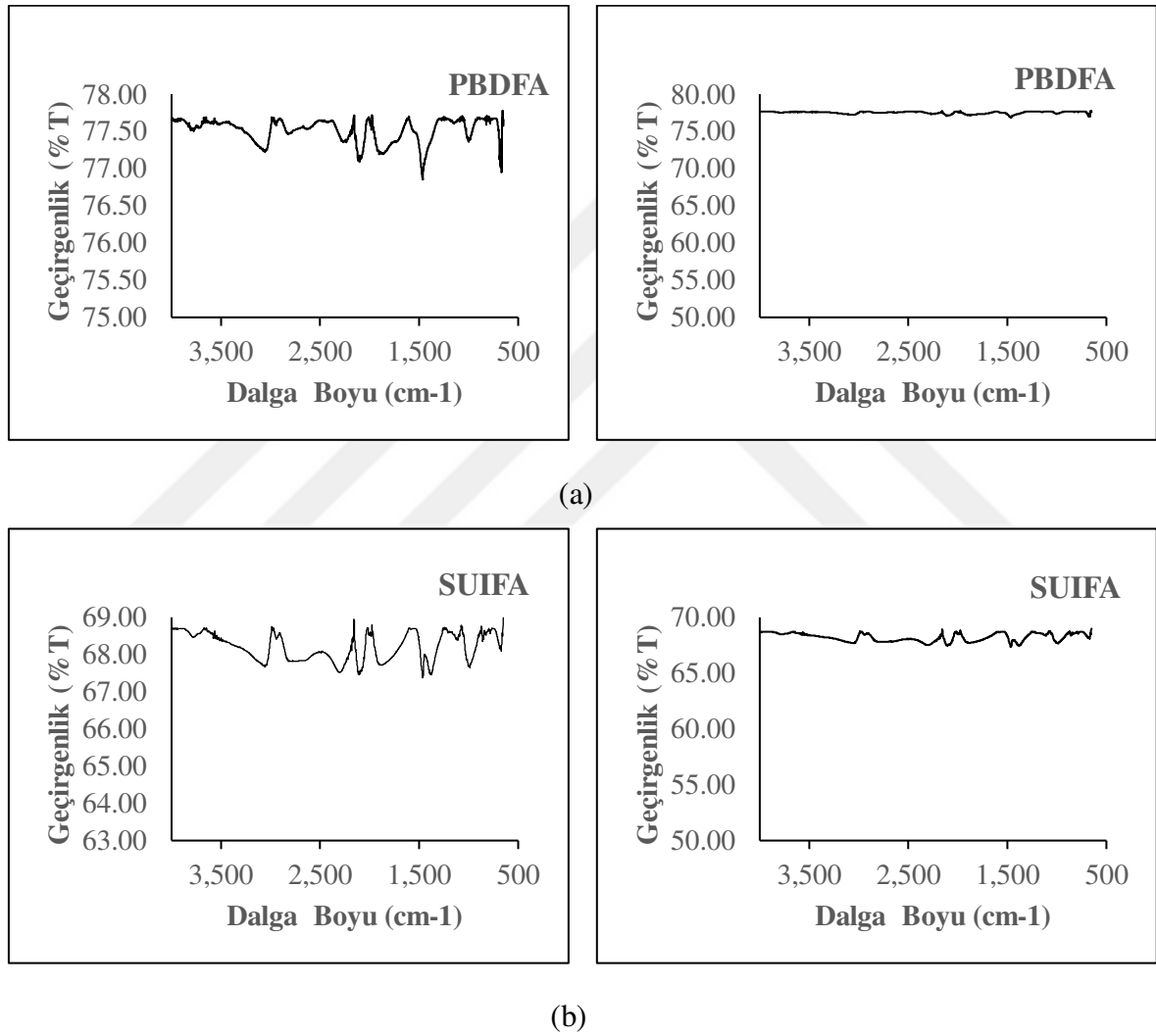
Şekil 4.35 : (a) PBDFA aktif karbonunun XRD spektrumu

(b) SUIFA aktif karbonunun XRD spektrumu.

Her iki örneğin (PBDFA, SUIFA) XRD sonuçları incelendiğinde tüm aktif karbon örneklerinde olduğu gibi yaklaşık 12, 23 ve 43 2θ değerlerinde pikler görülmekte olup her iki örneğin büyük oranda amorf grafen ve grafitik yapıya dönüştüğü görülmektedir.

4.5.1. Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların FT-IR analizleri

Fiziksel aktivasyon yolu ile elde edilen PBDFA (parça bez denim) ve SUIFA (siyah iplik üstüğü) örneklerine ait SEM görüntüleri şekil 4.36' da verilmiştir.



Şekil 4.36 : (a) PBDFA örneklerinden fiziksel aktivasyon ile elde edilen ürünün farklı FT-IR spektrumları
(b) SUIFA örneklerinden fiziksel aktivasyon ile elde edilen ürünün farklı FT-IR spektrumları.

FT-IR sonuçları incelendiğinde geçirgenlik 0-100 (%T) aralığında alındığında hiçbir pikin çıkmadığı gözlemlenmiş olup yapının amorf grafen ve grafitik yapıda olduğu, geçirgenlik

ekseni daraltıldığında grafen ve grafitik yapıya ait alifatik C-H 'lar ve C-O yapılarına ait pikler çok küçük de olsa gözlemlenmiştir.

4.5.2. Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların elementel analizleri

Çizelge 4.10 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların elementel analizleri.

Numune Adı	%C	%H	%N	%S	%O*
PBDFA	87,14	0,51	0	0	12,35
SUIFA	79,98	0,54	0	0,31	19,17

*Farktan hesaplanmıştır.

Fiziksel aktivasyon yöntemiyle elde edilen aktif karbon numunelerinin elementel analiz sonuçları incelendiğinde, pamuk ve elastan içeren PBDFA numunesinin %C içeriğinin (%87,14), pamuk ve PES içeren SUIFA numunesine (%79,98) kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum, elastan içeren yapının fiziksel aktivasyona daha elverişli olduğunu ve daha yüksek karbon verimi sağladığını göstermektedir.

4.5.3. Fiziksel aktivasyon ile ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların yüzey alanları ve gözenek hacimleri

Yüzey alanı, aktif karbonun en önemli özelliklerinden biridir. BET yüzey alanı (SBET), Mezo gözenek alanı (Smikro) t-plot mikro gözenek alanı (Smikro), toplam gözenek alanı (Stoplam), toplam gözenek hacmi (Vtoplam), mikrogözenek hacmi (Vmikro), mezogözenek hacmi (Vmezo) ve ortalama gözenek çapı değerleri Dp (nm) Çizelge 4.11'de verilmiştir.

Çizelge 4.11 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların yüzey alanları.

Aktif Karbon	S _{Toplam} (m ² /g)	S _{mezo} (m ² /g)	S _{mikro} (m ² /g)	V _{toplam} (cm ³ /g)	V _{mikro} (cm ³ /g)	V _{mezo} (cm ³ /g)	dp* (nm)
PBDFA	656,02	135,11	520,91	0,36	0,27	0,09	2,18
SUIFA	574,26	419,81	154,45	0,29	0,21	0,08	2,02

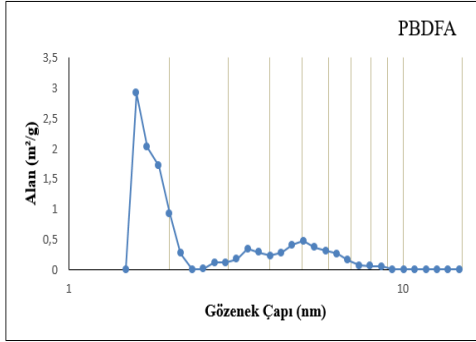
*: dp ortalama gözenek çapı değeri BET denkleminde göre 4V/A ile hesaplanmıştır.

Çizelge 4.11 incelendiğinde fiziksel aktivasyon yolu ile elde edilen aktif karbonların en düşük yüzey alanı 574,26 m²/g SUIFA (siyah iplik üstüğü) iken, en yüksek yüzey alanı ise 656,02 m²/g PBDFA (parça bez denim) dir.

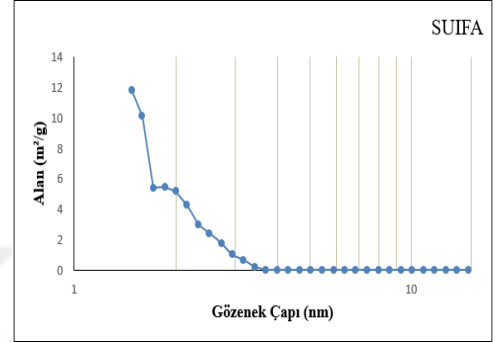
Yüzey alanı sonuçları incelendiğinde %98,5 Pamuk, %1,5 Elastan içeren PBDFA (parça bez denim) örneğinin yüzey alanı daha yüksek çıkmış olup doğal selülozun gözenek oluşturmada etkin olduğu ifade edilebilir.

SUIFA (siyah iplik üstüğü) örneğinde %20 Polyester elyaf bulunması yüzey alanının daha düşük çıkmasına neden olmuş, polimerlerin fiziksel aktivasyonda yapısal kararlılık göstermesi ile bu durum açıklanabilir yani lineer yapıdaki polyester elyaf karbonize ve aktivasyon işleminde gözenekli bir yapı oluşturmada engel teşkil etmektedir.

4.5.4. Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların gözenek boyut dağılım grafikleri



PBDFa. (Ham tekstil atıklarından aktif karbon, parça bez denim)



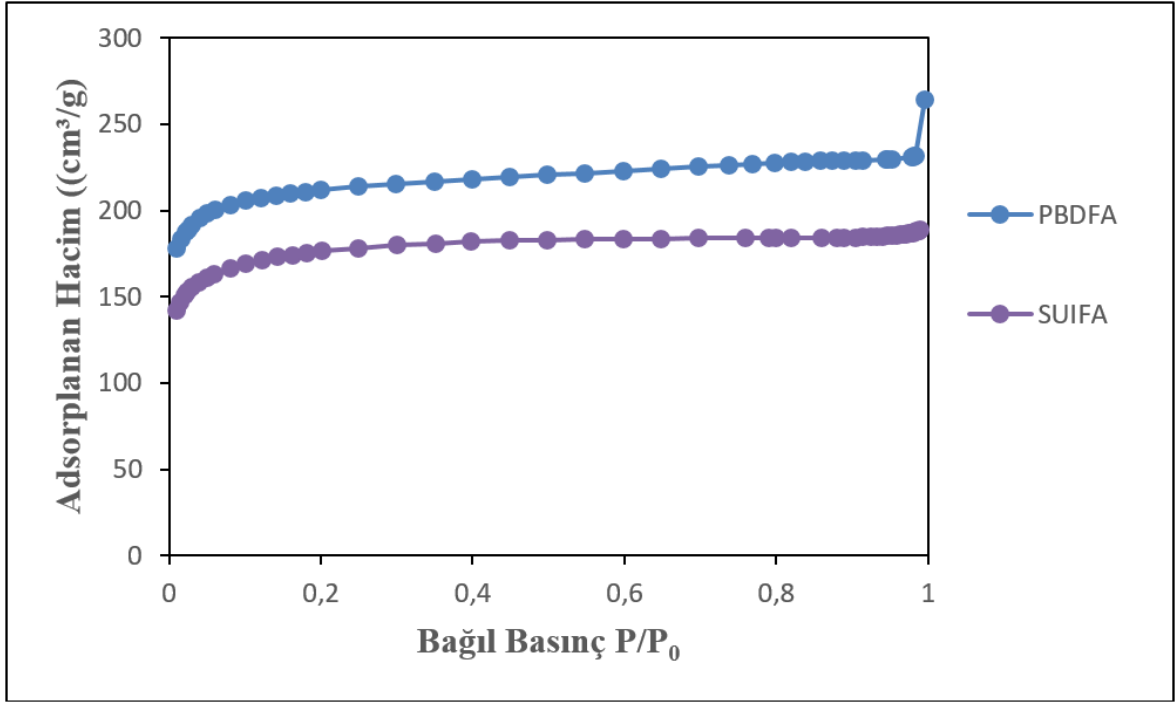
SUIFA. (Ham tekstil atıklarından aktif karbon, siyah iplik üstüğü)

Şekil 4.37 : Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen (PBDFa Ve SUIFA) aktif karbonların por dağılımları.

Şekil 4.37’de yer alan her iki örneğin gözenek boyut dağılımı incelendiğinde PBDFa (parça bez denim) örneğinde gözeneklilik 1,25-10 nm arasında dağılırken SUIFA (siyah iplik üstüğü) örneğinde 1,25-25 nm aralığında kalmıştır. Bu durum SUIFA örneğinin yüzey alanının yüzey alanının düşük çıkmasını da açıklamıştır.

4.5.5. Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların azot izoterm grafikleri

Ham tekstil atıklarının 950°C sıcaklıkta fiziksel aktivasyon yolu ile elde edilen aktif karbonların azot izoterm grafikleri Şekil 4.38’de verilmiştir.



Şekil 4.38 : Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen (PBDFA ve SUIFA) aktif karbonların azot adsorpsiyon izotermeleri.

PBDFA (parça bez denim) ve SUIFA (siyah iplik üstüğü) örneklerine ait adsorpsiyon izotermeleri incelendiğinde düşük P/P_0 değerlerinde kısmen hızlı adsorpsiyon, P/P_0 0,1'den sonra yavaş adsorpsiyon ile izoterm eğrisi oluşturduğu görülmektedir. Azot izotermeleri incelendiği zaman Tip I ve Tip II adsorpsiyon izotermeleri görülmüştür.

4.5.6. Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların verimleri

Fiziksel aktivasyon işlemine tabi tutulan PBD (%98,5 Pamuk ve %1,5 Elastan) ve SUI (%80 Pamuk ve %20 Polyester) numunelerine ait aktif karbon verim sonuçları çizelge 4.12'de verilmiştir.

Çizelge 4.12 : Fiziksel aktivasyon ile elde edilen aktif karbonların verimleri.

Numune Adı	Aktif Karbon Verimleri (%)
PBDFA (%98,5 Pamuk ve %1,5 Elastan)	8,10
SUIFA (%80 Pamuk ve %20 Polyester)	4,77

Ham tekstil atıklarından fiziksel aktivasyon yöntemiyle elde edilen aktif karbonların verimleri incelendiğinde, pamuk ve elastan içeren PBDFA numunesinin aktif karbon

veriminin (%8,10), pamuk ve polyester içeren SUIFA numunesine (%4,77) kıyasla daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durum, selüloz esaslı yapının ve düşük oranda elastan içeriğinin karbonizasyona daha elverişli olduğunu göstermektedir.

SUIFA numunesinde polyester (PES) oranının yüksek olması, karbonizasyon ve aktivasyon süreçlerinde daha fazla uçucu bileşen kaybına neden olmuş ve bu durum aktif karbon veriminin düşmesine yol açmıştır. Ayrıca PES yapısındaki ester gruplarının yüksek sıcaklıkta bozunması, kütle kaybını artırarak verimi olumsuz etkilemiştir. Sonuç olarak, pamuk ağırlıklı tekstil atıklarının fiziksel aktivasyon yöntemiyle aktif karbon üretiminde daha yüksek verim sağladığı belirlenmiştir.



5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Bu çalışmada tekstil üretim aşamalarında ortaya çıkan üç farklı tekstil atığından kimyasal ve fiziksel aktivasyon yolu ile aktif karbon sentezi yapılmıştır. Bu atıklar denim kumaş üretimi sırasında ortaya çıkan siyah iplik üstüğü, parça bez denim ve haşılı üstüğü atıklarıdır.

Bu tez çalışması ile ilgili aşağıdaki sonuçları yazabiliriz.

500°C sıcaklıkta N₂ gaz akışında karbonize edilerek ve karbonize işlemi yapılmadan üç farklı konsatrasyonda KOH ile muamele edilerek kimyasal aktivasyon yöntemi ile aktif karbon elde edilmesi ve ham tekstil atıkları olan parça bez denim ve siyah iplik üstüğü numunelerine 950°C’de su buharı verilmek sureti ile fiziksel aktivasyon işlemleri yapılarak karakterizasyonları tamamlanmıştır. Aktivasyon işlemi sonucunda elde edilen aktif karbonların özellikleri incelenmiş ve sonuçlar bulunmuştur. FT-IR ve XRD spektrumları vasıtası ile yapılarının incelenmesi sonucu aktif karbon özellikleri tespit edilmiştir. Elde edilen ürünlerin elementel analiz ve kül tayinlerinde hammaddeye kıyasla karbon içeriğindeki artış görülmüştür.

Karbonize edilmiş tekstil atıklarından elde edilen ürünlerde en çok KOH kullanılan numune olan CD5K3 örneğinde polyester elyafında bozunma olurken pamuk elyafında deformasyon olmadığı görülmüştür. CD25 numuneleri %100 pamuk elyafı içeriğine sahiptir. Kullanılan KOH’ın hidroksillerle etkileşmesi sonucu fiber yapı tamamen bozularak oldukça yüksek yapıda gözeneklilik oluşmuştur.

Ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbon ürünlerine yapılan SEM analizinde CD5 grubunda ve CD17 grubunda organik yapıların parçalandığı, CD25 grubunda ise KOH oranı arttıkça gözenek oluşumunun arttığı görülmüştür. Grafen yapıların varlığı XRD sonuçları ile de desteklenmiştir.

Fiziksel aktivasyon sonucu elde edilen ürünlerin SEM görüntülerinde elyaf fiber yapısının büyük oranda korunduğu gözlenmiştir. Ürünlerin büyük oranda grafen yapıya dönüştüğü görülmüştür.

Karbonize edilen ürünlerin kimyasal aktivasyon işlemi sonucunda en yüksek yüzey alanı 1.826,98 m²/g yüzey alanı ile 1:2 oranında KOH ile muamele edilmiş olan CD17K2 (parça bez denim) ürününde, ham tekstil atıklarına aktivasyon işlemi sonucunda en yüksek yüzey alanı 1.181,21 m²/g ile 1:1 oranında KOH ile muamele edilmiş olan CD17H1 (Parça bez denim) ürününde ve fiziksel aktivasyon işlemi sonucunda en yüksek yüzey alanı 656,02 m²/g ile PDFA (parça bez denim) ürününde tespit edilmiştir.

Karbonize edilmiş tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların büyük çoğunluğunda mikro gözenek görülürken en yüksek mezogözenek fraksiyonunu CD5K1 ve CD17K2 ve CD25K1 numunelerinde görülmüştür.

Ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonlardan CD5 ve CD17 numuneleri için KOH oranı attıkça yüzey alanının düştüğü, CD25 saf pamuktan yapılan elyaf için arttığı görülmektedir.

Aktif karbon örneklerinin farklı gözenek boyut dağılımına sahip olduğu görülmektedir. Farklı oranlarda Potasyum hidroksit kullanılmasından dolayı gözenek boyutlarında farklılık olması beklenen bir sonuçtur.

Ham tekstil atıklarından elde edilen aktif karbonların büyük çoğunluğunda mikro gözenek görülürken CD5 (Siyah iplik üstüğü) ve CD17 (parça bez denim) elyaf numuneleri için KOH oranı attıkça yüzey alanının düştüğü, CD25 (haşılı çözü üstüğü) saf pamuktan yapılan elyaf için arttığı görülmektedir. En yüksek mezogözenek fraksiyonunu CD5H2 ve CD17H1 numunelerinde görülmüştür.

Ham tekstil atıklarının fiziksel aktivasyonu sonucunda en fazla mikro gözenek PDFA ürününde, SUIFA ürününde ise en fazla mezo gözenek görülmüştür.

Farklı yüzey kimyasına sahip karbonize edilmiş numunelerin farklı oranlarda KOH ile aktive edildiği zaman, üretilen aktif karbonların (CD5H2 ve CD17H1) kimyasal ve fiziksel olarak farklı yüzey davranışları göstermesi beklenmektedir.

Sonuç olarak tekstil atıklarını farklı yollar ile yok etmek yerine katma değeri yüksek bir ürüne dönüştürerek değerlendirmek sürdürülebilirlik ve çevre açısından önem arz etmektedir. Bu nedenle tekstil atıklarını hammadde olarak kullanılarak fiziksel ve kimyasal aktivasyon yolu ile katma değeri yüksek bir ürün olan aktif karbon üretimi yapılmıştır.

Yukarıda ifade edilen sonuçlardan şu öneriler yapılabilir; enerji depolamada kullanılabilirliğinin araştırılmasının yanında adsorpsiyon çalışmalarında ve farklı kimyasallar ile aktivasyon işlemi çalışılabilir.

KAYNAKLAR

- [1] **Patrick, P.J.** (1995) “*Porosity in Carbons*”, Edward Arnold, ISBN: 0340544732,209-253, Great Britain.
- [2] **Dabrowski, A.** (2001). Adsorption—from theory to practice. *Advances in Colloid and Interface Science*, 93(1–3), 135–224. [https://doi.org/10.1016/S0001-8686\(00\)00082-8](https://doi.org/10.1016/S0001-8686(00)00082-8)
- [3] **Katz, S.** (2004). The Use of Activated Carbon in Water Treatment. *Water Research*, 38(10), 2393-2401. <https://doi.org/10.1016/j.watres.2004.03.010>
- [4] **Gupta, A., et al.** (2015). Industrial Applications of Activated Carbon. *Chemical Engineering Journal*, 283, 64-80. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2015.06.080>
- [5] **Zhang, Y., et al.** (2020). Advances in Activated Carbon Research. *Environmental Technology*, 41(5), 682-700. <https://doi.org/10.1080/09593330.2019.1591650>
- [6] **Akyıldız, H.** (2007). H₃PO₄ aktivasyonu ile zeytin çekirdeğinden aktif karbon üretimi (Yüksek lisans tezi), İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı.
- [7] **Seydioğlu, G.** (2009). Bitkisel atıkların granül aktif karbon üretiminde değerlendirilmesi (Yüksek lisans tezi), Anadolu Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı).
- [8] **Bansal, R.C., and Goyal, M.** (2005). *Activated Carbon Adsorption*, Taylor and Francis, 497 p., United States of America.
- [9] **Bandos, T.J.** (2009). *Activated Carbon Surfaces in Environmental Remediation*. Elsevier Science and Technology Books, 571 p., United Kingdom.
- [10] Cheremisinoff P.N., Ellerbusch F., 1978, Caron adsorption handbook, Ann Arbor Science Publishers, Inc., New York.
- [11] **Mc Dougall, G.J.** (1991). The physical nature and manufacture of activated carbon, *Journal of South African Institute Mining and Metallurgy.*, 91-4, 109-120.
- [12] **S.M. Manocha**, Porous carbons. *Sadhana*, 28(1): (2003), p. 335-348.
- [13] **Henning, K.D. and Degel J.** (1990), Activated Carbon for Solvent Recovery, *At of the Meeting the European Rotogravure Association Engineers Group* Mulhouse, France.
- [14] **Uzun, I.** (2008), Kavak Ağacı Artıklarından Aktif Karbon Üretimi, Eskisehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir, 99 s.
- [15] **Aygün, A.** (2002). Yerli Doğal Hammaddelerden Aktif Karbon Üretimi ve Adsorpsiyon Özelliklerinin incelenmesi, İ.T.Ü., Yüksek Lisans Tezi. İstanbul
- [16] **Marsh, H., Heintz, E.A. and Rodriguez-Reinoso, F.** (1997), *Introduction to Carbon Technologies*, University of Alicante, Scretariado de Publicaciones.
- [17] **Manocha, S.M.** 2003. Porous carbons. *Sadhana*, 28, 335-348.
- [18] **Go’mez-Serrano, V., Cuerda-Correa, E.M., Ferna’ndez-Gonza’lez, M.C., Alexandre-Franco, M.F., and Maci’as-Garci’, A.** 2004. Preparation of activated carbons

from chestnut wood by phosphoric acid-chemical activation. Study of microporosity and fractal dimension *.Materials Letters*, 59, 846– 853.

[19] **Bansal, R.C., and Goyal, M.** (2005). *Activated Carbon Adsorption*, Taylor and Francis, 497 p., United States of America.

[20] **Yakout, S.M., and Sharaf El-Deen, G.** (2012). Characterization of activated carbon prepared by phosphoric acid activation of olive stones. *Arabian Journal of Chemistry*, yayınlanma aşamasında.

[21] **Gür, N.** (1994). Pestisitlerin Bentonitle Adsorpsiyonu, Bitirme Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Kimya-Metalurji Fak., İstanbul.

[22] **Yener, J.** (1997). Atık Sulardaki Klor ve Klorofenollerin Adsorpsiyon Yöntemi ile Giderilmesi. (Yüksek lisans tezi), Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.

[23] **Massovera, W.M. & Marsha, P.** (1997). *Unconventional negative stains: Heavy metals are not required for negative staining*, *Ultramicroscopy*, 69 (2), 139-150.

[24] **Gomez-Serrano, V., Macias-Garcia A., Espinosa-Mansilla, A. & Valenzuela-Calahorra, C.** (1988). *Adsorption of Mercury, Cadmium and Lead from Aqueous Solution on Heat-Treated and Sulphurized Activated Carbon*, *Water Research*, 32(1), 1-4.

[25] **N. Mohamad Nor, L. Lee Chung, L. Keat Teong and A. Rahman Mohamed,** *Synthesis of activated carbon from lignocellulosic biomass and its applications in air pollution control-a review*, *Journal Of Environmental Chemical Engineering*, 1 (2013) 658–666.

[26] **El-Raie, A.E.S., Abdelbary, K.M., Ismail, N. K. & Amer, M.A.** (2016). *Production of activated carbon from agricultural residues*, *International Journal Of ChemTech Research*, 9(8) 62-69.

[27] **N. Abdullah and F. Sulaiman.** (2013) *The properties of the washed empty fruit bunches of oil palm*. *J. Phys. Sci*, 24(2), p. 117-137.

[28] **S. Nizamuddin, et al.** (2016). *A critical analysis on palm kernel shell from oil palm industry as a feedstock for solid char production*. *Reviews in Chem. Eng*, 32(5), p. 489-505.

[29] **L. Khezami, A. Ould-Dris, and R. Capart.** (2007). *Activated carbon from thermo-compressed wood and other lignocellulosic precursors*. *BioResources*, 2(2:) p. 193-209.

[30] **Z Chowdhury, Z. Z., et al.** (2013). *Preparation of carbonaceous adsorbents from lignocellulosic biomass and their use in removal of contaminants from aqueous solution*. *BioResources*, 8(4), 6523–6555.

[31] **S. Sethupathi, et al.** (2015). Biomass-based palm shell activated carbon and palm shell carbon molecular sieve as gas separation adsorbents. *Waste Management & Research*, 33(4), p. 303-312.

[32] **M. Shoaib, and H.M. Al-Swaidan,** Optimization and characterization of sliced activated carbon prepared from date palm tree fronds by physical activation. *Biomass and Bioenergy*, 73: (2015), p. 124-134.

[33] **M. Shoaib, and H.M. Al-Swaidan.** (2014). Synthesis of Activated Carbon from Saudi Date Tree Fronds by Gaseous Mixture (N₂ and CO₂). *J. Chem. Soc. of Pakistan*, 36(4),

[34] **M. Shoaib, and H.M. Al-Swaidan,** Impact of reaction vessel pressure on the synthesis of sliced activated carbon from date palm tree fronds. *Hemijaska industrija*, 69(5), (2015), p. 561-565.

- [35] **A. Kaithwas**, et al.(2012), Industrial wastes derived solid adsorbents for CO₂ capture: a mini review. *Chem. Eng. research and design*, 90(10): p. 1632-1641.
- [36] **Menendez-Diaz and J.A.Martin-Gullon**. (2006). *Activated Carbon Surfaces In Enviromental Remediation-Chapter1: Types of Activated Carbon Adsorbents and Their Production*, Elsevier Science & Technology, Amsterdam, p.1-577.
- [37] **Mc Dougall, G.J.** (1991). The physical nature and manufacture of activated carbon, *Journal of South African Institute Mining and Metallurgy*, 91(4), 109–120.
- [38] **Akikol, İ.** (2005). Farklı Aktivasyon Yöntemleriyle Geliştirilen Aktif Karbonlar ile Sudan Ağır Metal Giderimi. (Yüksek lisans tezi), Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul
- [39] **G. Stavropoulos and A. Zabaniotou**, *Microporous Mesoporous Mater.*(2005) 82, 79–85.
- [40] **H. Deng, G. Li, H. Yang, J. Tang and J. Tang**, *Chem. Eng. J.*(2010). 163,373–381.
- [41] **M. A. Yahya , Z.Al-Qodah and C.W.Zanariah Ngah**, Agricultural bio-waste materials as potential sustainable precursors used for activated carbon production: a review, *Renewable And Sustainable Energy Reviews*, 46 (2015) 218–235.
- [42] **Mc Dougall, G.J.** (1991). The physical nature and manufacture of activated carbon, *Journal of South African Institute Mining and Metallurgy*, 91(4), 109–120.
- [43] **Kirk – Othmer Encyclopedia of Chemical Technology**, (1992). John Wiley&Sons, Vol:4, 1015-1035, New York.
- [44] **Ahmadpour A. and Do D.D** (1997). *The preparation of activated carbon from macadamia nutshell by chemical activation. Carbon* 35 (12) 1723-1732. [https://doi.org/10.1016/S0008-6223\(97\)00127-9](https://doi.org/10.1016/S0008-6223(97)00127-9)
- [45] **Loredo-Cancino, Margarita & Soto-Regalado, E. & Cerino-Córdova, Felipe & García-Reyes, R. & García-León, A.M. & Garza-González, M..** (2013). *Determining optimal conditions to produce activated carbon from barley husks using single or dual optimization. Journal of environmental management.* 125C. 117-125. 10.1016/j.jenvman.2013.03.028.
- [46] **W. Sangchoom, and R. Mokaya.** (2015). Valorization of lignin waste: Carbons from hydrothermal carbonization of renewable lignin as superior sorbents for CO₂ and hydrogen storage. *ACS Sus. Chem. & Eng.*, 3(7): p. 1658-1667.
- [47] **K. Yang, et al.**(2010). *Preparation of high surface area activated carbon from coconut shells using microwave heating.* *Bioresource Technology*, 101(15), p. 6163-6169. 10.1016/j.biortech.2010.03.001.
- [48] **T.S. Hui, and M.A.A.** (2015). Zaini, Potassium hydroxide activation of activated carbon: a commentary. *Carbon Lett*, 16(4),), p. 275-80.
- [49] **Çabuk, S. N.** (2020). Atık kumaştan üretilen heteroatom katkılı aktif karbonun süperkapasitör performansı (Yüksek lisans tezi). Ankara Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [50] **J. Oubagaranadin and Z. V. P. Murthy.**(2011).*Activated Carbon: Classifications, Properties and Applications*, pp. 239–266.
- [51] **Manocha, S.M.** (2003). Porous carbons. *Sadhana*, 28, 335-348.

- [52] **Bansal, R.C., and Goyal, M.** (2005). Activated Carbon Adsorption, *Taylor and Francis*, 497 p., United States of America.
- [53] **Guo Y., Rockstraw D.A.** (2006). Physical and chemical properties of carbons synthesized from xylan, cellulose, and Kraft lignin by H₃PO₄ activation. *Carbon*, 44, 1464–1475.
- [54] **J.N. Sahu, Jyotikusum Acharya and B.C. Meikap,** Optimization of production conditions for activated carbons from tamarind wood by zinc chloride using response surface methodology, *Bioresource Technology*, 101 (2010) 1974-1982.
- [55] **W.C. Lim, C. Srinivasakannan and N. Balasubramanian.** (2010). Activation of palm shells by phosphoric acid impregnation for high yielding activated carbon, *Journal Of Analytical And Applied Pyrolysis*, Volume 88 181-186.
- [56] **M. Rafatullah, O. Sulaiman, R. Hashim and A. Ahmad,** Adsorption of methylene blue on low-cost adsorbents: a review, *Journal Of Hazardous Materials*, 177 (2010) 70–80.
- [57] **Boudrahem, N., Delpeux-Ouldriane, S., Khenniche, L., Boudrahem, F., AissaniBenissad, F. and Gineys, M.** (2017.) Single and mixture adsorption of clofibrac acid, tetracycline and paracetamol onto Activated carbon developed from cotton cloth residue. *Process Safety and Environmental Protection*, 111, 544-559.
- [58] **Çiftçi, H. (2013).** Aktif karbonla topraktan tuz adsorpsiyonu yolu ile tuzlanmış tarım arazilerinin ıslah edilebileceğinin araştırılması (Yüksek lisans tezi). Harran Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü.
- [59] **Hassler J.,** 1967. Activated Carbon, Chemical Publishing Co. Inc., Leonard Hill-London.
- [60] **Bansal R.C., Donnet J.B. and Stoeckli F.,** 1988. Active Carbon, Marcel Dekker, Inc. New York.
- [61] **Kroschwitz, J.I.(ED),** 1992,.Kirk-Othmer Enyclopedia of Chemical Technology, 4th Ed., Vol, 4: 1015-1035.
- [62] **Nazarloo, N. H., Shirvanimoghaddam, K., Zabihi, O., & Naebe, M.** (2024). Catalytic pyrolysis of plastic waste using activated carbon from cotton waste. *Journal of Analytical and Applied Pyrolysis*, 182, 106692. <https://doi.org/10.1016/j.jaap.2024.106692>
- [63] **Yıldız, D., Sarıboğa, E., Altınay, B. S., Denктаş, D., Şirin, G., Altun, Ş. N., Kaya, Ş., Kıvrak, H. D., & Korkmaz, N.** (2024). Activated carbon from waste fabrics as a catalyst for NaBH₄ methanolysis. *Process Safety and Environmental Protection*, 185, 831-838. <https://doi.org/10.1016/j.psep.2024.03.052>
- [64] **Yang, H., Choi, G.-R., Choi, D., Lee, J., & Lee, C.-G.** (2025). Textile waste-derived functional carbon materials for selective pharmaceutical pollutant removal. *Alexandria Engineering Journal*, 116, 321-330. <https://doi.org/10.1016/j.aej.2024.12.071>
- [65] **Durán-Jiménez, G., Rodriguez, J., Stevens, L.,Kostas, E.T., Dodds, C.** (2024) Microwavepyrolysis of waste biomass and synthesis ofmicro-mesoporous activated carbons:

The role of textural properties for CO₂ and textile dye adsorption, *Chemical Engineering Journal*. 488, 150926. DOI:10.1016/j.cej.2024.150926.

[66] **Sayed Jamaludin, S. I., Ahmad Zaini, M. A., Sadikin, A. N., & Abdol Jani, W. N. F.** (2024). Textile waste valorization as potential activated carbon precursor for the removal of water contaminants: Commentary. *Materials Today: Proceedings*, 96, 110-115. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2023.12.058>

[67] **Williams, P. T. & Reed, A. R.** (2004). High grade activated carbon matting derived from the chemical activation and pyrolysis of natural fibre textile waste. *Journal of analytical and applied pyrolysis*, 71(2), pp. 971-986. DOI:10.1016/j.jaap.2003.12.007.

[68] **M.A. Nahil, P.T. Williams,** Activated carbons from acrylic textile waste, *J. Anal. Appl. Pyrolysis* 89 (1) (Sep. 2010) 51–59, <https://doi.org/10.1016/J.JAAP.2010.05.005>.

[69] **Liu, H., Shi, L., Han, P., Ullah, S., Yu, J., Yang, B., Li, C., Zhu, C., & Xu, J.** (2018). Hierarchically porous carbon derived from waste acrylic fibers for super-high capacity lithium ion battery anodes. *Chemical Engineering Journal*, 346, 143-150. <https://doi.org/10.1016/j.cej.2018.04.048>

[70] **Mustafa, R. and Asmatulu, E.** (2020) Preparation of Activated Carbon Using Fruit, Paper and Clothing Wastes for Wastewater Treatment. *Journal of Water Process Engineering*, 35, Article ID: 101239. <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2020.101239>

[71] **Sert, S.; Duran Kaya, D.; Korlu, A.** Development of Activated Carbon Textiles Produced from Jute and Cotton Wastes for Electromagnetic Shielding Applications. *Fibers* 2023, 11, 110. <https://doi.org/10.3390/fib11120110>

[72] **Parmakoğlu EÜ, Çay A, Yanık J.** Valorization of Solid Wastes from Textile Industry as an Adsorbent Through Activated Carbon Production. *AATCC Journal of Research*. 2023;10(3):133-143. doi:10.1177/24723444221147983

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı: Dilek ŞARAPNAL

Lisans: İnönü Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü

YAYINLAR

1. Babaarslan, O., Shahid, M. A., & Sarapnal, D. (2022). Evaluation of denim fabric performances from sustainable yarn. *Materials Science Forum*, 1063(1), 1-10. <https://doi.org/10.4028/p-7lhx1o>
2. Sarapnal, D., & Babaarslan, O. (2023). Investigation of the usage of alternative new generation eco-friendly fiber blends in synthetic based denim fabrics. *Fibers and Textiles*, 30(1), 11-17. <https://doi.org/10.15240/tul/008/2023-1-002>
3. Babaarslan, O., Shahid, M. A., Cam, A., & Sarapnal, D. (2021). New generation sustainable fiber and denim potential. In *Proceedings of AUTEX 2021 - 20th World Textile Conference*. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.14083.68646>
4. Ugur, S. S., Sarişik, M., Ertek Avcı, M., & Şarapnal, D. (2019). Enhancing colour fastness properties of denim fabrics by using nanofilm deposition method. In *TEXTEH Proceedings 2019* (pp. 110-113). <https://doi.org/10.35530/TT.2019.25>

SUNUMLAR

1. Şarapnal, D., Parladi, F. M. & Denizhan, D. (2019). The Improvement of the Fastness of Bifunctional Reactive Dyes Using Natural Bentonites in the Washing Processes. In *Proceedings of the 2nd International Congress of Innovative Textiles (ICONTEX 2019)*.
2. Şarapnal, D., Denizhan, D., & Çam, A. (2020). Bio semi-continuous method using pectinase and amylase enzyme for woven cotton fabric. In *Proceedings of the AUTEX 2020 Conference*. Çalık Denim Tekstil San. Tic. A.Ş., R&D Department, Yeşilyurt-Malatya, Turkey.
3. Babaarslan, O., Shahid, M. A., Çam, A., & Şarapnal, D. (2021). New generation sustainable fiber and denim potential. In *Proceedings of the AUTEX 2021 Conference*. Çukurova University & Çalık Denim Tekstil A.Ş., Adana-Malatya, Turkey.
4. Korkmaz, A., & Şarapnal, D. (2022). Süper hidrofilik fonksiyonel dokuma esaslı sargı bezi geliştirilmesi. In *Proceedings of the 9th ULPAS Conference*. Çalık Denim Tekstil A.Ş., R&D Department, Yeşilyurt-Malatya, Turkey.
5. Şarapnal, D., Denizhan, D., & Çam, A. (2021). Biotechnological approach in semi-continuous system for cotton woven fabrics. In *Proceedings of the 15th ILTAS Conference*. Çalık Denim Tekstil San. Tic. A.Ş., R&D Department, Yeşilyurt-Malatya, Turkey.
6. Şarapnal, D., Shahid, M. A., & Babaarslan, O. (2022). Alternative sustainable fiber blends and their performances in different structures. In *Proceedings of the 11th ULPAS Conference*. Çalık Denim Tekstil A.Ş. & Çukurova University, Turkey.
7. Şarapnal, D., & Babaarslan, O. (2022). Yöresel ve otantik kıyafetlerden esinlenerek düşük gramaj ekolojik denim kumaşların geliştirilmesi. In *Proceedings of the 11th ULPAS Conference*. Çalık Denim Tekstil A.Ş. & Çukurova University, Turkey.

8. Şarapnal, D., & Babaarslan, O. (2023). Investigation of the usage of alternative new generation eco-friendly fiber blends in synthetic-based denim fabrics. *In Proceedings of the 23rd STRUTEX Conference*. Çalık Denim Tekstil A.Ş. & Çukurova University, Turkey.
9. Alan, S., & Şarapnal, D. (2023). Non-denim kumaşların sürdürülebilirlik yaklaşımı ile efekt alabilirliği. *In Proceedings of the TESTEG 2023 Conference*. Çalık Denim Tekstil San. ve Tic. A.Ş., Yeşilyurt–Malatya, Turkey.
10. Şarapnal, D., & Babaarslan, O. (2023). Teknik bir lifin pamukla karışım halinde eğirilmesi ve kumaş performansına etkisi. *In Proceedings of the 13th ULPAS Conference*. Çalık Denim Tekstil A.Ş. & Çukurova University, Turkey.

