

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PIRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN ÜRETİLEN MAGNEZYUM
SİLİKATIN YÜZEY ALANINI ETKİLEYEN PARAMETRELERİN
BELİRLENMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Kimya Müh. Nursen BİLGİN

Anabilim Dalı Kimya Mühendisliği

Programı Kimya Mühendisliği

EKİM 2008

İSTANBUL TEKNİK ÜNİVERSİTESİ ★ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**PİRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN ÜRETİLEN MAGNEZYUM
SİLKATIN YÜZEY ALANINI ETKİLEYEN PARAMETRELERİN
BELİRLENMESİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ
Kimya Müh. Nursen BİLGİN
(506051021)**

Tezin Enstitüye Verildiği Tarih : 15 Eylül 2008

Tezin Savunulduğu Tarih : 10 Ekim 2008

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Özgül ÖZCAN
Diğer Jüri Üyeleri Prof. Dr. Melek TÜTER (KT.Ü)
Yrd. Doç. Dr. Nuri SOLAK (KT.Ü)

EKİM 2008

ÖNSÖZ

Çalışmalarım sırasında, her türlü önerileri ile bana destek olan değerli hocam Sayın Doç. Dr. Özgül ÖZCAN'a ve tüm çalışmam boyunca zamanını benden esirgemeyen Sayın Yrd. Doç. Dr. Nuri Solak'a içten teşekkürlerimi sunarım.

Yüksek lisans dönemim boyunca, her türlü derdimde yardım eden ve fakültenin tüm olanaklarını sunan tüm İ.T.Ü. Kimya Mühendisliği bölümü hocalarıma teşekkür ederim.

Çalışmalarım sırasında, bana her türlü olanağı sağlamaları ve hoşgörülerini için yöneticilerime ve çalışma arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Son olarak, tüm hayatım boyunca her türlü zor durumda ayakta durmasını öğrendiğim sevgili aileme hep yanımda oldukları için en içten teşekkürlerimi sunarım.

Eylül 2008

Kimya Müh. Nursen BİLGİN

İÇİNDEKİLER

ÖNSÖZ	ii
İÇİNDEKİLER	iii
KISALTMALAR	v
TABLO LİSTESİ	vi
ŞEKİL LİSTESİ	vii
ÖZET	viii
SUMMARY	ix
1. GİRİŞ VE AMAÇ	1
2. TEORİK ÇALIŞMA	2
2.1 Tarımsal Biyokütlelerin Silikat İçerikleri	2
2.2 Pirinç Kabuğu Hakkında Genel Bilgiler	2
2.3 Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler	4
2.4 Magnezyum Silikat ve Kullanım Alanları	5
2.4.1 Magnezyum Silikat	5
2.4.2 Magnezyum Silikatın Yağların Rejenerasyonunda Kullanılması	6
2.4.3 Magnezyum Silikatın Diğer Kullanım Alanları	7
2.5 Adsorpsiyon	7
2.6 Kızartma Sırasında Yakıda Meydana Gelen Değişiklikler	9
3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR	10
3.1 Kullanılan Hammaddeler	10
3.2 Çalışma Yöntemi	11
3.2.1 Pirinç Kabuğu Külünden $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ Çözeltisi Üretimi	11
3.2.2 Magnezyum Silikat Üretimi	11
3.2.3 Adsorpsiyon Çalışmaları	12
3.2.4 Üretilen Magnezyum Silikatın Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi	13
4. SONUÇLAR VE TARTIŞMA	14
4.1 Yüzey Alanının Artırılmasına İlişkin Deney Sonuçları	15
4.1.1 Karıştırma Hızının Etkisi	15
4.1.2 Karıştırma Süresinin Etkisi	16
4.1.3 Reaktan Konsantrasyonunun Etkisi	17
4.1.4 Çökme Öncesinde İlave Edilen Yüzey Aktif Maddelerin Magnezyum Silikatın Yüzey Alanına Etkisi	18

4.2	Adsorpsiyon Çalışmaları Sonuçları	20
4.2.1	Oleik Asit Adsorpsiyonu	20
4.2.2	Kullanılmamış Ayçiçek Yağının Adsorpsiyonu	25
4.2.3	Kullanılmış Yağın Adsorpsiyonu	29
5.	SONUÇLAR VE ÖNERİLER	31
	KAYNAKLAR	33
	ÖZGEÇMİŞ	35

KISALTMALAR

PBD : Partikül boyut dağılımı

XRD : X-Ray Difraksiyonu

FTIR : Fourier Transform Infrared Spectroscopy

BET : Brunaur-Emmett-Teller

TPM : Toplam Polar Madde

FFA : Serbest Yağ asitleri

GC : Gas Chromatography

Tablo 2.1	Biyokütle Küllerinin Silikat Oranları.....	2
Tablo 2.2	Kullanılmış kızartma yağının çeşitli adsorbanlara yapılan adsorpsiyonu sonucunda elde edilen adsorpsiyon kapasiteleri.....	7
Tablo 3.1	Deneylerde kullanılan yüzey aktif maddelerin ticari adları ve bileşimleri.....	10
Tablo 4.1	Magnezyum silikatın kimyasal bileşimi	14
Tablo 4.2	Adsorpsiyon işleminde kullanılan kullanılmamış ve kızartılmış ayçiçek yağının analiz sonuçları	15
Tablo 4.3	Değişik karıştırma hızlarında üretilen magnezyum silikatın tane boyutları	16
Tablo 4.4	200 rpm karıştırma hızında ve değişik karıştırma sürelerinde üretilen magnezyum silikatın tane boyutları.....	16
Tablo 4.5	200 ve 400 rpm karıştırma hızında, değişik karıştırma süresinde üretilen magnezyum silikatın yüzey alanları	17
Tablo 4.6	Na_2SiO_3 : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 'ın değişen mol oranlarına karşılık üretilen silikatın BET yöntemiyle ölçülen yüzey alanları	18
Tablo 4.7	Yüzey aktif madde kullanılarak ve yüzey aktif madde kullanılmadan üretilen magnezyum silikatın yüzey alanları ve tane boyutları.....	19

İlekil 2.1: Pirinç kabuğu kesitinin SEM' deki görüntüsü	3
İlekil 2.2: a. Orijinal kabuğun dış yüzeyindeki silis dağılımı. b) Pirinç kabuğu külünün dış yüzeyindeki silis dağılımı.	4
İlekil 3.1: Magnezyum silikat üretimi akış şeması	12
İlekil 4.1: Üretilen magnezyum silikatın X-ışınları deseni.....	14
İlekil 4.2: $\text{Na}_2\text{SiO}_3:\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 'ın değişen mol oranlarına karşılık üretilen magnezyum silikatın yüzey alanına etkisi grafiği	18
İlekil 4.3: 1: Saf ortamda üretilen magnezyum silikatın FTIR spektrumu. 2:Non-iyonik yüzey aktif madde varlığında üretilen magnezyum silikatın FTIR spektrumu	20
İlekil 4.4: Saf oleik asitin FTIR spektrumu.....	21
İlekil 4.5: Oleik asit adsorplanmış magnezyum silikatın FTIR spektrumu	22
İlekil 4.6: Katyonik (a), Anyonik (b), Amfoterik (c), Non-iyonik (d) yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyonu sonunda elde edilen spektrumlar	23
İlekil 4.7: Saf ortamda ve yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyonları sonunda elde edilen FTIR spektrumları (1: Saf ortam, 2: Katyonik, 3: Amfoterik, 4: Anyonik, 5: Non-iyonik)	24
İlekil 4.8: Kızartma işleminde kullanılmamış (saf) yağın FTIR spektrumu	25
İlekil 4.9: Kullanılmamış yağın adsorplandığı saf ortam magnezyum silikatın FTIR spektrumu	26
İlekil 4.10: Katyonik (a), Anyonik (b), Amfoterik (c), Non-iyonik (d) yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata kullanılmamış yağ adsorpsiyonu sonunda elde edilen FTIR spektrumları.	27
İlekil 4.11: Saf ortamda ve yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata kullanılmamış yağ adsorpsiyonları sonunda elde edilen FTIR spektrumları (1: Katyonik, 2: Amfoterik, 3: Anyonik, 4: Saf Ortam, 5: Non-iyonik).	28
İlekil 4.12: Kızartılmış ayçiçek yağının FTIR spektrumu.....	29
İlekil 4.13: Kullanılmış yağ adsorplanmış saf ortam magnezyum silikatın FTIR spektrumu	30

PIRİNÇ KABUĞU KÜLÜNDEN ÜRETİLEN MAGNEZYUM SİLİKATIN YÜZEY ALANINI ETKİLEYEN PARAMETRELERİN BELİRLENMESİ

ÖZET

Bu çalışmada, pirinç kabuğu külünden üretilen magnezyum silikatın yüzey alanına etki eden parametreler incelenmiştir. Bu amaçla öncelikle pirinç kabuğu külü sodyum hidroksit ile kaynatılarak silis içeriği sodyum silikat çözeltisi halinde ekstrakte edilmiştir. Bu şekilde elde edilen sodyum silikat çözeltisine daha sonra magnezyum sülfat ilave edilerek oda sıcaklığında magnezyum silikat çöktürülmüştür. Çalışmanın ikinci aşamasında ise, üretilen magnezyum silikatın yüzey alanına etki eden parametreler belirlenmiştir. Bu parametreler, karıştırma hızı, karıştırma süresi, reaktan konsantrasyonu ve reaksiyon ortamına yüzey aktif madde ilavesidir.

Yapılan deneyler sonunda, reaksiyon sırasındaki karıştırma hızının artması ile tane boyutunun azaldığı ve yüzey alanının arttığı saptanmıştır. Karıştırma süresinin ise tane boyutu ve yüzey alanını etkilemediği bulunmuştur. Reaktan konsantrasyonunun yani stokiometrik oranlardan farklı miktarda kullanılan magnezyum sülfatın da üretilen magnezyum silikatın yüzey alanını etkilediği bulunmuştur. Stokiometrik oranın üzerindeki reaktan konsantrasyonu üretilen magnezyum silikatın yüzey alanını artırmaktadır.

Deneyler sonucunda reaksiyon ortamında yüzey aktif maddenin bulunmasının, üretilen magnezyum silikatın yüzeyini çok önemli derecede etkilediği ve yüzey alanını artırdığı saptanmıştır. Deneylerde katyonik, anyonik, non-iyonik ve amfoterik olmak üzere dört çeşit yüzey aktif madde kullanılmıştır. En büyük yüzey alanı artışı non-iyonik yüzey aktif madde kullanılarak çöktürülen magnezyum silikatta gözlenmiştir. Non-iyonik yüzey aktif madde kullanılarak çöktürülen magnezyum silikatın yüzey alanı $710 \text{ m}^2/\text{g}$ olarak bulunmuştur. Aynı koşullarda, saf ortamda (yüzey aktif madde kullanılmadan) üretilen magnezyum silikatın yüzey alanı ise $613 \text{ m}^2/\text{g}$ 'dir. Benzer şekilde katyonik ve amfoterik yüzey aktif maddeler de, üretilen magnezyum silikatın yüzey alanını $690 \text{ m}^2/\text{g}$ değerinin üzerine çıkarmışlardır. Yalnızca anyonik tip yüzey aktif maddeli ortamda üretilen magnezyum silikatın yüzey alanında saf ortama göre önemli bir değişiklik saptanmamış olup, $651 \text{ m}^2/\text{g}$ değeri elde edilmiştir. Bu sonuçlar son yıllarda literatürde bu konuda yapılmış olan çalışmalar ile de paralellik göstermektedir.

Çalışmanın son aşamasında ise oleik asit, kullanılmamış ve iki kez kullanılmış kızartma yağının hem saf ortamda ve hem de yüzey aktif maddeli ortamda üretilen magnezyum silikat yüzeyine adsorpsiyonları incelenmiştir. Yapılan FTIR incelemeleri sonunda yüzey aktif madde kullanılmadan üretilen magnezyum silikata hem oleik asit hem de kullanılmış ve kullanılmamış ayçiçek yağı sadece fiziksel olarak adsorplandığı belirlenmiştir. Yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikat yüzeyinde ise, fiziksel adsorpsiyona ek olarak kimyasal adsorpsiyonun da gerçekleştiği saptanmıştır.

DETERMINATION OF PARAMETERS THAT AFFECT SURFACE AREA OF MAGNESIUM SILICATE PRODUCED FROM RICE HULL

SUMMARY

In this study, magnesium silicate was produced from rice hull ash and parameters that affect the surface area were determined. For this purpose, silica is extracted as sodium silicate solution by boiling rice hull ashes with sodium hydroxide.

By addition a magnesium salt into the sodium silicate solution obtained as explained above magnesium silicate is precipitated in the room temperature. In the second part of study, the parameters that affect the surface area of magnesium silicate produced were determined. These parameters are; agitation rate, agitation time, reactant quantity of magnesium sulfate and the addition of the surfactants to the media.

After the experiments were performed, it was established that the increase of agitation rate decreases the particle size and increases the surface area. But, the mixing duration had no effect on particle size and surface area. It was observed that magnesium sulfate quantities used in non-stoichiometric ratios affected the surface area of the magnesium silicate produced. The quantities over stoichiometric ratio were found to increase the surface area.

According to experiment results, it was found that presence of surface active agent in the reaction media had an important effect on the surface area of magnesium silicate and increases the surface area. In the experiments, four different surfactants, namely; cationic, anionic, non-ionic and amphoteric were employed. The highest surface area increase was observed in the magnesium silicate participated by use of non-ionic surface active agent. The surface area of the magnesium silicate precipitated using non-ionic surface active agent was found to be $710 \text{ m}^2/\text{g}$ whereas, the surface area of the magnesium silicate, produced under the same conditions but in pure media (without use of active agent) was observed to be $613 \text{ m}^2/\text{g}$. Also, Cationic and amphoteric surface active agents increased the surface area of the magnesium silicate products over $690 \text{ m}^2/\text{g}$. However, The anionic surfactant has very little effect on the surface area. The sample produced in the presence of this type of surfactant has the surface area only $651 \text{ m}^2/\text{g}$. These results are similar to studies found in recent yeras.

In the last part of this study; the adsorptions of oleic acid, used and un-used frying oil on the magnesium silicate products produced in pure medium and the presence of surfactants was investigated. FTIR studies showed that, magnesium silicate produced without surfactants only physically adsorbed the oleic acid, used and un-used frying oils. Besides physical adsorption, oleic acid and un-used frying oil are also chemically adsorbed on the magnesium silicate surface, which was produced in the presence of surfactants.

1. GİRİŞ VE AMAÇ

Pirinç kabuğunun yanması sonrasında geride kalan kül, sıcaklık, süre, v.s. gibi yanma koşullarına bağlı olarak amorf veya kristal yapıda ve çok yüksek oranda silis içermektedir. Bu nedenle de hem pirinç kabuğu hem de pirinç kabuğu külü son yıllarda, çok çeşitli silisyum bileşikleri için bir hammadde konumuna gelmiştir [1,2].

Bu çalışmada, pirinç kabuğu külünden adsorban olarak kullanılmak üzere sentetik magnezyum silikat üretilmiştir. Adsorpsiyon prosesinin en önemli parametresi yüzey alanı ve por çaplarıdır. Bu nedenle magnezyum silikatın yüzey alanını etkileyen parametrelerin saptanması çalışmanın amacını oluşturmuştur. Öncelikle karıştırma hızı, karıştırma süresi ve magnezyum sülfatın reaktan miktarı denenmiştir. Daha sonra da ortamda yüzey aktif maddenin bulunmasının üretilen magnezyum silikatın yüzey alanına etkisi saptanmıştır. Çalışmanın son aşamasında ise üretilen magnezyum silikat yüzeyinde oleik asit, ikinci kez kullanılmış ayçiçek yağı ve kullanılmamış ayçiçek yağının adsorpsiyonları FTIR (Fourier Transform Infrared Spectroscopy), GC (Gas Chromatography) ve titrasyon yöntemleri ile incelenmiştir.

Günümüzde çeşitli adsorban ve yöntemlerle içindeki polar bileşikleri giderilerek rejenere edilmiş kızartma yağları biyodizel üretiminde kullanılmaktadır. Bu çalışmada üretilen magnezyum silikatın da kızartma yağı rejenerasyonunda kullanılması amaçlanmaktadır. Böylece hem çeltik tarımının yan ürünü olan pirinç kabuğu değerlendirilmiş olacak ve hem de biyodizel ve atık yağ endüstrisi için önemli bir adsorban üretilmiş olacaktır. Magnezyum silikat günümüzde kızartma yağları ve biyodizel endüstrisinde adsorban olarak kullanılmakta olup 600 m²/g gibi bir yüzey alanına sahiptir [3].

Bu çalışmada yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikat da büyük bir yüzey alanına sahip olarak (710 m²/g) kızartma yağı ve biyodizel rejenerasyon işlemlerinde kullanım alanı bulacağı anlaşılmaktadır.

2. TEORİK ÇALIŞMA

2.1 Tarımsal Biyokütlelerin Silikat İçerikleri

Çeşitli adsorbanların ve malzemelerin yapısını oluşturan silisyum dioksit, SiO_2 doğal olarak bulunmasının yanında, tarımsal biyokütlelerden de elde edilebilmektedir. Tarımsal atıkların gün geçtikçe artan çevresel ve ekonomik yükleri, bu atıkların değerlendirilmesi yönündeki çalışmaları artırmış ve içeriklerindeki maddeler yeni kaynaklar olarak kullanılmaya başlanmıştır. Silisyum dioksit ve magnezyum silikat da bu yeni ürünlerin başında gelmektedir [4]. Bazı bitkilerin kabuk küllerindeki silisyum dioksit içerikleri Tablo 2.1.'de verilmiştir.

Tablo 2.1: Biyokütle Küllerinin Silikat Oranları [4]

Biyokütle Örnekleri	Silikat Oranları (%)
Pirinç	85-93
Buğday	76-83
Arpa	56
Yulaf	66
Fıstık	40
Yer Fıstığı	27
Fındık	23-27
Ceviz	9
Badem	9-10
Mısır	65
Şeker Kamışı	46
Ayçiçeği	17-25

Tablo 2.1' den de anlaşılacağı gibi, en yüksek silikat yüzdesi pirinçte görülmektedir.

2.2 Pirinç Kabuğu Hakkında Genel Bilgiler

Pirinç, tarladan toplandığında tamamı bir dış kabuk tabakası ile kaplanmış tane halindedir. Çeltik fabrikalarında ham pirinç önce bu kabuk tabakasından ayrılarak

kepekli (kahverengi) pirinç elde edilir. Daha sonra ise bir cilalama işleminden geçirilerek kepek tabakası ayrılır ve beyaz pirinç elde edilir. Tüm bu işlemler sonunda çeltik fabrikalarında, ham pirinç tanesinin yaklaşık % 20-25'i miktarında pirinç kabuğu ile % 10'u miktarında pirinç kepeği yan ürün olarak elde edilir. Ana bileşenleri selüloz, hemiselüloz ve lignin olan pirinç kabuğu ayrıca % 20 civarında da kül içermektedir [1,2]. Şekil 2.1'de de görüldüğü gibi pirinç kabuğunda dört ayrı tabaka mevcuttur. Birinci tabakada taşlaşmış dalgalı kalın yapı, ikinci tabakada odunlaşmış kalın sert doku, üçüncü tabakada lifli kısımları dolduran hücresel doku, dördüncü tabakada ise genellikle aynı boyutta hücrelerden oluşan iç doku bulunmaktadır.



Şekil 2.1: Pirinç kabuğu kesitinin SEM' deki görüntüsü [2]

Pirinç kabuğunun kimyasal bileşimi, yetiştiği coğrafi konuma ve özel yetiştirme uygulamalarına göre değişiklik gösterir. Silis, pirinç kabuğunda dördüncü tabakadaki bitkisel hücrelerin zarında yoğunlaşmıştır, ancak homojen bir dağılımı yoktur. Pirinç kabuğundaki silis, kabuğun iskeletini oluşturur ve amorf yapıdadır [2].

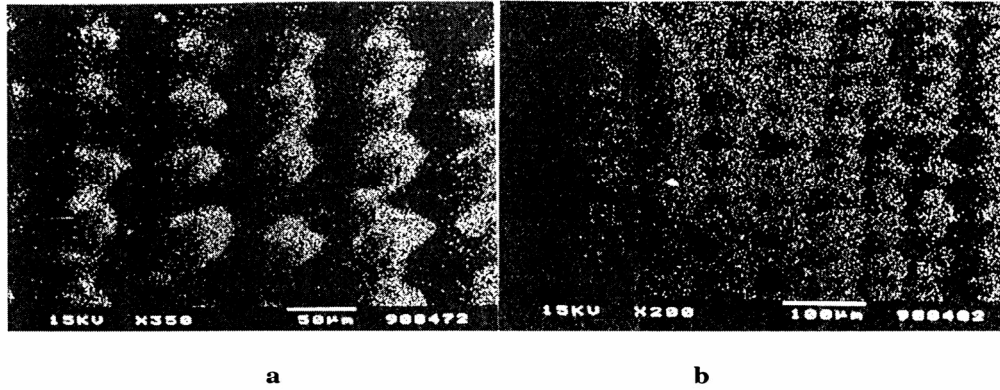
Pirinç kabuğu günümüzde, çelik endüstrisinde çeliğin soğumasını yavaşlatmak amacıyla ve yapı malzemesi olan hafif beton üretiminde çimento katkı malzemesi olarak kullanılmaktadır. Ayrıca, kauçuk üretiminde dolgu malzemesi olarak değerlendirilir [2]. Pirinç kabuğunun kullanılabilir olması için yapılan bir çok çalışmada, sert, odunsu yapısı, düşük besin değeri, bozunmaya karşı direnci, büyük miktarlarda yığın halinde oluşu ve yüksek kül miktarı birer dezavantaj olarak ortaya çıkmıştır. Bu çalışmalar, tarımsal alanda yada yakıt olarak küçük bir kullanım alanı bulmuş, düşük çerçeveli uygulamalardır. Ancak günümüzde, pirinç kabuğu silis

içeriğinin sayesinde, silisyum karbür, silika, silisyum nitrür, saf silikon ve zeolit gibi silisyum bazlı malzemelerin üretimi için hammadde haline gelmiştir [1,5].

2.3 Pirinç Kabuğu Külü Hakkında Genel Bilgiler

Pirinç kabukları, bir çok ülkede endüstriyel olarak yakılmaktadır. Yakma işlemi, enerji sağlamanın yanı sıra silis bakımından zengin ve endüstriyel olarak kullanılabilen yan ürün olan pirinç kabuğu külü elde edilmesini sağlar. Yakma işlemi sırasında organik kısımlar yanmasına rağmen, silisin kabuktaki bitkisel hücrelerin zarında yoğunlaşmasından dolayı yapı kendini korumaktadır [2].

Şekil 2.2'de orijinal kabuk ve 700°C'de yakılmış pirinç kabuğu külünün dış yüzeyindeki silis dağılımı verilmiştir [2]. Bu şekle bakıldığında, kabuktaki silis, homojen olmayan bir dağılımdayken, yanma sonrası külde homojen bir dağılımının olduğu görülmektedir. Dolayısıyla, homojen bir silis dağılımına sahip olduğundan silis elde etmek için pirinç kabuğu külü daha uygundur.



Şekil 2.2: a. Orijinal kabuğun dış yüzeyindeki silis dağılımı

b. Pirinç kabuğu külünün dış yüzeyindeki silis dağılımı [2]

Pirinç kabuğu külü, işlem görmemiş haliyle, atık arıtmada filtrasyon maddesi ve adsorban olarak kullanılır [6]. Pirinç kabuğu külü silika bazlı maddelerin üretimi için ekonomik bir hammaddedir [7].

Pirinç kabuğu külünün yanma sıcaklığına ve süresine bağlı olarak yüzey alanının değişimini inceleyen James ve Rao'nun çalışmasında 300-900°C arasındaki sıcaklıklarda, farklı sürelerde yakma işlemi yapılmıştır. Buna göre, 500-600°C aralığında 1 ve 6 saat yakmada yüksek yüzey alanları sağlanmıştır [8].

Günümüz teknolojisinde, silika kaynağı olarak kuartz kumu kullanılmaktadır. Silikanın kuartz formu oldukça kararlı yapıda olduğundan kuartzı silikaya dönüştürmek için çok yüksek sıcaklıklar gereklidir. Şu anda uygulanan prosedürlerde, silika üretimi için, sodyum karbonat kullanılarak kuartzın 1300-1400°C sıcaklıkta ergitilmesi gerekmektedir [9].

Bu yüksek sıcaklık prosesi yerine, özellikle adsorban üretimi için pirinç kabuğu küllerinin kullanımı devreye girmiş bulunmaktadır. Bunun nedeni pirinç kabuğu külünün amorf bir yapıya sahip olması ve içindeki silisin kolayca ekstrakte edilebilmesidir. Yüksek pH değerlerinde (pH>10) amorf silikanın çözünürlüğü çok yüksektir. Silikanın bu özelliğini kullanarak Kamath ve Proctor ilk olarak pirinç kabuğu külünden alkali ekstraksiyonu ile sodyum silikat üretmişlerdir. Alkali ortamda silikanın pirinç kabuğu külünden ekstraksiyon ile ayrılması sağlanmıştır [5]. Özgül-Yücel ve çalışma arkadaşları, ise Kamath ve Proctor'ın yöntemini kullanarak elde ettikleri sodyum silikat çözeltisine magnezyum sülfat ilave ederek magnezyum silikat üretmişlerdir. Elde edilen sodyum silikat çözeltisinin magnezyum sülfat çözeltisi ile reaksiyonu sonucu sentetik magnezyum silikat elde etmişlerdir. Bu çalışmada üretilen magnezyum silikatın yüzey alanı 245 m²/g gibi düşük bir değerdedir [10]. Daha sonra ise yine aynı laboratuvarında yapılan Varol'un çalışmasında, magnezyum silikatın yüzey alanı 600 m²/g değerinin üzerine çıkarılmıştır [11]. Bu çalışmada ise yüzey alanının çok daha artırılabilmesi için çeşitli parametreler incelenmiştir.

2.4 Magnezyum Silikat ve Kullanım Alanları

2.4.1 Magnezyum Silikat

Magnezyum silikat, doğada silikat mineralleri şeklinde bulunur. Maden teknolojilerinde, madenlerin işlenmesi ve cevher zenginleştirme sırasında oluşan önemli bir yan üründür [12].

Doğada bulunan minerallerden elde edilen magnezyum bazlı silikatlardan bazıları, hidrat yapıda olan ve kozmetik, ilaç sanayinde kullanılan saf talk ve talktan elde edilen diğer magnezyum silikatlardır [13]. Talk, sabuntaşı gibi doğadaki silikat mineralleri, sıklıkla nikel yada altın gibi metallerin üretimi için yapılan maden çalışmalarında elde edilir. Magnezyum silikat, bu mineral cevherlerinin temel

bileşenidir ve genellikle doğada farklı silikatların karışımı şeklinde bulunmaktadır [12]. Kimyasal proseslerde oldukça sık kullanılan magnezyum silikat, günümüzde sentetik olarak da elde edilmektedir. Sentetik magnezyum silikat, beyaz ince toz halinde, akışkanlığı iyi, amorf yapıda ve büyük yüzey alanına sahip suda çözünmeyen bir malzemedir.

Endüstride üretilen sentetik magnezyum silikatın genel tanımı $MgO.nSiO_2.xH_2O$ şeklindedir. Hidrat magnezyum silikat ($MgO.nSiO_2.xH_2O$) çeşitli ticari isimler altında piyasada bulunmaktadır [13].

2.4.2 Magnezyum Silikatın Yağların Rejenerasyonunda Kullanılması

Sentetik magnezyum silikat, ham yağların kalitesini yükseltmek ve kullanılmış kızartma yağlarının rejenerasyonunu sağlamak amacıyla da kullanılmaktadır. Magnezyum silikat, kullanılmış kızartma yağındaki polar madde içeriğinin azaltılmasını ve yağın kalitesinin yükseltilmesini sağlar [3].

Miyagi ve arkadaşları, adsorban olarak silika jel, magnezyum oksit, alüminyum oksit, alüminyum hidroksit jeli ve aktif kil kullanmış, kızartma yağının toplam kalitesini arttırmak için silikajelin en verimli adsorban olduğunu görmüşlerdir [14]. Yates ve çalışma arkadaşlarının yaptığı araştırmada, trigliseritin ve oleik asitin silika jel ve magnezyum silikat üzerinde adsorpsiyonunu incelemişlerdir. FTIR analizlerinde trigliseritin iki adsorbana da fiziksel olarak adsorbe olduğu belirlenmiştir. Oleik asit, silika jel üzerinde fiziksel olarak; magnezyum silikat üzerinde hem fiziksel hem kimyasal olarak adsorbe olmuştur [15].

Yates ve Caldwell yaptıkları bir başka çalışmada, bir restorandan atık olarak alınan kullanılmış kızartma yağının geri dönüşümü üzerinde çalışmışlar ve bunun için hangi adsorbanın en iyi sonuç verdiğini araştırmışlardır. Bu amaçla kullanılmış kızartma yağındaki safsızlıklar filtrasyon işlemi ile alınmış, yağ $150^{\circ}C$ 'ye ısıtılmış ve yağın ağırlıkça %1'i oranında adsorban katılmıştır. Kullanılan bir çok adsorban arasında, sentetik magnezyum silikat, ağartma toprağı ve silika jel yüksek miktarda polimer bileşik ve diğer polar bileşiklerini adsorplamışlardır. Bunların arasında, sentetik magnezyum silikat; polimerler ve düşük molekül ağırlıklı bileşikleri (FFA, monogliserid, digliserid, vb.), dolayısıyla polar maddeleri en yüksek miktarda adsorplayan madde olmuştur. Bu çalışmada belirlenen, çeşitli adsorbanların adsorpsiyon kapasiteleri Tablo 2.2'de gösterilmiştir [16].

Tablo 2.2: Kullanılmış kızartma yağının çeşitli adsorbanlara yapılan adsorpsiyonu sonucunda elde edilen adsorpsiyon kapasiteleri [16]

Adsorban	Adsorpsiyon (mg polar madde/g yağ)
AktifC(DarcoT-88)	67
Nötral pH alüminyum (ABA 6000)	86
Ağartma toprağı (Filtrol 105)	109
Magnezyum silikat (Magnesol XL)	199
Silika Jel (TriSyl)	125

2.4.3 Magnezyum Silikatın Diğer Kullanım Alanları

Sentetik magnezyum silikat, ham yağların kalitesini yükseltmek ve kullanılmış kızartma yağlarının rejenerasyonunu sağlamak amacıyla kullanılmasının dışında, endüstriyel olarak son yıllarda özellikle Avrupa'da kullanımı yaygınlaşan biyodizelin, istenilen standartlara getirilmesi için saflaştırılmasında kullanılır. Diğer saflaştırma yöntemlerine göre, düşük maliyetli ve işlem kolaylığı olan bir yöntemdir [3].

Magnezyum silikat ayrıca; anti statik madde olarak, kekleşme önleyici olarak, dolgu maddesi olarak kullanım alanı bulmaktadır. Bunların yanı sıra lipidlerin ayrılması, aromatik karışımların ayrılması, sabunlardaki renk bozukluklarının giderilmesi, mineral yağların ve kuru temizleme çözücülerinin arındırılması gibi kullanım alanlarına sahiptir. Kalsine magnezyum silikat olan Florisil de kolon kromatografisinde adsorplayıcı olarak kullanılmaktadır [11].

2.5 Adsorpsiyon

Adsorpsiyon; bir sıvı veya gaz fazında çözünmüş bir maddenin diğer bir madde yüzeyinde veya iki faz arasındaki ara yüzeyde konsantrasyonunun artması, ya da bir başka ifadeyle, moleküllerin temas ettikleri yüzeydeki çekme kuvvetlerine bağlı olarak, o yüzeyde tutunmaları olarak tanımlanır. Adsorbe eden faz adsorbandır [17].

Adsorpsiyon fiziksel ve kimyasal olmak üzere iki türlü gerçekleşir. Fiziksel adsorpsiyon, başlıca adsorbat molekülleri ve adsorban yüzeyini oluşturan atomlar arasındaki Van der Waals kuvvetleri ve elektrostatik kuvvetler tarafından meydana

getirilir. Böylece adsorbanlar, ilk olarak yüzey alanı gibi yüzey özellikleriyle karakterize edilirler [18].

Kimyasal adsorpsiyon iyonik ya da kovalent bağların oluşumuyla gerçekleşir. Moleküller fiziksel adsorpsiyonda olduğu gibi yüzey üzerinde hareketli değildirler. Adsorban yüzeyinin tamamı bu tabaka ile kaplandığında adsorplanma kapasitesi biter. Adsorpsiyon enerjisi fiziksel adsorpsiyona kıyasla daha yüksektir ve kimyasal adsorpsiyon geniş bir sıcaklık aralığında mümkündür. Bir adsorpsiyon prosesinde çoğunlukla bu iki adsorpsiyon tipi de gerçekleşir. Adsorpsiyon işlemi; ortam koşulları, adsorbe olan madde ve adsorban özelliklerinden etkilenmektedir [18].

Adsorpsiyonu etkileyen en önemli etkenlerden biri adsorbe olan maddenin özellikleridir. Çözünürlük ile adsorpsiyon arasında ilişki genellikle ters orantılıdır. Suda çözünebilen (hidrofilik) bir madde, suda daha az çözünen (hidrofobik) diğer bir maddeye göre daha az adsorbe olacaktır. Adsorbe olanın molekül büyüklüğü de adsorpsiyonu etkilemektedir. Moleküller adsorbanın gözenek yapısına göre büyük ise, bazı gözenekler tıkanabilir ve bu gözeneklerdeki aktif merkezler işlev göremez. Bunun sonucunda, adsorpsiyon kapasitesi düşer. Adsorbanın en önemli özelliği yüzey alanıdır. Adsorpsiyon, adsorbatın adsorpsiyonuna olanak tanıyan yüzey alanı ile doğru orantılıdır. Bir başka deyişle, yüzey alanının artmasıyla adsorpsiyon da artar. Gözeneklilik yüzey alanını arttırıcı bir etkiye sahip olduğundan, yüksek gözenekliliğe sahip malzemeler daha çok tercih edilir. Ancak gözenek çapı, adsorbe olan maddenin moleküllerinin çapı ile uyumlu olmalıdır [18].

Silika bazlı adsorbanların yüzey alanı, porozitesi ve nem içeriği, aldehit ve ketonlar gibi sekonder oksidasyon ürünlerini, sülfür bileşiklerini, eser metalleri ve sabunu adsorplayabilmesini sağlar. Geniş adsorpsiyon kapasitesi sağlamak için geniş, spesifik bir yüzey alanı tercih edilir. Bunun yanında, adsorbanın gözenekli yapısı ve gözenek çapı adsorbanların etkinliğini karakterize etmede bir diğer önemli özelliktir [19]. En çok kullanılan adsorbanlar olarak, alumina, silikajel, moleküler elek zeolitler, silikalitler, aktif karbon, kil, reçineler sayılabilir [20].

2.6 Kızartma Sırasında Yağda Meydana Gelen Değişiklikler

Dünyada yemeklik bitkisel yağ tüketimi yılda 60 milyon ton civarındadır ve bu miktarın önemli bir kısmı gıdaları kızartarak pişirmek için kullanılır [21].

Kızartma sırasında yürüyen reaksiyonlar nedeni ile yağda bazı fiziksel ve kimyasal değişimler olur. Havadaki veya gıdadaki oksijen, gıdanın nemi ve yüksek sıcaklık nedeniyle yağda başlıca üç temel bozunma reaksiyonu gerçekleşir: suyun neden olduğu hidroliz, oksijen ve ısıнын neden oldukları oksidasyon ve termal bozunma. Tüm bu reaksiyonlar çok sayıda polimerizasyon ürünlerinin oluşmasına neden olan kompleks reaksiyonlardır. Teşhis edilebilen polimerizasyon ürünü sayısı 400'den fazladır [22].

Kızartma sırasında, yağdaki polar yapıda olmayan trigliseridler, polar yapıdaki monogliserid, digliserid ve serbest yağ asitlerine (FFA), oksidasyona uğramış trigliseridlere, polimerlere, aldehitlere, ketonlara ve daha bir çok bozunma ürününe dönüşür. Bu şekilde, yağdaki polar madde içeriği artar. Polar madde konsantrasyonu, kızartma yağının, dolayısıyla kızarmış gıdaların tadı ve kalitesini birebir olumsuz etkiler [3]. Pek çok ülkede kızartma yağlarının kullanımdan çekilmesi için toplam polar madde içerikleri (TPM) için sınırlayıcı değerler kabul edilmiştir [22].

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

Deneysel çalışma iki aşamadan oluşmaktadır: Birinci aşamada üretilen magnezyum silikatın yüzey alanını artırmaya yönelik olarak yapılan çalışmalar, ikinci aşamada ise oleik asit, kullanılmış ve kullanılmamış yağ ile yapılan adsorpsiyon çalışmaları yer almaktadır.

3.1 Kullanılan Hammaddeler

Çalışmada, Trakya bölgesindeki Yetiş Gıda Sanayi ve Tic. A.Ş.'ne ait pirinç kabuklarının yakılmasıyla elde edilen pirinç kabuğu külü kullanılmıştır. Magnezyum silikat üretimi, adsorpsiyon deneyleri ve analizler için kullanılan kimyasal maddeler analitik saflıkta (Merck) olup şunlardır: NaOH, $MgSO_4 \cdot 7H_2O$, HCl, HNO_3 , HF, oleik asit ve hekzan. Kullanılan yüzey aktif maddeler ise BASF'ten sağlanmıştır. Katyonik, anyonik, amfoterik ve non-iyonik olan bu reaktiflerin ticari adları ve bileşimleri Tablo 3.1'de verilmiştir.

Adsorpsiyon deneylerinde kullanılan kullanılmamış ve ikinci kez kullanılmış sıvı ayçiçek yağı ise İTÜ öğrenci yemekhanesinden temin edilmiştir.

Tablo 3.1: Deneylerde kullanılan yüzey aktif maddelerin ticari adları ve bileşimleri

Yüzey Aktif Madde Tipi	Yüzey Aktif Madde İsmi ve Bileşimi
Non-İyonik	Plurafac LF431
Anyonik	Sodyum Lauril Eter Sülfat, %70 (w/w)
Katyonik	Alkildimetilbenzil amonyum, % 50 (w/w)
Amfoterik	Kokoamidopropil bütan, %30 (w/w)

3.2 Çalışma Yöntemi

3.2.1 Pirinç Kabuğu Külünden $\text{Na}_2\text{O} \cdot n\text{SiO}_2$ Çözeltisi Üretimi

Bu çalışmada kullanılan pirinç kabuğu külü ve bu külden NaOH ekstraksiyonu ile elde edilen sodyum silikat çözeltisi aynı laboratuarda bir önceki çalışmada üretilmiştir [11]. Buna göre, Yetiş Gıda Sanayi'nden temin edilen pirinç kabuğu külünün yanma koşulları bilinmediğinden, deneylerde kullanılacak kül numunesi önce 600°C sıcaklıktaki fırında sabit tartıma ulaşana dek tekrar yakılmıştır. Yeniden yakılmış olan bu külün silis içeriği % 77 olarak verilmiştir [11].

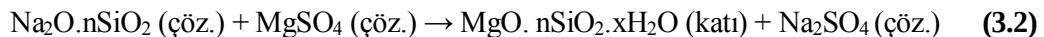
Bu külden sodyum silikat çözeltisi üretmek için uygulanan yöntem ise şöyledir [11]: Külün 100 gramı bir behere alınmış ve 600 ml 1N NaOH çözeltisi ilave edilerek beherin üstü saat camı ile örtülmüştür. Karışım bir saat süre ile magnetik karıştırıcılı ısıtıcıda ısıtılarak silisyum dioksit ekstraksiyonu gerçekleştirilmiştir. Bu sürenin sonunda karışım vakumda süzülerek, ekstrakte edilmeyen karbon atığından ayrılmıştır. Çözünmeyen katı atık 50 ml sıcak su ile yıkanmış, birleştirilen süzüntü ve yıkama suları bir plastik bidonda toplanmıştır. Daha sonra bu çözeltinin silis içeriği ile çözünmüş madde miktarı tayin edilmiştir. Kaynatma işlemi sırasında sodyum hidroksit ve amorf silika arasındaki reaksiyon şu şekildedir:



Bu şekilde üretilmiş bulunan ve mevcut çalışmada stok çözelti olarak kullanılan sodyum silikat çözeltisinin 100 ml'sinin 5.62 gram silisik asit ($\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$) veya 87,9 g/L sodyum silikat içerdiği saptanmıştır. Bu çözeltinin 100 ml'sinde bulunan sodyum silikat ile reaksiyona girecek magnezyum sülfat miktarı 17,71 gr olarak belirlenmiştir [11].

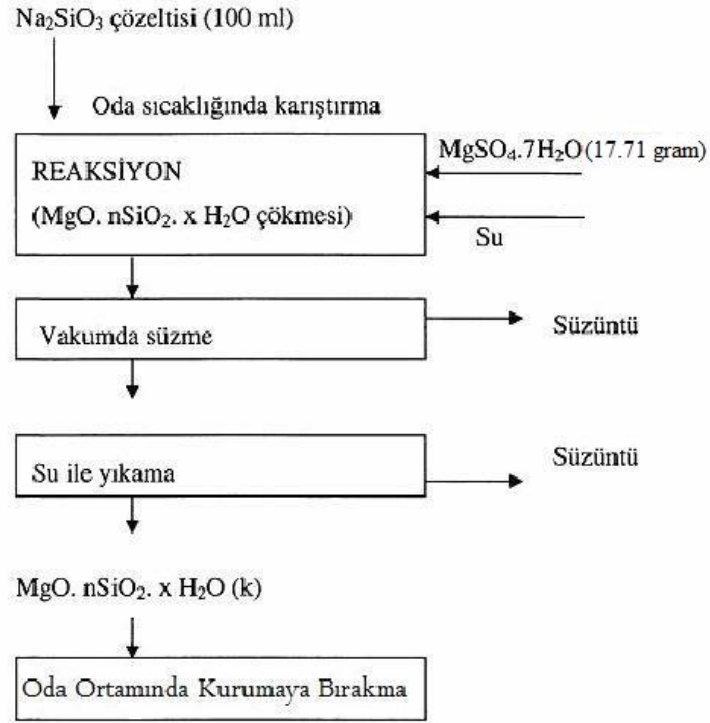
3.2.2 Magnezyum Silikat Üretimi

Yukarıda açıklandığı şekilde üretilen sodyum silikat çözeltisinin 100 ml'sine 60 ml su ilave edilerek karıştırılmış ve bu karışım üzerine, hesaplanan stokiometrik miktarda olmak üzere 17,71 gr magnezyum sülfat tuzu ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) 80 ml suda çözülerek oda sıcaklığında ilave edilmiştir. Sodyum silikat çözeltisi ve magnezyum sülfat çözeltisi arasındaki reaksiyon çok hızlı olup şu şekildedir:



Sodyum silikat çözeltisi üzerine bir baget yardımı ile karıştırılarak magnezyum sülfat çözeltisi ilave edilmiş ve çok hızlı bir reaksiyonla magnezyum silikat beyaz çökelti halinde üretilmiştir. Kıvamlı bir süspansiyon halindeki reaksiyon ortamından magnezyum silikat, süzgeç kağıdından süzülerek ayrılmış ve laboratuvar ortamında açık havada kurutulmak suretiyle elde edilmiştir. Prosesin akım şeması Şekil 3.1’de verilmiştir.

Ortamda yüzey aktif maddelerin yer aldığı magnezyum silikat üretiminde ise 100 ml sodyum silikat çözeltisine su ilavesi sonrasında %0.05’lik (w/w) yüzey aktif madde çözeltisinin 0.5 ml’si de katılarak karıştırılmış ve çöktürme işlemi aynı şekilde yapılmıştır.



Şekil 3.1: Magnezyum silikat üretimi akış şeması

3.2.3 Adsorpsiyon Çalışmaları

Hem saf ortamda üretilmiş ve hem de yüzey aktif madde varlığında üretilmiş magnezyum silikat yüzeyine oleik asit, kullanılmamış yağ ve iki kez kullanılmış yağın adsorpsiyonu şu şekilde yapılmıştır:

1gr kurutulmuş magnezyum silikat örneği 50 ml kullanılmamış veya kullanılmış ayçiçek yağının hekzan içindeki %20 (v/v)’lik çözeltisiyle 30 dakika boyunca çalkalayıcıda karıştırılarak oda sıcaklığında adsorpsiyon gerçekleştirilmiştir. 30

dk'lık karıştırma sonunda tüm örnekler beyaz bant filtre kağıdından süzülerek hekzan ile yıkanmıştır.

Oleik asit adsorpsiyonu için ise 0.05 M oleik asit/hekzan çözeltisinden 50 ml alınarak adsorpsiyon aynı şekilde gerçekleştirilmiştir. Adsorpsiyon öncesi ve sonrası yüzey analizleri FTIR yöntemiyle Spectrum One FT-IR Spectrometer, Perkin Elmer cihazında yapılmıştır.

3.2.4 Üretilen Magnezyum Silikatın Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Belirlenmesi

Üretilen magnezyum silikatın kimyasal ve fiziksel özelliklerini belirlemek için enstrümental ve analitik yöntemler kullanılmıştır. Kimyasal bileşimleri belirlemek için atomik adsorpsiyon ve ICP (Inductively Coupled Plasma) cihazları kullanılmıştır. Mastersizer 2000, Malvern Instruments cihazı kullanılarak tane boyutu ölçümleri; Micrometrics ASAP 2000 Interface Controller kullanılarak da BET metoduyla yüzey alanı ölçümleri yapılmıştır.

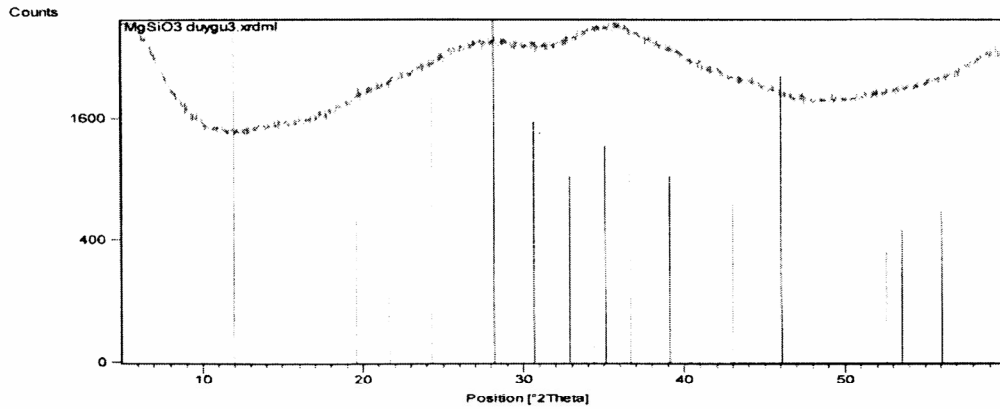
4. SONUÇLAR VE TARTILMA

Şekil 3.1'deki akım şeması kullanılarak saf ortamda üretilen magnezyum silikatın kimyasal bileşimi ve X-ray analizi Tablo 4.1 ve Şekil 4.1'de verilmiştir. Magnezyum silikatın kimyasal analizini yapabilmek için, asitte çözme yöntemi kullanılmıştır [23].

Tablo 4.1 ve Şekil 4.1'den anlaşıldığı üzere üretilen magnezyum silikat % 55 SiO₂, %14 MgO ve %28 de kristal suyu içeren amorf bir malzemedir.

Tablo 4.1: Magnezyum silikatın kimyasal bileşimi

Bileşen	% Ağırlık
MgO	14
SiO ₂	55
Diğer Oksitler (Al ₂ O ₃ , CaO, FeO, Na ₂ O, K ₂ O)	3
Kristal suyu	28



Şekil 4.1: Üretilen magnezyum silikatın X-ışınları deseni

Adsorpsiyon deneylerinde kullanılan kullanılmamış ve iki kez kızartma işleminde kullanılmış ayçiçek yağının kimyasal ve fiziksel analizleri yapılarak asit indisleri, sabunlaşma indisleri ve yoğunlukları belirlenmiştir [24]. Sonuçlar, Tablo 4.2’de verilmiştir. Ayçiçek yağının yoğunlukları Mettler Toledo cihazında ölçülmüştür.

Tablo 4.2: Adsorpsiyon işleminde kullanılan kullanılmamış ve kızartılmış ayçiçek yağının analiz sonuçları

Analiz Adı	Kullanılmamış Yağ	Kızatılmış Yağ
Asit İndisi, mg KOH/g	2.09	3.53
Yoğunluk (20°C), g/cm ³	0.91	0.92

Tablo 4.2’den anlaşıldığı üzere kullanılmış yağın asit indisi ve yoğunluk değerleri kullanılmamış yağa göre daha yüksektir.

4.1 Yüzey Alanının Artırılmasına İlişkin Deney Sonuçları

Üretilen magnezyum silikatın yüzey alanını artırmaya yönelik olarak; karıştırma hızı, karıştırma süresi, reaktan konsantrasyonu ve yüzey aktif madde ilavesi gibi parametreler denenmiş olup sonuçlar aşağıda verilmiştir.

4.1.1 Karıştırma Hızının Etkisi

Karıştırma hızı 200 rpm’e ayarlanarak, MgSO₄.7H₂O çözeltisi ilave edildiği anda kronometre çalıştırılmış ve 5 dk boyunca karışması sağlanmıştır. Aynı çalışma 400 ve 700 rpm’lik karıştırma hızları için tekrar edilmiştir.

Partikül boyut dağılımı cihazında hesaplanan sonuçlar Tablo 4.3’te gösterilmektedir.

Tablo 4.3: Değişik karıştırma hızlarında üretilen magnezyum silikatın tane boyutları

Karıştırma Hızı (rpm)	Tane Boyutu (μ)
200 rpm	39
400 rpm	34
700 rpm	31

Tablo 4.3'ten de anlaşıldığı üzere; karıştırma hızı arttıkça partikül boyut dağılımı cihazında hesaplanan tane boyutu azalmaktadır.

4.1.2 Karıştırma Süresinin Etkisi

Karıştırma süresinin etkisini görmek amacıyla 200 rpm karıştırma hızında farklı karıştırma sürelerinde deneyler gerçekleştirilmiştir. Karıştırma hızı 200 rpm seviyesine ayarlanarak $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ ilave edildiği anda kronometre çalıştırılmış ve 5 dk boyunca karışması sağlanmıştır. Reaksiyon oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Aynı işlem 10,15 ve 20 dk'lık süreler için aynı hızda tekrar edilmiştir.

Elde edilen numuneler süspansiyon halinde, partikül boyut dağılımı cihazında ölçülmüştür.

Tablo 4.4: 200 rpm karıştırma hızında ve değişik karıştırma sürelerinde üretilen magnezyum silikatın tane boyutları

Karıştırma Süresi (dk)	Tane Boyutu (μ)
5 dk	39
10 dk	39.1
15 dk	39
20 dk	39.2

Tablo 4.4'ten de anlaşıldığı gibi karıştırma süresinin değişimi magnezyum silikatın tane boyutunu değiştirmemiştir.

Aynı koşullarda 200 ve 400 rpm'lik hız seviyelerinin her biri için 5dk ve 25 dakika karıştırma süresinde oda sıcaklığında çöktürülen magnezyum silikat su ile yıkanarak nuçe erleninden süzölmüş ve süzgeç kağıdında kalan numune açık havada kurutulmuştur. Kurutulan numunelerin BET (Brunaur-Emmett-Teller) yöntemiyle yüzey alanları ölçölmüştür. Analiz sonuçları Tablo 4.5'te verilmiştir.

Tablo 4.5: 200 ve 400 rpm karıştırma hızında, değişik karıştırma süresinde üretilen magnezyum silikatın yüzey alanları

HIZ	KARIŞTIRMA SÜRESİ (dk)	YÜZEY ALANI (BET YÖNTEMİ) (m ² /g)
200 rpm	5dk	613
200 rpm	25dk	614
400 rpm	5dk	748
400 rpm	25dk	729

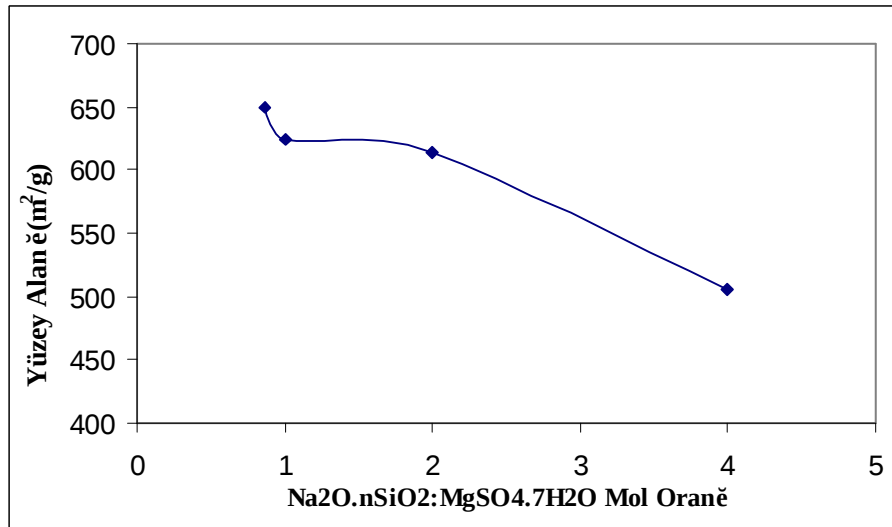
Tablo 4.5'teki sonuçlar, Tablo 4.3 ve Tablo 4.4'teki partiköl boyut dağılımı verileriyle paralellik gösterir. Karıştırma süresindeki farklılık magnezyum silikatın yüzey alanını değiştirmedığı, fakat artan karıştırma hızının yüzey alanını artırdığı bir kez daha kanıtlanmıştır.

4.1.3 Reaktan Konsantrasyonunun Etkisi

MgSO₄.7H₂O'nun 100 ml sudaki çözünörlüğü 25,5 gr'dır. 80 ml suda ise 20.4 g çözünmektedir ve bu da 0.87 mol'dir. Na₂SiO₃:MgSO₄.7H₂O'ın stokiometrik mol oranları 1:1'dir. Minimum 0.87:1 olmak üzere çeşitli mol oranlarını elde edecek şekilde magnezyum sülfat 80 ml suda çözölerek reaksiyon ortamına ilave edilmiştir. 250 rpm karıştırma hızında çöktürme gerçekleştirilmiştir. Çöktürölen bu numunelerin BET yöntemiyle yüzey alan ölçömleri yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.6'da gösterilmiştir.

Tablo 4.6: Na_2SiO_3 : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 'ın deęiřen mol oranlarına karřılık üretilen silikatın BET yöntemiyle ölçülen yüzey alanları

Na_2SiO_3 : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ Mol oranı	Yüzey Alanı (m^2/g)
0.87:1	650
1:1	624
2:1	614
4:1	505



Şekil 4.2: Na_2SiO_3 : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ 'ın deęiřen mol oranlarına karřılık üretilen magnezyum silikatın yüzey alanına etkisi grafięi

Tablo 4.6 ve Şekil 4.2'ye göre; ortama ilave edilen Na_2SiO_3 : $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ mol oranı arttıkça magnezyum silikatın yüzey alanı azalmıřtır.

4.1.4 Çökme Öncesinde İlave Edilen Yüzey Aktif Maddelerin Magnezyum Silikatın Yüzey Alanına Etkisi

Saf ortam deneyleriyle aynı kořullarda olmak üzere, çökme reaksiyonundan önce karřıtırıcı hızı 200 rpm seviyesine ayarlanmış ve ortama 0.5 ml %0.05'lik yüzey aktif madde çözeltisi ilave edilerek non-iyonik, amfoterik, katyonik ve anyonik yüzey aktif maddeler için ayrı ayrı deneyler gerçekleştirilmiřtir. Bu deneylerden elde edilen ürün magnezyum silikatlar ile yüzey aktif madde kullanılmadan çöktürülen

magnezyum silikatın tane boyutları ve BET yöntemiyle ölçülen yüzey alanları Tablo 4.7’de verilmiştir.

Tablo 4.7: Yüzey aktif madde kullanılarak ve yüzey aktif madde kullanılmadan üretilen magnezyum silikatın yüzey alanları ve tane boyutları

Üretim Ortamı	Yüzey Alanı, (m ² /g)	Tane Boyutu, (μ)
Saf Ortam	613	39
Noniyonik Yüzey Aktif Madde	710	28
Amfoterik Yüzey Aktif Madde	702	30
Katyonik Yüzey Aktif Madde	693	32
Anyonik Yüzey Aktif Madde	651	35

Tablo 4.7’ye göre kullanılan tüm yüzey aktif madde türleri magnezyum silikatın yüzey alanını artırmıştır. Özellikle çökme öncesi ortama ilave edilen non-iyonik yüzey aktif madde, çöktürülen magnezyum silikatın yüzey alanını 613 m²/g değerinden 710 m²/g’a yükseltmiştir. Ayrıca, non-iyonik yüzey aktif madde varlığında üretilen magnezyum silikat en düşük tane boyutuna sahiptir, 28μ. Katyonik ve amfoterik yüzey aktif maddeler magnezyum silikatın yüzey alanını 690 m²/g’ın üzerine çıkarmışlardır. Buna karşın, Anyonik yüzey aktif madde yüzey alanı üzerinde en düşük etkiye sahiptir. Bu yüzey aktif maddenin varlığında üretilen örnek 651 m²/g’lık bir alana sahiptir.

Benzer sonuç Chesielczyk ve arkadaşlarının çalışmasında da bulunmuştur. Magnezyum silikatın yüzey alanı üzerine non-iyonik yüzey aktif maddenin etkisini göstermişlerdir. Bu çalışmada çökme ortamında kullanılan non-iyonik yüzey aktif maddenin magnezyum silikatın yüzey alanını 217 m²/g’dan 329 m²/g’a artırdığını belirtmişlerdir [25].

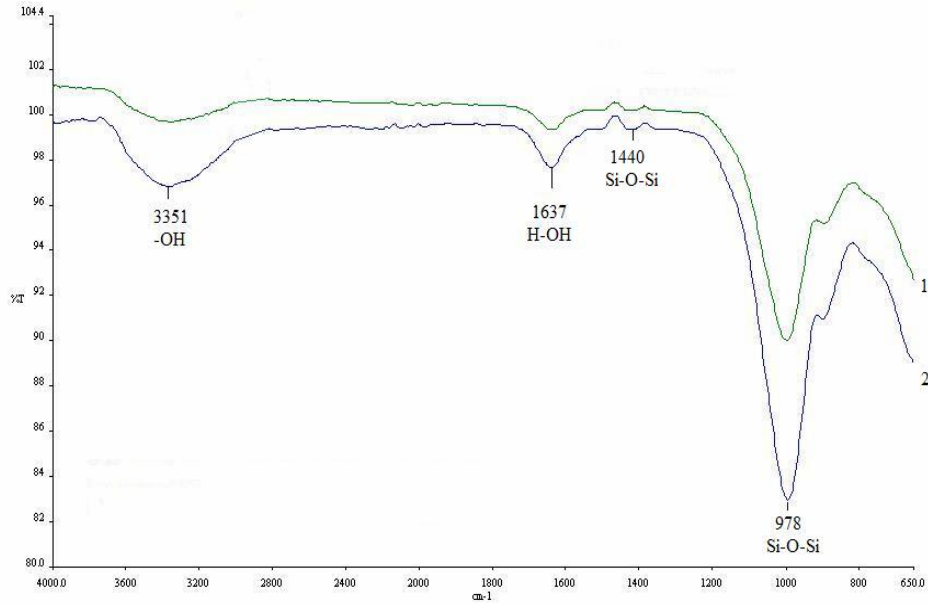
4.2 Adsorpsiyon Çalışmaları Sonuçları

Adsorpsiyon çalışmaları iki grupta gerçekleştirilmiştir. Öncelikle oleik asitin hem saf ortamda ve hem de yüzey aktif maddeli ortamda üretilen silikat yüzeyinde adsorpsiyonu yapılmıştır. İkinci grup deneylerde ise, kullanılmamış ve kullanılmış ayçiçek yağının yine saf ortam ve yüzey aktif maddeli ortamda üretilmiş magnezyum silikat yüzeylerinde adsorpsiyonu incelenmiştir.

4.2.1 Oleik Asit Adsorpsiyonu

4.2.1.1 Saf Ortamda Üretilen Magnezyum Silikat Yüzeyinde Adsorpsiyon

Saf ortamda ve Non-iyonik yüzey aktif maddenin bulunduğu ortamda üretilen magnezyum silikat numunelerinin adsorpsiyon öncesi FTIR spektrumları çekilmiştir. Sonuçlar Şekil 4.3'te verilmiştir.



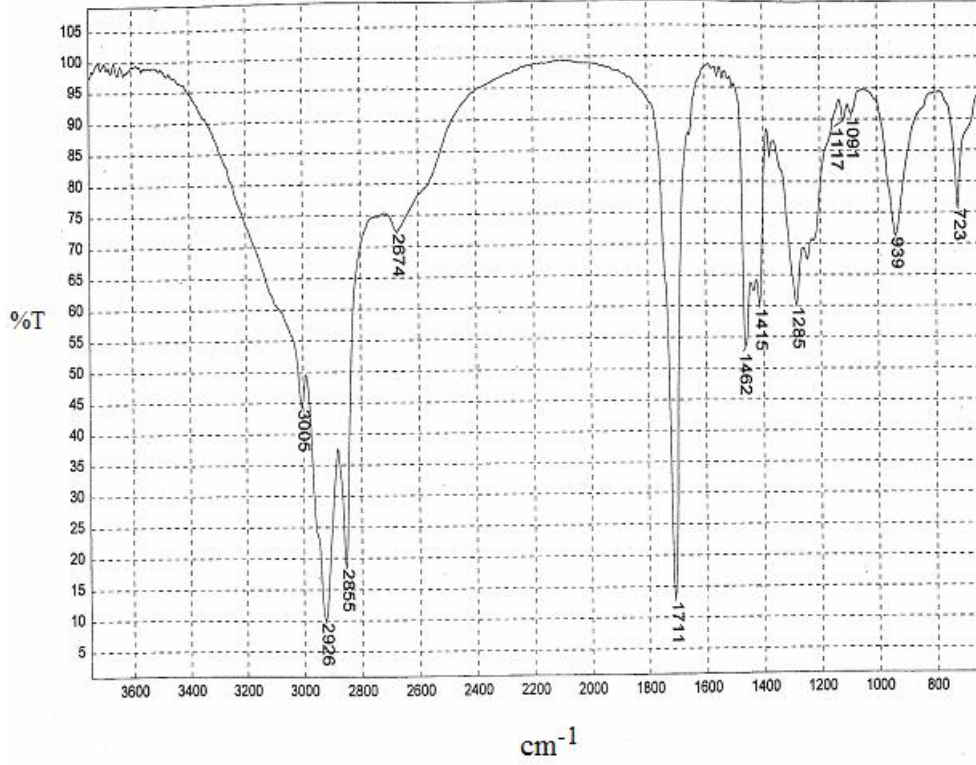
Şekil 4.3: 1: Saf ortamda üretilen magnezyum silikatın FTIR spektrumu

2: Non-iyonik yüzey aktif madde varlığında üretilen magnezyum silikatın FTIR spektrumu

Şekil 4.3'ten görüldüğü üzere hem saf ortamda üretilen ve hem de non-iyonik yüzey aktif maddeli magnezyum silikatın FTIR spektrumları tamamen birbirinin aynısıdır. Bu spektrumda 2800-3750 cm^{-1} 'deki geniş pik (3351cm^{-1}) silikaya bağlanmış olan ve silanol diye adlandırılan Si-O-H yüzey hidroksil gruplarına ve kristal suyu içindeki hidrojen bağlarına aittir. 1637 cm^{-1} 'deki pik ise H-OH bağının eğilme

(bending) pikidir. 978 cm^{-1} 'deki büyük, belirgin pik ve 1440 cm^{-1} 'deki küçük pik siloksan (Si-O-Si)'a ait titreşimlerden kaynaklanır [15].

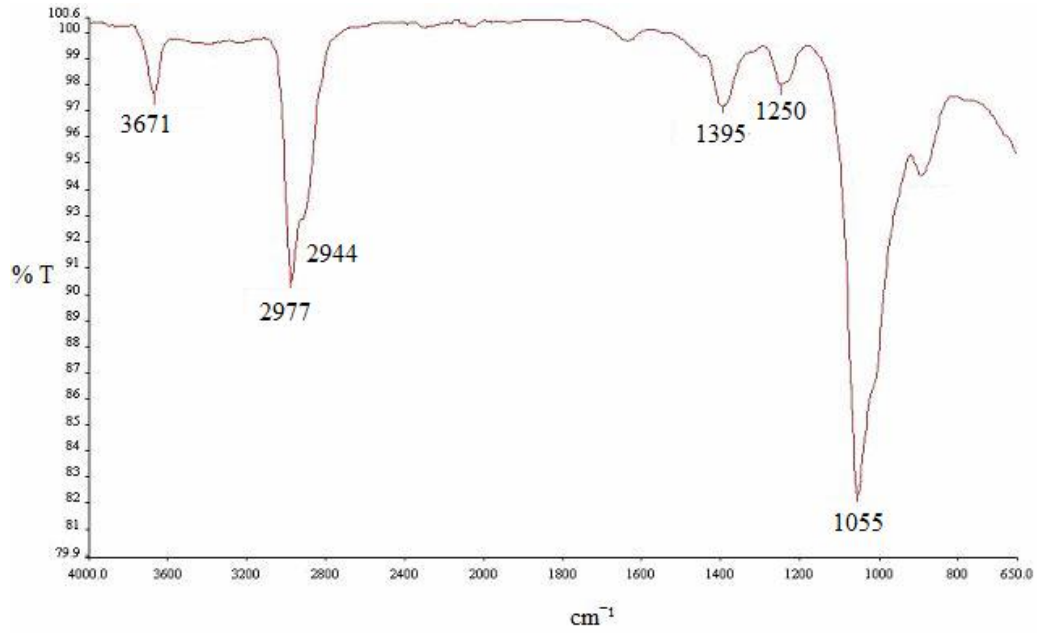
Saf oleik asitin literatürden alınan FTIR spektrumu da Şekil 4.4'te verilmiştir.



Şekil 4.4: Saf oleik asitin FTIR spektrumu [26]

Oleik asit spektrumunda, C-H gerilimi 3005 cm^{-1} 'de görülmektedir. CH_2 gruplarının asimetrik ve simetrik titreşimleri sırasıyla 2926 ve 2855 cm^{-1} 'deki piklerdir. Karbonil (C=O) gerilimi 1711 cm^{-1} 'dedir. Metilen (CH_2) titreşimi 1462 cm^{-1} 'deki pik ile gösterilir [15]. 1285 cm^{-1} ve 1415 cm^{-1} 'deki bantlar sırasıyla C-O ve C-O-H bağlarına aittir. 939 cm^{-1} 'deki bant ise -OH bağından kaynaklanır [27].

Yöntem bölümünde anlatıldığı şekilde oleik asitin saf ortamda üretilen magnezyum silikat üzerinde adsorpsiyonu yapılmış ve adsorpsiyon sonrasında magnezyum silikatın FTIR spektrumu çekilmiştir. Şekil 4.5'te yer alan spektrum bu deney sonucuna aittir.



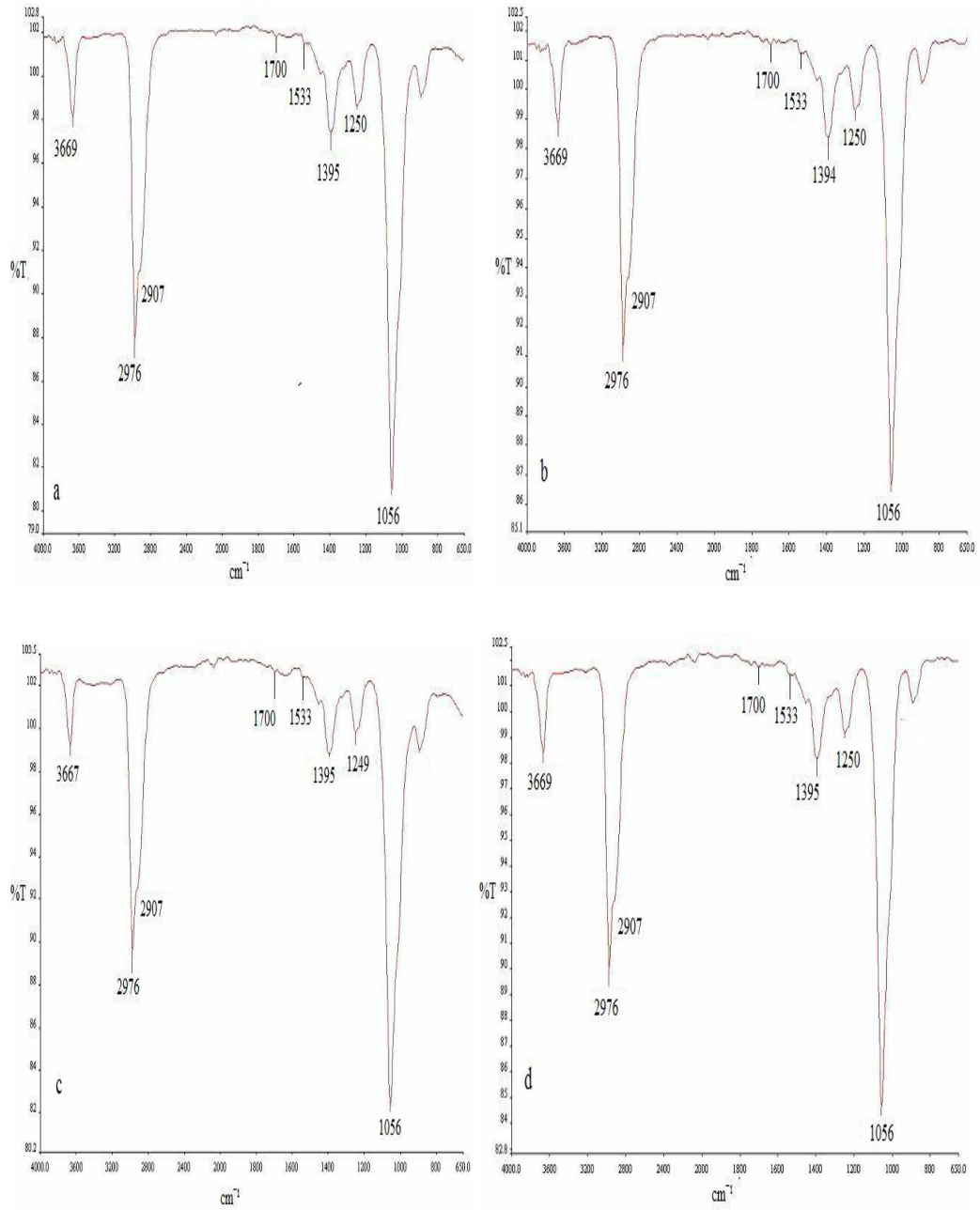
Şekil 4.5: Oleik asit adsorplanmış magnezyum silikatın FTIR spektrumu

Oleik asitin FTIR spektrumundaki asimetric (2926 cm^{-1}) ve simetric (2855 cm^{-1}) CH_2 gerilim titreşimleri, adsorpsiyon sonundaki magnezyum silikat FTIR spektrumunda yüzeydeki fiziksel adsorpsiyon nedeniyle 2977 ve 2944 cm^{-1} 'e kaymıştır.

1395 ve 1250 cm^{-1} 'deki pikler siloksanlara yapılan oleik asitin fiziksel adsorpsiyonundan kaynaklanmaktadır. 978 cm^{-1} 'deki siloksan piki adsorpsiyon sonununda 1055 cm^{-1} 'e kaymıştır. Saf magnezyum silikat spektrumundaki 3351 cm^{-1} civarındaki geniş $-\text{OH}$ piki, adsorpsiyondan sonra 3671 cm^{-1} 'de dar ve keskin bir pike dönüşmüştür [15].

4.2.1.2 Yüzey Aktif Maddeyle Üretilen Magnezyum Silikata Oleik Asit Adsorpsiyonu

Metod kısmında anlatıldığı şekilde yüzey aktif maddenin her tipi için ayrı ayrı üretilmiş bulunan magnezyum silikat numuneleri üzerinde oleik asit adsorpsiyonu yapılmış ve adsorpsiyon sonrası FTIR spektrumları çekilmiştir. Şekil 4.6'da sırasıyla katyonik, anyonik, amfoterik ve non-iyonik yüzey aktif madde varlığında üretilmiş magnezyum silikat yüzeyinde adsorpsiyon spektrumları toplu halde verilmiştir.



Ėekil 4.6: Katyonik (a), Anyonik (b), Amfoterik (c), Non-iyonik (d) yzey aktif maddelerin varlıęında retilen magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyonu sonunda elde edilen spektrumlar

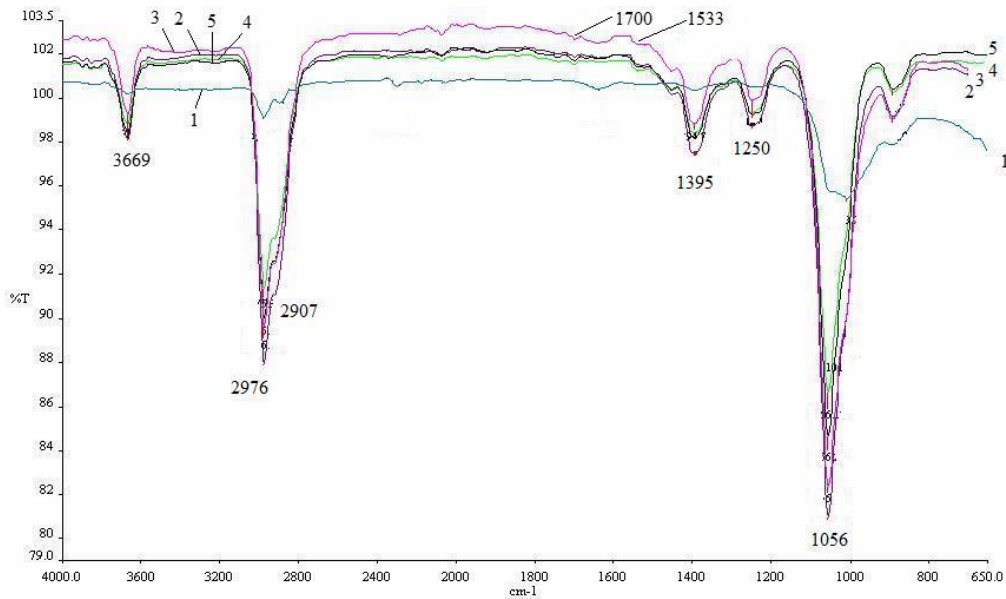
Ėekil 4.6’da grldę gibi, CH₂ gruplarının 2976 ve 2907 cm⁻¹’deki asimetrik ve simetrik titreĖimlerinden kaynaklanan pikler, 1395 ve 1250 cm⁻¹ civarındaki pikler; her bir yzey aktif maddenin varlıęında retilen silikata oleik asit adsorpsiyonu sonunda elde edilen btn spektrumlarda da mevcuttur. 3667-3669 cm⁻¹’deki darlaĖan adsorpsiyon piki saf silikata oleik asit adsorpsiyonunda olduęu gibi drt eĖit yzey aktif maddeli silikata adsorpsiyon sonunda da grlmektedir. 978

cm^{-1} 'deki siloksan piki adsorpsiyon sonununda bütün spektrumlarda 1056 cm^{-1} 'e kaymıştır.

Yüzey aktif maddeli silikata oleik asit adsorpsiyonu sonundaki spektrumlarda, saf magnezyum silikata yapılan aynı adsorpsiyon sonunda elde edilen spektruma göre farklılıklar mevcuttur. Bu farklılıklardan ilki, Şekil 4.6'daki her bir yüzey aktif madde türü için 1533 cm^{-1} 'deki küçük karboksilat pikinin varlığıdır. Bu pik, karboksilat anyonu ($-\text{COO}^-$) ile magnezyum katyonu (Mg^{+2}) arasındaki iyonik bağ aracılığıyla kimyasal olarak adsorplanan oleik asitin kanıtıdır. Bu kimyasal bağ sadece yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen örneklerin adsorpsiyon spektrumunda gözlenmiştir. Sonuç olarak; yüzey aktif maddeler, magnezyum silikat yüzeyinde oleik asitin kimyasal adsorpsiyonuna da neden olmuştur.

İkinci farklılık; 1700 cm^{-1} civarındaki karbonil ($-\text{C}=\text{O}-$) pikinin mevcut olmasıdır. Bu pik, yüzeyde oleik asitin yine fiziksel adsorpsiyonu nedeniyledir. Bu pik saf oleik asit spektrumunda 1711 cm^{-1} 'de görülmektedir.

Hem saf ortamda hem de yüzey aktif maddeli ortamda üretilen magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyon spektrumları Şekil 4.7'de tek bir grafik üzerinde de kıyaslamak amacıyla toplu olarak verilmiştir.



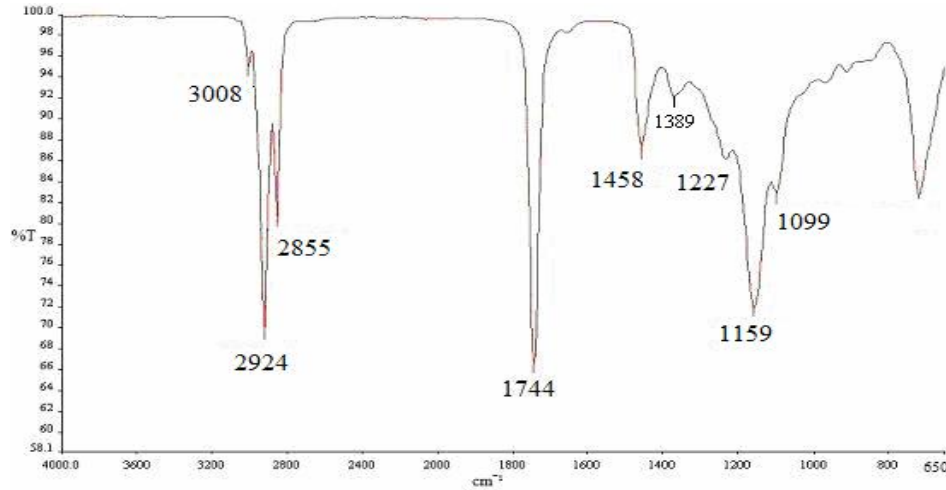
Şekil 4.7: Saf ortamda ve yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyonları sonunda elde edilen FTIR spektrumları (1: Saf ortam, 2: Katyonik, 3: Amfoterik, 4: Anyonik, 5: Non-iyonik)

Şekil 4.7'deki beş spektrum karşılaştırıldığında; yüzey aktif madde ile üretilmiş magnezyum silikat ürünleri saf ortamda üretilen magnezyum silikata göre yüksek pik şiddetleri göstermiştir. Yüzey aktif madde kullanımının, magnezyum silikatın yüzey alanını artırdığı bulgusundan yola çıkarak; saf ortamda üretilene göre yüksek yüzey alanına sahip magnezyum silikatın oleik asit adsorpsiyonunun fiziksel olarak artması da doğal bir sonuçtur.

4.2.2 Kullanılmamış Ayçiçek Yağının Adsorpsiyonu

4.2.2.1 Saf Ortamda Üretilen Magnezyum Silikat Yüzeyinde Adsorpsiyon

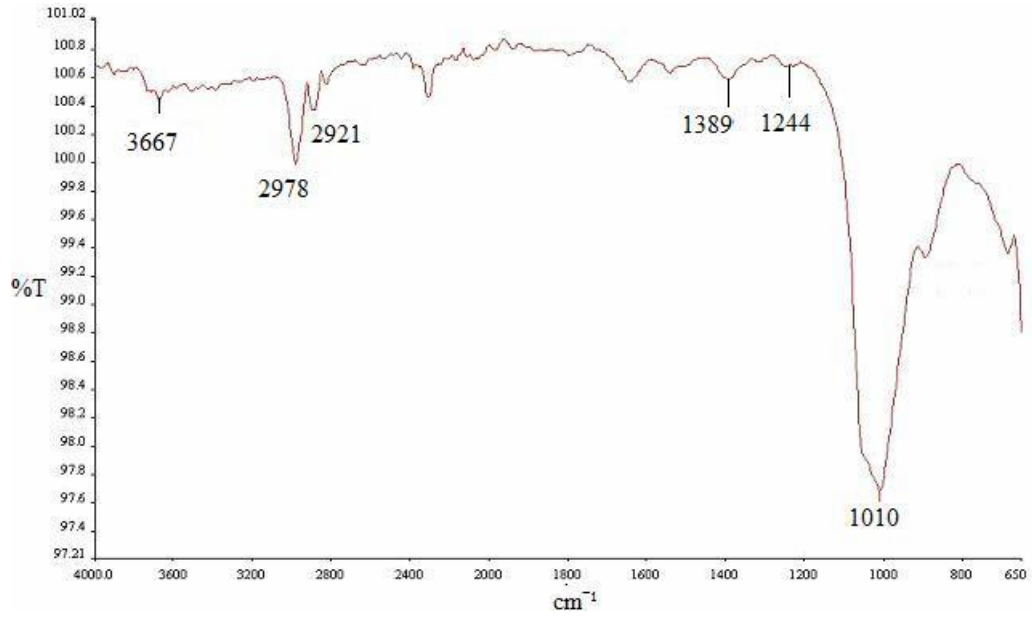
Deneylerde kullanılan saf yağın FTIR spektrumu Şekil 4.8'de verilmiştir.



Şekil 4.8: Kızartma işleminde kullanılmamış (saf) yağın FTIR spektrumu

Kullanılmamış yağın spektrumu oleik asitin FTIR spektrumuna benzemektedir. Oleik asit spektrumuna benzer şekilde; trigliseridin CH₂ grubunun asimetrik ve simetrik titreşimleri sırasıyla 2924 ve 2855 cm⁻¹'deki piklerdir. Karbonil (C=O) piki 1744 cm⁻¹'dedir. 1458 cm⁻¹'deki pik -CH₂ titreşimine aittir. Yağda mevcut bulunan -C-OH'a ilişkin pik 1389 cm⁻¹'de ve -C-O grubuna ait pik ise 1227 cm⁻¹'dedir. C-H gerilimi 3008 cm⁻¹'de küçük bir pik olarak görülmektedir [15].

Bu yağın saf ortamda üretilen magnezyum silikat yüzeyinde adsorpsiyon işlemi gerçekleştirilmiş ve adsorpsiyon sonrasında magnezyum silikatın FTIR spektrumu çekilmiştir. Elde edilen spektrum Şekil 4.9'da gösterilmiştir.



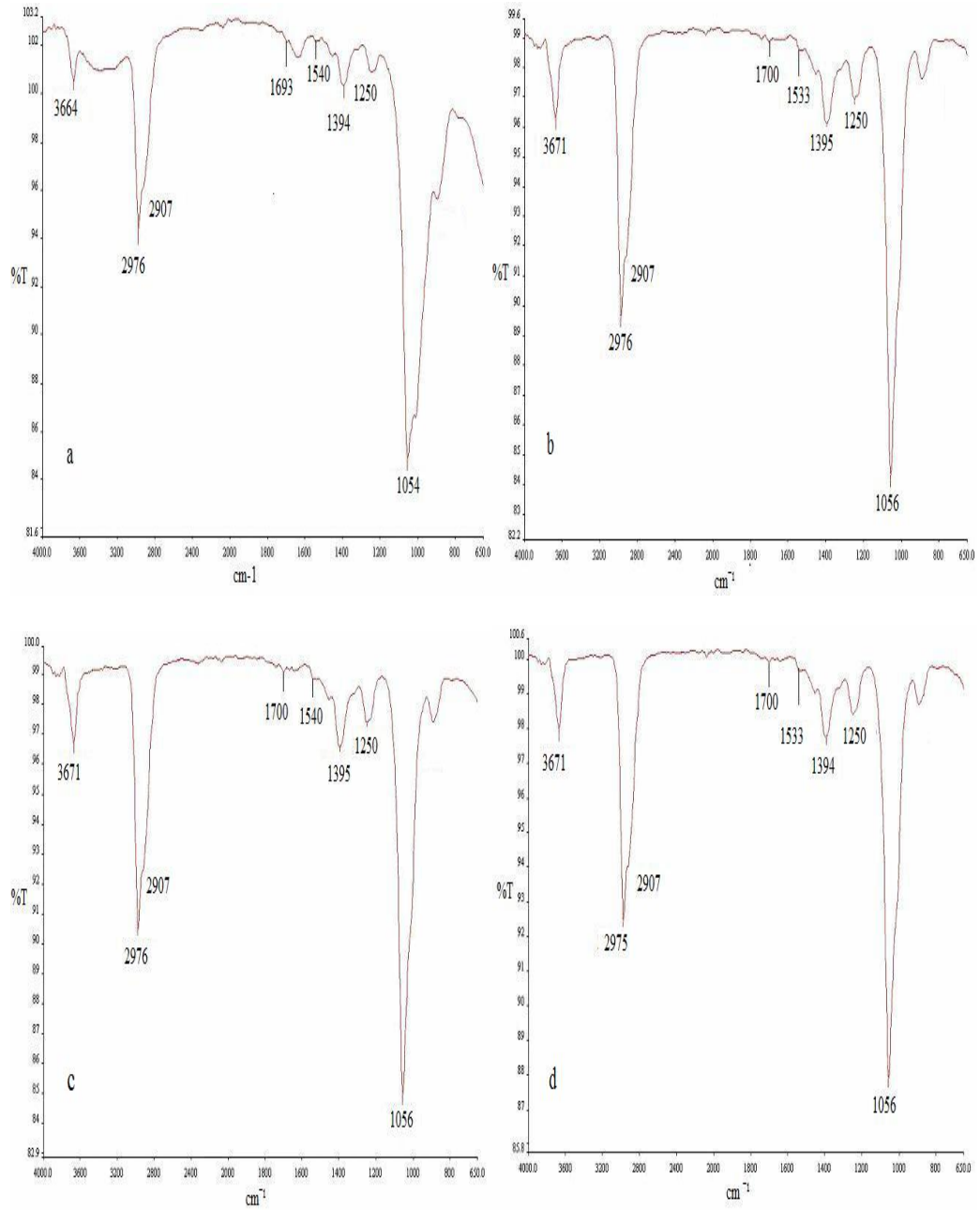
Şekil 4.9: Kullanılmamış yağın adsorplandığı saf ortam magnezyum silikatın FTIR spektrumu

Şekil 4.9’da görüldüğü üzere, saf yağ spektrumundaki 2926 cm^{-1} ve 2855 cm^{-1} CH_2 gerilim titreşimleri, yüzeydeki fiziksel adsorpsiyon nedeniyle 2978 ve 2921 cm^{-1} ’e kaymıştır [15].

1389 ve 1244 cm^{-1} ’deki pikler ise siloksanlara ($-\text{Si}-\text{O}-\text{Si}-$) yapılan sırasıyla, $-\text{C}-\text{OH}$ ve $-\text{C}-\text{O}$ gruplarının fiziksel adsorpsiyonu sonucunda meydana gelmişlerdir. 978 cm^{-1} ’deki siloksan piki adsorpsiyon sonucunda 1010 cm^{-1} ’e kaymıştır. Saf magnezyum silikata oleik asit adsorpsiyon spektrumunda görülen 3671 cm^{-1} ’deki dar ve keskin pik, saf yağın adsorpsiyon spektrumunda 3667 cm^{-1} ’de çok düşük şiddettedir.

4.2.2.2 Yüzey Aktif Madde Varlığında Üretilen Magnezyum Silikata Kullanılmamış Yağ Adsorpsiyonu

Saf ortam magnezyum silikatta olduğu şekilde, yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikat ile de adsorpsiyon deneyleri yapılmıştır. Bu deneylere ilişkin FTIR sonuçları Şekil 4.10’da toplu halde verilmiştir.



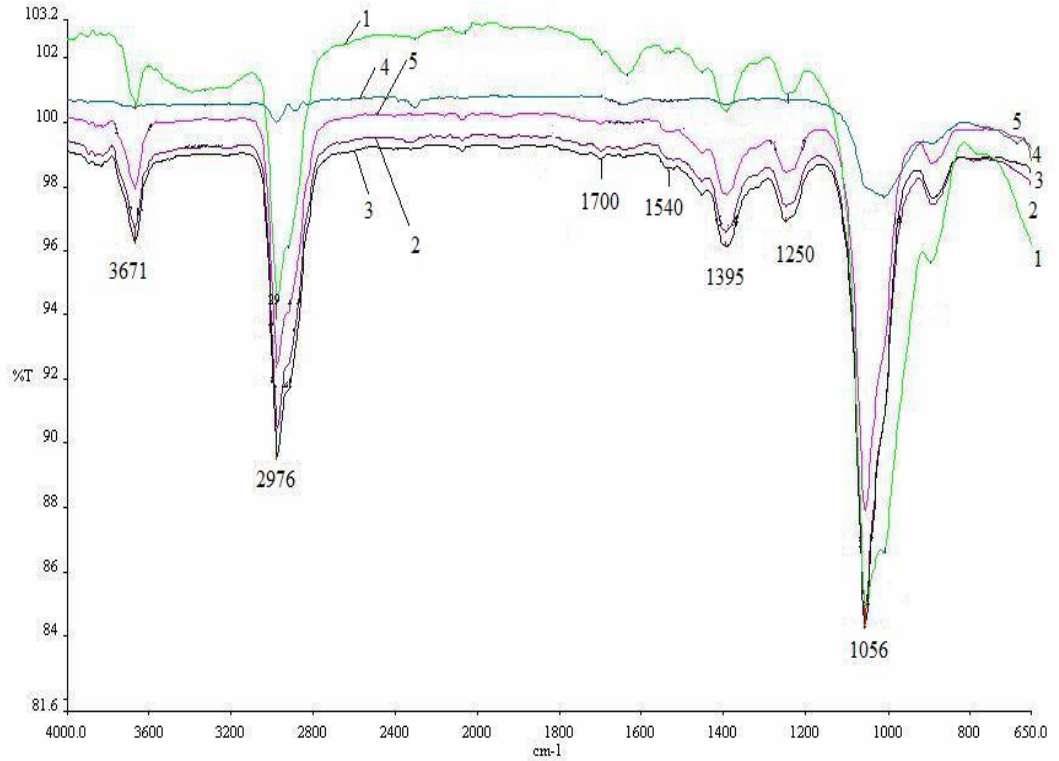
Ėekil 4.10: Katyonik (a), Anyonik (b), Amfoterik (c), Non-iyonik (d) yzey aktif maddelerin varlıęında retilen magnezyum silikata kullanılmamıř yaę adsorpsiyonu sonunda elde edilen FTIR spektrumları.

řekil 4.10’da grldę gibi, adsorbe olmuř CH₂ gruplarının 2975-2976 cm⁻¹ ve 2907 cm⁻¹’deki asimetrik ve simetrik titreřimlerine ait pikler; 1394-1395 ve 1250 cm⁻¹’deki siloksan grubuna yapılan fiziksel adsorpsiyonu gsteren pikler drt spektrumda da mevcuttur. Saf magnezyum silikat spektrumundaki 3351 cm⁻¹ civarındaki geniř –OH piki, adsorpsiyon sonrasında tm spektrumlarda 3664-3671

cm^{-1} 'de dar ve keskin bir pike dönüşmüştür. Bu pikin şiddeti saf silikata kullanılmamış yağ adsorpsiyon spektrumundakine göre artmış ve pik daha belirgin hale gelmiştir.

$1533\text{-}1540\text{ cm}^{-1}$ 'deki küçük karboksilat piki tüm yüzey aktifli magnezyum silikat örneklerine kullanılmamış yağ adsorpsiyonu sonunda görülmektedir. Bu pik, yağ içerisinde mevcut serbest yağ asitinin karboksilat anyonu ($-\text{COO}^-$) ile magnezyum katyonu (Mg^{+2}) arasındaki kimyasal bağ nedeniyle oluşur [15]. Bu kimyasal bağ sadece yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen örneklerin adsorpsiyon spektrumunda gözlenmiştir. 1700 cm^{-1} civarındaki karbonil ($-\text{C}=\text{O}-$) piki de oleik asit adsorpsiyonunda olduğu gibi sadece yüzey aktif maddeli silikata yapılan adsorpsiyon sonunda görülmektedir.

Saf ortamda ve yüzey aktif madde varlığında üretilen magnezyum silikata kullanılmamış yağ adsorpsiyon spektrumları Şekil 4.11'de tek bir grafik üzerinde karşılaştırmak amacıyla toplu olarak verilmiştir.

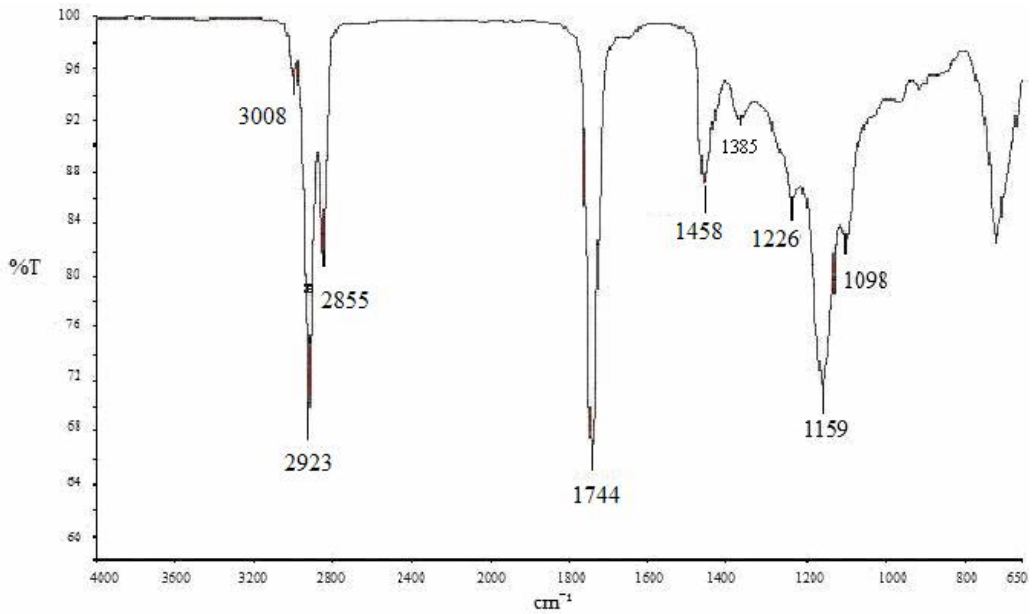


Şekil 4.11: Saf ortamda ve yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata kullanılmamış yağ adsorpsiyonları sonunda elde edilen FTIR spektrumları (1: Katyonik, 2: Amfoterik, 3: Anyonik, 4: Saf Ortam, 5: Non-iyonik).

Şekil 4.11'e göre; yüzey aktif madde varlığında üretilmiş magnezyum silikat örneklerine yapılan adsorpsiyon sonunda elde edilen piklerin şiddetleri, saf magnezyum silikata yapılan aynı adsorpsiyonda elde edilen pik şiddetlerine göre oldukça yüksektir. Bu sonuçtan yola çıkarak, yüzey aktif maddelerin magnezyum silikat yüzeyinde yağ adsorpsiyonu miktarını artırdığı söylenebilir. Ayrıca; bu bulgu, daha önceki deneylerde bulunan ve Tablo 4.7'de de gösterildiği gibi yüzey aktif maddelerin magnezyum silikatın yüzey alanını artırdığını belirten verileri desteklemektedir.

4.2.3 Kullanılmış Yağın Adsorpsiyonu

Üretilen magnezyum silikata adsorbe edilecek ikinci kez kızartılmış yağın öncelikle FTIR spektrumu çekilmiştir. Bu FTIR spektrumu, yağın yapısındaki bileşenlerin titreşimlerinden kaynaklanan karakteristik piklerin tanımlanması açısından önemlidir

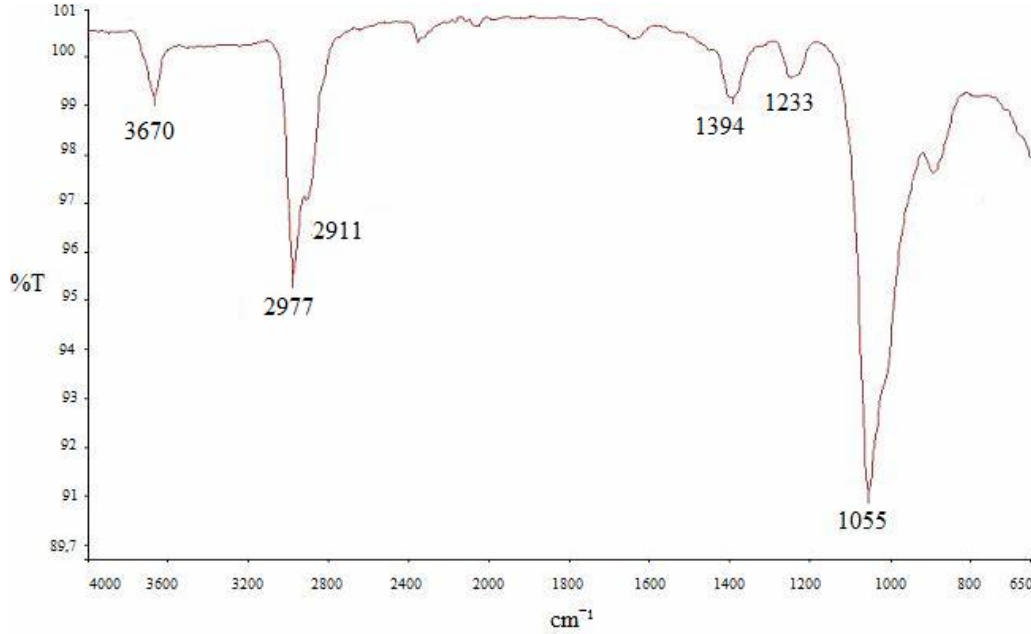


Şekil 4.12: Kızartılmış ayçiçek yağının FTIR spektrumu

Şekil 4.12'ye göre; C-H gerilimi 3008 cm⁻¹'de görülmektedir. CH₂ gruplarının asimetric ve simetric titreşimleri sırasıyla 2923 cm⁻¹ ve 2855 cm⁻¹'dedir. Karbonil (C=O) gerilimi 1744 cm⁻¹'dedir. Metilen (CH₂) hareketi 1458 cm⁻¹'deki piktir [15]. -C-OH ve -C-O pikleri sırasıyla 1385 cm⁻¹ ve 1226 cm⁻¹'de görülmektedir.

Metod kısmında anlatıldığı şekilde; ikinci kez kızartılmış yağın da hekzan içindeki çözeltisi magnezyum silikat ile yarım saat karıştırılmış ve hekzan çözeltisi

içerisinden silikata yağ adsorpsiyonu gerçekleştirilmiştir. Adsorpsiyon sonunda magnezyum silikat hekzan ile yıkanarak oda koşullarında kurutulmuştur ve FTIR analizi yapılmıştır. Bu analiz sonucu Şekil 4.13'te verilmiştir.



Şekil 4.13: Kullanılmış yağ adsorplanmış saf ortam magnezyum silikatın FTIR spektrumu

Şekil 4.13'ten anlaşıldığı üzere, Şekil 4.12'deki asimetrik (2926 cm^{-1}) ve simetrik (2855 cm^{-1}) CH_2 gerilim titreşimleri, adsorpsiyon sonundaki magnezyum silikat FTIR spektrumunda yüzeydeki fiziksel adsorpsiyon nedeniyle 2977 ve 2911 cm^{-1} 'e kaymıştır [15].

Oleik asit ve kullanılmamış yağ spektrumlarında olduğu gibi, 1394 cm^{-1} 'deki $-\text{C}-\text{OH}$ ve 1233 cm^{-1} 'deki $-\text{C}-\text{O}$ pikleri, siloksanlara yapılan fiziksel adsorpsiyondan kaynaklanmaktadır. Yine kullanılmış yağın spektrumundaki 978 cm^{-1} siloksan piki, adsorpsiyon sonununda 1055 cm^{-1} 'e kaymıştır. Saf magnezyum silikat spektrumundaki 3351 cm^{-1} civarındaki geniş $-\text{OH}$ piki, daha önceki deneylerde elde edilen spektrumlara benzer şekilde, adsorpsiyondan sonra 3670 cm^{-1} 'de dar ve keskin bir pike dönüşmüştür [15].

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Çalışmanın sonuçlarını aşağıdaki gibi sıralamak mümkündür:

1. Karıştırma süresinin değişmesi çökme reaksiyonu sonunda oluşan magnezyum silikatın yüzey alanını değiştirmemiştir. Bunun nedeni, reaksiyonun çok hızlı bir çökme reaksiyonu olmasıdır.
2. Karıştırma hızı arttıkça magnezyum silikatın yüzey alanı artmaktadır.
3. İlave edilen Magnezyum Sülfat ($\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$) miktarı arttıkça çöken magnezyum silikatın yüzey alanı da artmaktadır.
4. Yüzey aktif madde kullanılarak çöktürülen magnezyum silikat, yüzey aktif madde kullanılmadan aynı şartlarda üretilen magnezyum silikata göre daha yüksek yüzey alanına sahip olduğu saptanmıştır.
5. Çökme öncesi ortama ilave edilen non-iyonik yüzey aktif madde, saf ortamda çöktürülen magnezyum silikatın yüzey alanını $613 \text{ m}^2/\text{g}$ değerinden $710 \text{ m}^2/\text{g}$ 'a yükseltmiştir. Piyasadaki ticari magnezyum silikatların yüzey alanları ortalama $600 \text{ m}^2/\text{g}$ seviyesindedir ve non-iyonik yüzey aktif madde ile çöktürdüğümüz magnezyum silikat ürününün yüzey alanı bu değerden oldukça fazladır.
6. Magnezyum silikatın yüzey alanında en az artış ($651 \text{ m}^2/\text{g}$), anyonik yüzey aktif madde kullanıldığında gözlemlenmiştir.
7. Oleik asit, kullanılmamış ve kızartılmış ayçiçek yağı saf ortamda üretilen magnezyum silikat yüzeyinde fiziksel olarak adsorplanmışlardır.
8. Yüzey aktif maddeler ile çöktürülen magnezyum silikat yüzeyinde oleik asit ve kullanılmamış yağ fiziksel olarak adsorplanmıştır. Ayrıca, yüzey aktif maddeler oleik asit ve kullanılmamış yağın magnezyum silikat yüzeyinde kimyasal adsorpsiyonunu sağlamıştır.
9. Yüzey aktif madde varlığında üretilen magnezyum silikata oleik asit ve kullanılmamış yağ adsorpsiyonları yapıldığında; karboksilat anyonu ($-\text{COO}^-$)

ile silikatın yapısındaki Mg^{+2} katyonu arasında kimyasal bağ oluşur. Bu pikler, FTIR spektrumlarında $1533-1540\text{ cm}^{-1}$ 'dedir.

10. Magnezyum silikatın yüzey alanını artıran yüzey aktif maddelerin, bu olayda izledikleri mekanizma tam olarak aydınlatılamamıştır. Daha sonra bu mekanizmayı aydınlatmaya yönelik çalışmalar yapılmalıdır. Bu çalışmaların ışığında non-iyonik ve anyonik yüzey aktif maddelerin yüzey alanına olan farklı etkilerinin sebebi anlaşılmış olacaktır.
11. Yüzey aktif madde ortamında üretilen magnezyum silikatın yapılan adsorpsiyonlar sonucunda elde edilen pik şiddetleri, saf magnezyum silikatın adsorpsiyonundakilere göre yüksektir. Bu sonuç yüzey aktif maddelerin, magnezyum silikatın yüzey alanını artırdığı bulgusunu destekler.
12. Tüm yüzey aktif maddelerin oleik asit ve kullanılmamış yağ adsorpsiyonları sırasında magnezyum silikat yüzeyindeki kimyasal bağ oluşumundaki rollerinin belirlenmesi gerekmektedir.
13. Yüzey aktif maddelerin varlığında üretilen magnezyum silikata oleik asit, kullanılmamış yağ adsorpsiyonları gerçekleştirilmesine rağmen zaman yetersizliği nedeniyle kullanılmış yağ adsorpsiyonu yapılamamıştır. Yine ileriki çalışmalarda bu çalışmanın da yapılması yararlı olacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] **Sun, L. and Gong, K.**, 2001. Silicon-based materials from rice husks and their applications, *Ind. Eng. Chem. Res.*, **40**, 5861-5877.
- [2] **Kul'konmaz, N.**, 1993. Pirinç kabuklarından silisyum nitrür tozunun sentezi, *Doktora Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [3] Dallas Group of America, Inc. <http://www.dallasgrp.com>, 15.12.2005
- [4] **Demirbas, A. and Cetin S.**, 2006. Industrial Properties of Lignitic and Lignocellulosic Fly Ashes from Turkish Sources, *Energy Sources, Part A*, **28**, 177-185.
- [5] **Kamath, S.R. and Proctor, N.**, 1998. Silica gel from rice hull ash : preparation and characterisation, *Cereal Chem.*, **75**, 484-487.
- [6] **Proctor, A.**, 2005. Rice hull & rice hull silica utilization, *Socrates Intensive Programme "Renewable Biomaterials"*, Toulouse, France, April 8-25.
- [7] **Kalapathy, U., Proctor, A. and Shultz, J.**, 2000. A simple method for production of pure silica from rice hull ash, *Bioresource Technology*, **73**, 257-262.
- [8] **James, J. and Rao, M.S.**, 1986. Characterization of silica in rice husk ash, *Ceramic Bulletin*, **65**, 1177-1180.
- [9] **Kalapathy, U., Proctor, A. and Shultz, J.**, 2000. Silica-based industrial products from rice hull ash, *B. R. Wells Rice Research Series*, **485**, 284-290.
- [10] **Özgül-Yücel, S., Tolay, M., Erdağ, S. and Türkay, S.**, 2004. Magnesium silicate synthesis from rice hull ash, *JAOCS*, **81**, 619-620.
- [11] **Varol, D.**, 2006. Pirinç kabuğu külünden magnezyum silikat üretimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [12] **Zevenhoven, R. and Kohlmann, J.**, 2001. CO₂ sequestration by magnesium silicate mineral carbonation in Finland, *Second Nordic Minisymposium*, April 2-5.
- [13] **Standen, N.**, 1967. Kirk & Othmer Encyclopedia of chemical technology, 2nd.ed., Volume 19, pp.608, John Wiley&Sons, New York.
- [14] **Miyagi, A. and Nakajima, M.**, 2003. Regeneration of used frying oils using adsorption processing, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **80**, 91-96.
- [15] **Yates, R.N., Caldwell, J.D. and Perkins, E.G.**, 1997. Diffuse reflectance Fourier transform infrared spectroscopy of triacylglycerol and oleic acid adsorption on synthetic magnesium silicate, *JAOCS.*, **74**, 289- 292.
- [16] **Yates, R.N. and Caldwell, J.D.**, 1993. Regeneration of oils for deep frying: a comparison of active filter aids, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **5**, 507-511.

- [17] **Demiröz, E. and Kılçıl, H.**, 2007. Biyokütleden silikat adsorbanları eldesi ve kullanım alanları, *Bitirme Ödevi*, İ.T.Ü., Kimya-Metalurji Fakültesi, İstanbul.
- [18] **Erdokan, Y. A.**, 2005. Atıksulardan çeşitli adsorbanlarla arsenik giderimi, *Yüksek Lisans Tezi*, İ.T.Ü, Fen Bilimleri Enstitüsü, İstanbul.
- [19] **O'Brien, R.D.**, 2004. Fats and oils: formulating and processing for applications, pp.87, CRC Pres LLC, Florida.
- [20] Adsorption phenomena, <http://ias.vub.ac.be/General/Adsorption.html> 16.11.2005
- [21] **Miyagi, H., Subramanian, R. and Nakajima, M.**, 2003. Membrane and additional adsorption processes for quality improvement of used frying oils, *J. Am. Oil Chem. Soc.*, **80**, 927-932.
- [22] **Warner, K.**, 2002. Chemistry of Frying Oils, Food Lipids, pp.205-221, Akoh,C.,Min, D.B.,2. Ed., Marcel Dekker Inc., New York.
- [23] **Furman, N.H.**, 1962. Standart Methods of chemical analysis, 6th.ed., Volume I, pp.956, D. Van Nostrand Company, Inc., New York.
- [24] **Paquot, C. and Hautfenne, H.**, 1987. Standards Methods for the Analysis of Oils, Fats and Derivatives, pp.216-219, Blackwell Scientific Publications, Oxford (UK).
- [25] **Chesielczyk, F., Krysztafkiewicz, A. and Jesionowski, T.**, 2006. Sedimentation and wettability of synthetic magnesium silicate, *Physicochemical Problems of Mineral Processing*, **40**, 255-263.
- [26] **Workman, J.**, 2001. Handbook of organic compounds : NIR, IR, Raman, and UV-Vis spectra featuring polymers and surfactants, Academic Press, San Diego.
- [27] **Labidi, N.S. and Iddou, A.**, 2007. Adsorption of oleic acid on quartz/water interface, *J. Saudi Chem. Soc.*, **11 (2)**, 221-234.

ÖZGEÇMİŞ

Nursen BİLGİN, 1981 yılında İstanbul’da doğdu. Lise öğrenimini Florya Tevfik Ercan Lisesi’nde tamamladı. 2000 yılında kazandığı Yıldız Teknik Üniversitesi Kimya Mühendisliği bölümünden 2005 Haziran ayında mezun oldu. Aynı yıl İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Mühendisliği bölümünde yüksek lisans eğitimine başladı. Halen aynı bölümde tez çalışmalarını sürdürmektedir.