

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

**AKTİF-KARBONİZASYON ÖNCESİ SELÜLOZ ESASLI
TEKSTİL MALZEMELERİNİN TERMAL
KARARLILIĞININ SAĞLANMASI VE YAPISAL
ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

**Tezi Hazırlayan
Taner SOY**

**Tezi Yöneten
Doç. Dr. İsmail KARACAN**

**Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı
Yüksek Lisans Tezi**

**Bu Çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi
tarafından FBY-09-963 kodu ile desteklenmiştir.**

**Ocak 2012
KAYSERİ**

ii

Bu çalışmadaki tüm bilgileri, akademik ve etik kurallara uygun bir şekilde elde edildiğini beyan ederim. Aynı zamanda bu kural ve davranışların gerektirdiği gibi, bu çalışmanın ürünü olmayan tüm materyal ve sonuçları tam olarak aktardığımı ve referans gösterdiğimi belirtirim.

Taner SOY

İmza :



"Aktif-Karbonizasyon Öncesi Selüloz Esaslı Tekstil Malzemelerinin Termal Kararlılığının Sağlanması Ve Yapısal Özelliklerinin Araştırılması" adlı Yüksek Lisans tezi, Erciyes Üniversitesi Lisansüstü Tez Önerisi ve Tez Yazma Yönergesi'ne uygun olarak hazırlanmıştır.

Tezi Hazırlayan

Taner SOY



Danışman

Doç. Dr. İsmail KARACAN



Anabilim Dalı Başkanı

Prof. Dr. Abdulkadir BİLİŞİK



Doç. Dr. İsmail KARACAN danışmanlığında **Taner SOY** tarafından hazırlanan “**Aktif-Karbonizasyon Öncesi Selüloz Esaslı Tekstil Malzemelerinin Termal Kararlılığının Sağlanması Ve Yapısal Özelliklerinin Araştırılması**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

20 / 01 / 2012

JÜRİ:

Başkan : Prof Dr Nilgün Özpozan

Üye : Doç. Dr İsmail Karacan

Üye : Yrd Doç Dr M. İbrahim Bahtiyari

ONAY:

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun 07/02/2012 tarih ve 2012/08-05 sayılı kararı ile onaylanmıştır.



Prof.Dr.Necmettin MARAŞLI
Enstitü Müdürü

TEŞEKKÜR

Tez çalışmam süresince tüm bilgi ve deneyimini benimle paylaşan, destek ve yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen tez danışmanım Sayın Doç. Dr. İsmail KARACAN'a teşekkür ederim.

Tez çalışmalarımın yürütülmesinde teknik desteklerinden dolayı Arş. Gör. Gülhan Erdoğan'a, ve deneylerimde bana yardımcı olan arkadaşım Kemal Şahin TUNÇEL'e teşekkür ederim. Optik mikroskopun kullanılmasına izin veren Doç. Dr Levent Önal'a teşekkür ederim. Merkez laboratuarda yapılan ölçümlerde özenli ve dikkatli ölçümleriyle tezimin sonuca ulaşmasında emeği gecen Fatma Kılıç DOKAN ve Semiha AYDIN' a teşekkür ederim.

Burada olmamı sağlayan ve eğitim hayatım boyunca benden maddi ve manevi desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen, hayatım boyunca minnettar kalacağım sevgili ailem; annem Ayşe SOY, babam Hayrettin SOY ve kardeşlerime en içten sevgi ve teşekkürlerimi sunarım.

Taner SOY
Kayseri, Ocak 2012

**AKTİF-KARBONİZASYON ÖNCESİ SELÜLOZ ESASLI TEKSTİL
MALZEMELERİNİN TERMAL KARARLILIĞININ SAĞLANMASI VE
YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI**

Taner SOY,

Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü

Yüksek Lisans Tezi, Ocak 2012

Tez Danışmanı : Doç. Dr. İsmail KARACAN

ÖZET

Aktif karbon lif üretiminde oksidatif termal stabilizasyon (oksidasyon) aşaması çok önem kazanmıştır. Bu çalışmada; farklı kimyasal ön işlemler yapılarak oksijenli ortamda farklı sıcaklıklarda ısıtım işlemleri yapılmıştır. Yapılan ön kimyasal işlemler ve daha sonra yapılan ısıtım işlemleri numunelerin renk değişimine neden olmuştur. Renk değişimleri numunelerin termal yönden kararlı bir yapıya kavuştuğunu göstermiştir. 200 °C den sonraki ısıtım işlem sıcaklıklarında numunelerin yanmazlık özelliğini kazandıkları görülmüştür.

Kimyasal ön işlemlerden sonra yapılan ısıtım işlemleri sonunda elde edilen numunelerin yapısında fiziksel ve kimyasal değişimler olduğu gözlenmiştir. Fiziksel ve kimyasal yapıdaki değişimler lif çapı ve iplik numarası ölçümleri, termogravimetrik (TGA) analiz, FT-IR spektroskopisi ve X-ışını difraksiyonu yöntemleri ile karakterize edilmiştir.

Yapılan işlemler sonucunda; numunelerin lif çaplarında ve iplik numaralarında ısıtım işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak azalma görülmüştür. TGA analizlerinde ham viskoz rayon liflerine göre kimyasal ön işlem ve daha sonra oksijenli ortamda ısıtım işlem görmüş numunelerin termal kararlılıklarını kazandığı ve ısıtım işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak kütle kaybının azaldığı ve karbon veriminin arttığı görülmüştür. Azot ortamında yapılan ham viskoz rayon'un TGA analizinde % 12 civarında olan karbon verimi miktarı yapılan kimyasal ön işlemler ve ısıtım işlemleri sonucunda % 48-49'lara kadar artmıştır.

İnfrared spektroskopi (FT-IR) verilerinin analizinden çıkan sonuçlara göre, ham viskoz rayon numune ile işlem görmüş numuneler karşılaştırıldığında ısıtıl işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak viskoz rayona ait karakteristik piklerin azaldığı ve 225-250 °C sıcaklıklara yok olduğu görülmüştür. Moleküler yapısı değişen numuneler yapılan işlemler sonucunda çapraz bağlar oluşturarak, termal yönden daha kararlı bir yapıya sahip olmuşlardır.

X-ışını difraksiyonu (XRD) sonuçları ısıtıl işlem sıcaklığına bağlı olarak yapısal değişikliklerin olabileceğini göstermiştir. Viskoz rayon lifleri ısıtıl işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak selüloz II kristal yapısını kaybederek 225-250 °C’de yapılan ısıtıl işlemlerde termal yönden kararlı amorf bir yapıya dönüşmüştür. Kimyasal işlemlerden sonra 250 °C’de oksijenli ortamda ısıtıl işlem yapılması durumunda numunelerin yüksek sıcaklıklarda yapılan karbonizasyon ve aktivasyon işlemlerine hazır hale gelebileceği görülmüştür.

Anahtar Kelimeler: Viskoz rayon, termal stabilizasyon, termal analiz, infrared spektroskopisi, X-ışını difraksiyonu

INVESTIGATION OF THE STRUCTURAL PROPERTIES OF THERMALLY STABILIZED CELLULOSE BASED TEXTILE MATERIALS PRIOR TO CARBONIZATION AND ACTIVATION

Taner SOY

Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences

M. Sc. Thesis, January 2012

Thesis Supervisor : Assoc. Prof. Dr. İsmail KARACAN

ABSTRACT

Thermal oxidative stabilization stage necessary during the activated carbon fiber production is very important for high quality activated carbon fiber. In this study, thermal treatments were carried out in an oxygen containing environment using different stabilization temperatures following different chemical pretreatments. Chemical pretreatments followed by thermal treatments caused colour variations of the samples. Colour variations indicate the occurrence and presence of thermally stable structures. Thermal treatments carried out with stabilization temperature of 200 °C or higher showed the samples acquiring non-burning characteristics.

Following the chemical pretreatments and thermal treatments in air, the samples showed different physical and chemical structures. Physical and chemical changes were characterized using fiber diameter, linear density, thermogravimetric (TGA) analysis, FT-IR spectroscopy and X-ray diffraction measurements. The results showed that the fiber diameter and linear density values decreased with increasing stabilization temperature. The results obtained from TGA showed that the samples acquired thermal stability after going through chemical pretreatments followed by thermal treatments in an oxygen containing atmosphere and mass loss decreased, carbon yield increased with increasing thermal stabilization temperature. Carbon yield of thermally stabilized samples increased to 48-49% in comparison with the carbon yield of 12% for the untreated sample.

According to the results obtained from IR-spectroscopy, when the IR spectra of untreated viscose rayon and treated samples were compared, it was observed that the characteristic IR bands of untreated viscose rayon decreased in intensity with increasing

stabilization temperature and disappeared altogether when the stabilization temperature was reached around 225-250 °C. The structurally modified samples acquired more stable molecular structure by developing ladder-like cross-links.

The results obtained from X-ray diffraction analysis showed the changes of crystal structure with increasing stabilization temperature. Viscose rayon fibers gradually lost the cellulose II crystal structure with increasing stabilization temperature and totally became amorphous when the stabilization temperature of 250 °C was reached. The results showed that the samples become ready for high carbonization and activation temperatures when the chemical pretreatment followed by thermal treatment is carried out in an oxygen containing atmosphere at 250 °C.

Keywords: Viscose rayon, Stabilization, Thermal analysis, Infrared spectroscopy, X-ray diffraction

İÇİNDEKİLER

AKTİF-KARBONİZASYON ÖNCESİ SELÜLOZ ESASLI TEKSTİL MALZEMELERİNİN TERMAL KARARLILIĞININ SAĞLANMASI VE YAPISAL ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

	<u>Sayfa</u>
BİLİMSEL ETİĞE UYGUNLUK SAYFASI	ii
YÖNERGEYE UYGUNLUK SAYFASI	iii
KABUL VE ONAY SAYFASI	iv
TEŞEKKÜR	v
ÖZET	vi
ABSTRACT	viii
İÇİNDEKİLER	x
TABLOLAR LİSTESİ	xvi
ŞEKİLLER LİSTESİ	xx
 GİRİŞ	 1

1. BÖLÜM GENEL BİLGİLER

1.1. Aktif Karbonun Önemi	2
1.2. Aktif Karbonun Tanımı	3
1.3. Aktif Karbonun Tarihçesi	4
1.4. Aktif Karbonun Özellikleri	6
1.4.1. Aktif Karbonun Genel Özellikleri	7
1.4.1.1. Molekül Ve Kristal Yapısı	7
1.4.2. Fiziksel Özellikleri	10
1.4. 2.1 Yüzey Alanı	11
1.4. 2.2 Gözeneklilik (Porozite)	11

1.4. 2.2.1. Aktif Karbondaki Gözeneklerin Şekilleri Ve Boyutları	12
1.4. 2.2.2. Kimyasal Yolla Aktive Edilmiş Karbonlarda Mikro Ve Mezo Gözenekler	15
1.4. 2.2.3. Gözeneklerin Pratik Uygulamalardaki Etkileri	15
1.4. 2.2.4. Farklı Aktif Karbon Tiplerindeki Mikro Ve Mezo Gözenekler.....	16
1.4. 3. Kimyasal Yapı Ve Özellikleri.....	17
1.5. Aktif Karbon Üretim Yöntemleri.....	19
1.5.1. Genel Bakış	19
1.5.1.1. Hammaddeler	23
1.5.1.2. Karbonizasyon	26
1.5.1.3. Aktivasyon.....	27
1.5.1.4. Fiziksel Aktivasyon.....	28
1.5.2. Aktif Karbonun Kullanım Alanları.....	30
1.5.2.1. Buhar Faz Uygulamaları	31
1.5.2.2. Sıvı Faz Uygulamaları.....	34
1.5.3. Aktif Karbonun Sınıflandırılması.....	38
1.5.3.1. Pac (toz aktif karbon)	38
1.5.3.2. Gac (tanecikli (granüler) aktif karbon)	38
1.5.3.3. Pellet AC (topak (pellet) aktif karbon)	38
1.5.3.4. Küresel Aktif Karbon.....	39
1.5.3.5. Emprenye Karbonlar	39
1.5.3.6. Polimer Kaplanmış Aktif Karbon.....	39
1.5.3.7. Karbon Moleküler Elek (KME)	39
1.5.3.8. Aktif Karbon Lifi.....	40
1.5.3.8.1. Aktif Karbon Lifinin Üretimi.....	41
1.5.4. Buhar Faz Uygulamalarının Kullanım Alanları	44
1.5.4.1. Çözücü Geri Kazanımı.....	44
1.5.4.2. Koruyucu Filtreleri	45
1.5.4.3. Gaz Saflaştırma	46
1.5.4.4. Gaz Emisyon Kontrolü.....	47
1.5.4.5. Kimyasal Tepkimeyle Kontrol	47

1.5.4.6. Gaz Depolama	48
1.5.4.7. Kataliz.....	48
1.5.5. Sıvı Faz Uygulamalarının Kullanım Alanları.....	50
1.5.5.1. İçme Suyu Uygulamaları	50
1.5.5.2. Yeraltı Suları İyileştirmeleri	50
1.5.5.3. Endüstriyel ve Evsel Atık Suların İşlemleri.....	50
1.5.5.4. Renk Giderme.....	51
1.5.5.5. Kimyasal Süreçlerde	51
1.5.5.6. Yiyecek, İçecek Ve Yemeklik Yağ.....	51
1.5.5.7. Alkollü İçkilerde Kullanımı.....	52
1.5.5.8. Eczacılıkta Kullanımı.....	52
1.5.6. Diğer Uygulamalar	52
1.6. Adsorpsiyon	53
1.6.1. Aktif karbonun Adsorbsiyonu	54

2. BÖLÜM

MATERYAL YÖNTEM

2.1. Selüloz	58
2.1.1. Selüloz Maddesinin İç Yapısı	62
2.1.2. Selülozun Özellikleri	63
2.1.3. Selülozun Kimyasal Yapısı	65
2.2. Rejenere Selüloz Liflerinin Tarihsel Gelişimi Ve Lif Üretimi.....	74
2.3. Rejenere Selüloz Lifleri Hakkında Bilgi	77
2.3.1. Rejenere (Yapay) Liflerin Sınıflandırılması	79
2.3.2. Rejenere Selüloz Lif Üretimi.....	80
2.3.2.1. Viskoz Yöntemi.....	81
2.3.2.2. Bakır Yöntemi.....	85
2.3.2.3. Nitrat Yöntemi	86
2.3.3. Başlıca Rejenere Selüloz Lif Çeşitleri.....	87
2.4. Modifiye Rejenere Selülozik Lifler.....	87
2.4.1. Yüksek Yaş Modüllü Rayon (Modal Elyafı)	87
2.4.1.1. Polinoz Elyafı	88
2.4.1.1.1. Polinoz Elyafı Üretimi	89

2.4.1.1.2. Polinozik Liflerin Fiziksel Ve Kimyasal Özellikleri	92
2.4.1.1.3. Polinozik Kumaşların Kullanım Alanları	93
2.4.1.2. HWM (High Wet Modulus) Elyafı.....	94
2.4.2. Asetat Lifleri	95
2.4.2.1. Asetat Liflerinin Fiziksel Yapısı Ve Özellikleri	96
2.4.2.2. Asetat Liflerinin Kimyasal Yapısı Ve Özellikleri	97
2.4.2.3. Asetat Liflerinin Kullanım Alanları	97
2.5. Viskoz Lifi (CV)	97
2.5.1. Viskon Liflerinin Özellikleri	100
2.5.2. Viskon Liflerinin Fiziksel Özellikleri	100
2.5.2.1. Mukavemet.....	107
2.5.2.2. Elastik–Plastik yapı.....	107
2.5.2.3. Higroskopik Yapı.....	107
2.5.2.4. Termal özellikleri.....	107
2.5.2.5. Viskon liflerinin nem alması ve şişme durumu.....	108
2.5.3. Viskon liflerinin kimyasal özellikleri.....	110
2.5.3.1. Suyun Etkisi	111
2.5.3.2. Asitlerin Etkisi	111
2.5.3.3. Bazların Etkisi	112
2.5.3.4. Tuzların Etkisi	112
2.5.3.5. Yükseltgen Maddelerin Etkisi	112
2.5.3.6. Işığın Etkisi.....	112
2.5.3.7. Isının Etkisi	112
2.5.4. Viskoz Rayonunun Kullanım Alanları.....	113

3. BÖLÜM

GEREÇ VE YÖNTEM

3.1. Deneysel Çalışmalarda Kullanılan Cihazlar	115
3.1.1. TGA (Termogravimetrik Analiz)	115
3.1.1.1. Tasarım ve Ölçüm Prensipleri	117
3.1.2 FT- IR (Fourier Transform Infrared Spektrometresi) CİHAZI	118
3.1.2.1. Kullanım Alanları.....	119
3.1.3. XRD Cihazı ve Çalışma Prensibi (X-Işını Toz Kırınımı Cihazı)	120

3.1.3.1 Cihazın Kullanım Alanları	121
3.1.4. Diğer Cihazlar	122
3.1.5. Termo Gravimetrik Analiz (TGA) Deneyleri.....	124
3.1.6. Fourier Transform Infra-red (FT-IR) Spektrometresi Deneyleri	125
3.1.7. X-Işını Toz Difraktometresi (XRD) Deneyleri.....	126
3.1.7.1. Kristal Yapı.....	126
3.1.7.2. Kristal Sistemler	127
3.1.7.3. Kristal Yönleri	127
3.1.7.4. X-Işınları Analizi	129

4 BÖLÜM

BULGULAR

4.1. Ham Numune Çalışmaları.....	130
4.1.1 Lif Çapı Ve İplik Numarası Çalışmaları.....	130
4.1.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları	132
4.1.3. FT-IR Spektroskopi Çalışmaları	133
4.1.4. X-Işını Difraksiyonu Çalışmaları.....	135
4.2. Ham Viscose Rayon Liflerinin Farklı Kimyasal Ön İşlemler İle Termal Kararlılığının Sağlanması	136
4.2.1. Fosforik Asit İle Yapılan Kimyasal Ön İşlemler İle Elde Edilen Sonuçlar.....	136
4.2.1.1. Lif çapı ve İplik Numarası Çalışmaları.....	136
4.2.1.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları.....	138
4.2.1.3. FT-IR Spektroskopi Çalışmaları.....	140
4.2.1.4. X-Işını Difraksiyonu Çalışmaları.....	141
4.2.2. Amonyum Sülfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, İle Yapılan Kimyasal Ön İşlemler İle Elde Edilen Sonuçlar.....	142
4.2.2.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları	142
4.2.2.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları.....	144
4.2.2.3. FT-IR spektroskopi çalışmaları	145
4.2.2.4. X-ışını difraksiyonu çalışmaları	146

4.2.3. Diamonyum fosfat, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar	147
4.2.3.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları	147
4.2.3.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları.....	149
4.2.3.3 FT-IR spektroskopi çalışmaları	151
4.2.3.4 X-ışını difraksiyonu çalışmaları	152
4.2.4. Fosforik asit ve borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar	153
4.2.4.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları	154
4.2.4.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları.....	157
4.2.4.3 FT-IR Spektroskopi Çalışmaları.....	160
4.2.4.4. X-Işını Difraksiyonu Çalışmaları.....	162

5. BÖLÜM

TARTIŞMA, SONUÇ ve ÖNERİLER

5.1. TARTIŞMA-SONUÇLAR	199
5.2. ÖNERİLER	201
KAYNAKLAR	202
ÖZ GEÇMİŞ.....	208

TABLOLAR LİSTESİ

Tablo 1.1.	Ticari olarak aktif karbon üretiminde kullanılan başlangıç maddeleri	23
Tablo 1.2.	Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri	25
Tablo 1.3.	Aktif karbonun buhar faz uygulamaları	33
Tablo 1.4.	Aktif karbonun sıvı faz uygulamaları	37
Tablo 1.5.	Çözücü geri kazanımı	45
Tablo 1.6.	Farklı uygulama alanları için aktif karbon özellikleri	49
Tablo 2.1.	Selülozun kristal yapı tipinde en çok görülen kafes yapıları	68
Tablo 2.2.	Rejenere selülozik liflerin sınıflandırılması.....	79
Tablo 2.3.	Polinozik, poliester ve pamuk liflerinin özelliklerinin Değerlendirilmesi.....	92
Tablo 2.4.	Asetat liflerinin fiziksel yapısı ve özellikleri	96
Tablo 2.5.	Asetat liflerinin kimyasal yapısı ve özellikleri	97
Tablo 2.6.	Çeşitli selülozik liflerin lif özelliklerinin karşılaştırılması	102
Tablo 2.7.	Rayon liflerinin fiziksel özellikleri	106
Tablo 2.8.	Rayon liflerinin TGA (Thermal Gravimetric Analysis) ve DTA (Differential Thermal Analysis) verileri	108
Tablo 2.9.	Rayon liflerinin kimyasal özellikleri.....	111
Tablo 3. 1.	Kristal sistemlerin geometrisi	129
Tablo 4.1.	Ham viskoz rayon liflerinin lif çapları.....	164
Tablo 4.2.	Ham viskon rayon ipliğinin tex cinsinden iplik numarası ölçümleri	165
Tablo 4.3:	Ham numuneye yapılan IR analizi sonucu elde edilen piklerin moleküler titreşimlerinin tanımlanması	166
Tablo 4.4.	Eğri analizi elde edilen pamuk X-ışını difraksiyonu pik parametreleri	166
Tablo 4.5.	% 3 PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C ‘de 30 dak.	167

Tablo 4.6.	% 3 PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175 °C ‘de 30 dak.	168
Tablo 4.7.	% 3 PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200 °C ‘de 30 dak.....	169
Tablo 4.8.	% 3 PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225 °C ‘de 30 dak.....	170
Tablo 4.9.	% 3 PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250 °C ‘de 30 dak.	171
Tablo 4.10.	% 3 Fosforik asit ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden den sonraki iplik numaralarının ölçülmesi.....	172
Tablo 4.11.	% 3 Fosforik asit ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.	172
Tablo 4.12.	% 3 AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C ‘de 30 dak.....	173
Tablo 4.13.	% 3 AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175 °C ‘de 30 dak.....	174
Tablo 4.14.	% 3 AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200 °C ‘de 30 dak.....	175
Tablo 4.15.	% 3 AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225 °C ‘de 30 dak.....	176
Tablo 4.16.	% 3 AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250 °C ‘de 30 dak.....	177
Tablo 4.17.	% 3 Amonyum Sülfat [(NH ₄) ₂ SO ₄] ile işlem gören ipliklerin 30 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi	178
Tablo 4.18.	% 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.	178
Tablo 4.19.	% 3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C ‘de 30 dak.....	179

Tablo 4.20.	% 3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175 °C ‘de 30 dak.....	180
Tablo 4.21.	% 3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200 °C ‘de 30 dak.....	181
Tablo 4.22.	% 3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225 °C ‘de 30 dak.	182
Tablo 4.23.	% 3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250 °C ‘de dak.	183
Tablo 4.24.	% 3 diamonyum fosfat [(NH ₄) ₂ HPO ₄] ile işlem gören ipliklerin 30 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi.....	184
Tablo 4.25.	% 3 diamonyum fosfat (DAP) ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.	184
Tablo 4.26.	%3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C ‘de 30 dak.	185
Tablo 4.27.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175 °C ‘de 30 dak.	186
Tablo 4.28.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200 °C ‘de 30 dak.	187
Tablo 4.29.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225 °C ‘de 30 dak.	188
Tablo 4.30.	%3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250 °C ‘de 30 dak.	189
Tablo 4.31.	%3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C ‘de 60 dak.	190
Tablo 4.32.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175 °C ‘de 60 dak.	191
Tablo 4.33.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200 °C ‘de 60 dak.	192

Tablo 4.34.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225 °C 'de 60 dak.	193
Tablo 4.35.	% 3 PA + % 3 BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250 °C 'de 60 dak.	194
Tablo 4.36.	% 3 Borik Asit (H_3BO_3) ve % 3 Fosforik Asit (H_3PO_4) ile 30 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi.....	195
Tablo 4.37.	% 3 Borik Asit (H_3BO_3) ve % 3 Fosforik Asit (H_3PO_4) ile 60 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi.....	195
Tablo 4.38.	% 3 Fosforik asit + % 3 borik asit (30 dak.) ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.	196
Tablo 4.39.	% 3 Fosforik asit + % 3 borik asit (1 saat) ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.	196

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 1.1.	Grafit kristallerin yapısı	8
Şekil 1.2.	Grafit ve aktif karbonun yapısı.....	9
Şekil 1.3.	Aktif karbon tabakasının genel görünümü	9
Şekil 1.4..	Aktif karbonun grafitik tabakalarının düzeni	10
Şekil 1.5.	Aktif karbonda bulunan gözenekler	13
Şekil 1.6.	Aktif karbonun yüksek oranda gelişmiş gözenekliliğini gösteren “Makro gözenek” aralığındaki elektron mikroskopisi ile alınan fotoğrafı. Gösterilen alan 15.8 i x 12.5 i	13
Şekil 1.7.	Karbonun gözenekli yapısının SEM görüntüleri.Mezopor Küresel (çapları 100-300 nm) ve nanopores (70 nm den daha küçük çaplı) görülmetedir	14
Şekil 1.8.	Aktif karbonda bulunan başlıca fonksiyonel gruplar	18
Şekil 1.9.	Aktivasyon yöntemlerinin şematik gösterimi	21
Şekil 1.10.	Aktif karbonun üretim şeması	22
Şekil 1.11.	Farklı oksitleyicilerle yüzey alanı değişimi	29
Şekil 1.12.	Farklı oksitleyicilerle gözenek hacmi değişimi	29
Şekil 1.13.	Atıksu saflaştırma mekanizması	36
Şekil 1.14.	FE-SEM aktif karbon lifinin yüzeyinşn gözlemlenmesi: (a) $\times 10$ K ve (b) $\times 100$ K.	40
Şekil 1.15.	Conceptual diagram of dye adsorption on activated carbon fiber as proposed by the bottle-neck model.	41
Şekil 1.16.	Aktif karbon lifinin gözenekli yapısı (Görüntü SEM ile elde edilmiştir	42
Şekil 1.17.	Aktif-karbon lif esaslı hava filtresi	43
Şekil 1.18.	Aktif karbonun gözenek yapısı ve farklı molekülleri adsorbsiyonu	56
Şekil 1.19.	Bir adsorbent taneciğinde adsorbsiyon çeşitleri	56
Şekil 2.1.	β - glikoz	58
Şekil 2.2.	Selülozun zincir konfigürasyonu.....	59
Şekil 2.3.	Üç boyutlu uzayda zincir konfigürasyonun moleküler modeli (Atomlar: C, O, H)	59

Şekil 2.4.	Selüloz Polimer Zinciri	60
Şekil 2.5.	Hidrojen Köprülerinin Oluşumu	60
Şekil 2.6.	Kristalin Ve Amorf Alanlar.....	61
Şekil 2.7.	Selülozdan Yararlanma Alanları	65
Şekil 2.8.	Selülozdan Türetilen Ürünler	67
Şekil 2.9.	Selüloz I_{α} Kristal Yapısının Şematik Gösterimi: a) a-b Yüzeyi Boyunca Birim Hücrenin Yansıması b) (100) Kafes Yapısındaki Selülozun Şematize Edilişi	69
Şekil 2.10.	Selülozun Kristal Yapı Dönüşümleri	69
Şekil 2.11.	Alkalizasyon ve Rejenerasyon Boyunca Selüloz Modifikasyonunun X-Işınları Geniş Açılı Taraması	70
Şekil 2.12.	Selüloz Türevlerinin X- ısınları Diffraksiyon Örnekleri	71
Şekil 2.13.	Selüloz-I'ın Moleküller Arası Hidrojen Bağları ve Kafes Yapısı	72
Şekil 2.14.	Selüloz -II'nin Moleküller Arası Hidrojen Bağları ve Kafes Yapısı ...	72
Şekil 2.15.	Selüloz -III'ün Moleküller Arası Hidrojen Bağları ve Kafes Yapısı	73
Şekil 2.16.	Rejenere Selüloz Lif Üretim Şeması.....	81
Şekil 2.17.	Yaş Lif Çekim Yöntemi	82
Şekil 2.18.	Viskoz Çözelti Eldesi	83
Şekil 2.19.	Viskoz Üretim Şeması.....	83
Şekil 2.20.	Kuagülasyon Banyosu.....	84
Şekil 2.21.	Rayon Üretiminde Germe-Çekme.....	84
Şekil 2.22.	Viskoz Rayon Üretim Aşamaları Şeması.....	85
Şekil 2.23.	Bakır Yöntemi İle Rejenere Selüloz Elyaf retimi	86
Şekil 2.24.	Selüloz Ksentogenat.....	90
Şekil 2.25.	Polinozik, Viskon ve Pamuk Liflerinin Enine Kesitleri.....	91
Şekil 2.26.	Polinozik, Viskon ve Pamuk Liflerinin Boyuna Kesitleri.....	91
Şekil 2.27.	Viskoz Lifini Kimyasal Formülü	98
Şekil 2.28..	Viskon eldesi blok şema.....	99
Şekil 2.29.	Viskon lifinin SEM görünüşü	101
Şekil 2.30.	Viskoz Rayonu Liflerinin Enine ve Boyuna Kesit Görüntüleri	103
Şekil 2.31.	Rayon lifinin DSC (Differential Scanning Colourimetry) eğrisi	108
Şekil 2.32.	Relatif neme bağlı olarak viskon liflerinin yapısına su alması	109
Şekil 2.33.	Viskoz Rayon İpliği	114
Şekil 3.1.	Termogravimetrik Analiz Cihazı (TGA)	

Şekil 3.2.	FT-IR Cihazı	119
Şekil 3.3.	XRD (X-Işını Kırınım Cihazı)	121
Şekil 3.4.	Optik mikroskop (Olympus CX31)	122
Şekil 3.5.	İplik numarası ölçüm çıkışı	123
Şekil 3.6.	Elektronik terazi	123
Şekil 3.6.	Etüv	124
Şekil 3.7.	Atomlar arasındaki simetrik ve asimetrik gerilme	125
Şekil 3.8.	Atomlar arasındaki eğilme titreşimleri.....	126
Şekil 3.9.	Küp kafesleri	127
Şekil 3.10.	Kristal Yönleri.....	128
Şekil 3.11.	Kristal sistemleri içindeki örgü tiplerinin birim hücreleri.....	131
Şekil 4.1.	Ham viskoz rayon liflerinin optik mikroskop görüntüleri	132
Şekil 4.2:	Ham viskoz rayon liflerinin TGA termogramı.....	133
Şekil 4.3:	Ham viskoz rayon liflerinin 4000-800 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu	134
Şekil 4.4:	Ham viskoz rayon liflerinin 4000-2000 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu	134
Şekil 4.5.	Ham viskoz rayon liflerinin 1800-800 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu	134
Şekil 4.6.	Viscose rayon liflerinin X-Ray difraksiyon grafiğinin eğri analizi ile beraber toplu gösterimi.....	135
Şekil 4.7.	% 3 fosforik asit kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısı işlemler sonucu elde edilen lif çapları.....	137
Şekil 4.8.	% 3 PA ile yapılan kimyasal işlemler sonucunda ve 150-250 °C arasında yapılan ısı işlemler sonucunda elde edilen iplik numara değerleri.....	138
Şekil 4.9.	% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısı işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları.	139

Şekil 4.10.	% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıt işlemler sonucu elde edilen karbon verimi değęerlerinin ısıt işlem sıcaklığına baęlı olarak değışimi.	139
Şekil 4.11.	% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen IR-spektrumları.....	140
Şekil 4.12.	% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyonu eğrileri	141
Şekil 4.13.	% 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çapları.....	142
Şekil 4.14.	% 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen iplik numarası değęerleri	143
Şekil 4.15.	% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıt işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları.	144
Şekil 4.16.	% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıt işlemler sonucu elde edilen karbon verimi değęerlerinin ısıt işlem sıcaklığına baęlı olarak değışimi.	145
Şekil 4.17.	% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen IR-spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına baęlı olarak değışimi	145
Şekil 4.18.	% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon grafikleri	147
Şekil 4.19.	% 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çapları.....	148
Şekil 4.20.	% 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen iplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığına baęlı olarak değışimi.....	149
Şekil 4.21.	% 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları	150

Şekil 4.22.	% 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	151
Şekil 4.23.	% 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen IR spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	152
Şekil 4.24.	% 3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon grafiklerinin ısıt işlem sıcaklıklarına bağlı olarak değişimi	153
Şekil 4.25.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra 30 dak. süre ile yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çaplarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	154
Şekil 4.26.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra 60 dak. süre ile yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çaplarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	155
Şekil 4.27.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemlerin 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen iplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	156
Şekil 4.28.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemlerin 600 dakika bekletildikten sonra elde edilen iplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	156
Şekil 4.29.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen TGA termogramların ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	158
Şekil 4.30.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen TGA termogramların ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	158
Şekil 4.31.	% 3 fosforik asit + %3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler (30 dakika) den sonra TGA termogramlarından oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	159

Şekil 4.32.	% 3 fosforik asit + %3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler (60 dakika) den sonra TGA termogramlarından oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.	159
Şekil 4.33.	% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler den sonra TGA termogramlarından 1000°C’de oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.....	160
Şekil 4.34.	%3 fosforik asit + %3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen IR spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.....	161
Şekil 4.35.	%3 fosforik asit + %3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen IR spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.....	162
Şekil 4.36.	%3 fosforik asit + %3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen X-ışını difraksiyonu grafiklerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	163
Şekil 4.37.	%3 fosforik asit + %3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen X-ışını difraksiyonu grafiklerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi	163
Şekil 4.38.	Sıcaklık değişimlerine bağlı olarak viskoz rayon üzerindeki renk değişimleri(%3 DAP 30 Dak. 150-175-200-225-250 °C)	197
Şekil 4.39.	Kimyasal ön işlem ve 250 °C ısıt işlem görmüş numunenin termal kararlılığının kontrol edilmesi için bir numune hazırlanması aşaması (%3 DAP)	197
Şekil 4.40.	Termal kararlılığı sağlanan numunenin yanmazlık testi	198

SİMGELER VE KISALTMALAR

TGA	Termo Gravimetrik Analiz
FT-IR	Fourier Transform-Infra red
XRD	X-ışınları Difraksiyonu
SEM	Taramalı Elektron Mikroskobu
PA	Fosforik Asit
BA	Borik Asit
AS	Amonyum Sülfat
DAP	Diamanyum Fosfat

GİRİŞ

Aktif karbonizasyon öncesi selüloz esaslı tekstil malzemelerinin termal kararlılığının sağlanması ve araştırılması amaçlanmaktadır. Aktif karbon lif üretiminde oksidasyon aşaması yüksek sıcaklıklara dayanım açısından çok önemlidir. Oksidasyon işlemi genel olarak oksijen bakımından zengin hava ortamında 150-250°C arası sıcaklıklarda yapılmakta 30 ila 60 dakikalık süreler de uygulanmaktadır. Genel olarak kimyasal işlemlerin oksidasyondan önce yapılması karbon verimi açısından gereklidir. Çünkü oksidasyon işlemi aşaması uygulanmadan önce kimyasal ön işlemlere tabi olmayan selülozik tekstil materyallerinden elde edilen karbon miktarı düşük olmaktadır. Kimyasal ön işlem olmadan elde edilen aktif karbon yetersiz olmaktadır. Bu çalışmanın amacı kimyasal işlemlerden sonra oksidasyon işlemiyle birlikte daha sonraki yüksek sıcaklıklarda yapılan karbonizasyon ve aktivasyon aşamasına hazır hale getirmektir. Burada kullanılan selüloz esaslı tekstil maddesi farklı kimyasallarla nihai ürünün aktif karbon kalitesini artırmaktır. Bu çalışmada oksidasyon sıcaklıkları 150-175-200-225-250 °C lerde yapılarak sıcaklığın nihai ürünün üzerindeki etkileri gözlemlenirken farklı sürelerde bekletilerek farklı bekletme sürelerinin etkisi gözlemlenecektir. Kimyasal ön işlemlerde kullanılacak kimyasallar farklı ancak çözelti içerisindeki yüzdelik oranları aynı tutulacaktır böylece çözelti yoğunluğunun etkisi ortadan kaldırılacak ve kimyasallar arasındaki etki farkları gözlemlenecektir. Elde edilen nihai ürün farklı testlere tabi tutularak yapılan işlemlerin sonuçları deneysel olarak gözlemlenip bir araya getirilerek kıyaslanacak ve en iyi nihai ürüne sahip olabileceğimiz şartların optimum özellikleri belirlenmeye çalışılacaktır. Böylece nihai aktif karbon lifi yapım aşamasında başlangıç aşamasında kullanılacak yöntemler belirlenmiş olacaktır.

1. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

1.1. AKTİF KARBONUN ÖNEMİ

İlk kullanımı M.Ö. 16. yy.' a kadar uzanan aktif karbondan ileri arıtmada yararlanılmaktadır. Aktif karbon sulara bulunan organik kökenli maddelerin pek çoğunu büyük verimle giderebilmektedir. Bu nedenle diğer arıtma sistemlerine üstünlük sağlamaktadır. Özellikle günümüzde kullanımı yaygınlaşan pestisitler, herbisitler gibi zehirli maddelerin nehir, deniz ve göllerde karışarak yarattığı kirliliğin önlenmesi için aktif karbon gelecekte daha da önem kazanacak bir malzemedir. Aktif karbon sadece organik maddelerin uzaklaştırılmasında değil, birçok inorganik maddenin uzaklaştırılmasında da kullanılmaktadır. Aktif karbon 37° C' de pratik olarak herhangi bir organik solventi adsorplamakta ve 120° C veya daha yüksek sıcaklıklara ısıtıldığı zaman adsorbladığı maddeyi bırakmaktadır.

Aktif karbon; koku; tat, renk giderimi yanı sıra çözünmemiş organik ve organik olmayan kirliliklerinde giderilmesinde, atık suların arıtımında, bitkisel ve hayvansal yağların arıtılmasında, organik olmayan asit, tuz, ve bazlarda, elektroliz havuzlarında, maddelerin ayrıştırılmasında uygulanan arıtım proseslerinin vazgeçilmez bir elemanıdır. Aktif karbon mineralinin üretiminde kullanılan en yaygın hammadde; hindistancevizi kabuğu, kömür, odun ve petrol atıklarıdır. Aktifleştirme işleminde kullanılan hammaddelerin çoğu, işlenmemiş halde 10-15 m² /g iç yüzey alanına sahiptirler. Hammadde yüksek sıcaklıkta buharla aktif hale getirilerek, absorpsiyon iç yüzey alanı artırır [1].

1.2. AKTİF KARBONUN TANIMI

Aktif karbon yüksek karbon içeriğine sahip maddelere uygulanan aktivasyon süreci ile iç yüzey alanı ve gözenek hacmi oldukça geliştirilmiş soğurgan malzeme olarak tanımlanabilmektedir. Bu yapıyı ifade eden herhangi bir kimyasal formül bulunmamaktadır. Aktif karbonun genişletilmiş yüzey alanı, mikro gözenekli yapısı, yüksek adsorpsiyon kapasitesi ve yüzey reaktivitesi soğurgan olarak kullanılmasını sağlar [2].

Aktif karbon genellikle hiçbir yapısal formül ya da kimyasal analiz yolu ile karakterize edilemeyen, çok gözenekli karbonlu malzemelere verilen terminolojik bir addır. Aktif karbonların gözeneklerinin hacmi ve yüzey alanı, genellikle, sırasıyla 0.2 ml / g ve 400 m² /g'dan daha fazladır. Gözeneklerin boyutu 3 Å ile birkaç bin Å arasında değişmektedir. Aktif karbona yüksek adsorplama özelliğini veren küçük boyutlu mikro gözeneklerdir. Mikro gözeneklerin oluşumu aktivasyon işlemine bağlıdır [3].

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

Aktif karbon, bulunan ilk adsorbent olarak dikkati çekmesine ve hala endüstride geniş bir kullanım alanına sahip olmasına rağmen hazırlanması için uygun yöntemin geliştirilmesi ve gözenek yapısının anlaşılması yolundaki gelişmeler halen devam etmektedir [2].

Aktif karbonu diğer adsorbentlerden ayıran özellikler arasında;

- Ayırma ve saflaştırma gibi endüstriyel prosesler öncesinde nem giderme işlemine gereksinim duymaması,
- Geniş ve girilebilir iç yüzey alanı sayesinde polar olmayan veya çok az polar olan molekülleri adsorplama özelliğine sahip olması,
- Adsorpsiyon temelini Van der Waals bağlarına dayanması ve bunun sonucu olarak da rejenerasyon için gerekli olan enerji ihtiyacının diğer adsorbentlere oranla düşük olması yer almaktadır [4].

Aktif karbon endüstride çok yaygın olarak kullanılan adsorbentlerden birisidir. Onun kullanımı renk giderimi, hava kirliliğini arıtma, çözelti geri kazanım, metal madeni uygulamaları ve atık arıtım gibi pek çok alanda düşünülebilir. Birçok su otoritesi aktif karbonu kimyasal arıtım prosesinin bir parçası olarak kullanır. Toz aktif karbon ve granül aktif karbon tat, koku ve rengi düzenlemek için kullanılır. Aktif karbon; turba, linyit, kömür, mangal kömürü ve fındık, ceviz gibi maddelerin kabuklarından çeşitli işlemler sonucu hazırlanır [5].

1.3. AKTİF KARBONUN TARİHÇESİ

Eski çağlarda karbon sadece yakıt olarak değil farklı amaçlar için de kullanılmıştır. Mısır papirüslerinde karbonun tıbbi amaçlarla kullanıldığına rastlanmıştır (MÖ 1500). Hipokrates zamanında, odun “char”ları çeşitli hastalıklar için kullanılmıştır. Eski Hintliler içme sularını kok kömüründen geçirip filtre etmişlerdir [6].

Japonya’da MS 13. yüzyılda Kashiwara Jingu, Nara’da inşa edilmiş eski bir türbenin içerisinde kok kömürü filtresi kullanılan bir kuyu bulunmuştur [7].

1773’te, Scheele tarafından aktif karbonunu gaz adsorpsiyon özelliği keşfedilmiştir. 1785’te Lowitz, odun kömürünün birçok sıvıların rengini giderme özelliği olduğunu gözlemlemiştir. 1808’de, şeker pancarı ve şeker kamışı endüstrilerinde hammaddesi kemik olan aktif karbon kullanılarak ağartma işlemi gerçekleştirilmiştir [2].

Aktif karbon, endüstriyel anlamda ilk defa 1811 yılında İngiltere’de, çok az miktarda karbon içeren kemik külü ile şeker çözeltisinin ağartılması işleminde kullanılmıştır. Kemik külünün yapısı kalsiyum fosfat ve çok az miktarda karbondan oluşmaktadır. Bu nedenle gerçek anlamda karbon değildir. Bitkisel maddelerden renk giderici olarak kullanılan odun kömürü eldesi 1856–1863 yılları arasında İngiliz patenti olarak yayınlanmıştır [5].

19. yüzyılda, farklı hammaddelerden, ağartma özelliğine sahip aktif karbonların üretimi konusunda çalışmalar yapılmıştır. 1822’de, Bussy, kemik karbonlarının kandaki

potasyum bileşikleri (potasyum hidrat, potasyum karbonat vb.) ile birlikte ısıtılması durumunda ağartma gücünün 30 kat arttığını tespit etmiştir. Laboratuvarında hazırlanan kan kömürleri modern anlamdaki aktif karbonunun ilk örnekleridir [8].

Avrupa’da odun kömürü ve daha sonra kok kömürü, şeker pancarını rafine etmek için kullanılmıştır. Bu işlem Napolyon zamanında kıtaya karşı ambargo nedeni ile Fransa’da başlatılmıştır [7].

Klorür çözeltisinden altının adsorplanmasında aktif karbon kullanımı ilk olarak 1847 yılında gerçekleşmiştir. Davis bu fıkirden yola çıkarak 1880 yılında klorürlü çözeltiden altının alınması işleminde odun kok kömürünü kullanmıştır. Bu yöntem, Avustralya’da yaygın olarak kullanılmaktadır [6].

1865’te Hunter, Hindistan cevizi kömürlerinin gaz adsorpsiyon kapasitesinin oldukça yüksek olduğunu saptamıştır. Hindistan cevizi kömürlerinin o zamana kadar geliştirilen kömürlere göre daha iyi özelliklere sahip olduğu belirlenmiştir. Stenhouse 1856’da, un, katran ve magnezyum karbonat karışımını ısıtarak ağartıcı char; Lee 1863’te, turbayı, hava ve buhar ile ısıtarak, koku giderici özelliğe sahip aktif karbon hazırlamışlardır. Fakat bu ürünlerin ticari boyutta üretimleri olmamıştır [8].

1894 yılında Johnson, siyanür çözeltisinden altın eldesinde odun kok kömürünün kullanılması patentini almıştır [6].

1900 ve 1901’de Ostrejko, modern ticari aktif karbonun patentini almıştır. Bu süreçte, bitkisel kaynaklı maddeler metal klorürle karıştırılıp uygun sıcaklıkta karbonize edilmiştir. Yapılan bir diğer çalışmada, bitkisel odun CO₂ gaz atmosferinde yüksek sıcaklıklara kadar ısıtılarak aktive edilmiştir [8].

İlk ticari toz aktif karbon, Eponit, 1909’da Ostrejko’un patenti kullanılarak odun ile hazırlanmıştır. Norit, 1911 yılında şeker endüstrisinde kullanılan aktif karbonu Hollanda’da üretmiştir. Amerika’da ilk aktif karbon üretimi soda kağıt hamuru (pulp) üretiminde açığa çıkan atık ürün olan siyah külün değerlendirilmesi amacıyla yapılan çalışmalarla gerçekleştirilmiştir. Siyah kül fabrikalarda pigment olarak

kullanılmaktaydı. Fabrikadaki bir çalışan tesadüfen siyah külün ağartma özelliğini fark etmiştir. Günümüzde bu ürün “Filtchar” olarak bilinmektedir. Bu ürünün özelliklerinin her parti üretimi esnasında değişiklik göstermesi, istikrarlı bir ürün kalitesi göstermemesi nedeniyle bu ürünün pazarlanmasında güçlüklerle karşılaşmıştır. Geliştirilen Sudan III metodu ile filtchar’ın özellikleri eskiye göre daha iyi karakterize edilmeye ve tüketim için daha üniform özellikler gösteren aktif karbonlar üretilmeye başlanmıştır [8].

1915’te I. Dünya Savaşı sırasında Almanlar klor gazını silah olarak kullanmışlardır. Bu gaz insanların nefes almalarını engelleyip, boğulmalarına sebep olmaktadır. Rüzgarla dağılan bu gaza karşı her iki taraf da korunma yolunu bilmiyordu. Bu durum, zaman zaman Alman askerlerinin de ölmesine neden olmaktadır. Almanların bu gaza karşı korunmak için aktif karbon içeren gaz maskeleri kullanmaya başlaması, aktif karbonunu ilk olarak savunma amaçlı kullanımını gündeme getirmiştir. Aktif karbonun en önemli uygulama alanı sudan tat, koku, renk verici ve istenmeyen organik kirliliklerin uzaklaştırılması işlemidir. Birçok ecza ve kimya ürünlerinin saflaştırılmasında gaz faz uygulaması olarak karşımıza çıkmaktadır. Son yıllarda aktif karbonunu hidrometalurji alanında altın, gümüş ve molibdenin geri kazanımındaki uygulamaları giderek artmaktadır. Günümüzde aktif karbonlar doğrudan veya dolaylı yollarla da olsa gündelik hayatımızın vazgeçilmez bir parçası haline gelmiştir [8].

1.4. Aktif Karbonun Özellikleri

Aktif karbonun ana bileşeni karbondur ve % 85–95 arasında bulunur. Ek olarak aktif karbonlar; hidrojen, azot, sülfür ve oksijen gibi diğer elementleri içerir. Bu heteroatomlar kaynak hammaddeden türer veya aktivasyon prosesi ve diğer hazırlama işlemleri boyunca karbonla birlikte oluşur. Tipik bir aktif karbonun elemental bileşiminde; % 88 C, % 0,5 H, % 0,5 N, % 1 S ve % 6–7 O bulunur. Aktif karbonun oksijen içeriği kaynak madde ve hazırlanışa göre % 1–20 arasında değişebilir. En yaygın olarak kullanılan aktif karbonlar 800–1500 m²/g yüzey alana 0,2–0,6 cm³/g gözenek hacmine sahiptir [5].

Özel uygulamalar için toz, granül, pellet veya lif formunda aktif karbonlar üretilmektedir. Toz haldeki aktif karbon granüllerin öğütülmesi elde edilmektedir.

Granül aktif karbon, granül haldeki başlangıç maddelerinden üretilebildiği gibi, toz haldeki aktif karbonların bir bağlayıcı vasıtası ile granül hale getirilmesinden de elde edilebilir. Pellet haldeki aktif karbon üretiminde ise, başlangıç maddesi uygun bir bağlayıcı ile pellet haline getirilir ve aktive edilir. Lif formundaki aktif karbonlara örnek olarak da aktif karbon fiberler, poliakrilik ve fenolik reçineler gibi sentetik fiberlerin inert gaz atmosferi altında ve yüksek sıcaklıkta karbonize edilip aktive edilmesiyle üretilmektedir [9].

Aktif karbonun önemli özelliklerinden biri elektriği geçirmesi ve taşımasıdır. Aktif karbonların büyük bir kısmı desite edilmiş suda serbest bırakıldığı zaman pozitif kutuba giderler. Bu negatif yüklenme karbonun hazırlandığı metoda büyük ölçüde bağlı olarak değişebilir. Aktivasyon sıcaklığı ve karbonun mineral bileşiklerinin elektriksel yüklenmeyi etkilediği tespit edilmiştir [1].

1.4.1 Aktif Karbonun Genel Özellikleri

Aktif karbon, büyük kristal formu ve oldukça geniş iç gözenek yapısı ile karbonlu adsorbanlar ailesini tanımlamada kullanılan genel bir terimdir. Aktif karbonlar, insan sağlığına zararsız, kullanışlı ürünlerdir. Aktif karbonun hem endüstride hem de güncel hayatta pek çok uygulamada yer almasını sağlayan fiziksel ve kimyasal özellikler bulunmaktadır [10].

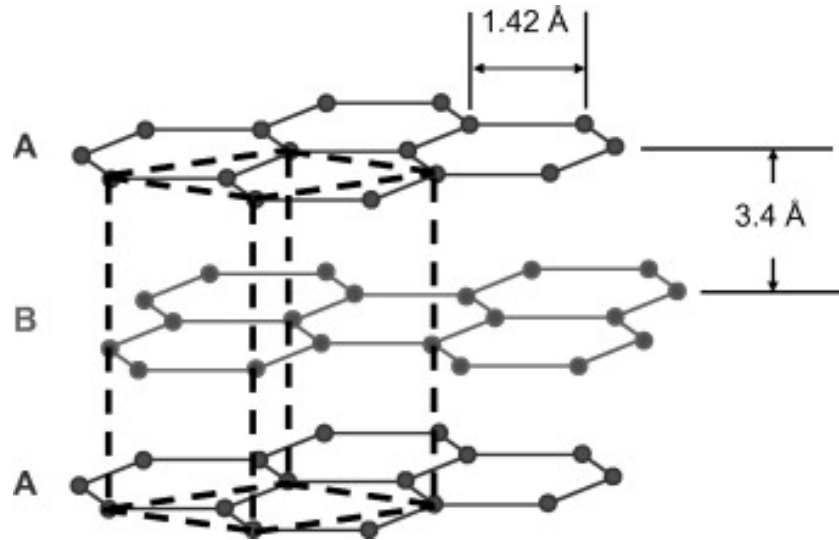
Çeşitli hammaddelerin başlangıç maddesi olarak kullanılması ile üretilen aktif karbonların çok büyük bir kısmı, üretim süreçlerinin bir sonucu ve hammadde türlerinin özelliklerine bağlı olarak gözenekler içerirler. Üretim sonrası uygulanan çeşitli kimyasal ve ısı işlemler, başlangıçtaki gözenek yapısını geliştirebilir ve yeni mikro gözeneklerin oluşmasını sağlayabilir. Yüksek adsorpsiyon kapasitesi için, geniş bir spesifik yüzey alanı ve küçük boyutlu gözenek artışının sağlanması gereklidir [9].

1.4.1.1. Molekül ve Kristal Yapısı

Aktif karbonunu molekül ve kristal yapısını anlamak için bu maddenin yüzey kimyasını anlamak gerekmektedir. Aktif karbonla, karbon siyahı arasındaki fark karbon siyahının

daha küçük iç yüzey alanına sahip olmasıdır. Aktif karbon yapısı hakkındaki birçok veri karbon siyahından elde edilmektedir. Karbon siyahı ve aktif karbonun temel birim yapısı saf grafitin yapısına benzemektedir. Karbon siyahı, boyama amacıyla kullanılan bir çeşit renk pigmentidir.

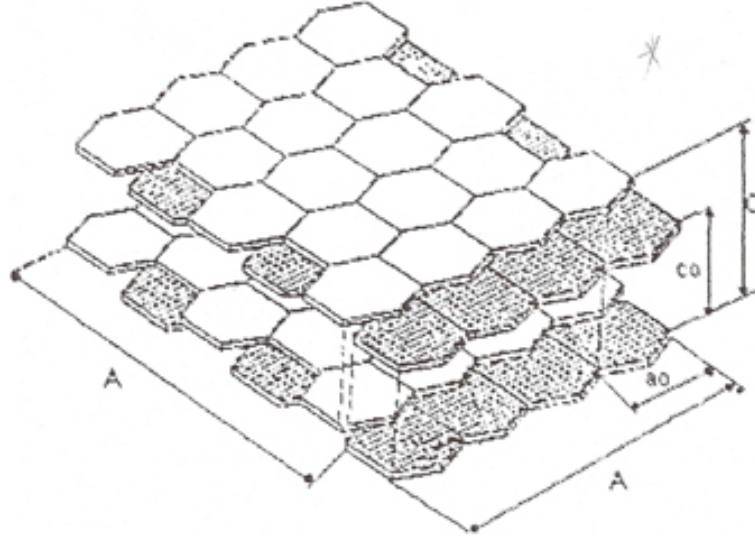
Aktif karbondaki grafitik bölüm çoğunlukla 6–7 tabakadan oluşmaktadır ve Şekil 1.1’de görüldüğü gibi her bir bölümün ortalama çapı yaklaşık olarak 10 nm’dir. Tabakalar yoğun ve düzenli hegzagonal halkalardan oluşmaktadır ve iki bitişik tabaka 0,335 nm aralık ile ayrılmaktadır. Tabaka üzerindeki iki komsu karbon atomunun mesafesi 0,142 nm’dir. Bu, grafit için baskın yapıdır. Grafit bölümün boyutu inert atmosfer ve yüksek sıcaklıkta ($>1000^{\circ}\text{C}$) grafitizasyon işlemi ile arttırılabilir [5].



Şekil 1.1. Grafit kristallerin yapısı [11]

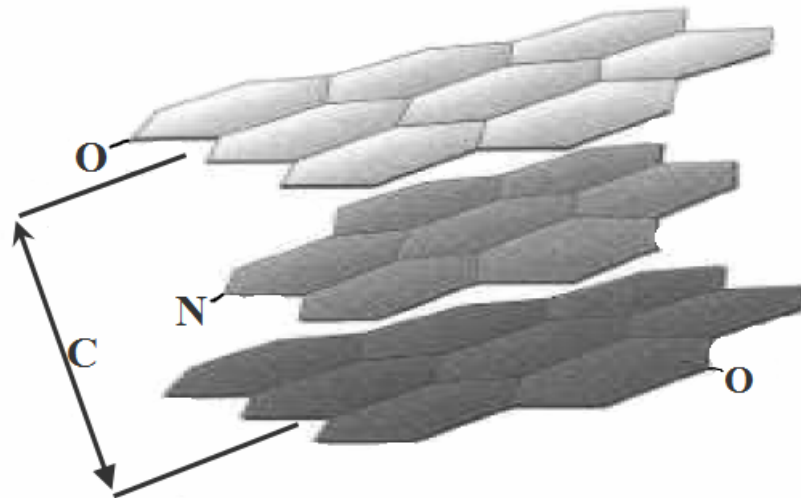
Karbon-karbon bağları arasındaki uzaklık 1.415 Å 'dır. Karbonun üç elektronu komşu atomlarla düzenli kovalent bağlar yapmakta, geriye kalan bir elektron bağ ise yapılar arasında salınmaktadır. Bu durum karbon atomları arasında çifte bağ oluşumunu sağlamaktadır. Bu, grafit için baskın yapıdır. Aktif karbonun yapısı grafitten biraz farklıdır. Karbonizasyon işlemi süresince, bir çok aromatik çekirdek (grafitteki benzer Şekil 1.2.) oluşmaktadır. X-ışını ile yapılan incelemeler, bu yapıların altıgen olarak, bağlanmış karbon atomlarını içeren mikrokristalin yapısında olduğunu, göstermektedir. Düzlemlerin yarıçapı 150 Å 'dır. Mikrokristaller arasındaki uzaklık $20\text{-}50 \text{ Å}$ 'dır.

Heterosiklik gruplar, adsorpsiyon, desorpsiyon özelliklerini ve komşu düzlemin uzaklığını etkilemektedir [10]



Şekil 1.2. Grafit ve aktif karbonun yapısı [10]

Hazırlama metodundan ve safsızlıkların olmasından dolayı mikrokristal yapıda bazı boşluklar oluşmaktadır. Hazırlama işlemi veya hammaddenin doğasından dolayı, düzlemin kenarındaki halka yapılar heterosiklidir. Heterosiklik gruplar, adsorpsiyon, desorpsiyon özelliklerini ve komşu düzlemin uzaklığını etkilemektedir.

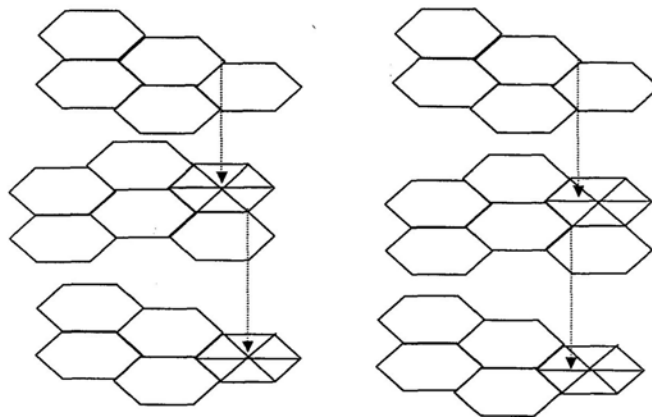


Şekil 1.3. Aktif karbon tabakasının genel görünümü [5]

Aktif karbonun yapısı, grafitte göre düzensizdir (Şekil 1.3.). Aktivasyon işlemi süresince kristallerin yüzeylerindeki karbon bağlarının düzenli dizilisi bozulmaktadır. Yapının gelişimi karbonizasyon ve aktivasyon sıcaklıklarının bir fonksiyonudur. Hegzagonal karbon halkları, bazı molekül kırılmasına uğramış, rastgele sıralanmış, biri diğeriyle doğrudan ilişkili grafit kristallerden oluşmaktadır. Bütün yapı bundan dolayı çok düzensizdir ve çoğunlukla ‘turbo ince tabakalı’ olarak belirtilebilmektedir. Aktif karbonlardaki yüksek mertebeden yapısal bozukluklar nedeniyle, düzlemsel katmanların köselerindeki karbon atomları için birçok tepkime olasılığı vardır. Sonuç olarak, genellikle kırık grafitik halka sistemlerinin kenarlarında mevzilenmiş oksijen içeren organik fonksiyonel gruplar karbonun yüzeyinde bulunmaktadır [5].

1.4.2. Fiziksel Özellikleri

X ışınları analizine göre, aktif karbonun temel yapısı hakkında iki görüş vardır. Bu görüşlerden bir tanesi, yapının basit kristaller halinde kabul edildiği oluşumdur. Grafitten farklı olarak, paralel tabakalar dikey bir eksen üzerinde mükemmel bir şekilde dizilmemiş olup, tabakaların birbirleri üzerindeki açılal konumları rastgele ve düzensizdir. **Şekil 1.4**’de gösterilen bu yapı, turbostatik yapı olarak adlandırılır. Burada basit kristallerin dizilimi tamamen rastgele olup, karbonizasyon sıcaklığına bağlıdır. Aktif karbon yapısı ile ilgili diğel görüşe göre, yapı, karbon altıgenlerinin çapraz bağlı uzay kafesi (cross- linked space lattice) şeklindedir. Bu yapı hetero atomlarla kararlı hale getirilir [9].



Şekil 1.4. Aktif karbonun grafitik tabakalarının düzeni [9]

1.4. 2.1 Yüzey alanı

Aktif karbonun en önemli fiziksel özelliği, yüzey alanı olup, aktif karbon karakterizasyonunda önemli bir parametredir. Aktif karbon yüzey alanı, BET (Branauer- Emmet- Teller) yöntemi ile belirlenir. BET, gazların katı malzemelerin yüzeylerine fiziksel adsorpsiyon karakteristiğini kullanarak yüzey alanı hakkında bilgi veren bir yöntem olup, gazın, katı yüzeyinde oluşturduğu fiziksel olarak adsorbe olmuş mono tabaka prensibini esas alır. Malzemenin BET yöntemi ile analizi sonucu gözenek hacmi, gözenekliliği ve aktif yüzey alanı hakkında detaylı bilgi elde edilebilir [9].

Aktif karbonun iç yüzeyi (aktifleştirilmiş yüzey) çoğunlukla BET yüzeyi olarak (m^2/g) ifade edilir. Yüzey alanı azot (N_2) gazı kullanılarak ölçülür. Su arıtımında kullanılan aktif karbon taneciklerinin iç yüzey alanının yaklaşık $1000 \text{ m}^2/\text{g}$ olması istenmektedir. Kirlilik oluşturan maddeler, aktif karbonun yüzeyinde tutulacağından, yüzey alanının büyüklüğü kirliliklerin giderilmesinde oldukça etkili bir faktördür. Prensip olarak, yüzey alanı ne kadar büyükse, adsorpsiyon merkezlerinin sayısının da o kadar büyük olduğu düşünülür. İdeal yapıdaki bir aktif karbonda gözenekler $0,2\text{--}1,0 \text{ cm}^3/\text{g}$ civarındadır. Yüzey alanı ise $400\text{--}1000 \text{ m}^2/\text{g}$ aralığında olmakla birlikte özel amaçlı üretimlerde bu değer asılabilmektedir. Gözenek boyutları ise $0,3 \text{ nm}$ ile binlerce nanometre aralığında değişiklik göstermektedir [12].

1.4.2.2. Gözeneklilik (Porozite)

Aktif karbonun bir diğer önemli özelliği de gözenek yapısıdır. Aktivasyon süreci süresince, aktif karbonda gözeneklilik oluşumu aşağıdaki adımlardan oluşmaktadır.

- Karbonizasyon sıcaklığının artması ile öncelikle H_2O , CO_2 , CH_4 ve CH_3OH gibi küçük moleküller uzaklaşır.
- Yapıdan uzaklaşan küçük moleküllerin yerine mikro gözenekler oluşur.
- Gaz halde uzaklaşan maddeler, katı içerisinde artan basınçları nedeni ile mikro kanallar açarlar. Bu sırada çapraz bağlı selülozik ana yapı bozulmaz.
- Karbonizasyon sıcaklığı arttırıldığında, tek karbon atomlarının hareketi ile hekzagonal düzendeki karbon atomlarının oluşturduğu ilk karbon yapısı ortaya çıkar.

- Sıcaklık artışı etkisi ile karbon olmayan atomların yapıdan uzaklaştırılması ile selüloz yapısı grafitik yapıya dönüşür. Bu süreç mükemmel olmaktan uzak olup, oluşan karbon yapısı ilk şekillenmede pek çok hata içermektedir. Oluşan karbon yapısı tabakasal değildir.
- Selülozik yapının parçalanmasında ve karbon yapısı olarak yeniden düzenlenmesinde, her ana polimer farklı bir tepkime izlediği için, aktif karbon yapısı da hala tam olarak modellenmemiştir.

Aktif karbondaki gözenek boyut dağılımındaki farklılıklar, farklı şekil ve boyutlardaki molekülleri adsorplama kapasitesini etkiler. Adsorplama kapasitesi, özel uygulamalar için önemli bir ölçüttür [9].

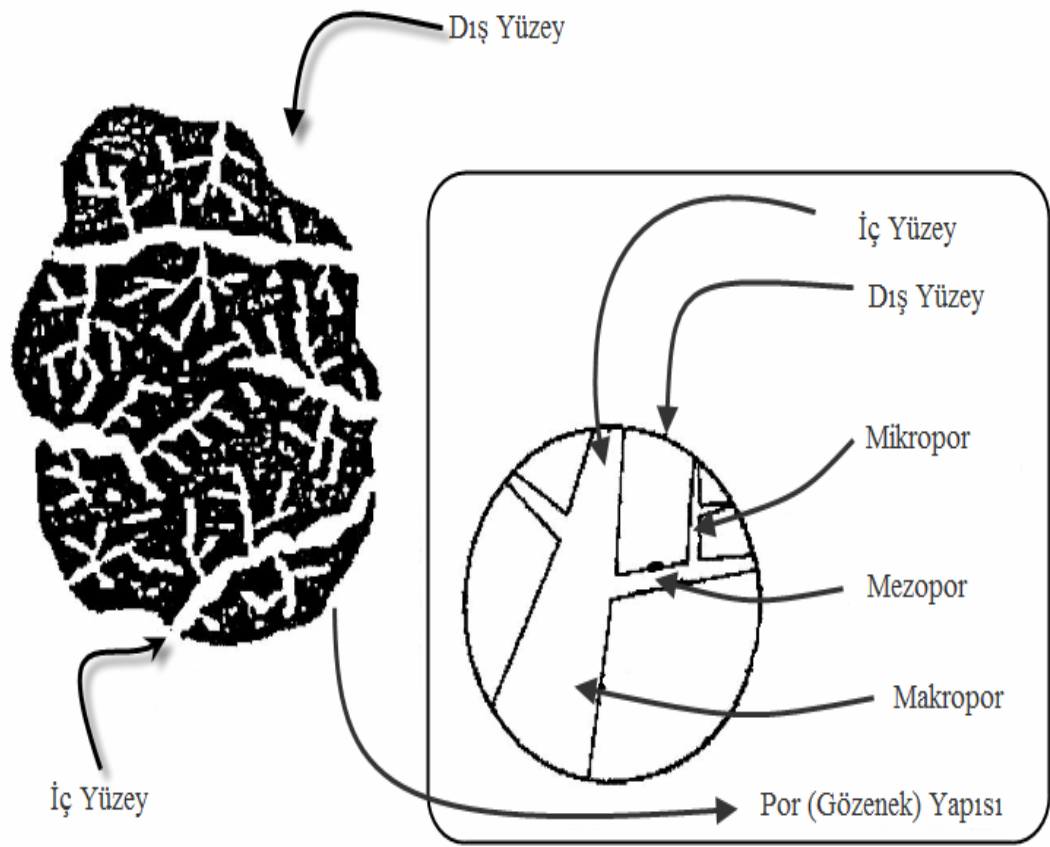
1.4.2.2.1. Aktif karbondaki gözeneklerin şekilleri ve boyutları

Herhangi bir aktif karbon partikülünde değişik ölçülerde gözenekler bulunur. IUPAC’a göre gözenekler şöyle sınıflandırılır:

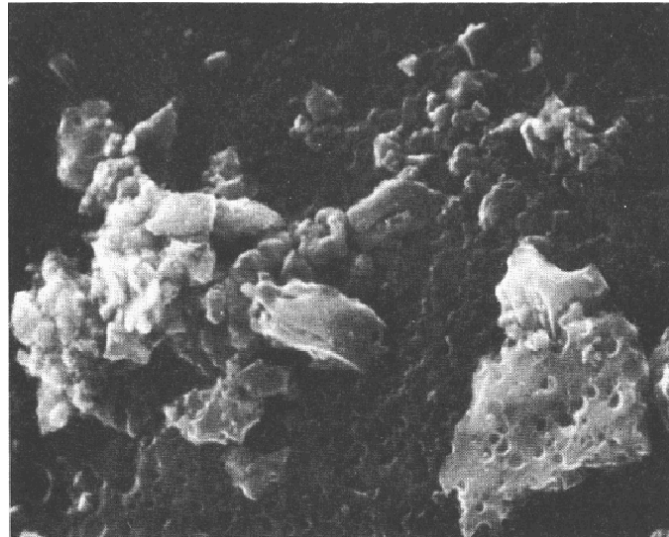
- Mikro gözenekler (yarıçapı 1 nm’den küçük olanlar),
- Mezo gözenekler (yarıçapı 1-25 nm olanlar),
- Makro gözenekler (yarıçapı 25 nm’ den büyük olanlar).

Karbona adsorplama kapasitesi kazandıran yapılar mikro ve mezo gözeneklerdir. Mikro ve mezo gözenekler aktivasyon prosesi boyunca oluşur. Aktivasyon basit olarak kimyasal reaksiyonlar yardımıyla gözeneksiz ham maddede gözenekler geliştirmektir [12]. Şekil 1.5.’de aktif karbondaki mevcut gözenekler gösterilmiştir [9]

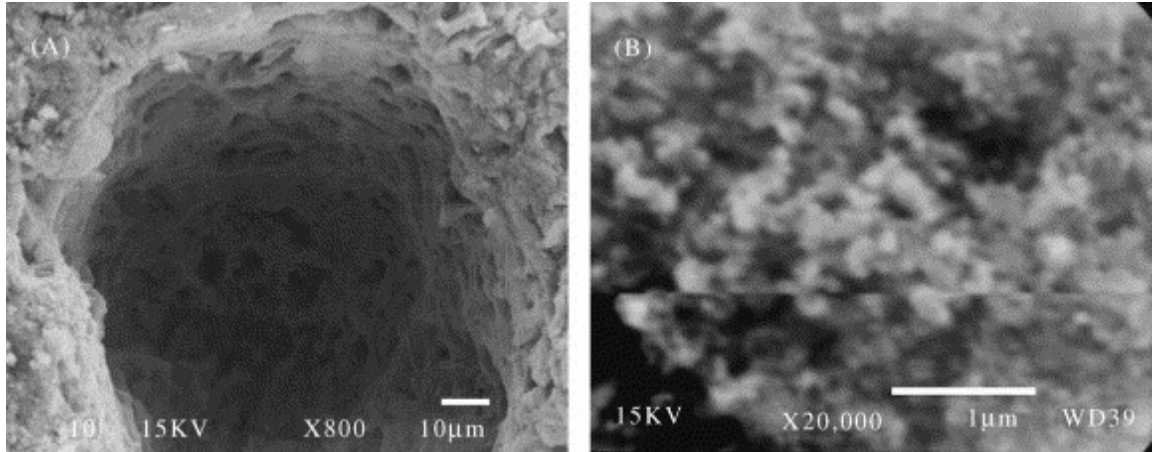
İki çeşit aktivasyon prosesi vardır. Bunlar tarihsel kullanım sırasıyla “buhar aktivasyonu” ve “kimyasal aktivasyon”dur. Bu iki işlem başlıca farklı gözenek yapıları verir. Granüler aktif karbonlar (GAC) ayrıca makro gözeneklere de sahiptir. Bu gözenekler gerçek adsorpsiyonun olduğu mezo ve mikro gözeneklere (partikülün içine) hızlı girişi sağlar. Toz aktif karbonlarda (PAC) küçük partikül boyutlarının bulunmasından ve makro gözeneklerin genelde bulunmamasından dolayı PAC’a giriş sorun yaratmaz [12].



Şekil 1.5. Aktif karbonda bulunan gözenekler [9]

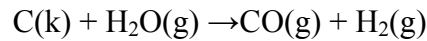


Şekil 1.6. Aktif karbonun yüksek oranda gelişmiş gözenekliliğini gösteren “Makro gözenek” aralığındaki elektron mikroskopisi ile alınan fotoğrafı. Gösterilen alan $15.8 \mu \times 12.5 \mu$ [13].



Şekil 1.7. Karbonun gözenekli yapısının SEM görüntüleri.(A)Mezopor Küresel (çapları 100-300 nm) ve (B) nanopores (70 nm den daha küçük çaplı) görülmektedir [14].

Buharla aktifleştirilmiş karbonlardaki mikro ve mezo gözenek yapısını anlayabilmek için aktivasyon işleminin hemen öncesindeki maddenin yapısını incelemek daha faydalı olacaktır. Buhar aktivasyonunu yürüten basamak ham maddenin (çürümüş bitki, linyit, kömür) karbonlaşmasıdır. Buhar aktivasyonunda kullanılan karbonlaşmış ham maddelerin hepsi “bazal yüzeyler” olarak adlandırılan çok küçük grafit benzeri yüzeylerden oluşur. Bazal yüzeyler, uçlarında diğer atomları içeren bazı yüzey fonksiyonel gruplarıyla birlikte daha çok aromatik karbon atomlarından oluşur. Bazal yüzeyler, düz ya da bükülmüş, 0.35 nm kalınlığında ve birkaç nanometre genişlik ve uzunluğundadır. Karbonlaşmış maddede, birçok bazal yüzey en sık istifleme şeklinde olabilir. Aynı yöndeki çok sayıdaki bitişik yüzey, grafit benzeri bir yığın oluşturacaktır. Diğer yerlerde yüzeylerin yönü tamamen rastgele olacaktır. Buhar aktivasyonu prosesinde, karbonlaşmış madde yaklaşık 1000 °C sıcaklıktaki buhar ile reaksiyona sokulur. Bu koşullarda, karbon atomlarının bir kısmı gazlaşma ile gider:



Birçok etkenden dolayı, karbonlaşmış maddedeki farklı bazal yüzeylerin bu gazlaşma reaksiyonu boyunca değişik aktiviteler gösterir. Sonuç olarak, bazı yüzeyler giderilirken diğerleri kalır. Böylece çok gözenekli bir yapı oluşmuş olur. Üretim metodunun sonucu olarak, mikro gözenekler genelde yarık şeklindedir. Mikro gözenek duvarları, bazal

yüzeylere bitişik geniş düz kenarlardır. Aktivasyon adım adım mikro gözenekleri mezo gözeneklere genişletir [12].

1.4.2.2. Kimyasal Yolla Aktive Edilmiş Karbonlarda Mikro Ve Mezo Gözenekler

Kimyasal aktivasyon prosesi, karbonlaşmanın ve aktivasyonun aynı zamanda ve düşük sıcaklıklarda gerçekleşmesinden dolayı buhar aktivasyon prosesinden farklıdır. Kimyasal yolla aktifleştirilmiş karbonlar, aktivasyon kimyasalının (genellikle fosforik asit) yeni karbonlaşmış madde (örneğin talaş) ile karıştırılmasıyla üretilir. Karbonlaşma sıcaklığı yaklaşık 500 °C'dir. Aktivasyon kimyasalı, tahtayı kabartır ve selüloz yapısını açar. Karbonlaşmada kimyasal madde kömüre destek olur ve yapının küçülmesine izin vermez. Sonuç, aktifleştirici madde ile doldurulmuş gözenekli bir yapıdır. Kalıntılar karbonun yıkanmasıyla giderilir. Oldukça düşük proses sıcaklığının bir sonucu olarak, kimyasal yolla aktifleştirilmiş karbonda grafitik bazal yüzeyler bulunmaz. Onun yerine her partikül, kısmen aromatik, kısmen alifatik organik molekül ya da neredeyse sonsuz sayıda farklı monomerlerden oluşan çapraz bağlı polimerler olarak bulunabilir. Böylece mikro gözeneklerdeki duvarlar bile düzgün değil pürüzlüdür ve çok miktarda farklı cinsten atomlar (en çok da oksijen) içerir. Sonuç olarak, kimyasal yolla aktifleştirilmiş karbonlar, buharla aktifleştirilmiş karbonlardan daha az hidrofobiktir [12].

1.4.1.2.2.3. Gözeneklerin Pratik Uygulamalardaki Etkileri

Sıvı Fazdaki Uygulamalar; Sıvı faz uygulamalarının çoğu yüksek moleküler ağırlıktaki maddelerin (örneğin; renkli yapılar ya da hümitik maddeler) adsorpsiyonunu içerir. Mikro gözenek sisteminin büyük bir kısmı, boyutlarından dolayı bu türlerin çoğunu kabul etmez. Bunun için, fazla miktarda mezo gözenekli karbonlar gerekir ve yüksek miktarda toplam yüzey alanına sahip (mikro gözenekli) karbonlar kullanılmaz

İdeal olarak, karbon, adsorplanacak molekülün boyutundan biraz daha büyük boyutta olan çok fazla sayıda gözeneklere sahip olmalıdır [12].

Ağır Metal Bileşiklerini İçeren Uygulamalar; Birçok metal bileşiklerinin adsorpsiyonu bileşik ile karbon arasında kimyasal bir bağ oluşumunu içerir. Dolayısıyla burada karbon kimyası çok önemlidir. Çözeltideki altın siyanürünün adsorpsiyonu bu tür

uygulamalara iyi bir örnektir. Buharla aktive edilmiş karbonlar, özellikle altın siyanürü üzerinde yüksek çekim gücüne sahiptir. Kimyasal yolla aktive edilmiş karbonlar her durumda daha gözenekli olabilmelerine rağmen buharla aktive edilmiş karbonların uyguladığı kadar altın siyanürüne çekim uygulamazlar. Değişik tipteki buharla aktive edilmiş birçok karbon arasında küçük fakat anlamlı farklılıklar bulunur. Bu farklar, kimyasal yapıdaki farklılıklardan ve üretim metotlarındaki farklılıklardan dolayı gerçekleşir [12].

1.4.2.2.4. Farklı Aktif Karbon Tiplerindeki Mikro Ve Mezo Gözenekler

Toz Aktif Karbonlar; Buharla aktive edilmiş çürümüş bitki, linyit ve hindistan cevizi kabuğu bazlı karbonların gözenek boyutlarının dağılımı incelendiğinde; çürümüş bitki bazlı karbonların, hem mikro hem de mezo gözeneklerin varlığından dolayı çok amaçlı kullanıma olanak tanıyan bir karaktere sahip oldukları görülmüştür. Linyit bazlı karbonların gözeneklerinin, yalnız 1-4 nm aralığındaki çaplardaki gözeneklerden değil, ayrıca mükemmel bir kullanım kolaylığı sağlayan daha geniş mezo gözeneklerden oluştuğu ve linyit bazlı karbonların oldukça mezo gözenekli olduğu görülmüştür. Hindistan cevizi kabuğu bazlı karbonların tamamen mikro gözenekli yapıya sahip olduğu ve sadece düşük moleküler ağırlıktaki maddelerin giderilmesine uygun olduğu görülmüştür. Çünkü daha yüksek moleküler ağırlıktaki maddelerin varlığı çoğunlukla mikro gözeneklerin girişlerini kolaylıkla tıkayarak performansı engellerler. Kimyasal yolla aktive edilmiş karbonlara bakıldığında ise bu tip karbonların mikro ve mezo gözenek aralıklarında son derece gözenekli bir yapıya sahip oldukları görülür. Bununla birlikte, buharla aktive edilmiş karbonlarla karşılaştırıldıklarında, kimyasal yolla aktive edilmiş karbonlar daha az hidrofobik ve daha fazla negatif yüklü gözenek yüzeyi sağlarlar.

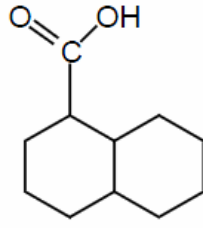
Basınçla Sıkıştırılmış ve Kırık Tip Granüler Karbonlar; Çürümüş bitki bazlı sıkıştırılmış karbonlar değişik gözenek boyut dağılımlarında üretilebilir. Mikro gözenek tipte olanları baskın olarak gaz fazı uygulamalarında ve altın kaplamacılığında kullanılır. Diğer tipte olanlar ise hem mikro hem de mezo gözeneklere sahiptir ve çoğunlukla küçük ve büyük moleküller içeren sıvı faz uygulamalarında (su arıtımında) kullanılır. Kırık tip kömür bazlı karbonlar, hem mikro hem de mezo gözenekleri birlikte

içerir. Kırık tip (sıkıştırılmamış) çürümüş bitki bazlı karbonlar farklı gözenek boyutları dağılımı sağlarlar ve bundan dolayı ayrıca çok amaçlı kullanım sağlayan bir karaktere sahiptir. Linyit ya da hindistan cevizi kabuğu bazlı granüler aktif karbonlar, toz çeşitlerindekiyle aynı mikro ve mezo gözenek yapılarına sahiptir [12].

Mikro gözenekler genellikle $0,15 - 0,7 \text{ cm}^3/\text{g}$ gözenek hacmine sahiptir. Bu gözeneklerin spesifik yüzey alanı aktif karbonun toplam yüzey alanının yaklaşık % 95'ini oluşturur. Aktif karbonun mikro gözenek yapıları genellikle, gaz veya buhar adsorpsiyonu daha küçük alanlardaysa X-ray kırılma tekniği kullanılarak karakterize edilir [5].

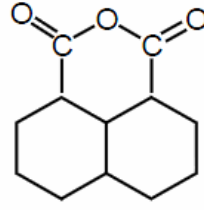
1.4.1.3. KİMYASAL YAPI VE ÖZELLİKLERİ

Aktif karbon içerisindeki basit grafitik kristallerin köşe ve uçlarında bulunabilecek yüzey grupları, kimyasal yapının organik bölümünü oluşturur. Yüzey gruplarına, kimyasal olarak bağlı hidrojen ve oksijenin, aktif karbonun özelliklerine etkisi vardır. Hava ile teması durumunda, kimyasal adsorpsiyonla karbon, oksijen ile bir bağ yapar. Başlangıç maddesinde bulunan oksijen ve hidrojen, basit kristal yapı düzeninde önemli rol oynar. Hammadde yapısından bağımsız olarak sıcaklık ve aktivasyon süresinin mikro yapı üzerine etkisi vardır. Karbonizasyon ve aktivasyon süresince, yüksek sıcaklıklarda büyük bir C/H oranı sağlanır. Aktif karbon yapısında bulunabilecek heteroatomların varlığı ise bir başka kargaşa durumunu teşkil eder. Karbon kökenli maddelerde bulunan hidrojen, oksijen ve diğer heteroatomlar, karbonlarla bağlar oluşturur. Bu atomlar, karbon atomlarını çevreleyen kuvvetli valansları tam olarak dolduramayacağı için, kristal yapının uçlarına ve köşelerine bağlanırlar. Eğer kristal kafes içerisindeki karbon atomlarının hatalı bir yerleşimi söz konusu ise, bu atomlar enerjilerini azaltmak için oksijen, hidrojen ve diğer atomlarla reaksiyona girerler. Yüksek enerjili karbon atomları, kendi valanslarını komşu basit bir kristale bağlanarak ya da karbonizasyon boyunca termal bozunma ürünlerine bağlanarak doldururlar [15].

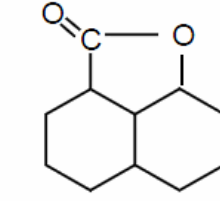


(a)

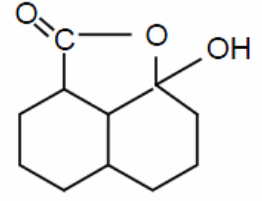
a : karboksil grubu



(b)

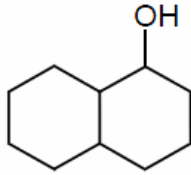


(c)



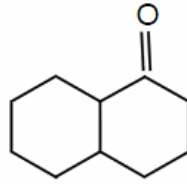
(d)

b, c, d : lakton grupları

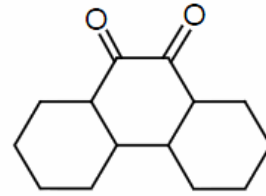


(e)

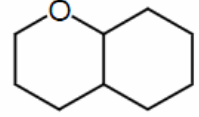
e : fenol grubu



(f)



(g)



(h)

f,g,h : kinon grupları

Şekil 1.8. Aktif karbondaki bulunan başlıca fonksiyonel gruplar [15].

Oluşan kompleks bileşikler, 4 farklı yüzey oksitleri formundadır (Şekil 1.8.).

- Güçlü karboksilik gruplar
- Zayıf karboksilik gruplar
- Fenol grupları
- Karbonil grupları.

Yapıdaki bu asidik oksitlerin ayrılması, alkali çözeltiler ile nötralizasyonla sağlanır. İnert gaz atmosferi ve vakum altında yapılan ısıtma işlemi de bu grupların karbondan uzaklaştırılmasını sağlayabilir [15].

Serbest elektronların (özellikle polar ve polarize olabilen maddeler) varlığı, aktif karbonun adsorpsiyon özelliklerini etkilemektedir. Aktif karbon, oksijen ve hidrojenle bağ yapmış elementleri içermektedir.

Aktif karbonun x-ışın difraksiyon paterni, onun grafit yapılı çok küçük kristallerden oluştuğunu göstermiştir. Bununla beraber karbonun grafit yapısındaki tipik üst üste olan tabakalar yoktur. Aktif karbon yapısında kristaller sadece 0,7–1,1 nm kalınlığında ve 2 – 2,5 nm genişliğindedir ki bu da grafitte gözlenen yapıdan oldukça küçüktür. Kristaller arası boşluklar ise amorf yapıdaki karbonlar tarafından doldurulmaktadır. Bu atomlar diğer atomlarla (özellikle oksijen) üç boyutlu bağlar kurmuş haldedir. Karbonun düzensiz dizilisi sayısız çatlak ve yarıkla parçalanmıştır ki bu parçalanmalar genellikle silindirik yapıdaki gözeneklerin (porların) oluşumunu sağlar. Bünyede bulunan büyük miktardaki mikro gözenekler, aktif karbona geniş bir iç yüzey alanı sağlar. Bu da adsorpsiyon özelliklerinin temelini oluşturmaktadır [5].

Kullanılan başlangıç maddesine bağlı olarak, aktif karbonlar %1– 20 arasında mineral madde içerebilir. Aktif karbonda mineral madde içeriğini silikatlar, alüminatlar, eser miktardaki kalsiyum, magnezyum, demir, potasyum, sodyum, çinko, kurşun, bakır ve vanadyum gibi anorganik maddeler oluşturmaktadır. Gazlardan ve çözeltilerden elektrolitlerin ve nonelektrolitlerin adsorpsiyonunda, aktif karbon yapısındaki mineral madde içeriği rol oynamaktadır. Yapıda bulunabilecek demir, kalsiyum ve diğer alkali bileşikler, su buharı ile yapılan aktivasyon işlemi sırasında katalizör görevi görmektedir. Sodyum ve potasyumun hidroksitleri ve karbonatları, dar ve uzun şekilli mikroporların oluşumunu arttırdıkları; aynı zamanda bu toprak alkali bileşiklerin, metalik partiküllerin kanallaşması özellikleri ile mezopor oluşumunu zenginleştirdiği bilinmektedir [15].

1.5. AKTİF KARBON ÜRETİM YÖNTEMLERİ

1.5.1. GENEL BAKIŞ

Karbon içeren bütün maddeler aktif karbon üretiminde kullanılabilir [16]. Günümüzde aktif karbon; yüksek karbon ve düşük inorganik madde içeriğine sahip birçok bol ve ucuz maddeden üretilebilmektedir. Bunlar arasında kömür, petrol kalıntısı, odun, fındık ve hindistan cevizi kabuğu, meyve çekirdekleri gibi birçok atıl biyokütle, fosil yakıtların pirolizinden elde edilen ziftin yanı sıra, polimer bazlı sentetik hammaddeler de aktif karbon üretiminde kullanılmaktadır. Başlangıç malzemesinin seçimi, kolay elde edilebilmesine ve saafiyetine bağlıdır [17].

Karbon içeren hammaddeden aktif karbon üretimi sırasında, karbon içermeyen kısımların bünyeden uzaklaştırılması gerekmektedir. Bu işlem esnasında karbon içeren malzemedan de bir kısım okside olarak uzaklaşmaktadır. Bu işlem sonucu yeni bağlar oluşur ve yüksek miktarda gözenek içeren yapı elde edilir. Günümüzdeki uygulamalarda yabancı maddelerin uzaklaştırılması ve bölgesel oksidasyonlar yeterli kalmamakta, nihai ürün eldesi için aktivasyon işlemine gerek duyulmaktadır [18].

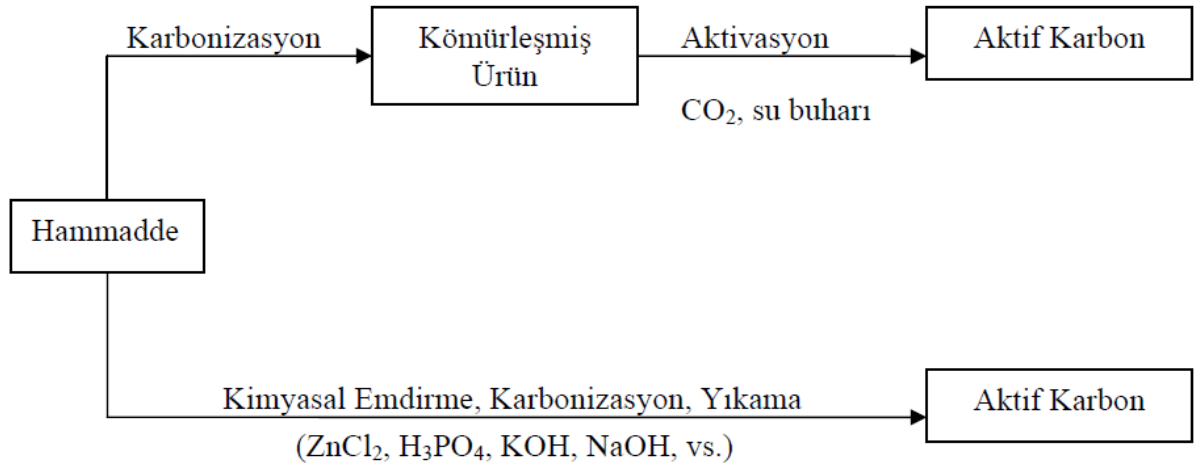
Aktif karbon, seçilecek uygun başlangıç malzemesinden toz, tanecikli, küresel şekillerde üretilebilmektedir. Üretim süreci fiziksel ve kimyasal aktivasyon olmak üzere ikiye ayrılmaktadır. Şekil 1.9’de aktivasyon süreçleri şematik olarak gösterilmiştir. Genel olarak aktivasyon süreci aşağıdaki adımları içermektedir; 1. Bünyedeki bütün suyun uzaklaştırılması (dehidrasyon). 2. Organik maddelerin elementel karbona dönüşümü, karbon olmayan kısımların uzaklaştırılması (karbonizasyon). 3. Katranın yanması ve gözenek (por) genişlemesi (aktivasyon) [2].

Fiziksel (gaz) aktivasyonda; su buharı veya CO₂ gibi oksijen bileşiği içeren gazlar kullanılır. Bu gazlar sıcak haldeki kömürleşmiş malzeme üzerinden üflenmektedir. 800–1000 °C gibi yüksek sıcaklıklarda karbonlu başlangıç malzemelerinin bir kısmı ayrışıp sayısız gözenek ve çatlak oluşturmaktadır [18].

Kimyasal aktivasyon ise ağaç, turba ve benzeri esaslı malzemelere çinko klorür, potasyum hidroksit, soydum hidroksit, fosforik asit, potasyum karbonat gibi dehidrasyon özelliği olan çözeltilerin emdirilmesi işlemiyle gerçekleşmektedir [16].

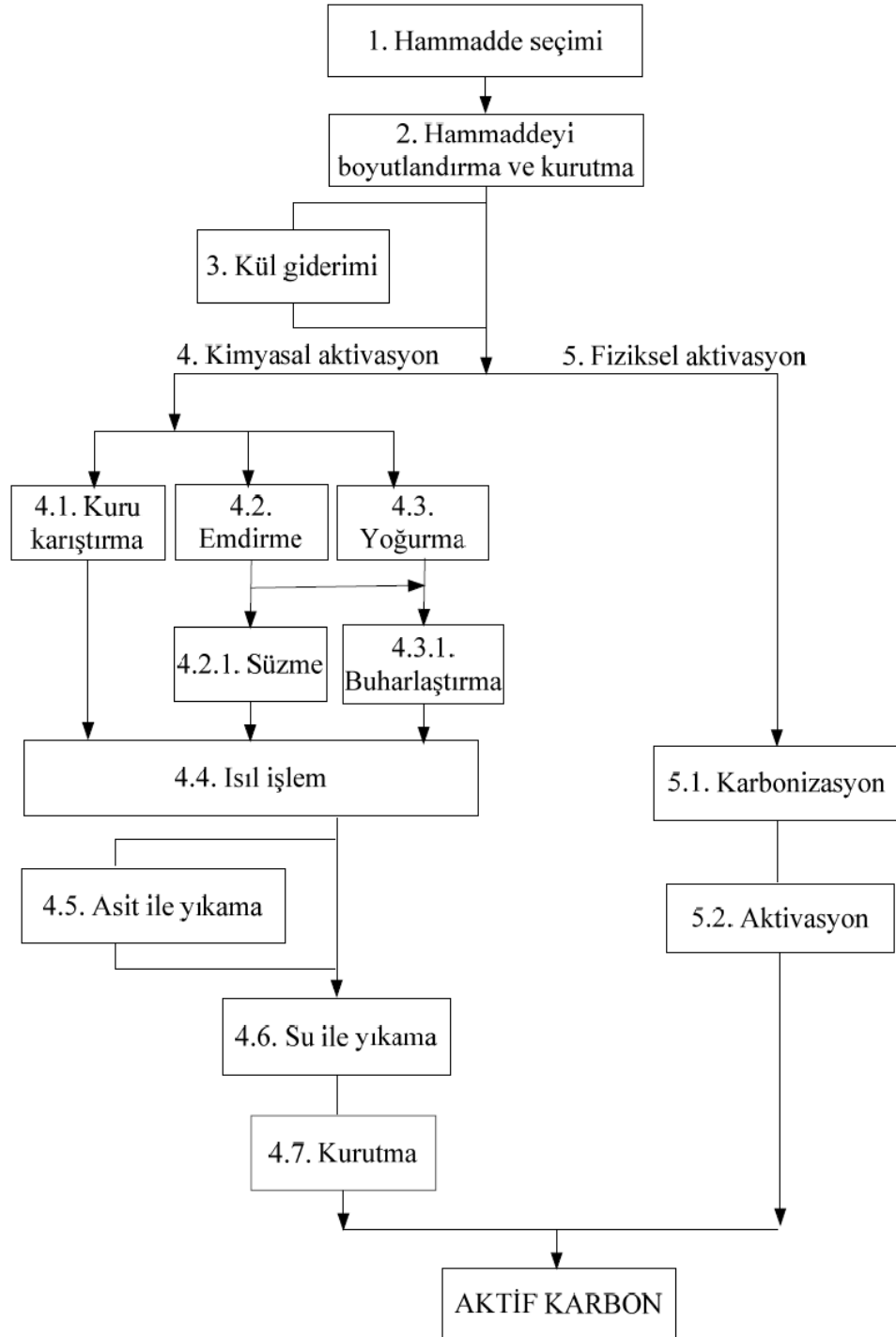
Başka bir deyişle kimyasal aktivasyon, çinko klorür, fosforik asit, sodyum hidroksit gibi kimyasalların başlangıç malzemesinden su giderme işlemine bağlıdır. İşlemler 400–1000 °C sıcaklık aralığında gerçekleşmektedir. Kimyasalların özütleme (ekstraksiyon) işlemiyle uzaklaştırılmasından sonra geriye gözenekli aktif karbon yapısı kalmaktadır.

Aktif karbon üretimi döner fırın, çok kamaralı fırın, dikey şaft veya akışkan yatak tipindeki fırınlarda gerçekleştirilebilmektedir [16].



Şekil 1.9. Aktivasyon yöntemlerinin şematik gösterimi [2].

Kullanılan hammaddeye göre elde edilen aktif karbonun özellikleri değişmektedir. Hammaddenin uçucu madde içeriği ve yoğunluğu elde edilen aktif karbonun özelliklerini önemli ölçüde etkilemektedir. Odun ve lignin gibi düşük yoğunluklu maddeler yüksek uçucu madde içermektedir. Bunlardan üretilen aktif karbon, düşük yoğunluklu ve büyük gözenek hacimli olması nedeniyle, gaz adsorpsiyonu için uygun olmaktadır. Ham madde, gerekli olduğu durumlarda asit çözeltisiyle, çözücülerle veya sadece saf su ile yıkanarak aktivasyon sürecini etkilemesi muhtemel safsızlıklardan arındırılır. Yıkama işlemleri ardından ham madde üzerindeki nemin giderilmesi amacıyla kurutma yapılır. Hammaddenin aktivasyon öncesi geçirdiği adımlardan biri de boyutlandırmadır. Bu işlem istenen boyutta ve gözenek yapısında aktif karbon üretilmesi için gereklidir. Hammaddenin tanecik boyutunun üretilen aktif karbonun yüzey alanı, mikro gözenek hacmi gibi önemli özellikleri üzerine etkisi olabilmektedir [2].



Şekil 1.10. Aktif karbonun üretim şeması [59].

1.5.1.1. Hammaddeler

Yeterli miktarda karbon içeren, kolay elde edilebilen ve düşük maliyete sahip hemen her madde, aktif karbon hammaddesi olarak kullanılabilir. Kullanılacak olan hammaddenin;

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

kriterlerini sağlaması gerekmektedir [2].

Aktif karbon üretimi için uygun karbon içeriği %40–80 arasındadır. Teknik uygulamalarda odun talaşı, odun, odun kömürü, turba, linyit kullanılmaktadır. Meyve ve yemiş kabukları (hindistan cevizi, fındık, vs.), meyve çekirdekleri, kağıt fabrikası atıkları ve bunların yanı sıra petrol rafinasyon atıkları da nadir olarak geniş yüzey alanına sahip aktif karbon üretiminde kullanılmaktadır [18].

Aktif karbon başlangıç maddeleri Tablo 1.1.'de verilmiştir. Kullanılan başlangıç maddesine göre, aktif karbonun fiziksel ve adsorpsiyon özellikleri değişkenlik göstermektedir. Başlangıç malzemesi seçimi, o malzemenin maliyeti, elde edilebilirliği, kalitesi, mineral madde ve kükürt içeriğine göre belirlenmektedir [2].

Tablo 1.1. Ticari olarak aktif karbon üretiminde kullanılan başlangıç maddeleri

Başlangıç Maddesi	Kullanım (%)
Odun	35
Kömür	28
Linyit	14
Hindistan Cevizi Kabuğu	10
Turba	10
Diğer	3

Odun, turba ve selüloz içeren diğer maddeler genellikle kimyasal aktivasyonla aktive edilirler. Talaş ve diğer ağaç esaslı malzemelerde de bu şekilde işlem görülmektedir. Pirinç ve mısır sapı ile ilgili pilot ölçekte bir takım çalışmalar yapılmış ancak ekonomik yönden değerli ürün eldesi mümkün olmamıştır.

Kimyasal aktivasyon yöntemiyle üretilen malzemelerde, aktivasyon işleminde kullanılan çözelti içinde çözünebilen kül miktarlarının düşük olması istenmektedir.

Bunun sebebi de; yıkama sonrası geri kazanıma tabi tutulan aktivatörün temizlenmesinin mümkün olmamasıdır. Kötü özellikte yıkanabilir kül içeren malzemelerde (saman gibi) düşük kül miktarı istenmektedir. Mikro gözenekli aktif karbon üretiminde genellikle yüksek yoğunluğa sahip hammaddeler kullanılmakta ve uzun sürede yavaş bir şekilde aktivasyon işlemi uygulanmaktadır. Makro gözenekli aktif karbon ise hızlı aktivasyon işlemiyle elde edilmektedir. Kimyasal aktivasyon işleminde emdirilen malzemenin özelliklerine bağlı olarak nihai ürün olan aktif karbonun yapısı belirlenebilmektedir. Gaz maskelerinde veya sürekli adsorpsiyona tabi tutulan alanlarda, yüksek yoğunluk ve mukavemet ihtiyacı nedeniyle yüksek mekanik dayanıma sahip çekirdek kabuklarından elde edilen kömürler kullanılmaktadır. Bu tür işlemlerde Hindistan cevizi kabuğundan elde edilen koklar veya yoğunluğu artırmak için basınç altında şekillendirilmiş, ince öğütülmüş hammaddeler kullanılmaktadır. Parça veya pres ürünü hammaddeler aktivasyon sonrası parçalanmak suretiyle kullanılmaktadır. Renk giderme işlemlerinde kullanılan aktif karbonlar genellikle düşük yoğunluklu malzemelerden (odun kömürü, turba, talaş vb.) üretilmektedir [18]. Genel olarak aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri Tablo 1.2.'de verilmiştir [20].

Aktif karbon hazırlanması fiziksel ve kimyasal aktivasyon olmak üzere başlıca iki yöntem ile gerçekleştirilmektedir. Ham madde, başlangıç özelliklerine bağlı olarak aktivasyon öncesi çeşitli işlemlere de tabi tutulabilmektedir [2].

Tablo 1.2. Aktif karbon üretiminde kullanılan hammaddelerin özellikleri [20]

Hammadde	Karbon (%)	Uçucu Miktarı(%)	Yoğunluk (g/cm ³)	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	40-4	55-6	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 büyüklükte	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	2-15	Sert, toplam gözenek hacmi büyük

1.5.1.2. KARBONİZASYON

Karbonizasyon; karbonlu maddelerin ısısal ayrışması, organik maddelerin elimine edilmesi ve gözenekli sabit karbon üretimidir. Bir başka deyişle, bitkisel kökenli hammaddeler kullanıldığında bunlardan odun kömürü elde edilmesidir. Karbonlaştırılan bitkisel malzemeler odun kömürü, çeşitli gazlar ve katran olarak ayrışmaktadır.

Bu işlem genellikle; döner ve çok katlı fırınlarda 800 °C'nin altında inert ortamda yapılır. Karbonizasyon sonucunda elde edilen ürünün özelliklerinin belirlenmesinde karbonizasyon sıcaklığının artış hızı, karbonizasyon sıcaklığı ve bu sıcaklıkta bekletme süresi, hammaddelerin fiziksel ve doğal özellikleri oldukça önemli parametrelerdir.

Karbonlu maddelerin karbonizasyonu sırasında, karbon dışındaki elementlerin büyük bir kısmı pirolitik ayrışma ile gaz haline (H_2 , S_2 , O_2 , N_2) ortamdan uzaklaştırılırken saf karbonun serbest atomları, saf grafit kristalleri olarak bilinen kristolografik atom şekilleri haline gelir. Bu kristallerin dizilişleri düzenli değildir. Bu yüzden kristaller arasında boşluklar kalır. Dekompozisyon (ayrışma) sonucunda elde edilen karbonlu maddeler çok düşük adsorblama kapasitesine sahiptirler.

Karbonizasyon sonucu elde edilen ürünün özelliklerinin belirlenmesinde iki önemli aşama vardır. Birinci aşama ergime periyodudur. Bu periyotta elde edilen ürünün özelliklerinde sıcaklık kontrolü önemlidir. İkinci aşamada ergime periyodunda oluşan ürün büzölmeye ve sertleşmeye başlar. Meydana gelen büzölme karbonizasyon sonucunda karbondaki gözeneklerin oluşmasında önemli bir rol oynar.

Karbonizasyonda bitümlü kömürler kullanıldığında, ergime boyunca karbonlu malzemede deformasyona sebep olmaksızın gazların gözenekleri terk etmesi için sıcaklık artışı yavaş olmalıdır. Odun, linyit, Hindistan cevizi ve petrokokun karbonizasyonunda, ergime aşamasında partiküllerde problem meydana gelmemekte ve düşük sıcaklık artışında daha yoğun ve daha sert karbonlanmış ürün oluşmaktadır. Odun düşük bir yoğunluğa sahip olmasına rağmen, basınç uygulanarak yığın yoğunluğu artırıldığında üretilen göre daha fazla olmaktadır [21].

1.5.1.3. AKTİVASYON

Aktivasyon (aktifleştirme), karbon içeren maddelerin aktif karbon üretme işlemine denmektedir. Aktifleştirme sonucu oluşan ürün, çok ince kristaller ve çeşitli boyut ve şekillerde gözeneklerden oluşmuş bir yapı haline gelmektedir. Aktifleştirme işlemi karbonizasyonun tersine oksitleyici bir ortamda yapılmaktadır.

Aktivasyon kristal boşluğu arasındaki amorf karbon yakılarak uzaklaştırılır. Böylece geniş yüzey alanına sahip mikro, mezo ve makro gözenek kanallarından oluşan aktif karbon elde edilir.

Aktivasyonda; organize olmamış karbon ayrılır ve karbonizasyon boyunca oluşan gözeneklerin çapları ve hacimleri artırılır. Aktivasyonu sağlayan aktifleştiricilerin etkilerini harekete geçirmek için aromatik plakalar ortaya çıkarılır ve bunun sonucunda ilk fazda mikro gözeneklerin oluşması sağlanırken, son fazda komşu gözenekler arasındaki duvarların tamamen yıkılmasıyla mevcut gözenekler daha da genişletilmektedir. Bunun sonucunda makro gözenekler artmaktadır. Buna karşın mikro gözeneklerin hacimleri azalmaktadır.

Karbonun aktivasyonu, fiziksel (ısısal) ve kimyasal olmak üzere iki şekilde yapılır. Her iki yöntemde başlangıç ham maddesinin bozulmasını içerir.

Fiziksel aktivasyon; karbonlu malzemenin gazifikasyonu yani karbonun 850-1100 °C arasında buhar, CO₂ vb. ile oksitlenmesidir. Bu işlem karbonizasyon ve aktivasyon olmak üzere iki basamaktan oluşur.

Kimyasal aktivasyon; tek basamaktan oluşur. Şöyle ki; kimyasal madde emprenye edilmiş hammaddelerin termal bozunması ile aktifleştirme işlemi yapılır.

Aktif karbonlar genellikle aktivasyon proseslerine göre isimlendirilirler. Bu yüzden fiziksel aktivasyonla elde edilenlere de kimyasal aktif karbonlar denir [21].

1. 5.1.4 Fiziksel Aktivasyon

Bu tür aktifleştirmeye ısısal aktifleştirme de denir. Bu yöntemle ilk işlem hammaddenin karbonlaştırılmasıdır (karbonizasyon). İşlem genellikle 700 °C'yi geçen sıcaklıklarda ve havasız ortamda yapılmaktadır.

Karbonizasyon ürünü aktif bir madde olmayıp, yüzey alanı düşüktür.

İkinci adımda karbonizasyon ürünü daha yüksek sıcaklıklarda çeşitli gazlarla (800 – 1000 °C) aktifleştirilerek, yüksek yüzey alanına sahip, gözenekli aktif karbona dönüştürülür. Aktifleştirmede karbon içine oksitleyici gazların girmesi ve tepkime ürünlerinin tanecik içinden uzaklaşması sırasında karbon içine gözenek ve kanallar oluşmaktadır.

Aktivasyon işlemi sonucunda üretilen aktif karbonun gözenek yapıları ve yüzey alanındaki değişimler; aktifleyici maddelere ve aktivasyon sıcaklığına bağlıdır.

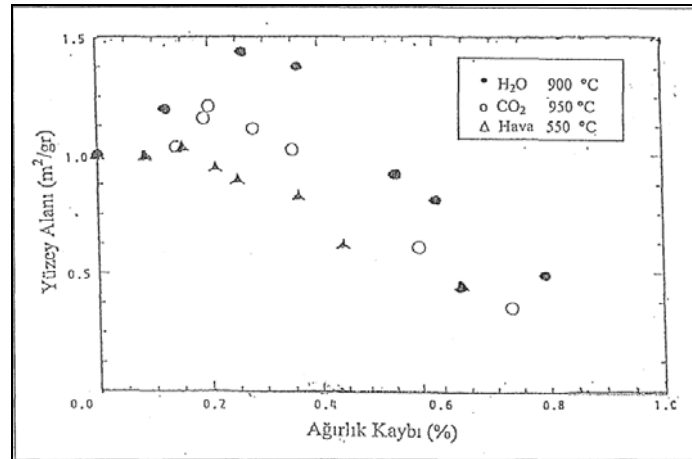
Fiziksel aktifleştirmede aktifleyici olarak su buharı, CO₂ ve hava kullanılmaktadır. Ayrıca endüstriyel işlemlerde zaman zaman aktifleştirici olarak atık gazlar da kullanılmaktadır. Bu aktifleştiricilerden dünyada en yaygın biçimde kullanılanı su buharıdır. Su buharı içindeki O₂ ve H₂ gazlarının çıkmasına neden olur. Bu şekilde yanmanın sonunda yüksek yüzey alanı ve gözenek sistemi oluşur.

Aktifleyici gazlar karbonla (hava-C, CO₂-C, H₂O-C) farklı hızlarda farklı reaksiyonlar verir. Bunun sonucunda üretilen ürünün gözenek yapılarının gelişimi bu reaksiyonlara bağlı olarak farklılık göstermektedir. Şekil 1.11 de kömür numunelerinin farklı oksitleyiciler ile aktifleştirme deneyleri sonuçlarında elde edilen ürünlerin yüzey alanları değişimi görülmektedir. Şekle göre burada oksitleyici olarak su buharı (H₂ O) ile karbon dioksit (CO₂) kullanıldığında karbonun düşük ağırlık kaybı oranlarında yüzey alanı maksimum olmaktadır. Fakat buna karşın, hava ile oksitlenmiş karbondan başlangıç reaksiyonundan sonuna doğru bir azalma görülmektedir. Yapılan buharla aktifleştirme deneyleri sonucunda elde edilen ürünün yüzey alanı CO₂ ile aktifleştirilene göre daha gelişmiştir. Şekil 1.12.' de H₂ O ve CO₂ ile yapılan deneylerin sonuçlarında

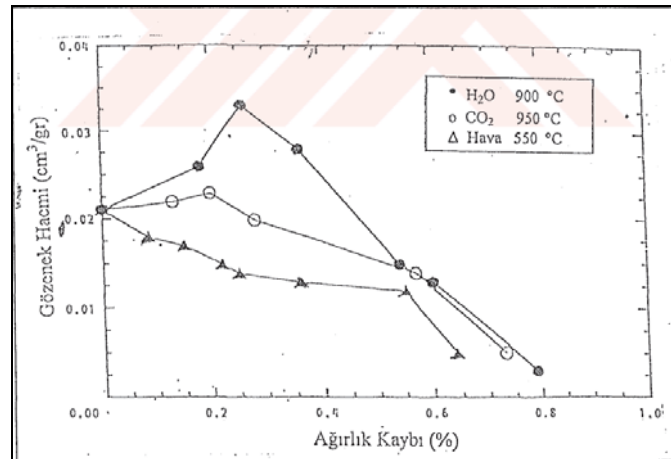
daha çok mikro mezo gözeneklerin geliştiği görülmektedir. Bu deneylerde karbonun ağırlık kaybı karakteristik değeri geçtikten sonra mikro gözenek hacimlerinde azalma, mezo ve makro gözenek hacimlerinde ise artış gözlenmektedir. Dolayısıyla mikro gözeneklerdeki azalma hem yüzey hem de gözenek hacmini düşürmektedir [22].

H₂O ve CO₂ ile yapılan aktifleştirme karşılaştırıldığında; CO₂ ile aktivasyon daha az enerjili bir reaksiyondur ve bunun için daha yüksek sıcaklık gerekir. CO₂ ile yapılan aktivasyonda yüzeysel aktivasyonda yüzeysel oksidasyon meydana gelmekte ve geniş gözenekler daha da genişlemektedir [21].

. Ayrıca, CO₂ molekülünün boyutu daha büyük olduğundan aktif karbon gözenek sistemine daha yavaş nüfuz eder ve mikro gözenek oluşumunu sınırlandırır [21].

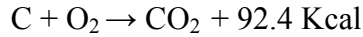


Şekil 1.11. Farklı oksitleyicilerle yüzey alanı değişimi [22].



Şekil 1.12. Farklı oksitleyicilerle gözenek hacmi değişimi [22].

Bir başka yöntem de aktifleştirmede O₂ kullanılmasıdır. O₂ ile yapılan aktivasyonda meydana gelen reaksiyonlar ekzotermiktir. Bu yüzden aşırı yanma meydana gelir ve reaksiyonun kontrolü çok zordur ve aşağıdaki reaksiyona göre gelişir. Aşırı ısıtma yapıldığı için elde edilen ürünün özellikleri üniform olmaz. Bu yöntem nadiren kullanılmaktadır [21].



Aktifleştirmede aktif karbonun gözenek yapısının oluşumunda sıcaklığın etkisi de oldukça önemlidir [21].

1.5.2. Aktif Karbonun Kullanım Alanları

Aktif karbonun kullanım alanlarını aşağıdaki gibi sıralayabiliriz;

Renk giderme: Birçok kompleks işlem basamaklarında geniş kullanıma sahiptir; gıda ürünleri, son ürün aşamasında renk değişikliği gereken kimyasallar ve ilaç endüstrisi bunlar arasında gösterilebilir. Piyasa üreticilerinin karşılaştıkları talepler doğrultusunda temiz ürünler sağlama ya da doğru renk özelliklerine sahip ürünler hazırlama ihtiyacı doğar. Bu ihtiyaçlar için üretilen aktif karbon, sıvılarda renk, kalite ve özellik değişikliğine yol açabilen istenmeyen bileşikleri uzaklaştırmak için kullanılırlar. Gıda maddeleri sektöründe aktif karbon, glikoz, nişasta, seker şurupları ve yağların rengini açmak ya da rafinerizasyon amacıyla kullanılır. İlaç sanayisinde aktif karbon, ürün ilacın ve ara ürünlerin saf ve renkten bağımsız olarak ortaya çıkarılmasında güvenilirdir.

Atık Maddeler: Atıkların yok edilmesi ve kontrol altına alınabilmesi için artan talep doğrultusunda yakma işlemi, zehirli, ev kökenli ya da klinik atıkların islenmesi için benimsenmiştir. Maddelerin kompleks doğalarının sonucu olarak bu kez baca gazları kirletici olmaya başlamış, atmosfere salıverilmeden önce işleminden geçirilmesi gereği doğmuştur. Aktif karbonun bu türü, dioksinleri, ağır metalleri ve diğer kalıntı elementleri baca gazından arıtmak için geliştirilmiştir. En yaygın işlem tekniği, toz aktif karbonla partikül filtrelerinin kaplanması ve çeşitli maddelerle karıştırarak baca gazlarına püskürterek zararlı unsurları yakalamak şeklindedir. İstenmeyen unsurlar daha

sonra baca gazı sistemden geçerken ilgili unsurlara uygun aktif karbonda adsorbe olurlar. Kömür ve ağaçtan elde edilir ve genellikle toz halinde kullanılırlar.

Altın: Gelişmiş kimyasal proses tekniklerinde, altının çok küçük kalıntıları bile ezilmiş maden cevherinin sodyum siyanürle muamelesi yoluyla kazanılır. Bu amaca yönelik hazırlanmış aktif karbon, şekillenmiş kompleks altını adsorbe etmekte kullanılır. Doymuş aktif karbon asit yıkamadan geçirilip altın, çinko çöktürmesi veya elektrowinning teknikleri ile yeniden kazanılır. Ayrıca siyanürlü bileşiklerin aktif karbonla rahatlıkla yakalanmasından dolayı siyanür atıklarının doğaya salınması tamamı ile engellenerek eski tip cıva tekniğine göre çok daha çevreci bir üretim yapılmış olur. Prosesin yeri ve tipine göre hindistan cevizi kabuğundan ve odun menşeli olanı tercih edilir ve farklı tane boyutlarında granül, toz ve pelet yapıdadır [23].

1.5.2.1. Buhar Faz Uygulamaları

Bir çok çözücü buharı, hava ile karıştırıldığında yanıcı özellik göstermektedir. Kimyasalın cinsine bağlı olarak değişen hava/kimyasal buharı oranı, kritik miktarın üstüne çıktığında yanıcılık görülmektedir. Bu durumda buhar konsantrasyonu belli bir değerin altında tutulmalıdır. Bu, çalışılan sistemin güvenliği ve ekonomisi için de gereklidir. Aktif karbonla çözücünün geri kazanıldığı sistemler hızlı ve etkili çalışmaktadır. Çözücünün kazanımı %85-95 oranında sağlanmaktadır. Bu işlemin maliyeti de düşüktür. Aseton, izopropanol, tetra kloretilen, benzen, metanol, trikloretilen, etanol, metil asetat, toluen, etil asetat, petrol naftası, ksilen, etil eter, çözücü naftası gibi çözücülerin günümüzde aktif karbonla geri kazanımı mümkündür.

Fermentasyon işlemlerinde de aktif karbon kullanılmaktadır. Aktif karbon mikroorganizmalar için zehirli olan maddeleri adsorplayarak fermentasyonu hızlandırmaktadır. Fakat, enzimleri ve mikroorganizma besinlerini de adsorplamakta ve işlemin yavaşlamasına da neden olabilmektedir [8].

Aktif karbon, sigara ağızlıklarında filtre olarak, kötü kokuyu ve duman içinde bulunan bazı zararlı maddelerin uzaklaştırılmasında da kullanılmaktadır. Benzer amaçlarla aktif karbon başka yerlerde de karşımıza çıkmaktadır. Örneğin; evsel ve endüstriyel atıkların

imhasındaki baca gazı filtreleri, endüstriyel işlemlerden kaynaklanan gazların uzaklaştırılması, buzdolabı filtreleri gibi. Havanın temizlenmesinde kullanılan iki sistem vardır. Birincisi; ofisler, hastaneler, laboratuvarlar, restoranlar gibi yerlerin havasının temizlenmesinde, ikincisi ise; barut, plastik endüstrileri, boya ve vernik endüstrileri, suni deri endüstrileri gazları gibi, atmosfer için kirlilik yaratan gazların tutulmasında kullanılmaktadır. Havanın temizlenmesi için, 10 ppm altındaki kirlilik konsantrasyonlarında (genellikle 2-3 ppm) levha şeklinde karbon fiberler kullanılabilmektedir. Bu filtrelerle uzun süre çalışılabilmektedir. Fakat, rejenerasyonu pahalıdır. Hava kirlilik kontrolü, kirlilik konsantrasyonu arttıkça farklı adımlarla gerçekleştirilir. Etkinliğini kaybeden karbonlar buhar; hava veya toksik olmayan gazlarla rejenere edilebilmektedir. Bu iki uygulama farklı gözenekli yapıya sahip karbonları gerektirmektedir. Mikro gözenekliliği yüksek karbonlar, yaşam alanlarındaki düşük kirlilik konsantrasyonuna sahip havanın temizlenmesi için uygundur. Atmosferdeki kirliliği kontrol için kullanılan aktif karbonlarda 10 - 500 ppm arasında değişen konsantrasyonlarda yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahip karbonlar kullanılmalıdır.

Bu karbonların gözenek yarıçaplarını belirlemek zordur. Fakat, mezo ve süpermikro gözenek dağılımı tercih edilmektedir. Aktif karbon filtreler, iyot, organik iyotlar (daha çok metil iyot), kripton, ksenon gibi asal gazların ve radyoaktif buharın uzaklaştırılmasında da kullanılmaktadır. Kaza olması durumunda, nükleer reaktörlerde en çok ilgilenilen metil iyot ve asal gazlardır. Helyumu soğutmak için kullanılan ağır suyun temizlenmesinde aktif karbon kullanılmaktadır. Doğal gaz, aktif karbon adsorpsiyonu ile uzaklaştırılabilen % 3 propan ve % 4-5 yüksek hidrokarbonları içermektedir. Propanın % 35'i, pentanın % 98-99'u ve yüksek hidrokarbonlar aktif karbon tarafından uzaklaştırılabilmektedir [24].

Tablo 1.3.'de aktif karbonun buhar fazdaki kullanım alanları görülmektedir.

Tablo 1.3. Aktif karbonun buhar faz uygulamaları [24].

<u>ENDÜSTRİ</u>	TANIMI	TİPİK KULLANIMI
ÇÖZÜCÜ GERİ KAZANIMI	İşlemin ekonomisini optimize etmek ve buhar emisyonlarının kontrolü için organik çözeltilerin geri kazanımı	Asetat fiberler (aseton), eczacılıkla ilgili uygulamalar (metilen klor), film kaplama ve boya (etil asetal), manyetik bant (MEK)
KARBONDİOKSİT	Fermentasyon işlemlerinde karbondioksit saflaştırılması	Aminlerin, merkaptanların ve alkollerin adsorpsiyonu
ENDÜSTRİYEL HAVALANDIRMA	Organik buharların adsorpsiyonu	
ATIK İMHA	Evsel, kimyasal ve klinik atıkların yüksek sıcaklıkta yakarak imhası	Baca gazlarından dioksitlerin ve ağır metallerin uzaklaştırılması
SİGARA	Ağızlıkta toz ve granül filtreler	Tadının ve kokusunun kontrolü veya sigara dumanındaki zararlı elementlerin bazılarının ekstraksiyonu
ŞARTLANDIRMA	Isıtma ve havalandırma	Havaalanları, ofisler
KOMPOZİT FİBERLER	Köpük/lifli bileşenler içinde toz aktif karbonun emprenyesi	Gaz maskeleri, suyun islenmesi, ayakkabı içi koku gidericileri
KOKU GİDERİCİSİ	İstenmeyen kokuların giderilmesi	Filtre birimleri

1.5.2.2. Sıvı Faz Uygulamaları

Yeryüzündeki su kaynakları kısıtlı olduğundan, suyun insan hayatındaki önemi çok büyüktür. Bu nedenle, kullanılmış suların tekrar kullanımı söz konusu olmaktadır. Su arıtmanın temel amacı, insanların kullanması için kimyasal ve bakteriyolojik açıdan temiz suyun elde edilmesidir. Eğer atık suların verildikleri kaynaklardan, daha sonraları endüstriyel ve içme suları sağlanıyor ise, son derece dikkatli ve hassas olmak gerekmektedir. Başta ilaç ve gıda sanayileri olmak üzere, tüm sanayi suları ve özellikle de içme suları berrak, kokusuz, lezzetli olmalı ve sağlığa zarar verecek organizmalardan, metal iyonlarından arındırılmış olmalıdır.

Suya istenilen özellikleri verebilmek amacıyla, atık suların en ileri yöntemlerle arıtılarak doğaya verilmesi gerekmektedir. Atık sular, fiziksel, kimyasal ve biyolojik arıtmaya tabi tutulmaktadır. Bu işlemlerden biri, birkaçı veya hepsi birden uygulanabilmektedir.

Atık sular, arıtma teknolojisi açısından;

- Ön arıtma,
- Birincil arıtma,
- İkincil arıtma,
- İleri arıtma aşamalarından geçirilmelidir.

Ön arıtma, birincil ve ikincil arıtma aşamalarından geçmiş, ancak yine de istenilen özelliklere sahip olmayan suların arıtımında tersiyer arıtma ünitelerine gerek duyulur. Bu aşamada karbon adsorpsiyonu, iyon değişimi, azot, fosfat giderilmesi, dezenfeksiyon işlemleri ve membran prosesleri kullanılır.

Endüstriyel atıkların pek çoğu bugün için bilinen ve uygulanan biyolojik arıtma yöntemleri ile giderilemeyecek kadar düşük konsantrasyonlarda organik madde içermektedir. Suda çözünmüş, görünmeyen ve değişik kökenli organik veya inorganik atık maddelerin giderilmesi için en uygun yöntemlerden bir tanesi, bu maddelerin dış aktif katı yüzeylerinde adsorpsiyonudur. Su ve atık suda çözünmüş halde bulunan ve biyolojik çürüme olasılığı az olan çeşitli kokulu, doğal veya yapay organik

hidrokarbonlu maddeler, adsorban ve adsorplanan arasındaki elektrostatik ve yüzey aktif güçlerin sayesinde, adsorban ara yüzeyinde birirmektedir. Soğurgan madde olarak en yaygın olarak kullanılan madde, aktif karbondur. Sıvı faz adsorpsiyonunda kullanılan aktif karbonlar tanecikli, toz veya şekilli formlarda olabilmektedir. Toz haldeki aktif karbonlar 0,18 mm'den küçük boyutlarda, tanecikli veya şekilli aktif karbonlarda parçacık boyu 0,2 – 5,0 mm arasındaki boyutlardadır [17].

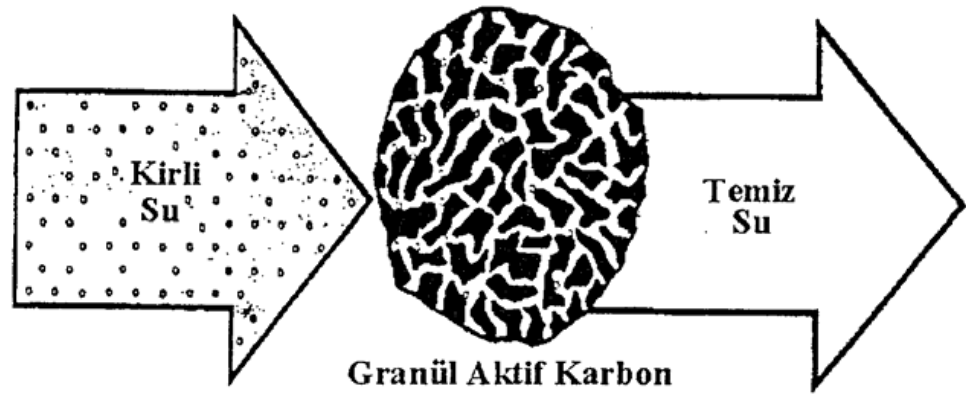
Sıvı faz uygulamaları için üretilen aktif karbonların %60'ı toz formundaki aktif karbonlardan oluşmaktadır [2].

Tanecikli ve şekilli aktif karbonlar genellikle sıvının sabit bir yataktan geçirildiği sürekli sistemlerde kullanılmaktadır. Bileşikler, adsorpsiyon bölgesindeki karbon yatak tarafından soğurulur. Yatakta bulunan karbon soğurganlarla doymun hale geldiğinde, adsorpsiyon bölgesi akış yönünde ilerler. Süreç, kolondaki tüm aktif karbonlar doymun hale gelene kadar devam eder. Bu sistemde normal şartlarda en az iki kolon seri halde kullanılmaktadır. İlk kolon doymun hale geldiğinde servis dışı kalır ve serinin sonuna taze karbon içeren kolon ilave edilir [17].

Toz aktif karbonun en çok uygulama alanı bulduğu alan karıştırma tanklarının kullanıldığı sistemlerdir. Kullanılan karbonun tipi, değme zamanı ve karbon miktarı, istenilen saflaştırma miktarına göre değişim göstermektedir. Bu sistemlerde karbon, sistemden filtrasyon veya çökeltme yoluyla ayrılmaktadır [17].

Aktif karbonların sıvı faz uygulamalarında kullanımına örnek olarak atık su saflaştırma mekanizması Şekil 1.13.'te verilmiştir [2].

Adsorpsiyon (su, atıksu saflaştırma) işlemi, su arıtımında; çözünmüş halde, tat ve kokuya sebep veren klorlu – hidrokarbon bileşikleri ve bazı ağır metallerin giderimi ve son zamanlarda, atık su arıtımında çürümeyen biyolojik atıkların, yüzey aktif maddelerin, tarım ilaçları ve bazı zehirli metal iyonları gibi atıkların giderimi için uygulanmaktadır [2-8].



Şekil 1.13. Atıksu saflaştırma mekanizması [2].

Şeker endüstrisinde aktif karbon şeker şurubundan renk veren maddelerin uzaklaştırılmasında kullanılmaktadır. Bu, sekerin görünüşünü iyileştirmek için yapılan bir işlemdir. Aynı zamanda aktif karbonla muamele, koloidal maddeleri ve yüzey aktif maddeleri uzaklaştırmakta, yüzey gerilimini arttırmakta ve viskozitesini azaltmaya yardımcı olmaktadır. Bu da şekerin kristalizasyonunu hızlandırmaktadır. Zamanla kullanılan aktif karbonun etkinliği azalmaktadır. Bu durumda aktif karbon suyla yıkanıp, ısıtılarak yeniden kullanıma hazır hale getirilmektedir. Şarap ve alkollü içecekler, granül aktif karbon yatağından geçirilerek, fuzel yağının eser miktarı uzaklaştırılmaktadır. Kanyak depolanırken ve üretilirken istenmeyen tatlar oluşur bunların giderilmesi için aktif karbon kullanılmaktadır. Birada meydana gelen renk maddeleri ve fenolü gidermek için de kullanılmaktadır.

Trigliseritler, bitkisel ve hayvansal kaynaklardan elde edilen yağ ve gliseritlerin başlıca içeriğidir. Ham yağ, az miktarlarda serbest yağ asidi ve diğer bileşenleri içermektedir. Yağın içerdiği kirlilikler üç aşamada giderilmektedir; nötralizasyon, ağartma ve koku giderme. Aktif karbonun renk veren ve koku veren maddeleri uzaklaştırma özelliği vardır. Burada dikkat edilmesi gereken konu, kullanılan aktif karbonun pH'nın 5-8 arasında olmasıdır. Aktif karbonun küçük miktarlardaki ilavesi bile istenilen etkiyi yaratmaktadır [8].

Tablo 1.4.'de aktif karbonun sıvı fazdaki kullanım alanları görülmektedir.

Tablo 1.4: Aktif karbonun sıvı faz uygulamaları [8].

ENDÜSTRİ	TANIMI	TİPİK KULLANIMI
İÇİLEBİLİR SU İŞLEMLERİ	Granül aktif karbon filtreler kullanılır	Organik bileşiklerin uzaklaştırılması, kötü koku ve tadın giderilmesi
ALKOLSÜZ İÇECEKLER	İçilebilir su işlemleri, klor ile sterilizasyon	Organik bileşiklerin uzaklaştırılması ve klorun giderilmesi
ALTININ GERİ KAZANIMI	Leaching işlemleri	Sodyum siyanitte çözünmüş altının geri kazanımı
PETROKİMYA	Kullanılan buharın temizlenmesi	Yağ ve hidrokarbonların uzaklaştırılması
YERALTI SULARI	Yeraltı sularındaki istenmeyen maddelerin uzaklaştırılması	Kloroform, tetrakloroetilen ve trikloreten içeren adsorblanabilir organik halojenlerin ve toplam organik halojenlerin azaltılması
ENDÜSTRİYEL ATIK SULAR	İşlemler sırasında açığa çıkan suların çevre için uygun hale getirilmesi	Biyolojik oksijen içeriğinin, kimyasal oksijen içeriğinin ve toplam organik halojenlerin azaltılması
YÜZME HAVUZLARI	Organik içeriklerin uzaklaştırılması için ozon enjektisi	Kloramin seviyesinin kontrolü ve kalan ozonun uzaklaştırılması
YARI İLETKENLER	Yüksek saflıkta su	Toplam organik karbonun azaltılması
ALKOLLER	İçilebilir su işlemleri	Fenol ve trihalometanların uzaklaştırılması

Aktif karbonun, dünyadaki çevresel uygulama ve su temizleme alanlarındaki kullanımı, yıllık 300 milyon kg olup, bu değer her yıl %7 oranında artış göstermektedir [25].

1.5.3. Aktif Karbonun Sınıflandırılması

Aktif karbonun özellikleri, yüzey karakteristikleri ve davranışları göz önünde bulundurularak sınıflandırılması karmaşık bir işlemdir. Zira sadece, örneğin yüzey alan gibi tek bir özelliğe göre sınıflandırma yapmak aktif karbonun kalitesi hakkında yeterli fikir vermez. Çünkü adsorplanan molekülün büyüklüğü değiştikçe, kullanılır yüzey alanı da değişmektedir. Buna rağmen, yüzey alanı ve gözenek yapısı ile ilgili bilgiler, karşılaştırma amacıyla kullanılabilir. Aslında adsorpsiyon kapasitesi, aktif karbonunu kalitesi hakkında fikir verebilecek tek parametre olarak değerlendirilebilmektedir [2].

1.5.3.1. PAC (Toz aktif karbon)

Baskın olarak 0,18 mm'den küçük boyutlardaki öğütülmüş karbonlardır. Başlıca sıvı faz uygulamalarda ve baca gazı arıtımında kullanılır. Bu tip aktif karbonunu geniş yüzey alanı ve küçük yayılım mesafesi vardır. Çözelti fazı adsorpsiyonu için kullanılmaktadır. Kullanımı oldukça kolaydır. Karbon, çözeltiliye eklenir, karıştırılır, kısa bir süre temas ettirilir (5–30 dak.) ve filtrasyonla ayrılır. Bu gruba giren aktif karbonlar, tıbbi uygulamalar ve renk giderme için kullanılmaktadır [2].

1.5.3.2. GAC (Tanecikli (granüler) aktif karbon)

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

1.5.3.3. Pellet AC (Topak (pellet) aktif karbon)

Basınçla sıkıştırılmış ve 0,8–5 mm çapında silindirik yapıdadır. Düşük basınç düşüşü sağlamasından, yüksek mekanik dayanıklılığından ve düşük toz içeriğinden dolayı başlıca gaz fazı uygulamalarında kullanılır [12].

1.5.3.4. Küresel aktif karbon

Katori ve çalışma arkadaşları ile Nagai ve çalışma arkadaşları katrandan küresel aktif karbon üretmişlerdir. Katran, naftalin ve tetralin içerisinde eritilerek küresel aktif karbon elde edilmektedir. Bu küreler nafta çözücüsü ile temas ettirilmekte ve naftalin ekstrakte edilmektedir. Bu şekilde gözenek yapısı oluşturulmaktadır. Bu gözenekli küreler ağırlıkça %30 oksijen içeren oksidasyon gazlarının varlığında 373 – 673 K arasındaki bir sıcaklığa ısıtılmaktadır. Katran küreler, oksijenin %10'unu kimyasal olarak adsorplar. Okside küreler, amonyak ile 423 – 973 K sıcaklıkları arasında ısıtılır. Daha sonra CO₂ veya buharla aktive edilir. Bu karbonların yüksek mekanik dayanıklılığı vardır ve SO₂, NO₂ adsorpsiyon kapasitesi çok yüksektir [2].

1.5.3.5. Emprenye karbonlar

İyot, gümüş, alüminyum, magnezyum, çinko, demir, lityum, kalsiyum, ketonlar, tersiyer aminler içeren karbonlar kullanılarak hazırlanırlar. Örneğin; iyotla emprenye edilmiş aktif karbonlar, gazlardan SO₂ ve H₂S'in uzaklaştırılmasında soğurgan olarak kullanılmaktadır [2].

1.5.3.6. Polimer kaplanmış aktif karbon

Fennimore ve çalışma arkadaşlarının, pürüzsüz ve geçirgen bir “biocompatible” polimeri, gözenekli karbonların etrafına ince tabaka halinde kaplayarak elde ettikleri aktif karbondur [26].

1.5.3.7 Karbon moleküler elek (KME)

Aktif karbon düzgün ve dar bir mikro gözenek yapısında üretildiğinde karbon moleküler elek etkisine sahip olmaktadır. Bu tür aktif karbon üretiminde hammadde ve aktivasyon koşullarının seçimi büyük önem kazanmaktadır. En yaygın uygulama alanı ayırma işlemleridir. Özellikle havadaki oksijen ve azot gazının ayrılması küçük mikro gözenekler üzerinde farklı hızlarla difüzyonundan faydalanılarak sağlanabilmektedir KME gözenekleri birkaç Ångstrom çapındaki gözeneklerden oluşur. Zeolitlerle karşılaştırıldığında KME, birkaç avantajlı özellik gösterir;

- Düzlemsel olarak moleküller için mükemmel şekil seçiciliğe sahiptir.
- Yüksek hidrofobik özellikler gösterir.
- Yüksek sıcaklık ve korozyon dayanıma sahiptir.

Bu nedenle zeolit kullanılmayan yerlerde KME kullanılabileceği düşünülmektedir.

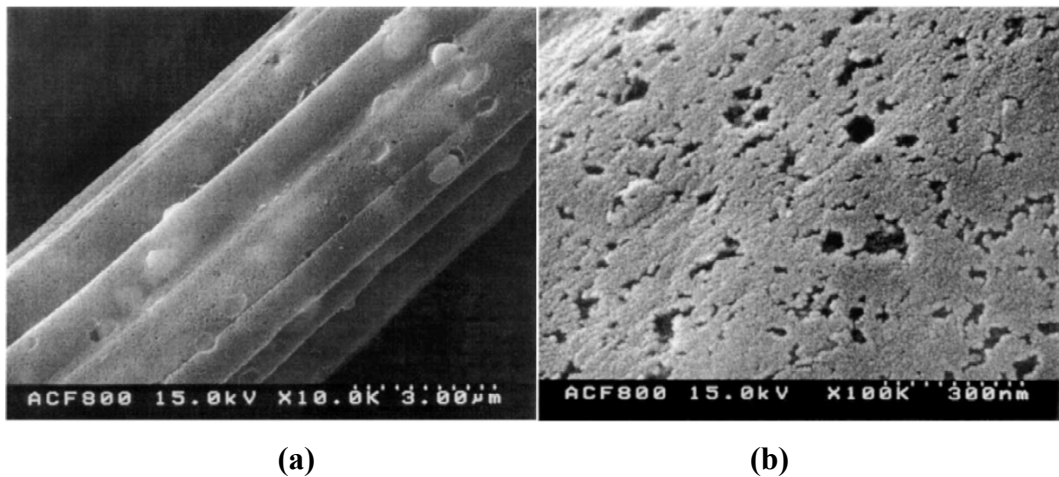
Önemli olan nokta istenen gözenek boyutunda KME hazırlanabilmesidir. KME'in gözenek oluşumu tamamıyla anlaşılamadığından ve günümüzdeki KME üretim teknolojisi kesin gözenek kontrolü sağlayamadığından KME kullanımı zeolit kullanımı kadar yaygın değildir [2].

1.5.3.8 Aktif karbon lifi

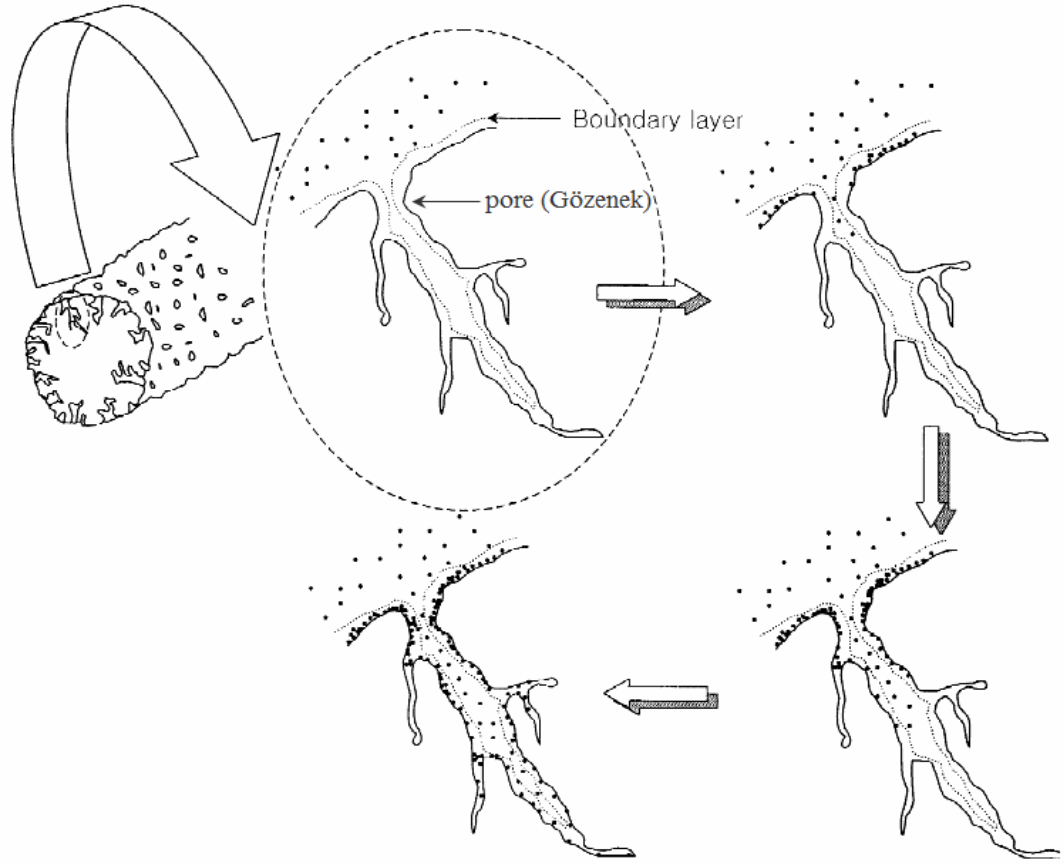
Aktif karbon lifleri; fenolik reçine, poliakrilik reçine, viskon gibi sentetik liflerin yüksek sıcaklık ve inert atmosferde karbonizasyonu ve ardından dikkatlice aktivasyonu ile elde edilen yapılardır. Elde edilen bu yapının diğer aktif karbonlara göre başlıca üstünlükleri;

- Dar ve düzgün mikro gözenek yapısı ile soğurulacak faz ile daha kolay etkileşim sağlaması,
- Küçük ve düzgün lif yarıçapı ile daha hızlı adsorpsiyon ve desorpsiyon sağlaması,
- Grafitik yapısı sayesinde daha yüksek elektrik iletkenliğine ve daha yüksek sıcaklık dayanımına sahip olması,
- Daha kuvvetli ve elastik yapısıyla kağıt ve giysi (NBC) gibi farklı uygulama alanlarında kullanılabilmesi

Tüm bu özellikleriyle aktif karbon liflerin gelecekte çok geniş kullanım alanlarına sahip olacakları düşünülmektedir [2].



Şekil 1.14. FE-SEM aktif karbon lifinin yüzeyinin gözlemlenmesi: (a) $\times 10$ K ve (b) $\times 100$ K [27].



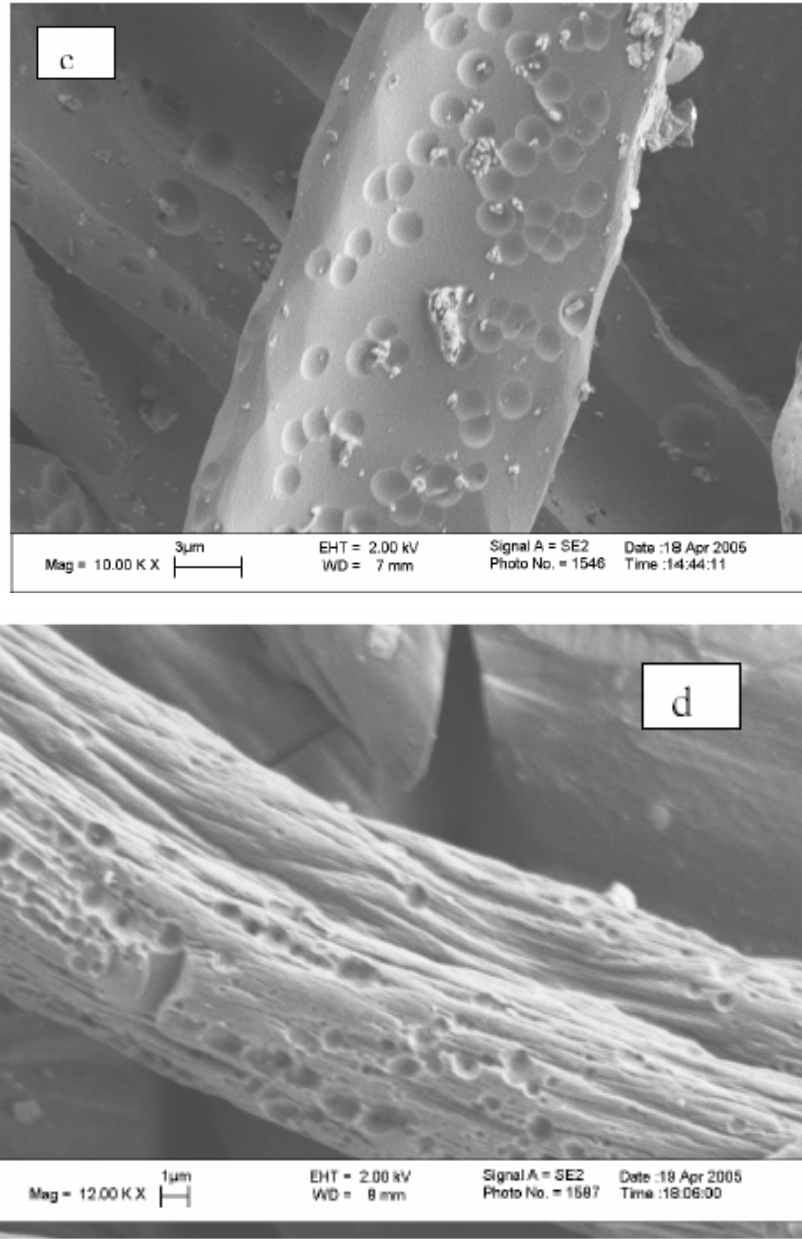
Şekil 1.15. Conceptual diagram of dye adsorption on activated carbon fiber as proposed by the bottle-neck model [27].

1. 5.3.8.1. Aktif-Karbon Lifinin üretimi

Geleneksel olarak aktive edilmiş karbon liflerinin üretimi 3 adımda gerçekleşir:

- 1-Stabilizasyon veya termal kararlılığın (yanma direncinin) sağlanması,
- 2-Karbonizasyon (Oksijensiz ortamda ve asal gaz ortamında, azot veya argon gazı ortamında),
- 3-Aktivasyon (karbon dioksit veya su buharı ortamında, 850-1000°C)

(kimyasal olarak veya son aşamada karbondioksit, hava veya su buharı gibi gaz ortamında). Bu aşamada karbonizasyon sonucunda karbon liflerine gözenekli bir yapı kazandırılmaktadır (Şekil 1.16.).



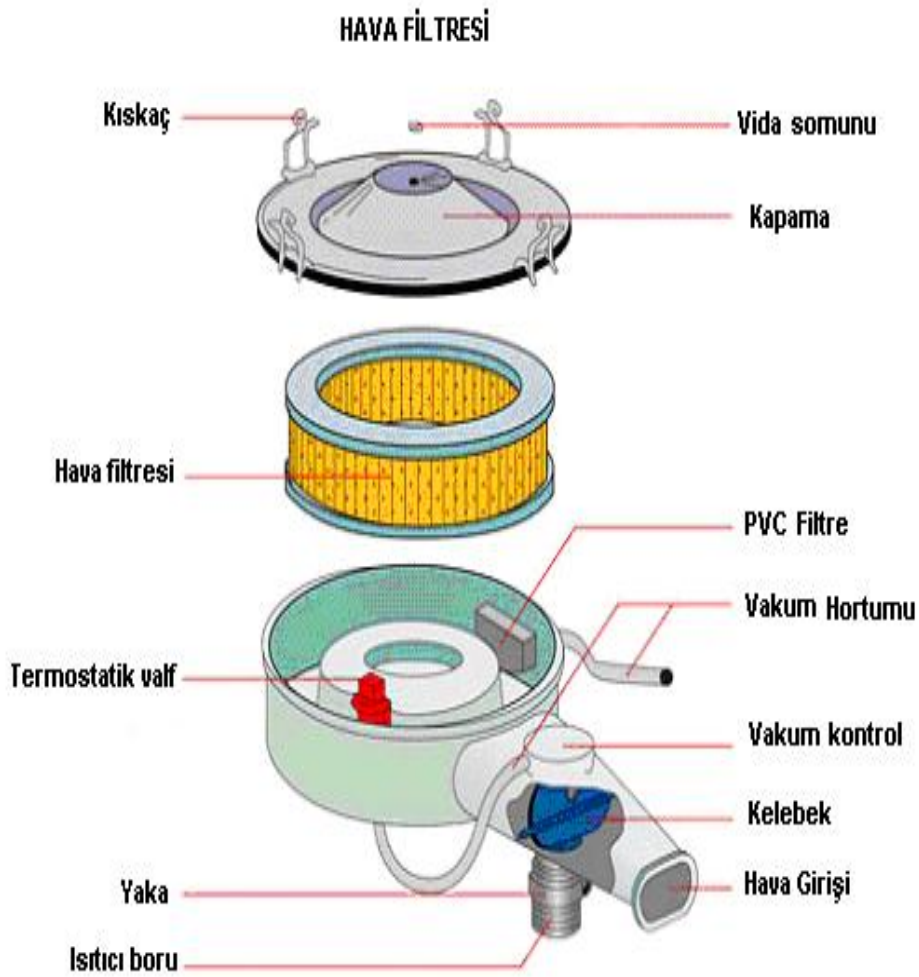
Şekil 1.16. Aktif karbon lifinin gözenekli yapısı (Görüntü SEM ile elde edilmiştir) [60].

Termal kararlılığın sağlanması ile genellikle selüloz esaslı lifler karbonizasyon aşamasına hazır hale getirilmektedir. Bu aşamada lifler aleve, ısıya ve yanmaya direnç kazanırlar ve yüksek sıcaklıklarda oksijensiz ortamda gerçekleşen karbonizasyon ve aktivasyon aşamalarına hazır hale gelirler. Karbonizasyon aşaması genellikle azot ortamında gerçekleşmekte ve aktivasyon ise genellikle kimyasal yöntemler ile veya oksitleyici gaz ortamında gerçekleşmektedir. Bu amaç için karbondioksit, buhar veya hava veya gaz karışımları kullanılabilir. Aktivasyon gazı olarak genellikle temiz,

kolay kullanılabilmesinden dolayı ve aktivasyon işleminde 800 °C civarında yavaş reaksiyon hızı olmasından dolayı karbon dioksit tercih edilmektedir [61].

Karbonizasyon sıcaklığı genel olarak 400 °C ile 850 °C arasında değişebilmekte olup aktivasyon sıcaklığı ise 600 °C ile 900 °C arasında değişmektedir.

Son yıllarda aktif karbon lifleri ve bunlardan üretilen aktif-karbon kumaşları ticari olarak üretilmeye ve yaygın olarak savunma sektöründe kullanılmaya başlamıştır. Aktif karbon kumaş diğer aktif karbon malzemelere göre daha hızlı adsorpsiyon, yüksek buhar yüklemeye, yüksek filtreleme, daha az alanda filtreleme yataklarına gereksinim hissettirmesi, ve rutubetli ortamlarda daha iyi performans sergileme gibi özelliklerinden dolayı tercih edilmeye başlamıştır.



Şekil 1.17. Aktif-karbon lif esaslı hava filtresi

(Şekil 1.17.)Kabin hava filtreleri dört ayrı tabakadan oluşmaktadır. Bu sayede araç içerisinde bulunan havanın temiz kalması sağlanır. Ön filtre daha büyük parçacıkları yakalarken, mikro elyaf kumaş, polenleri ve bakterileri tutar. Taşıyıcı kumaş ise filtreyi sabitlemeye yararken, aktif karbon tabakası da ozon ve egzoz dumanları gibi sağlıksız ve kötü kokan gazları yok eder. Bu yeni filtre sistemi, tüneller ve trafik tıkanıklığı gibi aşırı şartlar altında dahi araç klimasının ve üfleyici fanın performanslarından bir şey kaybetmeden çalışmasını sağlar.

1.5.4. BUHAR FAZ UYGULAMALARININ KULLANIM ALANLARI

1.5.4.1. Çözücü geri kazanımı

Aktif karbonun endüstriyel alandaki önemli uygulamalarından biri çözücü geri kazanımıdır [2]. Aktif karbonla çözücünün geri kazanıldığı sistemler hızlı ve etkili çalışmaktadır. Çözücünün kazanımı %85–95 oranında sağlanmaktadır [8]. Organik bileşikler, uçuculuk ve çözücülük gibi özellikleri sayesinde boya, yapıştırıcı, polimerler ve patlayıcıların üretimi, kuru temizleme, tohumlardan yağ çıkarma gibi endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Organik çözücülerin yüksek uçuculuk özellikleri, atmosfere doğrudan verildiğinde yangın, patlama ve sağlık problemleri gibi olumsuz sonuçlara yol açabilmektedir. Buhar toplama ve çözücülerin geri kazanımı sayesinde bu problemlerin çözülmesi ve çözücülerin yeniden kullanımı ile uygulamalar daha ekonomik hale getirilebilmektedir [2]. Aktif karbonlar, adsorpsiyon ve sonrasında desorpsiyon (genellikle periyodik süreçlerde) ile çözücülerin geri kazanımı için etkin olarak kullanılmaktadır. Çözücü yüklü hava, aktif karbon yatağından geçirilir. Bu sırada soğurulan çözücüler, daha sonra buhar kullanılarak desorbe edilir, temiz hava atmosfere verilirken, çözücü yüklü buhar ikinci soğurgana gider. Bundan sonra ise düşük basınçlı buhar ile desorbe edilen çözücü, yoğunlaştırılır ve damıtma veya faz ayrılması yoluyla ayrılır. Daha sonra çözücü sisteme geri beslenir [2]. Çözücü geri kazanımı için kullanılan aktif karbonların yapısı çoğunlukla mikro gözeneklidir. Mikro gözenekler, hava içinde düşük derişimlerde bulunan aseton gibi küçük buhar moleküllerini yakalamak için güçlü adsorpsiyon özellikleri sağlarlar.

Tablo 1.5. Çözücü geri kazanımı [16].

Endüstri Alanı	Çözücü
Plastik Film ve Folyo	Eter, aseton, metil etil keton, alkoller, metil klorür, tetrahidrofuran
Baskı	Toluen, triklor etan, n – hekzan, petrol eteri
Lastik, Kauçuk	Benzen, toluen, petrol eteri
Kuru Temizleme	Tetrakloreten, floroklorohidrokarbon
Sentetik Deri ve Fiberler	Alkol, aseton, esterler, hekzan, toluen, Dimetilformamit
Yapıştırıcılar	Petrol eteri, hekzan, toluen

Son yıllarda, benzen ve sikloheksanon gibi daha ağır buharların geri kazanım esnasında mikro gözeneklerden uzaklaştırılması zor olduğundan, daha çok mezo gözenekli aktif karbonlar kullanılmaya başlanmıştır [17]. Çeşitli endüstriyel uygulamalarda çözücü kazanımına ilişkin örnekler Tablo 1.5’te verilmiştir [16].

1.5.4.2. Koruyucu filtreleri

Askeri alanda

İlk olarak 1. Dünya Savaşı sırasında Almanlar’ın, klor gazı kullanmalarından dolayı koruyucu filtre ihtiyacı doğmuştur. Bu amaçla tanecikli aktif karbon içeren gaz maskeleri üretilmiştir. Kimyasal savaş tehlikesinin devam etmesi gaz maskelerinin daha da gelişmesine olanak sağlamıştır. Aktif karbon aynı zamanda cilt üzerinden insan vücuduna nüfuz eden sinir gazlarına karşı da koruma sağlamaktadır. Bunun için hızlı ve etkin adsorpsiyona izin verecek şekilde ince veya fiberler şeklinde aktif karbon içeren koruyucu giysiler kullanılmaktadır [2].

Endüstriyel alanda

Askeri alanda olduğu gibi endüstride çalışanlar da zararlı gazlarla karşılaşabilirler. Askeri alanda kullanılan teknoloji endüstriyel alanlara da adapte edilmektedir. Havadaki kirleticileri adsorplamak için maksimum adsorplama kapasitesine sahip aktif karbon

filtreler havalandırma ünitelerinde kullanılabilmektedirler [2]. Örneğin barut, plastik endüstrileri, boya ve vernik endüstrileri, suni deri endüstrileri gazları gibi, atmosfer için kirlilik yaratan gazların tutulmasında kullanılmaktadır. havanın temizlenmesi için, 10 ppm altındaki kirlilik derişimlerinde (genellikle 2–3 ppm) levha şeklinde karbon fiberler kullanılabilmektedir. Bu filtrelerle uzun süre çalışılabilmektedir. Fakat rejenerasyonu pahalıdır. Hava kirlilik kontrolü, kirlilik derişimi arttıkça farklı adımlarla gerçekleştirilir. Etkinliğini kaybeden karbonlar buhar, hava veya toksik olmayan gazlarla rejenere edilebilmektedir. Mikro gözenekliliği yüksek karbonlar, yaşam alanlarındaki düşük kirlilik derişimine sahip havanın temizlenmesi için uygundur. Atmosferdeki kirliliği kontrol için kullanılan aktif karbonlarda 10–500 ppm arasında değişen derişimlerde yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahip karbonlar kullanılmalıdır. Bu karbonların gözenek yarıçaplarını belirlemek zordur. Fakat mezo ve süpermikro gözenek dağılımı tercih edilmektedir [24].

Nükleer alanda

İyot bileşikleriyle doyurulmuş aktif karbon atmosferdeki radyoaktif iyot bileşiklerini uzaklaştırmak için kullanılır. Bu işlem izotop değişimiyle olmaktadır. Bazı ülkelerde tetraetilendiamin (TEDA) ile doyurulmuş aktif karbon kullanılır. Bu durumda radyoaktivite yüklenmiş iyot bileşenleri tuz formunda uzaklaştırılmaktadır [16].

Diğer uygulamalar nükleer termik santrallerden gelen kripton ve ksenon radyonükleoidlerin kontrolünü içeren fiziksel adsorpsiyona dayanır. Kısa süreli yaşayan izotopların radyoaktif bozunmasına izin vererek adsorplanmalarını sağlamak için gazlar aktif karbondan geçerken yeteri kadar bekletilmektedir. Bu amaçla yüksek miktarda mikro gözenek içeren Hindistan cevizi kabuğu veya kömür esaslı aktif karbon kullanılmaktadır. Aktif karbonun yenilenmesi (regeneration) işlemine radyoaktif bozunma bittikten sonra başlanılabilir [2].

1.5.4.3. Gaz saflaştırma

Kimyasal endüstrilerde saf gazların üretimi, zehirli gazlara karşı koruma, havalandırma sistemleri, sıkıştırılmış havadaki kompresör yağlarının uzaklaştırılması ve kirli havanın saflaştırılması gibi birçok gaz saflaştırma sürecinde aktif karbon kullanılmaktadır. İstenmeyen gazlar veya buharlar aktif karbon üzerine adsorplanır. Katalizörler veya hassas moleküler elekler üzerinden geçmeden önce gazlardan hidrokarbonatların

uzaklaştırılmasında aktif karbon kullanılmaktadır. Hidrojen sülfür, potasyum iyodürle doyunlaştırılmış aktif karbon ile oksijenli ortamda elementel kükürde dönüştürebilir. Bu tepkime kirli havanın saflaştırılması için endüstriyel uygulamalarda kullanılmaktadır. Bu süreç karbon disülfür geri kazanımıyla birleştirilir.

Karbon oksisülfür, karbon disülfür ve tiyoller gibi organik sülfür bileşikleri; yüksek sıcaklıklarda alkali karbon üzerinde aşırı oksijen içeren nemli gazlardan uzaklaştırılır [16].

Kömür, yağ, doğal gaz gibi fosil yakıtlarda az miktarda cıva bulunmaktadır. Bu yakıtların, ısı ve enerji üreten tesislerde kullanılmasıyla zehirli cıva buharları açığa çıkmaktadır. Kükürtle doyunlaştırılmış tanecikli aktif karbon, kirlenmiş gazlardan karbon üzerinde cıvadisülfür şeklinde cıvanın uzaklaştırılmasında etkin olarak kullanılmaktadır [2]. Gaz ayrımı ve saflaştırılmasındaki diğer kullanım alanları ise; doğal gazdan propan ve diğer ağır bileşenlerin ayrılması, hidrojen, azot, helyum, amonyak, CO₂ ve CO gibi gazlardan safsızlıkların uzaklaştırılması olarak sıralanabilir [28].

1.5.4.4. Gaz emisyon kontrolü

Aktif karbonun otomotiv alanında temel uygulaması yakıt sistemlerinden çıkan gazların tutulmasıdır [17]. Motorlu araçlardan çıkan gazların çevreyi kirletmesini engellemek için aktif karbon filtreler kullanılmaktadır. Araç sıcak ortamlara maruz kaldığında (örneğin güneş altında bırakıldığında) benzin deposundan buharlaşan yakıt aktif karbon tarafından adsorplanır, araç çalıştırıldığında ise desorplanır ve karbüratör için gerekli temiz hava karbon kartuş içinden emilir [16]. Gaz emisyon kontrolünde kullanılan aktif karbonun yüksek sertlik, buhar altında çalışma kapasitesi ve yüksek doyunluk derecesine sahip olması gerekmektedir [2].

1.5.4.5. Kimyasal tepkimeyle kontrol

Emisyonları önlemek için gazların tutulması, aktif karbonun veya emdirilen maddelerin kimyasal özelliklerine bağlı olabilmektedir. Karbon yüzeyi ile katalize edilen oksidasyon tepkimeleri bazı emisyon kontrol stratejileri için temeldir. Termik santral baca gazlarından atılan kükürtdioksit (SO₂), kükürttrioksit (SO₃)'e yükseltgenerek ve

suyla tepkimeye girerek uçucu olmayan sülfürik aside, hidrojen sülfür (H_2S) ise oksijen varlığında kükürde dönüştüğünden uzaklaştırılabilmektedir [17].

1.5.4.6. Gaz depolama

Mikro gözeneklerde tutulan gaz molekülleri üzerinde rol oynayan adsorpsiyon güçleri adsorplanan maddeleri yoğunlaştırmaktadır. Sonuç olarak, kuvvetli adsorplanamayan sıkıştırılmış gazları depolamak için aktif karbon, basınç düşüren ortam olarak belirlenmiştir. Yüksek kapasiteli karbonla yapılan son modern çalışmalar, doğal gazla çalışan yolcu taşıma araçlarına yönlendirilmiştir. Aktif karbona depolanan doğal gaz, ticari olarak taşınabilir silindirik tüplerde kullanılmaktadır. Bu silindirler 2000 kPa'da tekrar kolaylıkla doldurulabilmekte ve 6000 kPa (59 atm) basınçlı konvansiyonel tüpler kadar gaz tutabilmektedirler [17].

1.5.4.7. Kataliz

Katalizör en temel anlamda; mevcut aktivasyon şartlarında yavaş ilerleyen tepkimenin hızını artıran ve tepkimeler sonucunda hiçbir şekilde ürünler tarafında yer almayan kimyasal madde veya maddeler olarak tanımlanır. Bugün kimya endüstrisinde pek çok üretim ve süreç katalistlerin yardımıyla gerçekleşmektedir. Katalizörün en genel maksadı reaktant bileşiklerin moleküler bağlarını zayıflatmak veya koparmak suretiyle arzulanan tepkimenin gerçekleşmesini ve ürünlerin oluşumunu sağlamaktır.

Aktif karbonun geniş iç yüzey alanı ve yüzey aktivitesi, katalizör ve katalizör destekleyici olarak kullanılmasına olanak sağlar [2]. Bazı uygulamalarda, örneğin kükürdioksit ve klorürden sülfüril klorürün oluşmasında tek başına kullanılmaktadır. Ama çoğunlukla diğer katalizörlere taşıyıcı olarak işlev görmektedir. Taşıyıcı olarak kullanıldığında sadece geniş yüzey sağlamakla kalmayıp aynı zamanda da tepkime hızını yükseltici rol almaktadır [18]. Aktif karbon yüzeyinin katalitik özelliklerinden hem organik hem de inorganik sentezlerde yararlanılır. Örneğin aktif karbon, karbonmonoksit ve klordan fosgen üretiminde katalizör görevi görmektedir [17]. Ticari olarak farklı uygulama alanlarında kullanılan aktif karbonlara ait özellikler Tablo 1.6.'da verilmiştir [18].

Tablo 1.6. Farklı uygulama alanları için aktif karbon özellikleri [18]

ÖZELLİKLER	UYGULAMA ALANLARI					
	Gaz ve Buhar Geri Kazanımında	Gaz Maskeleri İçin	Suyun Temizlenmesi İçin		Renk Gidermede	Katalizör Olarak
Tane Boyutu (mm)	4	1-2	0,5-3	0,08	0,001-0,2	2-4
Yığın Yoğunluğu (g/L)	320-400	350-500	300-400	350-500	300-650	350-500
Gözeneklilik	Makro, Mezo ve Mikro	Mezo ve Mikro	Mikro	Mikro	Makro, Mezo ve Mikro	Makro, Mezo ve Mikro
Özgül İç Yüzey Alanı (m ² /g)	600-1200	500-1000	300-800	300-800	400-1200	600-1200
Benzol Adsorplama Kapasitesi (20°C'de %90 Buhar Yoğunluğunda g/100 g Karbonunda Kapasite)	50-80	50-80	20-50	20-50	40-100	50-80
Melas Faktörü (Renk Değiştirme Gücü)	-	-	3-7	3-7	0,7-5	-
Fenol Adsorplama (1 mg Fenol/L Çözeltide % Fenol/g Karbon)		- ≈2	2-5	2-5	1-3	-
Metilen Mavisi Testi (100 g Karbon kullanılarak 5 dakikada tamamen renksizleştirilebilen %0,15'lik metilen mavisi çözeltisi hacmi)	4-10	4-20	4-8	4-8	4-40	-

1.5.5. Sıvı Faz Uygulamalarının Kullanım Alanları

1.5.5.1. İçme suyu uygulamaları

Sıvı faz uygulamalarında kullanılan aktif karbonların yaklaşık % 24'ü içme suyu işlemlerinde kullanılmaktadır. Nehirler, ırmaklar, göller ve kuyular gibi içme suyu kaynaklarının çoğu bakteri, virüs, bozunmuş bitki örtüsü, halojenli maddeler ve uçucu organik bileşiklerle kirlenmiş durumdadır. Normal su dezenfeksiyonu ve filtrasyonu işlemleri bu maddelerin uzaklaştırılması veya dönüştürülmesi şeklindedir. Bununla birlikte aktif karbon bu işlemlere, zehirli ve diğer organik maddelerin uzaklaştırılması, buna ilave olarak da sudaki kötü kokuların giderilmesi gibi önemli bir basamağı eklemiştir [17].

1.5.5.2. Yeraltı suları iyileştirmeleri

1980'lerde yeraltı sularındaki kirlilik miktarının artışıyla birlikte 1984 yılında EPA (Environmental Protection Agency) tarafından Yeraltı Sularının Koruma Örgütü (Office of Groundwater Protection) kurulmuştur. Bu olay yeraltı suları iyileştirilmesinde aktif karbon kullanımını artırmış, bunun sonucunda da sıvı faz adsorpsiyonunda kullanılan toplam aktif karbon miktarı % 4 artmıştır. Yeraltı sularını temizlemede aktif karbon iki farklı yöntem şeklinde kullanılabilir. Birinci yol toz haline getirilmiş, tanecikli veya şekilli formdaki aktif karbonun kirletici maddeleri sudan doğrudan adsorplaması şeklindeki geleneksel yöntemdir. Diğer yöntem ise uçucuların sudan havaya yardımıyla sıyrılması, daha sonra bu havanın karbon yataktan geçerken uçucuların da ayrılması şeklindeki metottur [17].

1.5.5.3. Endüstriyel ve evsel atık suların işlemleri

Atık su işlemleri, Amerika'daki sıvı faz aktif karbon kullanımının % 21'ini oluşturmaktadır. Atık sular, çevreye verilmeden önce uzaklaştırılması veya yok edilmesi gereken zararlı mikroorganizmalar, askıda katılar, toksik organik ve inorganik bileşikler gibi parçacıklar içermektedir. Üçlü iyileştirme sisteminde toz haldeki, tanecikli veya şekilli aktif karbon, birincil filtrasyon ve ikincil biyolojik uygulamayı takiben kalan toksik ve diğer organik bileşiklerin uzaklaştırılması için kullanılabilir [17].

Şeker endüstrisinde aktif karbon şeker şurubundan renk veren maddelerin uzaklaştırılmasında kullanılmaktadır. Bu, şekerin görünüşünü iyileştirmek için yapılan bir işlemdir. Aynı zamanda aktif karbonla muamele, kollodial maddeleri ve yüzey aktif maddeleri uzaklaştırmakta, yüzey gerilimini artırmakta ve viskozitesini azaltmaya yardımcı olmaktadır. Bu da şekerin kristalizasyonunu hızlandırmaktadır. Zamanla kullanılan aktif karbonun etkinliği azalmaktadır. Bu durumda aktif karbon suyla yıkanıp, ısıtılarak yeniden kullanıma hazır hale getirilmektedir [6].

1.5.5.4. Renk giderme

Sıvı faz aktif karbonların % 21'i şeker ve mısır şurubu saflaştırılmasında kullanılmaktadır. Beyaz şeker, şeker pancarı ve şeker kamışı suyundan elde edilmektedir. Elde edilen çözeltide renk giderimi aktif karbon veya iyon değişimli reçine yardımıyla yapılmaktadır. Yüksek fruktozlu mısır tatlandırıcıları mısır nişastasının hidroliziyle üretilir. Hoş olmayan tat ve koku, aktif karbonla uzaklaştırılır [17].

Şeker kamışından şeker üretimi konusundaki ilk çalışma Amerika Şeker Rafinerileri Şirketi tarafından gerçekleştirilmiştir [28].

1.5.5.5. Kimyasal süreçlerde

Kimyasal süreçlerdeki aktif karbon kullanımı toplamın % 8'i kadardır. Yüksek kaliteye ulaşmak için aktif karbonla kirlilik uzaklaştırılmaktadır. Şap, soda külü ve potasyum hidroksit üretimi sırasında, çözeltiden organik bileşikleri uzaklaştırmak buna örnek olarak verilebilir [17].

1.5.5.6. Yiyecek, içecek ve yemeklik yağ

Sıvı faz aktif karbonların yaklaşık % 6'sı bu alanda kullanılmaktadır. Yenilebilir gıda maddesi haline gelmeden önce nebati ve hayvansal yağlar, aktif karbon kullanmak suretiyle organik ve inorganik bileşiklerden arındırılarak rafine edilirler. Aktif karbon gıda saflaştırma süreçlerinde yaygın olarak kullanılmaktadır. Pek çok gıda ürünü kristallendirme ve damıtma gibi yöntemlerle saflaştırılamaz. Aktif karbonun kullanılmasıyla gıda maddelerinde sadece safsızlıkların giderilmesine çalışılır, böylece ürünün başka değerlerine zarar verilmez [17].

Yenilebilir yağın rafinasyonunda karşılaşılan problemlerin giderilmesinde aktif karbon özellikle renk ve koku giderme işlemlerinde kullanılmaktadır. Hayvansal yağlardan kırmızı, mavi ve yeşil pigmentlerin uzaklaştırılmasında ağartma toprağı ve aktif karbon kullanılır. Bu iki soğurgan kıyaslandığında; aktif karbon ağırlığının % 70'i kadar pigment adrosplarken, ağartma toprağında bu oran % 30 kadardır. Ancak aktif karbon ağartma toprağına kıyasla daha pahalı olduğundan, bu iki soğurganın karışımı tercih edilmektedir. Aktif karbon daha önce de belirtildiğı gibi yalnızca renk gidermede değil, yağlarda koku veren maddelerin uzaklaştırılmasında da kullanılmaktadır. Yağlarda koku oluşmasına sebep olan maddeler PAH (polisiklik aromatik hidrokarbon) olarak adlandırılmaktadır. Hafif PAH olarak değerlendirilebilenleri buharla koku giderme yöntemi ile yağdan uzaklaştırılabilir. Ancak ağır PAH (5, 6 ve 7 aromatik halka içeren) olarak değerlendirilebilenler için bu yöntem başarılı olmamakta ve bu maddelerin adsorpsiyonunda aktif karbon kullanılmaktadır [28].

1.5.5.7. Alkollü içkilerde kullanımı

Alkollü içeceklerin üretiminde aktif karbon, istenmeyen tat ve kokuların giderilmesinde etkin olarak kullanılmaktadır. Viski ilk damıtıldığı zaman hiç de hoş olmayan bir tada sahiptir. Aktif karbon ile hoş olmayan tadı veren maddelerin çoğı uzaklaştırılır ve sonuçta elde edilen içkinin depolanmasına da olanak sağlanır. Şarap, bira, konyak gibi maddeler alkollü içeceklerin üretimi esnasında da aktif karbon kullanılmaktadır [18].

1.5.5.8. Eczacılıkta kullanımı

Sıvı ve buhar faz uygulamalarının % 6 kadarını içermektedir. Aktif karbon pek çok kimyasal ve ilaç üretim süreçlerinde kullanılmaktadır. Bu sayede düşük maliyetle üretim ve kolay depolanma gibi avantajlar sağlanmaktadır [28]. Çoğı antibiyotik, vitamin ve steroidler, fermentasyon ürünlerinden çözücü özütlemesi (solvent ekstraksiyon) ve damıtımı izleyen karbon adrospsiyonu ile ayrılır [17]. Aktif karbon, aynı zamanda zehirlenmelere karşı oral olarak da kullanılabilir [30].

1.5.6. Diğer uygulamalar

Küçük karbon filtrelerle musluk suyunun saflaştırılması; yağ boya ve diğer organiklerin kuru temizleme ve geri dönüşüm sistemlerinde adsorplanması; kötü kokuların giderilmesi; kandaki toksinlerin elektrodializ yardımıyla uzaklaştırılması gibi birçok alanda kullanılmaktadır [17].

Trigliseritler, bitkisel ve hayvansal kaynaklardan elde edilen yağ ve gliseritlerin başlıca içeriğidir. Ham yağ, az miktarlarda serbest yağ asidi ve diğer bileşenleri içermektedir. Yağın içerdiği kirlilikler üç aşamada giderilmektedir; nötralizasyon, ağartma ve koku giderme. Aktif karbonun renk veren ve koku veren maddeleri uzaklaştırma özelliği vardır. Burada dikkat edilmesi gereken konu, kullanılan aktif karbonun pH'ının 5–8 arasında olmasıdır. Aktif karbonunu küçük miktarlardaki ilavesi bile istenilen etkiyi yaratmaktadır [8].

Aktif karbonun, dünyadaki çevresel uygulama ve su temizleme alanlarındaki kullanımı, yıllık 300 milyon kg olup, bu değer her yıl % 7 oranında artış göstermektedir [2].

1.6. Adsorpsiyon

Adsorpsiyon, akışkan fazda çözülmüş haldeki belirli bileşenlerin bir katı adsorbent yüzeyine tutunmasına dayanan ve faz yüzeyinde görülen yüze tutunma olayıdır. Katı örgüsü içinde bulunan iyonlar, çekim kuvvetlerince dengelenmiştir. Ancak katı yüzeyindeki atomların dengelenmemiş kuvvetleri, çözeltideki maddeleri katı yüzeyine çekerler ve yüzey kuvvetleri dengelenmiş olur. Bu şekilde çözeltideki maddelerin katı yüzeyine adsorpsiyonu gerçekleşir. Adsorpsiyon işleminde adsorplanan türlere adsorbant denir. Adsorbantlar bir ya da birden fazla sayıda olabilir. Yüzeyinde adsorpsiyon gerçekleşen madde ise adsorbenttir. İyi bir adsorbentin temel özelliği, birim kütle başına geniş yüzey alanına sahip olmasıdır.

Günümüzde adsorpsiyon bir çok doğal fiziksel, kimyasal ve biyolojik işlemde önem taşımaktadır. Ayrıca adsorpsiyon prosesi, atıksulardaki organik ve kimyasal kirlleticilerin uygun bir katı yüzey üzerine tutularak giderilmesi işleminde de sıklıkla kullanılmaktadır.

Adsorplayan madde yüzeyi ile adsorplanan kimyasal arasındaki çekim kuvvetlerine bağlı olarak gerçekleşen üç tür adsorpsiyon işlemi tanımlanmaktadır.

i. Fiziksel Adsorpsiyon: Katı yüzey ile adsorplanan madde molekülleri arasındaki çekim kuvvetleri sonucu oluşan adsorpsiyon olayıdır. Burada zayıf van der Waals kuvvetleri etkindir.

ii. Kimyasal Adsorpsiyon: Adsorplanan madde ile katı yüzey arasındaki fonksiyonel grupların kimyasal etkileşimi ile oluşan adsorpsiyondur.

iii. İyonik Adsorpsiyon: Elektrostatik çekim kuvvetlerinin etkisi ile iyonlar yüzeydeki yüklü bölgelere tutunmaktadır. Burada adsorplayan ile adsorplananın iyonik güçleri önemlidir. İyonlar eş yüklü ise daha küçük olan tercihi olarak yüzeye tutulur. Çoğu adsorpsiyon olayında bu üçü birlikte veya ardarda görülür.

Adsorpsiyonu etkileyen bazı faktörler şunlardır:

pH: Hidronyum ve hidroksil iyonları kuvvetle adsorbe olduklarından, diğer iyonların adsorpsiyonu çözelti pH'sından etkilenir. Ayrıca asidik veya bazik bileşiklerin iyonizasyon derecesi de adsorpsiyonu etkiler.

Sıcaklık: Adsorpsiyon işlemi genellikle ısı veren bir tepkime biçiminde gerçekleşir. Bu nedenle azalan sıcaklık ile adsorpsiyon büyüklüğü artar. Açığa çıkan ısıнын genellikle fiziksel adsorpsiyonda yoğunlaşma veya kristalizasyon ısıları mertebesinde, kimyasal adsorpsiyonda ise kimyasal reaksiyon ısısı mertebesinde olduğu bilinmektedir.

Yüzey alanı: Adsorpsiyon bir yüzey işlemi olduğundan, adsorpsiyon büyüklüğü spesifik yüzey alanı ile orantılıdır. Adsorplayıcının partikül boyutunun küçük, yüzey alanının geniş ve gözenekli yapıda olması adsorpsiyonu artırır [29].

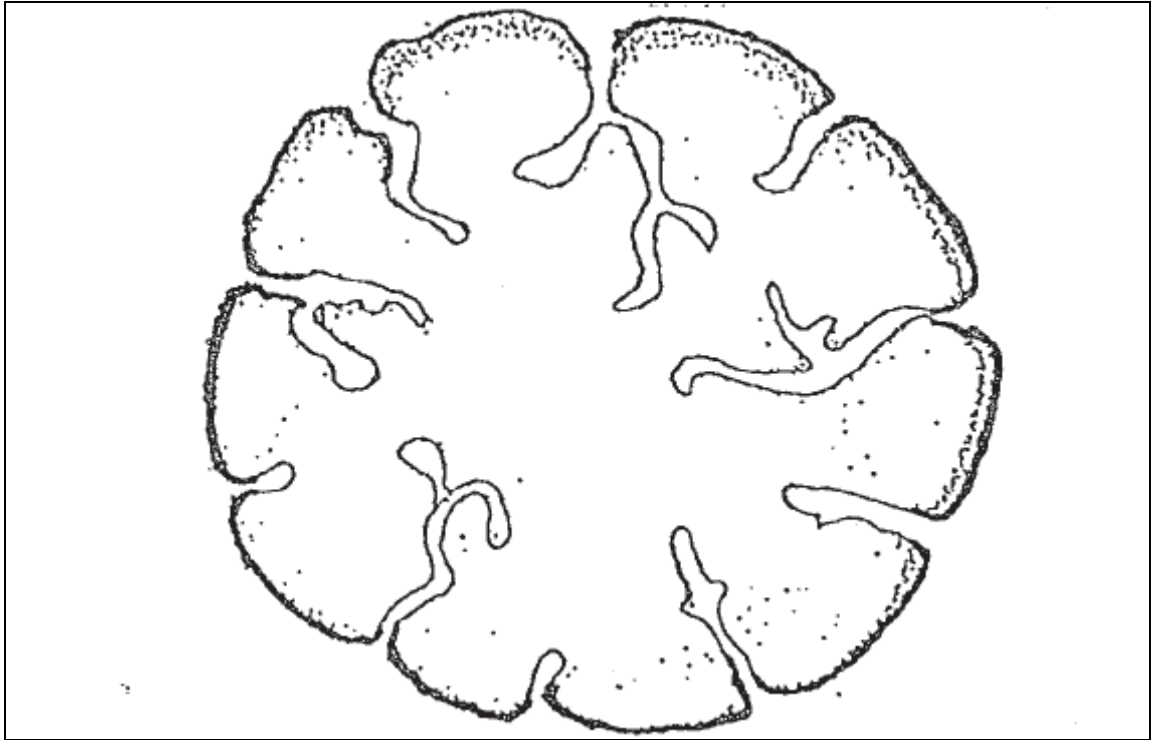
1.6.1. Aktif karbonun adsorbsiyonu

Aktif karbonun adsorbsiyon kapasitesi; aktivasyon boyunca gelişen gözeneklerin iç yüzey alanı, gözenek hacimlerine dağılımları ile ilgilidir.

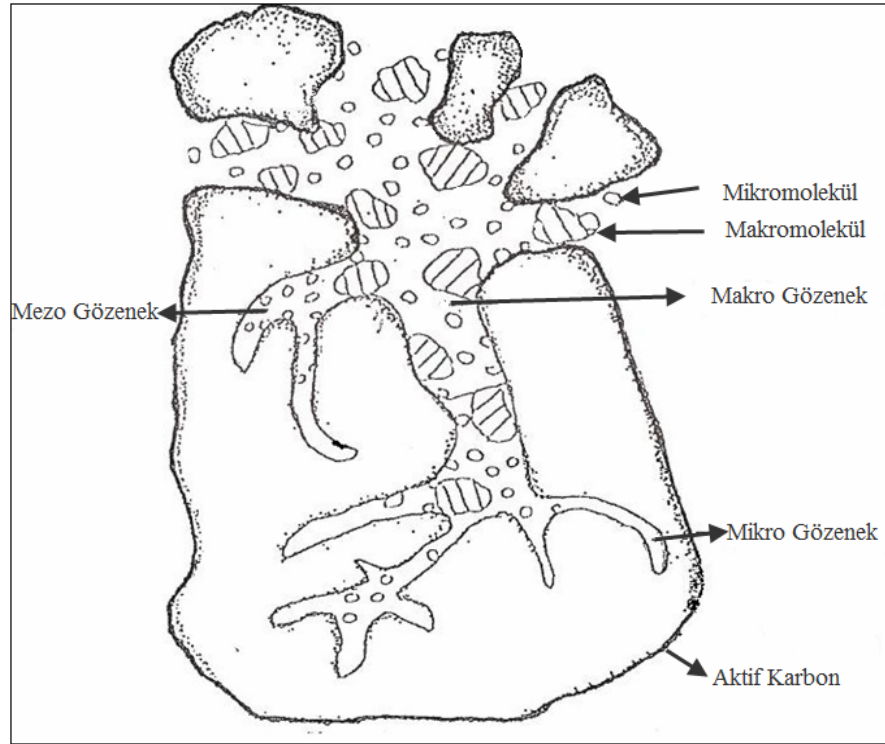
Gözeneklerin boyut dağılımı, aktif karbon partiküllerinin adsorbe ettiği moleküllerin boyut dağılımı ile tanımlanır. Şekil 1.18.' da aktif karbonun gözenek yapısı ve gözeneklerde moleküllerin adsorbsiyonu görülmektedir. Büyük moleküller mikro

gözenekleri tıkayarak kullanılabilir yüzey alanını azaltmaktadır. Küçük moleküller genellikle gözeneklerin en ince kılcal kesimlerine kadar nüfus ederler.

Karbonun adsorbsiyon işlemi, aktifkarbonun fiziksel karakteristiklerine olduğu gibi adsorbatın molekül boyutuna da bağlıdır. Adsorbsiyon sadece gözeneklere girebilecek moleküller için mümkündür. Karbonun adsorbsiyon hızı ve kapasitesi ile yüzey alanı arasında bir ilişki vardır. Buna göre; düşük yüzey alanına sahip aktif karbonun adsorbsiyon hızı yüksek, ancak adsorbsiyon kapasitesi düşüktür. Aktif karbonun adsorbsiyon işlemindeki etkinliği yüzey alanının artması ile artmaktadır. Bu durum adsorbsiyonda kritik bir faktördür. Aktif karbonun adsorbsiyon kapasitesinin belirlenmesinde; gaz fazda benzen, karbon tetraklorür (CCl_4), azot (N_2) ve sıvı fazda iyot, fenol, metilen blu adsorbsiyon testleri yapılmaktadır [21]. Şekil 1.19.'de, bir gaz veya sıvının katı tanecik tarafından adsorpsiyon mekanizmasını göstermektedir [19].

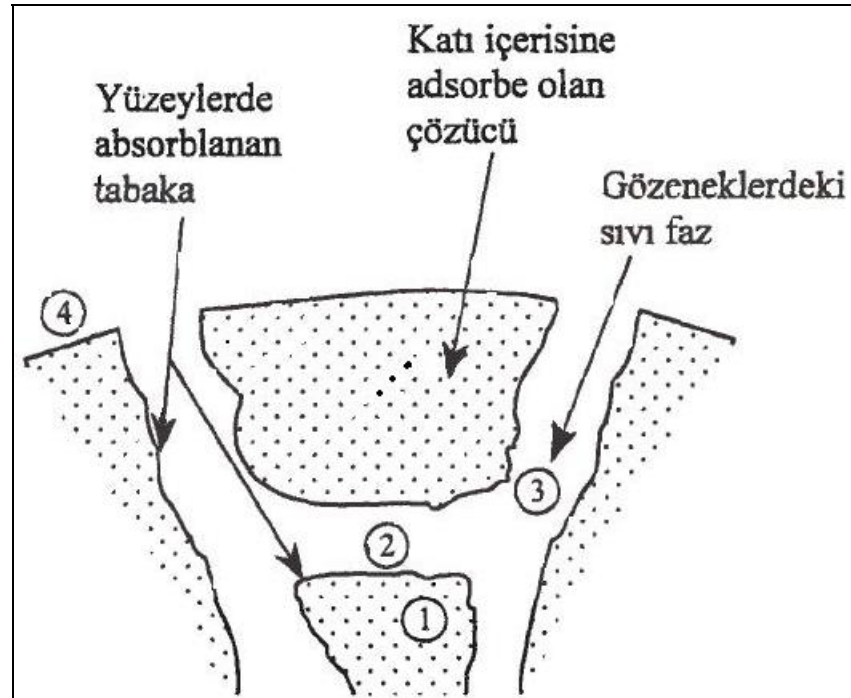


A: Gözenek Yapısı



B. Farklı molekülleri adsorbsiyonu

Şekil 1.18. Aktiv karbonun gözenek yapısı ve farklı molekülleri adsorbsiyonu [21]



Şekil 1.19. Bir adsorbent taneciğinde adsorbsiyon çeşitleri [19].

Şekil 1.19., taşınım mekanizmasındaki bağımsız kademelerin fiziksel yapısını ve yerlerini göstermektedir. Şekildeki numaralar kütle transfer mekanizmalarını göstermektedir. Her bir kademe farklı şekilde matematiksel olarak incelenebilir. Bu bağımsız kademeler şu şekilde ifade edilebilir:

1. Adsorplanmış durumda difüzyon. Bu kısım tanecik faz difüzyonu olarak da ifade edilmektedir.
2. Faz sınır tabakasında reaksiyon.
3. Tanecikler içinde sıvı fazda gözenek difüzyonu
4. Sorbent taneciklerin dış yüzeyleri ve onu çevreleyen akışkan faz arasındaki kütle transferi [19].

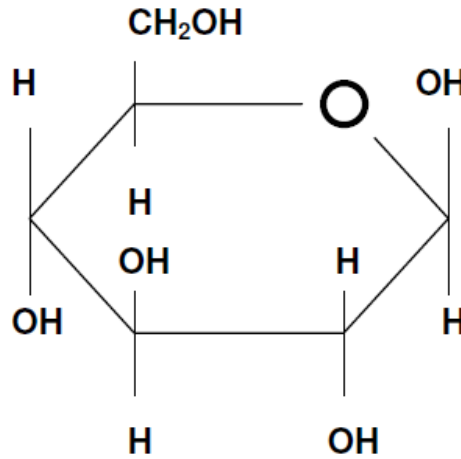
Aktif karbonun toplam yüzey alanı, gözenek yapısı ve dağılımı, yüzeyde bulunan fonksiyonel gruplar, aktif karbonun adsorplama davranımını etkileyen önemli parametrelerdir. Ağır metallerin, aktif karbon ile adsorpsiyon yöntemiyle uzaklaştırılması işleminde, aktif karbonun yüzey alan ve gözenekliliği yanında, aktif karbonun üzerinde bulunan yüzey komplekslerinin yapısı ve miktarı da önemli bir rol oynamaktadır. Aktif karbonların adsorplama özellikleri, yüzeyde bulunan oksijen içeren fonksiyonel grupların mevcudiyetinden önemli ölçüde etkilenmektedir [19].

2. BÖLÜM

MATERYAL YÖNTEM

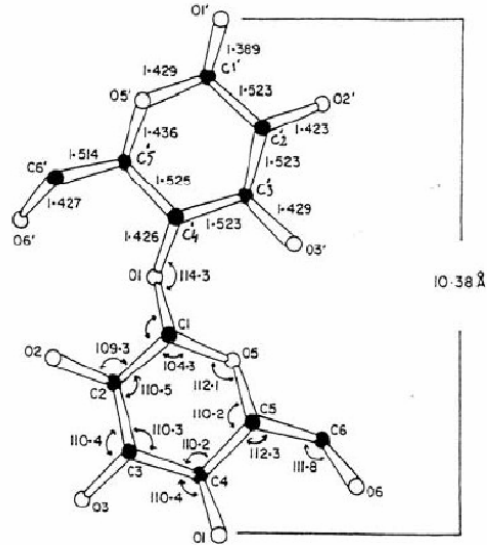
2.1. SELÜLOZ

Selüloz, doğada bitkiler tarafından sentez yoluyla oluşturulan organik bir maddedir. Kapalı formülü $(C_6H_{10}O_5)_n$ olan lineer bir polisakkarittir. Kimyasal yapısı % 44,4 C, % 6,2 H ve % 49,4 O içermektedir. Selüloz makromolekülleri 6 karbonlu bir monosakkarit olan glikoz yapıtaşlarından oluşmaktadır.



Şekil 2.1. β – glikoz [31].

Oluşumları sırasında n tane β –D glikoz yapıtaşı, 180° lik farklı duruşlarla 1. ve 4. karbon atomları üzerinden O köprüleri ile birbirlerine bağlanmaktadır. Bu bağlanma sırasında 1 mol su açığa çıkmaktadır. Piran halkası şeklinde bir yapıya sahip olan β –D glikozların aralarındaki oksijen köprüleri asetal bağları olarak da adlandırılmaktadır [31].

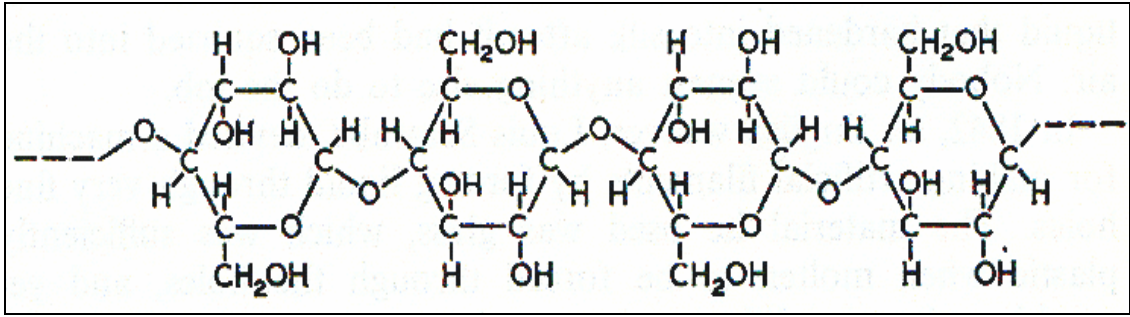


Şekil 2.2.. Selülozun zincir konfigürasyonu [32]



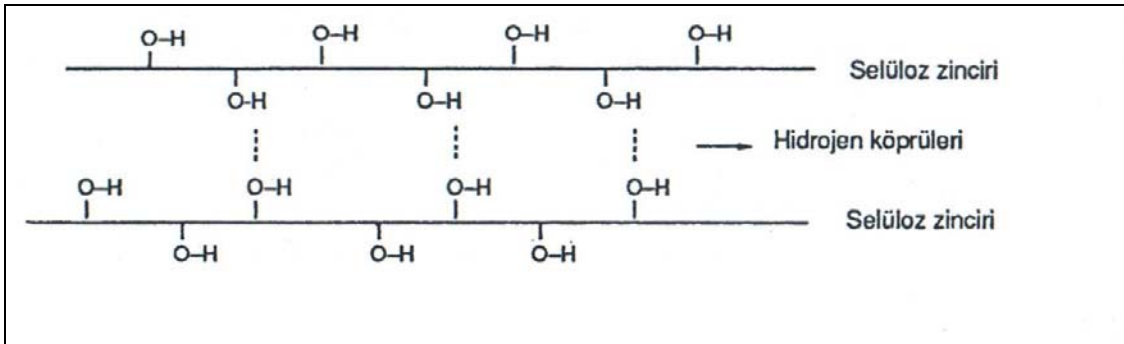
Şekil 2.3. Üç boyutlu uzayda zincir konfigürasyonun moleküler modeli (Atomlar:C,O, H) [32]

Karbonhidratlar moleküllerinde, aldehid veya keton şeklinde bir karboksil grubu ile çeşitli sayılarda alkol grupları içeren bileşiklerdir. Moleküllerinde altı veya daha az C atomu içerenlere monosakkarit, iki monosakkarit molekülünün birleşmesi ile meydana gelen bileşiklere disakkarit, çok sayıda monosakkaritin birbiri ile birleşmesinden oluşanlara da polisakkarit adı verilir. Selüloz, bir monosakkarit olan β -glüközün çok sayıda birbiri ile birleşmesi sonucu meydana gelmiş bir polisakkarittir.



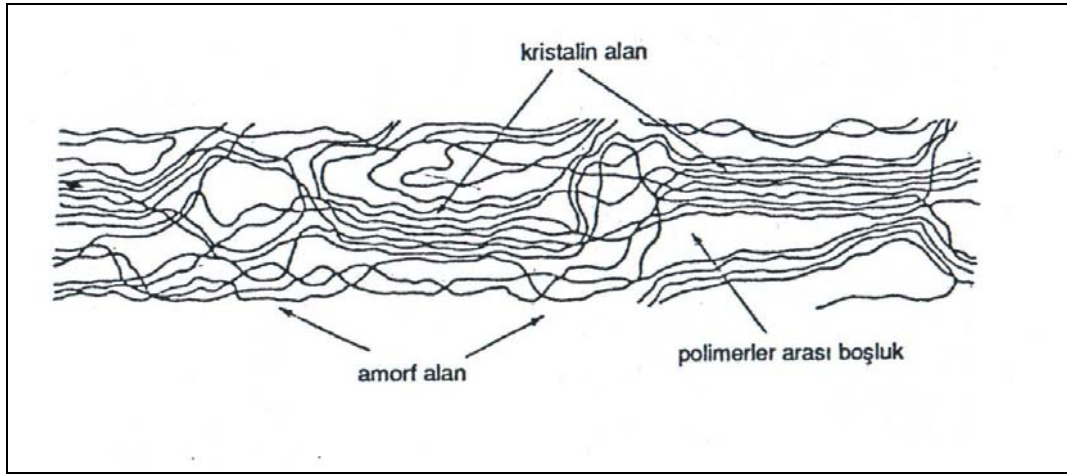
Şekil 2.4. Selüloz polimer zinciri

Selülozun elde edildiği kaynağa göre molekülün polimerizasyon derecesi (polimer molekülünde ki monomer sayısı) de değişmektedir. Pamuk selülozunun polimerizasyon derecesi 3000-6500, keten selülozunun 2500-9200, rejenere selülozik elyafın ise 250-400 arasındadır. Bir elyafta polimerizasyon derecesi ne kadar yüksek ise, mukavemeti ve teknolojik özellikleri o kadar yüksektir. Selüloz polimeri, dallanmış uzun zincirler oluşturur. Bu zincirler üzerinde bulunan primer ve sekonder alkol grupları karşılıklı etkileşerek H-köprülerini meydana getirir.



Şekil 2.5. Hidrojen köprülerinin oluşumu

Selüloz zincirleri birbirine paralel şekilde düzenlenmişse yukarıda görüldüğü üzere hidrojen köprüleri oluşarak sağlam bir şekilde bağlanırlar. Bu bağlanmalar sonucunda kristalin bölgeler oluşur. Polimer zincirlerinin birbirine paralel ve düzenli bir şekilde bulunduğu alanlara kristalin bölge, düzensiz ve karmaşık olarak bulunduğu alanlara da amorf bölge denilmektedir. Doğal selülozda kristalin bölgelerin oranı %70, rejenere selülozda %35-40 kadardır.



Şekil 2.6. Kristalin ve amorf alanlar

Amorf bölge oranı fazla olan liflerde;

- ✓ Fazla absorban bir yapı,
- ✓ Daha dayanıksız,
- ✓ Kimyasal reaktiflerden daha kolay etkilenme,
- ✓ Daha kolay boyanabilme,
- ✓ Daha yumuşak bir tuşe,
- ✓ Plastik ve kolayca bükülme.

Kristalin bölge oranı fazla olan liflerde ise;

- ✓ Daha az absorban yapı,
- ✓ Daha dayanıklı,
- ✓ Kimyasal reaktiflerden daha zor etkilenme,
- ✓ Daha zor boyanabilme,
- ✓ Daha sert bir tuşe,
- ✓ Daha az plastik ve zor bükülme gözlenir.

2.1.1. Selüloz maddesinin İç yapısı

Odunlardan ve bitkisel artıklardan elde edilen selüloz maddesi yalnız uzun selüloz makromolekülerinden oluşmamakta, aynı zamanda kısa selüloz makromolekülleri ve başka maddeler de içermektedir. Aşağıda odunlardan sülfite yöntemiyle elde edilen normal bir selüloz maddesinde bulunan maddelerin miktarları görülmektedir. Bu miktarlar odunun cinsine ve çalışma koşullarına göre daha da farklı olabilir.

α - Selüloz % 87,5 – 89,5

β - Selüloz % 3,5 – 6

γ - Selüloz % 4,5 – 7

Kül % 0,1 – 0,2

Reçineler % 0,4 – 0,7

Linyin % 0,05 – 0,1

Pentosanlar % 1,8 – 2,5

α – Selüloz: Selüloz maddesinin % 18’lik kostik çözeltisiyle belirli koşullar altında işlem görmesi sırasında çözülmeyen selüloz kısmına denir. α – Selülozu oluşturan makromoleküllerin ortalama polimerizasyon dereceleri (OP) yüksektir.

β – Selüloz: Selüloz maddesinin % 18’lik kostik çözeltisiyle belirli koşullar altında işlem görmesi sırasında çözülen fakat bu çözeltiye asetik asit ilave edince tekrar çöken kısmıdır. β – Selülozu oluşturan makromoleküllerin ortalama polimerizasyon dereceleri (OP) 200’ün altındadır.

γ – Selüloz: Yukarıda belirtildiği şekilde işleminden geçirilip asetik asit ile β – Selüloz çöktürülüp filtre edildikten sonra, çözeltiye alkol ilave edince çöken kısmıdır. γ – Selülozu oluşturan karbonhidrat moleküllerinin (oligomerlerinin) ortalama polimerizasyon dereceleri 10’un altındadır. Bir selüloz maddesindeki α – Selüloz miktarı ne kadar yüksekse, o kadar değerlidir. Özellikle viskoz yöntemine göre rejenere selüloz lifi elde edilirken, ilk adımda selüloz maddesi % 18’lik sud kostik ile muamele edildiğinden β ve γ kısmı çözünerek kayba uğramaktadır. Rejenere selüloz lifi eldesi için değerli bir hammadde olan linterlerde α – Selüloz oranı % 98,5 – 99 ‘a kadar çıkmaktadır. Odun içerisindeki selüloz makromoleküllerinin ortalama polimerizasyon dereceleri, doğal selüloz liflerinde olduğu gibi yüksektir. Fakat selülozu odundaki diğer maddelerden ayırmak için yapılan işlemler (selüloz maddesi eldesi) sırasında makromoleküller kısmen parçalanmaktadır. Dolayısıyla normal selüloz maddesindeki

makromoleküllerin ortalama polimerizasyon dereceleri 600 – 1200 civarındadır. Yüksek nitelikteki selüloz maddelerinde bu rakam 1750'ye kadar çıkmaktadır [41].

2.1.2. Selülozun özellikleri

Selüloz suda çözünmeyen bir maddedir. Aslında bir anhidroglikoz ünitesinde üç hidroksil grubunun bulunması bu molekülün suda çözünmesini kolaylaştırmaktadır. Ancak molekül zincirlerinin birbirlerine paralel olarak sıralanması ve molekül zincirleri arasında, -OH gruplarının Hidrojen Köprüleri oluşturması selülozun suda çözünmesini engellemektedir. Bağ yapmak suretiyle bloke edilen hidroksil gruplarının (-OH) hidrofilik etkileri ortadan kaldırılmış olmaktadır. Selülozun molekül zincirleri arasında oluşan bağlar incelendiğinde, Hidrojen Köprülerinin dışında Van der Waals Kuvvetlerinin de bulunduğu görülmektedir. Van der Waals Kuvvetleri, normalde zayıf bağlar olup, halkalı yapılar arasında oluştukları zaman oldukça güçlü bir hal almaktadırlar. Bu kuvvetler sayesinde selülozun güçlü kafes yapısı oluşmaktadır. Selülozun özellikleri arasında polimerizasyon derecesinin de ayrı bir önemi vardır. Selülozun molekül ağırlığı çok büyük olmasına rağmen aslında bütün selüloz molekülüleri aynı büyüklükte ve uzunlukta değildir. Dolayısıyla polimerizasyon derecesi de ortalama bir değer gösterir. Selüloz makro moleküllerinde Polimerizasyon derecesi selüloz molekülünün cinsine, elde ediliş sekline ve gördüğü işlemlere bağlı olarak çok farklı olabilmektedir. Ayrıca ölçüm sırasında farklı metodların kullanılması da bu değeri etkilemektedir. Mesela, Akışkanlık Ölçme Yöntemine göre yapılan test sonucunda selülozun polimerizasyon derecesi (PD) 600-1000 aralığında değişirken Ultra Santrifüj Yöntemine göre bu değer 3100 olarak bulunmuştur.

Selülozun fiziksel yapısı incelendiğinde ise, kristalin ve amorf bölgelerden oluştuğu görülmektedir. Bu kristalin ve amorf bölgelerin oranı fiziksel ve kimyasal özellikler üzerinde etkilidir. Yapıda kristalin bölge oranı arttıkça sertlik derecesi artmakta, eğilme ve bükülme yetenekleri azalmakta, kimyasal maddelere karşı dayanımları artmaktadır. Buna karşın, yapıda amorf bölge oranı arttıkça yumuşaklık artmakta, eğilme ve bükülme yetenekleri yükselmekte, sulu çözeltilerin yapıya nüfuziyetinin kolaylaşmasıyla kimyasal maddelere karşı dayanıklılık azalmaktadır.

Kristalin bölgelerde birbirlerine paralel biçimde sıralanan ve uzanan molekül zincirlerinin karşılıklı olarak bağlanmaları, geometrik biçimli küçük kristal ünitelerinin oluşmasını sağlamaktadır. Bunlar monoklin biçiminde mikrokristallerdir. Boyutları;

$$a= 8,35 \text{ °A}$$

$$b= 10,28 \text{ °A}$$

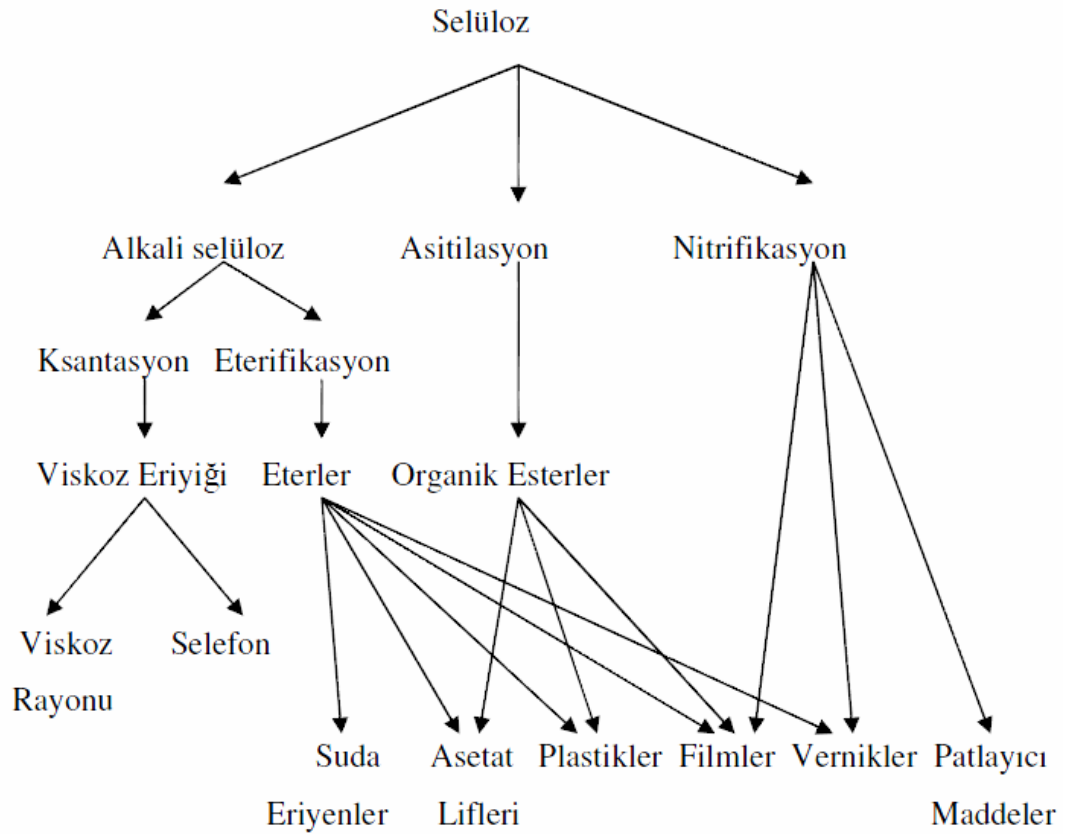
$$c= 7,90 \text{ °A uzunluğundadır.}$$

Selüloz moleküllerin kristallenmesi; selüloz I, selüloz II, selüloz III, selüloz IV ve selüloz X olmak üzere 5 farklı formda gerçekleşebilir. Selüloz I, II, II ve IV fibril sel yapıda olup tekstil açısından oldukça önem taşımaktadır. Pamuk, keten, jüt, rami ve sisal gibi tüm doğal selüloz liflerinde selüloz I yapısı görülmektedir. Selüloz II yapısı ise viskoz, bakır rayonu ve polinozikler gibi rejenere selüloz liflerinde, selüloz IV yapısı ise rejenere selülozlardan olan yüksek yaş modüllü rayon liflerinde ve kord rayonlarında bulunmaktadır. Yukarıda verilmiş olan boyutlar selüloz I yapısına ait olup selüloz II, III ve IV'e ait olan boyutlar ise aşağıdaki gibidir [33].

$\left. \begin{array}{l} a= 8,1 \text{ °A} \\ b=10,3 \text{ °A} \\ c= 9,1 \text{ °A} \end{array} \right\}$	selüloz II	$\left. \begin{array}{l} a= 7,74 \text{ °A} \\ b= 10,3 \text{ °A} \\ c= 9,9 \text{ °A} \end{array} \right\}$	selüloz III
$\left. \begin{array}{l} a= 8,11 \text{ °A} \\ b= 10,3 \text{ °A} \\ c= 7,9 \text{ °A} \end{array} \right\}$	selüloz IV		

Molekül zincirleri, birbirlerine olan paralelliklerini kaybederek gevsek ve karışık bir yapı durumuna geçmek suretiyle selülozun amorf bölgelerini oluştururlar. Genellikle rejenere olmuş selülozlarda amorf bölgelerin oranı da yüksektir. Selülozun çeşidine göre, oryantasyon dereceleri de farklılık gösterir. Genellikle doğal selülozlarda

oryantasyon derecesi, rejenere selülozlardan daha yüksektir. Bununla birlikte selülozun bazı işlemlere tabii tutulması ile selülozun oryantasyon derecesini arttırmak ya da azaltmak mümkündür. Selüloz makro moleküllerinin, farklı işlemler görmeleri suretiyle pek çok alanda kullanımları söz konusudur. Bu alanlar aşağıdaki şekilde özetlenebilir:



Şekil 2.7. Selülozdan yararlanma alanları [31].

2.1.3. Selülozun Kimyasal Yapısı

Selüloz yarı rijit bir zincir polimeri olup, selülozu meydana getiren uzun zincirli yapı, diğer molekül zincirlerine nazaran daha rijit, daha güçlü moleküller arası güçlere ve çok iyi simetrik konfigürasyona sahip bir zincirdir ve kristal kabuk kafes yapısındadır. Moleküler yapıya sahip olan selülozun karakteristik özellikleri arasında, hidrofilik yapısı, kurdele yapısı, bozunabilme özelliği ve yüksek reaktivite veren *OH* grupları sayesinde geniş kimyasal çeşitlilik verebilmesi sayılabilir.

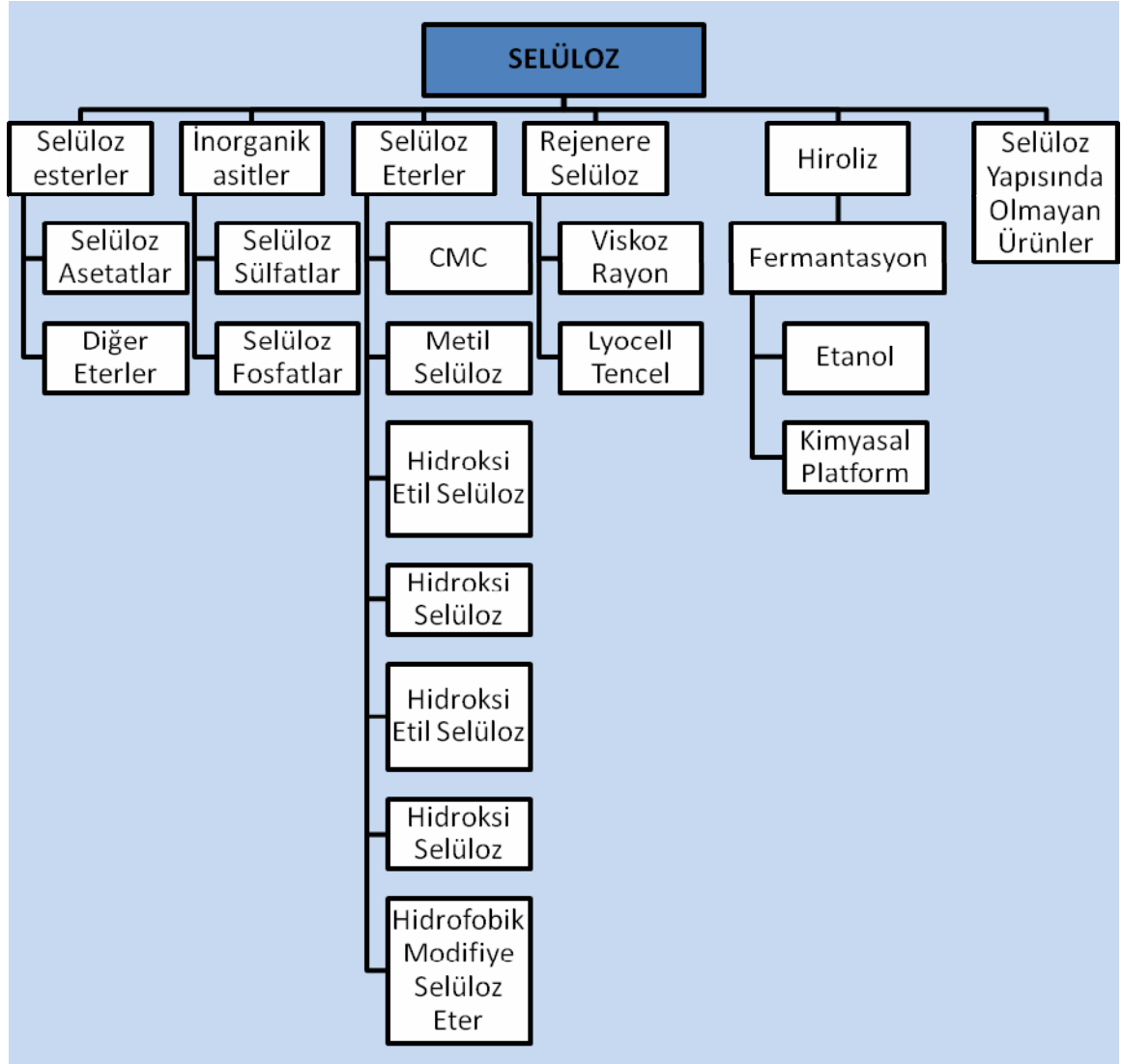
Selülozun çok büyük uygulamaları ve biyolojik fonksiyonları onun farklı lif morfolojisi üzerine dayanmaktadır. Bu morfolojik hiyerarşi elementer fibriller, mikrofibriller ve mikrofibriler bantlar ile tanımlanabilir. Bu yapısal birimlerin boyutları;

- Elementer fibriller için 1,5-3,5 nm oranında
- Mikrofibriller için 10 -30 nm oranında ve
- Mikrofibriler bantlar için 100nm'nin üzerindedir.

Gözenek yapısı selülozun fibril morfolojisini tamamlayan önemli bir yapıdır. Bu yapı, enzimatik degradasyon ve kimyasal reaksiyonlarda faydalanmak için oldukça önemlidir [42].

Tüm doğal selüloz liflerinde, moleküller yönlenmiş olarak birbirine paralel halde bulunsalar da lif, kendi etrafında spiral yapıdadır. Bu spiral yapı lifin mukavemet, uzama, oryantasyon, elastikiyet, v.b. gibi özelliklerini önemli derecede etkiler. Spiral açısı ne kadar küçük ise bu değerler o kadar iyi olurken açı arttıkça bu değerler olumsuzlaşır. Yan yana uzanan selüloz zincirleri birbirlerine yaklaşıp yoğunlaştıkları bölgede kristalize olmuş gibi görünürler ve bu bölgenin yapısı sanki münferit paketler varmış gibi bir görünüm kazanır. Selülozdaki elementer fibriller band şeklinde olup eni boyuna nazaran daha küçük bir yapıdadır. Buna göre elementer fibrillerinin eni 15-70 Å arasında değişirken 30 selüloz zincirinin bir araya gelerek oluşturdukları mikrofibrillerin eni ise 100-400 Å arasında değişmektedir. Bunları elektron mikroskopuyla özel yöntem uygulayarak görmek mümkündür. Mikrofibrillerin bir araya gelmesi sonucunda ise 100-3000 Å genişliğindeki mikrofibriler bantlar oluşmaktadır ki; bunlar iyi bir ışık mikroskopunda görülebilir. Lif yapı taşlarının; elementer fibril, mikrofibril, mikrofibriler bantların, lif içerisinde yerleşmeleri de oldukça düzgündür. Bu şekildeki oryantasyon doğal selüloz liflerinden rami ve kenevir de en belirgin halde görünürken, rejenere selüloz liflerinde ise lif elementerlerinin oryantasyon derecesi, lif eldeleri sırasındaki çekme (germe) derecesine bağlı olarak büyük farklılıklar gösterir [30].

Selüloza dayalı polimerler sınıfında doğal selüloz, rejenere selüloz ve selülozun kimyasal kökenli türevleri yer almaktadır. Selülozun modifikasyonu sonucu elde edilenler arasında doğal ve rejenere selülozlar endüstride en yaygın kullanım alanı olanlardır [42].



Şekil 2.8. Selülozdan türetilen ürünler [30].

Nishikawa ve Ona X-ışınları diffraksiyon diyagramlarını kullanarak ilk olarak yapıdaki kristalin ve amorf bölgeleri gözlemlemiştir. Herzag ve Jancke doğada yaygın olarak bulunan ve farklı kaynaklardan alınan doğal selülozun aynı X-ışınları diffraksiyon örnekleri verdiğini gözlemlemişlerdir. Bu doğal selüloz yapısı X-ışınları diffraksiyon çalışması sonucunda “Selüloz-I” olarak tanımlanmıştır. Meyer ve Misch tarafından önerilen selüloz kafes yapısı daha sonra Gardner ve Blackwell tarafından modifiye edilmiştir. Günümüzde bu modifiye edilmiş kristal kafes yapısı kabul edilmiştir. Bir kristal yapı, 3 doğrultuda atomların periyodik tekrarı şeklinde tanımlanabilir. Kristal

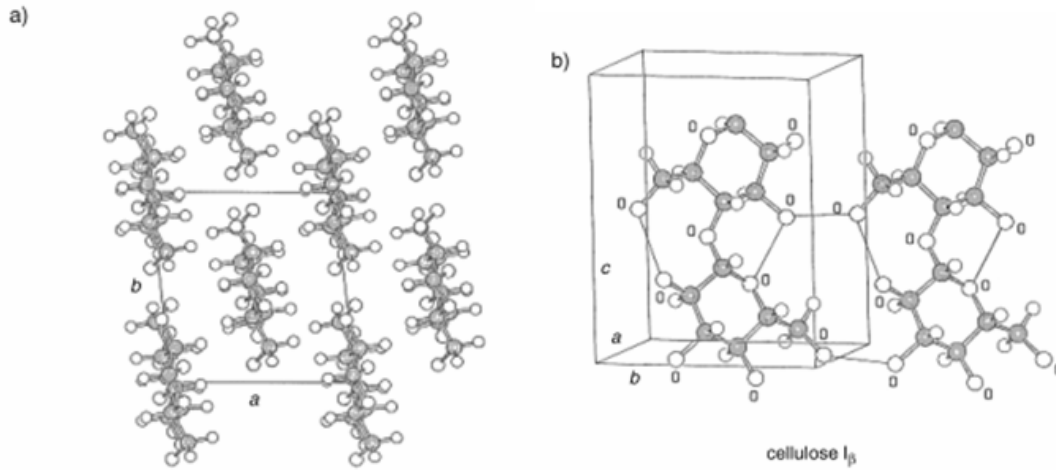
sistemlerde kafes sistemlerden bahsedilebilir. Aşağıdaki Tablo 2.1’de kafes yapı tipleri gösterilmektedir.

Tablo 2.1. Selülozun kristal yapı tipinde en çok görülen kafes yapıları [30].

Sistem	Kafes Parametreleri	
Triclinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90$
Monoclinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90, \beta \neq 90$
Orthorhombik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90$
Tetragonal	$a = b \neq c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90$
Heksagonal	$a = b = c$	$\alpha = \beta = 90, \gamma = 120$
Rhombohedral (Trigonal)	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma \neq 90$
kübik	$a = b = c$	$\alpha = \beta = \gamma = 90$

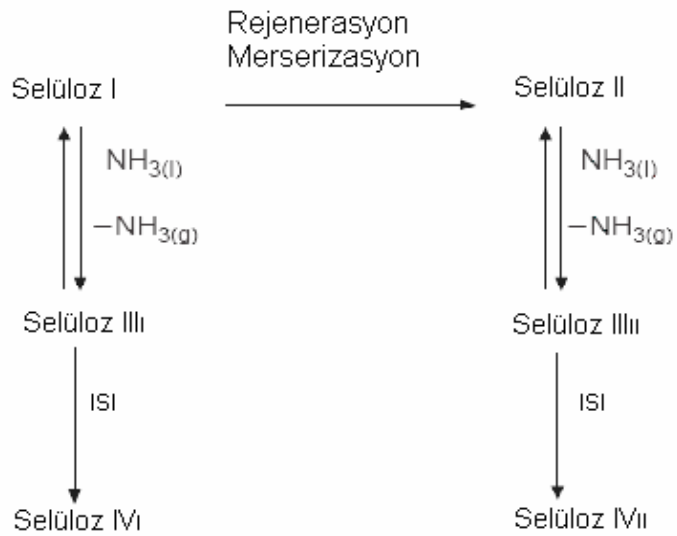
Doğal selüloz (pamuk, rami, odun selülozu, v.b.) Selüloz-I kristal kafes yapısında bulunmaktadır. Selüloz-I’ in yapısının, paralel selüloz zincirinden oluşan kapalı kafes formunda olduğu belirtilmiştir [43].

X- ısınları diffraksiyon çalışmaları sonucunda monoklinik birim hücre ile tanımlanan Selüloz-I’in kristal yapısında birim hücre iki katlı vida formunda burkulmuş eksenli birbirine paralel iki selüloz zincirinden oluşur. 1980’lerde CCP/ MAS NMR spectroscopy kullanılarak yapılan incelemede selüloz modifikasyonlarında birbirleri boyunca uzanmış I_α ve I_β olmak üzere iki farklı kristalin yapı ortaya çıkmıştır. I_α/I_β oranı selüloz esasına bağlı olarak değişir. Elektron microbeam ışın diffraksiyon ve x-ışınları ile nötron difraksiyon kombinasyonu ile son zamanlarda yapılan incelemeler, selülozun triclinik (I_α) ve monoklinik (I_β) gibi iki farklı kristal yapının karışımına sahip olduğunu göstermiştir [44]. Şekil 2.9-a’da I_β kristal yapısının şematik gösterimi ve Şekil 2.9-b’de de bir birim hücrenin merkez zincirlerinin yandan görünüşü verilmiştir.



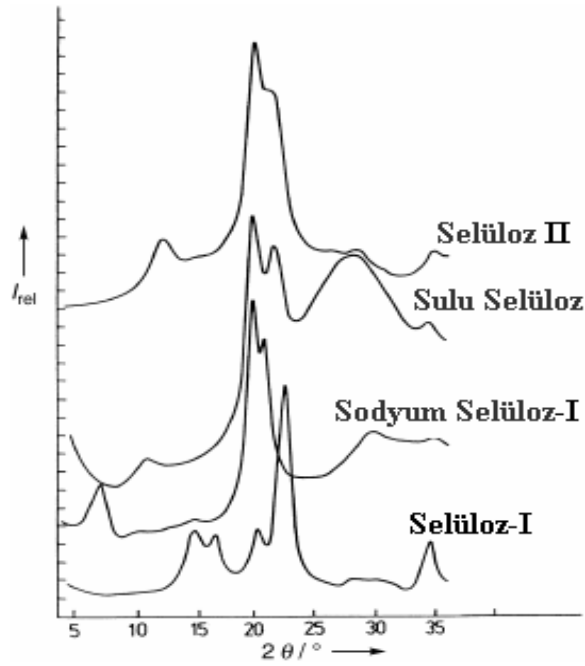
Şekil 2.9 Selüloz I_β kristal yapısının şematik gösterimi: a) a-b yüzeyi boyunca birim hücrenin yansıması b) (100) kafes yapısındaki selülozun şematize edilişi [44].

Isı ve kimyasal uygulamalar vasıtasıyla selüloz farklı kristal yapılarına (polymorphs) dönüştürülebilir. Selülozun bu kristal yapı türevleri Selüloz-I, Selüloz-II, Selüloz-III_I; Selüloz-III_{II} ve Selüloz-IV_I; Selüloz-IV_{II} olarak tanımlanmakta olup, Şekil 2.10'de gösterildiği gibi kendi iç dönüşümlerine sahiptirler [45-43].



Şekil 2.10. Selülozun kristal yapı dönüşümleri [45].

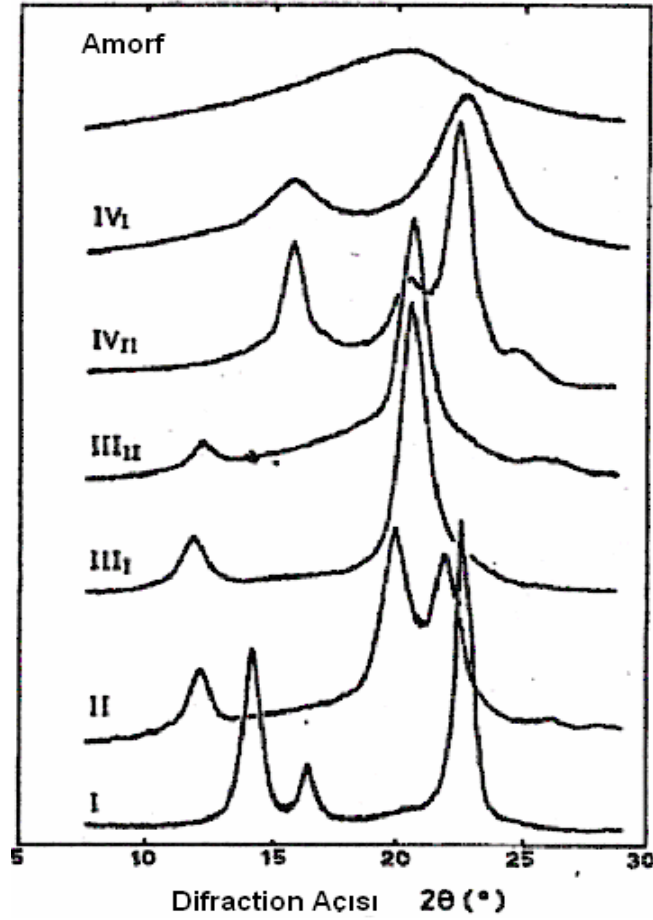
Selüloz-I'in sodyum hidroksit gibi alkali solüsyon ile muamelesi sonucu modifikasyonu sağlanabilir. Uygulama sonrası alkali kaldırıldığı zaman yeni yapının X-ışınları difraksiyon örnekleri Selüloz-I'inkinden farklılık göstermektedir. Bu modifiye edilmiş olan selüloz, Selüloz-II olarak tanımlanmaktadır.



Şekil 2.11. Alkalizasyon ve rejenerasyon boyunca selüloz modifikasyonunun x-ışınları geniş açı taraması [44].

Hess ve Gundermann ise, Selüloz-I'e akışkan amonyak uygulaması ve su ile yıkama işlemi yaptıktan sonra yaptıkları x-ışınları difraksiyon sonucunda elde edilen örneklerin Selüloz-I'inkinden farklı olduğunu görmüşlerdir. Sonuçta bu amonyak uygulaması yapılmış selüloza Selüloz-III adı verilmiştir. Meyer ve Badenhuisen adlı araştırmacılar Selüloz-II'nin formamid, su veya gliserol içinde 140°C-300°C arasındaki sıcaklıklarda ısıtılması sonucunda da yapının Selüloz-IV'e dönüştüğünü bulmuşlardır [43].

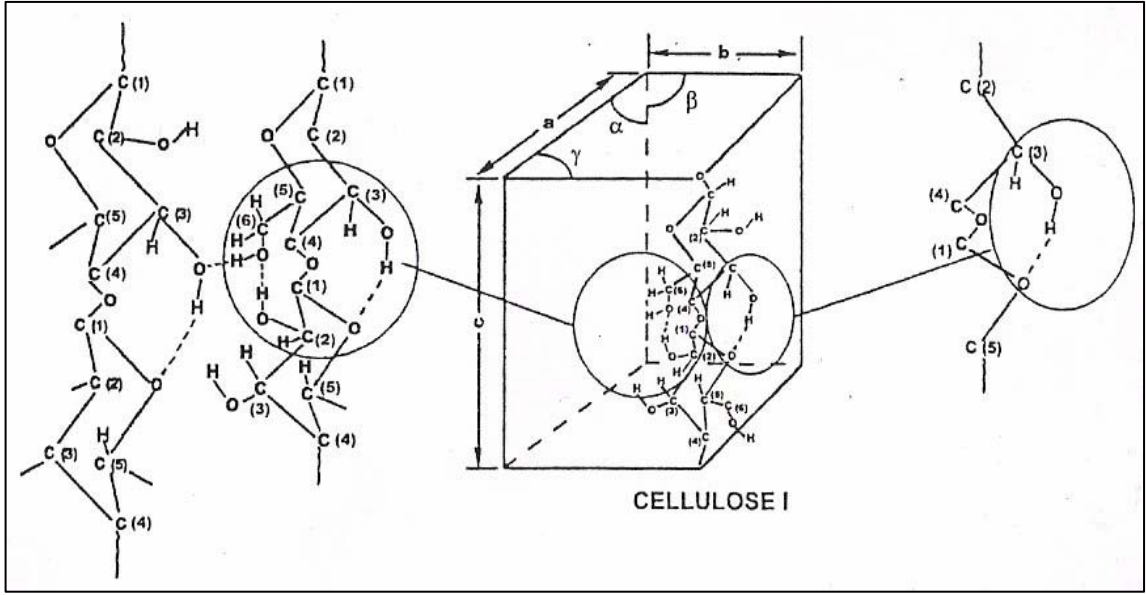
Selüloz-II olarak adlandırılan kristalin yapısına sahip olan rejenere selüloz bir polar çözücü içinde doğal selülozun eritilmesi ve bunu takiben yeni bir kristal yapısının elde edilmesi ile üretilir. Selüloz-I lifleri önemli ölçüde gücü azaltıcı safsızlıkların pek çoğunu yapısında içerirken, rejenerasyon prosesi ile çok iyi oryante olmuş lifler üretilebilir [42].



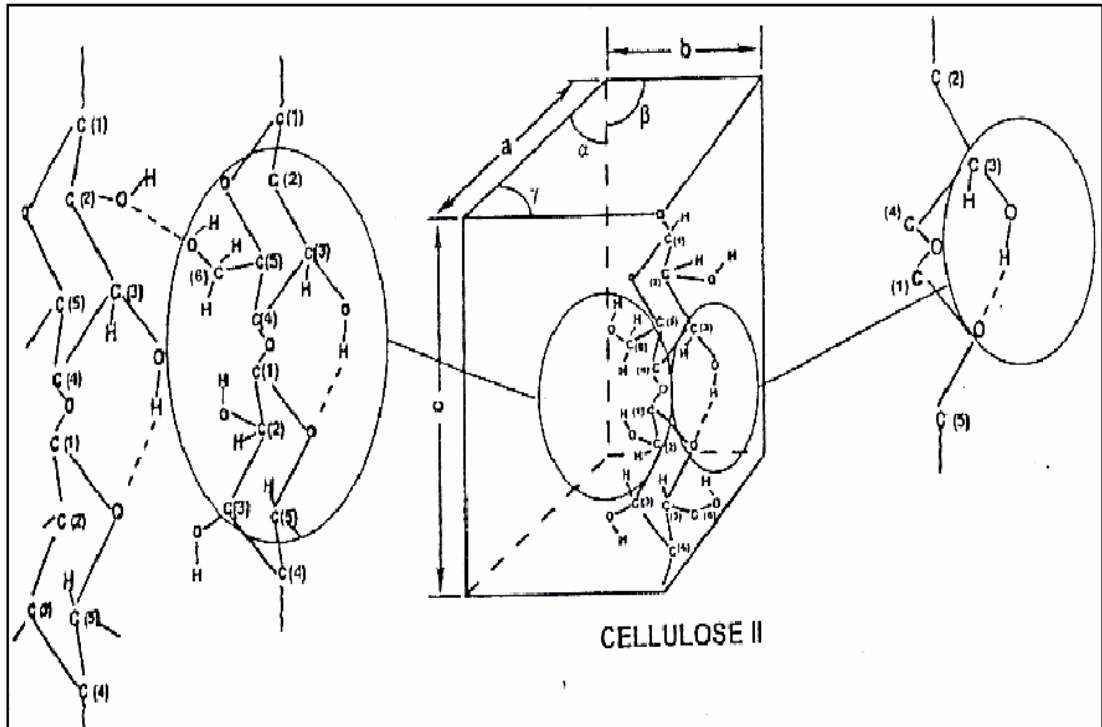
Şekil 2.12 Selüloz türevlerinin x- ışınları diffraksiyon örnekleri [43].

Selüloz-II kristal yapısı rejenere ve merserize edilmiş selülozun kristal yapısıdır. Rejenere selüloz; selüloz eriyiği kaynağından koagülasyon yoluyla oluşturulmuş olup, Selüloz-II yapısında ve muhtemelen hem paralel hem de anti-paralel molekül zinciri içermektedir diye bilinmektedir. Merserizasyon prosesi ise, şişmeyi gerektirmektedir, fakat selüloz-I kristalleri çözülmemekte ve paralel zincir konfigürasyonunda anti-paralel zincir yapısına dönüşüme izin vermemektedir. Bundan dolayı da selüloz zincirleri paralel konfigürasyonda kalır ve kristal yapıdaki değişim selülozun tekrar ünitesinde bulunan C_6 etrafındaki rotasyon ile sağlanır. Selüloz-III yapısının kafes yapısındaki değişimde yine paralel selüloz zincirleri ile C_6 etrafındaki rotasyon ile olmaktadır. Selüloz-I en sıkışık paket kristal yapısına ve en yüksek sayıda moleküller arası hidrojen bağlarına sahiptir. Bunun ardından Selüloz-II daha açık bir paket yapısına ve daha düşük sayıda H bağ sayısına sahip olurken bunu da Selüloz-III takip etmektedir. Isı veya kimyasallar vasıtasıyla Selüloz-II ve Selüloz-I grubu içinde iç dönüşüm ve

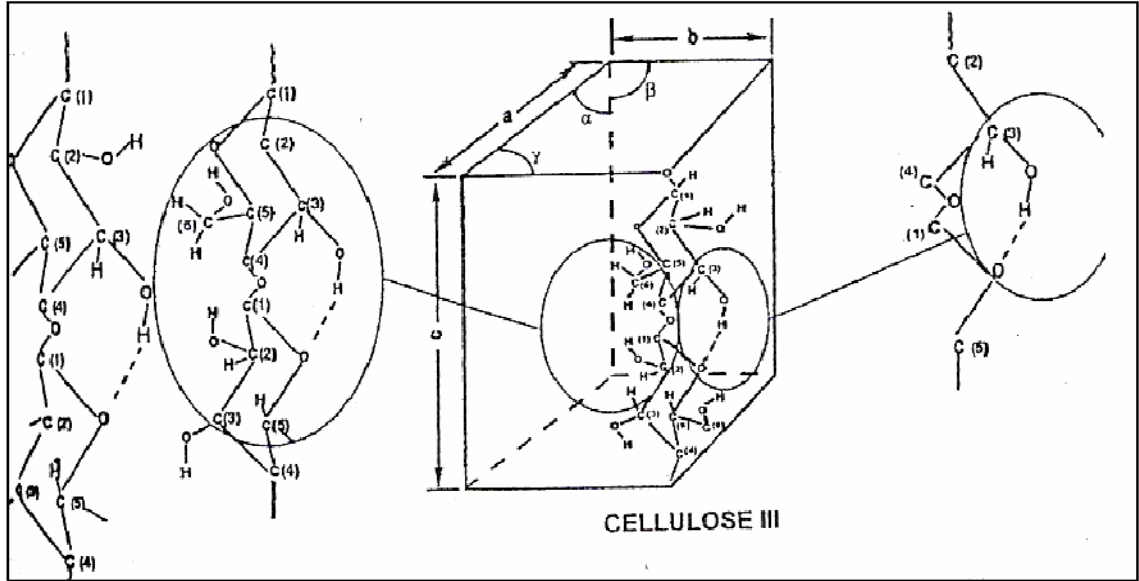
Selüloz-III veya Selüloz-II'den Selüloz-I'e dönüşümü de mümkündür. Hayashi ise, Selüloz-I'den Selüloz-III_I ve IV_I ayrıca Selüloz-II'den de Selüloz-III_{II} ve IV_{II} 'ye dönüşüm olduğunu ve bu ürünlerden geriye dönüşüm yapıldığını gözlemlemiştir [43].



Şekil 2.13 Selüloz-I'in moleküller arası hidrojen bağları ve kafes yapısı [43].



Şekil 2.14 Selüloz -II'nin moleküller arası hidrojen bağları ve kafes yapısı [43].



Şekil 2.15 Selüloz -III'ün moleküller arası hidrojen bağları ve kafes yapısı [43].

Birim hücrelerden yararlanılarak hesaplanmış olan Selüloz-II' nin yoğunluğu $1,62 \text{ gr/cm}^3$ 'tür. Genellikle materyal % 50' den daha az bir kristalin yapıya sahiptir. Selüloz-I' de molekül zincirleri nerdeyse tam olarak uzanmış bir şekildedir. Molekül zincirleri levhaya benzer bir yapıda a eksenini boyunca moleküller arası hidrojen bağları sayesinde birbirine bağlanırlarken bu levhalar ise b eksenini boyunca Van der Waals kuvvetleri ile bir arada tutulurlar. Selüloz- II'de ise, hidrojen bağlarının birbirlerine tutunmaları daha uzundur. Levhaların paketlenme stilleri iki farklı formda olur. Selüloz-I'de tüm molekül zincirleri açılmalı zincir boyunca paralel paketlenirken, Selüloz-II'de ise yakın levhalar içindeki zincirlerin paketlenmesi anti paralel modda olmaktadır. Sakurada ve Matsua x-ışınları diffraksiyon metodu ile Selüloz-I ve Selüloz-II'nin kristalinite modülünü belirlemek için yaptıkları deneyler sonucunda sırası ile Selüloz-I için kristalinite modülünün 130 GPa ve 120 GPa olduğunu ve Selüloz-II için ise kristalinite modülünün 90 GPa ve 106 GPa olduğunu ispatlamışlardır. Blackwell yapısına dayanarak Kroon Batenburg (ve ark.) hem Selüloz-I hem de Selüloz-II'nin elastik sabitini, moleküller içi ve moleküller arasındaki hidrojen bağlarını dikkate alarak hesaplamıştır. Onların yapmış olduğu hesaplama göre zincir eksenleri boyunca Young modülü Selüloz-I için 136 m 6 GPa ve Selüloz-II için 89 m 4 GPa olarak bulunmuştur. Northolt ise, yüksek performanslı aramid liflerinininkine benzer bir yapıya

sahip iyi oryante olmuş Selüloz-II liflerinin yapılarını ve deformasyon mekanizmalarını incelemiştir [42].

Selülozun kristal yapısının çalışmaları ile ilgili temel teknik X- ısınları diffraksiyon çalışmaları olup son zamanlarda Neutron diffraksiyon, Raman, Infrared ve NMR spectroscopier yardımıyla da kistalinite tayini yapılmaktadır [42].

2.2. Rejenere Selüloz Liflerinin Tarihsel Gelişimi ve Lif Üretimi

20. yüzyılın başlarında üretilmeye başlanan selülozik esaslı rejenere liflerin üretimleri 1980'e kadar hızlı bir şekilde artmış, daha sonra ise azalma eğilimi göstermiştir. Fakat bu azalma oranı filamentlerde daha yüksek, kesikli elyafda daha düşük olmuştur. Bu azalmanın sentetik elyaf üretimindeki artıştan ileri geldiği düşünülmektedir. Çünkü, 1980'de üretilen sentetik filament iplik miktarının yaklaşık üç katı 1999 yılında gerçekleşmiştir [35].

Rayon, farklı rejenere selüloz lifi eldesi proseslerinden herhangi biri ile üretilen liflere verilen genel isimdir. Aslında uygulamada yapılabilen ilk yapay liftir. 1664 yıllarında İngiliz araştırmacı Robert Hooke ipek böceğinin ipek yapmak için salgıladığı salgıya benzer bir maddeden yapay filament eğrilebileceği teorisini ortaya atmıştır. Sonraki yıllarda “yapay ipek” arayışında olan birçok bilim adamı tarafından bu teori gerçekleştirilmeye çalışılmıştır ve Fransız George Audemars'a kadar hiç kimse başarılı olmamıştır. Dut ağacı kabuğu cidarını nitrik asitle işleme sokarak selüloz nitratı elde etmiş ve bunu eter-alkol karışımında çözdükten sonra bundan lif çekimi yapmış ve havada kurutarak lif elde etmeyi başarmıştır. Audermars ilk kimyasal lif patentini almış olmasına rağmen, pratik olarak uygulama olanağı bulamamıştır [35].

Frederick Schoenbein 1845'de Basel'de pamuğu nitrik asitle işleme sokarak selüloznitrat elde etmiş ve bunu alkol-eter karışımı içinde çözerek kolodyumu elde etmiştir. Bu madde ise selüloz nitratliflerinin ana maddesini oluşturmaktadır [36].

Pahalı ve değerli ipeğin yerini alması için üretilen daha ucuz olan rayon (kesiksiz viskon lifi, floş), ilk üretilen rejenere selüloz lifidir. Birçok bilim adamına göre bu proses ekonomik olarak uygulanabilirliği çok zor, yavaş ve aşırı derecede beceri ve hassasiyete

gerek duymaktaydı. İlk ticari sentetik lif üretimi Fransa’da Chardonnet Kontu Louis-Marie-Bernigaud (1839-1924) tarafından araştırmalardan 29 yıl sonra 1884 yılındaki patent ile nitroselüloz esaslı liflerin üretimi yapılmıştır. Daha sonra İngiliz kimyacı Charles Frederick Cross ve Edward John Bevan 1891–92 yıllarında viskoz prosesini bulmuştur. Courtaulds firması ilk ticari viskoz rayonunu 1905 yılında üretmiştir. Amerikada ise 1910 yıllarında American Viscose Company Avtex Fibers tarafından yapılmıştır [35].

İlk olarak Rayona “Yapay (Rejenere) İpek” denilmiş ancak üreticiler rejenere kelimesinin ticari olarak iyi bir isim olmadığını düşünmüşlerdir. Sonunda “rayon” ismi bulunmuştur. Fransızca’dan türetilmiş “rayon” kelimesi “rays of light”, “ışığın hüzmeleri” anlamına gelmektedir. 1924’te “rayon” resmi isim olarak endüstriye girmiştir [37].

Başlangıçta ipeğin yerini alamamasına rağmen, rayon üreticileri bu liflerin özelliklerini geliştirmeye çalışmışlar, çalışmalar daha çok Amerika, Rusya ve Japonya’da yoğunlaşmıştır [35].

1932’de kesikli lif üretimi için özel makineler dizayn edilmiş; büyük düzelerde on kat daha fazla sayıda gözenekler kullanılmış, düzelerden çekilen lifler toplanarak bükülmüş ve kesilmiştir. Rayon, yüksek dayanımlı tipleri bulunana kadar (1940’lı yıllara kadar) fiziksel özellikleri değişmeden pamuk liflerine alternatif olarak piyasada yer almıştır [35].

1950’li yılların sonunda rayon üreticileri, bu liflerin alkaliye karşı hassasiyetini, mukavemet kaybının yüksek olduğunu ve boyut stabilitelerinin yetersiz kaldığını görmüş, bu dezavantajları elimine etmek amacıyla yüksek yaş modüllü lifler geliştirmişlerdir. Yüksek yaş mukavemetli rayonlar genellikle normal rayondan ayırt edilebilmeleri için HWM olarak ifade edilmektedir. Aslında HWMde bir viskon rayondur. Fakat “viskon rayonu” ifadesi yaş mukavemeti düşük rayonlar için kullanılmaktadır. HWM, yüksek performanslı (HP) rayon olarak da adlandırılmaktadır [31].

İlk yüksek performanslı rayonlar; Amerika’da, AmerikanViskose (Avril) ve Amerikan Enka (Fiber 700) tarafından, Birleşik Krallık’ ta Courtaulds (Vincel) tarafından üretilmiştir. Avrupa’daki diğer üreticiler Snia Viscosa (Koplon) ve Lenzing’dir (Hoch Modul333). Bu rayonlar, asidik koagülasyon banyosuna çinkonun, viskon çözeltisine çeşitli aminlerin ve poliglikollerin eklenmesiyle ve tüm lif çekim şartlarının modifikasyonlarıyla elde edilmişlerdir. Japonya’da Tachikawa Araştırma Enstitüsü farklı bir yaklaşımla çok yüksek polimerizasyon derecesinde (OP) selüloz kullanmış, yüksek CS₂ konsantrasyonlarıyla çinkosuz düşük asitlikteki banyo konsantrasyonlarını birleştirmiş ve yüksek germe sonucunda üretilen liflere polinozik lifler adını vermiştir. Bunlar yüksek yaş modülüne, düşük kostik çözünürlüğüne, düşük elastikiyete ve aşınma dayanımına sahiptir [34].

Yüksek performanslı (HP) rayonlardaki son gelişmelerle, bu liflerin pamukla daha çok rekabet edebileceği anlaşılmıştır. Courtaulds’un Viloft’u viskona sodyum karbonat eklenmesiyle daha yüksek su tutma kapasitesine sahip gözenekli bir elyaf olarak üretilmiştir. Viloft elyafı ve diğer birçok modifiye lifler yüksek yaş modül tipinde değillerdir. Daha yüksek su tutma kapasitesine sahip lifler; Amerikan Enka’nın Absorbit ve Avtex Fiber’in Maxisorb lifleri olup bunlar viskona lif çekiminden önce çeşitli poliakril asitler veya metilselüloz, karboksiselüloz gibi hidrofil partiküller eklenmesiyle üretilmektedir [34].

1970’li yıllarda, güç tutuşur lifler için yapılan araştırmalardan viskon lifleri de etkilenmiş, bu çalışmalar sonucunda Avtex Fibers’in PFR Fiber (USA), Lenzing’ in Flamgard’ı (Avrupa) ve Japonya’da Daiwabo’ nun HFG Fiber ve Kanebo’ nun Bell Flam’ı gibi güç tutuşur viskon lifleri geliştirilse de önemli ticari talepleri olmamıştır [38].

Büyük çaplı işletmelerde karbon sülfür değişen oranlarda; genel olarak %30-35, geri kazanılmaktadır, kalan kısmı ise buharlaşmakta ya da bozulmakta ve atık yükü oluşturmaktadır. Ayrıca bazı çinkosülfür gibi lif çekme banyosunda kullanılan çinkoda toplanabilmektedir. Yine de viskon liflerinin üretimi sırasında hala önemli miktarda atık sudan arıtılması gereken önemli miktarda karbon sülfür ve çinko olduğu için, artan

çevresel endişeler doğrultusunda üreticilerin beklentisi karbon sülfür ve çinko emisyonlarının azaltılabilmesi yönündedir [37].

Çevre problemlerinin maliyeti giderek artması ile Enka, Rayonier, SniaViskosa, Rhone Poulenc, Courtaulds ve diğer firmalar rayonda çözgen lif çekim yöntemini araştırmaya başlamışlardır. Rayonier, 1977’de ACS’nin sempozyumunda dimetilformamid-nitrojentetraoksit (DMF/N₂O₄) ve dimetilsülfoksilat (DMSO)- paraformamid içinde selüloz çözeltisinden lif çekimiyle yüksek yaşmodül tipinde rayon liflerini üretmek için yapmış olduğu çalışmalarından bahsetmiştir [38].

Viskon liflerine alternatif çevre dostu lif üretim çalışmalarının sonucu olarak 1976’da Amerikan Enka firması tarafından “Newcell” sunulmuştur. 1987’de Akzo firması Lenzing (Avusturya) ile 1990’da Courtaulds (UK) firması ile lisans sözleşmesi yapmıştır. Lenzing (Avusturya) firması bu liflere “Lenzing Lyocell” adını vermiştir. Kullanılan tüm solventin hemen hemen hepsini geri kazanan bu eşsiz üretim yöntemini geliştirmek 16 yıl ve 500 milyon \$ almıştır. Prosesin temelleri ve üretim tecrübesi Grimby/İngiltere’deki pilot üretim işletmesinde kazanılmıştır. İlk olarak Courtaulds firması üretim hattı kurmuştur ve ticari olarak “Tencel” markası altında ilk üreticisidir [39].

Lyocell lifleri, selüloz hammaddesinin, işlem sonrasında tamamen geri kazanılabilen N-metilmorfolin -N-oksit (NMMO) çözgeni içinde çözülerek üretilmektedir. Dolayısıyla lyocell lifleri, diğer rejenere selüloz liflerine kıyasla daha ekolojik bir üretim yöntemine sahip, biyolojik olarak tamamen parçalanabilen liflerdir [39].

Rejenere selüloz liflerinin ilk temsilcisi olan viskon liflerinden sonra ikinci jenerasyon olarak yüksek mukavemetli modal lifleri üretilmiştir. Tekstil sanayinin son yıllarda tanıştığı üçüncü nesil rejenere selüloz ise Lyocell lifidir [39].

2.3. Rejenere Selüloz Lifleri Hakkında Bilgi

Bazı doğal polimerlerden özel kimyasal işlemler sonucunda rejenere lifler elde edilmektedir. Rejenere lifleri oluşturan doğal polimerlerin kimyasal özellikleri değişmemekte, sadece fiziksel özellikleri değişmektedir.

Lif haline dönüştürülebilen doğal polimerler, genellikle selüloz veya protein esaslı olduklarından, rejenere lifler de “Rejenere Selüloz Lifleri ” ve “Rejenere Protein Lifleri” diye ikiye ayrılmaktadırlar. Ancak bunların dışında, tekstil sanayinde daha az kullanılan alginat lifleri ve kauçuk lifleri gibi diğer doğal polimerlerden elde edilen lifler de “Diğer Rejenere Lifler” olarak üçüncü grubu oluşturmaktadır. Rejenere selüloz lifleri, diğer rejenere liflere nazaran daha çok önem kazanmıştır ve üretimleri de daha fazladır.

Selüloz esaslı rejenere liflerin dikkat çeken özellikleri aşağıdaki gibi sıralanabilmektedir:

- İyi boyanabilme özelliği ve oldukça yüksek haslıkta boyamaların elde edilebilmesi
- Bu liflerden elde edilen tekstil ürünlerinin yumuşak tutumu ve zarif görünümü
- Kolay islenebilme özelliği
- Liflerin parlaklığının yüksek olması ve kirlilik taşımaması dolayısıyla, bütün renk nüanslarının elde edilebilirliği
- Pratikte bütün lif cinsleriyle karışım halinde kullanılabilmesi
- Uygun lif inceliği sayesinde, çeşitli iplik tiplerinin ve kumaş konstrüksiyonlarının üretilmesi
- Yüksek giyim konforu
- Yüksek emicilik yeteneği vs.
- Yukarıda söz edilen bu avantajlarının yanı sıra, genel olarak rejenere selüloz liflerinin bazı dezavantajları da bulunmaktadır:
- Düşük yaş mukavemeti
- Kuru ve özellikle yaş durumda yüksek buruşma eğilimi
- Sulu ortamda ve özellikle alkali banyosunda çekme ve deformasyon
- Suda ve özellikle alkali flotte içerisinde yüksek şişme yeteneği
- Bazı durumlarda yeterli olmayan form stabilitesi
- Uzun kurutma süresi

- Kolay tutuşabilme [40].

Rejenere selüloz liflerinin eldesinde hammadde olarak kullanılan selüloz doğada istenilen saflıkta bulunmamaktadır. Bu nedenle doğada bulunan ve yeterince selüloz içeren odun ve bitkiler, önce bir saflaştırma işleminden geçirilerek selüloz polimeri elde edilmektedir. Selüloz eldesinde hammadde olarak su kaynaklar kullanılmaktadır:

- Linterler: Pamuk tohumunun üzerindeki kısa lifler
- Ağaçlar: Kızılçam, kayın ve kavak ağaçlarının odunları
- Saman: Saman, ayçiçeği bitkisi sapları, keten eldesi sırasında sapın

odun kısmından ayrılan parçalar... gibi kaynaklar kullanılmaktadır. Bu şekilde elde edilen selüloz maddesi daha ziyade düşük kaliteli kâğıt üretiminde kullanılmaktaysa da, bazı özel işlemler sonucu rejenere selüloz lif üretiminde de kullanılabilir. Linterler ise iyi cins rejenere selüloz liflerinin eldesi için kullanılmaktadır [36].

2.3.1. Rejenere (Yapay) Liflerin Sınıflandırılması

Söz konusu selülozik rejenere liflerin diğer adıyla rayonların sınıflandırılması Tablo 2.2.'de şu şekilde verilmiştir:

Tablo 2.2. Rejenere selülozik liflerin sınıflandırılması [46].

A. İlk Geliştirilen Selülozik Lifler:	
I . Viskoz Lifi (CV)	
II . Bakır Lifi (CU, CC)	
III . Nitrat Lifi (CN)	
IV . Selüloz Ester Lifleri	
a. Selüloz triAsetat Lifi - Primer Asetat (CT, CTA)	
b. Selüloz Asetat Lifi - 2,5 asetat Sekonder Asetat (CA)	
B. Modifiye Selülozik Lifler	
I . Yüksek Mukavemetli Selüloz Lifleri	: Tenaso, Fortizon
II . Yüksek Yaş Mukavemetli Selüloz Lifleri (Modal Lifler)	
a. Polinozik	: Lanusa, Tufcel, Zantrel
b. HWM	: Modal
III . Diğerleri	: Sarille, Evlan, Celta
IV . Yeni Selüloz Lifleri	: Lyocell, Tencel, Newcell

Daha öncede belirtildiği gibi rejenere liflerin başlıcaları, hammaddeleri doğadan elde edilen selüloz ve protein polimerleridir. Bunların dışında anorganik (inorganik) liflerden

elde edilen cam, silikat, metal karbon lifleri gibi lifler de vardır. Selüloz doğada en yaygın bulunan molekül zinciridir. Bitkinin; güneş ışını ve topraktaki nem yardımıyla fotosentez yapması ile oluşur. En bilinen selüloz glikozdur. Yapay liflerin doğal liflerden tek farkı çeşitli fiziksel ve kimyasal yollarla tekstil lif özelliği ve formasyonu kazandırılmasıdır. Temel kimyasal yapısı değişmez. Buna karşılık sentetik lifler ise, yine doğadan (petrol ve kömür) elde edilen farklı iki veya daha fazla kimyasal maddenin insanlar tarafından laboratuvarlarda sentezlenmesi yolu ile elde edilen sentetik polimerlerdir. Doğada en saf selüloz pamuk ve ramide bulunur. Selüloz şu kaynaklardan elde edilir:

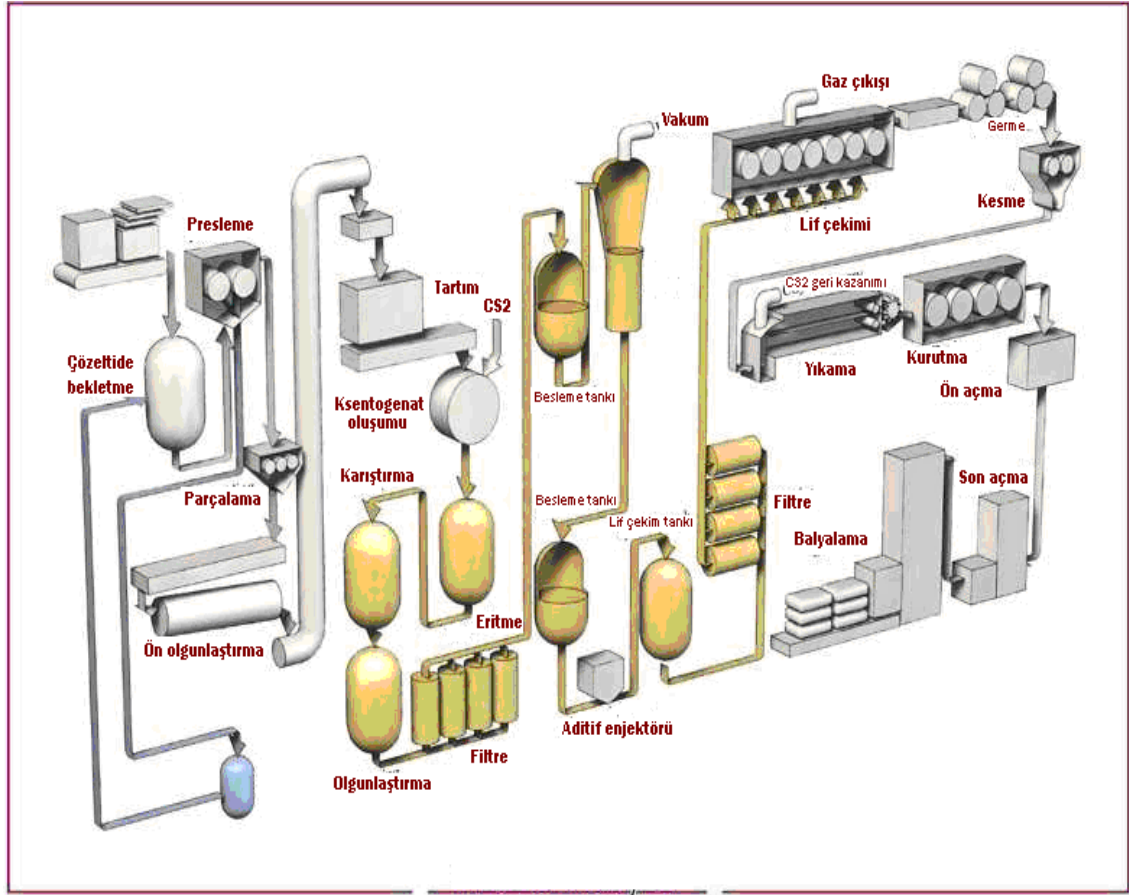
- Pamuk lif ve linteri,
- Odun (ağaç),
- Hububat sapları (buğday, arpa)
- Keten, kenevir sapları.

Rejenere selüloz polimeri pamuk polimerine benzemektedir. En önemli farkı, polimerizasyon derecesinin (PD) pamuktan daha düşük olmasıdır. Bundan dolayı moleküler zinciri kısa ve amorf bölgeleri fazladır. Bu nedenle su, boyar ve kimyasal maddeleri bünyesine çok kolay alır, çabuk boyanır ve canlı renk, ipeksi görünümü verir. Buna karşılık yaş mukavemeti pamuğa göre %55 kadar daha düşüktür. Bazlara karşı dayanıklı olmasına rağmen pamuğa göre daha azdır. Rejenere lifler dünyada %83 kesik (ştapel), %17 devamlı (filament, continue) olarak üretilmektedir. Kesik olarak daha çok üretilmesinin nedeni diğer liflerle, özellikle doğal liflerle yapılan karışımlarda mükemmel bir uyum sağlamasıdır [46].

2.3.2. Rejenere Selüloz Lif Üretimi

Rejenere selüloz liflerinin hammaddesi olan selülozun elde yöntemlerine de kısaca değinmekte yarar vardır [40].

Rejenere selüloz, akışkan haldeki selüloz çözeltisini bir düzenin deliklerinden çekip, sonra selülozun filament halinde asit banyosu içerisinde kuagülasyonunu sağlamak yoluyla üretilir. Filamentler düzeden çekildikten sonra moleküllerin lif eksenine paralel olarak oryantasyonu için yeterli miktarda gerilir. Böylece, lifin sağlamlığı artırılmış olur, fiziksel özelliklerinde gelişme ortaya çıkar.



Şekil 2.16. Rejenere selüloz lif üretim şeması

Selüloz hammaddesinden, rejenere selüloz elyafı üretimi üç temel yönetime göre gerçekleştirilir.

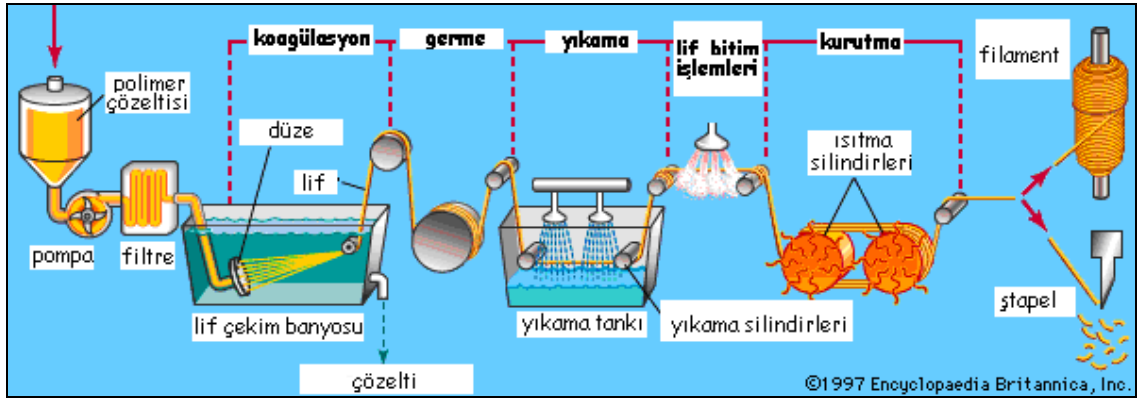
- ✓ Viskoz yöntemi,
- ✓ Bakır yöntemi,
- ✓ Nitrat yöntemi.

Bu yöntemlerden günümüzde geçerli olan viskoz yöntemidir. Bakır yöntemi artık kullanılmamaktadır. Nitrat yöntemi; nitrat rayonunun çabuk alevlenme ve hızlı yanma tehlikesi nedeniyle, uzun yıllar önce üretiminde önemini yitirmiştir.

2.3.2.1. Viskoz Yöntemi

Viskoz rayonu, kimyasal lif çekim yöntemlerinden yaş çekim metodu ile üretilmektedir.

Yaş çekim yöntemi: Bu yöntemde, doğal polimerin uygun bir çözücünde çözeltisi hazırlanır. Bu çözelti koagülasyon (katılaştırma) banyosu içinde bulunan düzeler (delikli püskürtme başlığı) bir pompa yardımıyla sabit basınç altında gönderilir. Polimer çözeltisi ince delikli düzelerden, yaş bir banyoya filament şeklinde çıktığından , bu biçimde pıhtılaşır ve çöker. **Viskoz , modal ve akrilik** lifleri yaş çekim yöntemiyle elde edilebilir.



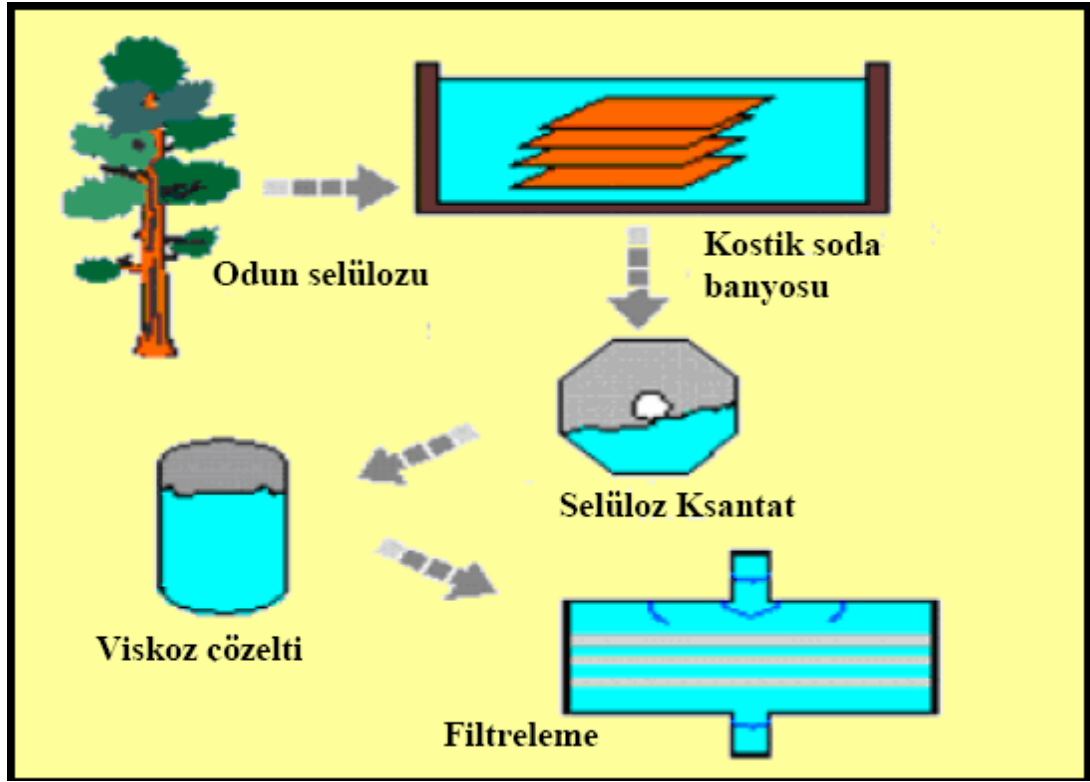
Şekil 2.17. Yaş lif çekim yöntemi

Yaş Çekim Yöntemi İle Viskoz Üretimi

Viskoz elyafı genellikle iki şekilde elde edilmektedir.

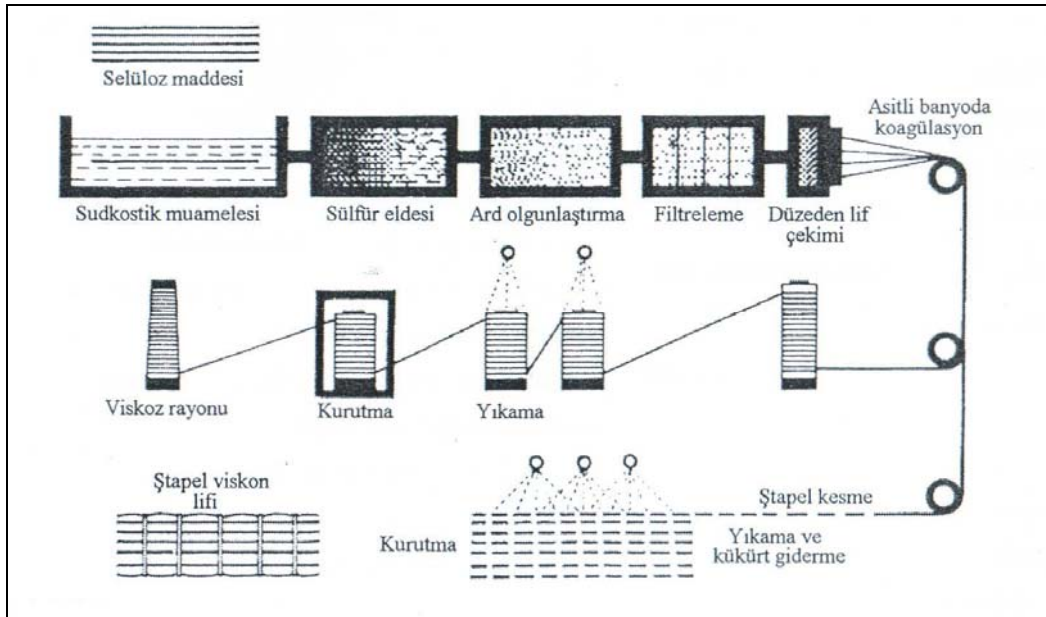
- ✓ Viskoz rayon (Filament halde)
- ✓ Viskon (Ştapel halde)

Viskoz üretimi için odundan ve linterden elde edilen **selüloz hammaddesi** kostik soda ve sodyum bisülfid ile işlem görerek yabancı maddelerden arındırılır. **Selüloz hamuru** kostik soda çözeltisi (NaOH) ile işlem görerek **alkali selüloz** haline dönüşür. Alkali selüloza, **ön olgunlaştırma** işleminden sonra karbon sülfür (CS₂) ilave edilerek **selüloz ksantat** elde edilir. Seyreltik sodyum hidroksit ilavesi ile de **ham viskoz** çözeltisine dönüştürülür. Filtreleme ve **ard olgunlaştırma** işleminden sonra **viskoz çözeltisi** asitli bir banyoya düzelerden fişkırtılarak, yaş çekim yöntemiyle katı halde viskoz filamentleri elde edilir.



Şekil 2.18. Viskoz çözelti eldesi

Katılaştan filamentler, germe yıkama ve kurutma işlemlerinden sonra bobine sarılarak **viskoz rayon iplik** elde edilir.



Şekil 2.19. Viskoz üretim şeması



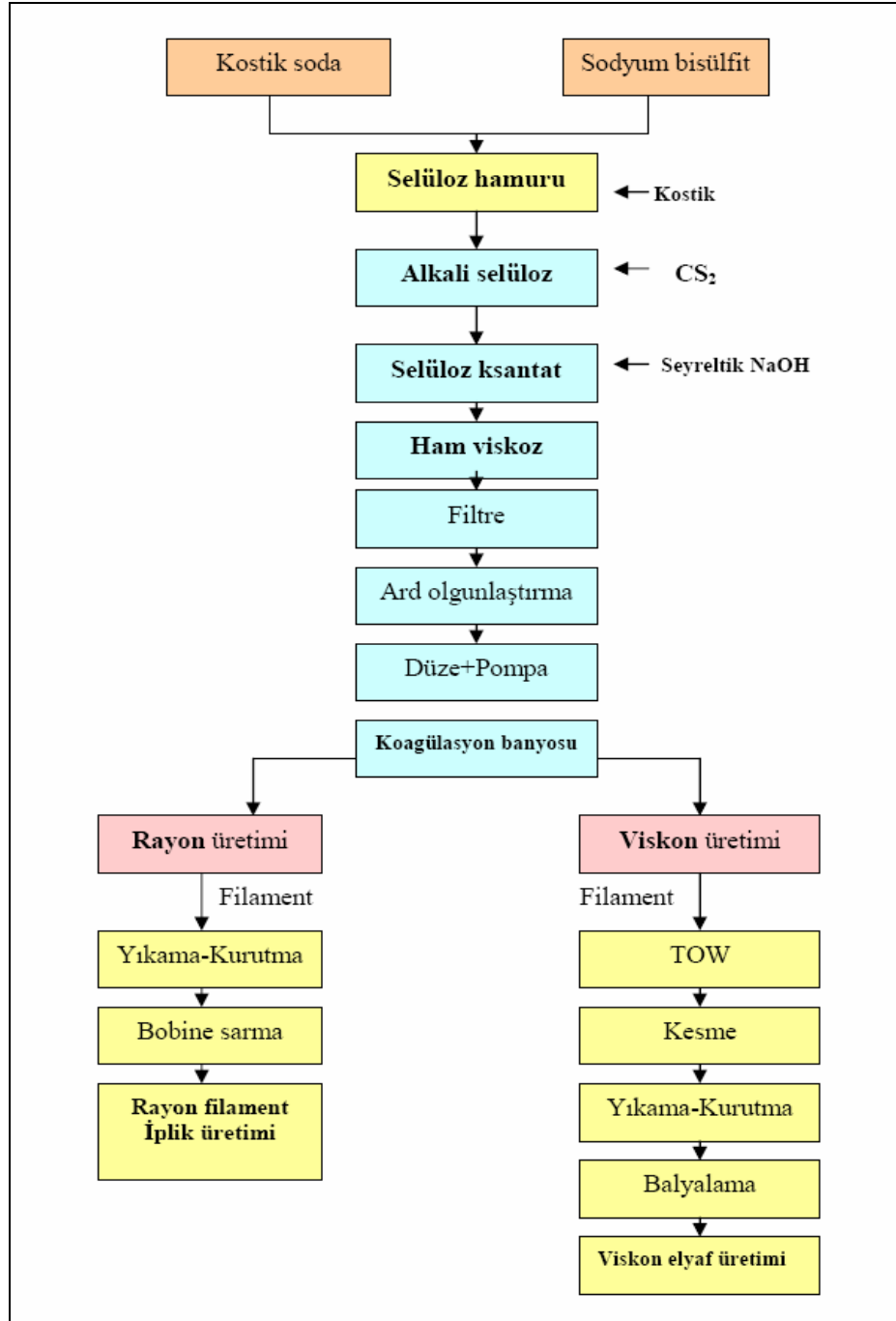
Şekil 2.20. Kuagülasyon banyosu



Şekil 2.21. Rayon üretiminde germe-çekme

Filamentler tow (kablo) şeklinde bir araya getirilir. Kesme işlemi ile de ştapel (kesikli) hale dönüştürülür. Yıkama ve kurutma işlemlerinden sonra balyalanır ve **viskon elyafı** elde edilir Balya halinde işletmelere sevk edilir. **Viskon**, kesikli rejenere selüloz elyaftır

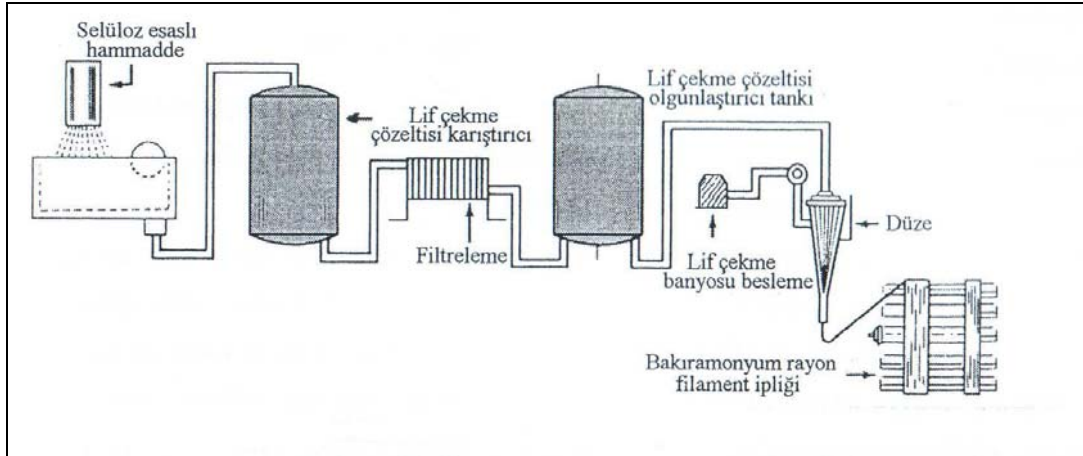
ve genel özellikleri bakımından pamuğa benzemektedir. (İlerleyen konularda Viskoz Rayon hakkında daha geniş bilgiler verilecektir.)



Şekil 2.22. Viskoz rayon üretim aşamaları şeması

2.3.2.2. Bakır Yöntemi

Bakır rayonu eldesi için; pamuk linterleri veya odun hamurunun bakır oksit ve amonyak ile işlem görmesi yöntemidir. Linterler, bu çözeltide çözülerek düzelerden geçirildikten sonra su ve seyreltik asitler ile temas ettirilerek liflerin katılaşması sağlanmaktadır.



Şekil 2.23. Bakır yöntemi ile rejenere selüloz elyaf üretimi

Düzeden püskürtülen lif çözeltisi veya eriyiği kuagülasyon banyosu içinde pıhtılaşarak lif haline gelir. Bu proseste, yaş elyaf çekim işlemi uygulanmıştır. Kesiksiz bakır ipeği ve bakır yöntemine göre elde edilen kesikli rejenere selüloz lifleri üretimi hemen hemen bitmiş durumdadır.

2.3.2.3. Nitrat Yöntemi

Elyaf maddesi olan linterler veya selüloz maddesi önce basit işlemlerden geçirilir. Daha sonra 30-40 ° C sıcaklıkta nitrolama asidi ile muamele edilir. Nitrat elyafı, nitrik asidin selüloz maddesi üzerindeki etkisi ile elde edilir.

Nitrolama sonrası selülozdinitrat oluşur. Asit fazlasının uzaklaştırılması için yıkama yapılır. Selülozdinitrattan çözelti oluşturulur. Dinlendirme ve filtreleme sonrası kuru elyaf çekim yöntemine göre elyaf çekildikten sonra sıcak hava etkisiyle katılaştırma yapılır. Bu şekilde üretim gerçekleştirilir.

Bu yöntemin artık kullanılmamasının nedenleri; patlama tehlikesi, pahalı bir yöntem olması ve su tüketim miktarının çok yüksek oluşudur. Ayrıca; çok hızlı yanma özelliği olduğundan, bu özelliğin yok edilmesi veya azaltılması gerekir. Ancak, bu işlemler de elyafın sağlamlığını oldukça azaltır. Bu da kullanım değerini yok etmektedir.

2.3.3. Başlıca Rejenere Selüloz Lif Çeşitleri

- ✓ Viskoz lifleri,
- ✓ Modal lifleri,
- ✓ Nitrat rayonu,
- ✓ Bakır amonyum rayonu,
- ✓ Asetat lifleri,
- ✓ Triasetat lifleri' dir.

Bunlardan nitrat rayonunun ve bakır rayonunun günümüzde üretimi yoktur. Viskoz lifleri ve modifiye viskoz liflerinin üretimi önemlidir. Asetat ve triasetatın özellikleri nitrat, viskoz ve bakırdan farklıdır. Bu iki elyafı elde edilen lif özellikleri de, selüloz liflerinden çok, hidrofob sentetik kimyasal liflere benzemektedir.

2.4. Modifiye Rejenere Selülozik Lifler

Selüloz ham maddelerden elyaf üretimi sırasında değişik işlemler uygulanarak, elyafa farklı fiziksel ve kimyasal özellikler kazandırılarak üretilmiş rejenere selüloz lifleridir.

Bu modifikasyon işlemi sonrası liflerin mekanik özelliklerinde, yapılarında veya kimyasal özelliklerinde az ya da çok değişiklik meydana gelir.

Modifiye selüloz lifleri üç grupta toplanır;

- ✓ Yüksek mukavemetli viskoz lifleri,
- ✓ Yüksek yaş modüllü viskoz lifleri (modal lifleri)
- ✓ Diğer modifiye lifler (örneğin; kıvrımlı selüloz lifleri, kanallı selüloz lifleri).

2.4.1. Yüksek Yaş Modüllü Rayon (Modal Elyafı)

Yüksek sağlamlık ve ıslak durumda yüksek elastikiyet modülü kazandıran işlemlerle üretilen rejenere selüloz lifleridir.

Yaş modül, yaş durumdaki bir lifi 0'dan % 5 uzunluğa kadar uzatmak için harcanan g/tex ile ölçülen kuvvettir. Teorik olarak, bu değer 20 ile çarpıldığında % 100'lük esneme için gerekli olan kuvveti verir.

Yüksek yaş modüllü rayon üretimi için viskoz üretim metotlarının modifikasyonu, life viskoz liflerine nazaran kuru halde çok yüksek olmayan, fakat yaş halde oldukça yüksek yaş mukavemet kazandırır.

Aynı zamanda lifin giysi için gerekli olan uzamaya sahip olmasını, ancak çok az yüklenmelerle kolay uzamamasını sağlar.

Modal lifleri oluşturan makro moleküllerde ortalama polimerizasyon derecesi 450-800'dür. (normal viskoz liflerinde 250-400). Bu lifler yaş durumunda 22,5 g/tex değerinde kopma dayanımı ve sınırlı bir esneme göstermek zorundadır.

Su emiciliği standart rayondan daha azdır ve bu nedenle yaşken boyutsal stabilitesi daha iyidir. Bu lifler, öteden beri pamuktan yapılan kumaşlarda geniş olarak kullanılmakta ve diğer liflerle sıklıkla karıştırılmaktadır.

Çeşitli modal lifleri mevcuttur.

- ✓ Polinozik lifler,
- ✓ HWM (High *Wet* Modulus) lifleridir.

İkisinde de ortak olan noktalardan birincisi; manto ile çekirdek arasındaki, lif sıklığında fark olmayan homojen lif yapısıdır. İkincisi; tırtıksız olup, yuvarlağımsıdan, fasulye veya böbrek biçimine kadar giden enine kesite sahip, pamuğa benzeyen yüksek polimer fibriler yapılarıdır.

Aralarında ki fark ise; polinoziklerin daha yüksek yaş modüle sahip olmaları nedeniyle meriserizasyona daha elverişli olmaları, buna karşılık HWM liflerinin de daha yüksek bükme dayanıklılığı göstermeleridir.

2.4.1.1. Polinoz Elyafı

Selülozdan elde edilen viskon liflerinin dezavantajlarının azaltılması için yapılan çalışmalar sonucunda polinozik lifler ortaya çıkmış ve tekstil sektörü içerisinde kullanım alanı bulmuştur. Rejenere selüloz liflerinin dezavantajı olarak karşımıza çıkan

yaş mukavemetinin düşüklüğü ve boyut stabilitesinin kötü olması, üretim hattında ve oryantasyon aşamasında yapılan değişiklikler ile giderilmeye çalışılmış ve yaş mukavemeti iyi olan polinozik lifler üretilmiştir.

1951 yılında Japonya’da S. Tachikawa tarafından ilk kez polinozik lif üretimini gerçekleştirilmiştir. Polinozik lifler 1970 yıllarında Avrupa’da da üretilmeye başlanmış, ancak 1985 yılından sonra Avrupa’da polinozik lif üretimi yapılmamıştır. 1985 yılında Toyobo polinozik bir lif olan Tufcel’i modifiye ederek bayan dış giysisi için kullanmıştır. Tufcel kumaşlar ile ipek hissi sağlanmış ve döküm kalitesinin iyi olması, parlak renkleri ve pamuktan daha iyi nem tutma özelliği ile tercih edilen materyaller haline gelmiştir. 1999 yılında Toyobo firması yeni bir polinozik lif olan Arusura’yı üretmiştir. Bu lif üretilirken yeni düze dizaynı ve filtrasyon metodu kullanmış ve daha yumuşak tutuma sahip lifler üretilmiştir.

Polinozik liflerin üretilmesinde kullanılacak selülozun α - selüloz içeriği oldukça fazla olmalı ve polimerleşme derecesi de mümkün mertebe doğal selülozunkine yakın olmalıdır.

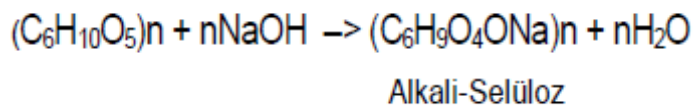
2.4.1.1.1. Polinoz Elyafı Üretimi

Polinozik lif üretimi genel olarak 5 aşamada toplanabilir.

- ✓ Alkali selülozun elde edilmesi
- ✓ Selüloz çözeltisinin elde edilmesi
- ✓ Lif çekimi
- ✓ Yıkama-kükürt uzaklaştırma

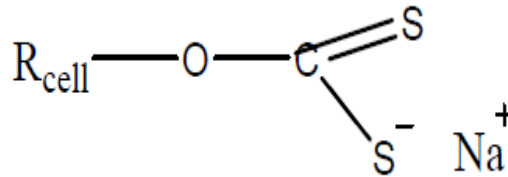
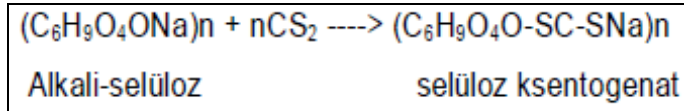
Alkali selülozun elde edilmesi:

%18-19 NaOH içerisinde selüloz makro molekülleri çözülerek alkali selüloz bulamacı elde edilir. Alkali selüloz oluşumunda işlem sıcaklığı 200°C, işlem süresi 2 saat olarak uygulanmalıdır. Alkali selüloz bulamacı fazla dinlendirilmeden preslenmelidir. Selülozun alkali ile olan reaksiyonu aşağıda verilmiştir.



Selüloz ksantogenatın elde edilmesi:

Alkali selüloz karbon sülfür ile muamele edilerek selüloz ksantogenat elde edilmektedir. Polinozik lif üretiminde kullanılan karbon sülfür miktarı viskoz lifi elde edilirken kullanılanlardan daha az olmalıdır. 2,5 saatlik işlem süresinin ilk 1 saatte sıcaklık 20 °C'den 250 °C'a çıkarılmalıdır.



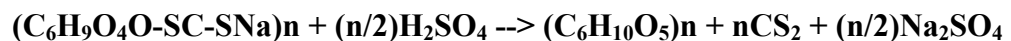
Şekil 2.24. Selüloz ksantogenat

Selüloz çözeltisinin elde edilmesi:

Normal viskoz lif çekim çözeltisi soda ile hazırlanırken, polinozik lif çekim çözeltisi NaOH ile hazırlanmaktadır. Lif çekim çözeltisinin selüloz/NaOH oranı 2,14 olmalıdır.

Lif çekimi:

Polinozik liflerde lif çekimi yaş lif çekim yöntemine göre yapılmaktadır. Banyo oldukça yüksek oranda su ve %1-2 sülfürik asit içerir, 25°C'da püskürtülen filamentler % 300'e varan bir germe işlemi yapılmaktadır. Yüksek oranda germe işlemine tabi tutulan polinozik lifler daha sonra relaksiyona bırakılmalıdır. İşlem sonunda ortalama polimerizasyon derecesi 500-700 olan lif elde edilmektedir.

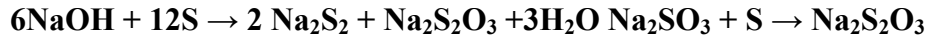


Yıkama-kükürt uzaklaştırma:

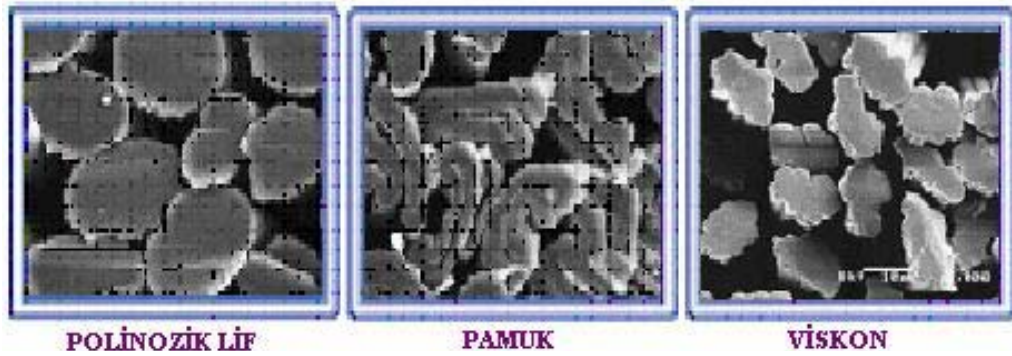
Lif çöktürme banyosundan çıkan liflerin ılık su ile iyi bir yıkamadan geçirilmesi gerekmektedir. Lifler üzerinde kalacak asit ve tuz artıkları daha sonra yapılan kurutma

sırasında liflerin zarar görmesine yol açabilmektedir. Liflerdeki kükürdün giderilmesi için lif, içerisinde 2-5 g/lit NaOH, sodyum sülfat ve sodyum sülfür bulunan banyodan geçirilmektedir. Lif, 80-900C'daki banyo içerisinde birkaç dakika içerisinde geçirilmelidir.

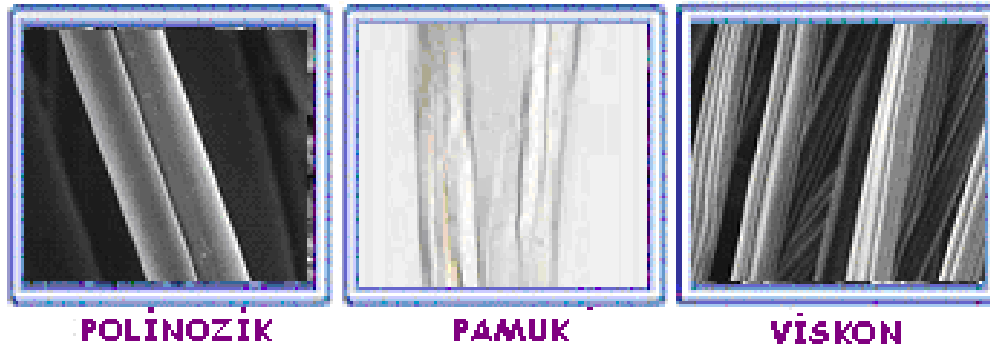
Banyo içerisinde aşağıda belirtilen reaksiyonlar gerçekleşmektedir.



Polinozik lif üretimi sırasında gerek viskoz çözeltisi içerisine gerekse püskürtme banyosuna, amin, poliamin, amid ve heteroçiklik azot bileşikler, polietilen oksit ve polipropilen oksit kopolimerleri, polietilen glikol gibi modifiye edici bileşikler ilave edilmektedir. Bu maddeler ile püskürtme banyosundaki çinko iyonları ile kompleks membran oluşturulmakta, koagülasyonu frenlenmekte ve üretilen liflerin yaş mukavemetleri daha iyi olmaktadır.



Şekil 2.25. Polinozik, viskon ve pamuk liflerinin enine kesitleri



Şekil 2.26. Polinozik, viskon ve pamuk liflerinin boyuna kesitleri

Tablo 2.3. Polinozik, poliester ve pamuk liflerinin özelliklerinin değerlendirilmesi

PARAMETRE	PAMUK	POLİNOZİK	POLİESTER
KONFOR			
Nem tutma	İyi	Çok iyi	Kötü
Termal koruma	İyi	Çok iyi	Kötü
Hava geçirgenliği	Çok iyi	İyi	Kötü
Yumuşaklık	İyi	Çok iyi	Kötü
Yüzey pürüzlülüğü	Kötü	İyi	Çok iyi
Statik dağılma	İyi	Çok iyi	Kötü
ESTETİK			
Döküm	İyi	Çok iyi	Kötü
Parlaklık	Kötü	Çok iyi	Çok iyi
Kırışmama	Kötü	İyi	Çok iyi
Üniformluk	Kötü	Çok iyi	Kötü
KULLANIM PERFORMANSI			
Antipilling	İyi	Çok iyi	Kötü
Yıkama&giyim	İyi	İyi	Çok iyi

2.4.1.1.2. Polinozik Liflerin Fiziksel Ve Kimyasal Özellikleri

✓ **Boyutsal Stabilitesi:**

Polinozik liflerin yaş mukavemeti ve yıkama sonunda boyut stabilitesi oldukça iyi olmakta ve yıkama sonrası kumaşlarda sert tutum oluşmamaktadır.

✓ **İnce İplik:**

Laboratuvar koşullarında 0,5 denye inceliğinde polinozik iplik üretilebilmiştir. 1 denye polinozik elyaf bile kolaylıkla üretilabilmektedir. Ne60' dan daha ince iplikler pamuk ile rekabet edebilmektedir.

✓ **Boya Absorbsiyonu:**

Polinozik materyaller pamuk ve viskonu boyayan tüm boyarmaddeler ile kolaylıkla ve üniform olarak boyanabilmektedir. Polinozik liflerin boyarmadde absorpsiyonu pamuk liflerinininkine yakındır ve yıkama sonrası renk değişimi de az olmaktadır.

✓ **Parlaklık:**

Pürüzsüz yüzeyi ve dairesel kesiti sayesinde ipek gibi parlak bir görünüme sahiptir.

✓ **Reçine Muamelesi:**

Reçinesiz polinozik kumaş viskon ve pamuğa göre daha yüksek buruşmazlık özelliği gösterir ve reçine ile bu özellik geliştirilebilir.

✓ **Alkaliye Dayanıklılık:**

Polinozik lifler fibriler yapısı nedeniyle viskona göre daha fazla alkali dayanımına sahiptir. %100 polinozik kumaşların iyi boyarmadde absorpsiyonu nedeniyle merserize yapılmadan bile iyi parlaklığa sahip olabilmektedir.

✓ **Leke Tutmama:**

Polinozik liflerin yuvarlak ve çapraz kesitleri nedeniyle iyi leke tutmama özelliğine sahiptir. Bunun yanında bu liflerin temizlenmesi de oldukça kolaydır.

✓ **Mukavemet:**

Polinozik lifler pamuk kadar sağlamdır. Bu materyallerin özellikle yaş dayanımları oldukça iyidir.

✓ **Diğer Lifler İle Harmanlama ve Karıştırılması:**

Diğer lifler ile harmanlanması kolaydır. Sentetik lifler ile karışım yapıldığı zaman hem iplik eğrilmesi daha kolay hem de harman oluşturulması oldukça kolaydır.

2.4.1.1.3. Polinozik Kumaşların Kullanım Alanları

Polinozik kumaşlar ipeğe benzer görünümü ve pamuğa göre daha iyi tuşesi nedeniyle değişik alanlarda kullanım imkanı bulmuştur. Polinozik kumaşlar giysilik kumaştan teknik tekstillere kadar geniş bir yelpazede kullanılmaktadır. Daha iyi boyanabilme ve parlak renkleri nedeniyle liflerin kullanım alanı artmaktadır.

Polinozik kumaştan yapılan giysilerin kalıcı parlaklığı ve lüks görünümü bu kumaşların bayanlar tarafından tercih edilmesini sağlamaktadır. Polinozik liflerin iyi nem emme özelliği nedeniyle, spor giysisi üretiminde de kullanılmaya başlanmıştır. Hem nem

geçirme özelliği hem de ipek hissi nedeniyle polinozik kumaşlar bayan iç giyiminde de kullanılmaktadır.

Polinozik kumaşlarda nem emme Helenca-Comforta prensibine göre olmaktadır. Bu prensibe göre kumaş yüksek nem geçirme yeteneğine sahip olan, yüksek nem emme yeteneğine sahip olan selülozik tabaka ve ısı ve nem düzenleyici hava tabakasından oluşmaktadır. Bu prensibe göre cilt gözeneklerinden çıkan ter yüksek nem geçiren tabaka tarafından alınarak yüksek emme yeteneğine sahip olan selülozik tabakaya iletilir ve bu tabakadan da dış havaya verilir. Böylece cilt ve kumaş tabakası arasında vücut sıcaklığını tutabilen hava tabakası oluşur. Nem tutma özelliğinin iyi olması nedeniyle havlularda da kullanım alanı bulmuştur. Bu kumaşlar iş elbisesi yapımında da kullanılmaktadır.

Ev tekstili olarak mobilya kaplamalarında, battaniye yapımında, yatak çarşafalarında ve halı yapımında kullanılmaktadır. Polinozik kumaşlar statik elektriklenmeye sebep olmadığı için halı yapımında özellikle tercih edilmektedir. Teknik tekstil alanında ise elektrik tellerinin kaplanması, koruyucu giysi yapımında kullanılmaktadır.

Westex firması tarafından üretilen %85 geç tutuşur vinal lifi ve %15 polinozik lif karışımından üretilen vinex kumaşlar özellikle alüminyum işletmelerinde koruyucu giysi olarak kullanılmaktadır. Fujibo tarafından polinozik liflere çitin/çitosan eklenerek özel antibakteriyel polinozik materyaller üretilmektedir.

Polinozik liflerin doğal nem alma yetenekleri çitosanın anti-bakteriyel aktivitesi ile birleştiğinde mükemmel cilt hassasiyeti bulunan materyaller üretilmektedir. Çitopoli olarak adlandırılan bu ürün, dünyaca ünlü Mark & Spencer (U.K.) ve El Corte Ingles (İspanya) şirketleri tarafından kullanılmaktadır.

2.4.1.2. HWM (High Wet Modulus) Elyafı

Yüksek yaş modüllü rejenere selüloz lifidir. Yüksek sağlamlık ve elastikiyet modülüne sahiptir. Bazlara karşı dayanıksız olması nedeniyle merserize edilemez. Yüksek bükme dayanıklılığı vardır. Kaynar yıkamadan sonraki çekme yüzdeleri polinozik liflerden belirgin bir derecede fazladır.

HWM liflerinin eldesinde; yüksek polimerizasyon derecesinde selüloz kullanılır, sülfürlemede sübstitüsyon derecesi yüksek tutulur. Lif çöktürme banyosuna çinkosülfat ve modifikatör ilave edilir. HWM rayonu poliester gibi liflerle karışımına çok uygundur.

2.4.2. Asetat Lifleri

Asetat ipeği üretimi için odun hamuru, pamuk linteri veya artıkları kullanılır. Önceden sodyum hidroksit (NaOH) ile işlem görmüş olan odun hamuru, sodyum hipoklorit (NaClO) ile ağartılır ve kurutulur. Kurutulmuş selüloz hammaddesi, asetik asit içinde ıslatılarak şişirilir. Bu işlemde katalizör olarak sülfirik asitle beraber çinko klorür de kullanılır. Şişirilmiş selüloza asetik anhidrit eklenerek asetilasyon işlemi gerçekleştirilir.

Bu reaksiyon ekzotermik (dışarıya ısı verebilen) olduğundan karışımın dıştan soğutulması gereklidir. 6-7 saat sonra selüloz tamamen esterleşerek jelatinimsi viskoz hale dönüşür. Viskoz sıvı % 50'lik asetik asit çözeltisi ilave edilerek kısmen hidroliz edilir. Hidrolizin derecesi karışımdaki asetat yüzdesi ile belirlenir.

Asetat yüzdesi %45-55 olduğunda primer asetat, sekonder asetat veya 2,5 asetat denilen bileşiğe dönüşmüş olur. Elde edilen sekonder asetat su dolu kaba dökülür ve beyaz toz halinde çöktürülür. Süzülür, yıkanır ve kurutulur. Sekonder asetat ağırlığının üç katı asetonda çözündürülür. Çözünme 24 saat sonra tamamlanarak lif çekimine hazır duruma gelir. Önce çözelti vakumlanır ve süzülür. Kuru çekim yöntemi ile filament haline getirilir. Sekonder asetat ayrıca 230° C'a kadar ısıtılıp eritilerek yumuşak çekim yöntemi ile de filament halinde çekilebilir. Dayanıklılığını artırmak için germe çekme işlemi uygulanır ve bobine sarılır.

2.4.2.1. Asetat Liflerinin Fiziksel Yapısı Ve Özellikleri

Tablo 2.4. Asetat liflerinin fiziksel yapısı ve özellikleri

KRİTERLER	ASETAT ELYAFININ FİZİKSEL YAPI VE ÖZELLİKLERİ
Mikroskopik görünüş	Asetat pürüzsüz bir yüzeye sahiptir ve boyuna çizgileri viskoz rayonundan daha seyrektr. Loblu bir kesiti vardır.
Uzunluk	Genelde sınırsız uzunlukta filament halindedir. Kullanım yerine göre istenilen uzunlukta şapel halinde kesilebilir.
İncelik	Genelde ince numaralarda 1-5 dtex arasında üretilebilirler.
Renk	Özel olarak matlaştırılmamış ise şeffaf renktedir.
Parlaklık	Üretildiklerinde parlak olup kullanım amacına göre matlaştırılabilirler. Parlak, yarı parlak veya mat halde olabilirler.
Mukavemet (kuru)	Çok iyi değildir. Mukavemetleri 1,5-2 g/denye arasındadır.
Mukavemet (yaş)	Yaşken mukavemet düşer. Yaş mukavemetinde %30 düşme olur.
Uzama elastikiyeti	Çok yüksek değildir. %25-30 arasında bozulmadan uzayabilirler.
Rezilyans (yaylanma)	Orta derecededir, yaylanma özelliği naylondan düşük, pamuktan yüksektir.
Nem alma	%6,5 , nem alabilir.
Sıcaklık	Ütüleme sıcaklığı, 160°C, Düşük ısılarda ütülenmelidir.
Alev alma	Her ikisi de yavaş yanar. Geriye kalan eriyik ciddi yanmalara sebep olabilir.
Statik elektriklenme	Statik elektriklenme derecesi düşüktür.
Pilling (boncuklanma)	Boncuklanmaz.
Yoğunluk	1,31g/cm ³ , civarındadır.Pamuk ve poliesterden düşük , akrilik ve ve naylondan yüksek yoğunluk değerine sahiptirler.

2.4.2.2. Asetat Liflerinin Kimyasal Yapısı Ve Özellikleri

Tablo 2.5. Asetat liflerinin kimyasal yapısı ve özellikleri

KRİTERLER	ASETAT ELYAFININ KİMYASAL ÖZELLİKLERİ
Asitler	Leke çıkarmada kullanılan asitlerden etkilenmezler. Konsantre kuvvetli asitler ise elyafı parçalar.
Bazlar (alkaliler)	Sulu bazların etkisi azdır. Kuvvetli bazlardan zarar görürler.
Organik çözücüler	Etkilenmez.
Ağartma maddeleri	Tavsiye edilen konsantrasyonlarda ağartıcılarının kullanımından zarar görmezler.
Küf ve mantar	Küfe karşı dirençlidirler; fakat solmalara neden olabilir.
Güveler , böcekler	Dayanıklılırlar.
Işık , atmosfer koşulları	Asetat güneş ışığında uzun süre kaldığında zayıflar.
Su	Şişme ve çekme gibi etkiler olmaz. Çok çabuk kurur. Islakken dayanımı azalır.
Boyama	Asetat , pamuk boyarmaddeleri ve özel boyalar ile boyanır.

2.4.2.3. Asetat Liflerinin Kullanım Alanları

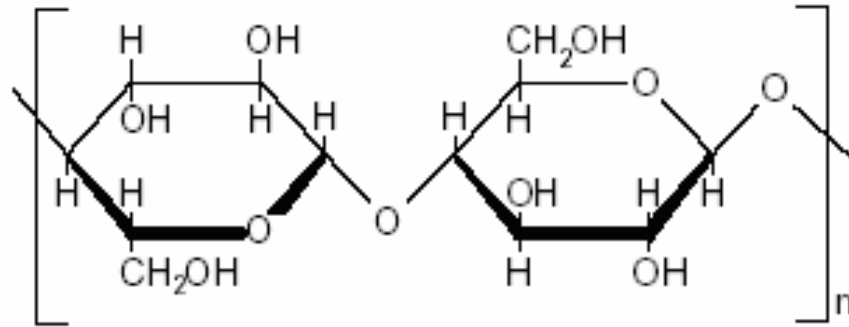
Filament iplik halinde üretilenler; abiye giysilik kumaşlar, pelüş, kadife, dekorasyon amaçlı kumaşlar, kürk ve manto için astarlık kumaşların üretiminde kullanılır. Kesikli liflerden eğirilen iplikleri; fantezi iplikler, elbiselik kumaşlar, takım elbiselik ve mantoluk kumaşların üretiminde kullanılır.

2.5. Viskoz Lifi (CV)

Dünyada üretilen suni liflerin $\frac{3}{4}$ 'ü viskozdur. Önemi çok büyüktür. Viskozun kesikli haline viskon denir. Devamlı (continue) olanına ticari yaşamda floş'ta denir. [46]

Elde edilişi:

En fazla uygulanan rejenere selüloz lifi elde etme yöntemi olan viskoz yönteminin özü; linterler veya selüloz maddesinin kostik sodayla muamelesi sonucu oluşan sodyum selülozunu, karbondisülfid ile muamele edip selülozksantojenat haline dönüştürmeye dayanmaktadır. Selüloz-ksantojenat seyreltik kostik soda içerisinde çözülebilmekte olup, bu şekilde elde edilen çözeltinin düzelerden geçirildikten sonra asitli bir banyoya sokulmasıyla, çözülme sona ermekte yani lifler katılaşmaktadır [47].

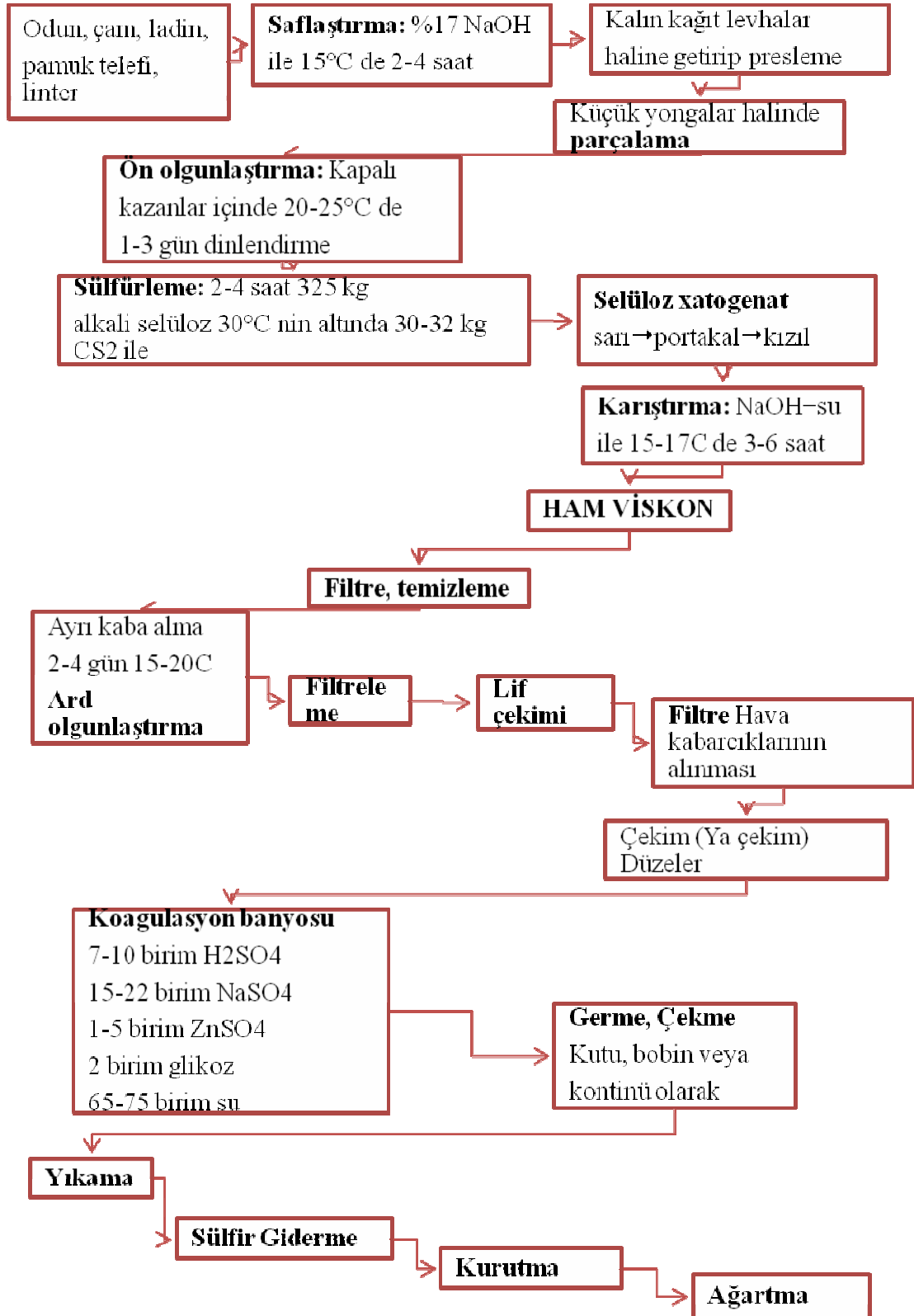


Şekil 2.27. Viskoz lifinin kimyasal formülü [47].

Hammadde olarak pamuk linteri, pamuk telefi, kavak, ladin, çam, okaliptüs ağaçları tercih edilir. Çünkü bu ağaçlardan elde edilen selüloz %94 oranında saflaştırılabilir. Ağaçların odunları yongalar halinde parçalanır; kostik soda ve sodyum disülfüt içinde kaynatılır. Böylece yabancı maddeden temizlenmiş olur. Yıkanır; kalın kağıt levhalar haline getirilir ve balyalanarak viskoz elyaf fabrikalarına gönderilir. Viskoz fabrikasına gelen selüloz hammaddesi 2 ana adımlı işleminden geçirilir:

1. Alkali selüloz eldesi: Selülozun NaOH ile çözülmesi,
2. Selüloz xatogenatin oluşması: CS₂ ile lif olabilecek kıvama getirilmesi.

Elde edişi aşağıda Şekil 2.27.de blok şema halinde açıklanmıştır [46].



Şekil 2.28.. Viskon eldesi blok şema[46]

Özellikleri:

Çok parlaktır. Mat istenirse çözeltisi içine TiO_2 atılır. Esas rengi saman sarısıdır, ağartıldıktan sonra gümüş beyazı olur. Uzun süre güneş altında durursa mukavemeti düşer ama rengi solmaz. Asitlere dayanıksız; bazlara dayanıklıdır. Oksidantlardan etkilenir. Peroksitlerle ağartılır. Düz, yumuşak, pürüzsüz, ipek tutumundadır. Böcek ve mikroorganizmalara dayanıklıdır. Tek dezavantajı amorf bölgeleri fazla olduğu (ancak %30-40'ı kristalin bölgedir) için fazla su emer ve mukavemeti düşer. içine en fazla nem alan kimyasal liftir. Kurutulduktan sonra kendi özelliğine döner. iyi boya alır. Alerjik değildir. Ucuzdur. Doğal liflere en yakın liftir. Stapel halinde çok kullanılır. Sıcak tutar. 1,3 ile 2,5 dtex lif inceliğinde üretilir.

Kuru mukavemet. 2,0-2,6 gr/den Kuru % uzama %17-25 Nem alma %11-13

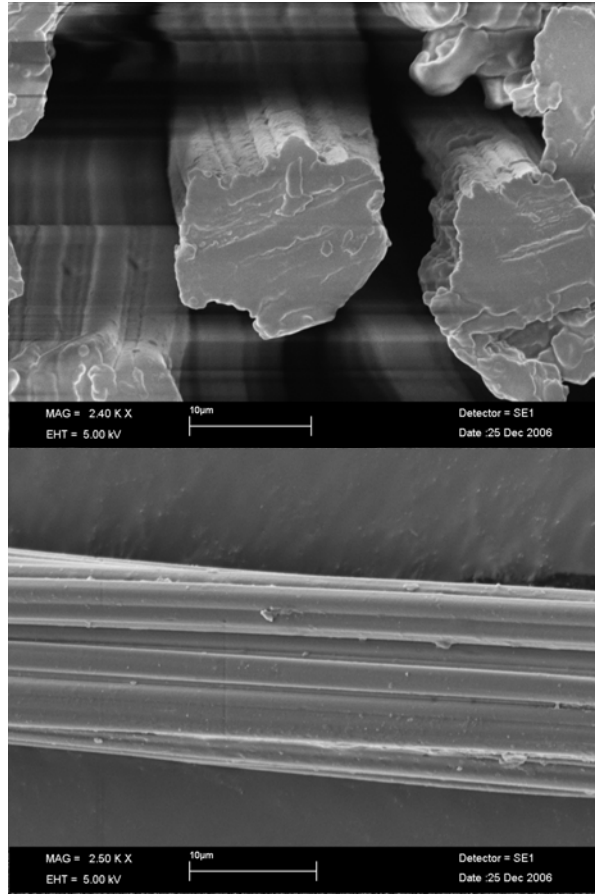
Yaş mukavemet. 0,9-1,5 gr/den Yaş% uzama %23-32 Özgül ağır. 1,50-1,53 gr/cm^3 [46].

Kullanıldığı yerler:

“B-tipi” olarak adlandırılan daha az kıvrımlı olanlar % 100 veya pamukla (genelde penyelenmiş olarak), sentetik lifler, keten, yün ile belli oranlarda karıştırılabilir. iç çamaşırları ve spor giyimde çok kullanılır. Ayrıca mobilya yüzü, masa örtüsü, havlu, bornoz, non-woven, astarlık, etek, bluz, üst giyside kullanılır. Elastanla birlikte üretilen örme kumaşlar son zamanlarda çok fazla rağbet görmektedir. 2,5 dtex lif inceliğinde ve polyesterle karışımli ipliklerle yapılan dokuma kumaşlarda başarılı sonuçlar alınmıştır. “W-tipi” olarak adlandırılan kıvrımlı ve uzun lifli olanları ise triko, battaniye, manto ve takım elbiselik üretiminde kullanımı yaygındır [46].

2.5.1. Viskon Liflerinin Özellikleri

Viskon lifleri uzunlamasına birçok çizgiye sahiptir. Bu çizgiler viskon liflerinin karakteristik mikroskobik görünüşleri olup, viskon çözeltisinin düzensiz çekilmesi sonucu meydana gelmektedir [40].



Şekil 2.29. Viskon lifinin SEM görünüşü

2.5.2. Viskon Liflerinin Fiziksel Özellikleri

Viskon liflerinin pamuktan farklılıkları, farklı kristal kafes yapılarıyla açıklanabilmektedir. Konvansiyonel viskon lifleri, pamuk liflerine göre daha düşük mukavemet, daha yüksek su alma yeteneği, daha çok buruşma ve daha fazla esneklik özellikleri göstermektedir (Tablo 2.6.). Viskon filamentlerinin kendilerine has parlak bir görünümü mevcuttur. Işık, lifin üzerine düştüğü sırada bir miktar absorbe edilmektedir. Yansıtılan ışık ise beyaz renktedir. Işığın çoğu, filament veya kesikli liflerin pürüzsüz ve düzenli yüzeylerinden yansıtılmaktadır. Böylece göz kamaştıran ve ışıltılı bir parlaklık elde edilmektedir. Bu yüzden bir matlaştırıcı madde, (genellikle titanyumdioksit) lif çekim çözeltisine ilave edilebilmektedir. Titanyum dioksit, yaklaşık 0,8 nm boyutlu beyaz bir tozdur. Bunlar filamentlerde mevcut olduğunda viskonun beyaz görünümüne sahip olmasını sağlamaktadır. Parlaklığın azaltılma derecesi, lif çekim çözeltisine ne kadar titanyum dioksitin ilave edildiğine bağlıdır.

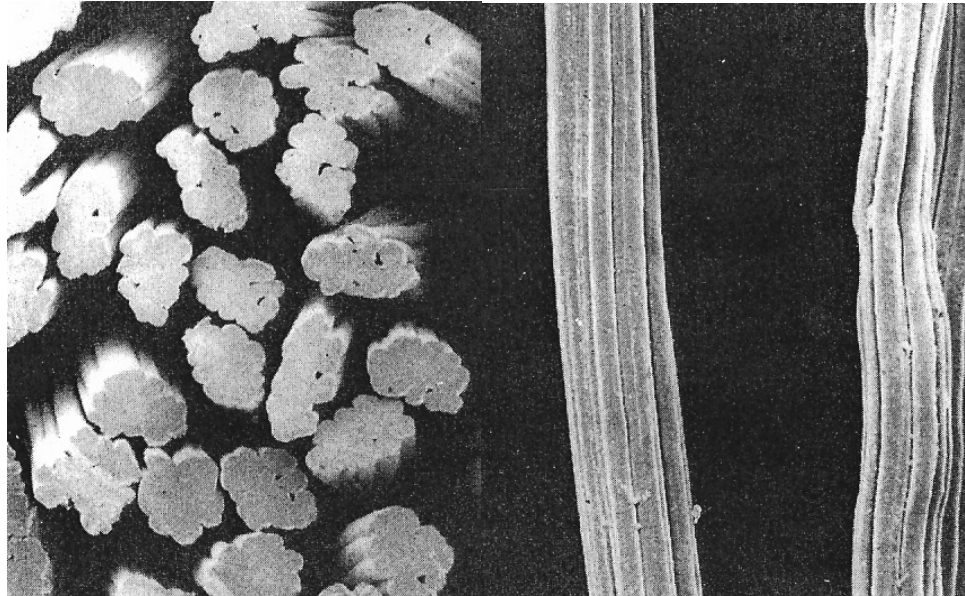
Tablo 2.6. Çeşitli selülozik liflerin lif özelliklerinin karşılaştırılması [49].

Lif Özellikleri	Pamuk	Viskon	Modal	Polizonik	Bakır Lifi	Lyocell
Lif inceliği dtex	1,8	1 – 100	1 – 3,3	1,3 – 4,2	1,4 – 2,2	0,9 – 3,3
Kuru Kopma Dayanımı cN/tex	24 – 28	20 – 24	34 – 36	35 – 40	15 – 20	40 – 44
Kuru Kopma Uzaması %	7 – 9	20 – 25	13 – 15	10 – 15	7 – 23	14 – 16
Yaş Kopma Dayanımı	25 – 30	10 – 15	19 – 21	27 – 30	9 – 12	34 – 38
Relatif Yaş Dayanım %	105	55	57	75	60	85
Yaş Kopma Uzaması %	12 – 14	25 – 30	13 – 15	10 – 15	16 – 43	16 – 18
Polimerizasyon Derecesi	2000– 3000	250 – 350	300 – 600	500 – 600	450-550	550 – 600
İlmek Dayanımı cN/tex		10 – 14	12 – 16	8 – 12		18 – 20
Fibrilasyon Eğilimi	2	1	1	3	2-3	4-6
Su Tutma Değeri %	45 – 55	90 – 100	75 – 80	55 – 70	100	65 – 70
Kristalinite		25	25	40	25	40

Kimyasal lifler, doğal liflere göre, daha fazla yarı saydamdır. Bir lifin yarı saydamlığı, onun kısmen şeffaf (saydam) olduğu anlamına gelmektedir. Yani lif yapısı ve polimer sistemi, bazı ışınların liften tamamen geçmesine izin vermektedir. Ayrıca bu, yarı saydam liflerin mikro yapılarının da daha üniform olduğunu göstermektedir. Saydam olmayan (ışık geçirmeyen) pamuk, yün, keten gibi lifler oldukça karışık bir mikro yapıya sahiptir. Bu lifler, kimyasal lifler ve ipekle karşılaştırıldığında temizlemeden

sonra bile daha fazla yabancı madde içermeye eğilimlidirler. Bu yüzden; pamuk, keten ve yünün lif üzerine düşen her ışığın bir kısmını absorbe etmesi kuvvetle olasıdır. Geleneksel viskon lifleri; pamuğa göre daha düşük dayanım ve daha yüksek esneyebilme yeteneğine sahiptir. Viskonda ortalama polimerizasyon derecesi daha düşüktür. Her iki lif çeşidinde de hem başlangıç materyali olan selüloz maddesinin (800-1200) hem de lif çekim çözeltisinin (300-700) ortalama polimerizasyon derecesinin eşit olmasına rağmen, lif çekim çözeltisi ve çekim banyosundaki maddelerin varyasyonu sayesinde normal viskon liflerinde (pamuk-tipi) ortalama polimerizasyon derecesi 180-280 iken modal liflerde (yüksek yaş modül tipi) 250- 380 değerlerindedir [49].

Viskoz rayonu liflerinin yüzeyleri düz ve pürüzsüz olup yumuşak bir tutum veririler. Bazı durumlarda hafif kıvrımlılığa rastlansa da pamuk liflerinde olduğu gibi bir bükümlülük görülmez. Enine kesit görünüşlerinde düzenli olmayan daireler gözlenirken, yüzeylerinde de uzun, ince çizgiler mevcuttur.



Şekil 2.30. Viskoz rayonu liflerinin enine ve boyuna kesit görüntüleri [31].

Viskoz rayonu nemi kolay absorblayan, hidrofilik bir lif olup bünyesine normal şartlarda %11-13 oranında nem alabilir. Bu değer, yapıdaki amorf ve kristalin bölge oranlarına bağlı olarak değişim gösterebilir. Viskozun yapısındaki amorf bölge miktarının pamuğa göre daha fazla olması, viskoz elyafının pamuk elyafına göre daha fazla nem almasını sağlar.

Hatta, viskoz elyafı suya batırılarak bir süre bekletildiğinde bünyesine %100-110 oranında su aldığı bile görülebilir. Bu durumda elyafın hacmi ve uzaması artarken, mukavemeti azalır. Bünyelerindeki fazla su uzaklaştırıldığında, tekrar eski hallerine dönebilirler.

Viskoz rayonu kolay yanma özelliği gösterir. Termoplastik bir lif olmadığından ısıtılınca yumuşama gözlenmez. Mukavemet kaybı 150 °C’de, dekompozisyon ise 185-205 °C civarında gerçekleşir.

Güneş ışığı lifin rengi üzerinde herhangi bir değişikliğe neden olmazken, güneş ışığına uzun süre maruz bırakılması durumunda ise lif mukavemetinin gittikçe azaldığı görülmektedir [31].

İncelik:

Tüm sentetik liflerde incelik düze deliklerinin çapına ve uygulanan çekim işlemlerine bağlı olarak değişir. Viskon lifi de rejenere bir lif olduğundan, kullanılan düze başlığına bağlı olarak farklı inceliklerde üretilebilir.

Uzunluk:

Kullanım yerine bağlı olarak kesikli olarak ya da filament halinde üretilebilir. Lif uzunluğu kullanım yerine göre değişebilir. Makaslar ya da bıçaklar yardımıyla ya da kopartma yöntemleriyle istenilen uzunluklarda lif elde edilebilir. Filament halinde üretilen liflere floş, kesikli hale getirilen liflere ise viskon lifi denilir.

Boyuna ve enine kesit görünüşü:

Lif boyunca uzanan çizgiler vardır. Matlaştırıldığında yüzeyde matlaşma noktaları görülür. Enine kesiti dairesel değil düzgünsüzdür.

Mukavemet:

Viskoz rayonu pamuk ile karşılaştırıldığında her ikisi de %100 selüloz olmasına rağmen, polimerizasyon dereceleri farklıdır. Bu değerler, pamukta 2000-10000 arasında, viskonda ise 200-250 arasındadır. Ayrıca, kristalin bölgelerin oranı pamukta %70 iken viskonda %40’tır. Bu farklılıklar, pamuk ve viskonun fiziksel ve kimyasal

özelliklerinde farklılıklar yaratır. Be sebepten, viskon pamuktan daha mukavemetsiz, kimyasal reaktiflere karşı da direnci daha azdır. Islandığında da dayanıklılığı daha azalır. Mukavemeti kuru iken 18-22 cN/tex, ıslakken 9-11 cN/tex'tir.

Uzama yeteneği:

Kopmadan % 27 uzama gösterebilir. Yaş halde bu değer % 34'e kadar çıkabilir.

Nem alma kabiliyeti:

Standart nem içeriği %10-16'dır.

Yoğunluk:

Özgül ağırlığı 1.52 g/cm³'tür.

Alev alma yeteneği:

150 °C'nin üzerindeki sıcaklıklarda dayanıklılığı azalır. 185-205 °C'deki sıcaklıklarda yanar. Termoplastik değildir. Yandığında yanık kağıt kokusu duyulur. Kolay ve çabuk yanar.

Parlaklık:

Viskoz rayonu filament halinde elde edildiğinde ipeğe çok benzer. Çok fazla parlaktır. Üretimde matlaştırıcı pigmentlerin ilavesi ile bile merserize pamuk parlaklığına erişebilir. Parlaklığı nedeniyle, dayanıklılık gerektirmeyen yerlerde ipek yerine kullanılır. Ayrıca ince çekilmiş sentetik filamentlerle de karıştırılabilir. Viskoz ipeğine kıvrımlar da verilebilir.

Diğer özellikleri:

İyi bir ısı iletkenidir, bu yüzden yazlık giysiler için uygundur. Floş lifleri astarlık kumaşlarda, bluz, gömlek, elbise, bayan iç çamaşırı yapımında kullanılır. Viskoz rayonu orta ağırlıklı, dayanma süresi orta ile uzun arasında değişen bir liftir. Nemi çabuk emdiği için çabuk kurur, dolayısıyla sıcak havada pamuk ya da keten kadar iyi değildir. Nadiren statik elektriklenir ve sürekli kullanımda boncuklaşma sorunu yoktur. Yaş halde iken dayanıklılığının % 30-50'sini kaybettiğinden yıkama ve yaş prosesler sırasında dikkatli olunmalıdır. Kurduğunda eski dayanımını yeniden kazanır. Yıkama işlemlerinden sonra önemli oranda çeker. Esnekliği ve rezilyans özelliği zayıftır [58].

Tablo 2.7. Rayon liflerinin fiziksel özellikleri [31].

KRİTERLER	RAYON LİFLERİNİN FİZİKSEL ÖZELLİKLERİ
Mikroskopik Görünüş	Viskoz ve yüksek mukavemetli rayonda, elyaf boyunca uzanan çizgiler vardır. Matlaştığında, bu işlem dolayısıyla yüzeyde matlaşma noktaları görülür. Enine kesit düzgünsüzdür.
Uzunluk	İstenilen boyda üretilmesi mümkündür. Sonsuz filament halde üretilir. istenilirse, daha sonra istenilen uzunlukta kesilerek viskon elyafı elde edilir.
İncelik	Lif üretimi sırasında incelik belirlenir. Dolayısıyla istenilen incelikte üretilebilir.
Renk	Üretildiğinde şeffaftır. istenilirse pigmentlerle matlaştırılabilir.
Parlaklık	Pigmentler vasıtasıyla matlaştırılmamışsa parlaktır.
Mukavemet (kuru)	Orta ve mükemmel derecededir. Normal rayon liflerinde mukavemet iyicedir(2-3 g/ denye). Yüksek mukavemetli tiplerinde iyi ve mükemmeldir.
Mukavemet (yaş)	Normal rayonlarda, ıslak halde mukavemet ortalama %30-50 arasında düşer.
Uzama elastikiyeti	Üretim metoduna ve rayon tipine göre değişir. Genel olarak%15-25 arasında uzama görülebilir.
Rezilyens (yaylanma)	Normal rayonda düşük, yüksek mukavemetlilerde daha iyidir.
Nem alma(%)	Genel olarak hidrofildir. % 10-16 arasında nem alır. Doğal selülozdan yüksektir. Suda şişerler, yavaş kururlar.
Sıcaklık	150 °C nin üzerinde güç kaybeder. 175-205 °C arasında dekompoze olur. Ütüleme sıcaklığı 135 °C civarındadır.
Alev alma	Herhangi bir iyileştirici işlem görmemişse kolay ve çabuk yanar.
Statik Elektriklenme	Çok fazla statik elektriklenme problemi yoktur. Olsa da özel apreler uygulanılarak statik yük azaltılabilir.

2.5.2.1. Mukavemet

Viskonun polimer sistemi çok amorf olduğundan pamuktan daha düşük mukavemete sahiptir. Daha kısa, daha az oryante olmuş viskon polimerleri, mümkün olandan daha az hidrojen bağının oluşmasına neden olmaktadır. Viskon yasken kuru halinin yarısı kadar bir mukavemete sahiptir. Bunun sebebi, su moleküllerinin girişine kolayca izin veren yüksek amorf yapıdır [40].

2.5.2.2. Elastik–Plastik Yapı

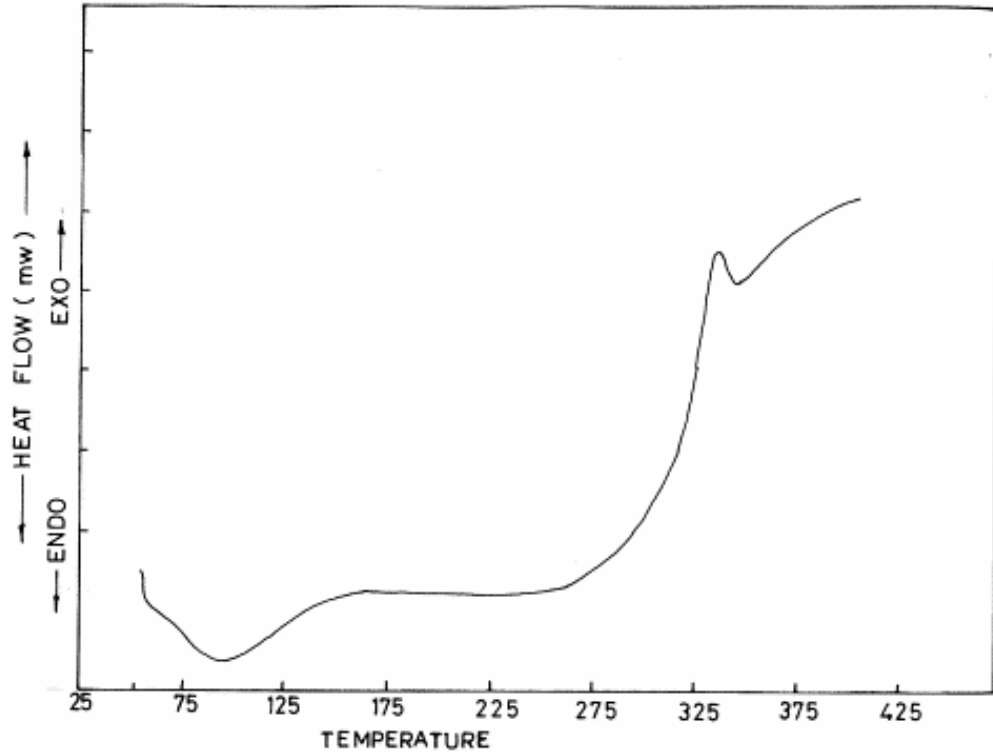
Viskon yumuşak tutumlu bir lifdir. Çünkü polimer büyük oranda amorf yapıdadır ve polimer zincirleri yeterince uzun değildir. Bu yüzden fazla sayıda hidrojen köprüleri oluşmamaktadır. Dolayısıyla da lif ve tekstil materyalinin tutumu gevrek değildir. Filament veya kesikli lif, kuvvet altında bırakıldığında polimerler birbirleri üzerinden kaymaktadır. Bunun nedeni de viskonun amorf yapısı ve pamukla karşılaştırıldığında daha az olan hidrojen bağlarıdır. Kuvvet kaldırıldığında ise polimerler eski orijinal pozisyonlarına dönememektedir. Bu yüzden filamentlerin polimer sistemi bozulup, viskon materyali tahrip edilmiş, gerilmiş, kırıştırılmış olmaktadır. Viskon ve diğer rejenere selüloz lifleri, yas mukavemetlerinin azalmasına yol açan sebeplere benzer sebeplerden dolayı, yasken daha plastik olmaktadır [40].

2.5.2.3. Higroskopik Yapı

Viskonun polar özelliği kadar, yüksek amorf yapısı da lifi hidrofil yapmaktadır. Pamuk için geçerli olan diğer higroskopik özelliklere ilişkin (statik elektriklenme gibi) noktalar, viskon ve diğer rejenere selüloz lifleri için de geçerlidir [40].

2.5.2.4. Termal Özellikleri

Viskon ve diğer rejenere selüloz lifleri, pamuğun termal özelliklerine benzer özellikler gösterirler. Fakat rejenere selüloz liflerinin pamuktan daha düşük ısı dayanımına ve daha zayıf ısı iletimine sahip olma nedeni hakkında tatmin edici bir açıklama yapılamamaktadır. Viskon termoplastik olmayan en yaygın olarak kullanılan kimyasal lifdir. Bunun sebebi, su moleküllerini kolayca absorbe etmesini sağlayan higroskopik yapısıdır [57].



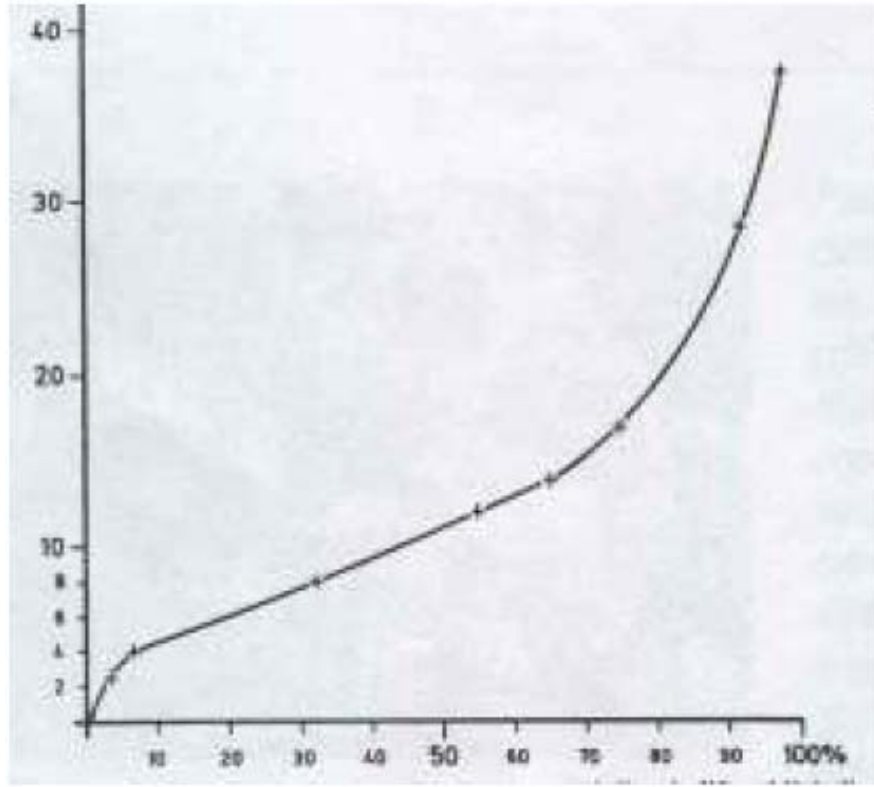
Şekil 2.31. Rayon lifinin DSC (Differential Scanning Calorimetry) eğrisi [57].

Tablo 2.8. Rayon liflerinin TGA (Thermal Gravimetric Analysis) ve DTA (Differential Thermal Analysis) verileri [57].

TGA ve DTA verileri			
Büyük ağırlık kayıplarının sıcaklık aralığı	Ağırlık kaybı (%)	Maksimum ağırlık kaybının sıcaklığı (°C)	700 °C' deki Atık (%)
260-410	70	352	14 (410 °C' da)

2.5.2.5. Viskon Liflerinin Nem Alması ve Şişme Durumu

Viskon higroskopik bir lif olup, ortamdan hızla nemi almakta ve sentetik liflere göre klima değişimlerine karşı daha hassas tepki vermektedir. Bu davranış, sonraki işlemlerde önem taşımaktadır. Standart klima koşullarında (20°C, % 65 relatif nem) viskon %13-14, pamuk %7-8 higroskopik nem içermektedir.



Alınan nem (%)

Şekil 2.32. Relatif neme bağlı olarak viskon liflerinin yapısına su alması [34].

Viskonun en önemli özelliklerinden birisi, su alımı sırasında şişmesidir. Viskonun su tutma kapasitesi % 80–115 iken, pamuğun ki % 45–50’ dir.

Liflerdeki şişme yeteneğinin kurutmadan dolayı kaybolmamasına rağmen, su tutma yeteneği her kurutma işlemiyle azalmaktadır. Viskonda mukavemetin ıslanmayla azalması da dezavantajdır. Çünkü zincirler arasındaki hidrojen köprülerinin etkisi, suyun bağlanmasından dolayı ortadan kalkmakta ve suyun kayganlaştırma etkisiyle Makromoleküllerin birbiri üzerinde kayması kolaylaşmaktadır. OP’ nin düşük olmasının bir sonucu olarak da bu liflerin yas kopma dayanımları, kuru kopma dayanımlarının % 60-65’i kadardır.

Mukavemet azalmasıyla eş zamanlı olarak esneme artmaktadır. Mukavemet için filamentlerin sayısı da önemlidir. İnce filamentler daha yüksek relatif yaş dayanım göstermektedir. Çünkü ince filamentler daha fazla kristalin manto yapısına sahip olup, daha düşük bir şişme göstermektedirler.

Viskon suda şiştiğinde uzunluğundan % 3–5 kaybetmekte, hacmi iki misli artmakta yani çekmektedir. Viskon liflerinin çekmesini iki önemli faktör etkilemektedir:

Lifin elastik uzama aralığının düşük olması

Kuru durumdan yas hale geçişte liflerde meydana gelen şişme [40].

2.5.3. Viskon Liflerinin Kimyasal Özellikleri

Viskoz rayonu genel özellikleri bakımından pamukla benzer olarak kabul edilebilirse de lif üretiminde, boya ve baskıda, apre işlemlerinde uygulanan çeşitli etkilere karşı reaksiyonu farklıdır.

En önemli fark; viskoz rayonunun pamuğa nazaran çok daha hızlı bir şekilde çeşitli etkilere reaksiyon vermesidir. Örneğin; viskoz rayonu alkali ve asitlere çok kolay tepki verir ve boyarmaddelere karşı substantifliği daha fazladır. Yani; aynı renk tonunu elde etmek için viskoz elyafında pamuktan daha düşük (yaklaşık %30) miktarda boyarmadde kullanılır. Bir selüloz lifi olması nedeniyle rejenere selüloz liflerinin kimyasal özellikleri, doğal selüloz liflerinden pamuğa benzer. Genel olarak pamuğa nazaran kimyasal özellikleri daha narindir. Bu; ortalama polimerizasyon derecesinin daha düşük ve amorf bölgelerin daha fazla olmasından kaynaklanır [58].

Rejenere selüloz lifleri, matlaştırıldıklarında bile genellikle merserize pamuktan daha parlak boyanmaktadırlar. Bu, viskonun fazla miktardaki ışık yansıtmasından kaynaklanmaktadır. Yansıtılan ışık, boyanmış veya basılmış viskonun daha parlak görünmesine neden olmaktadır.

Viskon liflerinin esas kimyasal yapısı selüloz olmakla birlikte, CS_2 ve Na_2SO_4 de içermektedir. Yoğunluğu $1,51 \text{ g/cm}^3$ 'tür [40].

Tablo 2.9. Rayon liflerinin kimyasal özellikleri [31].

ETKENLER	RAYON LİFLERİNİN KİMYASAL ÖZELLİKLERİ
Asitler	Pamukta olduğu gibi kuvvetli asitler zarar verir. Fakat pamuktan daha hassastır. Sıcak sulandırılmış mineral asitler veya soğuk konsantre asitler çürütür.
Bazlar (alkaliler)	Bazlara karşı dayanımı pamuktan düşüktür. Derişik bazlar şişmeye sebep olur ve dayanıklılığı azaltır.
Organik çözenler	Kuru temizleme maddelerine karşı iyi derecede dirençlidir.
Ağartma Maddeleri	Sodyum hipoklorit gibi oksitleyici beyazlatıcılardan etkilenir.
Küf ve mantar	Dayanımları nem ve sıcaklığa bağlıdır. Zayıflatır ve renk atmalarına sebebiyet verir.
Güveler ve böcekler	Güvelere karşı dayanıklıdır. Bununla beraber bazı böcekler dolaylı olarak zor da olsa zarar verebilir.
Isık ve atmosfer koşulları	Uzun süre maruz bırakılırsa zarar görür.
Su	Şişme olur. Su, mukavemetin düşmesine sebep olur.
Boyama	Rayonun boyarmaddelere karşı pamuktan daha fazla affinitesi vardır. Direkt, küp, kükürt boyarmaddeler kullanılabilir.

2.5.3.1. Suyun etkisi:

Su, viskon liflerini pamuktan daha fazla şişirir. Amorf bölgelerin fazla olması, giren su miktarını ve şişmeyi artırır. Yapıda amorf bölge miktarı pamuktan daha fazla olduğundan şişme daha fazladır. Suyun şişme etkisi nedeniyle ıslanma ve yıkamada çok çekerler. Viskon liflerinin ıslanmaları mukavemetlerini düşürür [58].

2.5.3.2. Asitlerin Etkisi

Viskon lifleri asitlere karşı çok hassas olup, makromolekülerdeki oksijen köprülerinin (asetal bağlarının) kopması sonucu parçalanmaktadır. Dikkat edilmesi gereken bir husus, bu liflerdeki selüloz makromoleküllerinin polimerizasyon derecelerinin düşük olması nedeniyle, uç aldehit grubu sayısının pamuktakine nazaran daha yüksek

olmasıdır. Dolayısıyla asitlerden zarar görmemiş (hidroselüloza dönüşmemiş) rejenere selüloz lifleri de biraz indirgen özellik göstermektedir [40].

2.5.3.3. Bazların Etkisi

Normal viskon lifleri bazlara karşı hassastır. Kuvvetli bazlarda kısmen çözülme ve çözülme miktarı Makromoleküllerin polimerizasyon derecesi düştükçe artmaktadır. Bu nedenle viskon lifi % 10-30'luk sodyumhidroksit çözeltisi ile oda sıcaklığında bir süre işleme tabi tutulursa, kısa makromoleküller çözüleceğinden, lifin ortalama polimerizasyon derecesi bir miktar artmaktadır. Buna rağmen liflerin fiziksel özellikleri kötüleşmektedir [40].

2.5.3.4. Tuzların Etkisi

Bazı tuzlar da bazlar gibi viskon liflerini kısmen çözme özelliğine sahiptir. Bu özellik, tuzu oluşturan katyon ne kadar küçük ve anyon ne kadar büyük olursa, o kadar kuvvetli olmaktadır. Örneğin, normal viskon lifleri belirli koşullar altında kalsiyumrodenir çözeltisinde tamamen çözülme bu özellikten faydalanılarak pamuk/viskon ikili karışımlarının kantitatif analizi yapılabilmektedir [40].

2.5.3.5. Yükseltgen Maddelerin Etkisi

Yükseltgen maddelerin etkisi pamuk liflerindeki benzemektedir. Fakat bunlardaki selüloz makromolekülleri zaten kısa olduklarından, zincirdeki az miktardaki bir kopma bile liflerin dayanımlarının büyük ölçüde düşmesine yol açmaktadır [40].

2.5.3.6. Işığın Etkisi

Viskon lifleri gün ışığına maruz kaldıklarında, fotokimyasal bir parçalanma meydana gelmekte, renk kaybolmakta, yüzeysel zarar oluşmakta dolayısıyla mukavemet düşmektedir [40].

2.5.3.7. Isının Etkisi

Viskon lifleri termoplastik özellikte olmayıp, 150 °C'da uzun süre kalırsa mukavemeti düşmektedir. 180–205 °C'larda zamana bağlı olarak parçalanmakta, çabuk yanmakta ve karakteristik kâğıt kokusu vermektedir [40].

2.5.4. Viskoz rayonunun kullanım alanları

Bu lifler; hazır giyim eşyaları, ev tekstili ve endüstriyel uygulamalar olmak üzere birçok alanda kullanılırlar (Elbiselik, gömleklik, gecelik, ceketlik, perdelik ve döşemelik kumaşlar, tıbbi uygulamalar, non-woven kumaşlar vb.). Filament ve stapel halde üretimlerinin mümkün olması, kullanım alanlarını genişletmiştir. Filament halde parlak ve mat olarak üretilbilirler. Stapel halde ise çeşitli kesikli liflerle karışım halinde kullanılabilirler [31].

- ✓ Viskoz rayon lifleri, kimyasal yollar ile elde edilen lifler arasında doğal liflere en yakın özellikleri bulunan liflerdir. Ucuz olması ile kullanma alanı genişletilmiştir.
- ✓ Stapel halinde elde edilmesi olanağı sağlandıktan sonra kullanma alanı daha genişlemiş bulunmaktadır.
- ✓ Giyimde ipekten daha serin tutması, aynı zamanda nem emme yeteneğinin iyi bulunması viskoz rayonunun kıymetini arttırmaktadır. Islandığı zaman mukavemetini önemli derecede kaybetmesi ise bu liflerin olumsuz tarafıdır. Son yıllarda kullanılan modern bitim işlemlerinin uygulanması ile bu olumsuzluk kısmen giderilmiştir.
- ✓ Viskoz rayon tekstil sektörlerinin hemen hemen her alanında yararlı bir şekilde kullanılmaktadır. Filament veya stapel halinde de tutumu yumuşak ve kullanışlı mamüllerin yapılmasına elverişlidir.



Şekil 2.33 Viskoz Rayon İpliği

- ✓ Çoğunlukla erkek, kadın ve çocuk giysilerinde alt üst giyim eşyası yapımında, mobilya yüzlerinin dokunmasında, halı yapımında ve öteki ev eşyaları ile sağlık işlerinde kullanılan çok çeşitli bez ve dokumaları yapılabilmektedir.
- ✓ Rayon liflerine ayrıca kıvrım özelliği kazandırıldığı zaman, bu gibi liflerden ayrıca halılar, kilimler, perdelikler, püskül ve saçaklar ve buna benzer ev eşyaları yapıldığı gibi dokusuz kumaş yapımında da değerlendirilmektedir.
- ✓ Özellikle ticari olarak içermiş oldukları % 44'luk C miktarı nedeniyle karbon lif üretimi için de ham madde olarak kullanılabilirler.

Günümüz lif tüketim oranları dikkate alındığında artan talep ve moda bağlı olarak, viskon liflerinin kullanımları gittikçe artmaktadır. Özellikle son yıllarda geliştirilen yeni üretim teknikleri ile her tür ihtiyaca cevap verebilecek farklı özellikte selülozik esaslı rejenere lifler üretilmiştir.

3. BÖLÜM

GEREÇ VE YÖNTEM

3.1. DENEYSEL ÇALIŞMALARDA KULLANILAN CİHAZLAR

3.1.1. TGA (Termogravimetrik Analiz)

Termogravimetrik Analizör (TGA) ağırlık değişimlerini zaman veya sıcaklığın fonksiyonu olarak ölçer. TGA' da yüksek hassasiyet ve kararlı baseline performansı sağlayan dikey tasarım kullanılır.

Termal analiz, termal davranış esnasında katıların sistematik olarak incelenmesi için bir tekniktir. Termal davranış altında değişen karakteristik ölçüler sıcaklıkla birlikte ölçülür ve kaydedilir. Bu yolla malzemelerin termal davranışları hakkında ilave bilgiler edinilerek onların bileşimine ait neticeler ve karakteristikleri üzerinde tahminler yapılabilir. Isının emilimi ya da evrimiyle metal ve alaşımlarda faz değişimi olur. Termal analiz belirli sıcaklıktaki emimi veya evrim değerlerinin belirlenmesiyle olur. Bu ise eşit zaman aralıklarında metal veya alaşımların ısıtılıp soğutulmasıyla olur. Sıcaklık zaman ilişkisi, soğutma ve ısıtma eğrilerinin çizimiyle anlaşılır. Kırık çizgiler yada yatay çizgiler ve pürüzsüz eğriler evrim sıcaklığını (soğutmada) veya emilim sıcaklığını (sıcaklık yüksek derecedeyken) gösterir.

TGA ağırlığın yani numunenin kütlesinin, numunenin sıcaklığına ya da zamana göre ölçümüdür. Numune genel olarak sabit sıcaklık değerinde ısıtılır ya da sabit bir sıcaklık ta tutulur. TGA kontrollü örneklerle doğrusal olmayan sıcaklık programları da kullanılabilir. Sıcaklık programı seçimi numune hakkında istenen bilgiye dayalıdır. Ayrıca TGA deneylerinde atmosfer, reaktif, inert ya da oksit olabilmesinden dolayı çok önemli bir işleve sahiptir.

Termogravimetrik Analiz (TGA) alternatif olarak, TGA eğrilerinin birinci türevi zaman ya da sıcaklığa bağlı olarak kullanılabilir. Bu değerler de kütle değişimini gösterir. Bu eğrilere DTG eğrileri adı verilir. TGA ölçümünün sonunda kütlelenin ya da % kütlelenin zamana ya da sıcaklığa karşı grafiği TGA eğrileri olarak görüntülenebilir. Kütle değişikliği numunenin birkaç farklı yoldan malzeme kaybıyla ya da onu saran ortamla reaksiyona girmesiyle oluşur. Bu oluşumda TGA eğrilerinde bir adım şeklinde ya da DTG eğrilerinde bir doruk noktası şeklinde oluşur.



Şekil 3.1. Termogravimetrik Analiz Cihazı (TGA)

TGA eğrilerinde adımları oluşturan kütle kaybına sebep olan birçok farklı neden olabilir. Örneğin; uçucu bileşenlerin buharlaşması; kuruma, gaz emilimi ya da buharlaşması vb. hava ya da oksijen ortamında metalin oksitlenmesi inert gaz bulunan ortamlarda termal bozunma; organik bileşikler. Heterojen kimyasal reaksiyonlar

ferromanyetik malzemeler; sıcaklıkta bazı malzemelerin manyetik özelliklerinin değişimi.

Termobalans: TGA' nın en önemli bölümü; numune ağırlığının sıcaklık ve zamana göre fonksiyonunu ölçen termobalanstır. TGA sonuçlarını etkileyen başlıca faktörler:

Ağırlık için; batmama ve termal genleşme atmosfer ortamı yoğunlaşma ve reaksiyona girme elektrostatik ve manyetik kuvvetler elektronik eğilim.

Sıcaklık için; ısıtma hızı termal iletkenlik sürecin entalpisi numune ocak ve sensör yerleşim düzeni elektronik eğilim.

3.1.1.1. Tasarım ve Ölçüm Prensipleri

- ✓ **Numune Hazırlama:** TGA deneyleri için numune hazırlamada birçok faktör göz önüne almak gerekir. Bunlar; numune, analiz edilecek malzemenin tüm özelliklerini taşımalıdır. Numunenin kütlesi test için gerekli yeterlilikte olmalıdır. Numune, numune hazırlama aşamasında çok az değişim gösterebilmesi gerekir. Numune de, numune hazırlama aşamasında kirlenme oluşmamalıdır. Numunenin morfolojisi reaksiyon sonucunun difüzyon değerini ve reaksiyon gidişatının sıralamasını etkiler. Bununla birlikte numune içerisindeki ısı transferini de etkileyebilir. Deneyde kullanılan kütle, ısı transfer süreci ve benzer difüzyonlar sırasında kütle kayıp oranlarını etkileyebilir.
- ✓ **Ölçüm Yapmak:** Termogravimetrik ölçümleri bir çok faktör etkileyebilir. Bu faktörler; Metot parametreleri; ısıtma hızı, atmosfer ortamı, numune hazırlama, örnek boyutu, homojenlik, numune şekli: kaba taneli ya da ince taneli olma durumu pota seçimi aletin etkileri, batmama ve gaz akışı durumu fiziksel özelliklerin değişimi numunenin şişmesi veya hareket etmesi, bu olayları en aza indirebilmek için numune öğütülebilir ya da platinyum Ag ile kaplanabilir.
- ✓ **Tava Etkisi:** Tavaların malzeme tipi, numunelerin reaksiyonundan etkilenmeyecek şekilde oluşturulmalıdır. Genelde alümina tavalar TGA ölçümlerinde kullanılmaktadır. Bu tavalar 1600°C ye kadar kullanım avantajına sahiptir. Safır tavalar alümina tavalara göre daha dayanıklıdır ve özellikle demir gibi yüksek erime noktasına sahip metallerin TGA ölçümlerinde uygundur. Alümina tavalarda yüksek sıcaklıklarda kısmi erime ya da numuneyi kirlletme

olasılığı vardır. Platinyum tavalar DTA'nın performansını arttıran termal iletkenliğe sahiptir. Ancak metal numunelerde kullanılmadan önce hasar görmüş platinyum tavaların üzerine α - aliminyum oksit tozu ile ince bir tabaka ile kaplanarak metal ile tavanın alaşımlanması engellenmiş olur.

- ✓ **Fırın Atmosferinin Etkisi:** Eğer gaz olarak helyum tercih edilirse çalışma sıcaklığı 700 C°'nin altında olmalıdır. Reaktif gazlar hava, oksijen veya hidrojenin argonla seyreltilerek (% 96 argon-% 4 hidrojen) patlama olasılığı engellenmiş olur. Genel olarak reaktif ve saf gazlar için akışkan hızı 30 ml/dak kullanılır.
- ✓ **Basıncı Azaltımının Etkisi:** Buharlaşıma ya da yoğunlaşma boyunca kütle kayıpları bozunma sırasında sık sık oluşur ve bu nedenle kütle kayıplarını birbirinden ayırmakta güçlük çekilebilir. Ayrımın etkisini arttırabilmek için ölçüm alanının basıncı düşürülerek yapılabilir. Ölçüm 1.5 kPa basıncın altına düşürüldüğünde ölçümde bir gelişme oluşur. Ayrıştırma iki adımda ve çok daha yükselmiş olur.

3.1.2 FT- IR (Fourier Transform Infrared Spektrometresi) CİHAZI

Perkin Elmer Spectrum 400 FTIR Spektrum Cihazı organik bileşiklerin tanımlanmasında kullanılır. Optik izomerler dışında bütün bileşiklerin IR spektrumu birbirinden farklıdır. IR bölgesi elektromanyetik spektrumun görünür bölgesi ile mikro dalga bölgesi arasında yer alır. Bu bölge 4000-450 cm^{-1} dalga sayısı arasındır. IR spektrumu organik maddenin strüktürü ile ilgili direkt bilgiler sağlar. Ancak bir maddenin saf olup olmadığı hakkında bizi bilgilendirmez.

Cam infraredi kuvvetli olarak absorpladığından deneyler için KBr, AgCl, NaCl veya CaF_2 'den yapılmış kaplar veya prizmalar kullanılır. Katı maddeler KBr ile toz haline getirilerek ve belli bir ölçüde preslenerek IR spektrumu alınır veya nujol veya çözeltide incelenir. Bu amaç için çözücü olarak sadece CCl_4 veya CS_2 gibi çok az absorpsiyon bandları gösteren çözücüler kullanılır.



Şekil 3.2. FT-IR spektrometre cihazı

3.1.2.1. Kullanım alanları:

IR spektrumlarının kullanım alanları çok yönlüdür;

- ✓ Bir reaksiyonun yürümesi veya bir kromatografi ayrılım gidişi belirli zaman aralıklarında yapılan deneylerle ve IR spektrumu alınmasıyla takip edilebilir.
- ✓ Preperatif çalışma yapan kimyacılar için IR spektrumu kullanımı bağların ispatı için önem taşır. Çünkü, bir reaksiyonda istenen maddenin oluşup oluşmadığına, yan ürünlerin çıkıp çıkmadığına ve oluşan ürünlerin neler olduğuna yanıt verir.
- ✓ Çözücü etkileri ve asosiyasyon dengeleri hakkında yararlı bilgiler verir.

IR Spektrometresi başlıca üç kısımdan oluşmuştur:

1. Işın kaynağı

2. Monokromatör

3. Alıcı

Kaynaktan çıkan ışının yarısı örnekten, diğer yarısı referanstan geçer. Monokromatörden geçen ışın, dalga boylarına ayrılıp dedektör üzerine düşer. Böylece elektrik sinyaline çevrilir. Çözelti hazırlamanın zor olduğu bileşikler için ATR (attenuated total reflectance) tekniği uygulanır. Bu spektrum, örneğin kalınlığından bağımsızdır. Dolayısıyla uygulanması kolay ve soğurganlığı çok fazla maddeler durumunda çok yararlıdır. ATR tekniği, polimer, köpük, dokuma maddesi, boya veya sır gibi kaplama maddesi ve baskı mürekkebi, v.b. gibi maddelerin analizinde çok yararlıdır.

3.1.3 XRD Cihazı ve Çalışma Prensibi (X-Işını Toz Kırınımı Cihazı)

X-ray kırınım teknikleri, tahribatsız muayene tekniklerinden biridir. Bu yöntem sayesinde kristal yapısı, kimyasal kompozisyon ve fiziksel özellikler elde edilebilir. Bu teknik örnekten kırılan X-ışınlarının yoğunluğunun gözetlenmesine dayanır. Bu gözlemler kırınım açısı, polarizasyon, dalga boyu ya da enerji değişkenleri kullanılarak yapılır.

X-ray ışını difraksiyon teknikleri X-ray difraksiyonu, sistemdeki atomlardan ve elektron bulutlarından elastik kırılan X ışınlarını kullanarak malzemenin atomik yapısına dair ipuçları verir. Kristallerden kırılan en kapsamlı açıklamayı dinamik difraksiyon teorisi verir.

Tek kristal X-ray difraksiyonu proteinler, kompleks makromoleküller, inorganik katılar gibi kristallin materyallerin tüm yapısını çözmek için kullanılan bir yöntemdir.

Toz difraksiyonu (XRD) kristallografik yapıları, taneleri, istenen boyda polikristalin ya da toz halindeki katı örnekleri karakterize etmek için kullanılan bir tekniktir. Toz difraksiyonu genellikle bilinmeyen maddeleri tanımlamada, Uluslararası Difraksiyon Data Merkezinin veritabanında karşılaştırma yapmak için kullanılır. Ayrıca heterojen katı karışımlarının kristalin bileşenlerin çokluğunu belirlemek için kullanılabilir. Toz difraksiyonu ayrıca kristalin materyallerin uzamasını belirlemek için kullanılan yaygın bir yöntemdir. Diğer yöntemler;

- İnce film difraksiyonu
- Yüksek çözünürlüklü X-ray difraksiyon
- X-ray pole figure.
- X-ray rocking curve

BRUKER AXS D8 ADVANCE

Şekil 3.3. XRD (X-Işını Kırınım Cihazı)

3.1.3.1 Cihazın Kullanım Alanları

Çalışma prensibi olarak inorganik kristalin maddelerin araştırılmasına uygun olan X-Işını Toz Difraktometre cihazı oldukça geniş bir uygulama alanına sahiptir. Metaller, alaşımlar, çimento, kil ve kayaç türünde maddeler, kaplama malzemeleri, seramikler, organik maddeler, inorganik polimerler, heterojen katı karışımlar, böbrek taşı,vb. maddeler ile içeriği bilinmeyen bir malzemenin içerdiği bileşik veya element tayini için kullanılmaktadır.

3.1.4. Diğer Cihazlar

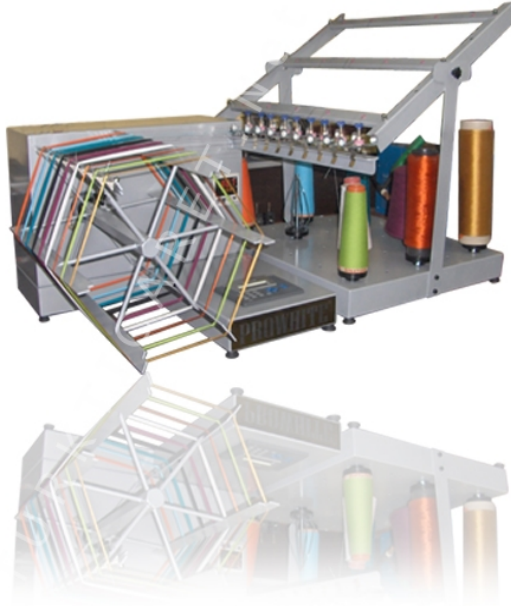
Optik mikroskop, çıkırık, etüv, elektronik terazi.

Optik mikroskop: Ham iplik numunesi ile farklı kimyasal işlemlerden geçen ipliğin farklı sıcaklardaki ısıtıl işlem aşamalarından sonra ki lif çaplarının değişimi gözlenip karşılaştırılabilmesi için kullanılmıştır. Kullanılan mikroskop (Şekil 3.4.) Olympus CX31 modelidir.



Şekil 3.4. Optik mikroskop (Olympus CX31)

Çıkırık: Çalışmalarda kullandığımız ipliğin numarasının bulunmasında ve bu iplik numarasının kimyasal ve ısıtıl işlemlerden sonraki değişimlerinin gözlemlenmesi aşamasında iplik numarası ölçüm çıkırığından yararlanılmıştır.



Şekil 3.5. İplik numarası ölçüm çıkırğı

Elektronik Terazı: İplik numarasını ölçmedeki hesaplamalarda ve kimyasal karışımlar hazırlanırken kullanılan kimyasal maddelerin tartımı için kullanılmıştır.



Şekil 3.6. Elektronik terazı

Etüv: Yaş işlem sonrası numunelerin kurutulması ve ısıt işlemler için kullanılmıştır.



Şekil 3.6. Etüv

3.1.5. Termo Gravimetrik Analiz (TGA) Deneyleri

Termogravimetrik analiz veya TGA, numunede sıcaklığa bağlı olarak meydana gelecek ağırlık değişikliklerini tanımlamaya yarayan bir test metodudur. Bu analiz ağırlık, sıcaklık ve sıcaklık değişiminin ölçümlerine bağlıdır. Birçok ağırlık kayıp eğrisi birbirlerine benzediğinden ağırlık kayıp eğrisinin sonuçları yorumlanmadan önce bir dönüşüme ihtiyaç duyulabilir. Ağırlık kayıp eğrisinin türevi hangi noktalarda ağırlık kaybının daha belirgin olduğunu anlatmak için kullanılabilir.

TGA, polimer gibi materyallerin karakteristiklerinin belirlendiği araştırma ve testlerde bozulma sıcaklığı, materyal tarafından emilmiş nem, materyal içindeki anorganik ve organik komponent seviyesi, patlayıcıların ayrışma noktaları ve çözücü tortularının tanımlanması için kullanılır. Ayrıca yüksek sıcaklıklı oksidasyondaki aşınma kinetiğini tahmin için kullanılmaktadır.

TGA deneyleri için numuneler ortalama 0,5 mm büyüklüğünde kesilip toz haline getirilmiştir. 3-4 mg numune alüminyum kaplara konulduktan sonra analiz yapılmıştır.

Testler 50-1200 °C sıcaklık aralığında 10 °C/dak ısıtma hızında yapılmıştır. Testler sırasında numunelerin uçuşmasını engellemek için çelik ızgaralarla kapların üzeri kapatılmıştır. Testler azot ortamında yapılmıştır. Sıcaklığın artması ile birlikte % olarak ağırlıktaki değişimin görüldüğü grafikler elde edilmiştir.

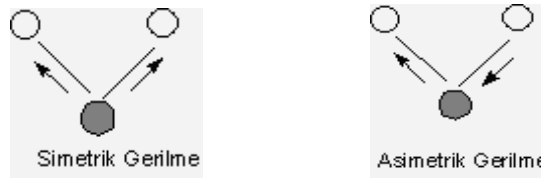
3.1.6. Fourier Transform Infra-red (FT-IR) Spektrometresi Deneyleri

Elektromanyetik spektrumun dalgaboyu 0.75 μm ile 1000 μm ($13333-10\text{ cm}^{-1}$) arasında kalan bölgeye infrared bölgesi adı verilir. İnfrared bölgesi, yakın (0.75 μm -2.5 μm) ($13333-4000\text{ cm}^{-1}$), orta (2.5 μm —25 μm) ($4000-400\text{ cm}^{-1}$) ve uzak (25 μm —1000 μm) ($400-10\text{ cm}^{-1}$) infrared olmak üzere üçe ayrılmaktadır.

İnfrared ışınları molekülün titreşim hareketleri tarafından absorblanmaktadır. Çünkü infrared ışıması UV ve görünür bölge ışıması gibi elektronik geçişleri sağlayacak kadar yüksek enerjili değildir. Ancak moleküldeki dönme ve titreşim düzeyleri arasındaki geçişleri sağlayabilmektedir.

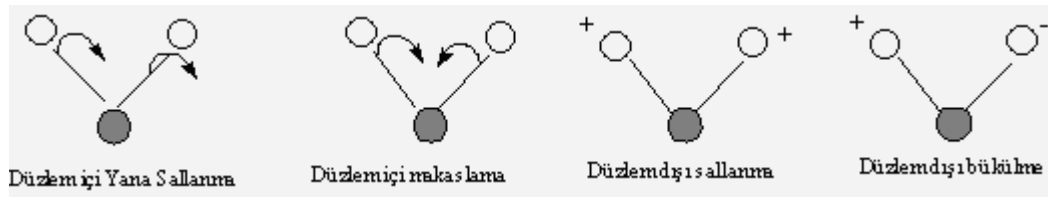
Moleküllerin hareketleri titreşim ve dönme olarak sınıflandırılmaktadır. Dönme hareketi, asimetrik bir molekülde, molekülün ağırlık merkezi etrafında dönmesiyle dipol momentte meydana gelen değişimle olmaktadır.

Titreşim hareketleri ise gerilme ve eğilme titreşimleri olarak ikiye ayrılmaktadır. Gerilme titreşimleri iki atom arasındaki bağların simetrik veya asimetrik gerilmesi sonucunda (bağ uzaması veya kısalması) ortaya çıkmaktadır (Şekil 3.7).



Şekil 3. 7. Atomlar arasındaki simetrik ve asimetrik gerilme.

Eğilme titreşimleri ise yana sallanma, makaslama, bükülme ve öne arkaya sallanma olarak 4'e ayrılmaktadır (Şekil 3.8).



Şekil 3. 8. Atomlar arasındaki eğilme titreşimleri.

Bileşiğin alınan IR spektrumu ile yapıdaki bağların durumu, bağlanma yerleri, yapının aromatik veya alifatik olduğuna dair bir bilgi edilebilmektedir. IR spekturumunda $3600-1200\text{ cm}^{-1}$ arasını kapsayan bölge fonksiyonel grup bölgesi, $1200-600\text{ cm}^{-1}$ arasını kapsayan bölge ise küçük yapısal değişiklikleri veren parmak izi bölgesi olarak adlandırılmaktadır. IR atlası olarak adlandırılan ve saf bileşiklerin spektrumlarının yer aldığı bir atlas bulunmaktadır. Alınan spektrumlar bu atlastaki spektrumlarla karşılaştırılarak ne olduğu hakkında bilgi edinilmektedir.

IR spektrumu pek çok grup için karakteristik pikler vermektedir. Böylece spektrumu alınan numunede hangi karakteristik grupların olduğu, dolayısıyla maddenin yapısının anlaşılması bakımından kolay olmaktadır. Ayrıca molekül yapısının değişmesi ile karakteristik grup piklerinin yerlerinin kayması önemlidir.

Tez çalışmasında kullanılan viskoz rayon filamentlerin ve işlem görmüş numunelerin FT-IR ölçümleri KBr disk formatında yapılmıştır. Orta-infra-red bölgesi olan $4000-400\text{ cm}^{-1}$ dalga sayısı aralığında çalışılmıştır. Cihazın çözünürlüğü 2 cm^{-1} dalga sayısı, tarama sayısı 32'dir. Elde edilen spektrumlarda ki piklerin şiddetleri yorumlanarak numunelerde meydana gelen kimyasal esaslı yapısal değişimler tespit edilmiştir.

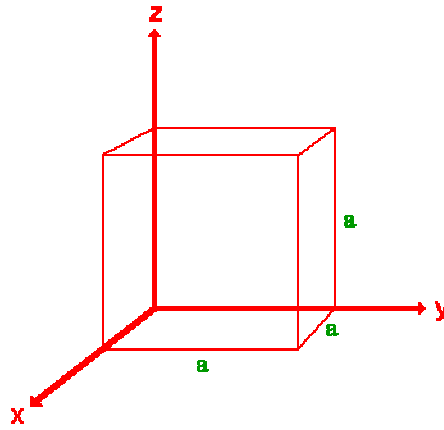
3.1.7. X-Işın Toz Difraktometresi (XRD) Deneyleri

3.1.7.1. Kristal Yapı

Valans bağları her atom için belli sayı ve açıda komşu atomları bir araya getirdiğinden, moleküllerde bir yapı uygunluğu vardır. Mühendislik malzemelerinin çoğundaki atom diziliminde üç boyutlu tekrarlanan bir atom düzeni görülür. Böyle yapılara “Kristaller” denilmektedir [62].

3.1.7.2. Kristal Sistemler

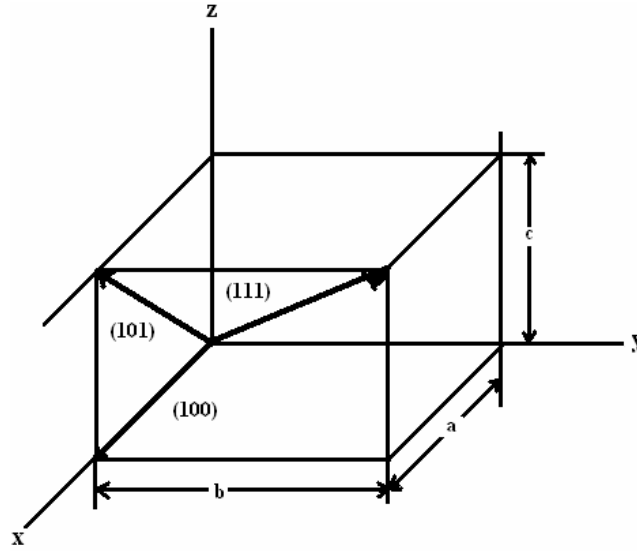
Atomların dizilimi yedi ana kalıptan birisi şeklinde olabilir. Bu kalıplar atom düzlemlerinin kesişmesiyle oluşan eşit uzay parçaları biçimleri ile sıkıca bağıntılıdır. Bunların en basit ve düzenli olanı birbirine dikey ve birbirinden eşit uzaklıkta üç paralel düzlem sisteminin oluşturdukları küp serisidir (Şekil 3.9). Uzay birbirinden eşit uzaklıkta üç takım paralel düzlemler tarafından bölünmüştür. x,y ve z eksenleri karşılıklı olarak birbirine dikeydirler.



Şekil 3. 9. Küp kafesleri.

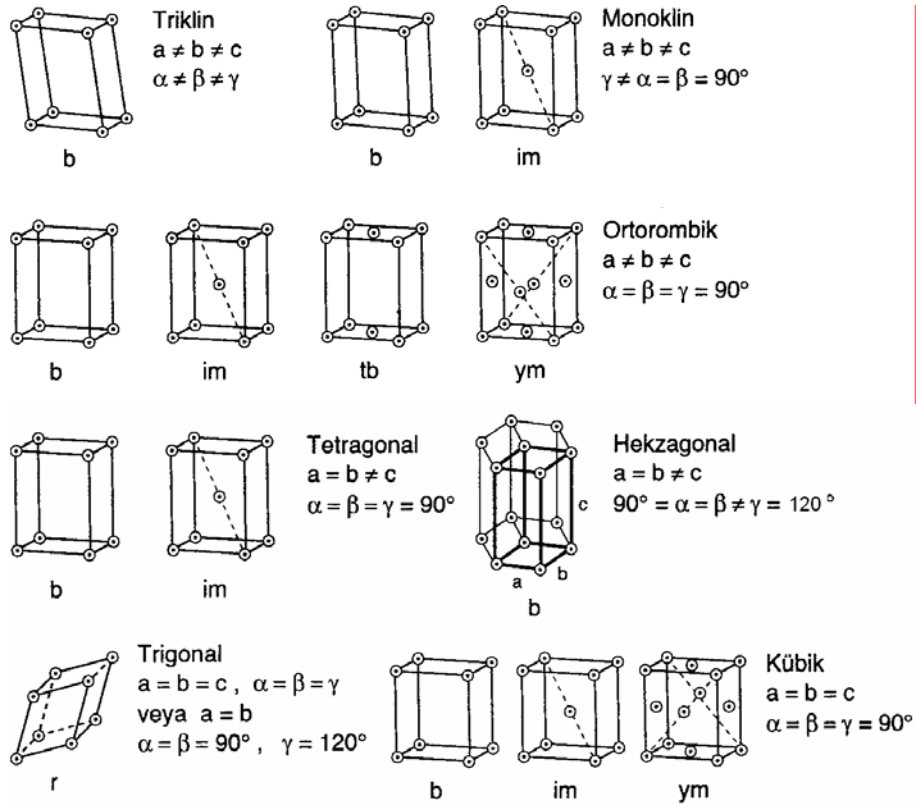
3.1.7.3. Kristal Yönleri

Kristal yapılarının değişik özelliklerini incelerken belli kristal yönlerinin tanımlanması gerekecektir. Kristal birim kafesi temel olarak alınır bu iş kolaylıkla yapılabilir. Şekil 3.10'de basit bir ortorombik kafesteki üç yön gösterilmektedir. Parantez (hkl) kristal düzlemlerini gösterir. 111 yönü merkezden ve üç ana eksenin herbiri üzerinden bir kafes birimi mesafeden geçen, kafesin üç yüzeyinin kesiştiği noktadan geçen doğru yönüdür. Aynı şekilde 101 ve 100 yönleride merkezden ve sırasıyla kafes biriminin 1,0,1 ve 1,0,0 mesafelerinden geçen doğrulardır [62].



Şekil 3. 10. Kristal Yönleri.

Düzlemlerin geometrik olarak uzay bölümünün bütün çeşitleri yedi sistem içindedir (Şekil 3.11 ve Tablo 3.1). Bu birim hücelere Bravais kafesleri denilmektedir. Bravais kafesleri 3 eksen boyunca uzamaktadır.



Şekil 3.11. Kristal sistemleri içindeki örgü tiplerinin birim hücreleri (Bravais hücreleri).

Tablo 3. 1. Kristal sistemlerin geometrisi.

Sistem	Eksenler	Eksen Açıları
Kübik	$a=b=c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$
Tetragonal	$a=b \neq c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$
Ortorombik	$a \neq b \neq c$	$\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$
Monoklinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha = \gamma = 90^\circ ; \beta \neq 90^\circ$
Triklinik	$a \neq b \neq c$	$\alpha \neq \beta \neq \gamma \neq 90^\circ$
Hekzagonal	$a=b \neq c$	$\alpha=\beta=90^\circ ; \gamma=120^\circ$
Rombohedral	$a=b=c$	$\alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$

3.1.7.4. X-Işınları Analizi

X-Işını Difraksiyon analizi isminden de anlaşılacağı üzere X-ışını denilen Ultraviyole ışıandan daha kuvvetli fakat Gamma ışınından daha zayıf enerjili ışın kullanılarak yapılan analizi temel almaktadır.

X-Ray Diffractometer denilen aletler ile yapılan bu karakterizasyonda örnek türüne göre değişik uygulamalar görülmektedir. Ayrıca dedektör ve ışın doğası da önemli etkenlerdir.

X-Işını Kırınım yöntemi (XRD), her bir kristalin fazın kendine özgü atomik dizilimlerine bağlı olarak X-ışınları karakteristik bir düzen içerisinde kırması esasına dayanır. Her bir kristalin faz için bu kırınım profilleri bir nevi parmak izi gibi o kristali tanımlar. X-Işını Kırınım analiz metodu, analiz sırasında numuneyi tahrip etmez ve çok az miktardaki numunelerin dahi (sıvı, toz, kristal ve ince film halindeki) analizlerinin yapılmasını sağlar. X-Işını Kırınım cihazıyla kayaçların, kristalin malzemelerin, ince filmlerin ve polimerlerin nitel ve nicel incelemeleri yapılabilmektedir.

4. BÖLÜM

BULGULAR

Aktif karbon lif üretiminde önce termal stabilizasyon işlemi daha sonra karbonizasyon ve aktivasyon işlemleri yapılmaktadır. Karbonizasyon ve aktivasyon aşamaları birlikte aktif karbonizasyon olarak adlandırılmaktadır. Karbonizasyon ve aktivasyon işlemleri normal olarak 850-1000 °C civarında yapılmaktadır. Bu kadar yüksek sıcaklıklara dayanabilmek için hammadde olarak kullanılan viskoz rayon liflerinin karbonizasyon öncesinde termal stabilizasyon aşamasından geçmesi gerekmektedir. Bu bakımdan karbonizasyon öncesi termal kararlılık aşaması çok önem arz etmektedir.

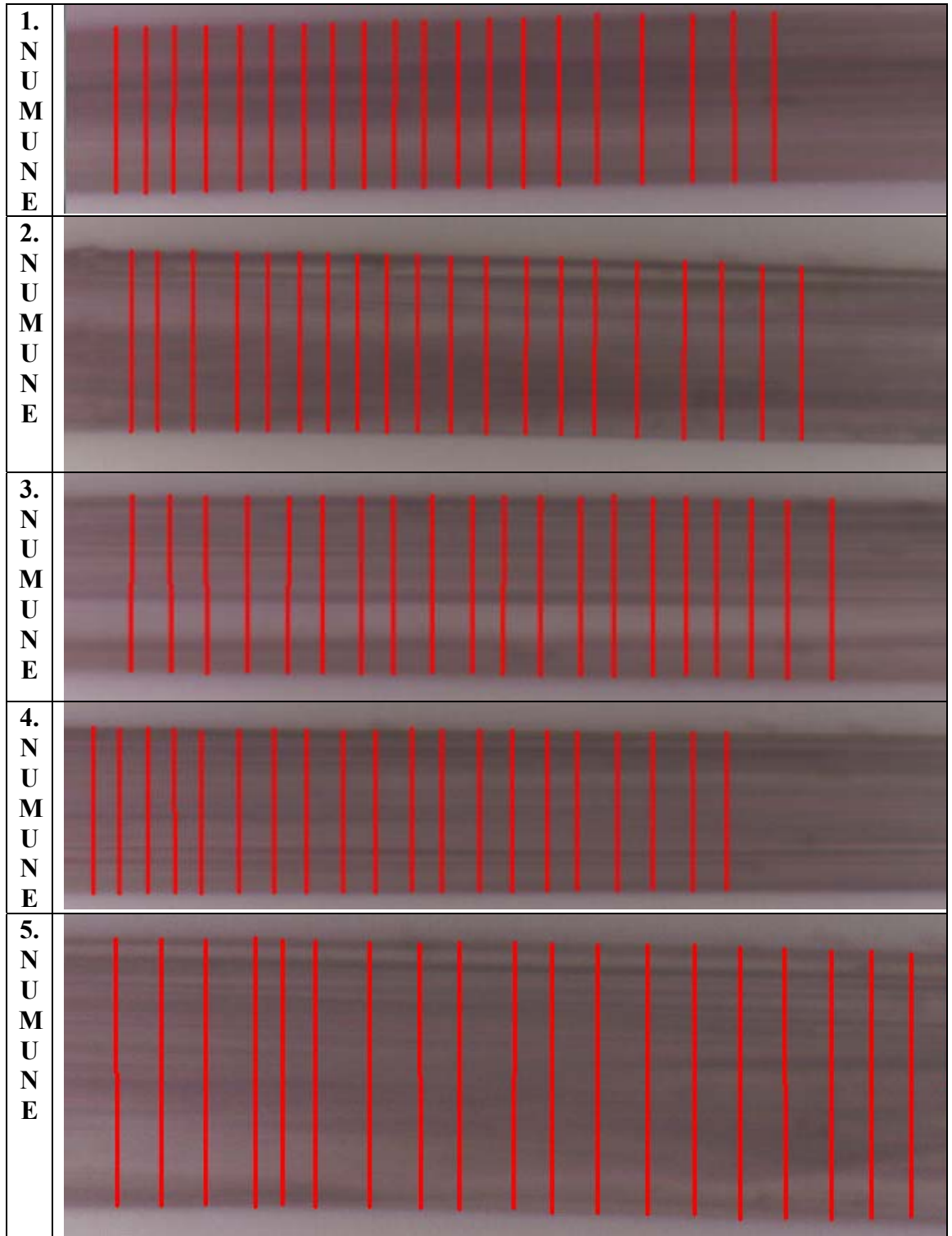
4.1. HAM NUMUNE ÇALIŞMALARI

Tez çalışmasında kullanılan viskoz rayon liflerinin kimyasal ve ısıt işlemlerden önce ham halde iken sahip olduđu özellikleri tespit etmek için bazı ön çalışmalar yapılmıştır.

4.1.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları

Ham viskoz rayon liflerinin lif çapları optik mikroskop ile elde edilmiştir. 5 ayrı gelişi güzel seçilmiş numunenin lif boyunca 20 ayrı noktanın çapları x40 objektif kullanılarak alınmıştır. Objektif kalibrasyonu elde edilen değerlerin μm cinsinden elde edilmesi amacı ile yapılmıştır. Ham viskoz rayon liflerinin ortalama çapının 28.14 μm ve standart sapma ise 0.31 μm olarak bulunmuştur.

Ham viskoz rayon filament ipliklerin iplik numarası 100 yada uzunluk ve 5 ayrı ölçüm ile ortalama 32.6 tex olarak bulunmuştur. Ham numune 50 filament içermektedir.



Şekil 4.1. Ham viskoz rayon liflerinin optik mikroskop görüntüleri (x40)

4.1.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları

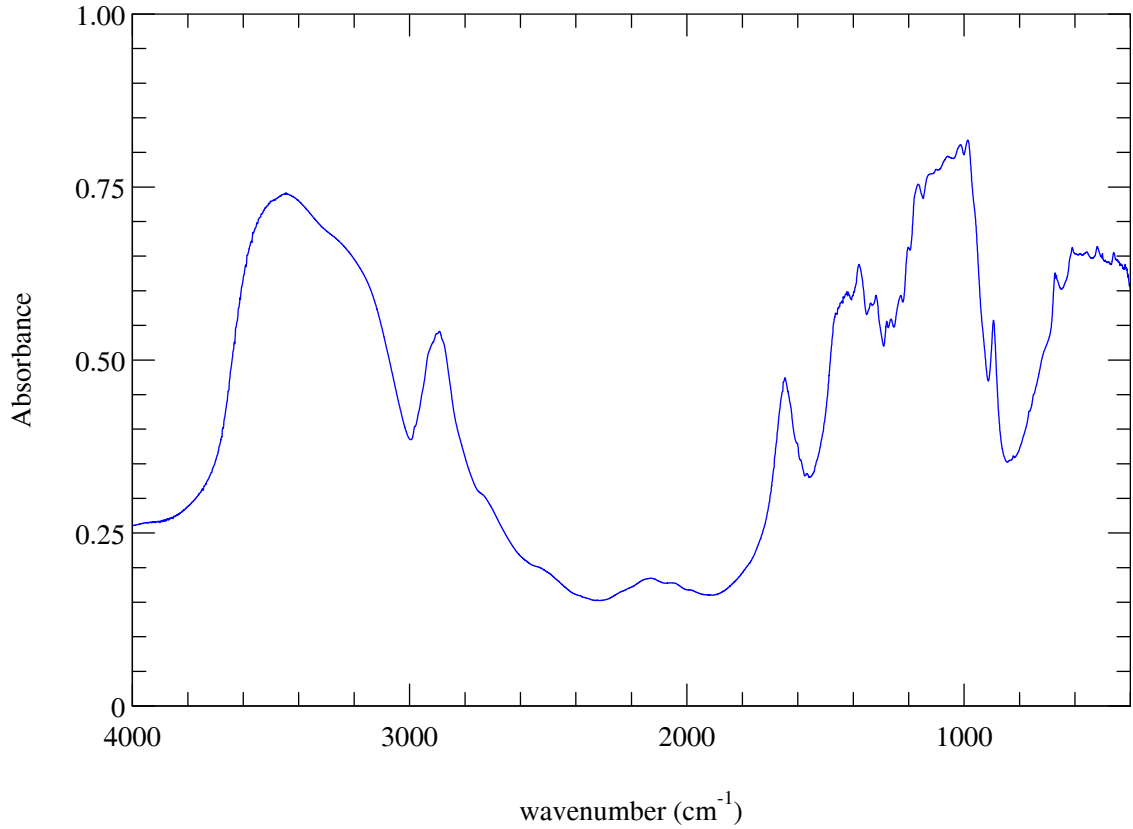
TGA termogramları 50-1200 °C arasında 10 °C/dak. Isıtma hızında azot gazı ortamında elde edilmiştir. Testler sırasında numunelerin uçuşmasını engellemek amacı ile yüksek sıcaklığa dayanıklı çelik ızgaralarla seramik kap içerisinde numunelerin üzerine kapatılmıştır. Sıcaklığın artması ile birlikte kütle kaybı görülmektedir. Ham viskoz rayon liflerinin TGA termogramı 1. türevi ile beraber şekil 4.2’de verilmiştir.

Viskoz rayon lifleri TGA taramasının başlaması ile beraber üzerinde bulunan su veya su buharını hızla ısının etkisi ile kaybetmeye başlar ve birinci dereceden kaynaklanan bu kütle kaybı 250 °C’ye kadar devam eder, daha sonra 250 °C ile 400 °C arasında hızlı bir kütle kaybı ile devam eder. 1. türev kütle kaybının 350 °C civarında en fazla nokta olduğunu göstermektedir. Oksijensiz ortamda oluşan bu kütle kaybı karbonizasyon olarak devam eder. Isıl işlemin sonunda 1000 °C civarında % 12.7 bir kalıntı bırakır. Bu kalıntı ise karbon verimi olarak değerlendirilmektedir. Teorik karbon verimi % 100 selüloz için % 44.44 olarak hesaplanmıştır. TGA termogramı ham numunenin % 87.3 oranında bir kütle kaybına uğradığını göstermektedir. Bu oranın düşük olması karbonizasyon verimini artırmak için kimyasal ön işlemlerin ne kadar önemli olduğunu göstermektedir. Kimyasal işlemlerden sonra elde edilecek TGA termogramları elde edilen karbon verimlerini verecektir.

Şekil 4.2: Ham viskoz rayon liflerinin TGA termogramı

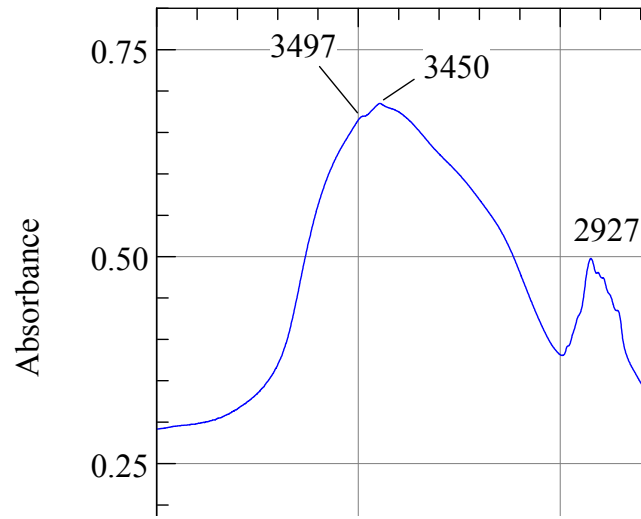
4.1.3. FT-IR spektroskopi çalışmaları

Viskoz rayon liflerinin 4000-650 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu Şekil 4.3’de verilmiştir. Bu bölge orta-IR bölgesi olarak bilinmektedir. FT-IR spektrometrenin çözünürlüğü 2 cm^{-1} olup 50 spektrumun ortalaması alınmıştır. Elde edilen piklerin listesi, şiddetleri ve tanımlamaları ile birlikte Tablo 4.3’de verilmiştir.



Şekil 4.3: Ham viskoz rayon liflerinin 4000-800 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu

4000-2000 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu Şekil 4.4’de, 1800-800 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu ise Şekil 4.5’de sunulmuştur. 3700-3000 cm^{-1} bölgesi pikleri olan 3338 ve 3294 cm^{-1} pikleri viskoz rayon liflerinde bulunan su veya su buharına ait OH titreşimlerine aittir. Öbür taraftan 1654 cm^{-1} bölgesinde bulunan titreşimde OH grubuna aittir. Parmak izi olarak bilinen 1500-800 cm^{-1} bölgesi ise iskelet zincirlerine ait titreşimlerine aittir. FT-IR kristalinite değeri geleneksel olarak 1378 ve 2927 cm^{-1} piklerinin yüksekliklerinin oranı ile bulunur. 1378 cm^{-1} pik lokal olarak 1590-1290 cm^{-1} arası ve 2900 cm^{-1} pik lokal olarak 3000-2000 cm^{-1} arası bölge kullanıldığında IR kristalinite değeri %59.0 olarak bulunmuştur. IR pik tanımları Tablo 4.3’de verilmiştir.

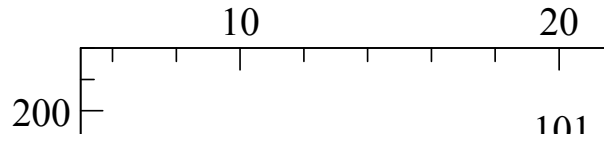


Şekil 4.4: Ham viskoz rayon liflerinin 4000-2000 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu

Şekil 4.5: Ham viskoz rayon liflerinin 1800-800 cm^{-1} bölgesine ait FT-IR spektrumu

4.1.4. X-ışını difraksiyonu çalışmaları

Viskoz rayon liflerinin $5-35^\circ 2\theta$ arası bölgeden elde edilen X-ray difraksiyon grafiği Şekil 4.6'da sunulmuştur. Viskoz rayon liflerinin kristal yapısı selüloz –II yapısındadır ve birim hücre monokliniktir. Eğri analizi ile elde edilen pik parametreleri ise Tablo 4.4'de verilmiştir.



Şekil 4.6: Viscose rayon liflerinin X-Ray difraksiyon grafiğinin eğri analizi ile beraber toplu gösterimi

X-ray Difraksiyon grafiğinin eğri analizi sırasında 4 pik kullanılmıştır. Eğri analizi sırasında ilave bir pik $2\theta=19.21^\circ$ ilave edilmiştir. Bu pikin yarı-yükseklik genişliği 10.9° olup amorf yapıdan kaynaklandığı düşünülmektedir. Kristalin Pik alanlarının eğri analiz tabanının üstünde kalan toplam pik alanlarının deneysel eğrinin toplam alan oranı ile X-ray Kristalinite oranı bulunmaktadır. Bu çalışmada viscose rayon Liflerinin X-ray Kristalinite oranı %43.7 ve amorf oranı %56.3 olarak bulunmuştur.

4.2. Ham viskoz rayon liflerinin farklı kimyasal ön işlemler ile termal kararlılığının sağlanması

Bu çalışmada kullanılan viskoz rayon liflerinin termal kararlılığının sağlanması için önce kimyasal ön işlemler ardından ısı işlemleri yapılmıştır. Yapılan kimyasal ön işlemler ve ısı işlem setleri aşağıda verilmektedir.

-Fosforik asit, H_3PO_4

-Amonyum sülfat, $(NH_4)_2SO_4$

-Diamonyum fosfat, $(NH_4)_2 HPO_4$

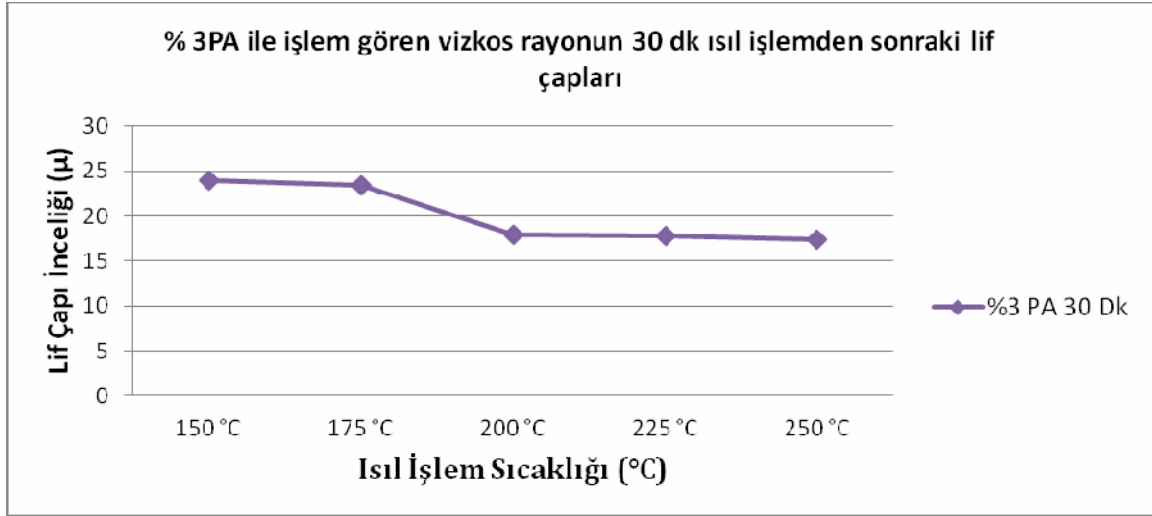
-Fosforik asit + Borik asit, $H_3PO_4 + H_3BO_3$

4.2.1. Fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar

Fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler sırasında farklı sıcaklıklar kullanılarak termal kararlılık aşamasına sıcaklığın etkisi araştırılmıştır. Bu işlemlerde % 3 fosforik asit kullanılmış olup kimyasal işlemler oda sıcaklığında 20 dakika süre ile yapılmıştır. Yaş işleminden sonra numunenin üzerinde bulunan fazla sıvı kuru havlu ile alınmış ve bir gece dinlenmeye bırakılmıştır. Daha sonra 50°C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Kurutulduktan sonra ısı işlemleri yapılmıştır. Isı işlemleri 150-175-200-225 ve 250°C sıcaklıklarda yapılmıştır. Isı işlemlerinin sonunda numunelerde meydana gelen fiziksel ve yapısal değişimlerin takip edilmesinde lif çapı, iplik numarası, renk değişimleri, yanma testi, termal analiz (TGA), titreşim analizi (FT-IR spektroskopisi) ve X-ışını difraksiyonu çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar detaylı olarak incelenmiştir.

4.2.1.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları

Lif çapları 5 ayrı geliş güzel seçilmiş numunenin lif boyunca 20 ayrı noktadan x40 objektif kullanılarak alınmıştır. %3 fosforik asit ile kimyasal ön işlem ve daha sonra farklı sıcaklıklarda yapılan ısı işlemlerinden sonra elde edilen lif çapları Tablo 4.12-4.16 sunulmuştur. Lif çaplarının değişimi şekil 4.7'de sunulmuştur.

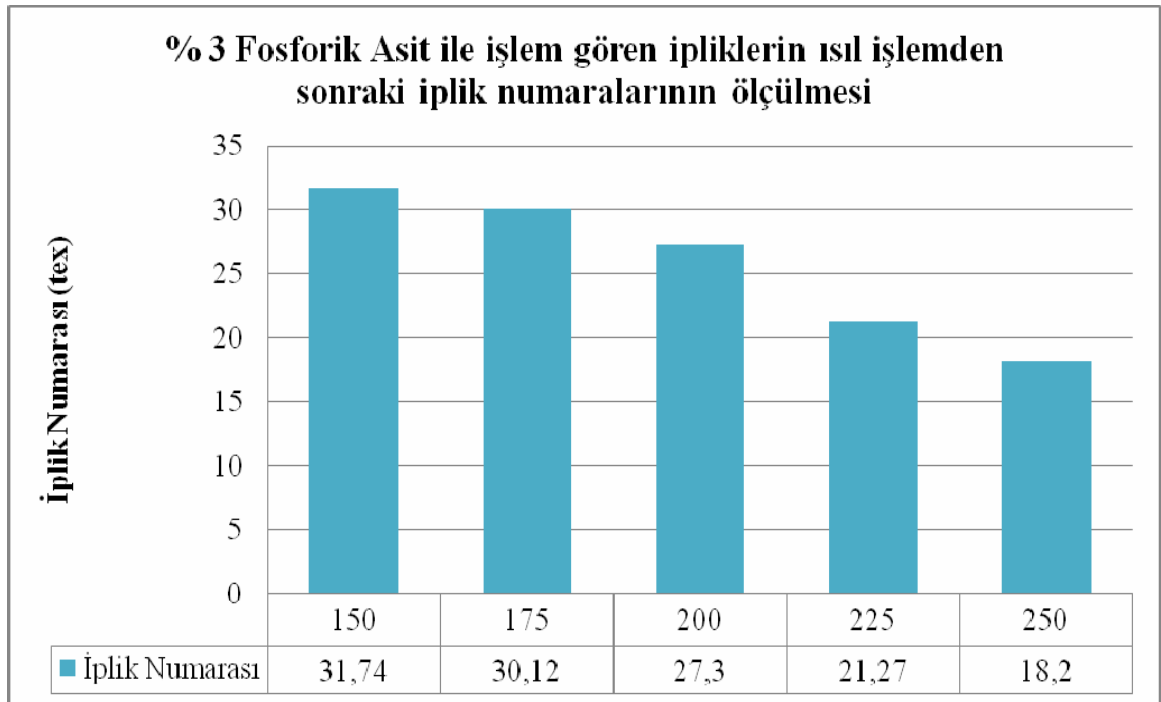


Şekil 4.7. %3 fosforik asit kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıtılma işlemleri sonucu elde edilen lif çapları

Lif çapları 23.9 μm ile 17.4 μm arasında değişim göstermektedir. 150°C'de yapılan ısıtılma işlemi sonucu lif çapı 23.9 μm iken 250°C'de yapılan ısıtılma işlemi sonrası lif çapı 17.4 μm değerine düşmüştür. Bu lif çapı azalması ısıtılma işlemi sırasında açığa çıktığı düşünülen CO , CO_2 ve su buharının uzaklaşması sonucu oluştuğu düşünülmektedir.

Fosforik asit kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıtılma işlemleri sonucu elde edilen iplik numara değerleri Tablo 4.10'da verilmiştir. Isıtılma işlemleri sırasında oluşan renk değişimleri de Tablo 4.10 verilmiştir. Numunelerin ısıtılma işlem sıcaklığının artması ile renk değişimlerine maruz kaldığı ve giderek koyu renk aldığı gözlenmiştir. Özellikle 200°C sıcaklıktan sonra numunelerin siyah renk özelliği kazandığı görülmüştür. Numuneler 150-200°C arasında yanarken, 200°C üzerine çıkması ile beraber, 225-250°C arasında yanmazlık özelliği de kazanmışlardır.

İplik numara değerleri Tex cinsinden Tablo 4.10'de gösterilmiştir. İplik numara değerleri 150-250°C arasında 31.74 tex'den 18.2 tex değerine düşmüştür.

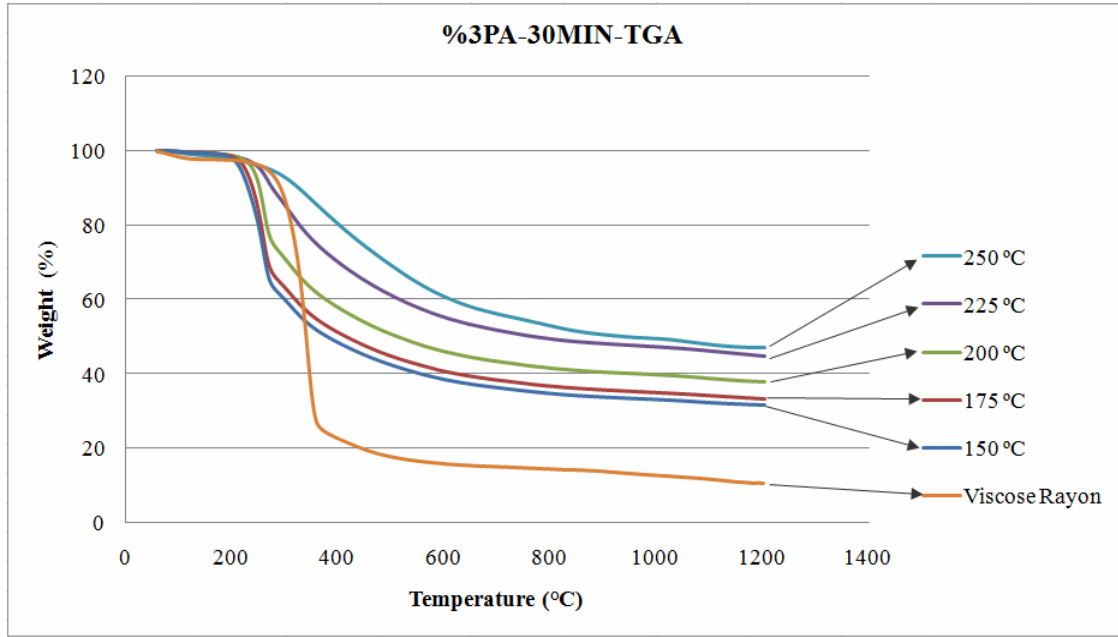


Şekil 4.8. % 3 PA ile yapılan kimyasal işlemler sonucunda ve 150-250 °C arasında yapılan ısıtılma işlemler sonucunda elde edilen iplik numara değerleri

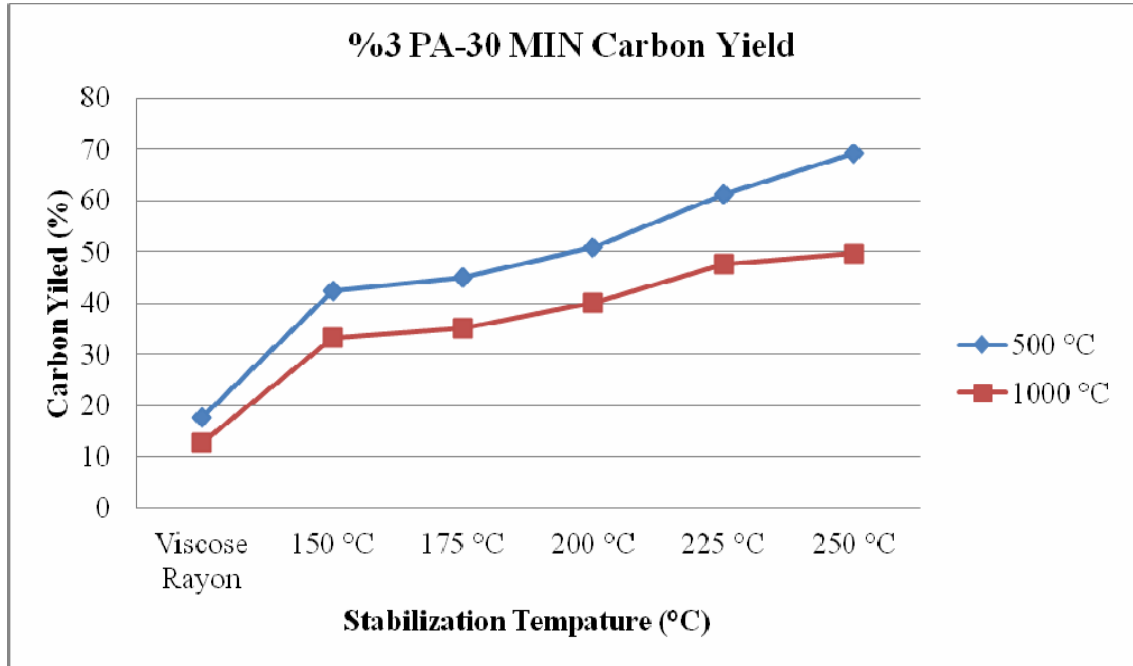
4.2.1.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları

% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlemlerden ve 150-250 °C arasında yapılan ısıtılma işlemlerden sonra elde edilen numunelerin TGA termogramları Şekil 4.9’da gösterilmiştir. TGA termogramları 50-1200 °C arasında 10 °C/dak ısıtma hızında azot gazı ortamında elde edilmiştir.

% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler ve daha sonra yapılan ısıtılma işlemler TGA termogramlarında etkilerini göstermişlerdir. TGA termogramları 50-250 °C arasında numunelerin üzerinde bulunan su veya su buharından kaynaklanan kütle kaybını göstermektedir. Kütle kayıpları ısıtılma işlem sıcaklığının artması ile beraber hızla azalmaktadır. Bu sonuçlar kimyasal ön işlemler ile ısıtılma işlemlerinin kütle kayıplarının azalmasında etkili olduğunu göstermiştir. TGA termogramları aynı zamanda karbon veriminin ısıtılma işlem sıcaklıklarının artması ile beraber arttığını göstermiştir. Karbon verimi değerleri Şekil 4.10’de gösterilmiştir. 500 °C’deki karbon verimi değerleri 1000 °C’deki karbon verimi değerlerine göre fazla olduğu görülmüştür.



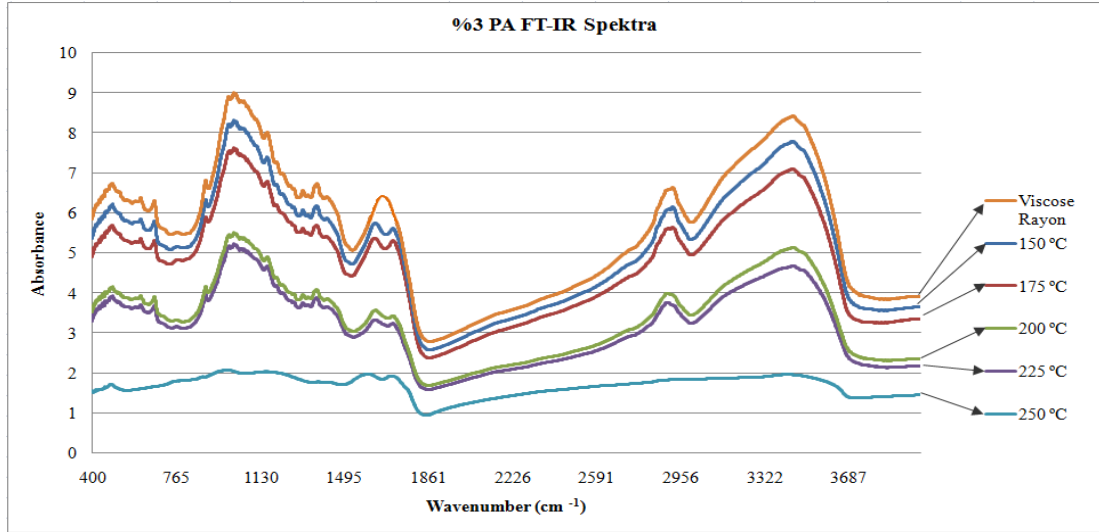
Şekil 4.9. % 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıl işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları.



Şekil 4.10. % 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıl işlemler sonucu elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıl işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.

4.2.1.3. FT-IR spektroskopi çalışmaları

% 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve 150-250°C arasında yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen numunelerin 4000-400 cm^{-1} orta-IR bölgesine ait spektrumlar Şekil 4.11’de sunulmuştur.

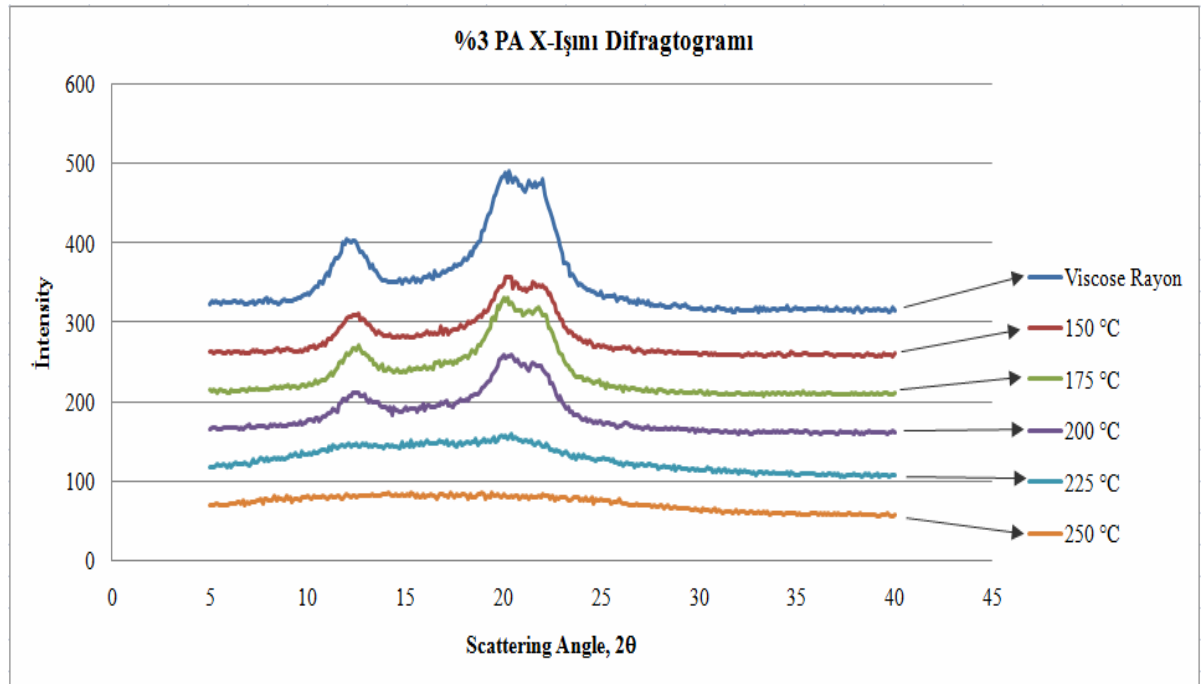


Şekil 4.11. % 3 fosforik asit ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen IR-spektrumları

IR-spektrumları 4000-400 cm^{-1} arasında ciddi yapısal değişikliklerin oluştuğuna işaret etmektedir. 2900 cm^{-1} civarında görülen ve metilen gruplarına ait olan C-H titreşimlerinin ısıt işlem sıcaklığının artması ile şiddetini kaybettiği görülmüştür. Isıt işlemin etkisi ile selüloz zincirlerinden ayrılan hidrojen atomları yerine C=C çift bağlarına bırakırken hidrojen atomları H_2 gazı veya su (H_2O) buharı olarak ortamdan uzaklaşmaktadırlar. Özellikle 4000-3000 cm^{-1} arasında etkili olan OH grupları, intramoleküler ve intramoleküler hidrojen bağları ısıt işlem sıcaklığının etkisi ile yok olmakta ve yerini 4-5 karbon atomdan oluşan halkalı yapılara bırakmaktadırlar. OH-grupları 225-250 °C den sonra ortadan kaybolmaktadırlar. Kristal yapıda oksijenli ortamda yapılan ısıt işlemlerin etkisi ile ısıt işlem sıcaklığının artması ile azalmakta ve 225-250 °C sıcaklıklarda tamamen yok olmaktadır.

4.2.1.4. X-ışını difraksiyonu çalışmaları

%3 fosforik asit ile yapılan kimyasal işlemler sonrasında 150-250°C arasında yapılan ısıtıl işlemlere ait X-ışını difraksiyon grafikleri Şekil 4.12’de gösterilmiştir. Grafikler 5-35° 2θ arası bölgeyi kapsamakta olup ısıtıl işlem sıcaklığının 150°C’den 250°C’ye kadar artması ile beraber selüloz II kristal yapıyı kaybetmekte ve 225-250°C arasında tamamen amorf yapıya dönüşmektedir. Selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarına ait pikler şiddetini ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile beraber kaybetmektedirler. Şekil 4.13 aynı zamanda (101), (10-1) ve (002) yansımalarının ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile beraber genişlediğini ve kristal ebatlarının küçüldüğünü göstermektedir. Selüloz II kristal yapı 225 °C’de yapılan ısıtıl işlemde az miktarda kalsada 250 °C’de tamamen yok olmakta ve yerini % 100 amorf yapıya bırakmaktadır. Numuneler bu aşamadan sonra yapılacak karbonizasyon aşamasına 250 °C’de yapılan ısıtıl işlem ile hazır hale gelmiştir. Numuneler kazandıkları yanmazlık özelliği sayesinde yüksek karbonizasyon sıcaklıklarına hazır hale gelebilmektedirler.



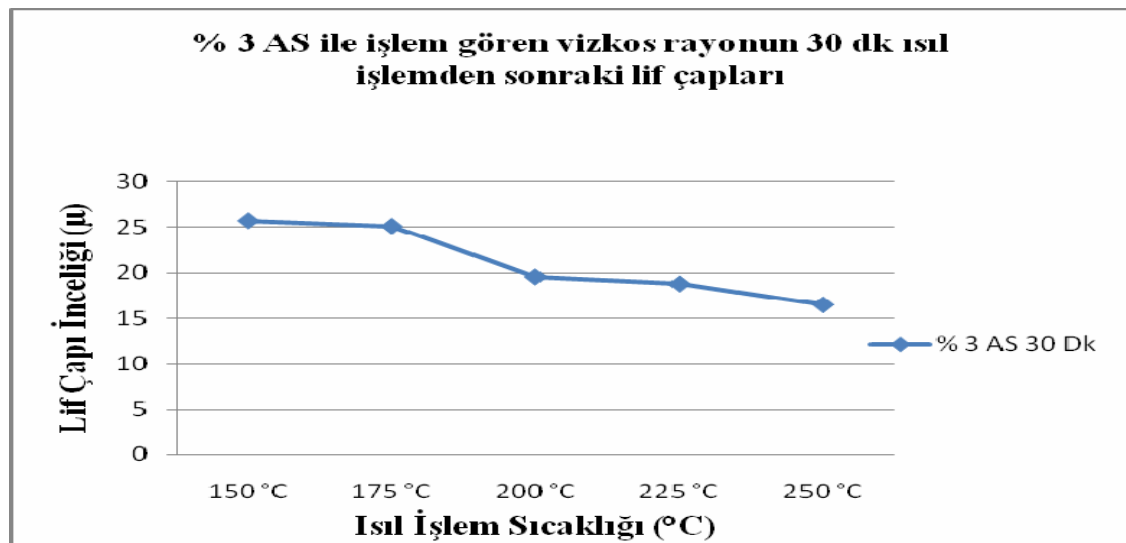
Şekil 4.12. %3 fosforik asit ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıtıl işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyonu eğrileri

4.2.2. Amonyum sülfat, $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar

Amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlemler sırasında farklı sıcaklıklar kullanılarak termal kararlılık aşamasına sıcaklığın etkisi araştırılmıştır. Bu işlemlerde %3 amonyum sülfat kullanılmış olup kimyasal işlemler oda sıcaklığında 20 dakika süre ile yapılmıştır. Yaş işlemiden sonra numunenin üzerinde bulunan fazla sıvı kuru havlu ile alınmış ve bir gece dinlenmeye bırakılmıştır. Daha sonra 50 °C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Kurutulduktan sonra ısıt işlemler yapılmıştır. Isıt işlemler 150-175-200-225 ve 250 °C sıcaklıklarda yapılmıştır. Isıt işlemlerin sonunda numunelerde meydana gelen fiziksel ve yapısal değişimlerin takip edilmesinde lif çapı, iplik numarası, renk değişimleri, yanma testi, termal analiz (TGA), titreşim analizi (FT-IR spektroskopisi) ve X-ışını difraksiyonu çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar detaylı olarak incelenmiştir.

4.2.2.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları

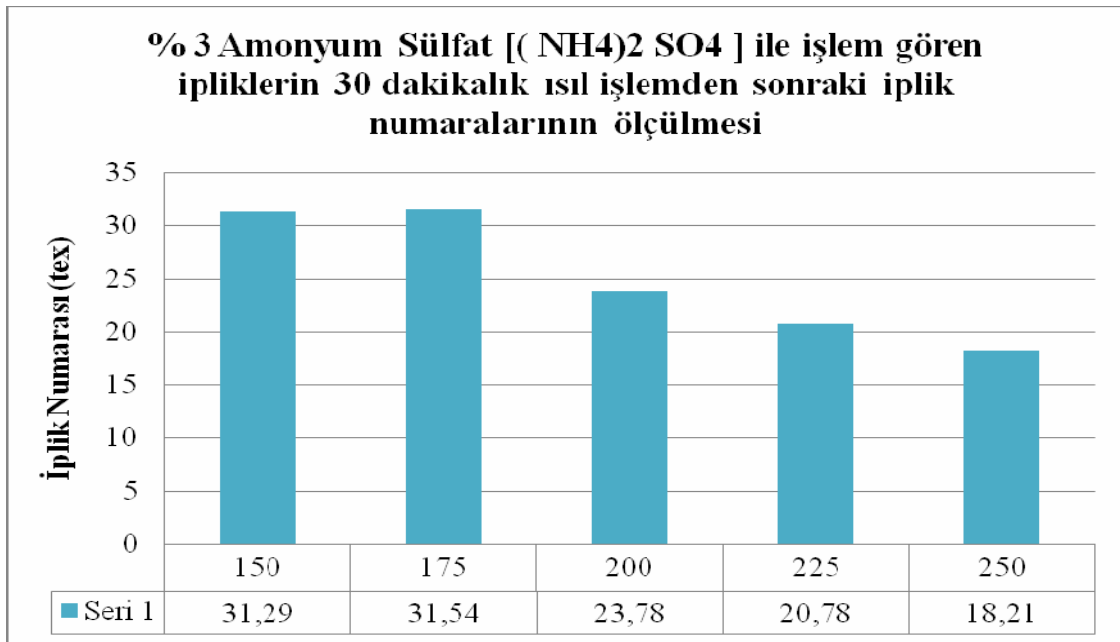
5 ayrı gelişi güzel seçilmiş numunenin lif boyunca 20 ayrı noktanın çapları x40 objektif kullanılarak alınmıştır. % 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işlem ve daha sonra farklı sıcaklıklarda yapılan ısıt işlemlerden sonra elde edilen lif çapları Tablo 4.5-4.9 sunulmuştur. Lif çaplarının değişimi şekil Şekil 4.13’de sunulmuştur.



Şekil 4.13. % 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çapları

Lif çapları 25.7 μm ile 16.4 μm arasında değişim göstermektedir. 150 °C da yapılan ısıtıl işlem sonucu lif çapı 25.7 μm iken 250 °C de yapılan ısıtıl işlem sonrası lif çapı 16.4 μm değerine düşmüştür. Bu lif çapı azalması ısıtıl işlem sırasında açığa çıktığı düşünülen CO, CO₂ ve su buharının uzaklaşması sonucu oluştuğu düşünülmektedir.

Amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlemde ve daha sonra yapılan ısıtıl işlemler sonucu elde edilen iplik numara değerleri Tablo 4.17’de verilmiştir. Isıtıl işlemler sırasında oluşan renk değişimleri de Tablo 4.17 verilmiştir. Numunelerin ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile renk değişimlerine maruz kaldığı ve giderek koyu renk aldığı gözlenmiştir. Özellikle 200 °C sıcaklıktan sonra numunelerin siyah renk özelliği kazandığı görülmüştür. Numuneler 150-200 °C arasında yanarken, 200 °C üzerine çıkması ile beraber, 225-250 °C arasında yanmazlık özelliği de kazanmışlardır.



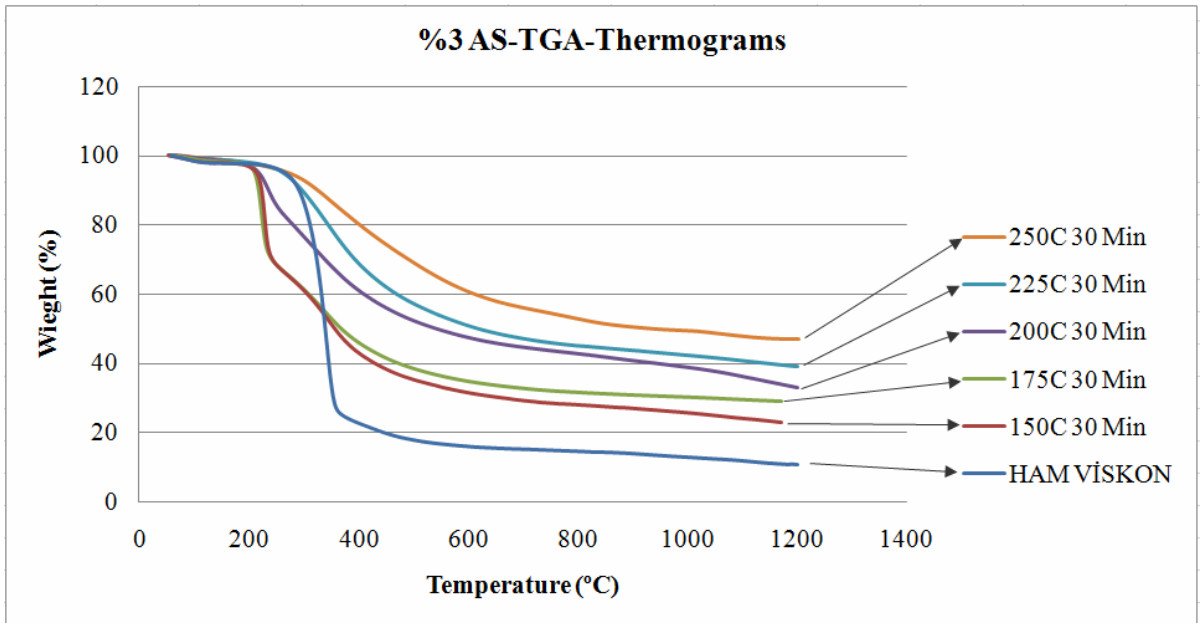
Şekil 4.14. % 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıtıl işlemler sonucu elde edilen iplik numarası değerleri

İplik numara değerleri Tex cinsinden Şekil 4.14’de ve Tablo 4.17’de gösterilmiştir. İplik numara değerleri 150-250 °C arasında 31.3 tex’den 18.2 tex değerine düşmüştür.

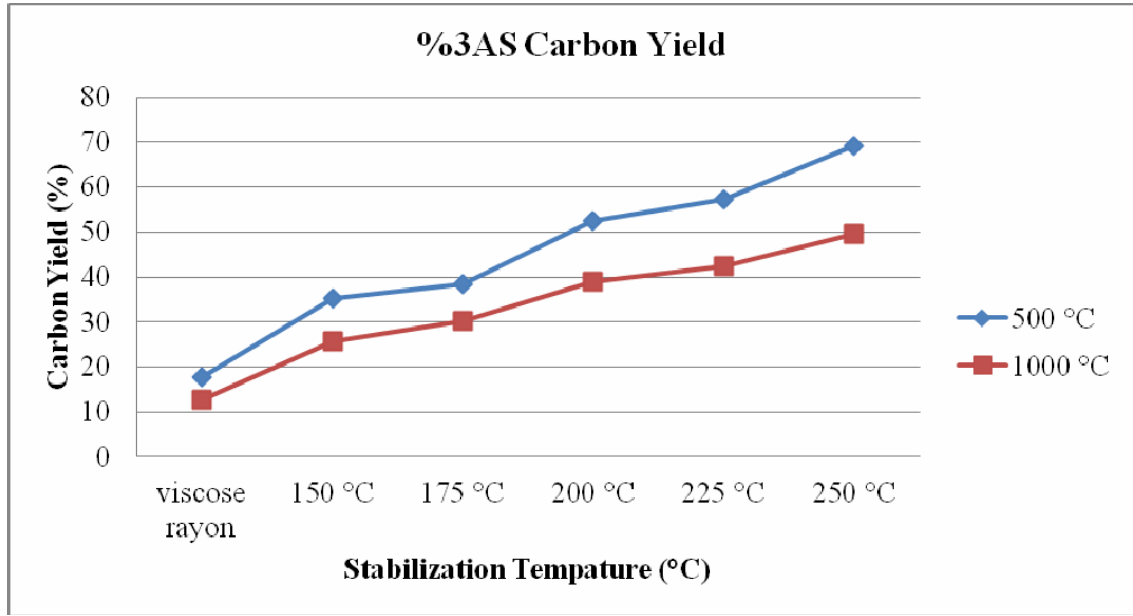
4.2.2.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları

% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlemlerden ve 150-250 °C arasında yapılan ısıl işlemlerden sonra elde edilen numunelerin TGA termogramları Şekil 4.15’de gösterilmiştir. TGA termogramları 50-1200 °C arasında 10 °C/dak ısıtma hızında azot gazı ortamında elde edilmiştir.

% 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlemler ve daha sonra yapılan ısıl işlemler TGA termogramlarında etkilerini göstermişlerdir. TGA termogramları 50-250 °C arasında numunelerin üzerinde bulunan su veya su buharından kaynaklanan kütle kaybını göstermektedir. Kütle kayıpları ısıl işlem sıcaklığının artması ile beraber hızla azalmaktadır. Bu sonuçlar kimyasal ön işlemler ile ısıl işlemlerinin kütle kayıplarının azalmasında etkili olduğunu göstermiştir. TGA termogramları aynı zamanda karbon veriminin ısıl işlem sıcaklıklarının artması ile beraber arttığını göstermiştir. Karbon verimi değerleri Tablo 4.18 ve Şekil 4.16’de gösterilmiştir. 500 °C’deki karbon verimi değerleri 1000 °C’deki karbon verimi değerlerine göre fazla olduğu görülmüştür. 1000 °C’deki karbon verimi değerleri ısıl işlem sıcaklığının artması ile beraber % 25.6’dan %49.6’a yükselmiştir. Bu durumda aktif karbon lif üretiminde kimyasal işlemlerden sonra 250 °C’te oksijenli ortamda ısıl işlemin karbonizasyon ve aktivasyon öncesi karbon verimi açısından oldukça yararlı olacağını göstermektedir.



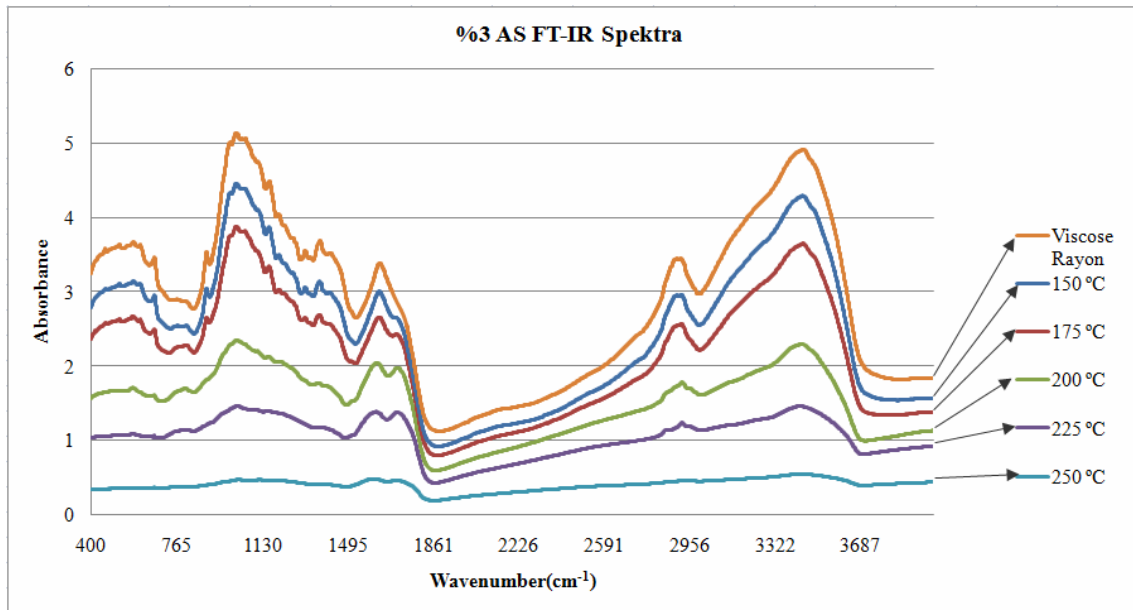
Şekil 4.15. % 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıl işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları.



Şekil 4.16. % 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal ön işlem ve ısıt işlemler sonucu elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.

4.2.2.3. FT-IR spektroskopi çalışmaları

% 3 amonyum sülfat asit ile yapılan kimyasal ön işlem ve 150-250 °C arasında yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen numunelerin 4000-400 cm^{-1} orta-IR bölgesine ait spektrumlar Şekil 4.17’de sunulmuştur.



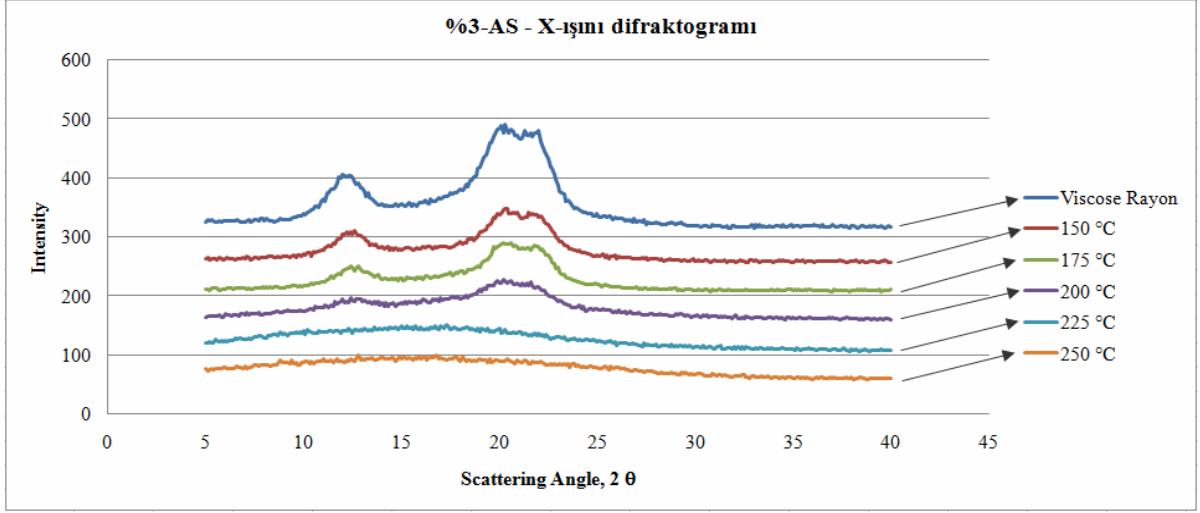
Şekil 4.17. % 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıt işlemler sonrasında elde edilen IR-spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

IR-spektrumları $4000-400\text{ cm}^{-1}$ arasında oldukça önemli yapısal değişiklerin oluştuğuna işaret etmektedir. 2900 cm^{-1} civarında görülen ve metilen gruplarına ait olan C-H titreşimlerinin ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile şiddetini kaybettiği görülmüştür. Isıl işlemin etkisi ile selüloz zincirlerinden ayrılan hidrojen atomları yerine C=C çift bağlarına bırakırken hidrojen atomları H_2 gazı veya su (H_2O) buharı olarak ortamdan uzaklaşmaktadırlar. Kristal yapıda oksijenli ortamda yapılan ısıtıl işlemlerin etkisi ile ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile azalmakta ve $225-250\text{ }^\circ\text{C}$ sıcaklıklarda tamamen yok olmaktadır. Isıl işlem sıcaklığının artması ile beraber, özellikle $200\text{ }^\circ\text{C}$ 'den sonra $1715-1720\text{ cm}^{-1}$ 'da yeni bir pik görülmeye başlanmıştır. Bu pik karbonil (C=O) olarak tanımlanmaktadır. Daha önce belirtildiği gibi, ısıtıl işleminden sonra görülen renk değişiklikleri selüloz zincirlerinde oluşan yapısal değişikliklerin bir göstergesi olarak algılanmıştır. Numune üzerinde bulunan nemden kaynaklanan 1640 cm^{-1} piki ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmekte, $200\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1620 cm^{-1} 'a , $225\text{ }^\circ\text{C}$ 'de 1606 cm^{-1} 'a ve nihayet $250\text{ }^\circ\text{C}$ 'de $1600-1605\text{ cm}^{-1}$ 'a kaymaktadır. IR spektrumunda görülen bu değişimler C=C bağlarının oluştuğunu ve daha kararlı bir yapının oluştuğunu göstermektedir. Selüloz halkasını ait olduğu bilinen $1200-875\text{ cm}^{-1}$ bölgesindeki pikler ve özellikle 898 cm^{-1} 'daki pikide şiddetini $200\text{ }^\circ\text{C}$ 'den sonra kaybetmeye başlamıştır. IR spektrumunda görülen bu değişimler selüloz halkasının ciddi yapısal değişimlere uğradığını göstermektedir.

4.2.2.4. X-ışını difraksiyonu çalışmaları

%3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal işlemler sonrasında $150-250\text{ }^\circ\text{C}$ arasında yapılan ısıtıl işlemlere ait X-ışını difraksiyon grafikleri Şekil 4.18'de gösterilmiştir. Grafikler $5-35^\circ 2\theta$ arası bölgeyi kapsamakta olup ısıtıl işlem sıcaklığının $150\text{ }^\circ\text{C}$ 'den $250\text{ }^\circ\text{C}$ 'ye kadar artması ile beraber selüloz II kristal yapıyı kaybetmekte ve $225-250\text{ }^\circ\text{C}$ arasında tamamen amorf yapıya dönüşmektedir. Selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarına ait pikler ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmektedir. Şekil 4.18 aynı zamanda (101), (10-1) ve (002) yansımalarının ısıtıl işlem sıcaklığının artması ile beraber yarı-yükseklik genişliklerinin ve kristal boyutlarının küçüldüğünü göstermektedir. Selüloz II kristal yapı $225\text{ }^\circ\text{C}$ 'de yapılan ısıtıl işlemde varlığını az miktarda korusa da $250\text{ }^\circ\text{C}$ 'de tamamen yok olmaktadır.

Numunelerin karbonizasyon ve aktivasyon aşamalarına bu aşamadan sonra hazır hale geldiği görülmüştür.



Şekil 4.18. % 3 amonyum sülfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısı işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon grafikleri

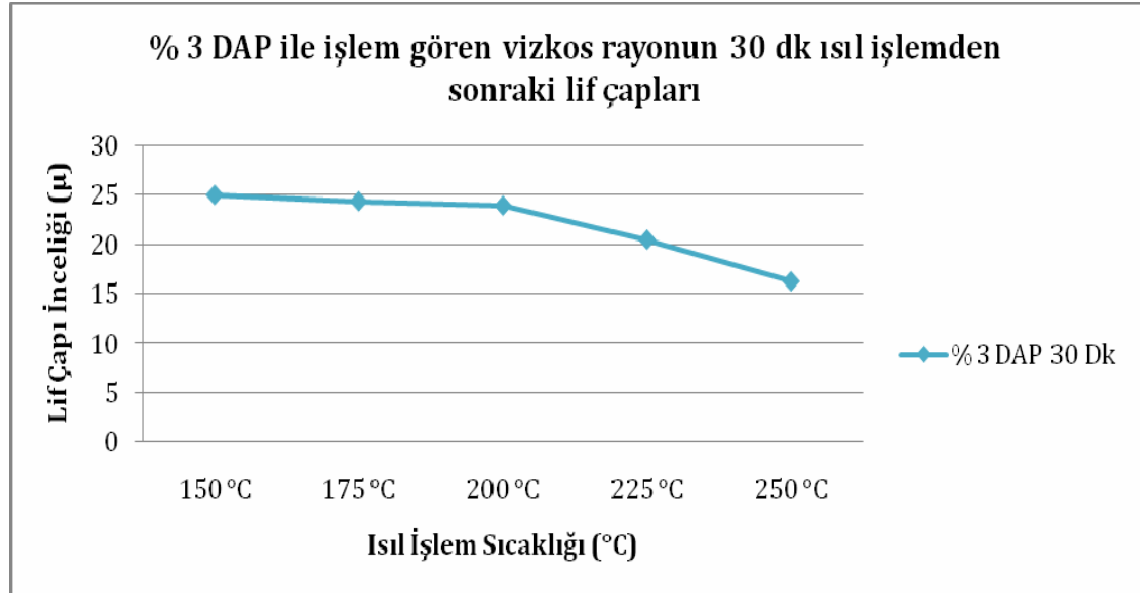
4.2.3. Diamonyum fosfat, $(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4$, ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar

% 3 Diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal ön işlemler sırasında farklı sıcaklıklar kullanılarak termal kararlılık aşamasına sıcaklığın etkisi araştırılmıştır. Bu işlemlerde oda sıcaklığında 20 dakika süre ile yapılmıştır. Yaş işleminden sonra numunenin üzerinde bulunan fazla sıvı kuru havlu ile alınmış ve bir gece dinlenmeye bırakılmıştır. Daha sonra 50 °C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Kurutulduktan sonra ısı işlemleri yapılmıştır. Isıl işlemler 150-175-200-225 ve 250 °C sıcaklıklarda yapılmıştır. Isıl işlemlerin sonunda numunelerde meydana gelen fiziksel ve yapısal değişimlerin takip edilmesinde lif çapı, iplik numarası, renk değişimleri, yanma testi, termal analiz (TGA), titreşim analizi (FT-IR spektroskopisi) ve X-ışını difraksiyonu çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar detaylı olarak incelenmiştir.

4.2.3.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları

5 ayrı geliş güzel seçilmiş numunenin lif boyunca 20 ayrı noktanın çapları x40 objektif kullanılarak alınmıştır. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işlem ve daha sonra

farklı sıcaklıklarda yapılan ısıt işlemlerden sonra elde edilen lif çapları Tablo 4.19-4.23 sunulmuştur. Lif çaplarının değişimi şekil Şekil 4.19'de sunulmuştur.



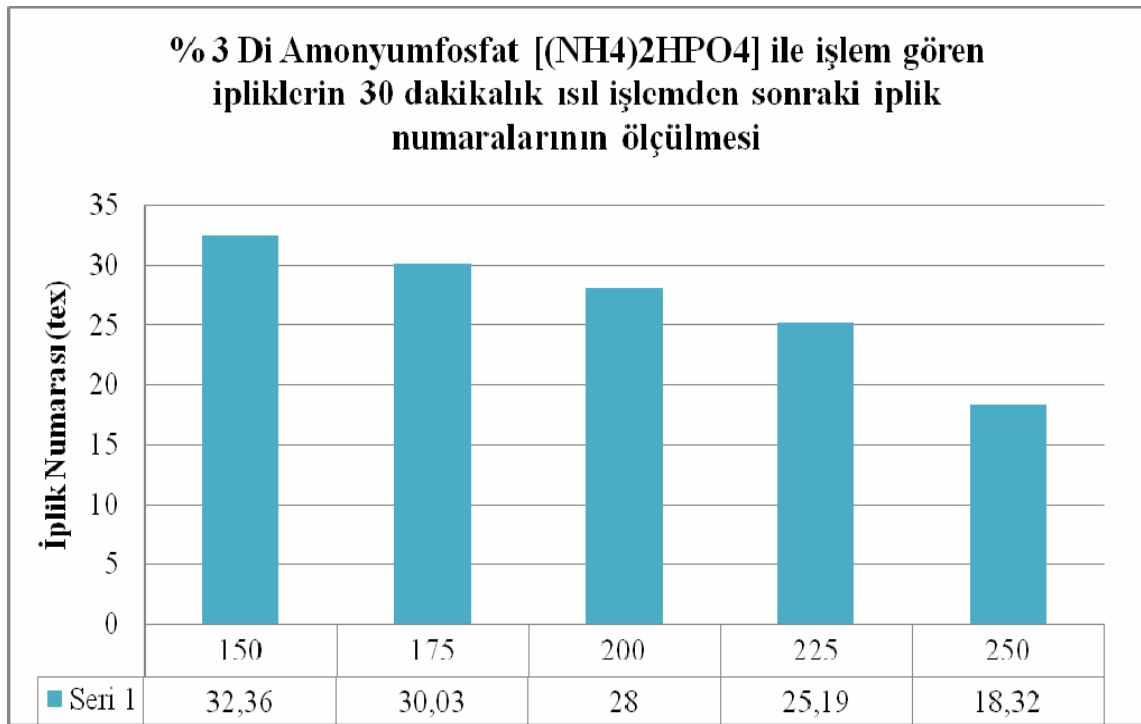
Şekil 4.19. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çapları

% 3 diamonyum fosfat ile yapılan yaş işlemler ve ardından oksijenli ortamda yapılan ısıt işlemler sonrasında lif çaplarının azalma eğilimi göstermektedir.

150°C da yapılan ısıt işlem sonucu lif çapı 25.0 µm iken 250 °C de yapılan ısıt işlem sonrası lif çapı 16.3 µm değerine düşmüştür. Bu lif çapı azalması ısıt işlem sırasında açığa çıktığı düşünülen CO, CO₂ ve su buharının uzaklaşması sonucu olduğu düşünülmektedir.

Diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen iplik numara değerleri Şekil 4.20 ve Tablo 4.24'de verilmiştir. İplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber azalma eğilimi göstermiştir. 150 °C da yapılan ısıt işlem sonucu iplik numarası tex cinsinden 32.4 tex iken 250 °C de yapılan ısıt işlem sonrası 18.3 tex değerine düşmüştür. Bu durum kütle kaybı olduğunu göstermektedir. Kütle kaybı lif çapı azalmasında olduğu gibi ısıt işlem sırasında ortamdan uzaklaşan CO, CO₂, su buharından kaynaklandığı sanılmaktadır.

Isıl işlemler sırasında oluşan renk değişimleri de Tablo 4.24 de verilmiştir. Numunelerin ısıtma işlem sıcaklığının artması ile renk değişimlerine uğradığı ve giderek koyu renk aldığı gözlenmiştir. Özellikle 200 °C sıcaklıktan sonra numunelerin siyah renk özelliği kazandığı görülmüştür. Numuneler 150-200 °C arasında yanarken, 200-225 °C üzerine çıkması ile beraber, 250 °C sıcaklıkta yanmazlık özelliği de kazanmışlardır.

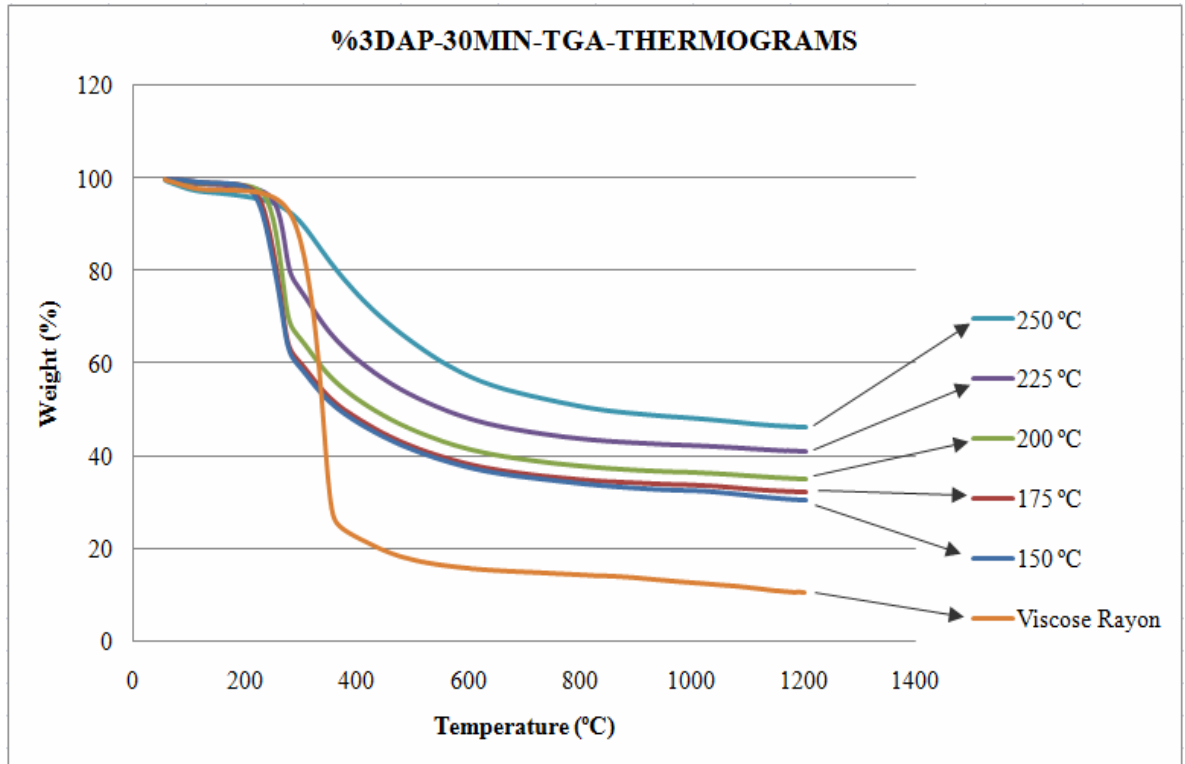


Şekil 4.20. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıtma işlemleri sonucu elde edilen ipik numaralarının ısıtma işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

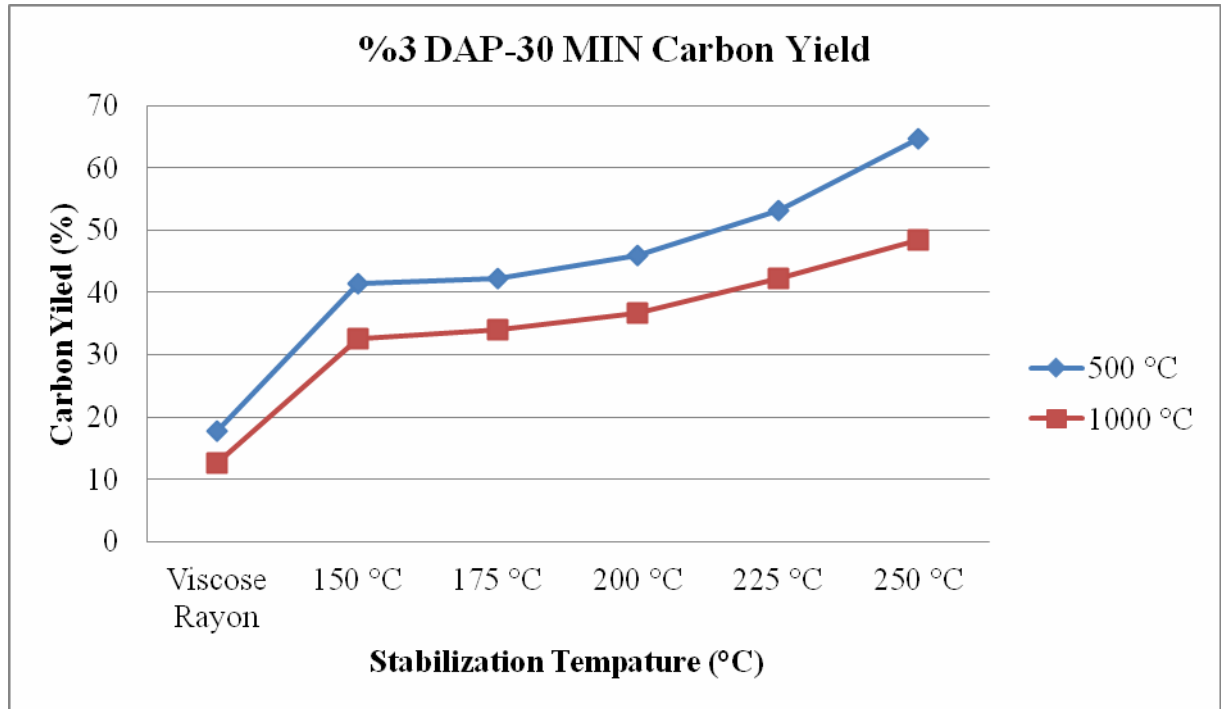
4.2.3.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları

% 3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal ön işlemlerden ve 150-250 °C arasında yapılan ısıtma işlemlerden sonra elde edilen numunelerin TGA termogramları Şekil 4.21’de gösterilmiştir. TGA termogramları 50-1200 °C arasında 10 °C/dak ısıtma hızında azot gazı ortamında elde edilmiştir.

%3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal ön işlemler ve daha sonra yapılan ısı işlemler TGA termogramlarında etkilerini göstermişlerdir. TGA termogramları 50-250 °C arasında numunelerin üzerinde bulunan su veya su buharından kaynaklanan kütle kaybını göstermektedir. Kütle kayıpları ısı işlem sıcaklığının artması ile beraber hızla azalmaktadır. Bu sonuçlar kimyasal ön işlemler ile ısı işlemlerinin kütle kayıplarının azalmasında etkili olduğunu göstermiştir. TGA termogramları aynı zamanda karbon veriminin ısı işlem sıcaklıklarının artması ile beraber arttığını göstermiştir. Karbon verimi değerleri Tablo 4.25 ve Şekil 4.22’de gösterilmiştir. 1000 °C’deki karbon verimi değerleri ısı işlem sıcaklığının artması ile beraber % 32.5’den % 48.4’a yükselmiştir. Bu durumda aktif karbon lif üretiminde kimyasal işlemlerden sonra 250 °C’de oksijenli ortamda ısı işlemin karbonizasyon ve aktivasyon öncesi karbon verimi açısından % 3 diamonyum fosfat ile ön işlemlerin oldukça yararlı olacağını göstermektedir.



Şekil 4.21. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısı işlemler sonucu elde edilen TGA termogramları

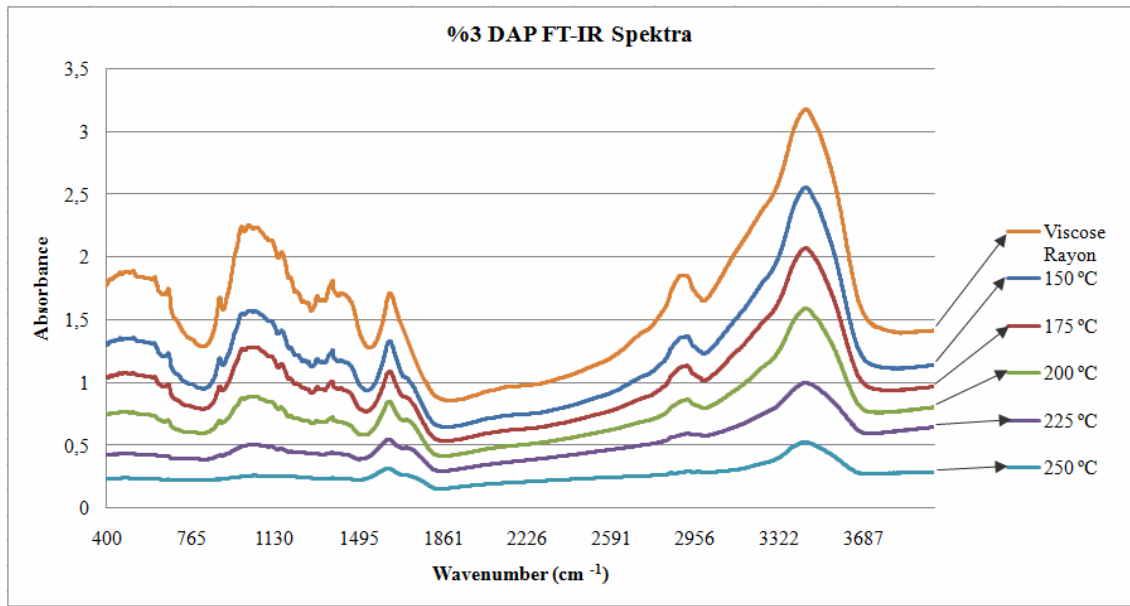


Şekil 4.22. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

4.2.3.3 FT-IR spektroskopi çalışmaları

% 3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal ön işlem ve 150-250 °C arasında yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen numunelerin 4000-400 cm^{-1} orta-IR bölgesine ait spektrumlar Şekil 4.23’de sunulmuştur.

IR-spektrumları 4000-400 cm^{-1} arasında oldukça önemli yapısal değişikliklerin oluştuğuna işaret etmektedir. Numune üzerinde bulunan nemden kaynaklanan 1635-1640 cm^{-1} piki ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmekte, genişlemekte ve ısıt işlem sıcaklığının 250 °C’ye yükselmesi ile 1626 cm^{-1} ’a kaymaktadır. Bu durum C=C bağlarının oluştuğuna işaret etmektedir. Bu bölgede, özellikle 200 °C’den sonra, 1715-1720 cm^{-1} ’da yeni bir pik görülmeye başlanmıştır. Bu pik karbonil (C=O) olarak tanımlanmaktadır. Daha önce belirtildiği gibi, ısıt işleminden sonra görülen renk değişiklikleri selüloz zincirlerinde oluşan yapısal değişikliklerin bir göstergesi olarak algılanmıştır.



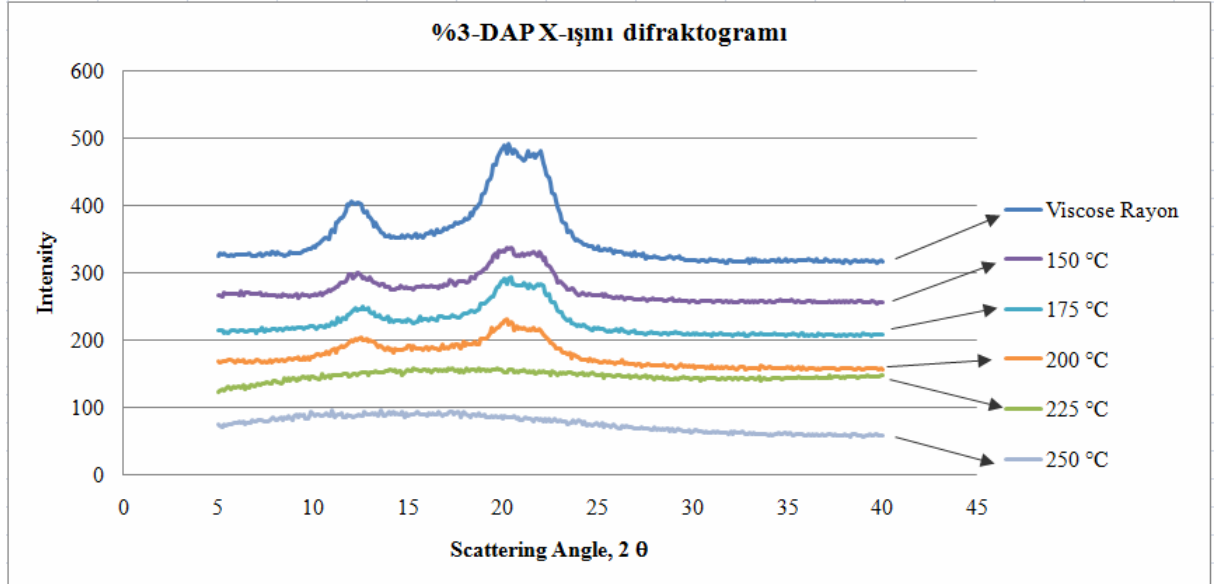
Şekil 4.23. % 3 diamonyum fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen IR spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

IR spektrumunda görülen bu değişimler karbonil (C=O) ve çift bağı C=C bağlarının oluştuğunu ve selüloz zincirlerinin daha kararlı bir yapıya dönüştüğünü. Selüloz halkasını ait olduğu bilinen $1200-875\text{ cm}^{-1}$ bölgesindeki pikler ve özellikle 898 cm^{-1} 'daki pikide şiddetini 200 °C 'den sonra kaybetmeye başlamıştır. IR spektrumunda görülen bu değişimler selüloz halkasının ciddi yapısal değişimlere uğradığını göstermektedir.

4.2.3.4 X-ışını difraksiyonu çalışmaları

%3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal işlemleri takiben $150-250\text{ °C}$ arasında yapılan ısıt işlemlere ait X-ışını difraksiyon grafikleri Şekil 4.24'de gösterilmiştir. Grafikler $5-35^\circ 2\theta$ arası bölgeyi kapsamakta olup ısıt işlem sıcaklığının 150 °C 'den 250 °C 'ye kadar artması ile beraber selüloz II kristal yapının ısıt işlem sıcaklığının artması ile etkisini kaybettiği ve $225-250\text{ °C}$ arasında yapılan ısıt işlemlerde tamamen amorf yapıya dönüşmekte olduğu görülmüştür. Selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarına ait pikler ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmektedir. Şekil 4.24'den selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarının ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber genişlediği ve bunun sonucu olarak kristal boyutlarının küçüldüğünü göstermektedir. Selüloz II kristal yapı 200 °C 'de

yapılan ısıtıl işlemde varlığını az miktarda korusa da 225 °C'den sonra tamamen yok olmaktadır. Yakma testlerinden de anlaşılacağı gibi bu numunelerin yanmazlık özelliği ile beraber yüksek sıcaklıklarda (1000-1500 °C) yapılan karbonizasyon ve aktivasyon (850-900 °C) aşamalarına hazır olduğunu göstermektedir.



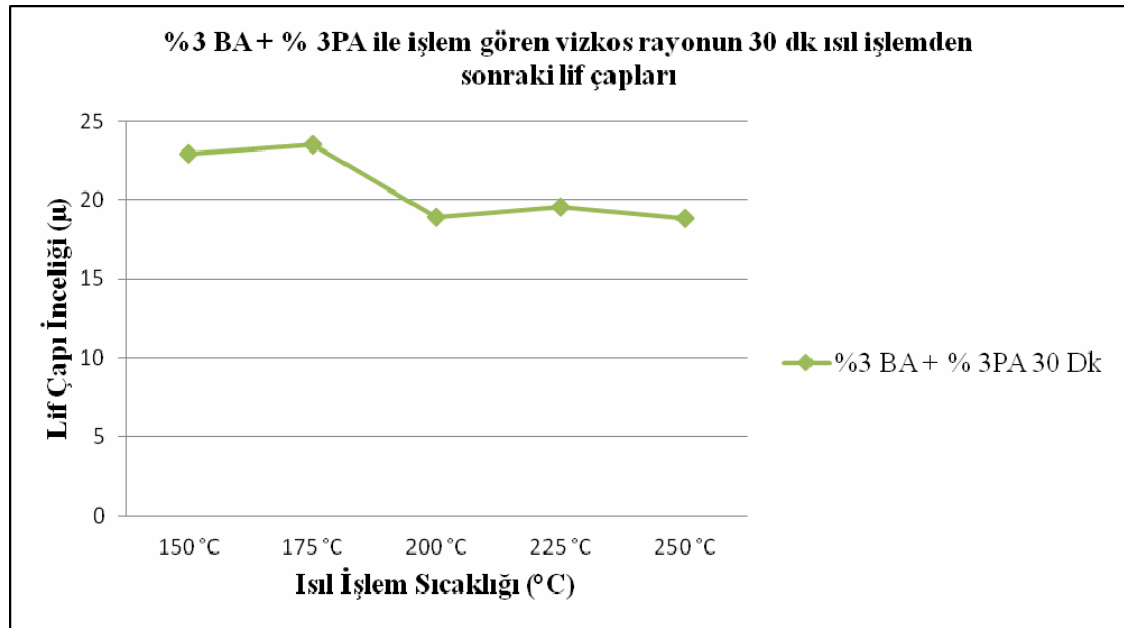
Şekil 4.24. % 3 diamonyum fosfat ile yapılan kimyasal işlemler ve ısıtıl işlemler sonrasında elde edilen X-ışını difraksiyon grafiklerinin ısıtıl işlem sıcaklıklarına bağlı olarak değişimi

4.2.4. Fosforik asit ve borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler ile elde edilen sonuçlar

% 3 fosforik asit ile % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler sırasında farklı ısıtıl işlem sıcaklıkları ile farklı ısıtıl işlem süreleri (30 dak ve 1 saat) kullanılarak termal kararlılık aşamasına etkileri araştırılmıştır. Kimyasal ön işlemler oda sıcaklığında 20 dakika süre ile yapılmıştır. Yaş işleminden sonra numunenin üzerinde bulunan fazla sıvı kuru havlu ile alınmış ve bir gece dinlenmeye bırakılmıştır. Daha sonra 50 °C sıcaklıkta 24 saat kurutulmuştur. Kurutulduktan sonra ısıtıl işlemler yapılmıştır. Isıtıl işlemler 150-175-200-225-250 °C sıcaklıklarda ve 30 dak ve 1 saatlik bekleme sürelerinde yapılmıştır. Isıtıl işlemlerin sonunda numunelerde görülen fiziksel ve yapısal değişimlerin takip edilmesinde lif çapı, iplik numarası, renk değişimleri, yanma testi, termal analiz (TGA), titreşim analizi (FT-IR spektroskopisi) ve X-ışını difraksiyonu çalışmaları yapılmıştır. Elde edilen sonuçlar detaylı olarak incelenmiştir.

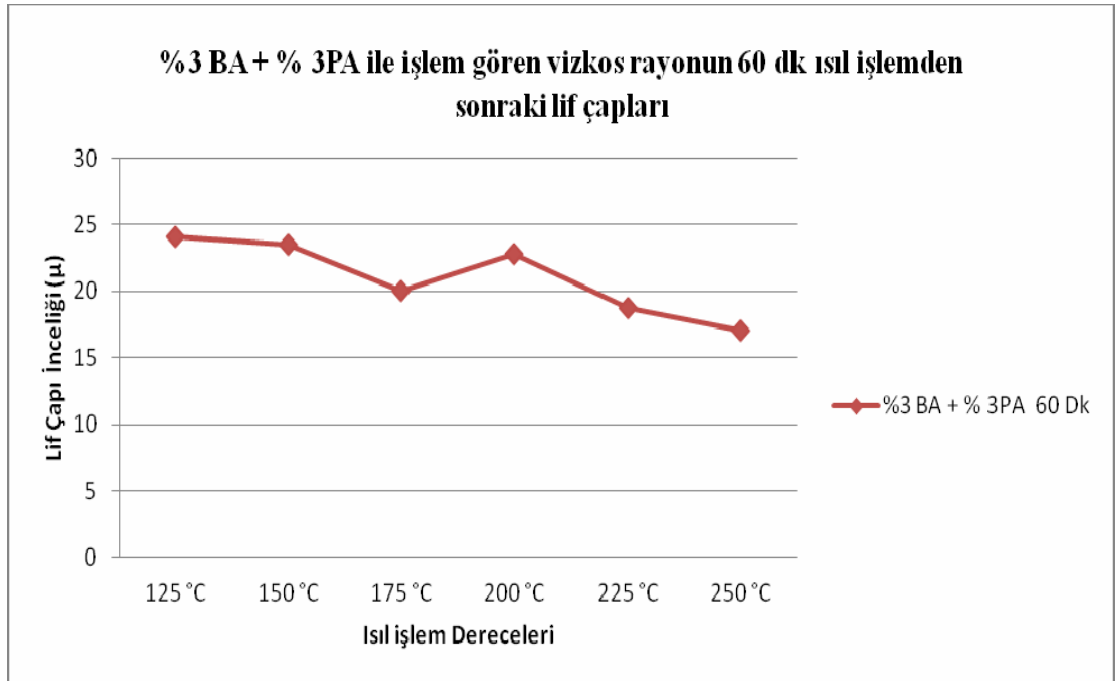
4.2.4.1 Lif çapı ve iplik numarası çalışmaları

Kimyasal ön işlemlerden çıkan numunelerin ısıt işlemlerden sonra lif çapları 5 ayrı gelişi güzel seçilmiş numunenin lif boyunca 20 ayrı noktadan x40 objektif kullanılarak alınmıştır. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işlem ve daha sonra 150-175-200-225-250 °C sıcaklıklarda 30 dakika bekletildikten sonra yapılan ısıt işlemlerden sonra elde edilen lif çapları Tablo 4.25-4.30'da sunulmuştur. Lif çaplarının değişimi Şekil 4.25-4.26'da sunulmuştur.



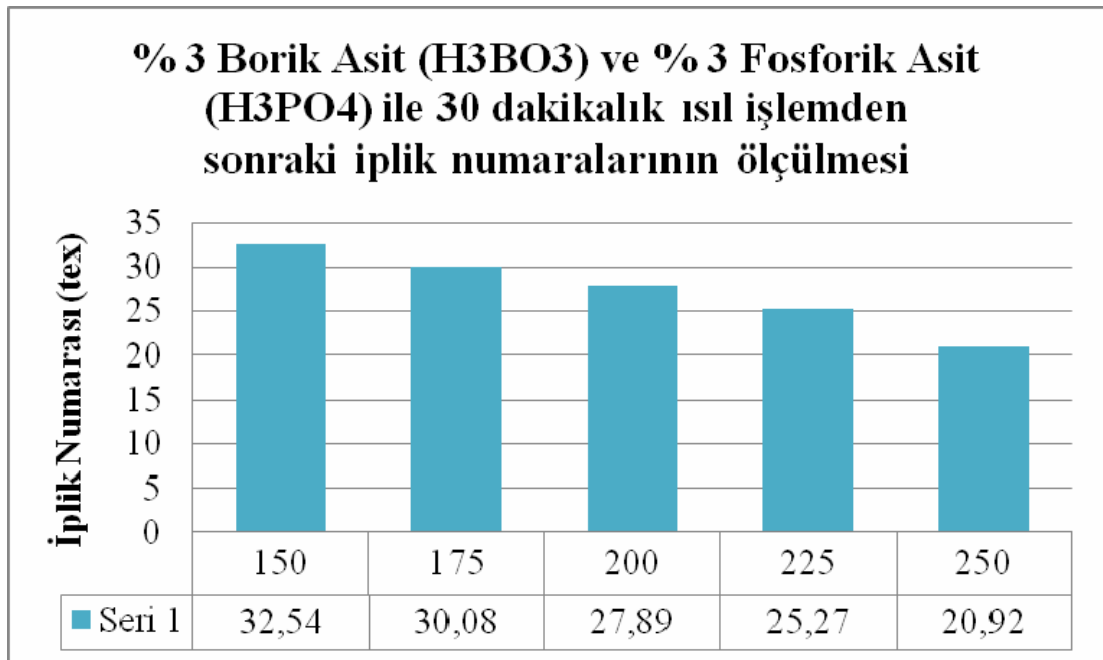
Şekil 4.25. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra 30 dak. süre ile yapılan ısıt işlemler sonucu elde edilen lif çaplarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

Isıt işlemlerden sonra 30 dakika bekletilen numunelerin lif çapları 150 °C iken 22.9 µm ve 250 °C de iken ise 18.8 µm olmuştur. Öbür taraftan ısıt işlemlerden sonra 1 saat bekletilen numunelerin lif çapları Tablo 4.31-4.35 verilmiştir. Bu numunelerin lif çapları ise 150-250 °C arasında 23.5-17.0 µm arasında değişim göstermiştir (Şekil 4.26).

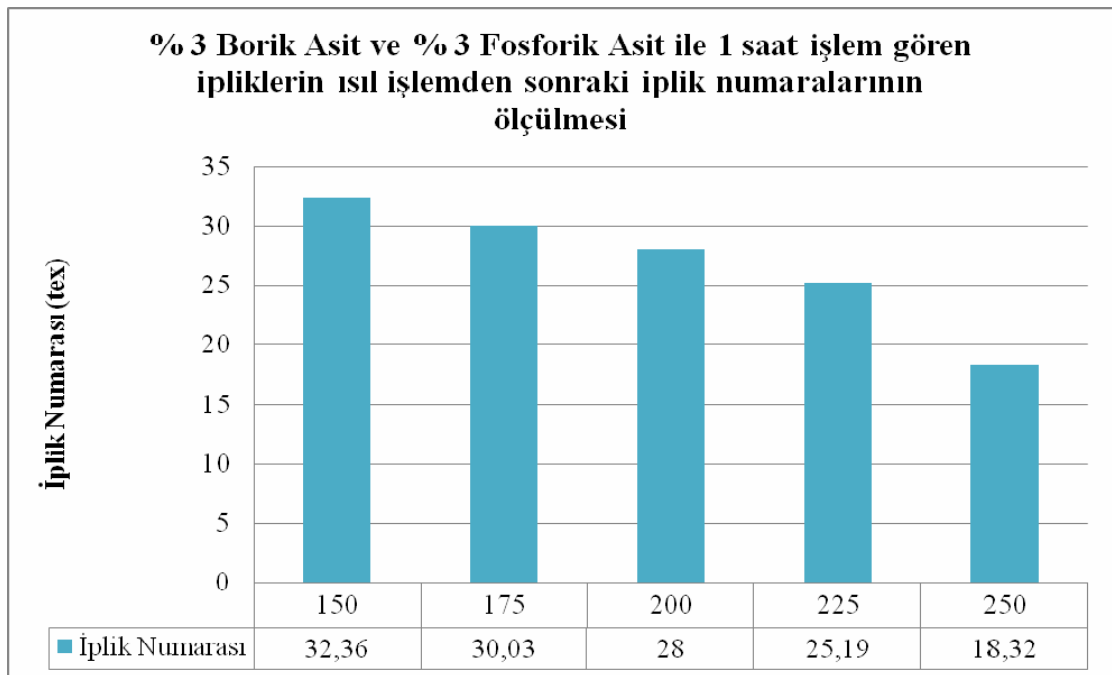


Şekil 4.26. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit fosfat ile kimyasal ön işleminden sonra 60 dak. süre ile yapılan ısıtılma işlemleri sonucu elde edilen lif çaplarının ısıtılma işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

Fosforik asit + borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıtılma işlemleri 150-175-200-225-250 °C sıcaklıklarda 30 ve 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen iplik numara değerleri Şekil 4.27-4.28 ve Tablo 4.36-4.36’de verilmiştir. İplik numaralarının ısıtılma işlem sıcaklığının artması ile beraber azalma eğilimi göstermiştir. Bu durum ısıtılma işlemlerinden sonra kütle kaybının olduğunu göstermektedir. Kütle kaybı lif çapı azalmasıyla olduğu gibi ısıtılma işlem sırasında ortamdan uzaklaşan CO, CO₂, su buharından kaynaklandığı sanılmaktadır. Isıtılma işlemleri sırasında oluşan renk değişimleri de Tablo 4.36-4.37’de verilmiştir. Numunelerin ısıtılma işlem sıcaklığının artması ile renk değişimlerine uğradığı ve giderek koyu renk aldığı gözlenmiştir. Özellikle 200 °C sıcaklıktan sonra numunelerin siyah renk özelliği kazandığı görülmüştür. Numuneler 150-200 °C arasında yanarken, 200-225 °C üzerine çıkması ile beraber, 250 °C sıcaklıkta yanmazlık özelliği de kazanmışlardır.



Şekil 4.27. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemlerin 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen iplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

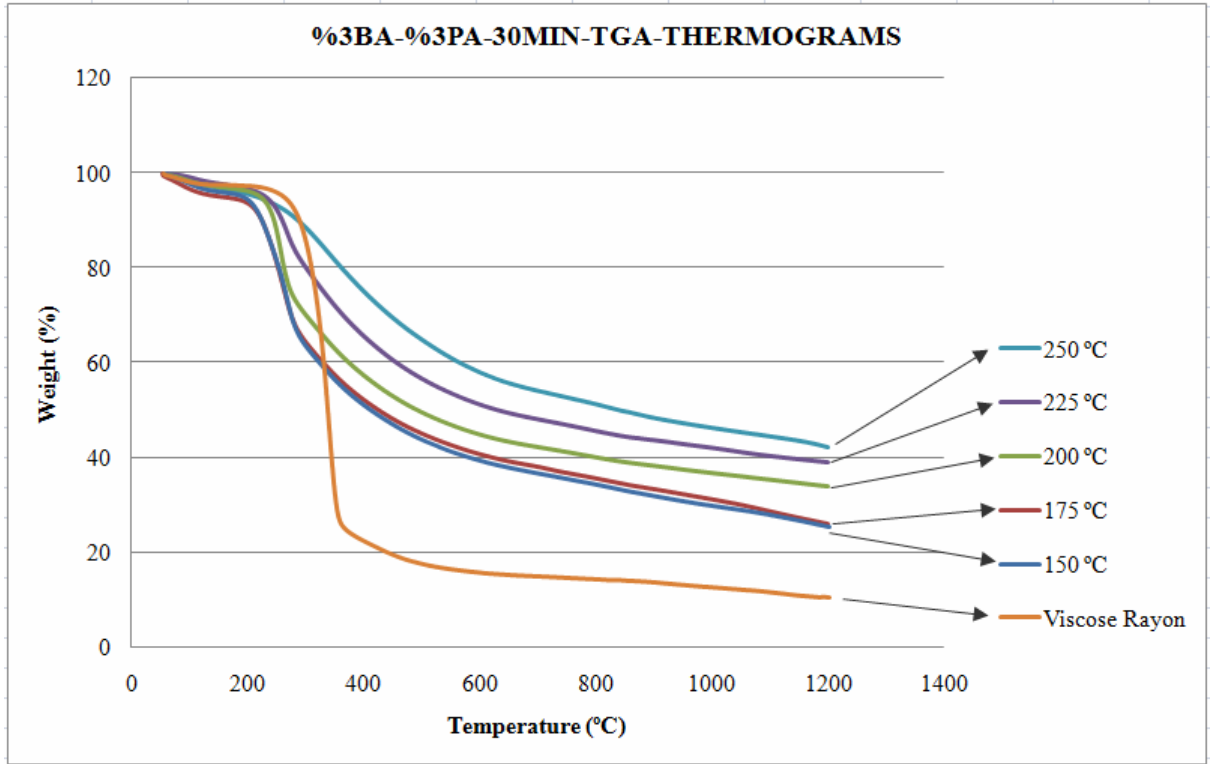


Şekil 4.28. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemlerin 600 dakika bekletildikten sonra elde edilen iplik numaralarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

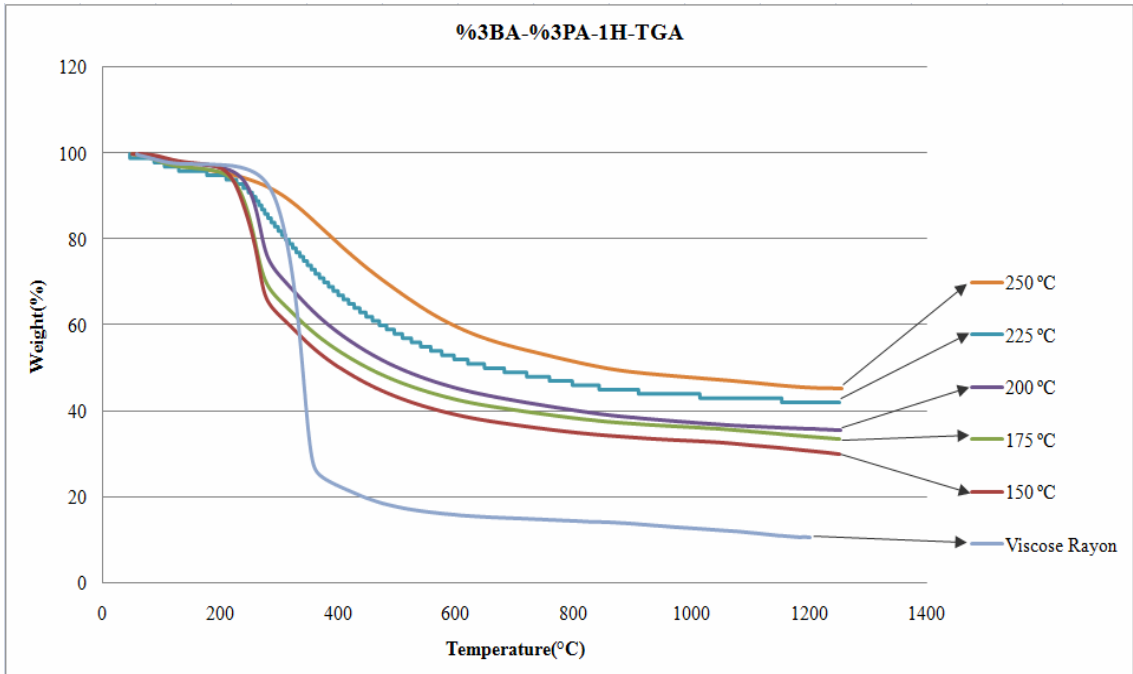
4.2.4.2 TGA (Termogravimetrik analiz) çalışmaları

% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemlerden ve 150-250 °C arasında yapılan ısıtma işlemlerin 30 ve 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen numunelerin TGA termogramları Şekil 4.29-4.30'de gösterilmiştir. TGA termogramları 50-1200 °C arasında 10 °C/dak ısıtma hızında azot gazı ortamında elde edilmiştir.

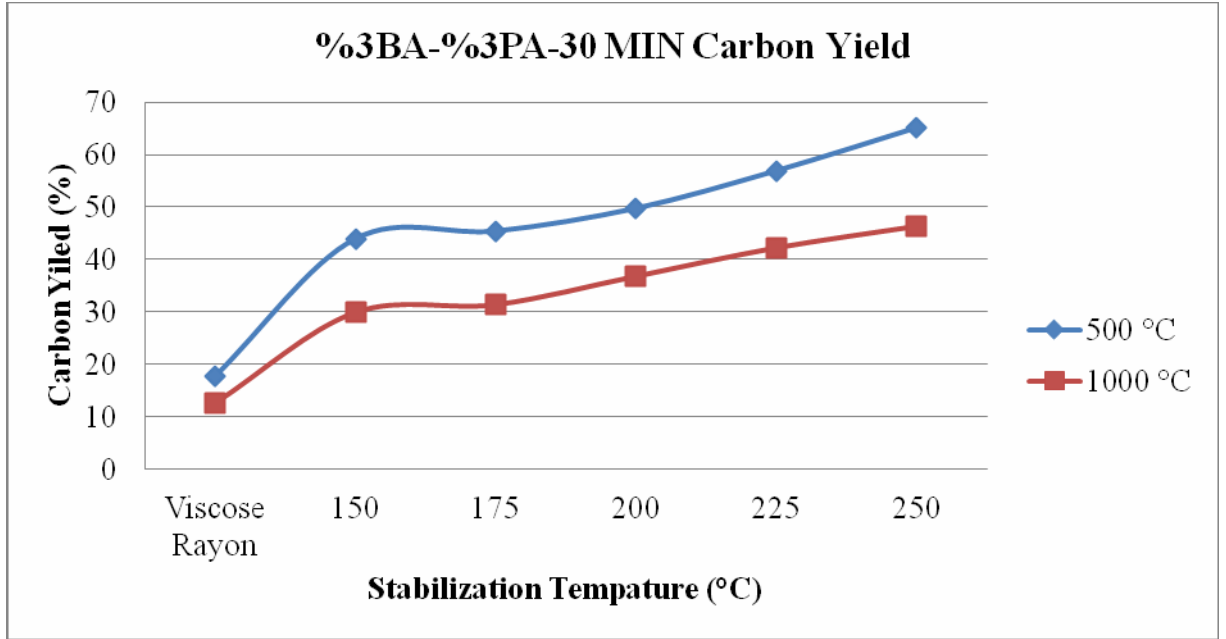
Fosforik asit + borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler ve daha sonra yapılan ısıtma işlemlerin TGA termogramlarında etkili oldukları görülmüştür. TGA termogramları 50-250 °C arasında numunelerin üzerinde bulunan su veya su buharından kaynaklanan kütle kaybını göstermektedir. Kütle kayıpları ısıtma işlem sıcaklığının artması ile beraber hızla azalmaktadır. Bu sonuçlar kimyasal ön işlemler ile ısıtma işlemlerinin kütle kayıplarının azalmasında etkili olduğunu göstermiştir. TGA termogramları aynı zamanda karbon veriminin ısıtma işlem sıcaklıklarının artması ile beraber arttığını göstermiştir. Karbon verimi değerleri Tablo 4.38-4.39 ve Şekil 4.31-4.32'de gösterilmiştir. 1000 °C'deki karbon verimi değerleri ısıtma işlem sıcaklığının artması ile beraber yükselmiştir. Elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıtma işlem sıcaklığına ve ısıtma işlem süresine bağlı bir değişim olduğunu göstermiştir. Şekil 4.33'de 1000 °C sıcaklıkta elde edilen karbon verimi değerlerinin ısıtma işlem sıcaklığının ve ısıtma işlem süresinin artmasına paralel artış olduğunu göstermiştir. Bu durumda aktif karbon lif üretiminde kimyasal işlemlerden sonra oksijenli ortamda yapılan ısıtma işlemin karbonizasyon ve aktivasyon öncesi karbon verimi açısından ısıtma işlem sıcaklığı kadar ısıtma işlem süresinin de dikkate alınması gerektiği anlaşılmıştır.



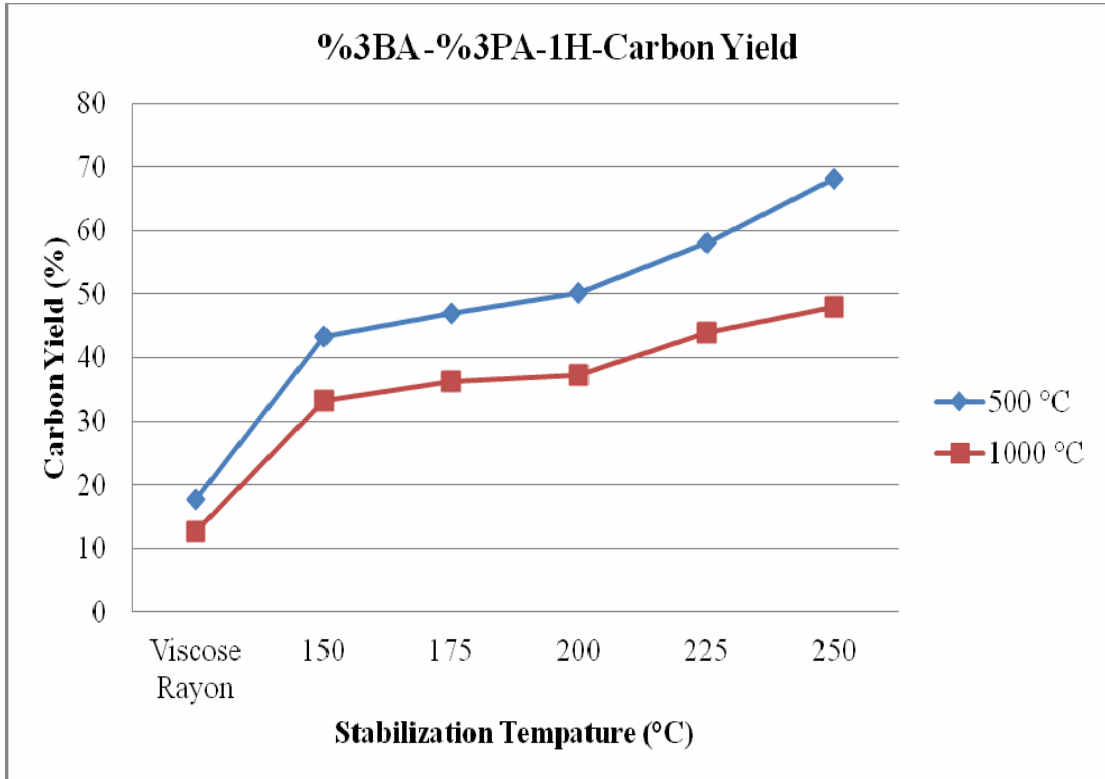
Şekil 4.29. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısı işlemler 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen TGA termogramlarının ısı işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi



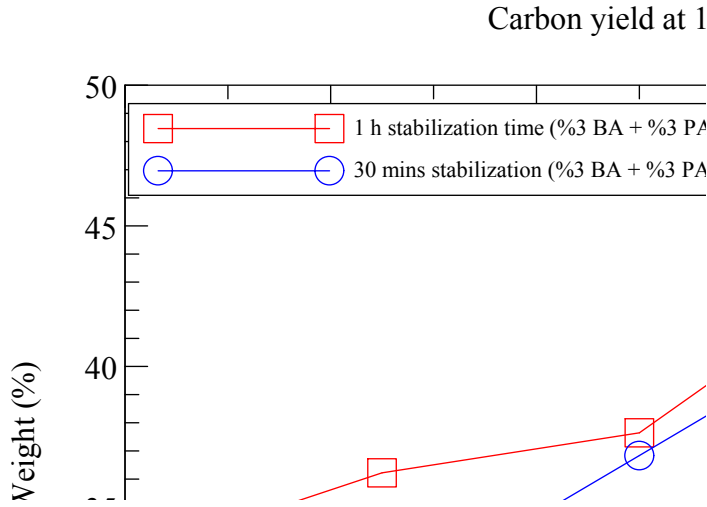
Şekil 4.30. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısı işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen TGA termogramlarının ısı işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi



Şekil 4.31. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler (30 dakika) den sonra TGA termogramlarından oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi



Şekil 4.32. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler (60 dakika) den sonra TGA termogramlarından oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.



Şekil 4.33. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal ön işleminden ve daha sonra yapılan ısıt işlemler den sonra TGA termogramlarından 1000 °C’de oluşturulan karbon verimi değerlerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi.

4.2.4.3 FT-IR spektroskopisi çalışmaları

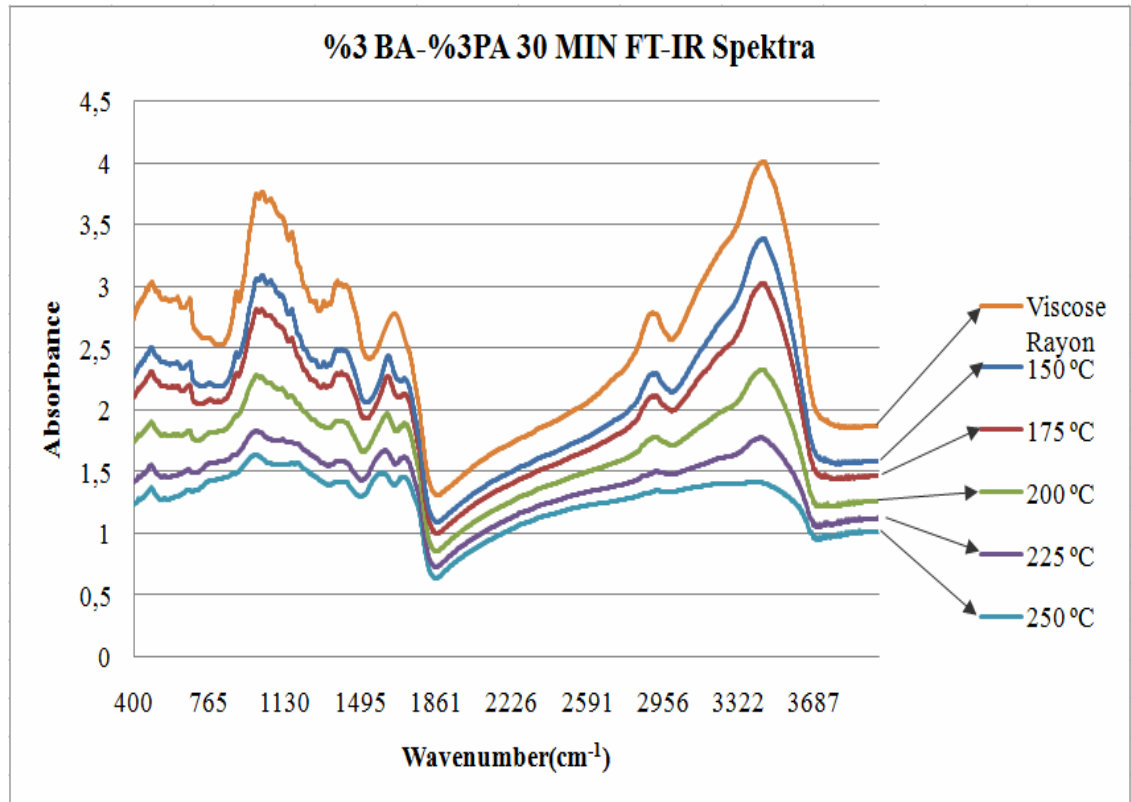
% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile oda sıcaklığında yapılan kimyasal ön işlem ve 150-250 °C arasında yapılan ısıt işlemler 30 ve 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen numunelerin 4000-400 cm^{-1} orta-IR bölgesine ait spektrumları Şekil 4.34-4.35’de sunulmuştur.

IR-spektrumları 4000-400 cm^{-1} arasında oldukça önemli yapısal değişikliklerin oluştuğuna işaret etmektedir. 30 dakika ısıt işlemlerde bekletilen numunelerin IR spektrumları numune üzerinde bulunan nemden kaynaklanan 1635-1640 cm^{-1} piki ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmekte ve daha yayvan hale gelmektedir. Bu titreşimin dalga sayısı 150 °C den 225 °C’e kadar az da olsa 1637 cm^{-1} ’den 1627

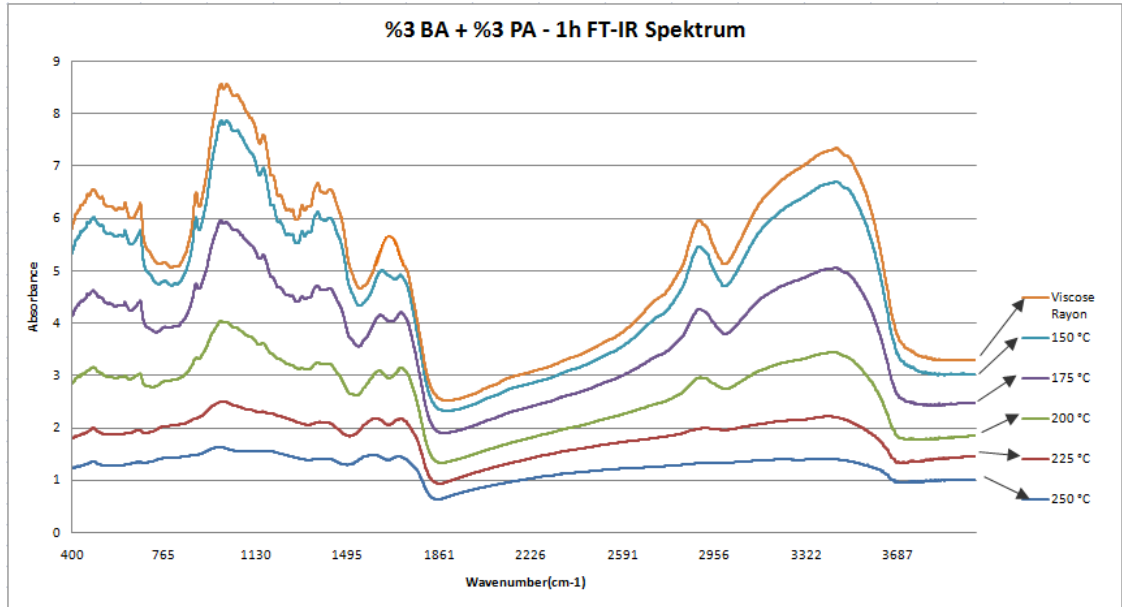
cm^{-1} 'a kaymıştır. Fakat asıl değişim $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de olmuş ve bu pik 1609 cm^{-1} 'a kaymıştır. Bu durum $\text{C}=\text{C}$ bağlarının $250\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de oluştuğunu göstermektedir.

Öbür taraftan $1720\text{-}1725\text{ cm}^{-1}$ aralığında ısı işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddeti artan yeni bir pik oluşmaya başlamıştır. Bu pik karbonil ($\text{C}=\text{O}$) olarak bilinmekte olup termal kararlılığın artmasında etkili olmuştur. Daha önce belirtildiği gibi, ısı işleminden sonra ortaya çıkan renk değişiklikleri selüloz zincirlerinde oluşan yapısal değişikliklerin bir göstergesi olarak algılanmıştır.

$4000\text{-}2000\text{ cm}^{-1}$ arasındaki bölgede ise intramoleküler ve intermoleküler OH-gruplarının ve metilen grupları bulunmaktadır. Isı işlem sıcaklığının artması ile beraber dehidratasyon mekanizmasının etkisi ile bu bölge şiddetini kaybetmektedir.



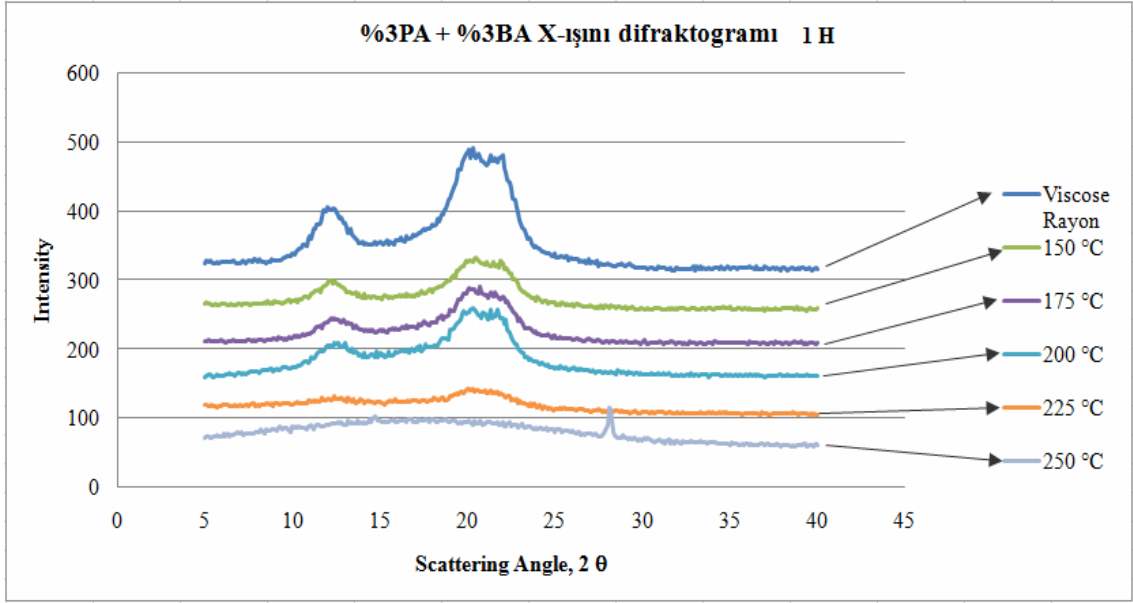
Şekil 4.34. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısı işlemler 30 dakika bekletildikten sonra elde edilen IR spektrumlarının ısı işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi



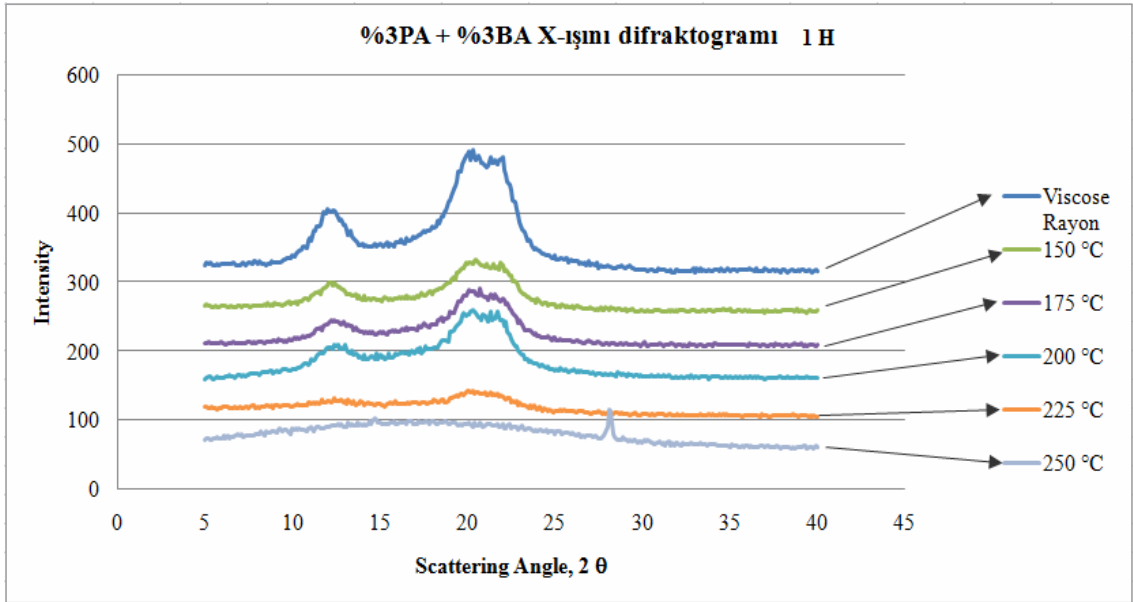
Şekil 4.35. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen IR spektrumlarının ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

4.2.4.4 X-ışını difraksiyonu çalışmaları

% 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile yapılan kimyasal işlemleri takiben 150-250 °C arasında yapılan ısıt işlemlere ait X-ışını difraksiyon grafikleri Şekil 4.36-4.37’de gösterilmiştir. Grafikler 5-35° 2θ arası bölgeyi kapsamakta olup ısıt işlem sıcaklığının 150 °C’den 250 °C’ye kadar artması ile beraber selüloz II kristal yapının ısıt işlem sıcaklığının artması ile etkisini kaybettiği ve 250 °C arasında yapılan ısıt işlemlerde tamamen amorf yapıya dönüşmekte olduğu görülmüştür. Selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarına ait pikler ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber şiddetini kaybetmektedir. Şekil 4.37’den selüloz II yapıya ait (101), (10-1) ve (002) yansımalarının ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber genişlediği ve bunun sonucu olarak kristal boyutlarının küçüldüğünü göstermektedir. Selüloz II kristal yapı 225 °C’de yapılan ısıt işlemde varlığını az miktarda korusa da 250 °C’de tamamen yok olmaktadır. Yakma testlerinden de anlaşılabacağı gibi bu numunenin yanmazlık özelliği ile beraber yüksek sıcaklıklarda (1000-1500 °C) yapılan karbonizasyon ve aktivasyon (850-900 °C) aşamalarına hazır olduğunu göstermektedir.



Şekil 4.36. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen X-ışını difraksiyonu grafiklerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi



Şekil 4.37. % 3 fosforik asit + % 3 borik asit ile kimyasal ön işleminden sonra yapılan ısıt işlemler 60 dakika bekletildikten sonra elde edilen X-ışını difraksiyonu grafiklerinin ısıt işlem sıcaklığına bağlı olarak değişimi

Tablo 4.1. Ham viskoz rayon liflerinin lif apları

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	25,52	28,72	27,76	27,16	32,39
2	25,67	28,66	27,91	26,87	32,39
3	25,67	28,21	28,06	26,87	32,09
4	25,52	28,06	27,76	26,72	32,69
5	25,52	28,36	27,76	26,57	32,24
6	25,67	28,21	27,91	26,57	32,09
7	25,52	27,91	27,91	26,72	32,09
8	25,52	28,21	28,06	26,57	32,39
9	25,67	28,06	28,06	26,27	32,24
10	25,82	28,36	27,91	26,42	32,69
11	25,82	27,91	28,21	26,57	32,54
12	25,52	28,06	28,36	26,42	32,69
13	26,12	27,91	28,21	26,27	32,69
14	26,12	28,06	28,66	26,42	32,99
15	26,12	27,76	28,06	26,12	32,09
16	26,27	27,76	28,06	25,82	32,69
17	26,12	28,21	27,91	25,82	32,54
18	25,82	28,06	28,21	25,52	32,39
19	26,27	27,61	28,06	25,82	31,94
20	25,97	27,31	28,51	25,67	32,09
X :	25,81	28,07	28,07	26,36	32,40
S :	0,27	0,33	0,24	0,44	0,29
Std. S. Ort.					0,31
Genel Ort:					28,14

Tablo 4.2. Ham Viskon Rayon ipliğinin tex cinsinden iplik numarası ölçümleri

Ham Viskon Numuneleri	Numunelerin Uzunluğu	Numunelerin Ağırlığı	Numunelerin Tex Cinsinden Numaralandırılması
1.Numune	100 Yarda	2,9716	32,65
2.Numune	100 Yarda	2,9723	32,66
3.Numune	100 Yarda	2,9662	32,59
4.Numune	100 Yarda	2,9630	32,56
5.Numune	100 Yarda	2,9618	32,54
Numunelerin Ort.	100 Yarda	2,9669	32,6

Tablo 4.3: Ham numuneye yapılan IR analizi sonucu elde edilen piklerin moleküler titreşimlerinin tanımlanması

Dalga sayısı (cm ⁻¹)	Şiddet	Tanımlama
3497	Çok kuvvetli	OH gerilme (intramolecular hidrojen bağları)
3450	Çok Kuvvetli	OH gerilme (intramolecular hidrojen bağları)
2927	Orta kuvvetli	CH gerilme
2870	Orta şiddette	CH gerilme
1654	Kuvvetli	Emilen H ₂ O air OH gerilme
1436	Orta	CH ₂ simetrik bükülme
1378	Kuvvetli	CH ₂ bükülme
1339	Orta	OH bükülme
1316	Orta	CH ₂ wagging
1281	Orta	CH bükülme
1202	Kuvvetli	OH bükülme
1160	Kuvvetli	Asymmetrical in-phase ring stretching
1106	Kuvvetli	Asymmetrical in-phase ring stretching
1052	Kuvvetli	Asymmetrical in-phase ring stretching
1030	Kuvvetli	C-O stretch
1015	Kuvvetli	
1000	Kuvvetli	C-O stretching
989	Kuvvetli	
898	Zayıf	asymmetrical out of phase ring stretching

Tablo 4.4. Eğri analizi elde edilen pamuk X-ışını difraksiyonu pik parametreleri

h k l	f	A (Height)	HHW (Width)	Position (2θ)	Integrated Area
1 0 1	0.46	72.3	2.42	12.15	208.5
Amorf	1.00	37.8	10.9	19.21	364.2
10-1	0.36	120.1	2.34	20.10	357.3
0 0 2	0.84	95.48	2.08	21.92	194.6
Baseline					614.1

Tablo 4.5. %3PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150 °C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	23,88	29,7	21,34	24,18	20,45
2	23,88	29,7	21,49	24,18	20,3
3	23,73	29,7	21,79	24,33	20,3
4	23,58	29,25	22,24	24,48	20,3
5	23,58	29,25	22,24	24,33	20,6
6	23,58	29,4	22,54	24,33	20,3
7	23,88	29,25	22,84	24,33	20,6
8	23,43	28,66	23,13	23,43	20
9	23,43	29,1	22,84	23,73	19,85
10	23,58	29,55	23,13	23,58	20,3
11	23,73	29,1	22,84	23,73	19,85
12	23,73	28,66	23,13	23,73	19,85
13	23,58	28,51	23,28	23,88	20
14	24,03	28,51	23,28	23,88	20,3
15	23,43	28,51	23,73	24,03	20,15
16	23,73	28,51	23,43	24,18	19,7
17	23,73	28,66	23,58	24,48	19,55
18	23,58	28,51	23,43	24,18	19,55
19	24,03	28,36	22,39	24,33	19,4
20	24,03	27,76	23,43	24,33	19,55
X :	23,70	28,93	22,81	24,08	20,05
S :	0,19	0,54	0,69	0,31	0,37
Std. S. Ort.					0,42
Genel Ort:					23,91

Tablo 4.6. %3PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175°C
‘de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	22,54	20	23,73	25,97	25,22
2	22,84	19,55	23,58	26,27	24,93
3	22,69	20	23,73	25,82	25,07
4	22,84	19,4	23,73	25,82	25,52
5	22,99	19,55	24,03	25,67	25,22
6	22,69	19,25	24,18	25,82	25,22
7	22,54	18,81	23,58	26,12	25,37
8	22,99	18,96	23,58	26,12	25,07
9	23,13	18,81	23,58	26,57	25,22
10	22,84	18,66	24,03	26,27	24,33
11	22,99	18,96	24,33	26,72	24,03
12	22,84	19,1	24,33	26,72	24,33
13	22,99	18,66	24,33	27,01	24,18
14	22,99	18,81	23,88	26,87	24,18
15	22,99	18,81	24,33	27,01	23,88
16	22,99	18,66	24,48	27,01	24,18
17	23,13	18,81	24,33	27,46	23,58
18	23,28	18,51	24,33	27,16	23,73
19	23,28	18,51	24,18	27,61	23,88
20	23,28	18,51	24,48	27,76	24,33
X :	22,94	19,01	24,04	26,59	24,57
S :	0,22	0,46	0,33	0,64	0,62
Std. S.Ort.					0,45
Genel Ort:					23,43

Tablo 4.7. %3PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	21,04	16,27	15,07	16,12	20
2	20,6	15,67	14,78	16,12	20,3
3	20,75	15,82	14,78	16,42	20,45
4	20,3	16,27	14,63	15,82	20,45
5	20,45	16,27	15,07	16,27	20,3
6	20,9	16,12	14,93	16,12	20,3
7	20,75	16,27	14,78	16,27	20,45
8	20,3	16,42	14,93	16,87	20,6
9	20,6	16,87	14,93	16,87	20,6
10	20,9	16,87	14,48	17,46	20,75
11	20,6	17,01	14,18	17,46	21,04
12	21,04	17,01	14,63	18,06	20,45
13	20,75	17,01	14,78	18,06	20,9
14	21,04	17,16	14,48	18,21	20,75
15	20,6	17,16	14,33	18,51	21,04
16	20,75	17,01	14,33	18,06	21,04
17	20,75	17,16	14,33	18,21	20,6
18	20,3	17,46	14,33	18,21	20,75
19	20,3	17,46	14,78	17,61	21,34
20	20,45	17,31	14,63	17,46	20,9
X :	20,66	16,73	14,66	17,21	20,65
S :	0,25	0,54	0,26	0,89	0,32
Std. S.Ort.					0,45
Genel Ort:					17,98

Tablo 4.8.%3PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225°C
‘de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	15,37	20,75	19,1	16,87	17,16
2	15,07	20,15	18,66	17,46	17,01
3	15,52	19,85	18,81	17,61	17,16
4	14,78	19,55	18,81	17,76	17,01
5	15,07	19,4	18,96	17,76	17,01
6	14,63	19,1	18,81	17,31	17,16
7	15,22	18,96	18,96	18,06	17,31
8	15,22	19,25	19,1	17,76	17,31
9	15,67	18,66	19,1	17,61	17,01
10	14,78	18,36	19,25	17,61	17,01
11	15,07	17,76	18,96	17,61	17,01
12	15,07	17,61	19,25	18,06	17,31
13	15,82	17,46	19,25	18,36	17,31
14	15,82	17,61	19,1	17,91	17,31
15	16,57	17,31	19,1	17,76	17,16
16	17,31	17,01	19,55	18,06	17,61
17	17,61	17,16	19,7	18,21	17,16
18	19,1	16,87	19,4	17,91	17,31
19	19,55	17,16	19,55	18,66	17,31
20	20	17,31	19,85	18,36	17,61
X :	16,16	18,36	19,16	17,83	17,21
S :	1,66	1,19	0,32	0,40	0,18
Std. S.Ort.					0,75
Genel Ort:					17,74

Tablo 4.9. %3PA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
250°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	16,12	19,85	18,66	18,51	15,07
2	16,27	19,7	18,21	18,21	14,78
3	15,82	20	18,21	18,36	14,63
4	15,82	19,85	18,21	18,06	14,18
5	15,67	20	18,06	18,81	13,88
6	15,67	20,3	18,36	18,81	13,73
7	15,97	20,45	18,36	18,81	13,58
8	15,97	20,45	18,21	18,66	13,73
9	15,97	20,45	18,36	18,51	13,58
10	15,67	20,45	17,91	18,81	13,73
11	15,67	20,6	18,06	18,36	13,88
12	15,67	21,19	18,36	18,66	13,43
13	15,67	20,9	18,51	18,66	13,43
14	15,52	21,04	18,21	18,36	13,13
15	15,97	21,34	18,51	19,1	12,84
16	15,37	21,34	18,51	18,81	12,69
17	15,37	21,64	18,51	19,1	12,84
18	15,67	21,79	18,81	18,66	12,84
19	15,07	21,79	19,1	18,66	12,84
20	14,78	21,79	18,66	18,96	12,84
X :	15,68	20,75	18,39	18,64	13,58
S :	0,35	0,70	0,28	0,28	0,69
Std. S.Ort.					0,46
Genel Ort:					17,41

Tablo 4.10. % 3 Fosforik asit ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden den sonraki iplik numaralarının ölçülmesi

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık (g)	İplik Numarası (tex)	Renk	Alev Karşısındaki Davranışı
150	22,75	0,7223	31,74	Altın sarısı	Hızlı ve alevli yanma
175	24,57	0,7402	30,12	Koyu kahverengi	Hızlı ve alevli yanma
200	30,94	0,8448	27,30	Siyah	Yavaş ve alevli yanma
225	23,66	0,5153	21,27	Siyah	Aleve karşı dayanıklı formunu korumuştur
250	25,48	0,4638	18,20	Siyah	Aleve karşı dayanıklı formunu korumuştur

Tablo 4.11. % 3 Fosforik asit ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Karbon verimi (%) 500°C	Karbon verimi (%) 1000°C
Ham	17.7	12.7
150	42.4	33.2
175	44.9	35.2
200	47.4	36.1
225	61.3	47.5
250	69.2	49.6

Tablo 4.12. %3AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
150°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	20,75	25,22	31,19	28,81	24,48
2	20,75	25,07	31,04	28,66	24,78
3	20,75	24,63	31,04	28,51	24,18
4	20,3	24,78	31,04	28,51	24,03
5	20,75	24,78	31,34	28,36	24,03
6	20,15	24,48	31,34	28,66	24,33
7	20,3	24,48	31,04	28,51	24,03
8	20,15	23,88	31,49	28,66	24,18
9	20,15	23,73	31,49	28,51	24,33
10	20	23,28	31,04	28,51	24,03
11	20	23,43	31,79	28,66	23,73
12	20,3	24,03	31,94	28,66	23,58
13	20,15	24,63	31,49	28,21	23,73
14	20,15	24,48	31,64	28,21	23,73
15	20,3	24,93	31,64	28,66	23,88
16	20,45	25,37	31,64	28,36	23,58
17	20,75	25,82	31,34	28,81	22,84
18	20,3	25,22	31,34	28,81	23,58
19	20,15	25,52	30,9	28,06	23,13
20	20	25,97	30,9	28,06	23,13
X :	20,33	24,69	31,33	28,51	23,86
S :	0,27	0,74	0,30	0,23	0,48
Std. S. Ort.					0,40
Genel Ort:					25,74

Tablo 4.13. %3AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
175°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	25,52	24,48	24,03	21,94	29,1
2	25,82	24,48	23,73	21,94	28,81
3	26,12	24,18	23,88	22,24	28,96
4	26,12	24,33	24,18	22,09	28,96
5	26,12	24,63	24,78	22,54	29,1
6	25,82	24,48	23,88	22,39	28,96
7	25,97	24,78	23,58	22,39	28,96
8	25,97	24,78	23,28	22,09	28,96
9	26,12	24,93	22,99	22,24	28,81
10	26,12	25,22	22,54	22,24	29,25
11	26,42	24,93	22,54	22,24	28,66
12	26,42	25,37	22,24	22,39	29,1
13	26,42	25,07	23,43	22,24	29,25
14	26,42	25,08	23,28	22,09	28,96
15	26,42	25,37	22,99	22,24	28,81
16	26,57	25,37	23,13	22,24	28,96
17	26,57	25,67	22,99	21,94	28,81
18	26,42	25,82	22,69	22,09	29,1
19	26,87	25,97	22,69	21,64	29,1
20	26,57	25,97	22,54	21,79	29,1
X :	26,24	25,04	23,27	22,15	28,99
S :	0,32	0,54	0,66	0,22	0,15
Std. S. Ort.					0,38
Genel Ort:					25,14

Tablo 4.14. %3AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
200°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	19,4	17,61	20,75	21,64	25,22
2	19,1	16,87	20,45	21,79	24,63
3	19,55	16,57	20,3	21,34	24,33
4	19,1	16,42	20	21,34	23,73
5	18,81	15,97	20,6	21,34	23,88
6	19,25	15,52	19,85	21,34	24,03
7	18,66	15,07	20,15	21,19	23,88
8	19,1	14,48	19,85	21,64	23,73
9	18,21	15,07	19,85	21,79	23,13
10	18,51	14,63	19,85	21,49	23,13
11	17,76	13,58	20,15	21,94	23,13
12	18,06	13,43	19,85	21,79	23,28
13	17,61	13,13	19,85	21,64	23,58
14	17,76	12,99	19,85	21,49	23,13
15	17,46	12,84	19,85	21,34	23,73
16	17,46	12,69	19,85	20,75	23,13
17	17,61	12,84	20,15	21,04	23,13
18	17,31	12,54	20	20,75	23,43
19	17,01	12,84	19,85	20,6	24,03
20	16,87	13,58	20,3	20,6	23,88
X :	18,23	14,43	20,06	21,34	23,71
S :	0,85	1,61	0,28	0,41	0,56
Std. S. Ort.					0,74
Genel Ort:					19,56

Tablo 4.15. %3AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
225°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	18,96	18,21	16,72	18,36	21,64
2	19,25	18,21	16,42	18,96	21,94
3	19,1	18,21	16,42	18,51	22,24
4	19,55	18,06	16,87	18,51	22,09
5	19,55	18,06	16,72	18,66	21,79
6	19,4	18,06	16,72	18,36	21,64
7	19,85	18,21	16,87	18,96	21,79
8	19,1	18,06	17,16	18,66	21,94
9	19,25	18,06	16,87	18,36	21,64
10	19,25	17,61	17,16	18,66	21,49
11	19,55	17,91	17,16	18,36	21,04
12	19,4	17,91	17,31	18,06	21,49
13	19,1	17,76	17,31	18,21	21,34
14	19,25	17,91	17,31	18,06	21,19
15	18,96	17,76	17,31	18,06	21,19
16	18,81	17,91	17,61	18,06	20,6
17	18,96	17,91	17,46	17,76	20,45
18	19,1	18,06	17,46	17,76	20,3
19	19,4	17,76	17,46	17,61	20,3
20	19,25	18,21	17,31	17,46	20,15
X :	19,25	17,99	17,08	18,27	21,31
S :	0,25	0,17	0,35	0,42	0,64
Std. S. Ort.					0,37
Genel Ort:					18,78

Tablo 4.16. %3AS ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
250°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	19,55	15,37	14,03	15,97	17,76
2	19,7	15,52	13,88	15,82	17,01
3	19,7	15,67	13,73	15,97	17,01
4	19,25	15,37	13,88	15,67	17,46
5	19,4	15,22	13,58	16,12	17,31
6	19,7	15,37	13,43	15,82	17,31
7	19,55	15,07	13,43	16,12	17,76
8	19,7	15,22	13,73	15,97	17,01
9	19,7	15,37	13,43	16,12	17,46
10	19,85	15,22	14,03	15,97	17,31
11	19,7	15,37	14,18	16,12	17,16
12	19,85	15,37	14,78	16,27	17,01
13	19,85	15,22	14,03	15,82	17,31
14	19,85	15,37	14,33	16,27	17,31
15	19,7	15,22	14,48	16,12	16,72
16	20	15,22	15,07	15,82	17,01
17	19,85	14,93	14,78	15,97	16,87
18	19,7	15,07	15,07	15,97	17,01
19	19,7	15,52	14,93	16,12	16,72
20	19,85	14,78	15,52	16,27	16,57
X :	19,70	15,27	14,21	16,01	17,15
S :	0,17	0,20	0,62	0,17	0,32
Std. S. Ort.					0,29
Genel Ort:					16,47

Tablo 4.17. % 3 Amonyum Sülfat [(NH₄)₂ SO₄] ile işlem gören ipliklerin 30 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık (g)	İplik Numarası (tex)	Renk	Alev Karşısındaki Davranışı
150	20,93	0,655	31,29	Altın sarısı	Hızlı ve alevli yanma
175	15,47	0,488	31,54	Koyu kahverengi	Hızlı ve alevli yanma
200	22,75	0,541	23,78	Siyah	Yavaş ve alevli yanma
225	29,12	0,6053	20,78	Siyah	Aleve karşı dayanıklı ve formunu koruyabilen
250	26,39	0,4858	18,21	Siyah	Aleve karşı dayanıklı ve formunu koruyabilen

Tablo 4.18. % 3 amonyum sülfat ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Karbon verimi (%) 500°C	Karbon verimi (%) 1000°C
Ham	17.7	12.7
150	35.2	25.6
175	38.4	30.2
200	52.4	38.8
225	57.4	42.4
250	69.2	49.6

Tablo 4.19. %3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
150°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	28,66	24,33	25,37	24,03	25,07
2	28,36	24,33	25,22	23,73	24,33
3	28,81	23,88	25,07	23,88	23,88
4	28,66	23,58	25,52	23,73	22,99
5	29,25	23,73	25,37	24,03	23,43
6	29,1	23,58	25,52	25,07	23,13
7	29,1	23,28	25,07	24,33	22,84
8	29,1	23,28	25,52	24,33	23,13
9	29,1	23,13	25,22	24,78	22,99
10	28,06	22,69	25,52	24,93	23,28
11	27,46	22,84	25,67	25,67	22,84
12	27,61	22,84	25,22	25,97	22,99
13	27,46	21,79	25,37	25,37	22,84
14	27,31	21,34	25,97	26,12	22,69
15	27,31	20,9	25,37	26,27	22,69
16	27,76	21,04	25,22	26,12	22,99
17	27,61	20,9	25,67	25,67	23,43
18	28,21	20,75	25,22	26,27	24,03
19	28,21	20,75	25,52	27,16	24,48
20	28,81	20,6	25,37	27,01	25,22
X :	28,29	22,48	25,4	25,22	23,46
S :	0,68	1,32	0,22	1,09	0,77
Std. S. Ort.					0,82
Genel Ort:					24,97

Tablo 4.20. %3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
175°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	26,27	22,09	24,93	25,37	23,73
2	26,87	21,94	25,22	25,37	23,73
3	26,57	22,09	25,37	25,52	23,73
4	26,42	22,24	25,08	25,52	23,58
5	26,12	21,49	25,07	25,67	23,28
6	26,27	21,94	24,93	25,52	22,99
7	26,12	21,79	25,07	25,22	22,99
8	26,12	22,84	25,07	25,52	22,99
9	25,97	22,39	25,07	25,67	22,69
10	26,27	22,39	25,07	26,27	22,54
11	25,97	22,24	24,93	26,42	22,39
12	25,97	21,79	24,93	26,27	22,54
13	25,97	22,39	25,07	25,97	22,24
14	25,52	22,39	25,22	26,27	22,39
15	25,37	22,24	25,07	26,42	21,94
16	25,22	21,79	25,07	26,12	21,94
17	24,93	21,94	25,07	26,42	22,09
18	24,78	21,94	25,52	26,27	21,94
19	24,78	22,69	25,37	26,42	21,49
20	24,48	23,13	25,22	26,72	21,49
X :	25,80	22,19	25,12	25,95	22,64
S :	0,66	0,39	0,16	0,46	0,72
Std. S. Ort.					0,48
Genel Ort:					24,33

Tablo 4.21. %3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
200°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	22,39	24,33	24,18	24,03	23,28
2	22,09	24,63	24,33	23,88	23,13
3	22,84	24,33	25,07	23,73	22,99
4	22,69	24,63	25,37	23,88	23,13
5	22,69	25,07	25,82	23,58	23,13
6	22,84	24,78	25,97	23,43	23,28
7	22,99	24,93	25,52	23,28	23,43
8	22,54	25,22	26,12	23,43	23,73
9	22,54	25,07	25,67	23,13	23,73
10	23,13	25,07	25,52	23,43	23,88
11	22,69	25,07	25,82	23,28	23,58
12	22,54	24,63	25,82	23,28	23,88
13	22,39	25,22	25,67	23,13	23,43
14	22,84	24,78	25,97	22,99	23,13
15	22,69	24,63	25,52	23,13	23,13
16	22,99	24,63	25,97	22,99	22,99
17	22,69	24,63	25,82	22,99	22,54
18	22,84	24,33	26,12	22,54	22,69
19	22,84	24,48	25,67	22,69	22,84
20	22,84	24,63	25,37	22,24	22,39
X :	22,70	24,75	25,56	23,25	23,21
S :	0,24	0,29	0,52	0,45	0,42
Std. S. Ort.					0,38
Genel Ort:					23,90

Tablo 4.22. %3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
225°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	24,93	17,46	20,15	20	21,04
2	24,78	17,46	20,3	19,85	20,3
3	25,07	17,31	20,15	19,7	20,45
4	24,78	17,46	19,85	19,7	20,9
5	24,33	17,76	20,15	19,55	20,6
6	24,33	17,46	19,85	19,4	20,75
7	24,63	17,76	20,15	19,55	20,45
8	24,18	17,76	20,6	19,25	20,75
9	24,93	17,91	20,15	19,25	20,6
10	25,07	18,06	19,55	18,66	20,45
11	24,93	18,06	20,15	19,1	20,3
12	24,63	18,06	20,15	18,81	20,6
13	24,93	18,21	19,85	18,66	20,3
14	24,78	18,21	20,15	18,51	20,15
15	24,48	18,06	20,3	18,81	20,45
16	25,07	17,91	20	18,66	20,15
17	25,22	18,66	20,3	18,81	20
18	24,93	18,66	20	18,81	20,15
19	24,93	18,66	20,3	18,81	19,7
20	24,63	18,96	20,3	18,96	19,7
X :	24,78	17,99	20,12	19,14	20,39
S :	0,28	0,46	0,22	0,45	0,35
Std. S. Ort.					0,35
Genel Ort:					20,48

Tablo 4.23. %3 DAP ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları
250°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	15,52	17,16	19,4	15,67	15,67
2	15,52	16,57	19,55	15,67	15,82
3	15,67	16,72	19,25	15,52	15,22
4	15,67	16,72	19,55	15,22	15,22
5	15,67	16,87	19,1	15,22	15,22
6	15,82	17,01	18,96	14,93	15,22
7	15,52	16,87	18,81	15,37	15,07
8	15,82	16,57	18,81	15,07	14,93
9	15,67	16,87	18,51	15,07	15,07
10	15,82	16,72	18,36	14,93	15,52
11	15,82	17,46	18,21	15,52	15,37
12	16,12	17,16	17,91	15,37	15,67
13	15,97	17,01	17,61	15,37	15,67
14	15,97	17,16	17,16	15,22	15,67
15	16,12	17,01	17,01	15,37	15,82
16	15,67	16,87	17,01	14,93	15,52
17	15,67	17,16	16,72	15,07	15,97
18	15,97	17,01	15,97	14,93	15,82
19	15,97	17,01	15,82	14,93	15,22
20	16,27	17,46	15,22	14,93	15,67
X :	15,81	16,96	17,95	15,21	15,47
S :	0,21	0,25	1,32	0,25	0,30
Std. S. Ort.					0,47
Genel Ort:					16,28

Tablo 4.24. % 3 diamonyum fosfat $[(\text{NH}_4)_2\text{HPO}_4]$ ile işlem gören ipliklerin 30 dakikalık ısıtıl işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık (g)	İplik Numarası (tex)	Renk	Alev Karşısındaki Davranışı
150	32,76	1,0604	32,36	Altın sarısı	Hızlı ve alevli yanma
175	32,76	0,9838	30,03	Koyu kahverengi	Hızlı ve alevli yanma
200	29,12	0,8155	28,00	Siyah	Yavaş ve alevli yanma
225	37,31	0,9401	25,19	Siyah	Yavaş ve alevli yanma sonucunda kırılğan yapı
250	31,85	0,5835	18,32	Siyah	Aleve karşı dayanıklı formunu koruyabilen

Tablo 4.25. % diamonyum fosfat (DAP) ile kimyasal ön işlem ve ısıtıl işlemlerden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Karbon verimi (%) 500°C	Karbon verimi (%) 1000°C
Ham	17.7	12.7
150	41.3	32.5
175	42.2	33.9
200	45.9	36.7
225	53.1	42.3
250	64.7	48.4

Tablo 4.26. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	24,18	24,93	22,09	21,34	22,99
2	24,03	24,93	22,09	21,34	22,84
3	23,88	24,48	21,64	21,19	22,84
4	24,03	24,48	21,79	21,19	22,69
5	23,73	24,48	21,94	20,9	22,84
6	23,73	24,33	22,09	21,49	22,69
7	23,58	24,48	22,54	21,04	22,69
8	23,43	24,03	22,54	21,64	22,99
9	23,43	24,03	22,54	21,04	22,24
10	23,43	24,33	22,84	21,64	22,39
11	23,28	24,03	22,84	21,49	22,09
12	22,69	24,03	23,28	21,94	22,24
13	22,99	24,18	23,43	21,04	21,94
14	22,69	23,88	23,88	21,94	21,94
15	22,39	24,03	24,03	21,94	21,79
16	22,09	23,73	24,48	22,09	21,94
17	22,24	23,58	24,48	22,54	21,94
18	21,79	23,43	25,07	22,24	22,24
19	21,94	23,73	25,37	22,54	22,39
20	21,49	23,43	25,67	22,54	22,39
X :	23,05	24,12	23,23	21,65	22,40
S :	0,83	0,43	1,25	0,53	0,39
Std. S. Ort.					0,69
Genel Ort:					22,89

Tablo 4.27. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 175°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	22,39	21,94	22,09	24,03	25,52
2	22,54	21,34	22,54	23,88	25,22
3	22,69	21,49	22,99	23,43	25,22
4	22,69	21,04	23,28	23,88	24,93
5	23,13	21,34	23,73	23,58	25,22
6	22,84	21,49	24,03	23,43	25,07
7	22,84	21,64	24,48	23,58	24,93
8	22,84	21,64	24,33	23,58	25,07
9	22,84	21,94	24,93	23,13	25,07
10	22,54	21,64	24,78	23,28	24,78
11	22,54	21,94	25,37	23,43	24,33
12	22,39	21,94	25,07	23,28	24,03
13	22,09	22,09	25,67	23,13	24,33
14	22,39	22,84	25,37	23,43	24,18
15	22,09	22,69	25,37	23,28	24,33
16	22,24	22,69	25,52	23,28	24,78
17	22,09	22,99	25,52	23,58	24,33
18	21,64	22,99	25,52	23,43	24,48
19	21,79	22,84	25,82	23,58	24,48
20	21,49	23,13	26,12	23,88	24,18
X :	22,40	22,08	24,62	23,50	24,72
S :	0,43	0,65	1,16	0,25	0,43
Std. S. Ort.					0,59
Genel Ort:					23,47

Tablo 4.28. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	19,4	18,81	16,57	21,94	17,16
2	19,55	18,81	16,12	22,09	17,16
3	19,4	18,66	16,12	21,79	17,01
4	19,4	18,81	15,97	22,24	16,87
5	19,85	18,81	15,82	22,39	16,72
6	19,7	18,66	15,97	22,24	16,87
7	19,7	18,81	15,67	22,39	16,57
8	20	18,66	15,82	22,54	16,42
9	20	18,66	16,12	22,39	17,01
10	20,15	18,66	15,67	22,84	16,87
11	20,15	18,51	15,97	22,24	17,01
12	20	19,25	15,97	21,94	17,31
13	20,15	19,1	15,97	22,69	17,31
14	20,3	19,4	16,12	22,09	17,76
15	20,3	19,4	15,67	22,24	17,61
16	20,3	19,7	15,67	21,79	17,61
17	20,75	19,7	15,82	22,39	17,61
18	20,3	19,55	15,97	22,24	17,61
19	20,6	19,55	15,97	22,24	17,76
20	20,45	19,85	16,42	21,94	17,61
X :	20,02	19,07	15,97	22,23	17,19
S :	0,39	0,43	0,23	0,27	0,40
Std. S. Ort.					0,35
Genel Ort:					18,89

Tablo 4.29. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	18,66	19,25	23,43	17,76	17,76
2	18,66	19,7	23,28	17,61	17,61
3	18,81	19,4	22,84	17,76	17,76
4	18,51	19,55	22,99	17,46	17,46
5	18,36	19,1	22,54	17,61	17,61
6	18,66	19,4	22,69	17,31	17,31
7	18,51	19,4	23,13	17,76	17,76
8	18,51	19,4	23,13	17,46	17,46
9	18,51	19,4	23,13	18,21	18,21
10	18,66	19,4	23,43	17,91	17,91
11	18,96	19,85	23,43	17,91	17,91
12	18,81	19,4	23,13	18,06	18,06
13	18,96	19,4	23,58	18,51	18,51
14	19,25	19,55	23,43	18,36	18,36
15	19,4	19,55	23,43	18,21	18,21
16	19,4	19,55	23,58	18,36	18,36
17	19,55	19,55	23,28	18,66	18,66
18	19,4	19,4	23,28	18,66	18,66
19	19,7	19,85	23,58	18,81	18,81
20	19,85	19,7	23,43	18,81	18,81
X :	18,95	19,49	23,23	18,06	18,06
S :	0,45	0,18	0,29	0,47	0,47
Std. S. Ort.					0,37
Genel Ort:					19,56

Tablo 4.30. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250°C 'de 30 Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	17,16	20,45	18,66	21,04	18,06
2	16,87	20,3	18,36	21,19	18,36
3	16,87	20,15	18,66	21,34	18,21
4	17,16	20,45	18,21	21,19	18,21
5	16,57	20,15	18,66	21,19	18,36
6	16,57	20,15	18,06	21,34	18,36
7	16,57	20,15	18,66	21,19	18,66
8	16,72	19,85	18,66	21,34	18,51
9	16,57	19,7	18,96	21,49	18,36
10	17,31	19,4	18,66	21,34	18,21
11	16,57	19,4	18,66	21,49	18,06
12	16,87	19,25	18,81	20,9	18,36
13	16,12	19,1	18,96	21,04	18,66
14	15,52	18,81	18,96	20,75	18,96
15	15,82	18,66	18,66	20,9	18,81
16	15,52	18,66	18,51	20,9	18,81
17	14,33	18,96	18,81	21,49	18,81
18	14,78	19,1	18,81	20,6	19,25
19	14,33	19,55	18,81	20,6	18,96
20	13,88	19,4	18,81	20,3	19,1
X :	16,10	19,58	18,66	21,08	18,55
S :	1,04	0,59	0,23	0,33	0,35
Std. S. Ort.					0,51
Genel Ort:					18,80

Tablo 4.31. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 150°C 'de 60Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	24,48	23,13	26,27	22,99	21,94
2	24,33	22,99	26,27	22,99	21,94
3	24,33	22,84	26,27	23,28	21,64
4	24,33	22,54	26,42	22,99	21,49
5	24,48	22,69	26,12	22,99	21,49
6	24,48	22,69	26,42	23,43	21,49
7	24,48	22,39	26,12	23,13	21,04
8	24,48	22,39	26,42	22,84	21,04
9	24,48	22,24	26,27	22,84	21,04
10	24,63	22,09	26,57	22,84	21,04
11	24,48	22,39	26,87	22,99	20,9
12	24,93	22,24	26,27	22,69	21,04
13	24,48	22,09	26,42	22,84	20,9
14	24,33	22,24	26,12	22,99	20,9
15	24,78	22,24	26,27	22,84	21,04
16	24,63	22,54	26,12	22,84	21,19
17	24,48	22,24	26,42	22,99	21,19
18	24,78	22,09	26,57	22,69	21,49
19	24,63	22,39	26,72	22,69	21,79
20	24,63	22,39	26,27	22,69	22,09
X :	24,53	22,44	26,36	22,92	21,33
S :	0,16	0,29	0,20	0,19	0,38
Std. S. Ort.					0,24
Genel Ort:					23,52

Tablo 4.32. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif
çapları 175°C 'de 60Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	18,21	25,22	24,33	18,51	18,96
2	17,91	25,07	23,88	18,51	18,96
3	18,06	24,33	23,88	18,21	18,81
4	17,91	24,63	23,58	17,76	17,91
5	17,61	24,18	22,99	18,36	18,21
6	17,91	24,33	23,13	18,21	18,66
7	17,76	23,73	22,84	18,66	18,51
8	17,76	22,99	22,84	17,61	18,06
9	17,46	23,13	22,84	17,76	18,36
10	18,06	23,43	23,13	17,61	18,36
11	17,61	22,39	23,13	17,16	18,21
12	17,76	22,39	22,54	17,16	17,91
13	18,21	22,24	22,99	17,46	17,61
14	17,91	21,94	23,58	17,31	17,46
15	18,36	21,79	23,73	17,16	17,76
16	18,36	21,34	23,43	17,46	17,76
17	18,66	21,04	24,03	17,61	17,46
18	18,81	20,45	23,73	17,76	17,76
19	18,81	20,45	24,03	18,06	17,61
20	18,51	20,45	24,48	18,36	17,61
X :	18,08	22,77	23,45	17,83	18,09
S :	0,39	1,56	0,54	0,49	0,49
Std. S. Ort.					0,69
Genel Ort:					20,04

Tablo 4.33. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 200°C 'de 60Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	20,15	22,69	25,08	23,13	24,18
2	20,3	22,69	24,78	23,28	24,03
3	20,45	22,84	24,63	23,13	23,43
4	20,6	22,69	24,78	23,13	22,99
5	20,9	22,09	24,63	23,28	22,54
6	20,9	22,69	25,07	23,13	22,39
7	20,9	22,39	25,22	23,43	23,13
8	20,9	22,54	25,22	22,99	22,09
9	21,19	23,13	24,78	22,54	22,24
10	21,04	22,99	25,07	22,69	21,49
11	21,19	23,58	24,78	22,69	21,64
12	21,19	23,13	25,07	22,39	21,94
13	21,34	23,43	24,93	22,39	22,09
14	21,64	23,13	24,63	22,09	21,79
15	21,79	23,43	25,07	22,09	21,79
16	22,24	23,43	24,78	21,34	21,64
17	22,24	23,28	25,37	21,19	21,34
18	22,54	23,73	24,78	21,04	21,04
19	22,24	23,73	24,93	20,9	21,34
20	22,24	24,78	25,22	20,75	21,34
X :	21,29	23,11	24,94	22,38	22,22
S :	0,71	0,59	0,22	0,88	0,90
Std. S. Ort.					0,66
Genel Ort:					22,79

Tablo 4.34. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 225°C 'de 60Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	18,81	20,75	16,57	20,6	16,27
2	18,81	21,04	16,27	20,6	16,12
3	18,36	21,04	16,57	20,75	15,97
4	18,66	20,6	16,27	20,9	16,27
5	18,96	20,9	16,27	21,19	16,42
6	18,96	21,19	16,42	21,04	16,12
7	18,66	21,04	16,42	21,79	15,82
8	18,66	21,04	16,27	21,19	16,12
9	19,1	20,75	16,57	21,34	16,12
10	18,51	20,75	16,27	21,94	15,67
11	18,96	20,9	16,27	21,49	15,67
12	18,36	20,75	16,27	21,79	15,82
13	18,81	20,9	16,12	21,79	15,97
14	18,36	20,75	16,57	21,49	15,97
15	18,81	20,75	16,57	21,94	16,42
16	18,81	20,75	16,57	21,94	16,12
17	18,96	20,75	17,01	22,09	16,27
18	19,1	20,75	17,16	21,79	16,27
19	19,55	20,45	17,16	22,24	16,57
20	19,1	20,3	17,16	21,79	16,27
X :	18,81	20,80	16,53	21,48	16,11
S :	0,29	0,21	0,33	0,50	0,24
Std. S. Ort.					0,31
Genel Ort:					18,75

Tablo 4.35. %3 PA + %3BA ile işlem gören viscose rayonun ısıtıl işleminden sonraki lif çapları 250°C 'de 60Dk

ÖLÇÜM NO	1. NUMUNE	2. NUMUNE	3. NUMUNE	4. NUMUNE	5. NUMUNE
1	18,36	16,12	19,55	15,52	18,81
2	17,91	15,97	20	14,78	18,66
3	17,91	15,52	19,7	14,78	18,66
4	18,06	15,07	19,4	14,33	18,36
5	17,46	15,22	19,25	14,63	18,51
6	17,46	15,22	19,25	14,63	18,36
7	17,46	15,37	18,96	14,48	18,06
8	17,46	15,22	19,85	14,48	17,91
9	17,46	15,22	20,6	13,58	17,61
10	17,31	15,07	21,04	13,58	17,61
11	17,46	14,93	21,34	13,28	17,61
12	17,01	15,07	21,64	13,28	17,91
13	16,87	15,22	21,34	13,28	17,76
14	17,46	15,07	21,19	13,43	17,76
15	17,46	15,22	21,19	13,43	17,76
16	17,16	15,37	21,05	13,43	17,31
17	17,01	15,22	21,34	13,88	17,46
18	17,16	15,52	20,9	13,43	17,31
19	17,31	15,37	20,6	13,73	16,87
20	17,46	15,52	20,15	13,88	17,46
X :	17,46	15,32	20,41	13,99	17,88
S :	0,36	0,29	0,85	0,65	0,52
Std. S. Ort.					0,54
Genel Ort:					17,01

Tablo 4.36. % 3 Borik Asit (H_3BO_3) ve % 3 Fosforik Asit (H_3PO_4) ile 30 dakikalık ısıtılma işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık (g)	İplik Numarası (tex)	Renk	Alev Karşısındaki Davranışı
150	38,22	1,2439	32,54	Altın sarısı	Hızlı ve alevli yanma
175	29,12	0,875	30,08	Koyu kahverengi	Hızlı ve alevli yanma
200	45,5	1,2692	27,89	Siyah	Hızlı ve alevli
225	42,77	1,0808	25,27	Siyah	Yavaş ve alevli
250	49,14	1,0281	20,92	Siyah	Aleve karşı dayanıklı formunu koruyabilen

Tablo 4.37 % 3 Borik Asit (H_3BO_3) ve % 3 Fosforik Asit (H_3PO_4) ile 60 dakikalık ısıtılma işleminden sonraki iplik numaralarının ölçülmesi

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	İplik Uzunluğu (m)	Ağırlık (g)	İplik Numarası (tex)	Renk	Alev Karşısındaki Davranışı
150	19,11	0,6065	31,73	Açık Kahverengi	Hızlı ve Alevli
175	8,78	0,266	30,29	Koyu Kahverengi	Yavaş ve Alevli
200	26,39	0,7373	27,93	Siyah	Yavaş ve Alevli
225	24,57	0,5611	22,86	Siyah	Aleve karşı dayanıklı ve formunu koruyabilen
250	27,3	0,5216	19,10	Siyah	Aleve karşı dayanıklı ve formunu koruyabilen

Tablo 4.38. % 3 Fosforik asit + %3 borik asit (30 dak.) ile kimyasal ön işlem ve ısıtma işlemlerinden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Karbon verimi (%) 500°C	Karbon verimi (%) 1000°C
Ham	17.7	12.7
150	43.9	29.95
175	45.36	31.44
200	49.70	36.83
225	56.85	42.24
250	65.06	46.33

Tablo 4.39. % 3 Fosforik asit + %3 borik asit (1 saat) ile kimyasal ön işlem ve ısıtma işlemlerinden sonra elde edilen TGA termogramlarından elde edilen karbon verimi değerleri.

Isıl İşlem Sıcaklığı (°C)	Karbon verimi (%) 500°C	Karbon verimi (%) 1000°C
Ham	17.7	12.7
150	43.38	33.18
175	46.95	36.22
200	49.88	37.64
225	58.65	44.11
250	68.14	47.93



Şekil 4.38. Sıcaklık değişimlerine bağlı olarak viskoz rayon üzerindeki renk değişimleri(%3 DAP 30 Dak. 150-175-200-225-250 °C)



Şekil 4.39. Kimyasal ön işlem ve 250 °C ısı işlem görmüş numunenin termal kararlılığının kontrol edilmesi için bir numune hazırlanması aşaması (%3 DAP)



Şekil 4.40. Termal kararlılığı sağlanan numunenin yanmazlık testi

5. BÖLÜM

TARTIŞMA- SONUÇ ve ÖNERİLER

5.1. TARTIŞMA-SONUÇLAR

Aktif karbon lifi üretimi sırasında oksidasyon, karbonizasyon ve aktivasyon işlemleri yerine getirilmektedir. Oksidasyon (termal oksidatif stabilizasyon) aşaması aktif karbon veriminin ve kalitesinin yüksek olması için çok önemlidir. Bu çalışmada hammadde olarak viskoz rayon filament iplikleri kullanılmış olup önce farklı kimyasallarla (fosforik asit, amonyum sülfat, diamonyum fosfat, fosforik asit + borik asit) kimyasal ön işlemler oda sıcaklığında 20 dakika süre ile yapıldıktan sonra ısıt işlemler 150-175-200-225-250 °C arasında 30 dakika bekletme süresi ile yapılmıştır. Sadece fosforik asit + borik asit ile yapılan kimyasal ön işlemler sonunda yapılan ısıt işlemler 30 ve 60 dakika bekletme süreleri ile yapılmıştır. Diğer setlerde ısıt işlem bekletme süresi 30 dakikadır.

Isıt işlemler sonunda numunelerde renk değişimleri gözlenmiştir. Renk değişimi ısıt işlem sıcaklığının artması ile beraber altın sarısından kahverengine ve nihayet siyaha dönüşmüştür. Renk değişimleri (özellikle siyah) numunelerin termal yönden kararlı bir yapıya kavuştuğunu göstermiştir. 225 ve 250 °C de yapılan ısıt işlem sıcaklıklarında numunelerin yanmazlık özelliğini kazandıkları görülmüştür. Kimyasal ön işlemlerden sonra yapılan ısıt işlemler sonunda elde edilen numunelerin yapısında fiziksel ve kimyasal değişimler olduğu gözlenmiştir. Fiziksel ve kimyasal yapıdaki değişimler lif çapı ve iplik numarası ölçümleri, termogravimetrik (TGA) analiz, FT-IR spektroskopisi ve X-ışını difraksiyonu yöntemleri ile karakterize edilmiştir.

Yapılan işlemler sonucunda; numunelerin lif çaplarında ve iplik numaralarında ısıt işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak azalma görülmüştür. TGA analizlerinde ham

viskoz rayon liflerine göre kimyasal ön işlem ve daha sonra oksijenli ortamda ısıtma işlemi görmüş numunelerin termal kararlılıklarını kazandığı ve ısıtma işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak kütle kaybının azaldığı ve karbon veriminin arttığı görülmüştür. Isıtma işlem sıcaklığı kadar ısıtma işlem süresinin de karbon veriminin artmasında etkili olduğu görülmüştür.

Azot ortamında yapılan ham viskoz rayon'un TGA analizinde % 12 civarında olan karbon verimi miktarı yapılan kimyasal ön işlemler ve ısıtma işlemleri sonucunda % 48-49'lara kadar artmıştır.

İnfrared spektroskopisi (FT-IR) verilerinin analizinden çıkan sonuçlara göre, ham viskoz rayon numune ile işlem görmüş numuneler karşılaştırıldığında ısıtma işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak Viskoz rayona ait karakteristik piklerin azaldığı ve 225-250 °C sıcaklıklara yok olduğu görülmüştür. Moleküler yapısı değişen numuneler yapılan işlemler sonucunda çapraz bağlar oluşturarak, termal yönden daha kararlı bir yapıya sahip olmuşlardır. Ham viskoz rayon lifine ait orta-IR spektrum bölgesinde, kimyasal ön işlemler ve ısıtma işlemlerinden sonra elde edilen IR spektrumları farklılıklar göstermiştir. Özellikle 4000-3000 cm^{-1} IR bölgesinde etkili olan intra-moleküler ve inter-moleküler hidrojen bağlarına ait titreşimlerin 'dehidratasyon' mekanizmalarının sonucu olarak ısıtma işlem sıcaklığının artması ile şiddetini kaybettiği gözlemlenmiştir. 3000-2500 cm^{-1} IR bölgesinde metilen (CH_2) gruplarına ait titreşimlerin dehidrojenasyon (dehydrogenation) mekanizmalarının sonucu olarak hidrojen atomlarının ısıtma işlem sıcaklığının artması ile beraber ortamdan uzaklaşması neticesinde şiddetini önemli ölçüde kaybettiği görülmüştür. 2000-800 cm^{-1} bölgesinde ise ısıtma işlem sıcaklığının artması ile beraber karbonil (C=O) ve çift bağlı C=C bağlarının olduğu görülmektedir. Görülen bu spektroskopik değişimler selüloz zincirinin ciddi bir değişime uğradığını ve yüksek karbonizasyon sıcaklığına dayanabilecek kadar termal yönden kararlı bir yapıya kavuştuğunu göstermektedir.

X-ışını difraksiyonu (XRD) sonuçları ısıtma işlem sıcaklığına bağlı olarak yapısal değişikliklerin olabileceğini göstermiştir. Viskoz rayon lifleri ısıtma işlem sıcaklığının artmasına paralel olarak selüloz II kristal yapısını kaybederek 225-250 °C'de yapılan ısıtma işlemlerde termal yönden kararlı amorf bir yapıya dönüşmüştür. Kimyasal işlemlerden sonra 250 °C'de oksijenli ortamda ısıtma işlem yapılması durumunda

numunelerin yüksek sıcaklıklarda yapılan karbonizasyon ve aktivasyon işlemlerine hazır hale gelebileceği görülmüştür.

5.2. ÖNERİLER

Bu tez çalışmasında viskoz rayon liflerinin karbonizasyon ve aktivasyon öncesi önemli bir aşaması olan termal kararlılık işlemi kimyasal ön işlemlerden sonra yapılan ısıtma işlemleri ile gerçekleştirilmiştir.

Termal kararlılık işlemi; numunelere farklı kimyasal ön işlemlerden sonra yapılan ısıtma işlemleri ile gerçekleştirilmiştir. 4 farklı kimyasal madde ile ön işlemleri yapılmıştır. Eğer yeterli zaman olsaydı kimyasal ön işlemleri farklı konsantrasyonlarda, farklı kombinasyonlarda (üçlü ve dördü), farklı ısıtma işlem sürelerinde yapılarak optimum şartların nasıl sağlandığı gösterilebilirdi.

Kimyasal işlemlerin etkisini belirlemek amacı ile karbonizasyon ve aktivasyon işlemlerinin yapılması önerilmektedir. Farklı aktivasyon işlemlerinin etkilerinin araştırılması ayrıca yararlı olacaktır.

Kimyasal işlemleri pH değerlerinin etkisi dikkate alınarak farklı asidik, bazik ve metal iyonları içeren ortamlarda yapılması ayrıca önerilmektedir. Lif çaplarının etkisi diğer bir parametre olarak dikkate alınmalıdır.

Ayrıca farklı rejenere lifleri (Lyocell, Tencel, Modal etc) üzerinde deneme çalışmaları yapmak faydalı olacaktır.

KAYNAKLAR

- [1] Güneysu, S.,2003, Pirinanın Aktif Karbon Olarak Değerlendirilmesi. İstanbul Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 68 s.
- [2] Uzun, I., 2008,'Kavak Ağacı Artıklarından Aktif Karbon Üretimi', Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir, 99 s.
- [3] Arol, A.İ. & Yalçın, M. 1993 Altın Metalurjisi İçin Yerli Kaynakların Aktif Karbon Üretimi. The 13th Mining Congres of Turkey. The Chamber of Mining Engineers of Turkey. 413-426- İstanbul, Turkey
- [4] Akyıldız, H., 2007 H₃PO₄ Aktivasyonu İle Zeytin Çekirdeğinden Aktif Karbon Üretimi, İstanbul Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 115 s.
- [5] Seydioğlu, G., 2009. Bitkisel Atıkların Granül Aktif Karbon Üretiminde Değerlendirilmesi. Anadolu Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, 114 s.
- [6] McDougall, G.J., 1991, The Physical nature and manufacture of activated karbon, Journal of The South African Institute of Mining and Matellugary, 109-120.
- [7] Stavitskaya, S.S., 2000, Catalytical properties of active carbon and the mean factors determining them, 1st Carbon Confeence on Carbon Vol. II, Berlin-Germany
- [8] Hassler J., 1967. Activated Carbon, Chemical Publishing Co. Inc, Leonard Hill-London.
- [9] Gündüzoğlu, G., 2008. Şeker pancarı küspesinden aktif karbon üretimi ve karakterizasyonu, Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Mühendisliği Anabilim Dalı, Temel İşlemler ve Termodinamik Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Eskişehir, 133 s.

- [10] Avcı, A.Ö. aktif karbon ve özellikleri. (Wep Sayfası: <http://www.turkchemonline.com/index.php/nihai-urun/164-aktif-karbon-ve-ozellikleri>) (Erişim Tarihi: Haziran 2009)
- [11] Tsai, J.L., Tu, J.F. 2010. Characterizing mechanical properties of graphite using molecular dynamics simulation. *Materials & Design*, 31 (1): 194-199
- [12] Küçükgül, E.Y., 2004. Ticari aktif karbon üretimi ve özelliklerinin belirlenmesi, DEÜ Mühendislik Fakültesi Fen ve Mühendislik Dergisi, 6 (3):42-56
- [13] <http://www.activated-carbon.com/carbon.html>
- [14] Sotiropoulou S., Gavalas V., Vamvaki V., Chaniotakis N.A., 2005.. Stabilization of enzymes in nanoporous materials for biosensor applications, pp.1674-1679. Eighth World Congress on Biosensors, July 20 2004, Greece
- [15] Akikol, İ., 2005. Farklı Aktivasyon Yöntemleriyle Geliştirilen Aktif Karbonlar İle Sudan Ağır Metal Giderimi. Yıldız Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 53 s.
- [16] Gerhartz, W(Ed.), 1986, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, Vol.A5., 124-140, VCH, Almanya.
- [17] Kroschwitz, J.I.(Ed), 1992, Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, John Wiley&Sons, 4th Ed., Vol. 4, 1015-1035.
- [18] Aygün, A., 2002, Yerli Doğal Hammaddelerden Aktif Karbon Üretimi ve Adsorpsiyon Özelliklerinin incelenmesi, İ.T.Ü., Yüksek Lisans Tezi. İstanbul
- [19] Orbak, İ., 2002. Tunçbilek Linyitinden Kimyasal Aktivasyon Yöntemi İle Aktif Karbon Üretimi, İstanbul Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 84 s.
- [20] Marsh, H., Heintz, E.A. and Rodriguez-Reinoso, F., 1997, Introduction to Carbon Technologies, University of Alicante, Scretariado de Publicaciones.
- [21] Döngel, B., 1997 Zonguldak Kömürlerinden Aktif Karbon Üretimi. Zonguldak Karaelmas Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Maden Mühendisliği Ana Bilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Zonguldak, 76 s.

- [22] Lu, G.Q. (1994) Evolution of Pore Structure of High –Ash Char During Activation, Fuel, Vol.73,pp. 145-146.
- [23] Kalaycı, K., 2008. Polianilin/Aktif Karbon Kompozit Maddesinin Sentezi, Karakterizasyonu Ve İletken Film Yapımı. Kahramanmaraş Sütçü İmam Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, Kahramanmaraş, 112 s.
- [24] Bansal R.C., Donnet J.B. and Stoeckli F., 1988. Active Carbon, Marcel Dekker, Inc. New York.
- [25] Lussier, M.G., Shull, J.C. and Miller, D.J., 1994. Activated carbon from cherry stones, **Carbon**, **32**, 1493-1498.
- [26] Fennimore, J., Ruder, G. Simmonite, D., 1978, U.S. Patent, No: 4076892 dated 28.02.1978.
- [27] Ko, Y.g., Choi, u.s., Kim, J.S., 2002. novel synthesis and characterization of activated carbon fiber and dye adsorption modeling. **Carbon**, **40** (14): 2661-2672
- [28] Çiçek, İ., 1998, Tarımsal Kaynaklı Atıklardan Aktif Karbon Üretimi, İ.T.Ü., Yüksek Lisans Tezi, İstanbul, 65 s.
- [29] Özvardarlı, A., 2006. Çevre Biyoteknolojisi Uygulamalarında Biyosorpsiyonun Yeri . Trakya Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Çorlu, 101 s.
- [30] Ardıç, Y., 2007. Selülozik Liflerin Farklı Sartlarda Fibrillesme Ve Yorulma Davranışlarının İncelenmesi. Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Bursa, 164 s.
- [31] Güler, N. 2008. Rejenere Selüloz Liflerinin Yüzey Özelliklerinin İncelenmesi. Uludağ Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Bursa, 145 s.
- [32] ÖZÜDOGRU,D. T. 2002. Türkiye V. Pamuk, Tekstil Ve Konfeksiyon Sempozyumu Bildirileri 28-29 Nisan 2002, Diyarbakır, s. 43,44

- [33] HOCKENBERGER, A. 2004. Tekstil Fizigi, Alfa Basım Yayın Dağıtım Ltd. Sti. İstanbul, 256 s.
- [34] Tarakçıoğlu, I., Özgüney, A., Özerdem, A., Bilgin, E., 2002 Viskon Kumaşların Reaktif Baskısında Karşılaşılan Sorunların Giderilmesi Üzerine Bir Araştırma, Misag 157, İzmir
- [35] www.costumegallery.com/Textiles/rayon.htm . 2004
- [36] Seventekin, N.,2001,Kimyasal Lifler, Ege Üniversitesi. Tekstil ve Konfeksiyon Araştırma ve Uygulama Merkezi Yayını, İzmir, 30-34s
- [37] Koh J.,Kim, S.I., Kim, S.S., Shim, S.W., Kim, J.P., 2005,Reactive Dyeing Properties of Novel Regenerated Cellulosic Fibres,Dyes and Pigments, 64, 9-16p.
- [38] Kroschwitz, I. J.,1990, Polymers; Fibers and Textiles, ACompendium (Encyclopedia reprint series), pp746-757.
- [39] Karadağ, Ç., 2005. Viskon, Modal Ve Lyocel Liflerinin Reaktif boyarmaddelerle Boyanmalarının optimizasyonu. Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Yüksek Lisans Tezi, İzmir, 120 s.
- [40] Bahar, M., 2006. Rejenere Selüloz Liflerindeki Kükürdün Sıcak Ve Soguk Boyamada Renk Degisimine Olan Etkisinin İncelenmesi. Ege Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, İzmir, 200 s.
- [41] Tarakçıoğlu, I., 1979, Tekstil Terbiyesi ve Makineleri, Cilt 1, s. 420 – 480
- [42] EICHHORN, S. J., R.J.YOUNG, ve W. Y. YEH. 2001. Deformation Processes in Regenerated Cellulose Fibers. **Textile Research Journals** 71(2):121-129
- [43] CUCULO,J.A., N.AMINUDDI_N, ve M.W.FREY. 2000. Solvent Spun Cellulose Fibers. SALEM, D.R.(Editör). Structure Formation in Polymeric Fibers.Hanser. Munich. p. 296-328

- [44] KLEMM,D., B.HEUBLEIN, H.P.FINK, ve A. BOHN. 2005. Cellulose:Fascinating Biopolymer and Sustainable Raw Material. Polymer Science. p. 3358-3393
<http://onlinelibrary.wiley.com/doi/10.1002/anie.200460587/full>
- [45] O’SULLIVAN,A.C.1997. Cellulose: The Structure Slowly Unravels. Cellulose (4):173-207.
- [46] Günaydın, M.N., 2009. Rejenere selülozik lifler karakteristik özellikleri ve tekstilde kullanım alanları. **TMMOB Tekstil Mühendisleri Odası Tekstil ve Mühendis Dergisi**– (Güncel Eki’nde Yayınlanmış inceleme yazısıdır), İzmir
- [47] TARAKÇIOĞLU,I.2000.Tekstil Terbiyesinde Yıkama Yöntemleri ve makinaları. Ege Üniversitesi **Tekstil ve Konfeksiyon** Araştırma Uygulama Merkezi Yayını No:4 Cilt:1 ISBN 975-483-449-0
- Özgüney, A.T., Körlü, A.K., Bahtiyari, M.İ., Bahar, M., 2006. Viskon liflerinin fiziksel özellikleri ve makromolekülerüstü yapısı. **Tekstil Ve Konfeksiyon**,(2) s: 100-104
- [49] <http://www.swicofil.com/products/200viscose.html> (Erişim Tarihi 2011-11-20)
- [50] KUL, E., 2005. PES/VİS/Elastan İçerikli İplik Tiplerinde Kalite İyileştirici Proses Çalışmaları ve Dokuma Kumaşlarda Kalite Analizi. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Adana.
- [51] Çoşkun, M.T., 2010. PES/VIS/EA (Polyester/Viskon/Elastan) İçerikli Kumaşlarda Atkıda Kullanılan Viskon Filamentinin Kumaş Performans Özelliklerine Etkilerinin Araştırılması. Çukurova Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Yüksek Lisans Tezi, Adana.
- [52] www.lenzing.com , <http://www.lenzing.com/fasern/lenzing-viscose/technische-daten.html> 2011-11-22)
- [53] ACUNER, A., 2001. **Tasarımda Konstrüksiyon Esaslar**, Mart Matbaacılık, İstanbul.
- [54] <http://www.fibersource.com/f-tutor/rayon.htm> 2011-11-20 ,
- [55] Smole, M. S., Persin, Z., Kreze, T., Kleinschek, K. S., Ribitsch, V., Neumayer, S., 2003, X-ray Study of Pre-treated Regenerated Cellulose Fibers, **Materials Research Innovations**, 7, 5, 275-282.

- [57] Gurudatt, K. and Tripathi, V. S., 1998, **Carbon**, Sayı 36, No: 9, Studies on changes in morphology during carbonization and activation of pretreated viscose rayon fabrics, 1371-1377 p.
- [58] Ünal, Ç., 2007. Pamuk Ve Farklı Tipte Viskon Karışımı İpliklerden Örülen Düz Örgü Kumaşların Boyutsal Ve Fiziksel Özellikleri. Afyon Kocatepe Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Tekstil Mühendisliği Anabilim Dalı, Afyon, 61 s.
- [59] Gündoğdu, A., 2010. Fabrika Çay Atıklarından Aktif Karbon Üretimi, Karakterizasyonu Ve Adsorpsiyon Özelliklerinin İncelenmesi. Karadeniz Teknik Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Doktora Tezi, Trabzon, 197s.
- [60] Baş, S. Y. 2005. Sabancı Üniversitesi Lisans Tezi,.
- [61] O. Ioannidou, A. Zabaniotou, **Renewable and Sustainable Energy Reviews**, Vol:11.pp1966-2005.2007
- [62] Vlack, L.H.V., (Çev: Safaoğlu, R.A.), Malzeme Bilimine Giriş, Birsen Yayınevi, İstanbul, 1998.

ÖZGEÇMİŞ

KİŞİSEL BİLGİLER

Adı, Soyadı: Taner SOY
Uyruğu: Türkiye (TC)
Doğum Tarihi ve Yeri: 24 Mayıs 1987, Kayseri
Medeni Durumu: Bekâr
Tel: +90 0554 799 47 46
e-mail: taner_soy@hotmail.com ; taner_soy@yahoo.com
Yazışma Adresi: Yeni Mah. 11. Cad. 36. Sok. No:36 Kocasinan/KAYSERİ

EĞİTİM

Derece	Kurum	Mezuniyet Tarihi
Yüksek Lisans	E.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü	2012
Lisans	K.S.Ü. Tekstil Mühendisliği	2009
Lise	Ö.Hisarçıkloğlu Fen Lisesi	2004
İlköğretim	Alparslan İlköğretim Okulu	2001

YABANCI DİL

İngilizce