



**BİR ALÜMİNYUM BORAT BİLEŞİĞİ
KULLANARAK SULARDAKİ CONGO RED VE
METİL BLUE BOYAR MADDELERİNİN RENK
GİDERİMİNİN SPEKTROFOTOMETRİK
YÖNTEMLE İNCELENMESİ**

**2024
YÜKSEK LİSANS TEZİ
ÇEVRE MÜHENDİSLİĞİ**

Elnaz SHOJA

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ**

**BİR ALÜMİNYUM BORAT BİLEŞİĞİ KULLANARAK SULARDAKİ
CONGO RED VE METİL BLUE BOYAR MADDELERİNİN RENK
GİDERİMİNİN SPEKTROFOTOMETRİK YÖNTEMLE İNCELENMESİ**

Elnaz SHOJA

**Tez Danışmanı
Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ**

**T.C.
Karabük Üniversitesi
Lisansüstü Eğitim Enstitüsü
Çevre Mühendisliği Anabilim Dalında
Yüksek Lisans Tezi
Olarak Hazırlanmıştır.**

**KARABÜK
Haziran 2024**

Elnaz SHOJA tarafından hazırlanan “BİR ALÜMİNYUM BORAT BİLEŞİĞİ KULLANILARAK SULARDAKİ CONGO RED VE METİL BLUE BOYAR MADDELERİNİN RENK GİDERİMİNİN SPEKTROFOTOMETRİK YÖNTEMLE İNCELENMESİ” başlıklı bu tezin Yüksek Lisans Tezi olarak uygun olduğunu onaylarım.

Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ

.....

Tez Danışmanı, Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı

Bu çalışma, jürimiz tarafından Oy Birliği ile Çevre Mühendisliği Anabilim Dalında Yüksek Lisans tezi olarak kabul edilmiştir. 10/06/2024

Ünvanı, Adı SOYADI (Kurumu)

İmzası

Başkan : Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ (KBÜ)

.....

Üye : Prof. Dr. Ertuğrul ERDOĞMUŞ (BARÜ)

.....

Üye : Doç. Dr. Rahman ÇALHAN (KBÜ)

.....

KBÜ Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Yönetim Kurulu, bu tez ile, Yüksek Lisans derecesini onamıştır.

Doç. Dr. Zeynep ÖZCAN

.....

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü Müdürü

Bu tezdeki tüm bilgilerin akademik kurallara ve etik ilkelere uygun olarak elde edildiğini ve sunulduğunu; ayrıca bu kuralların ve ilkelerin gerektirdiği şekilde, bu çalışmadan kaynaklanmayan bütün atıfları yaptığımı beyan ederim.

Elnaz SHOJA

ÖZET

Yüksek Lisans Tezi

BİR ALÜMİNYUM BORAT BİLEŞİĞİ KULLANARAK SULARDAKİ CONGO RED VE METİL BLUE BOYAR MADDELERİNİN RENK GİDERİMİNİN SPEKTROFOTOMETRİK YÖNTEMLE İNCELENMESİ

Elnaz SHOJA

Karabük Üniversitesi

Lisansüstü Eğitim Enstitüsü

Çevre Mühendisliği Anabilim Dalı

Tez Danışmanı:

Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ

Haziran 2024, 52 Sayfa

Bu çalışmada, bir alüminyum borat bileşiği kullanılarak Kongo kırmızısı ve metil mavisi boyar maddelerinin sulu ortamından uzaklaştırılması işlemi, deneysel olarak bir spektrofotometre kullanılarak incelenmiştir. İlk olarak bir alüminyum borat bileşiği ($K_2Al_2B_2O_7$) yanma yöntemiyle sentezlenmiştir. Sentezlenen adsorbanın yapısal özellikleri XRD ve FTIR cihazları kullanılarak karakterize edilmiştir. Bu adsorbanın kullanılması suretiyle Kongo kırmızısı ve metil mavisi çözeltilerinin renk giderim özelliği spektrofotometre cihazında sırasıyla 499 ve 590 nm'de ölçülmüştür. Her iki boyar maddenin renk giderim kapasiteleri, adsorban miktarı ve temas süresi gibi iki faktör kullanılarak sulu ortamda ve oda sıcaklığında ölçülmüştür. Son olarak Kongo kırmızısı ve metil mavisi boyar maddelerinin adsorpsiyon verimleri sırasıyla %44,5 ve %98,57 olarak hesaplanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Su Kirliliđi, Metil mavisi, Kongo kırmızıısı, Adsorpsiyon Yöntemi.

Bilim Kodu: 90305

ABSTRACT

M. Sc. Thesis

INVESTIGATION OF COLOR REMOVAL OF CONGO RED AND METHYL BLUE DYES IN WATER USING AN ALUMINUM BORATE COMPOUND BY SPECTROPHOTOMETRIC METHOD

Elnaz SHOJA

**Karabük University
Institute of Graduate Programs
Environmental Engineering Department**

Thesis Advisor:

Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ

June 2024, 52 Pages

In this study, the removal of Congo Red and Methyl Blue dyes from aqueous media using an aluminum borate compound was examined experimentally using a spectrophotometer. First, an aluminum borate compound ($K_2Al_2B_2O_7$) was synthesized by the combustion method. The structural properties of the synthesized adsorbent were characterized using XRD and FTIR devices. Using the synthesized adsorbent, the color removal properties of Congo Red and Methyl blue solutions were measured on a spectrophotometer device at 499 and 590 nm, respectively. The color removal capacities of both dyes from aqueous media were measured at room temperature by using two factors such as adsorbent amount and contact time. Finally, the adsorption efficiencies of Congo Red and Methyl Blue dyes were calculated as 44.5% and 98.57%, respectively.

Keywords: Water Pollution, Methyl blue, Congo red, Adsorption Method.

Science Code: 90305

TEŐEKKÜR

Laboratuvar araŐtırmaları sırasında ve sonrasında beni her zaman destekleyen deęerli danıŐman hocam Sayın Prof. Dr. İlhan PEKGÖZLÜ'ye, Bartın Üniversitesi Orman Fakültesine ait laboratuvarın kullanılmasında Sayın Prof. Dr. Ayben KILIÇ PEKGÖZLÜ'ye teŐekkürü bir borç biliyorum.

Bugüne kadar, benden hiçbir zaman maddi ve manevi desteęini esirgemeyen güzel anneme ayrıca teŐekkür ediyorum.

Bu çalıŐmama devam edebilmem ve yeni uzmanlık deneyimleri kazanmam için fırsatlar sunan Karabük Üniversitesi Mühendislik Fakültesine, son olarak da bu tezi daha sonra okuyacak olan herkese içtenlikle teŐekkür ederim.

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
KABUL.....	ii
ÖZET	iv
ABSTRACT.....	vi
TEŞEKKÜR.....	viii
İÇİNDEKİLER	ix
ŞEKİLLER DİZİNİ	xii
ÇİZELGELER DİZİNİ	xv
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ VE AMAÇ.....	1
1.1. SU KİRLİLİĞİ	2
1.2. BOYAR MADDE TÜRÜ VE KULLANIM ALANLARI	3
1.2.1. Boyaların sınıflandırılması	3
BÖLÜM 2	4
SUDAN BOYA GİDERME YÖNTEMLERİ	4
2.1. ADSORPSİYON	4
2.2. BU ARAŞTIRMADA KULLANILAN ANALİZ YÖNTEMLERİ	5
2.2.1. Spektrofotometri.....	5
2.2.2. İzosbestik Nokta	6
2.2.3. Spektrofotometri Teorisi	7
2.2.4. Spektrofotometrik Analiz	7
2.2.5. X- Işını Kırınım (XRD) Analizi	8
2.2.6. XRD veya X-ışını Kırınım Analizinin Zayıf ve Güçlü Yönleri	8
2.2.7. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi.....	9
2.2.8. Kızılötesi Spektroskopi (FTIR) Analizi	9
2.3.1. Metil Mavisi ve Kullanım Alanları	10

	<u>Sayfa</u>
2.3.2. Kongo Kırmızısı ve Kullanım Alanları	11
2.4. LİTERATÜR ÖZETİ	12

BÖLÜM 3	18
MALZEMELER VE YÖNTEMLER	18
3.1. ADSORBAN SENTEZİ.....	19
3.1.2 Adsorbanın Karakterizasyonu	19
3.2. BOYAR MADDE ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI	20
3.3. ADSORPSİYON DENEYLERİ.....	20
3.4. KONGO KIRMIZISI BOYAR MADDESİNE ADSORBAN MİKTARININ ETKİSİ	22
3.5. KONGO KIRMIZISI BOYAR MADDESİNE TEMAS SÜRESİNİN ETKİSİ	23
3.6. METİL MAVİSİ BOYAR MADDESİNE ADSORBAN MİKTARININ ETKİSİ	24
3.7. METİL MAVİSİ BOYAR MADDESİNE TEMAS SÜRESİNİN ETKİSİ ..	25
3.8. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA.....	26
3.8.1 X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi	26
3.8.2 İnfrared Spektrum (FTIR) Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi	27
3.8.3. Kongo Kırmızısı Boyar Maddesine Adsorban Miktarının Etkisi.....	28
3.8.4. Kongo Kırmızısı Boyar Maddesine Temas Süresinin Etkisi.....	28
3.8.5. Metil Mavisi Boyar Maddesine Temas Süresinin Etkisi.....	29
BÖLÜM 4	45
SONUÇLAR VE ÖNERİLER	45
KAYNAKÇA.....	47
ÖZ GEÇMİŞ	52

ŞEKİLLER DİZİNİ

Sayfa

Şekil 1.1. Su kirliliği türleri.....	2
Şekil 2.1. Sudan boya giderme yöntemleri	4
Şekil 2.2. Adsorpsiyon işlemi [11].....	5
Şekil 2.3. Işık ve maddenin etkileşiminin türler [15].....	6
Şekil 2.4. Adsorpsiyon spektrumunun bir örneği [15].....	8
Şekil 2.5. Metil mavisi kimyasal yapısı.	11
Şekil 2.6. Kongo kırmızısı kimyasal yapısı.	12
Şekil 3.1. Deneylede kullanılan bazı kimyasal maddeler.	18
Şekil 3.2. Fırına yerleştirildikten ve sentezlendikten sonra adsorbanın görünümü. ..	19
Şekil 3.3. Balonjojelerdeki standart Kongo kırmızısı çözeltileri.	20
Şekil 3.4. Manyetik karıştırıcılar.....	21
Şekil 3.5. Santrifüj cihazı.	21
Şekil 3.6. Deneyde kullanılan spektrofotometre	22
Şekil 3.7. Kongo kırmızısı boyar maddesine adsorban miktarının etkisi deneylerinin işlem basamakları.	23
Şekil 3.8. Kongo kırmızısı boyar maddesine temas süresinin etkisi deneylerinin işlem basamakları	24
Şekil 3.9. Metil mavisi boyar maddesine adsorban miktarının etkisi deneylerinin işlem basamakları	25
Şekil 3.10. Metil mavisi boyar maddesine temas süresinin etkisi deneylerinin işlem basamakları.....	26
Şekil 3.11 Sentezlenen adsorbanın ($K_2Al_2B_2O_7$) X-ışını kırınım (XRD) diyagramı. .	27
Şekil 3.12. Sentezlenen adsorbanın ($K_2Al_2B_2O_7$) infrared (FTIR) spektrumu	28
Şekil 3.13. Beş dakika ile iki saat arasında aralıklarla 0.01 g adsorban eklendikten sonra 75 ppm konsantrasyonda metil mavisi çözeltisi	29
Şekil 3.14. Kongo kırmızısı (CR) çözeltisinin kalibrasyon grafiği (499 nm, oda sıcaklığı)	30
Şekil 3.15. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin UV-görünür alan spektrumu (maksimum absorpsiyon değeri 499 nm, oda sıcaklığı)	31
Şekil 3.16. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi ve içine eklenen adsorban madde miktarı arasındaki ilişki (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)	31
Şekil 3.17. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların verimi (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)	32

Sayfa

- Şekil 3.18. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05g adsorbanların farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dk.) konsantrasyon üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)..... 34
- Şekil 3.19. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05g adsorbanların farklı zamanlardaki qe değeri üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 35
- Şekil 3.20. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin ve içine farklı zamanlarda eklenen adsorban çözeltilerin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,05g $K_2Al_2B_2O_7$ zaman: 2, 5, 15, 30, 60 dakika, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 36
- Şekil 3.21. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin ve içine farklı miktarlarda eklenen adsorban çözeltilerin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,025, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4g $K_2Al_2B_2O_7$, 30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 36
- Şekil 3.22. Metil mavisi çözeltisinin kalibrasyon grafiği (590 nm, oda sıcaklığı) 37
- Şekil 3.23. 10, 30, 40, 60 ppm Metil mavisi (MB) çözeltisinin UV-görünür alan spektrumu (oda sıcaklığı) 38
- Şekil 3.24. 75 ppm metil mavisi çözeltisinin ve içine farklı zamanlarda eklenen adsorban miktarları sonra elde edilen çözeltilerinin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,01g $K_2Al_2B_2O_7$ zaman: 5, 15, 30, 60, 120 dakika, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)..... 38
- Şekil 3.25. 75 ppm metil mavisi çözeltisinin içine farklı zamanlarda (5, 15, 30, 60, 120 dakika) eklenen adsorban (0,01g $K_2Al_2B_2O_7$) sonrası elde edilen çözeltilerinin adsorpsiyon sonrası spektrumları (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 39
- Şekil 3.26. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanların farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dakika) konsantrasyon üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 39
- Şekil 3.27. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanın farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dakika) verimi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 40
- Şekil 3.28. 75 ppm metil mavisi çözeltisi ve içine eklenen 0,0025g adsorbanın (KABO) spektrumları (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 41
- Şekil 3.29. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanın (0,0025, 0,01, 0,02, 0,03, 0,05, 0,1g) spektrumları (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 42
- Şekil 3.30. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen adsorban madde miktarı arasındaki ilişki (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı) 42

Sayfa

Şekil 3.31. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların adsorpsiyon verimi (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı).....	43
Şekil 3.32. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanların farklı zamanlardaki qe değeri üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)	44

ÇİZELGELER DİZİNİ

Sayfa

Çizelge 3.1. Bu deneyde kullanılan Kongo kırmızısı çözeltisinin konsantrasyonları	30
Çizelge 3.2. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisine eklenen farklı miktarlarda adsorban ve elde edilen adsorpsiyon miktarları.....	32
Çizelge 3.3. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin adsorpsiyon işlemi sonrası adsorpsiyon verimliliği.....	33
Çizelge 3.4. Potasyum alüminyum borat (K ₂ A1 ₂ B ₂ O ₇) miktarının 0,025 gramdan 0,4 grama çıkarılmasıyla Kongo kırmızısı konsantrasyonu 16,27'den 11,1'e ppm'e düşmüş ve bunun sonucunda adsorpsiyon verimi yüzdesi 18,65'ten 44,5'e yükselmiştir.	33
Çizelge 3.5. 20 ppm'lik Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05 gram adsorban miktarının farklı zamanlarda etkisi	34
Çizelge 3.6. 20 ppm'lik çözeltiye 0,05 g adsorban ilave edildikten sonra kalan miktar (adsorbe edilmemiş)	35
Çizelge 3.7. Farklı konsantrasyonlardaki Metil mavisi çözeltilerinin adsorbans miktarı	37
Çizelge 3.8. Farklı zamanlarda 0,01 g adsorban ilavesinin metil mavisi çözeltisinin konsantrasyonu üzerindeki etkisi	40
Çizelge 3.9. Farklı zamanlarda 0,01 g adsorban ilave edildikten sonra adsorpsiyon verimliliği.....	41
Çizelge 3.10. 30 dakika içinde farklı miktarlarda adsorban ilavesinin metil mavisi çözeltilerinin konsantrasyon üzerine etkisi.	43
Çizelge 3.11. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların verimi	44
Çizelge 3.12. 75 ppm'lik metil mavisi çözeltisine 0,01 g adsorban ilave edildikten sonra kalan miktar (adsorbe edilmemiş).....	44

BÖLÜM 1

GİRİŞ VE AMAÇ

Boyalar binlerce yıldır tekstil, pigment vb. alanlarda kullanılmıştır. Günümüzde hâlâ boyalar; tekstil, boya ve pigment imalat endüstrilerinde önemli bir rol oynamaktadır. Bunun yanında, birçok farklı boya türleri de şu anda çeşitli ticari alanlarda kullanılmaktadır.

Boyalar, kullanım alanlarının çeşitliliği nedeniyle üretim veya kullanım aşamalarında isteyerek veya istemeyerek su kaynaklarına karışmak yoluyla çevre kirlenmesine neden olabilmektedir.

Zararlı etkileri nedeniyle az miktarda suni boyayla bile kanalizasyon deşarjı, insan sağlığı için kanserojen ve mutajen olmak gibi ciddi bir sorun hâline gelmiştir [1]. Farklı anyonik azo boyalar arasında metil mavisini, karmaşık aromatik yapısı nedeniyle biyolojik bozunmaya karşı çok dirençli olan benzidin bazlı bir diazo anyonik boyadır [2].

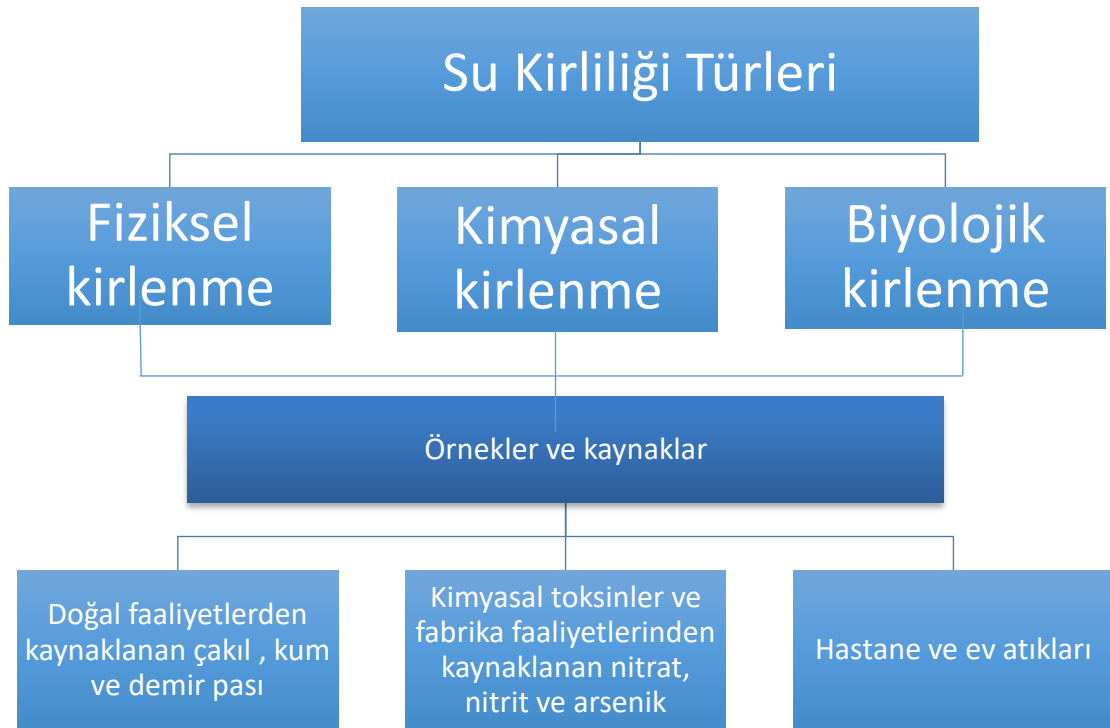
Metil mavisini sudan uzaklaştırmak için flokülasyon, membran ayırma, iyon değişimi, kimyasal oksidasyon, elektrokimyasal yöntemler ve yüzey adsorpsiyonu gibi çeşitli fiziksel-kimyasal yöntemler kullanılmıştır. Bunların arasında, yüzey adsorpsiyonu yüksek verimliliği, hızlılığı ve kolaylığından dolayı etkili bir yöntem olarak dikkatleri üzerine çekmiştir [3].

Tekstil boyar madde giderimi üzerine, şimdiye kadar organik ve inorganik adsorbanlar kullanılarak birçok çalışma yapılmış ve yüksek adsorpsiyon verimi elde edilmiştir. Metal boratların da sulu ortamdan tekstil boyar madde gideriminde iyi birer adsorban olduğu bilinmektedir [4,5]. Potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$),

metal borat ailesinin bir üyesidir. Temel kristal yapısı K^+ katyonu ile birlikte BO_3 ve AlO_4 gruplarından oluşmaktadır. Kristal yapısı detaylı olarak çalışılmıştır [6,7]. Potasyum alüminyum boratın yapısında potasyum (K^+) ile alüminyum (Al^{3+}) katyonları olduğu görülmektedir. Bu iki katyonun potasyum alüminyum borat bileşiğinin yapısında olması yüzeyini oldukça polarlaştırmaktadır. Bu çalışmayla potasyum alüminyum boratın adsorban özelliği bir spektrofotometre kullanılarak incelenmiştir.

1.1. SU KİRLİLİĞİ

Su kirliliği pratik bir şekilde şöyle tanımlanır: “Su kirliliği; su kütlesinin doğasını, kullanımını olumsuz yönde etkileyecek şekilde doğrudan veya dolaylı olarak değiştiren madde veya enerji formlarının eklenmesidir” [8].



1.2. BOYAR MADDE TÜRÜ VE KULLANIM ALANLARI

Boyalar; otomotiv, tekstil, kauçuk, plastik, gıda, kozmetik, ilaç, yenilebilirlik vb. olmak üzere hemen hemen tüm mevcut endüstrilerde kullanılmaktadır. Boya kullanan endüstriler ve kaynaklar doğrudan veya dolaylı olarak renkli atık sularını su kaynaklarına karıştırmaktadır. Bu şekilde güneş ışığının suya girmesini ve böylece fotosentezi engellemektedir. Tekstilde kullanılan boyaların çoğu, sudan ayrılmayı zorlaştıran benzen halkasına sahip organik boyalardır. Ayrıca bu maddelerin kontrolsüz kullanımı insan sağlığını etkileyerek kanser, genetik mutasyonlar, her türlü alerji vb. hastalıklara sebep olmakla birlikte ek olarak bitkiler ve hayvanlar da dâhil olmak üzere tüm ekosistem üzerinde olumsuz bir etki yaratmaktadır.

1.2.1. Boyaların Sınıflandırılması

Boyalar, kimyasal yapılarına veya kullanım şekillerine göre sınıflandırılabilir.

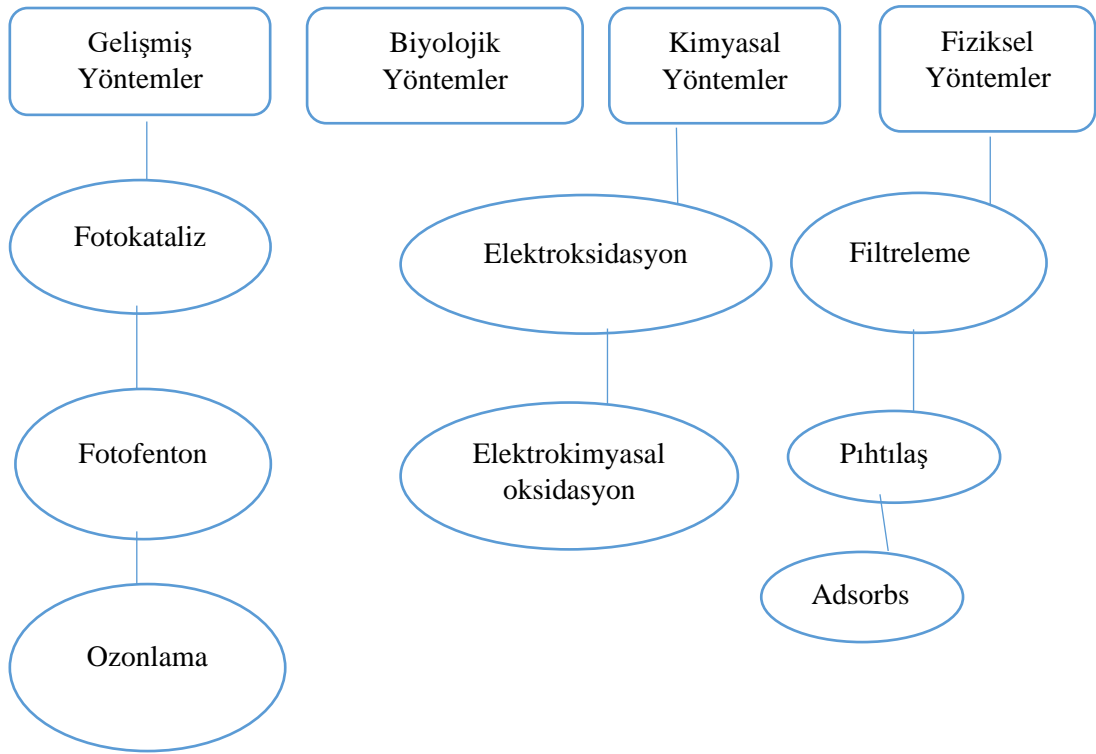
Boyaların kimyasal yapılarına göre sınıflandırılması aşağıdaki gibidir:

Boyalar kimyasal yapılarına göre azo boyalar, antrakinon, indigoid, triarilmetan, polimetin, ftalosiyenin, nitro, nitröz ve diğer boyalar gibi gruplara ayrılmaktadır [9].

BÖLÜM 2

SUDAN BOYA GİDERME YÖNTEMLERİ

Farklı endüstrilerde üretilen atık sulardan rengi uzaklaştırmak için kullanılan yöntem ve teknikler; çeşitli fiziksel ayırma ve kimyasal ayrıştırma mekanizmaları ile mantar, bakteri ve enzimler kullanılarak biyolojik bozunma yollarını içermektedir.[10]



Şekil 2.1. Sudan boya giderme yöntemleri

2.1. ADSORPSİYON

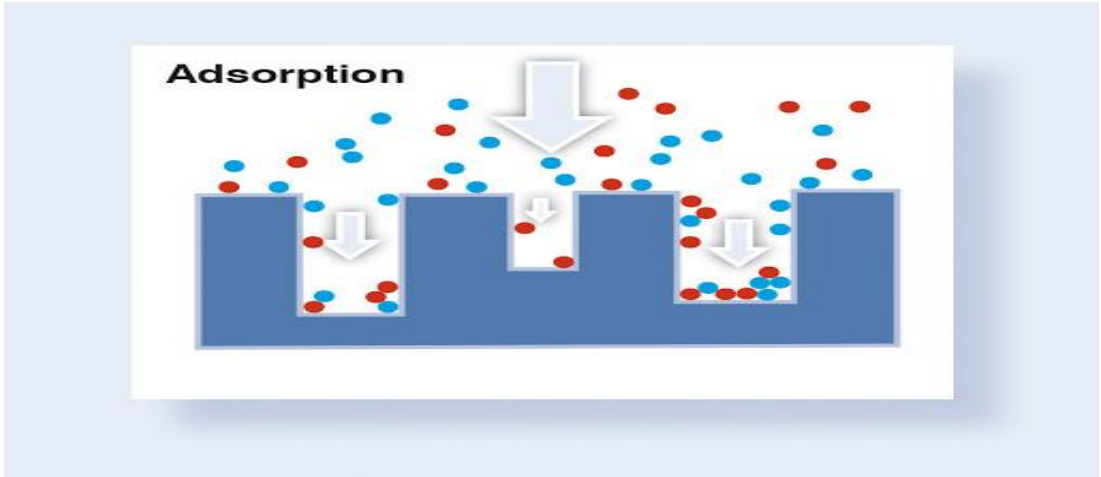
Adsorpsiyon, renkli atık suların arıtımı için yaygın olarak kullanılan bir yöntemdir. En etkili yöntem olarak kullanılan yüzey adsorpsiyonu sadece rengi yok etmekle kalmaz ayrıca atık sudaki çözünmüş organik madde konsantrasyonunu da azaltır.

Yüzeysel adsorpsiyonu, sıvı atıkla temas sırasında katı-sıvı arayüzünde madde birikimiyle ilgilendir.

Adsorpsiyon tekniğinin bağlı olduğu bazı faktörler arasında pH, sıcaklık, temas süresi, tanecik boyutu, adsorban ve boya-adsorban etkileşiminin yüzeyi yer alır. Daha önce kullanılan aktif karbon, farklı boya kategorilerini etkili bir şekilde çıkarmak için kullanılan en yaygın adsorbandır ancak ticari aktif karbon pahalı bir malzemedir. Bunun yerini son zamanlarda düşük maliyetli doğal ve atık malzemelerden elde edilen aktif karbon almıştır. Bunun yanında, çevre dostu ve uygun maliyetli bir alternatif elde etmek amacıyla yeni adsorbanlar üzerinde çalışılmış ve kullanılmıştır.

Adsorpsiyonda, bir fazdaki materyal başka bir materyalin (sıvı veya katı) yüzeyinde seçici gerçekleşmektedir [11].

Aşağıdaki şekilde, bir adsorpsiyon işleminin şekli görülmektedir.

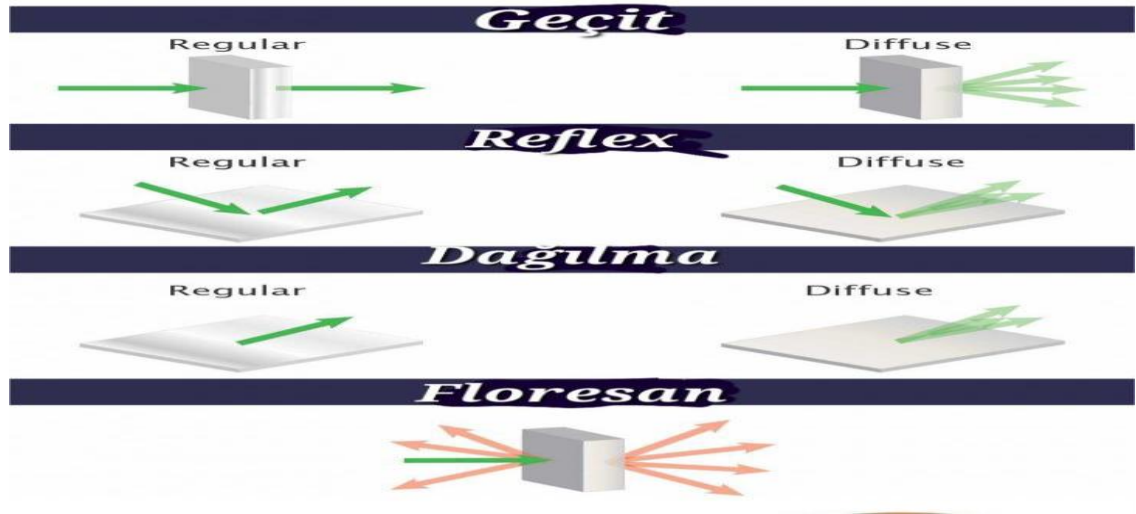


Şekil 2.2. Adsorpsiyon işlemi [11].

2.2. BU ARAŞTIRMADA KULLANILAN ANALİZ YÖNTEMLERİ

2.2.1. Spektrofotometri

Her kimyasal bileşik belirli dalga boylarındaki ışığı emer (absorbe) veya yansıtır ya da kırılmadan geçirir. Diğer bir tür ise malzemenin ışığı farklı yönlere dağıtmasıdır (Şekil 2.2). Işık, maddeden geçtiğinde bir kısmı emilmiş olur. Ayrıca, çözeltideki analitin konsantrasyonunun artırılmasıyla ışık emilimi miktarı da artar. Spektrofotometri, bir çözeltideki kimyasallar tarafından emilen ışık miktarını ölçmek için kullanılan yöntemdir. Bu yöntemde numunenin içinden bir ışık demeti geçer. Bir numunedeki bileşikler (çözeltideki bir analit gibi) belirli dalga boylarındaki ışığı emer. Absorbe edilen dalga boyları dışında kalan dalga boyları materyalin içinden geçer. Spektrofotometri yardımıyla numuneler niteliksel ve niceliksel olarak analiz edilebilir [12-15].



Şekil 2.3. Işık ve maddenin etkileşiminin türleri [15].

2.2.2. İzosbestik Nokta

Spektroskopideki ilginç konulardan biri izosbestik noktadır. İzosbestik nokta, iki veya daha fazla türün absorpsiyon miktarının eşit olduğu spesifik bir dalga boyudur. Kimyada bu nokta, reaksiyon hızının incelenmesinde referans noktası olarak kullanılır. Bu yöntemde kullanılan alete “spektrofotometre” denir. Bu cihaz, analit tarafından absorbe edilen foton sayısını ölçer. Aslında bir maddedeki elektronlar ışık radyasyonu nedeniyle daha yüksek enerji seviyelerine doğru hareket eder. Bu olgu, ışığın madde tarafından emilmesi olarak bilinmektedir. Spektrofotometrede

numuneden geçen ışığın şiddeti ölçülür. Spektrofotometre, ışık kaynağının dalga boyu aralığına göre iki kategoriye ayrılır:

- 1) UV-VIS spektrofotometre: Bu cihazda ultraviyole (185-400 nm) ve görünür (400-700 nm) ışık kaynakları kullanılır.
- 2) IR spektrofotometre: Bu cihazda kızılötesi ışık kaynakları (700-14000 nm) kullanılır. Kızılötesi spektrofotometreler, ölçümlerdeki teknik gereksinimler nedeniyle tamamen farklıdır [12-15].

2.2.3. Spektrofotometri Teorisi

Küvetten geçen fotonların miktarı, küvetin uzunluğuna ve numunenin konsantrasyonuna bağlıdır. Numuneden geçen ışığın şiddeti bilinerek ışık iletim hızı hesaplanabilir. Geçirgenlik, ışığın numuneden geçen kısmıdır. Geçiş katsayısı aşağıdaki denklemler kullanılarak hesaplanabilir:

$$\text{Geçirgenlik}(T) = I_t/I_0 \quad (2.1)$$

Bu bakımdan I_0 başlangıç ışık şiddeti (ya da referanstan geçen ışık şiddeti), numuneden geçen ışık şiddetidir. Emilim ve iletim ilişkili olduğundan emilim miktarı aşağıdaki formülle elde edilebilir:

$$\text{Absorbans}(A) = -\log(T) = \log(I_t/I_0) \quad (2.2)$$

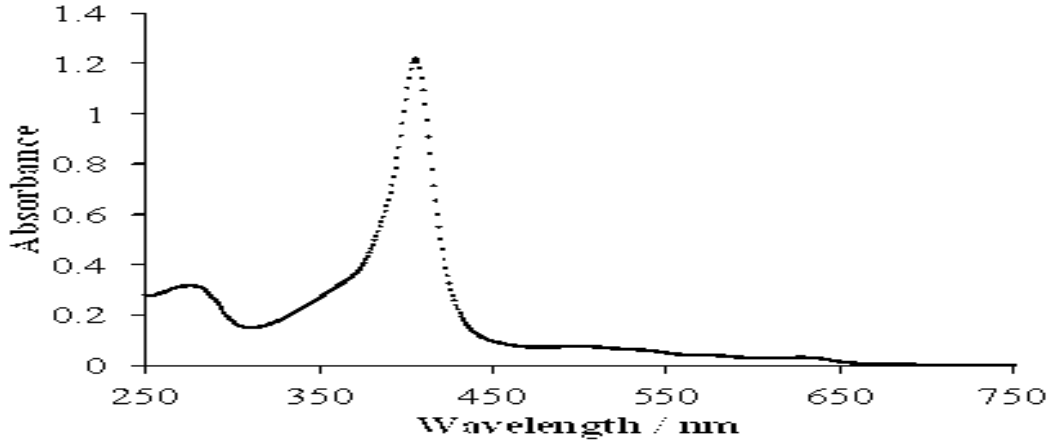
Beer-Lambert Yasası'na göre emilim hızı ve konsantrasyon doğrusal bir ilişkiye sahiptir. Bu ilişki şu şekilde ifade edilebilir:

$$A = \epsilon lc \quad (2.3)$$

Bu ilişkide A absorpsiyon miktarı, ϵ absorpsiyon katsayısı, l optik yolun uzunluğu (numune genellikle küvetin içine döküldüğü için genellikle küvetin uzunluğu olarak kabul edilir), c ise konsantrasyondur [12-15].

2.2.4. Spektrofotometrik Analiz

Önceki bölümde bahsedildiği gibi spektrofotometre malzemenin içinden geçen ışık miktarını gösterir. Bu cihaz, sonuçları, dalga boyunun bir fonksiyonu olarak absorpsiyon spektrumu, optik yoğunluk veya ışık iletimi olarak görüntüler. Absorpsiyon spektrumu genellikle daha fazla kullanılır. Absorpsiyon spektrumunda x eksenini dalga boyunu, y eksenini ise ışık absorpsiyon miktarını temsil eder [12-15].



Şekil 2.4. Absorpsiyon spektrumunun bir örneği [15].

2.2.5. X- Işını Kırınım (XRD) Analizi

XRD analizi veya X-ışını kırınımı (X-Işını Kırınımı), öncelikle kristal bir malzemenin fazını tanımlamak için kullanılan ve onun hakkında bilgi sağlayabilen hızlı bir analitik yöntemdir. XRD analizi; mineralleri, polimerleri, korozyon ürünlerini ve bilinmeyen malzemeleri değerlendirmek için kullanışlıdır.

XRD, kristal yapıyı inceleyerek malzemede bulunan kristalin fazını tanımlamak için kullanılır. Böylece, kimyasal bileşim bilgisi ortaya çıkarılmış olur. XRD analiziyle faz tanımlaması, elde edilen verilerin referans verilerle karşılaştırılması yoluyla gerçekleştirilir. Çoğu durumda XRD veya X-ışını kırınım testi numuneleri, çok ince tozlar hâlinde hazırlanan numuneler kullanılarak analiz edilir [12-15].

2.2.6. XRD veya X-ışını Kırınım Analizinin Zayıf ve Güçlü Yönleri

XRD veya X-ışını kırınımının güçlü yönleri dikkate alındığında bilinmeyen minerallerin tespitinde (20 dakikadan az) hızlı ve güçlü bir teknik olduğu söylenebilir. Bu yöntemde numunenin hazırlanması oldukça basittir ve çoğu durumda net ve doğru bir teşhise sahiptir, diğer yandan XRD'deki verilerin yorumlanması nispeten basittir ve karmaşık analiz gerektirmez.

Bu yöntemin zayıf noktalarından biri, bilinmeyen numunenin tercihen tek fazlı ve homojen olması ile sonuçların çıkarılması için standart kırınım desenleri kaynağına erişimin gerekli olmasıdır [12-15].

Bu yöntemde tercihen numunenin tamamen toz hâlinde olması gerekir, karışık numunelerde tespit limiti numunenin %2'sidir [12-15].

2.2.7. Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) Analizi

Taramalı elektron mikroskopu veya SEM, 1 ila 20 nm'den daha düşük bir çözünürlükle 10 ila 500.000 kat büyütülmüş yüzeyleri fotoğraflayabilen bir tür elektron mikroskopudur.

Taramalı elektron mikroskopu, nanoyapıların morfolojisini test etmek ve analiz etmek ve kimyasal bileşikleri tanımlamak için mevcut en uygun araçlardan biridir [12-15].

2.2.8. Kızılötesi Spektroskopi (FTIR) Analizi

FTIR analizi veya kızılötesi spektroskopi (Fourier Transform Infrared Spectrometer) katı, sıvı veya gaz bir maddenin emilen ya da yayılan kızılötesi spektrumunu elde etmek için kullanılan bir yöntemdir. FTIR analizi, geniş bir spektrum aralığında eş zamanlı olarak yüksek spektral çözünürlüklü verileri toplar. Bu, belirli bir zamanda dar bir dalga boyu aralığındaki yoğunluğu ölçen kırınım spektrometresine göre önemli bir avantajdır.

Bu işlemde numuneye 100 ila 10000 cm^{-1} aralığında kızılötesi ışınlar ışınlanır. Bu ışınların bir kısmı emilir, bir kısmı da numunenin içinden geçer. Emilen ışınlar örnek moleküller tarafından dönme ve titreşim enerjisine dönüştürülür. Son olarak son sinyaller dedektör tarafından 400 ila 4000 cm^{-1} aralığında görüntülenir [12-15].

Avantajları şunlardır:

- 1) Katı, sıvı, gaz, yarı katı, toz ve polimerler bu teknik yardımıyla analiz edilebilir.
- 2) Zirvenin konumu, yoğunluğu ve genişliği fonksiyonel grubun türü hakkında faydalı bilgiler verir.
- 3) Hızlı, kolay, ucuz ve hassastır (maddenin mikrogramını bile tespit edebilir).

Dezavantajlar şunlardır:

- 1) Atomların veya iyonların kızılötesi spektrumu yoktur.
- 2) Cl_2 , Br_2 vb. polar veya ikili moleküllerin kızılötesi spektrumu yoktur.
- 3) Karmaşık bileşikler ve sulu çözeltiler kızılötesi analizde karmaşık analizlere sahiptir.

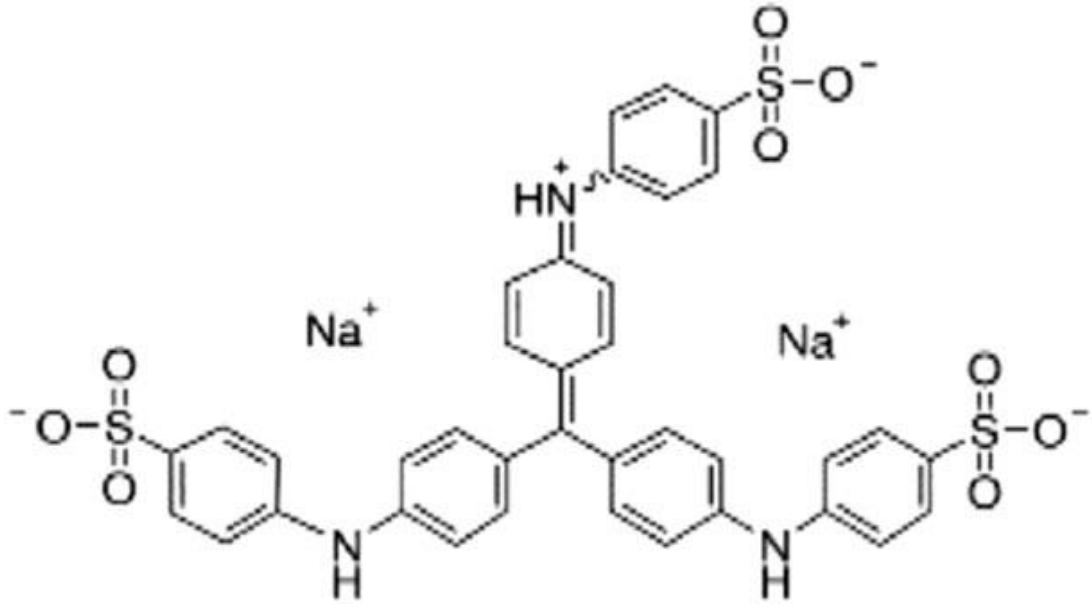
Uygulamalar alanları şunlardır:

Çevre, gıda, ilaç ve suç tespiti gibi alanlarda kullanılmaktadır. [12-15].

2.3. DENEYLERDE KULLANILAN BOYAR MADDELER

2.3.1. Metil Mavisi ve Kullanım Alanları

Metil mavisi, $\text{C}_{37}\text{H}_{27}\text{N}_3\text{Na}_2\text{O}_9\text{S}_3$ moleküler formülüne sahip kimyasal bir bileşiktir. Histolojide leke olarak kullanılır ve doku kesitlerinde kollajen mavisini boyar. Mallory bağ dokusu lekesi ve Gomori trikrom lekesi gibi bazı diferansiyel boyama tekniklerinde ve mikrobiyal yakıt hücrelerinde elektron transferine aracılık etmek için kullanılabilir. Mantar hücre duvarları da metil mavisi ile boyanır [16-18].



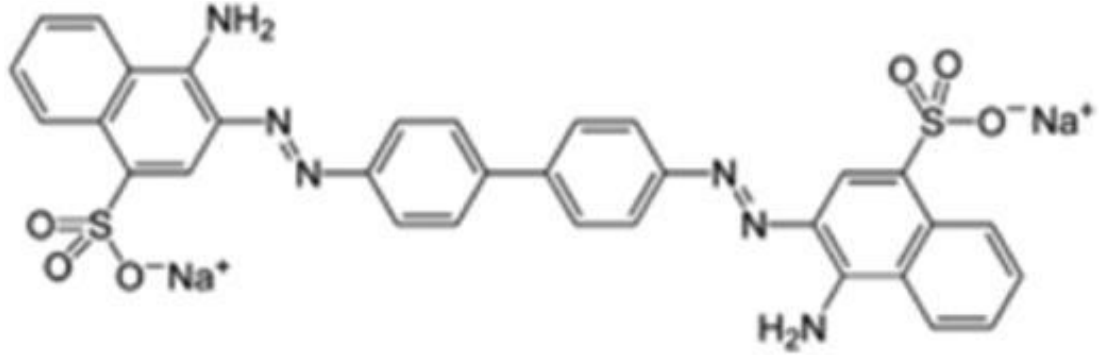
Şekil 2.5. Metil mavisi kimyasal yapısı.

2.3.2. Kongo Kırmızısı ve Kullanım Alanları

Kongo kırmızısı, organik bir bileşiktir. Kimyasal formülü $C_{32}H_{22}N_6Na_2O_6S_2$ olan bir sodyum tuzudur. Kongo kırmızısı, bir azo boyadır. Kongo kırmızısı suda çözünür ve kırmızı bir koloidal çözelti verir, organik çözücülerde çözünürlüğü daha fazladır.

Kongo kırmızısı ilk olarak 1883'te Almanya, Elberfeld'deki Friedrich Bayer Company'de çalışan Paul Böttiger tarafından sentezlendi.

Kongo kırmızısının kullanımı kanserojen aktiviteleri nedeniyle sınırlandırılmıştır. 3,0-5,2 pH aralığında rengi maviden kırmızıya değişmesi nedeniyle, Kongo kırmızısı pH indikatörü olarak kullanılabilir. Ayrıca, Kongo kırmızısı, histoloji ve mikroskopide amiloidozda boyama için, bitki ve mantarların hücre duvarlarında ve gram-negatif bakterilerin dış zarında kullanılır [16-18].



Şekil 2.6. Kongo kırmızısı kimyasal yapısı.

2.4. LİTERATÜR ÖZETİ

Yi Feng ve arkadaşları, gözenek boyutunu ve yüksek yüzey alanını kolayca ayarlama yeteneğinden ve adsorpsiyon kapasitesinden dolayı, bir tür kristal gözenekli malzeme olan metal-organik çerçeveleri (MOF'ler) kullanarak metil mavisi adsorbanını test ederler ve bu malzemelerin orta düzeyde etki gösterdiğini iddia ederler [19].

Maciej Fronczak ve arkadaşları, sodyum katkılı grafit karbon nitrürün absorpsiyon performansını, metil mavisinin giderilmesi ve deneylerinde kullanılan sodyumla ilişkisini olarak araştırmışlardır. Araştırmalarına göre, grafit karbon nitrürdeki sodyum, absorpsiyon kapasitesinde önemli bir iyileşmeye yol açar. Metil mavisinin maksimum kapasitesi, ticari aktif karbonunkinden en az 8 kat daha yüksektir. Ayrıca, araştırmaya göre çağrı kapasitesi beş dakikanın altındadır, bu da oldukça uygun bir süredir [20].

Mingyu Liu ve arkadaşları, Metil mavisi ve Kongo kırmızısının emilim süreci için ceviz kabuğunu kullanırlar. Bu testte metil mavisi adsorpsiyon miktarının 318 K sıcaklıkta 80,4 mg/g olup prosesin endotermik olduğunu belirtmişlerdir. Bu araştırmaya sonucuna göre, ceviz kabuğunun adsorpsiyon potansiyeli yüksek olup atık sulardan renk gideriminde kullanılabileceğini söylemişlerdir. [21].

R.M. Mohamed ve arkadaşları, sulu ortamdan metil mavisini adsorbe etmek için magnezyum oksit kullanmışlar ve ayrıca adsorbanın yüzey özelliklerini geliştirmek

için nikel kullanmışlardır. Adsorpsiyon miktarı 367 mg/g olması, kullanılan malzemelerin yüksek adsorpsiyon performansına işaret ettiğini göstermektedir [22].

Ijaz Hussain ve arkadaşları azotla zenginleştirilmiş karbon levha kullanmışlar ve test sonuçlarını şu şekilde belirtmişlerdir: Langmuir izoterm modeline sahip NECS'de a-MB adsorpsiyonu en yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahiptir (847 mg/g). NECS'nin hassas olduğunu belirtmek gerekir. a-MB boyasının adsorpsiyon verimliliğine göre pH davranışı, çözeltinin pH'ı 10'dan 2'ye düştüğünde adsorpsiyon kapasitesinin aniden 34'ten 701 mg/g'ye yükseldiğini göstermiştir [23].

Ai-Lun Chang ve arkadaşları, adsorban özelliklerini geliştirmek için Ba-La-Ti oksit (BLTO) ve diğer metalleri kullanmışlar ve son olarak uygun metal modifikasyonlarıyla MB giderimi ve çevresel iyileştirme için bir adsorban olarak BLTO'yu kullanmışlardır [24].

Wu Zhaozhao ve arkadaşları Baryum fosfat kompozitlerini adsorban olarak kullanmışlar ve adsorpsiyonun doğrudan pH artışıyla ilişkili olduğunu iddia etmişlerdir [22].

Rahul Shukla ve arkadaşları yeni bir kobalt oksit adsorbanı sentezlemişler ve bunu congo Red, Orange G, Indigo carmine ve metil mavisi dâhil olmak üzere dört anyonik boya üzerinde test etmişler, yazılarına göre Kongo kırmızısı en yüksek adsorpsiyon oranını göstermiştir [26].

Kshaf Azama ve meslektaşları metil mavisi ve metil turuncu boyaalarını ayırmak için pirinç kabuğu aktif karbonunu kullanmışlar ve otuz dakika içinde mavi ortamdan metil mavinin %82'sini ve metil turuncunun %98,5'ini adsorbe etmeyi başarmışlardır [27].

Weina Mu ve arkadaşları biyokömür hazırlamak ve metil mavisini adsorbe etmek için mısırın farklı kısımlarını kullanmışlar ve adsorpsiyon oranının adsorban miktarına bağlı olduğunu iddia etmişlerdir [28].

Maryam Hasani ve arkadaşları poliklorür kullanarak mavi asidin absorpsiyon sürecini incelemişler ve poliklorür ile boya giderimi için en uygun pH aralığının 6-8 arasında olduğunu ve bu koşullar altında 40mg/L polipolimer klorür kullanıldığında miktarın %83'ten fazla olduğunu belirtmişlerdir [29].

Amir Asadpour Abadeh ve arkadaşları, metil mavisi boya çözeltisinin renk giderimini araştırmışlar ve elde ettikleri sonuçlar, çözeltinin başlangıç pH'ının diğer faktörlerle karşılaştırıldığında en etkili ve istenen parametrelerde olduğunu göstermişlerdir. Renk giderimi için optimize edilmiş koşulları pH 8, renk konsantrasyonu 15 ppm, nanozeolit adsorban miktarını - 0,5X g ve temas süresini 2 dakika olarak belirlemişlerdir [30].

Khashayar Badiei ve arkadaşları asit mavisi 25 (AB 25) boyasının diatomit üzerinde sulu ortamdan adsorpsiyonunu araştırmışlardır. Maksimum renk giderimi asidik koşullarda özellikle pH 2'de elde edilmiş ancak endüstriyel amaçlar için pH 8'i daha uygun bulmuşlardır. Onlara göre, başlangıç konsantrasyonunun artmasıyla renk giderme yüzdesi azalmıştır. Ayrıca, araştırmaları, sıcaklığın artırılmasının renk giderme yüzdesini artırdığını göstermiştir. pH 2, sıcaklık 25 ± 1 °C, karıştırma hızı 200 rpm, boyanın başlangıç konsantrasyonu 50 mg/L ve karıştırma süresi 300 dakika olan ham diatomit kullanılarak sulu çözeltiden AB 25 boyasının maksimum uzaklaştırma yüzdesini ifade etmiştir [31].

Junaidi H Samat ve arkadaşları, araştırmalarında muz kabuğu (BP) ve durian (DP) dâhil olmak üzere tarımsal atıkların sulu çözeltisini kullanmışlardır. AB25'in BP ve DP'deki maksimum emilim kapasitesi sırasıyla 70,0 ve 89,7 mg/g olmuştur. Araştırmaya göre ortamın pH'ı arttıkça adsorpsiyon kapasitesi azalmıştır [32].

Kongo kırmızısının sularda neden olduğu kirliliğin önemi nedeniyle bugüne kadar çeşitli araştırmalar yapılmıştır. Khaoula Litefti ve arkadaşları, çam kabuğu ve FTIR spektroskopisini kullanarak Kongo kırmızısının çam kabuğu tarafından sudan emilim kapasitesini 0,3 ila 1,6 mg/g arasında belirlemişler ve denge adsorpsiyon yüzdesinin %23,4 ila %100 arasında olduğunu belirtmişlerdir. Adsorban dozu, sıcaklık ve pH'a bağlıdır [33].

Wycliffe Chisutia Wanyonyi ve arkadaşları, crassipes'in kuru kökünü kullanarak Kongo kırmızısı adsorpsiyon işlemini gerçekleştirmişler ve adsorpsiyon işleminin 90 dakikalık temas süresiyle güzel bir verime (yaklaşık %96) sahip olduğunu açıklamışlardır. Araştırmaya göre E. crassipes kökleri; etkili, çevre dostu ve ucuzdur [34].

Abdellah Dbik ve arkadaşları, adsorpsiyon için safran tonikleri kullanmışlar ve adsorpsiyon sürecinin büyük ölçüde adsorbanın kütlesine bağlı olduğunu fark etmişlerdir. Ayrıca, araştırmaya göre en iyi temas süresi 60 dakika ve adsorpsiyon verimliliği %68'e kadar çıkmaktadır. Verileri, Langmuir izotermine uyarlanmıştır [35].

Mehmet Semih yaptığı bir araştırmada kitosan ve bor nitrür kombinasyonunu kullanarak Kongo kırmızısının gideriminde adsorban miktarı, pH ve temas süresinin etkilerini araştırmıştır. Bu araştırmaya göre 0,1 g adsorban kütlesi, pH 7, 60 dakika koşullarında %99,58'lik maksimum giderim elde edilmiştir [36].

Mostafa R. ve arkadaşları araştırmalarında bentonit ve kitosan kompozitiyle XRD, SEM, HRTEM ve FTIR desenlerini kullanmışlar ve 480 dakika sonra Kongo kırmızısı boyasının yaklaşık 250 mg/g kadar yüksek adsorplama özelliğini fark etmişlerdir [37].

Bilal Acemioğlu araştırmasında, Kongo kırmızısının çözeltilerden adsorpsiyonu, kalsiyum açısından zengin, farklı temas süresi, konsantrasyon, sıcaklık ve pH'a sahip uçucu kül kullanılarak yapmıştır. Külün birim ağırlığı başına emilen renk miktarı, artan konsantrasyon ve sıcaklıkla fazlalaşırken artan pH ile bir miktar azalmıştır. Çalışılan koşullarda adsorpsiyon verimi %93 ila %98 arasındadır [38].

Abbas Afkhami ve arkadaşları tarafından yazılan makalede, maghemit nanopartiküllerinin diğer birçok adsorbanla karşılaştırıldığında en yüksek CR adsorpsiyon kapasitesine sahip olduğunu ve bunun atık sudaki CR giderimi için adsorpsiyon verimliliğini artırmanın iyi bir yöntem olabileceğini göstermiştir. Maksimum adsorpsiyon işlemi pH 5.9'da meydana gelmiştir [39].

Gülay Bayramođlu ve arkadaşları, *Funalia trogii* mantarının doğal biyokütlesi, iminodiasetik asit ve modifiye trietilentetraminini kullanarak yaptıkları arařtırmaya göre, doğal Zn CRD, karboksil ve amin grubu ile modifiye edilmiş mantar biyokütlesi pH 5,0'da elde edilmiştir. Adsorban örnekleri üzerinde adsorbe edilen boya miktarı, çözeltideki CRD'nin başlangıç konsantrasyonunun 200 mg/L'ye çıkarılmasıyla artmıştır [40].

Meriem Belhachemia ve arkadaşları yaptıkları arařtırmada, Kongo kırmızısını adsorbe etmek için hurma çekirdeklerini ve ardından ısıl işlemleri kullanmışlar ve oksijenin uzaklaştırılması ve ısının artırılmasının adsorpsiyon sürecini iyileştirdiğini göstermişlerdir [41].

Mohammad Foroughi-Dahr ve arkadaşları Kongo kırmızısını adsorbe etmek için çay atıklarını kullanmışlar ve adsorbanın fiziksel işlemleriyle adsorpsiyon veriminin 32,26'dan 43,48 mg/g'a yükseldiğini gözlemlemişlerdir [42].

Zichao Li ve arkadaşları, Metilen mavisi ve Kongo kırmızısını adsorbe etmek için ceviz kabuğunda aktif karbon kullanmışlar ve boya moleküllerinin adsorbanlar üzerindeki adsorpsiyon yönelimlerinin toplanma sürecinin sıcaklığa ve sistemlerin doğasına bađlı olarak deđiřtiđini göstermişlerdir [43].

A. Mahapatra ve arkadaşları, histertermal yöntemle demir ve alüminyum oksit ($Fe_2O_3-Al_2O_3$) karışımından oluşan nanokompozitleri sentezlemişler ve g- $Fe_2O_3-Al_2O_3$ fazları için maksimum 498 mg/g giderim kapasitesini ve ayrıca temas süresini göstermişlerdir. Renklendiricinin tamamen uzaklaştırılması 15 dakika olarak kaydedilmiştir [44].

Mohammad Saood Manzar ve arkadaşları, Kongo kırmızısını su ortamından uzaklařtırmak için yeřil kahve atığını kullanmışlardır. En iyi adsorpsiyonun 4 ila 6 arasındaki pH aralığında sađlamışlardır [45].

Venkata Subbaiah ve arkadaşları, Kongo kırmızısı boyasını adsorbe etmek için modifiye edilmiş portakal kabuğunu kullanmış ve farklı sıcaklıklarda adsorbe kapasitesinin 107, 144 ve 163 arasında olduğunu tespit etmişlerdir [46].

Venkata Subbaiah ve arkadaşları, adsorpsiyon işlemi için hindi mantarı (*Trametes versicolor*) ve bir tür ucuz mantar biyokütlesi kullanarak deneyi farklı sıcaklık ve basınçlarda tekrarlamışlar ve adsorpsiyon kapasitesinin 303 ila 415,7 mg/g arasında elde edildiğini görmüşlerdir [47].

Reza Nodehi ve arkadaşları, doğal ve katyonik yüzey aktif maddeyle modifiye edilmiş klinoptilolit kullanarak Kongo kırmızısının maksimum adsorpsiyon kapasitesinin, doğal ve katyonik Langmuir izotermiyle modifiye edilmiş klinoptilolit için sırasıyla 16.92 ve 200 mg/g'a ulaşabileceğini göstermişlerdir [48].

Ali Tor ve arkadaşları, bu boyayı sudan çıkarmak için asitle aktifleştirilen kırmızı çamuru kullanmışlar ve boya çözeltisinin pH'ının boya moleküllerinin kimyasını güçlü bir şekilde etkilediğini, sulu bir çözeltide kırmızı çamuru aktif hâle getirdiğini fark etmişlerdir. Bu araştırmaya göre aktif kırmızı çamurun emilmesi için etkili pH 7,0 ve en iyi temas süresi 90 dakikadır [49].

Youzhou Zhou ve arkadaşları, işlenmiş karides kabuğunu kullanarak adsorpsiyon işlemini gerçekleştirmiş ve 288,2 mg/g Langmuir izotermine göre en yüksek adsorpsiyon kapasitesini elde etmişlerdir [50].

Reza Forotani ve meslektaşları adsorban olarak polianilin-demir oksit manyetik nanokompoziti kullanmışlar ve nanokompozit adsorbanın pH'ını düşürerek uzaklaştırma yeteneğinin olduğunu kanıtlamışlardır. Yazılarında, sıcaklığın artmasıyla birlikte 0,1 gram nanokompozit emicinin yüzde doksanın üzerinde giderim oranından bahsetmişlerdir [51].

BÖLÜM 3

MALZEMELER VE YÖNTEMLER

Atık sudan Metil mavisi ve Kongo kırmızısı maddelerinin uzaklaştırılması için adsorpsiyon yöntemi kullanılmıştır. Metil mavisi ve Kongo kırmızısı boyar maddelerinin saf toz halleri deneylerde kullanılmıştır. Adsorban ($K_2Al_2B_2O_7$) laboratuvar ortamında bir fırında ısıtılma işlemi sonucu sentezlenmiştir.

Adsorpsiyon işleminin sonucunda Metil mavisi ve Kongo kırmızısı boyar maddelerinin konsantrasyonunu ölçmek için SHIMADZU UV 1800 model bir spektrofotometre kullanılmıştır.

Adsorpsiyon deneylerinde, Hettichzentrifugen model ofifix 32A model santrifüj cihazı, DLAB MS H280 pro model magnetik karıştırıcı, preci XB 220A model hassas terazi ve GFL 2001/4 model saf su cihazı kullanılmıştır.



Şekil 3.1. Deneylerde kullanılan bazı kimyasal maddeler.

3.1. ADSORBAN SENTEZİ

Deneyleerde adsorban olarak formülü $K_2Al_2B_2O_7$ olan bir alüminyum borat bileşigi kullanılmıştır. Bu bileşigi sentezlemek için yanma (combustion) sentez yöntemi kullanılmıştır. Sentez için KNO_3 , $Al(NO_3)_3 \cdot 9H_2O$, H_3BO_3 , ve $CO(NH_2)_2$ kimyasalları kullanılmıştır. İlk önce bu bileşikler stokiyometrik oranlarda bir analitik terazide tartılmıştır. Tartılan kimyasallar bir porselen kapsülde karıştırılmıştır. Daha sonra bu karışım az miktarda saf suyla çözülmüştür. Çözülen karışım çözeltisinin suyu $150\text{ }^\circ\text{C}$ 'ta buharlaştırılmıştır. Daha sonra $500\text{ }^\circ\text{C}$ 'taki fırın içinde 15 dakika bekletilmiştir. Fırından çıkarılan porselen kapsül içindeki toz karışım öğütölüp homojen hâle getirilmiştir. Sonra alumina kayıkçık içine yerleştirilmiştir. Bu kayıkçık fırına konulup $850\text{ }^\circ\text{C}$ 'ta 6 saat bekletilmiştir. Bu işlem sonrası soğuyan toz malzeme, karakterizasyona gönderilmiştir.



Şekil 3.2. Fırına yerleştirildikten ve sentezlendikten sonra adsorbanın görünümü.

3.1.2 Adsorbanın Karakterizasyonu

Sentezlenen malzemenin karakterizasyonu, X-ışını kırınımı (XRD) ve infrared spektrum cihazlarıyla analiz edilmiştir. Bunun için Eskişehir Osmangazi Üniversitesi Merkezî Araştırma Laboratuvarındaki Panalytical EMPYREAN marka XRD cihazı ve Perkin Elmer Spectrum Two marka FTIR cihazı kullanılmıştır.

3.2. BOYAR MADDE ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI

Deneyleerde kullanılmak üzere 0,25 gram Kongo kırmızısı ve Metil mavisi boyar maddeleri ayrı ayrı hassas terazide tartılıp saf suda çözülmüştür. Daha sonra bu çözeltiler ayrı ayrı balonjojelerde 1000 mL'ye tamamlanmıştır. Elde edilen çözeltiler, 250 mg/L (250 ppm) Kongo kırmızısı ve metil mavisi stok çözeltileridir. 250 ppm Kongo kırmızısı stok çözeltisi kullanılarak 5, 10, 20 ve 40 ppm'lik çözeltiler hazırlanmıştır. Bu çözeltilerin 499 nm dalgaboyundaki absorbans değerleri kullanılarak kalibrasyon grafiği çizilmiştir (Şekil 3. 14). Sonra, stok metil mavi çözeltisi kullanılarak 10, 30, 40, 60 ve 75 ppm'lik metil blue çözeltileri hazırlanmıştır. Bu çözeltilerin 590 nm dalga boyundaki absorbans değerleri kullanılarak kalibrasyon grafiği çizilmiştir (Şekil 3.22).

3.3. ADSORPSİYON DENEYLERİ

Adsorpsiyon deneyleri, iki farklı boyar madde (Kongo kırmızısı ve Metil mavis) ve iki farklı parametre (adsorban madde miktarı ve temas süresi) kullanılarak 250 rpm karıştırma hızında sabit pH ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir. Çalışmada yapılan adsorpsiyon deneylerinin detaylı yapılışı çizelgelerde verilmiştir.



Şekil 3.3. Balonjojelerdeki standart Kongo kırmızısı çözeltileri.



Şekil 3.4. Manyetik karıştırıcılar.



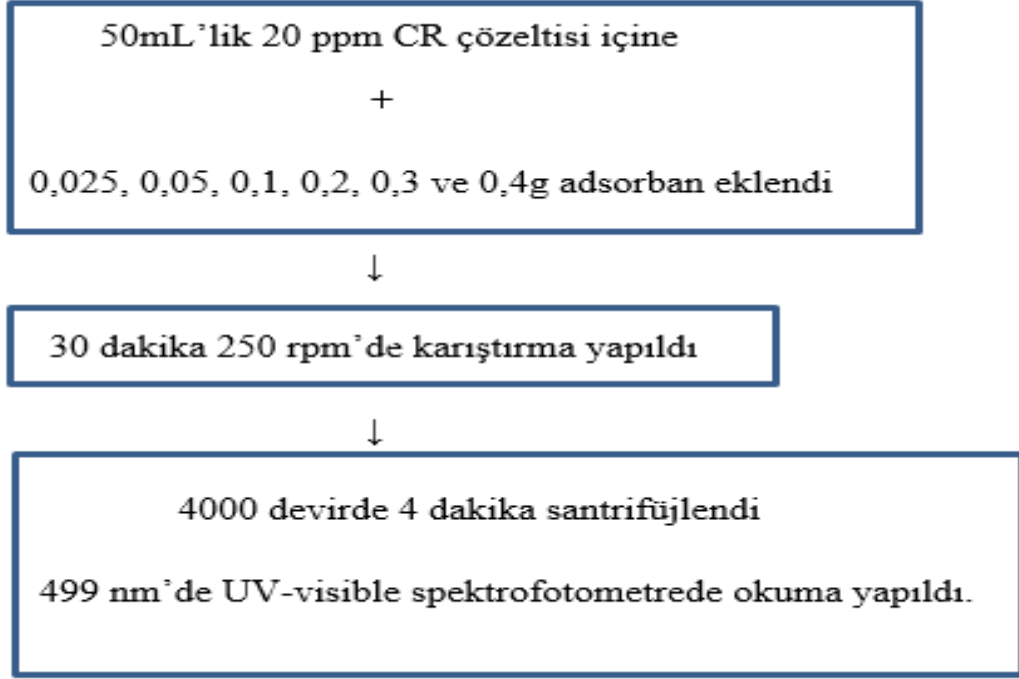
Şekil 3.5. Santrifüj cihazı.



Şekil 3.6. Deneyde kullanılan spektrofotometre

3.4. KONGO KIRMIZISI BOYAR MADDESİNE ADSORBAN MİKTARININ ETKİSİ

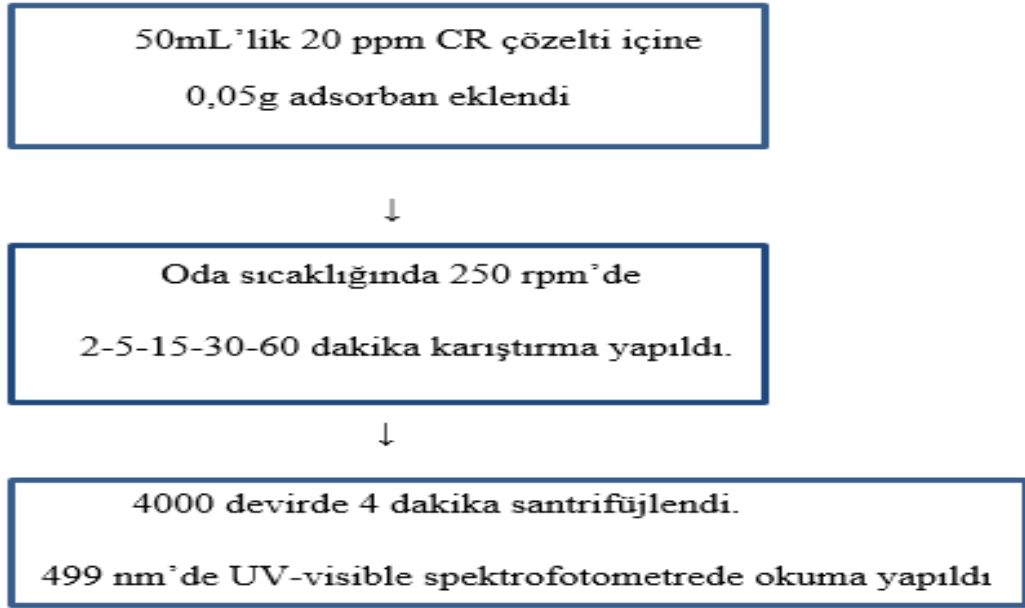
Altı farklı adsorban miktarı kullanılarak (0,025; 0,05; 0,1; 0,2; 0,3 ve 0,4g) 20 ppm, Kongo kırmızısı (CR) çözeltisi kullanarak 250 rpm karıştırma hızında sabit pH ve oda sıcaklığında deneyler yapılmıştır. Yapılan deneylerin akış diyagramı Şekil 3.7’de gösterilmiştir.



Şekil 3.7. Kongo kırmızısı boyar maddesine adsorban miktarının etkisi deneylerinin işlem basamakları.

3.5. KONGO KIRMIZISI BOYAR MADDESİNE TEMAS SÜRESİNİN ETKİSİ

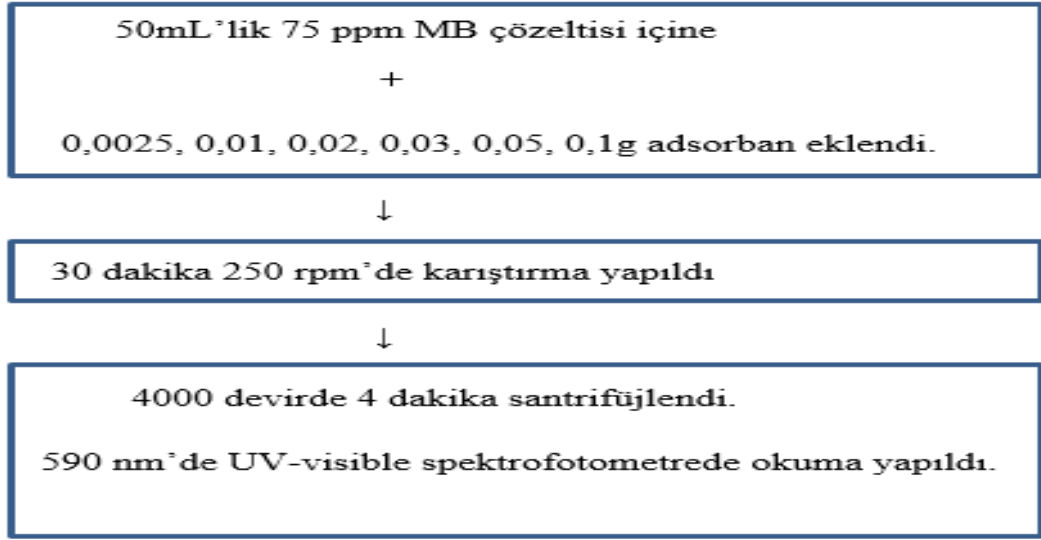
Kongo kırmızısı çözeltisi 20 ppm başlangıç konsantrasyonu üzerine 0,05g adsorban kullanılarak 2-60 dakika zaman aralığında adsorpsiyon işlemi yapılmıştır. Deneyler 250 rpm karıştırma hızında sabit pH ve oda sıcaklığında yapılmıştır. Yapılan deneylerin akış diyagramı Şekil 3.8' de gösterilmiştir.



Şekil 3.8. Kongo kırmızısı boyar maddesine temas süresinin etkisi deneylerinin işlem basamakları

3.6. METİL MAVİSİ BOYAR MADDESİNE ADSORBAN MİKTARININ ETKİSİ

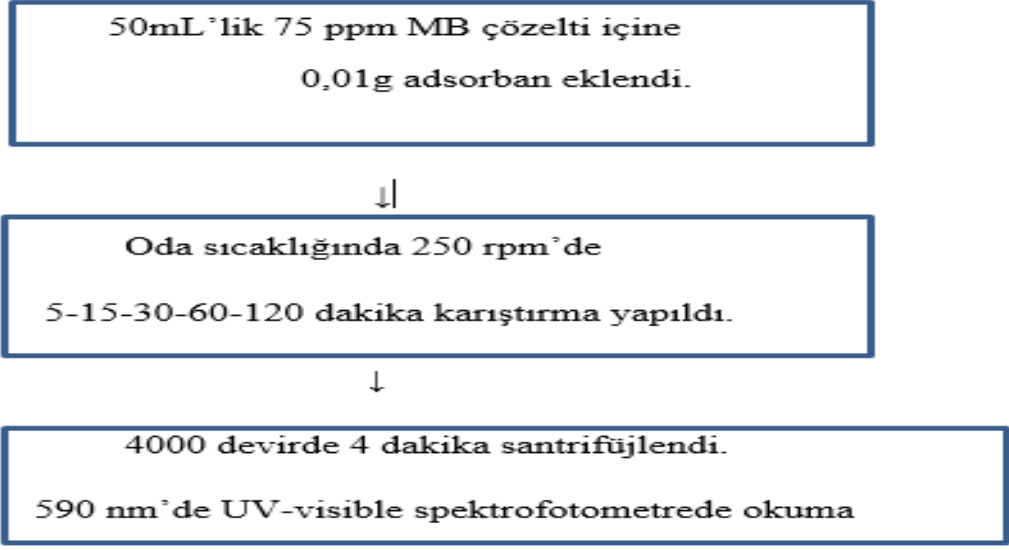
Altı farklı adsorban miktarı kullanılarak (0,0025; 0,01; 0,02; 0,03; 0,05 ve 0,1g) 75 ppm metil blue (MB) çözeltisi kullanılarak 250 rpm karıştırma hızında sabit pH ve oda sıcaklığında deneyler yapılmıştır. Yapılan deneylerin akış diyagramı Şekil 3.9'da gösterilmiştir.



Şekil 3.9. Metil mavisi boyar maddesine adsorban miktarının etkisi deneylerinin işlem basamakları

3.7. METİL MAVİSİ BOYAR MADDESİNE TEMAS SÜRESİNİN ETKİSİ

Metil mavisi (MB) çözeltisi 75 ppm başlangıç konsantrasyonu üzerine 0,01g adsorban kullanılarak 5-120 dakika zaman aralığında adsorpsiyon işlemi yapılmıştır. Deneyler 250 rpm karıştırma hızında sabit pH ve oda sıcaklığında yapılmıştır. Yapılan deneylerin akış diyagramı Şekil 3.10'da gösterilmiştir.

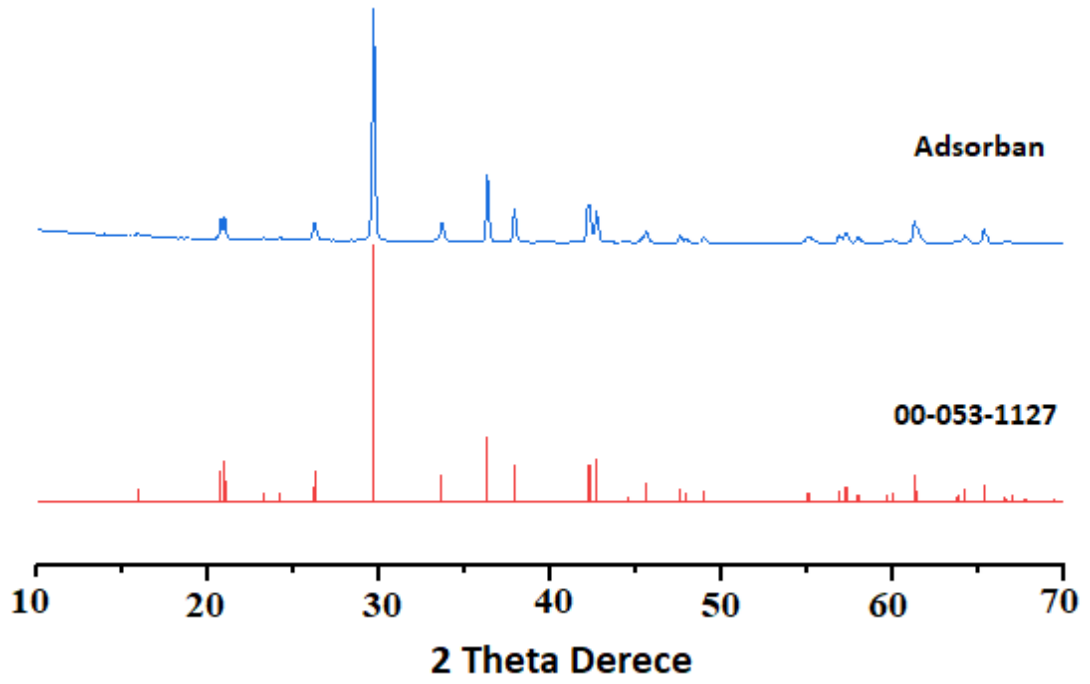


Şekil 3.10. Metil mavisi boyar maddesine temas süresinin etkisi deneylerinin işlem basamakları.

3.8. ARAŞTIRMA BULGULARI VE TARTIŞMA

3.8.1 X-Işını Kırınımı (XRD) Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

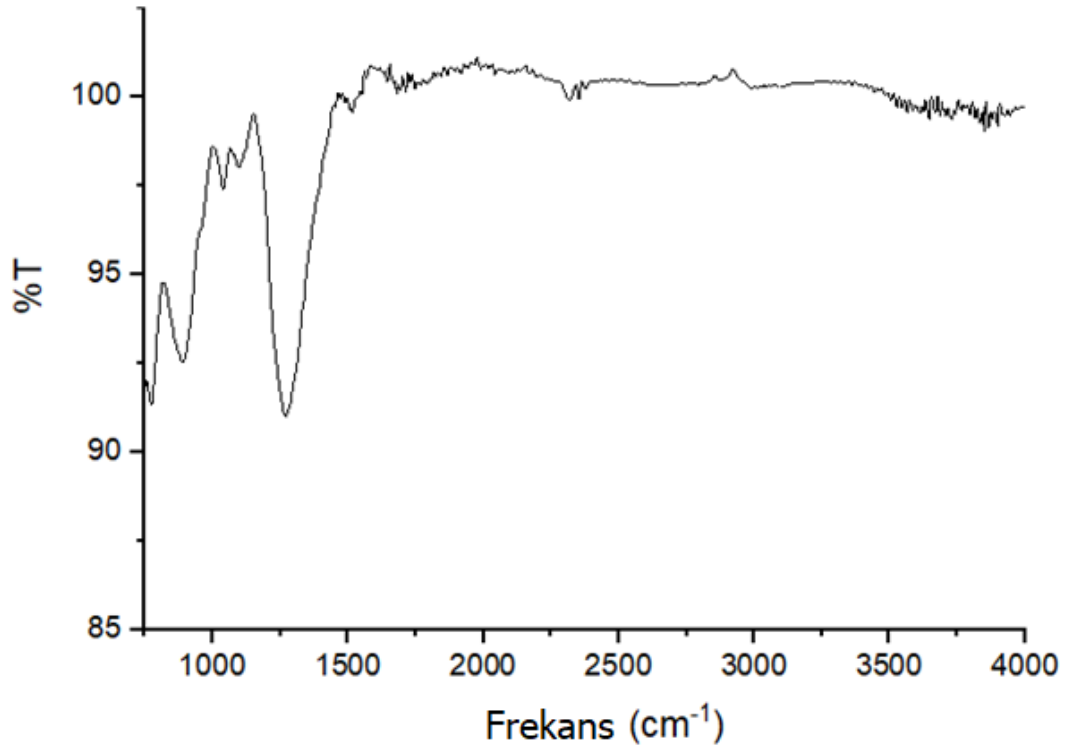
Şekil 3.11’de sentezlenen adsorban olan $K_2Al_2B_2O_7$ malzemesinin X-ışını kırınımı desenini göstermektedir. Kıyaslama yapmak için standart $K_2Al_2B_2O_7$ (Kart No: 00-053-1127) malzemesiyle verilmiştir. Şekilde de görüldüğü gibi sentezlenen malzemenin X-ışını kırınımı pikleri standart $K_2Al_2B_2O_7$ (Kart No: 00-053-1127) ile uyumludur. Böylece, sentezlenen adsorbanın $K_2Al_2B_2O_7$ malzemesi olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 3.11 Sentezlenen adsorbanın ($K_2Al_2B_2O_7$) X-ışını kırınım (XRD) diyagramı

3.8.2 İnfrared Spektrum (FTIR) Analiz Sonuçlarının Değerlendirilmesi

Şekil 3.12’de sentezlenen $K_2Al_2B_2O_7$ malzemesinin infrared spektrumunu göstermektedir. Şekilde görüldüğü gibi üç keskin pik görülmektedir. 1250 cm^{-1} civarındaki keskin pik, BO_3 grubunun gerilme hareketini göstermektedir. Ayrıca 950 cm^{-1} civarındaki pik ise AlO_4 grubunun gerilme hareketini göstermektedir. Son olarak bu piklerden $700\text{-}800\text{ cm}^{-1}$ aralığında olan B-O düzlemsel pikini göstermektedir [52-55].



Şekil 3.12. Sentezlenen adsorbanın ($K_2Al_2B_2O_7$) infrared (FTIR) spektrumu

3.8.3. Kongo Kırmızısı Boyar Maddesine Adsorban Miktarının Etkisi

Şekil 3.16 ve 3.17 ile Çizelge 3.2 ve 3.3'te görüldüğü gibi adsorban miktarının 0,025 gramdan 0,4 grama çıkarılmasıyla çözelti konsantrasyonu 16,27'den 11,1'e düşmüş ve bunun sonucunda adsorpsiyon verimi yüzdesi 18,65'ten 44,5'e yükselmiştir. Bu nedenle adsorban miktarının artırılmasının adsorpsiyon veriminin artmasıyla doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılabilmektedir.

3.8.4. Kongo Kırmızısı Boyar Maddesine Temas Süresinin Etkisi

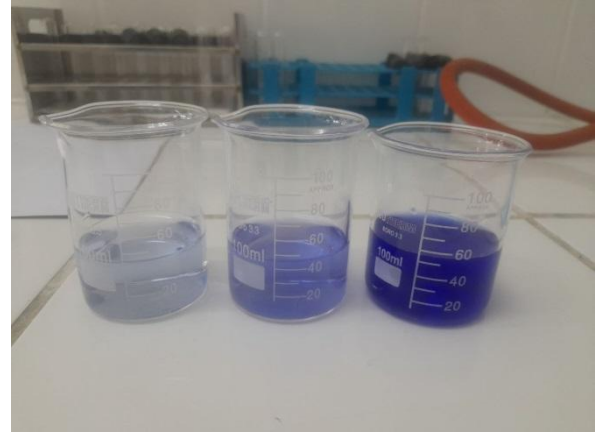
Deney, 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi üzerinde 60, 30, 15, 5 ve 2 dakika olmak üzere farklı temas sürelerinde 0,05 gram adsorban ilave edilerek tekrarlanmış ve temas süresinin 60 dakikadan 2 dakikaya düşürülmesiyle, adsorpsiyon miktarı 5,68'den 1,9'a düşmüştür. Dolayısıyla temas süresinin adsorban miktarıyla doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılabilir (Şekil 3.18, 3.19 ve Çizelge 3.4,3.5).

3.8.5. Metil Mavisi Boyar Maddesine Adsorban Miktarının Etkisi

75 ppm'lik metil mavisi çözeltisine 30 dakikalık temas süresi boyunca farklı miktarlarda adsorban uygulanmış ve adsorban miktarının 0,0025 gramdan 0,1 grama çıkarılmasıyla adsorpsiyon veriminin yüzde 95,82'den yüzde 97,34'e çıktığı gözlemlenmiştir. Ayrıca, çözeltinin konsantrasyonu 3.136'dan 1.996'ya düşmüştür (Şekil 3.28, 3.29, 3.30 ve Çizelge 3.8, 3.9).



a) Bir saat sonra

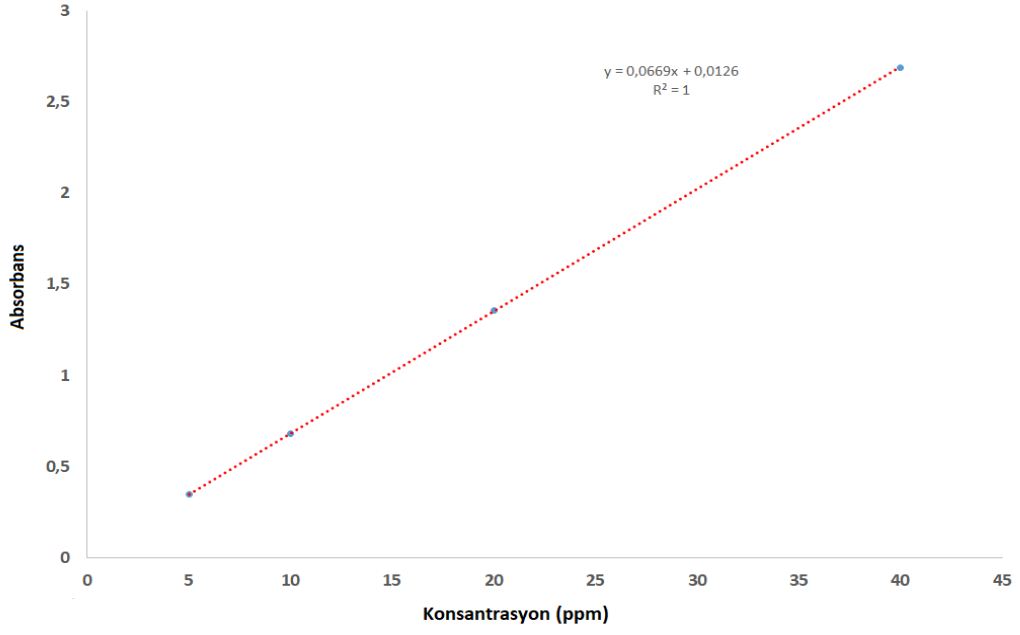


b) Soldan sağa, 2 saat, 30 dk., 5 dakika sonra

Şekil 3.13. Beş dakika ile iki saat arasında aralıklarla 0.01 g adsorban eklendikten sonra 75 ppm konsantrasyonda metil mavisi çözeltisi

3.8.5. Metil Mavisi Boyar Maddesine Temas Süresinin Etkisi

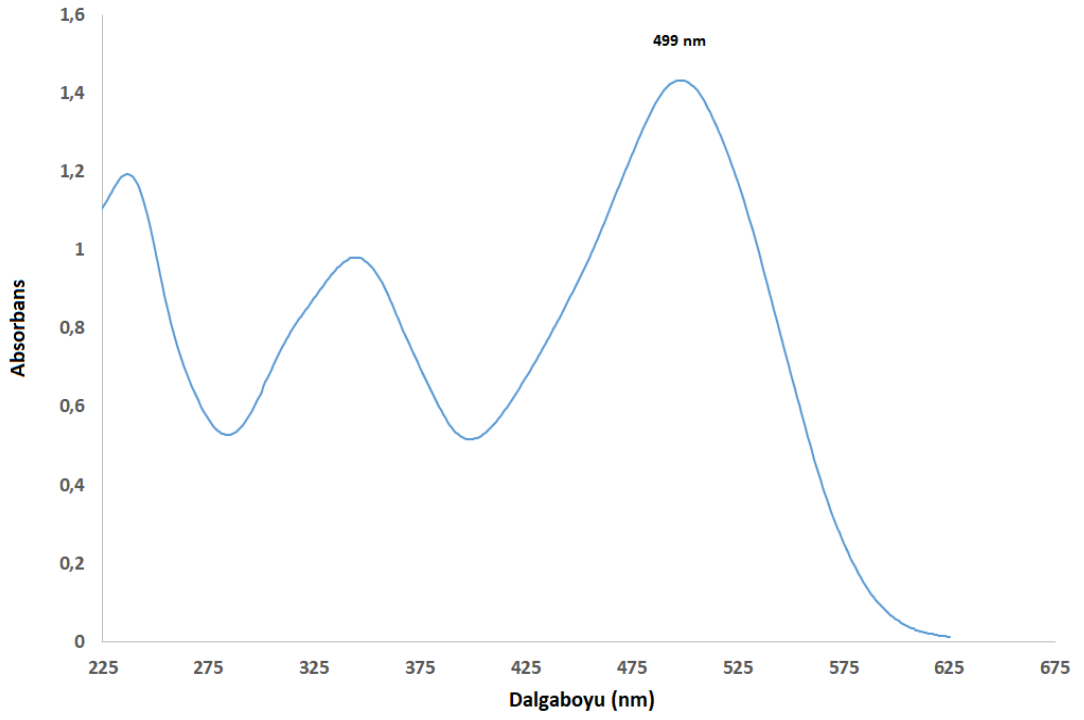
75 ppm metil mavisi çözeltisine 120, 60, 30, 15 ve 5 dakikalık temas süreleri boyunca 0,01 g adsorban ilave edilmiş ve temas süresinin artmasıyla adsorpsiyon veriminin %90,787'den %98,57'ye çıktığı görülmüştür. Ayrıca çözeltinin çözünürlüğü 6,91'den 1,075'e düşmüştür. Bu mükemmel performans, adsorbanın metil mavisi üzerindeki olağanüstü etkisini göstermiştir (Şekil 3.31, 3.32 ve Çizelge 3.10, 3.11).



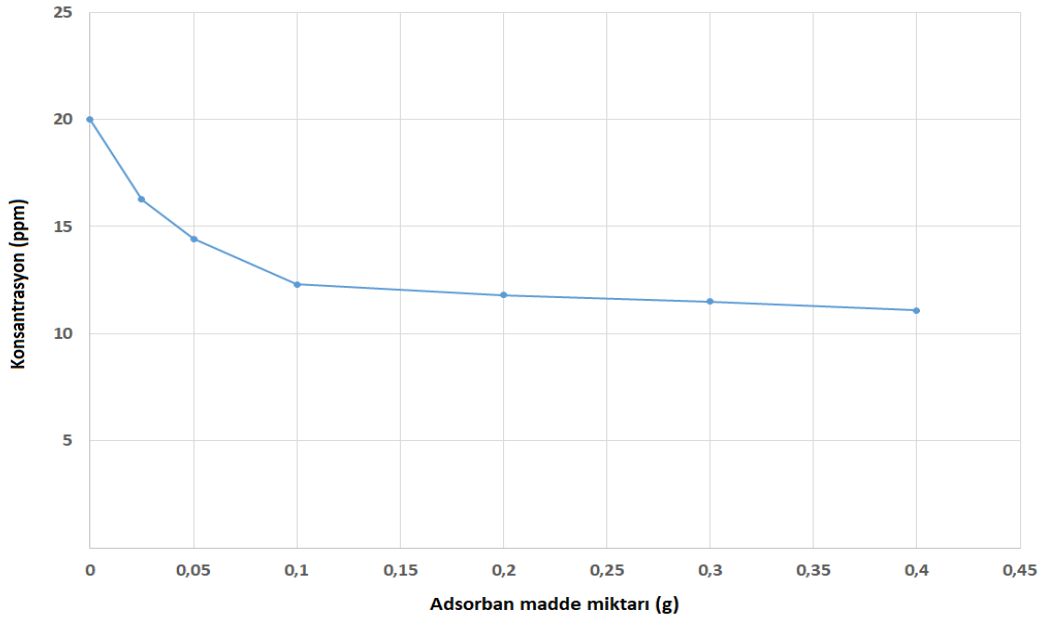
Şekil 3.14. Kongo kırmızısı (CR) çözeltisinin kalibrasyon grafiği (499 nm, oda sıcaklığı)

Çizelge 3.1. Bu deneyde kullanılan Kongo kırmızısı çözeltisinin konsantrasyonları

Konsantrasyon (ppm)	Absorbans
5	0,345
10	0,681
20	1,357
40	2,688



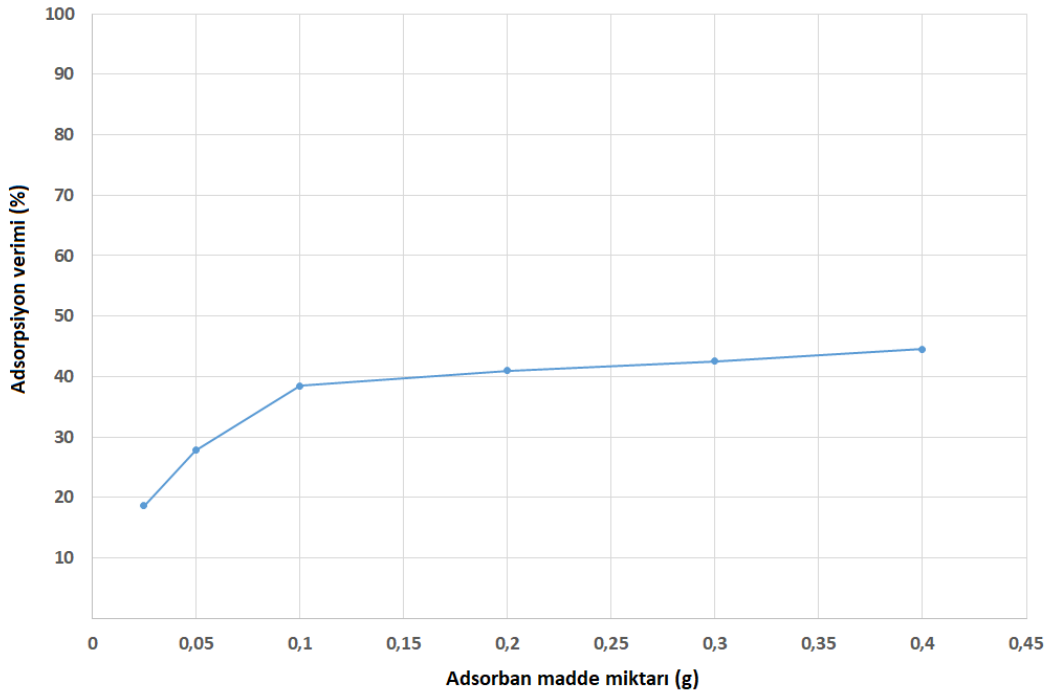
Şekil 3.15. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin UV-görünür alan spektrumu (maksimum absorbans değeri 499 nm, oda sıcaklığı)



Şekil 3.16. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi ve içine eklenen adsorban madde miktarı arasındaki ilişki (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.2. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisine eklenen farklı miktarlarda adsorban ve elde edilen adsorpsiyon miktarları

Adsorban Madde Miktarı(g)	Absorbans	Konsantrasyon(ppm)
0,025	1,101	16,27
0,05	0,978	14,43
0,1	0,836	12,3
0,2	0,802	11,8
0,25	0,781	11,5
0,4	0,755	11,1



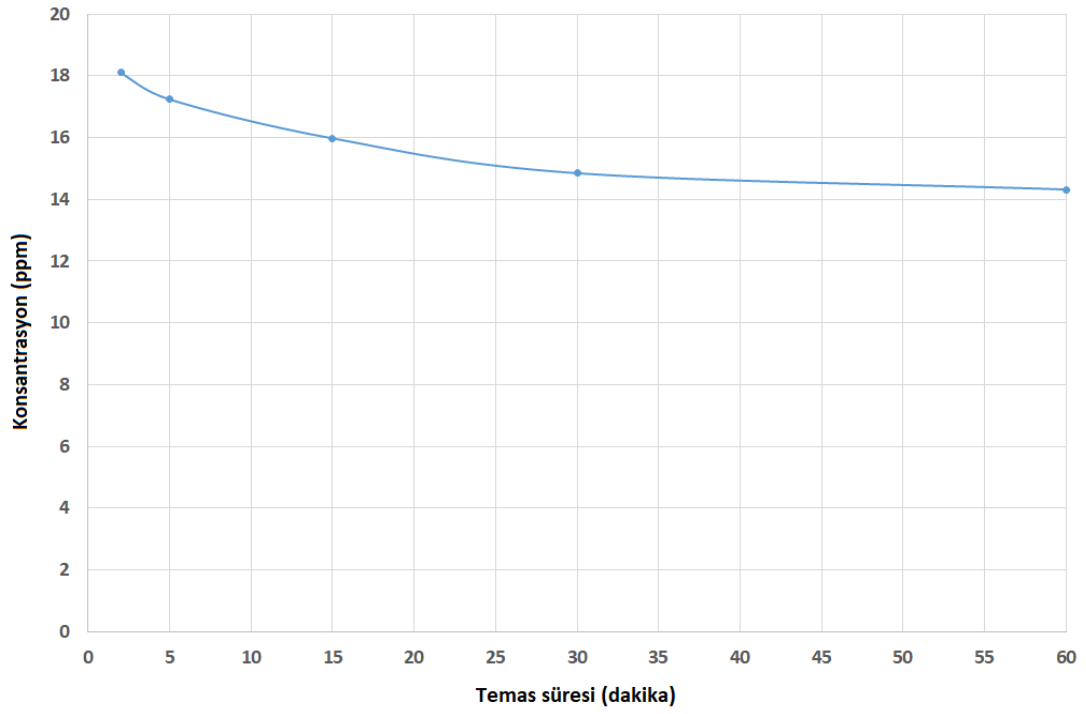
Şekil 3.17. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların verimi (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.3. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin adsorpsiyon işlemi sonrası adsorpsiyon verimliliği

Co(ppm)	20	20	20	20	20	20
Ce(ppm)	16,27	14,43	12,3	11,8	11,5	11,1
V(L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m(g)	0,025	0,025	0,1	0,2	0,3	0,4
%Verim	18,65	27,85	38,5	41	42,5	44,5
Adsorpsiyon verimi = (Co-Ce)/Co*100						

Çizelge 3.4. Potasyum alüminyum borat (K₂Al₂B₂O₇) miktarının 0,025 gramdan 0,4 grama çıkarılmasıyla Kongo kırmızısı konsantrasyonu 16,27'den 11,1'e ppm'e düşmüş ve bunun sonucunda adsorpsiyon verimi yüzdesi 18,65'ten 44,5'e yükselmiştir.

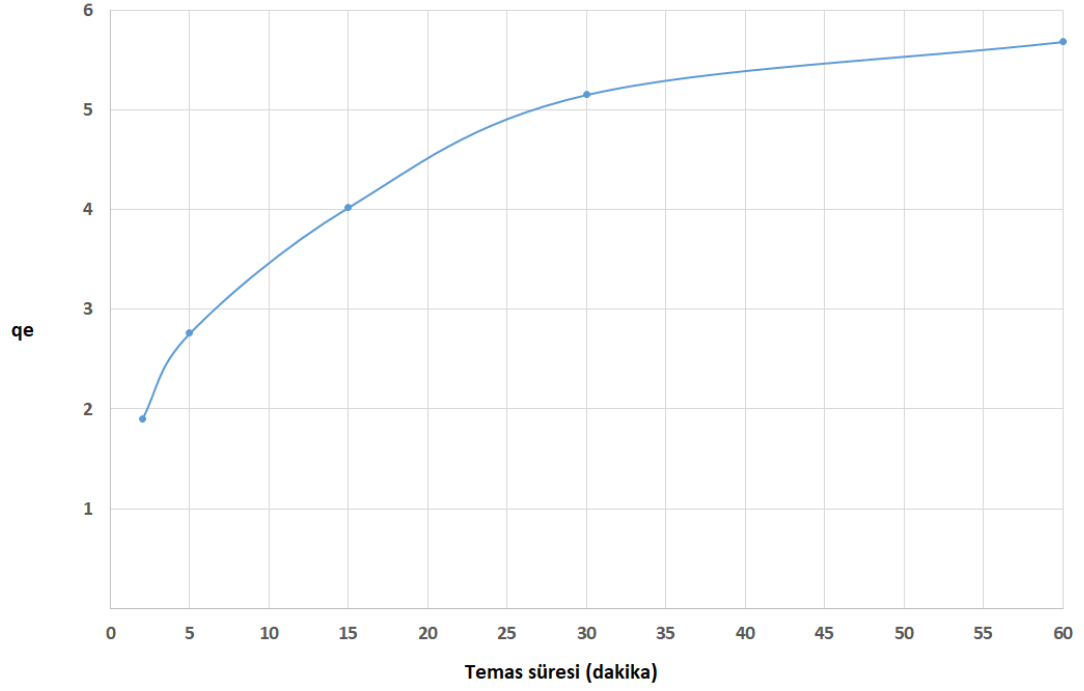
Co = Adsorbatın (adsorplanan maddenin) başlangıç derişimi (mg/L, mol/L)	20	20	20	20	20	20
Ce = Adsorbatın (adsorplanan maddenin) denge anındaki (adsorplanmadan kalan) derişimi (mg/L, mol/L)	16,27	14,43	12,3	11,8	11,5	11,1
V = Çözelti hacmi (L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m = Adsorbantın ağırlığı (g)	0,025	0,05	0,1	0,2	0,25	0,4
	18,65	27,85	38,5	41	42,5	44,5



Şekil 3.18. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05g adsorbanların farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dk.) konsantrasyon üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.5. 20 ppmlik Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05 gram adsorban miktarının farklı zamanlarda etkisi

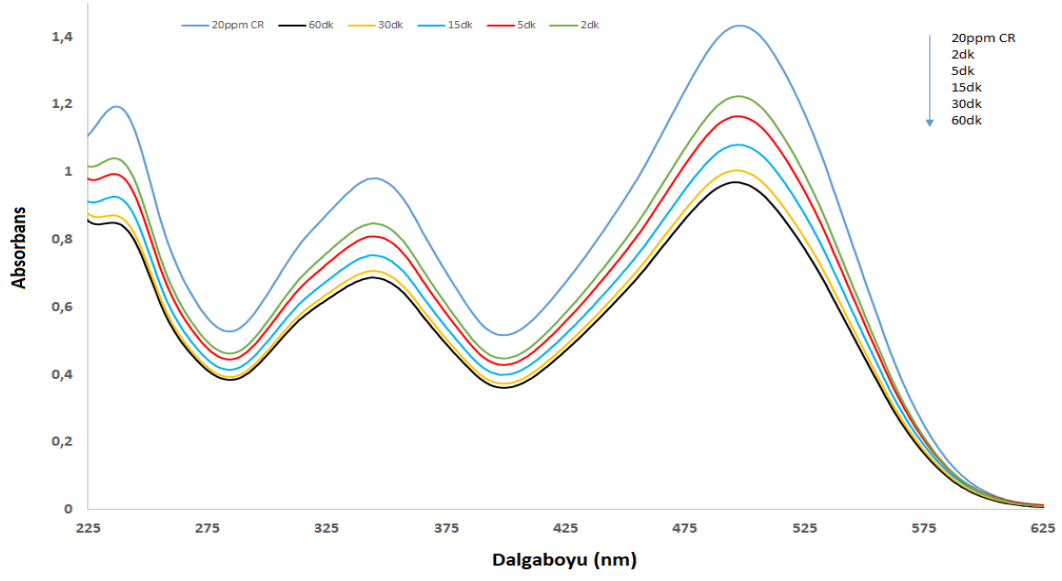
Zaman (dk.)	Absorbans	Konsantrasyon (ppm)
60	0,971	14,32
30	1,006	14,85
15	1,082	15,98
5	1,166	17,24
2	1,224	18,1



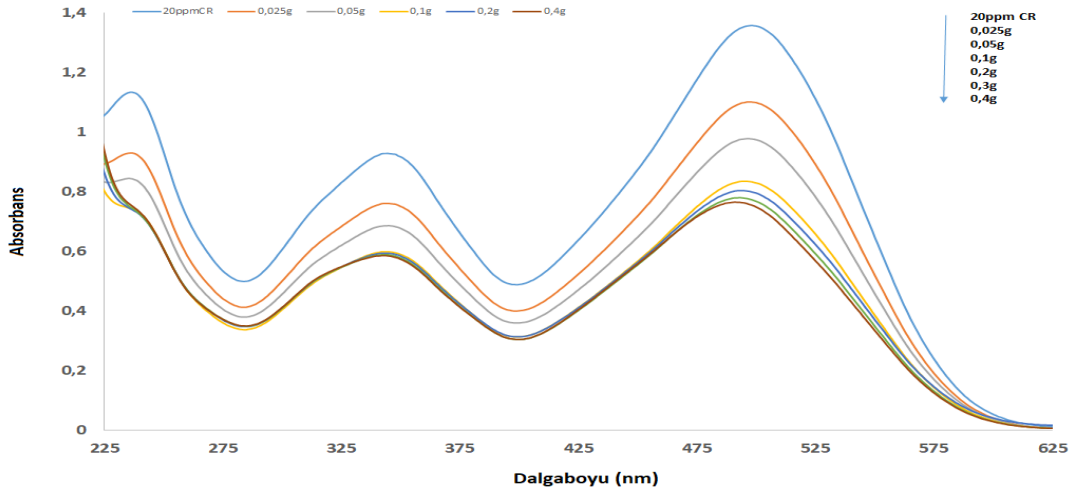
Şekil 3.19. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içine eklenen 0,05g adsorbanların farklı zamanlardaki q_e değeri üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.6. 20 ppm'lik çözeltiye 0,05 g adsorban ilave edildikten sonra kalan miktar (adsorbe edilmemiş)

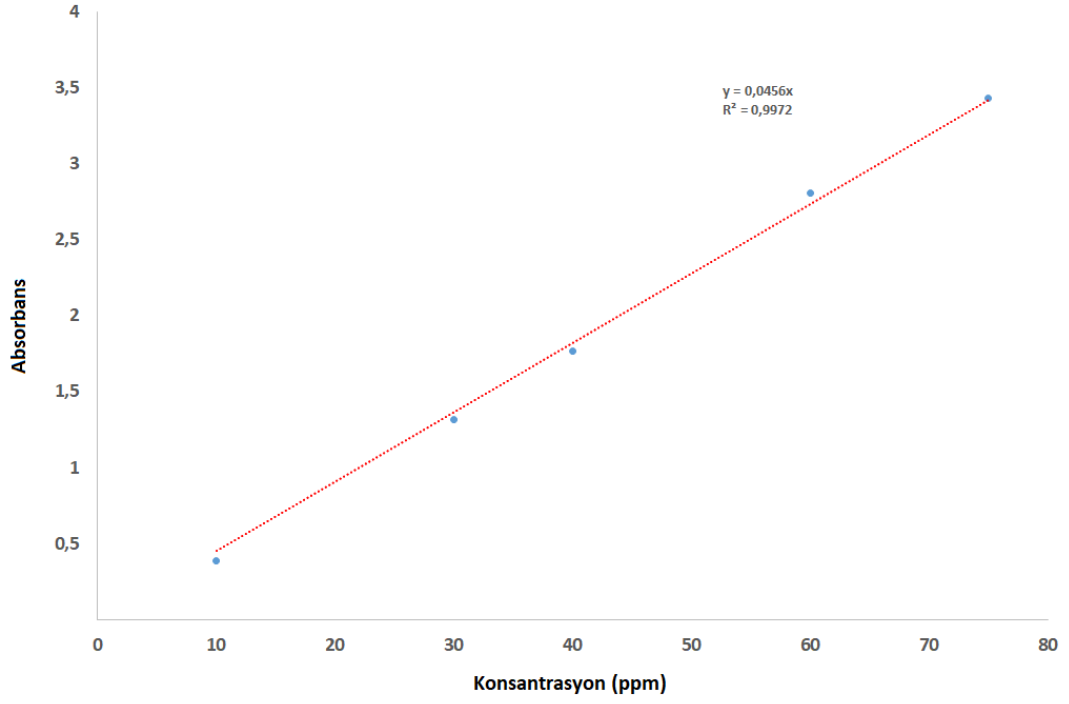
Zaman (dk.)	60	30	15	5	2
Co (ppm)	20	20	20	20	20
Co (ppm)	14,32	14,85	15,98	17,24	18,1
V (L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m (g)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
$q_e = (C_o - C_e) * V / m$	5,68	5,15	4,02	2,76	1,9



Şekil 3.20. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin ve içine farklı zamanlarda eklenen adsorban çözeltilerin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,05g $K_2Al_2B_2O_7$ zaman: 2, 5, 15, 30, 60 dakika, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



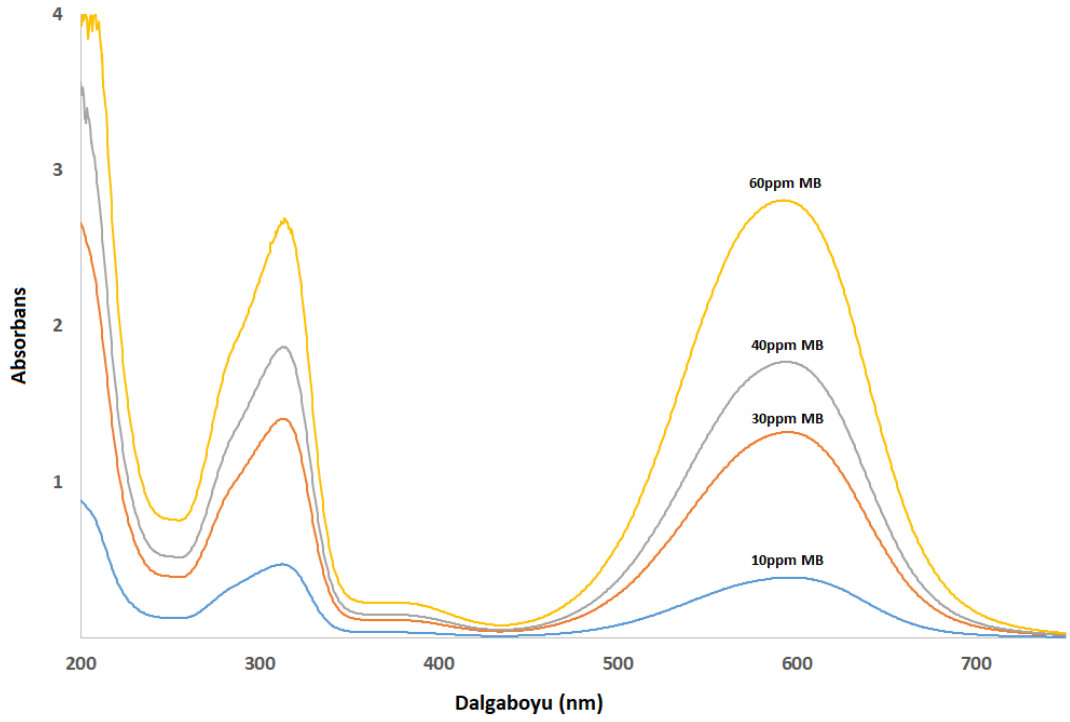
Şekil 3.21. 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisinin ve içine farklı miktarlarda eklenen adsorban çözeltilerin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,025, 0,05, 0,1, 0,2, 0,3, 0,4g $K_2Al_2B_2O_7$, 30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



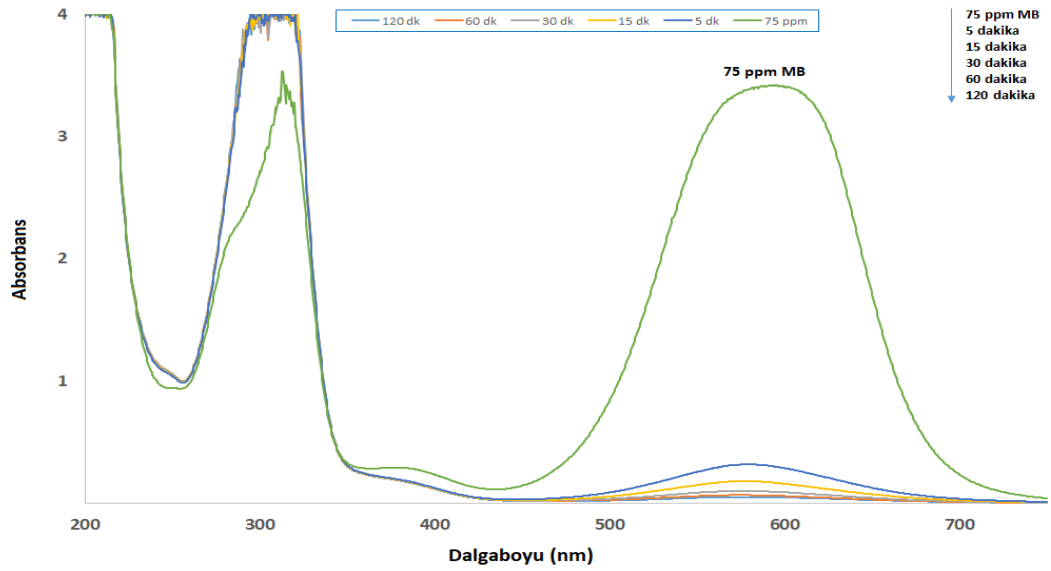
Şekil 3.22. Metil mavisi çözeltisinin kalibrasyon grafiği (590 nm, oda sıcaklığı)

Çizelge 3.7. Farklı konsantrasyonlardaki Metil mavisi çözeltilerinin absorbans miktarı

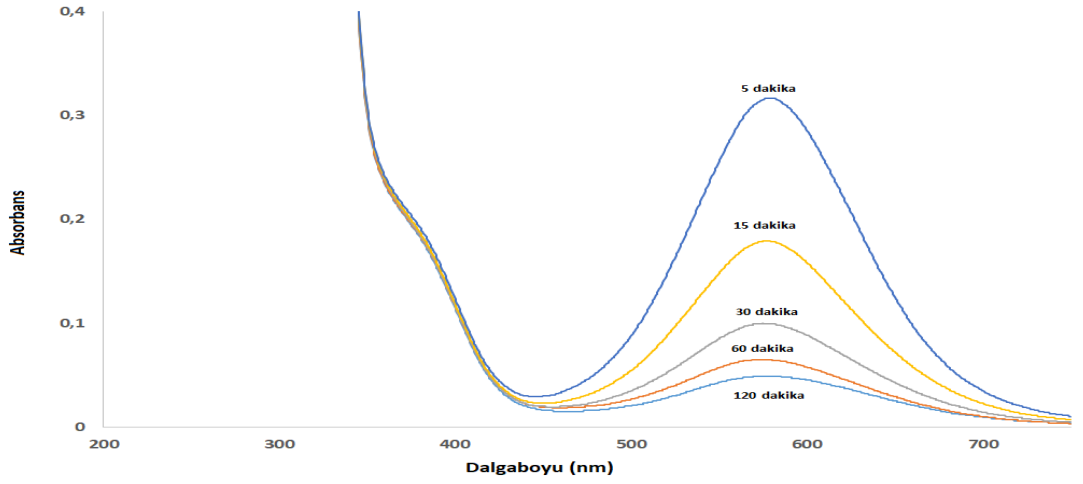
Konsantrasyon (ppm)	<u>Absorbans</u>
10	0,384
30	1,314
40	1,765
60	2,804
75	3,429



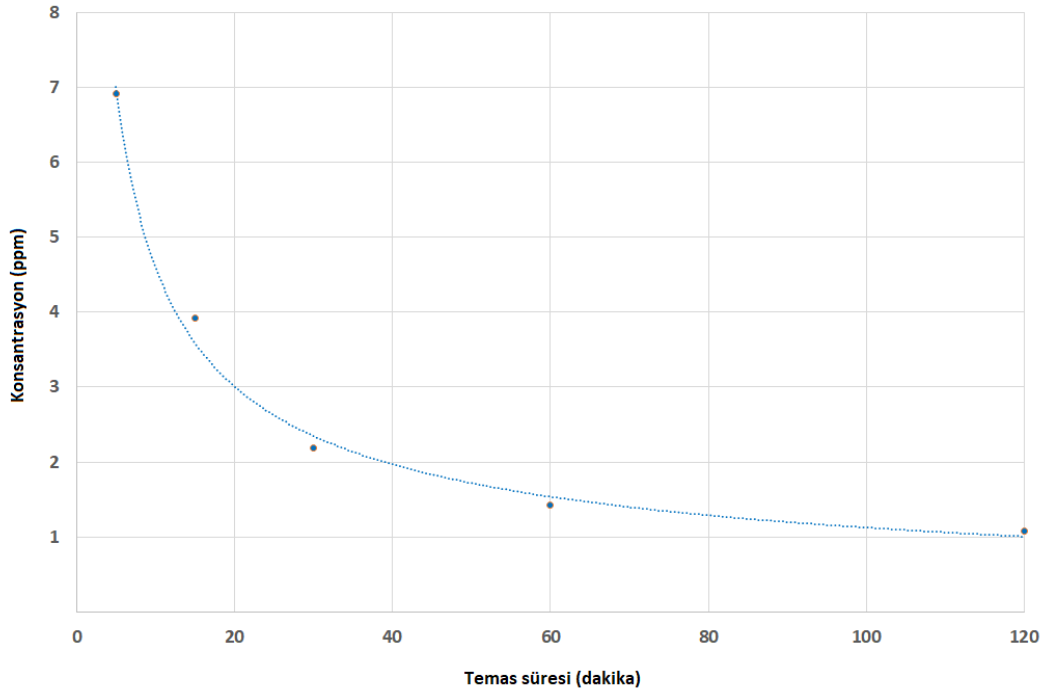
Şekil 3.23. 10, 30, 40, 60 ppm Metil mavisi (MB) çözeltisinin UV-görünür alan spektrumu (oda sıcaklığı)



Şekil 3.24. 75 ppm metil mavisi çözeltisinin ve içine farklı zamanlarda eklenen adsorban miktarları sonra elde edilen çözeltilerinin adsorpsiyon sonrası spektrumları (0,01g $K_2Al_2B_2O_7$ zaman: 5, 15, 30, 60, 120 dakika, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



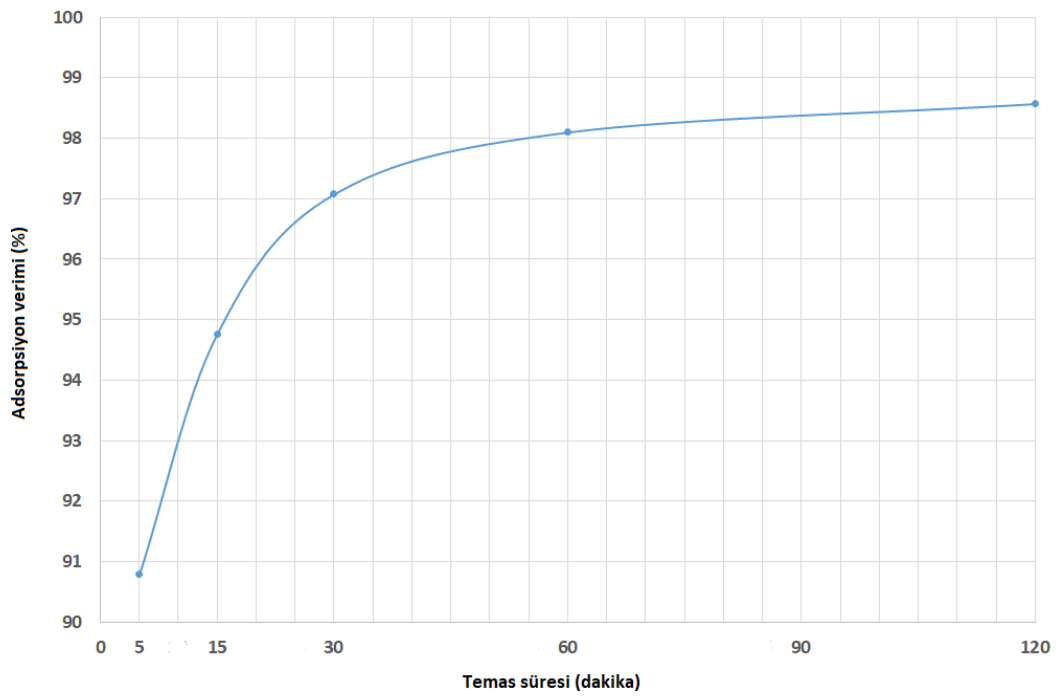
Şekil 3.25. 75 ppm metil mavisi çözeltisinin içine farklı zamanlarda (5, 15, 30, 60, 120 dakika) eklenen adsorban ($0,01g K_2Al_2B_2O_7$) sonrası elde edilen çözeltilerinin adsorpsiyon sonrası spektrumları (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



Şekil 3.26. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanların farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dakika) konsantrasyon üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.8. Farklı zamanlarda 0,01 g adsorban ilavesinin metil mavisi çözeltisinin konsantrasyonu üzerindeki etkisi

Zaman (dk.)	Absorbans	Konsantrasyon (ppm)
120	0,049	1,075
60	0,065	1,425
30	0,1	2,193
15	0,179	3,925
5	0,135	6,91

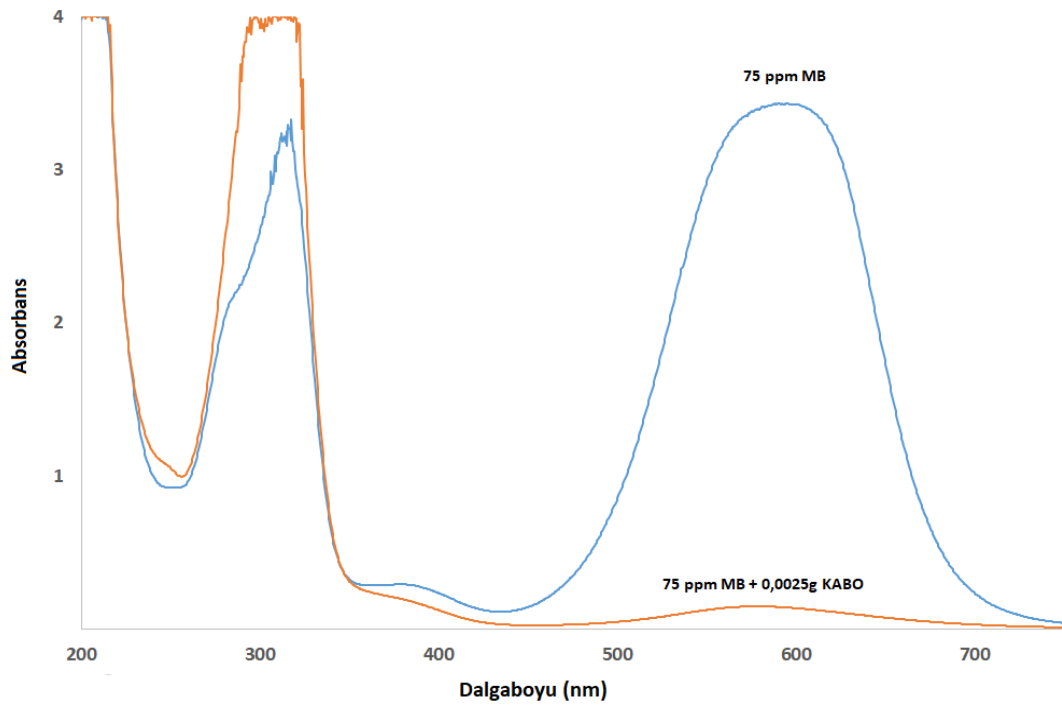


Şekil 3.27. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanın farklı zamanlardaki (5, 15, 30, 60, 120 dakika) verimi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

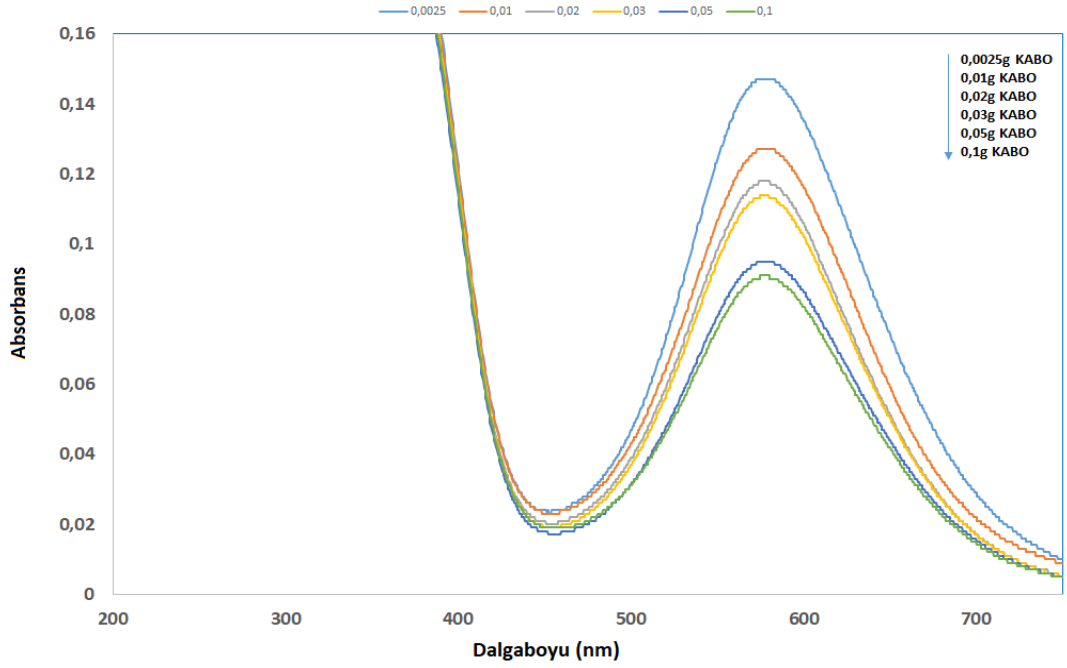
$$\text{Adsorpsiyon verimi} = (C_0 - C_e) / C_0 * 100$$

Çizelge 3.9. Farklı zamanlarda 0,01 g adsorban ilave edildikten sonra adsorpsiyon verimliliği

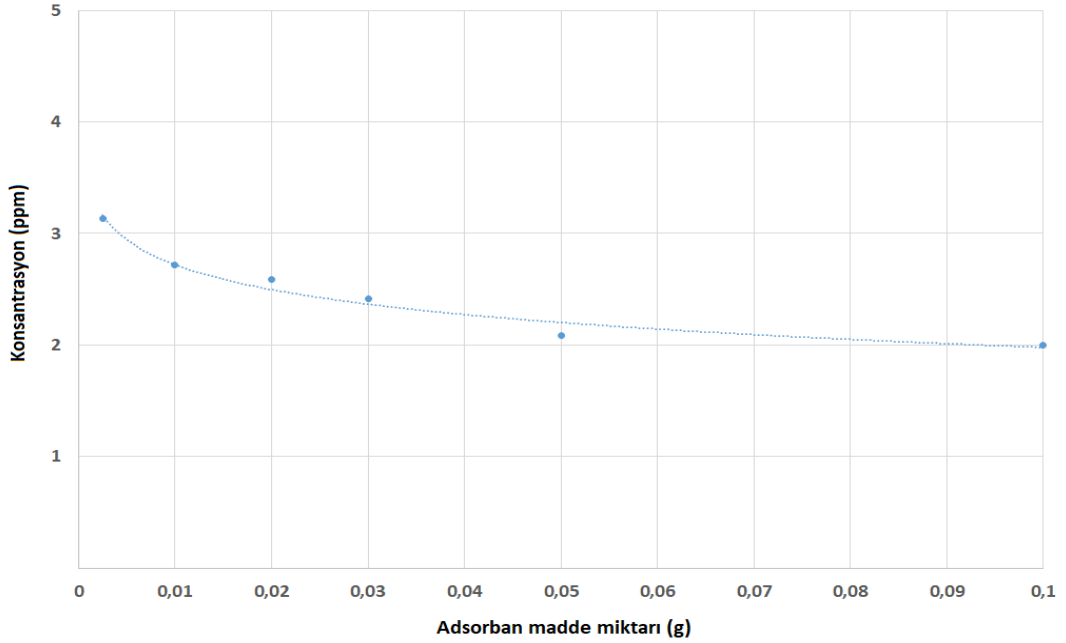
t (dk.)	5	15	30	60	120
Co (ppm)	75	75	75	75	75
Ce (ppm)	6,91	3,925	2,193	1,425	1,075
V (L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m (gr)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
%Verim	90,787	94,767	97,076	98,1	98,57



Şekil 3.28. 75 ppm metil mavisi çözeltisi ve içine eklenen 0,0025g adsorbanın (KABO) spektrumları (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



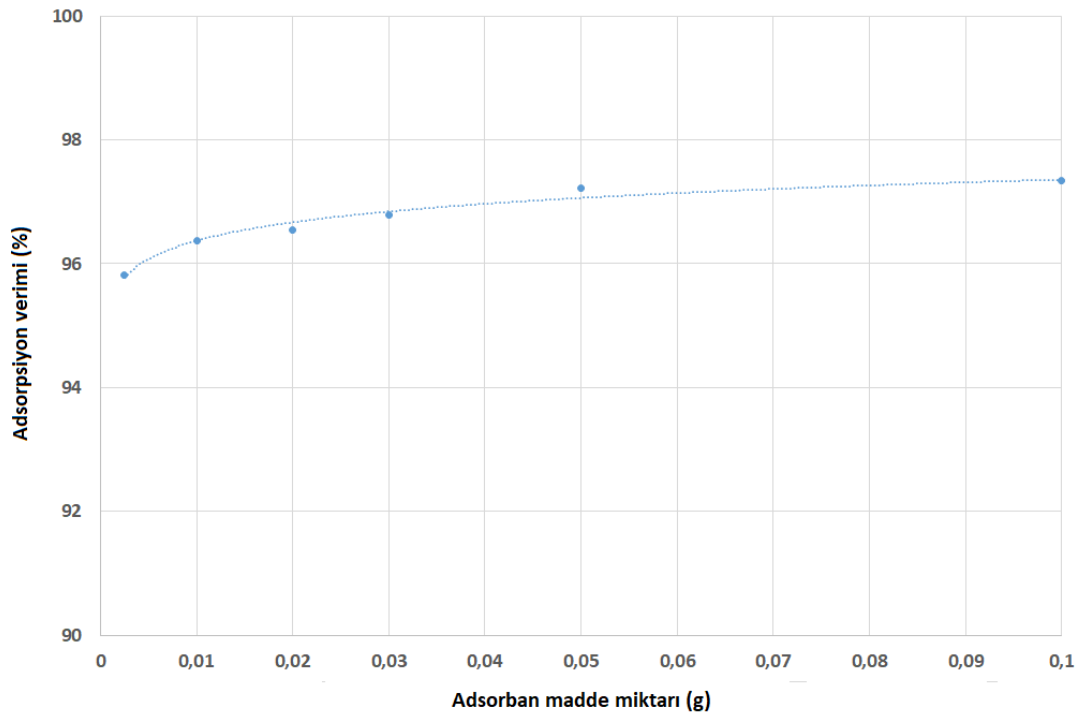
Şekil 3.29. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanın (0,0025, 0,01, 0,02, 0,03, 0,05, 0,1g) spektrumları (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)



Şekil 3.30. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen adsorban madde miktarı arasındaki ilişki (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.10. 30 dakika içinde farklı miktarlarda adsorban ilavesinin metil mavisi çözeltilerinin konsantrasyon üzerine etkisi.

Adsorban Madde Miktarı(g)	Absorbans	Konsantrasyon(ppm)
0,0025	0,143	3,136
0,01	0,124	2,719
0,02	0,118	2,587
0,03	0,110	2,412
0,05	0,095	2,083
0,1	0,091	1,996

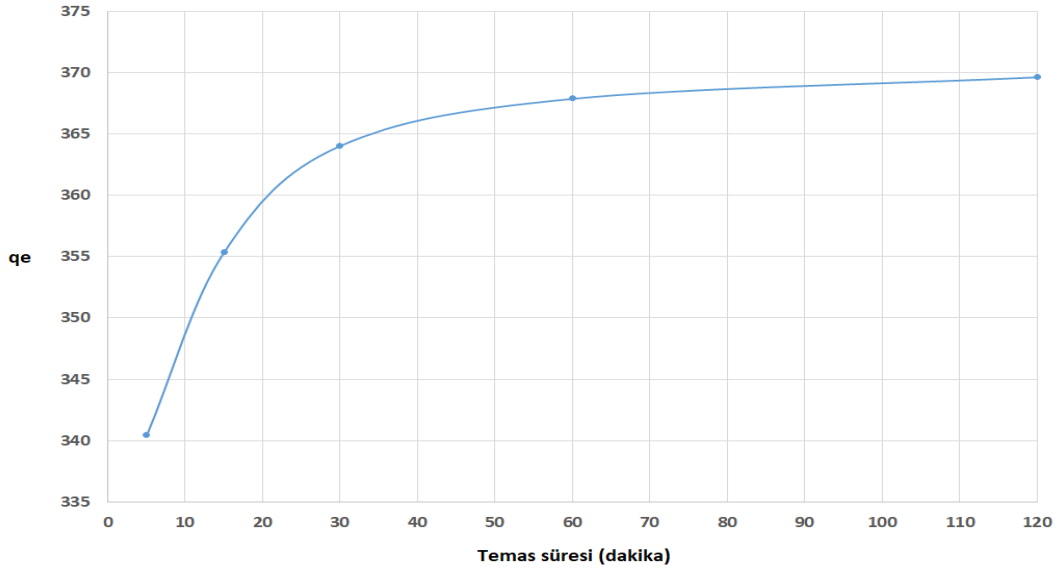


Şekil 3.31. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların adsorpsiyon verimi (30 dakika temas süresi, oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

$$\text{Adsorpsiyon verimi} = (C_0 - C_e) / C_0 * 100$$

Çizelge 3.11. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen farklı miktarlardaki adsorbanların verimi

Co (ppm)	75	75	75	75	75	75
Ce (ppm)	3,136	2,719	2,587	2,412	2,083	1,996
V (L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m (g)	0,0025	0,01	0,02	0,03	0,05	0,1
%Verim	95,82	96,37	96,55	96,78	97,22	97,34



Şekil 3.32. 75 ppm metil mavisi çözeltisi içine eklenen 0,01g adsorbanların farklı zamanlardaki qe değeri üzerine etkisi (oda sıcaklığında, 250 rpm karıştırma hızı)

Çizelge 3.12. 75 ppm'lik metil mavisi çözeltisine 0,01 g adsorban ilave edildikten sonra kalan miktar (adsorbe edilmemiş)

Zaman (dk.)	5	15	30	60	120
Co (ppm)	75	75	75	75	75
Ce (ppm)	6,91	3,925	2,193	1,425	1,075
V (L)	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05
m (g)	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
qe =(Co-Ce)*V/m	340,45	355,375	364,035	367,875	369,625

BÖLÜM 4

SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Tez çalışmasında, potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) bileşiği, çözelti yanma tekniği kullanılarak sentezlenmiştir. Sentezlenen potasyum alüminyum boratın XRD ve FTIR cihazları kullanılarak karakterizasyonu yapılmıştır. Elde edilen toz potasyum alüminyum borat bileşiğinin anyonik boyar maddeler (Metil mavisi ve Kongo kırmızısı) üzerine etkisi bir spektrofotometre kullanılarak incelenmiştir. Tez çalışmasının sonucunda elde edilen sonuçlar aşağıda özetlenmiştir:

- 1) Bu tezle ilk defa potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) bileşiği kullanılarak anyonik boyar maddeler olan Metil mavisi ve Kongo kırmızısı çözeltilerinin renk giderim özelliği araştırılmıştır.
- 2) Adsorpsiyon deneyleri, iki farklı boyar madde (Metil mavisi ve Kongo kırmızısı) ve iki farklı parametre (adsorban madde miktarı ve temas süresi) kullanılarak 250 rpm karıştırma hızında, sabit pH ve oda sıcaklığında gerçekleştirilmiştir.
- 3) Potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) miktarının 0,025 gramdan 0,4 grama çıkarılmasıyla Kongo kırmızısı konsantrasyonu 16,27'den 11,1'e ppm'e düşmüş ve bunun sonucunda adsorpsiyon verimi yüzdesi 18,65'ten 44,5'e yükselmiştir. Böylece absorban miktarının artırılmasının adsorpsiyon veriminin artmasıyla doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılmıştır (Şekil 3.16 ve 3.17 ile Çizelge 3.2 ve 3.3).
- 4) 20 ppm Kongo kırmızısı çözeltisi içerisine 0,05 gram potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) ilave edilerek farklı zamanlarda (2, 5, 15, 30, 60 dakika) adsorpsiyon deneyleri yapılmış ve temas süresinin 60 dakikadan 2 dakikaya düşürülmesiyle, adsorpsiyon miktarının (qe) 5,68'den 1,9'a düştüğü gözlenmiştir. Böylece temas süresinin adsorpsiyon miktarıyla doğrudan ilişkili olduğu sonucuna varılmıştır (Şekil 3.18 ve 3.19 ile Çizelge 3.4 ve 3.5).

- 5) 75 ppm'lik Metil mavisi çözeltisi içerisine 0,01 gram potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) ilave edilerek farklı zamanlarda (5, 15, 30, 60, 120 dakika) adsorpsiyon deneyleri yapılmış ve temas süresinin 5 dakikadan 120 dakikaya çıkarılmasıyla, metil mavisi çözeltisinin konsantrasyonunun 6,91'den 1,075 ppm'e düştüğü gözlenmiştir. Ayrıca, temas süresinin 5 dakikadan 120 dakikaya çıkarılmasıyla adsorpsiyon verimi yüzdesinin 90,787'den 98,57'e yükseldiği gözlenmiştir. Böylece, temas süresi arttıkça renk gideriminin de arttığı sonucuna varılmıştır (Şekil 3.26 ve 3.27 ile Çizelge 3.7 ve 3.8).
- 6) 75 ppm'lik Metil mavisi çözeltisi içerisine farklı miktarlarda (0,0025-0,1 gr) potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) ilave edilmiş ve adsorban miktarı arttıkça metil mavisi çözeltisinin konsantrasyonunun 3,136'dan 1,996 ppm'e kadar düştüğü gözlenmiştir. Ayrıca, adsorban miktarının artmasıyla adsorpsiyon veriminin yüzde 95,82'den yüzde 97,34'e çıktığı gözlenmiştir. Bu sonuçlarla, adsorban miktarının artmasıyla adsorpsiyon veriminin de arttığı yani renk gideriminin arttığı sonucuna varılmıştır (Şekil 3.30 ve 3.31 ile Çizelge 3.9 ve 3.10).

Potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$), metal borat ailesinin bir üyesidir. Kristal yapısına detaylı olarak bakıldığı zaman potasyum (K^+) ile alüminyum (Al^{3+}) katyonlarını içerdiği görülmektedir. Bu iki katyonun yapıda olması potasyum alüminyum borat bileşiğinin yüzeyini yük açısından oldukça (+) polarlaştırmaktadır. Metil mavisi ve Kongo kırmızısı moleküllerinin sulu çözeltilerde anyonik özellik gösterdiği bilinmektedir. Böylece, katyonik yüzeye sahip adsorbanın anyonik boyar maddeler olan metil mavisi ve Kongo kırmızısının sulu çözeltilerini etkilediği, yapılan spektrofotometrik çalışmalarla gözlenmiştir.

Sonuç olarak sentezlenen potasyum alüminyum borat ($K_2Al_2B_2O_7$) bileşiğinin özellikle metil mavisi boyar maddesinin rengini yüksek verimle giderdiği görülmüştür. Böylece, sentezlenen metal borat bileşiğinin metil mavisi boyar maddesi için uygun bir adsorban olacağı sonucuna varılmıştır.

KAYNAKÇA

1. Wang, S.B., Boyjoo, Y., Choueib, A. and Zhu, Z.H., "Removal of dyes from aqueous solution using fly ash and red mud", *Water Res*, 39: 129-138 (2005).
2. S. Mondal, "Methods of dye removal from dye house effluentan overview", *Environ. Eng. Sci*, 25: 383-396 (2008).
3. Unnithan, M.R. and Anirudhan, T.S., "The kinetics and thermodynamics of sorption of Cr(VI) onto the iron(III) complex of a carboxilated polymer acrylamide-grafted sawdust", *Ind. Eng. Chem. Res*, 40: 2693-2701 (2001).
4. Bayram, O., Göde, F., ve Pekgözlü, İ., "Removal of methyl blue (MB) from aqueous solution using strontium aluminoborate ($\text{SrAl}_2\text{B}_2\text{O}_7$): Synthesis, characterization and adsorption studies", *J. Dispersion Sci. and Tech.*, <https://doi.org/10.1080/01932691.2023.2190395> (2023).
5. Bayram, O., Moral, E., Pekgözlü, İ. ve Göde, F., "Use of $\text{Sr}_2\text{Mg}(\text{BO}_3)_2$ in Congo red removal from aqueous solutions: Synthesis, adsorption, isotherm, kinetic study", *J. Dispersion Sci. and Tech.*, <https://doi.org/10.1080/01932691.2023.2278497> (2023).
6. Hu, Z.G., Higashiyama, T., Yoshimura, M., Mori, Y. and Sasaki, T., "Redetermination of the crystal structure of dipotassium dialuminum borate, $\text{K}_2\text{Al}_2\text{B}_2\text{O}_7$, a new non-linear optical material", *Z. Kristallogr. NCS* 214, 433-434 (1999).
7. Meng, X.Y., Gao, J.H., Wang, Z.Z., R.K. Li and Chen, C.T. "Structure instability of $\text{A}_2\text{Al}_2\text{B}_2\text{O}_7$ (A=K, Na) crystals", *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 66: 1655-1659 (2005).
8. Atlas Scientific Environmental Robotics NY, "2022 types of water pollution", <https://atlas-scientific.com/blog/types-of-water-pollution/#:~:text=The%20main%20types%20of%20water,%2C%20and%20oxygen%20depletion%20pollution> (2024).
9. İran öğrenci projesi ve tez araştırma sitesi , "2024 Boyar madde Türü ve kullanım alanları", <https://payandaneshjo.ir/> (2024).

10. Ara Sang Elvand Uzman Şirketi. (2022). “Su arıtma yöntemleri türleri”. Hamedan, İran, <https://arasangalvand.com/%D8%B1%D9%88%D8%B4-%D9%87%D8%A7%DB%8C-%D8%AA%D8%B5%D9%81%DB%8C%D9%87-%D8%A2%D8%A8/> (2023).
11. Ruwan, A. G., “Absorption vs Adsorption”, *Chemical and Process Engineering*, Retrieved 2023-11-26 (2021).
12. Kaufmann, E. N. “Characterization of Materials, 2 Volume Set”, Characterization of Materials, 2 Volume Set, Elton N. Kaufmann (Editor), pp. 2012. ISBN 0-471-26882-8, *Wiley-VCH*, January (2003).
13. Goldstein, Joseph I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J. and Joy, D. C., “Scanning electron microscopy and X-ray microanalysis”, *Springer*, 2017.
14. M. Karbasi, “Scanning Electron Microscope and its Applications in Different Sciences and Nanotechnology”, First Edition, *Isfahan: Isfahan Industrial University Jihad*, (2008).
15. Ariafen Varzan teknoloji Şirketi "(Hücre Kültürü ve Rejeneratif Tıp)", "2023 Nanoteknoloji, kristalografi, XRD", <https://www.ariafan.com> (2023).
16. Mursali, A., “Nanochemistry of supermolecules”, *Tarbiat Modares University Publications*, 43-44 (2013).
17. Sabnis, R. W., “Handbook of biological dyes and stains: Synthesis and industrial applications”, *John Wiley & Sons*, 24 (2010).
18. “Methyl blue sodium salt, Histology stain for collagen” (CAS 28983-56-4) (Ab146271).
19. Feng, Y., Li, Y., Minying, X., Shichang, L. and Jianfeng, Y., “Fast adsorption of methyl blue on zeolitic imidazolate framework-8 and its adsorption mechanism”, *Royal Society of Chemistry*, (2016).
20. Fronczak, M., Krajewska, M., Demby, K., Bystrzejewski, M. and Chem, J. P., “Extraordinary Adsorption of Methyl Blue onto Sodium-Doped Graphitic Carbon Nitride”, *The Journal of Physical Chemistry*, (2107).
21. Liu, M., Li, X., Du, Y. and Han, R., “Adsorption of methyl blue from solution using walnut shell and reuse in a secondary adsorption for Congo red”, *Bioresource Technology Reports*, (2018).
22. Mohamed, R.M., Shawky, A. and Mkhallid, I.A., “Facile synthesis of MgO and Ni-MgO nanostructures with enhanced adsorption of methyl blue dye”, *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 101: 50-57 (2017).

23. Hussain, I., Li, Y., Qi, J., Li, J. and Wang, L., “Nitrogen-enriched carbon sheet for Methyl blue dye adsorption”, *Journal of Environmental Management*, 215: 123-131 (2018).
24. Chang A. L., Nguyen, B.S., Nguyen V.H. and Hu, C., “Adsorption kinetics of methyl blue using metal-modified barium lanthanum titanate as an effective absorbent”, *Materials Chemistry and Physics*, 276: 125-363 (2022).
25. Zhaozhao, W., Rongjuan, L., Luyao, P., Yang, Y., Xiaoguang, L., Juncen, J. and Fan, Z., “Easily modified barium phosphate composites for effective removal of methyl blue from solution”, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 9: 105423 (2021).
26. Shukla, R. and Madras, G., “Facile synthesis of aluminium cobalt oxide for dye adsorption”, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 2: 2259-2268 (2014).
27. Azama, K., Razab, R., Shezada, N., Shabira, M., Yangc, W. and Ahmada, N., Shafiq, I., Akhterd, P., Razzaqa, A. and Hussain, M., “Development of recoverable magnetic mesoporous carbon adsorbent for removal of methyl blue and methyl orange from wastewater”, *Journal of Environmental Chemical Engineering*, 8: 104220 (2020).
28. Mu, W., Bao, D., Chang, C. and Lian, F., “Adsorption of methyl blue by maize waste based biochar: Adsorption kinetics and isotherms”, *Journal of Physics: Conference Series*, 1622 012081, DOI: 10.1088/1742-6596/1622/1/012081
29. Zanouz, H., Moghadam, M.A., S. M. R. and Arami M., “Removal of blue acid dye 292 using polychloride”, Publication: *Color Science and Technology*, 2(2), 87-94 (2008)
30. Abadeh, A., Mehdizadeh, B. and Shojaei, S., “Optimization of methyl blue dye removal from water environments”, *The fifth national Conference on Modern Researches in The Field of Humanities, Economics and Accounting*, Tehran, <https://civilica.com/doc/974230>
31. Badiei, K., Davali, F., Yousefi, N., Shafiei, D., “Adsorption of Acid blue 25 dye on diatomite in aqueous solutions”, *Indian Journal of Chemical Technology*, 17(1):7-16 (2010).
32. Samat, U. H., Ningsheh, N., Shahri, M. and Usman, A., “Adsorption of acid blue 25 on agricultural wastes: Efficiency, kinetics, mechanism, and regeneration”, *Sage Journals*, <https://doi.org/10.1177/11786221211057496>
33. Litefti, K., Freire M.S., Stitou, M. and González-Álvare, J., “Adsorption of an anionic dye (Congo red) from aqueous solutions by pine bark”, www.nature.com/scientificreports, (T. Y.).

34. Wanyonyi, W. C., Mmari, J., Paul, O. and Shiundu, M., *Science Direct*, Energy Procedia 50, 862-869 (2014).
35. Dbik, A., Bentahar, S., Khomri, M., Messaoudi, N. and Lacherai, A., “Adsorption of Congo red dye from aqueous solutions using tunics of the corm of the saffron”, *Materials Today: Proceedings*, (2018).
36. Bingöl, M. S., “Removal of Congo red from water by adsorption onto chitosan-bn-fe₂o₃: kinetic and isotherm studies , eastern anatolia high technology application and research center (daytam)”, *Atatürk Üniversitesi*, Erzurum, 15(3), 684-698 (2022).
37. Abukhadra, M. R., Adlii, A. and Bakry, B. M., “Green fabrication of bentonite/chitosan@cobalt oxide composite (BE/CH@Co) of enhanced adsorption and advanced oxidation removal of Congo red dye and Cr (VI) from water”, *Journal of Biological Macromolecules*, (2018).
38. Acemioglu, B., “Adsorption of Congo red from aqueous solution onto calcium-rich fly ash”, *Journal of Colloid and Interface Science*, 274: 371-379 (2004).
39. Afkhami, A. and Moosavi, R., “Adsorptive removal of Congo red, a carcinogenic textile dye, from aqueous solutions by maghemite nanoparticles”, *Journal of Hazardous Materials*, 174: 398-403 (2010).
40. Bayramoğlu, G. ve Arica, M. Y., “Adsorption of Congo red dye by native amine and carboxyl modified biomass of *Funalia troglia*: Isotherms, kinetics and thermodynamics mechanisms”, *Department of Chemistry, Faculty of Sciences*, Gazi University, Ankara, (2018).
41. Belhachemi, M. and Fatima Addoun, “Adsorption of congo red onto activated carbons having different surface properties: Studies of kinetics and adsorption equilibrium”, DOI: 10/5004/dwt.2012.2608 37 (2012) 122-129 January.
42. Foroughi-Dahr, M., Abolghasemi, H., Esmaili, M., Alireza Shojamoradi, A. and Fatoorehchi, H., “Adsorption characteristics of Congo red from aqueous solution onto tea waste, chemical engineering communications”, (2015).
43. Li, Z., Hanafy, H., Zhang, L., Sellaoui, L., Netto, M. S., Oliveira, M, L. S., Seliem, M.K., Dotto, G.L., Petriciolet, A.B. and Li, Q., “Adsorption of Congo red and methylene blue dyes on an ashitaba waste and a walnut shell-based activated carbon from aqueous solutions: Experiments, characterization and physical interpretations”, *Chemical Engineering Journal*, (2019).
44. Mahapatra, A., Mishra, B. G. and Hota, G., “Adsorptive removal of Congo red dye from wastewater by mixed iron oxide–alumina nanocomposites”, *Ceramics International*, 39: 5443-5451 (2013).
45. Manzar, M.S., Zubair, M., Khan, N. A., Khan, A.H., Baig, U., Aziz, M. A., Blaisi, N. I. and Abdel-Magid, H. I. M., “Adsorption behaviour of green coffee residues for

- decolourization of hazardous Congo red and eriochrome black T dyes from aqueous solutions”, *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, (2020).
46. Munagapati, V.S. and Kim, D.S., “Adsorption of anionic azo dye Congo red from aqueous solution by cationic modified orange peel powder”, *Journal of Molecular Liquids*, 220: 540-548 (2016).
 47. Munagapati, V. S., Wen, H.Y., Wen, J.C., Gutha, Y., Tian, Z., Reddy, G.M. and Garcia, J.R., “Anionic Congo red dye removal from aqueous medium using Turkey tail (*Trametes versicolor*) fungal biomass: Adsorption kinetics, isotherms, thermodynamics, reusability and characterization”, *Journal of Dispersion Science and Technology*, (2020). <https://doi.org/10.1080/01932691.2020.1789468>
 48. Nodehi, R., Shayesteh, H. and Kelishami, A.R., “Enhanced adsorption of Congo red using cationic surfactant functionalized zeolite particles”, *Microchemical Journal*, (2019).
 49. Tor, A. and Cengeloglu, Y., “Removal of congo red from aqueous solution by adsorption onto acid activated red mud”, *Journal of Hazardous Materials*, B138: 409-415 (2006).
 50. Zhou, Y., Ge, L. and Fan, N. “Department of Marine Science, Ocean College, Zhejiang University, China, “Adsorption of Congo red from aqueous solution onto shrimp shell powder”, *Adsorption Science & Technology*, (2018).
 51. Forotani, R. and Yousefi, V., “Effective removal of Congo red dye from water environment using surface adsorption on polyaniline-iron oxide magnetic nanocomposite”, *Quarterly Journal of Application of Chemistry in Environment*, 5: 17 (2017).
 52. New Jersey Institute of Technology, “The FTIR lab instruction by H. -N. Hsieh”.
 53. Gao, J.H., Xia, W.B. and Li, R.K., *J. Phys. and Chem. Solids*, 68: 536-540 (2007). <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2007.01.026>
 54. He, M., Chen, X.L., Zhou, T., Hu, B.Q., Xu, Y.P., Xu, T. and Compd. J. A., 327: 210-214 (2001). [https://doi.org/10.1016/S0925-8388\(01\)01561-4](https://doi.org/10.1016/S0925-8388(01)01561-4)
 55. Chryssikos, G. D., Bitsis, M. S., Kapoutsis, J. A., Kamitsos, E. I. and Non-Cryst, J., *Solids*, 217 (2-3): 278-290 (1997). [https://doi.org/10.1016/S0022-3093\(97\)00224-X](https://doi.org/10.1016/S0022-3093(97)00224-X)

ÖZ GEÇMİŞ

Elnaz SHOJA, 2013 yılında İran’da bulunan Peyam-i Nur Üniversitesinde Doğal Kaynaklar-Çevre alanında lisans öğretimimi bitirdi. Lisans tezi kapsamında Zagros bölgesindeki ormanların azalma sürecini ele aldı. Mezun olduktan sonra bir maden şirketinde 2 yıl çevre uzmanı pozisyonunda çalıştı. Çalıştığı süre zarfında Fars eyaletinin jeobiyolojik bilgilerine dayanarak ilgili eyaletin ekoturizmi hakkında birkaç makale yazdı. Ayrıca, bu süreçte Fars eyaletinin jeobiyolojik alanındaki fırsat ve risklerini de inceleme fırsatı oldu. Daha sonra bu alana ait bilgilerini geliştirme ve güncelleme arzusu nedeniyle çalışmalarına Türkiye’de devam etmeye karar verdi ve başvuruları sonucunda üç üniversiteye kabul almayı başardı. Eğitimine devam etmek için Karabük Üniversitesini seçti. Son olarak yüksek lisans tezi olarak “Aluminyum borat bileşiği kullanarak sulardaki Kongo kırmızısı ve Metil mavisi boyar maddelerinin renk gideriminin spektrofotometrik yöntemle incelenmesi” konusu üzerine çalıştı.