

ÇALIŞMANIN AMACI

Nüfusun artmasıyla dünya genelinde tarımsal faaliyetler de artmaktadır. Bu artış ile birlikte tarımsal atıkların değerlendirilip ekonomiye kazandırılması elzem hale gelmiştir. Gıda olarak kullanılan her türlü toprak mahsulünün kabukları, çekirdekleri, sapları gibi besin maddesi olarak kullanılmayan kısımları, uzun zamandır lignoselülozik biyokütle olarak çeşitli alanlarda kullanılmaktadır. Aktif karbon üretiminde de oldukça yaygın bir şekilde kullanılan bu tarımsal atıklardan mısır koçanı bu çalışmada kullanılan biyokütledir. Bu çalışmadaki amaçlardan biri tarımsal atıkları ekonomiye kazandırmak ise diğer amacı da zamandan ve enerjiden tasarruf etmektir. Çünkü gelecekteki enerji ihtiyacını karşılayacak alternatif enerji kaynakları araştırılırken zamandan ve enerjiden tasarruf etmek zorunludur. Bu sebeple çalışmada aktif karbon üretiminde klasik konvansiyonel ısıtma değil mikrodalga enerjisi ile ısıtma kullanılmıştır. Bu yöntem ile hazırlanan aktif karbonların dokusal özelliklerinin araştırılması ve bu özelliklere etki eden parametrelerin incelenmesi çalışmanın önemli başka bir amacıdır. Çalışmada elde edilen aktif karbonların hidrojen depolama kapasiteleri analiz edildikten sonra gelecekteki çalışmalar için bu sonuçlar malzemenin yüzey özellikleri ile ilişkilendirilmiştir.[1]

Bu amaçlar doğrultusunda mısır koçanı H_3PO_4 aktive edici ajanı kullanılarak 4 adet aktif karbon hazırlanmıştır. Literatürden farklı olarak konvansiyonel ısıtma yerine piroliz sırasında ısı kaynağı olarak mikrodalga ışın enerjisinden yararlanılmıştır. Mikrodalga ışını kullanılarak hazırlanan aktif karbonlar literatürde yer alsa da bu çalışmalarda hazırlama işlemi genellikle iki adımda gerçekleştirilmiştir. Karbonizasyon için klasik yöntem olan konvansiyonel ısıtma kullanılan bu çalışmalarda, enerji alanında kullanılmak üzere tasarlanan malzeme sentezinde enerji tasarrufu düşünülmüştür. Bu sebepten çalışmadaki aktif karbonlar tek adımda hazırlanmış ve zaman ve kimyasal sarfiyatı minimumda tutulmaya çalışılmıştır.[1]

Lignoselülozik materyalin ve hazırlanan aktif karbonların karakterizasyon çalışmaları, BET Yüzey Alanı ve Gözenek Boyutu Analiz cihazı, FT-IR spektroskopisi cihazı, SEM (Taramalı Elektron Mikroskopisi) cihazı ile yapılmıştır. Bu aşamada mikrodalga ışın süresi parametresinin aktif karbonun dokusal özelliklerine etkisi incelenmiştir. Daha sonra elde edilen aktif karbonlar içerisinde en yüksek BET yüzey alanına sahip numunenin AK30 hidrojen depolama kapasitesi Hidrojen Depolama Analiz Cihazı ile gerçekleştirilmiştir.

Çalışmanın hedefleri ise;

- 1.Hidrojen depolama araştırmalarında rekabet gücünü arttırmak,
- 2.Mısır koçanın farklı sektörlerde katma değerli bir ürün olarak değerlendirilmesini sağlamak ve ülke ekonomisine katkı yapmak,
- 3.Hidrojen kullanımının yaygınlaşmasına katkı yapmak,
- 4.Daha az fosil yakıt tüketilmesine bağlı olarak çevreye yayılan sera gazı miktarını azaltmak ve böylece daha temiz bir havanın solunmasını sağlamak,
- 5.Hidrojenin depolanması için sıkıştırılmış ve sıvılaştırılmış gaz Ülkemizin depolama yöntemlerine göre daha düşük maliyetli yöntemi iyileştirmek,
- 6.Hidrojenin depolanması için tehlike riski daha az olan yöntemin kullanılmasını sağlamak,
- 7.Ülkemizin ve TÜBİTAK'ın öncelikleri arasında yer alan yüksek gözenekli ve yüzey alanlı hidrojen depolama malzemesi geliştirmek,
- 8.Hidrojen gazının depolanması alanında kendimi yetiştirmek.

Materyal

Çalışmada kullanılan lignoselülozik öncü materyal, tarımsal atık olan mısır koçanıdır. Mısır koçanı Balıkesir il sınırları içerisinde temin edilmiştir.Deneysel çalışmalarda kullanılan fosforik asit kimyasal analitik saflıkta ticari satın alınarak kullanılmıştır.

MATERYAL VE METOD

Metod

Mısır koçanı öncelikle 105 °C etüvde 1 gün kurutulmuştur. Kurutulduktan sonra örnek Retsch PM100 model bilyeli değirmende öğütülüp Retsch AS200 marka eleme cihazında 100-500 µm'lik elekten elenmiştir.

Aktif Karbon Sentezi

Tane boyutu 100-500 µm olan mısır koçanı örneğinin 1 M'lık H_3PO_4 'ün sulu çözeltisinin 200 ml'si ile ıslatılarak 1 gün süre ile oda sıcaklığında bekletilmiştir. Daha sonra aktivasyon ajanı ile ıslatılan mısır koçanı örneği 110 °C' de etüvde 1 gün kurutulmuştur. Kurutulmuş örnek, mikrodalga fırında 10 psi'lık sabit N_2 altında sabit frekansta 15, 30, 45 ve 60 dakikalık sürelerde aktive edilmiştir.Aktive edilen örnek 10 psi'lık sabit N_2 akışı altında soğumaya bırakılmıştır. Soğutulmuş örnek, mikrodalga fırından çıkarılarak aktivasyon ajanlarının aşırısının nötrleşmesi için yıkama işlemine tabii tutulmuştur. Daha sonra örnek ılık distile su ile 3-4 defa yıkanarak 110 °C' de etüvde 1 gün kurutulmuştur Kurutulmuş örneklerin BET yüzey alanları ölçülmüştür. Elde ettiğimiz aktif karbonlar içerisinde en yüksek BET yüzey alanına sahip numunenin AK30 hidrojen depolama analizi gerçekleştirilmiştir.

DENEYSEL BULGULAR

Yüzey Alanı ve Gözenek Hacimleri

Mısır koçanı biyokütlesinin ve bundan elde edilen aktif karbonun spesifik BET yüzey alanı ve gözenek boyutu dağılım cihazı ile belirlenmiştir.

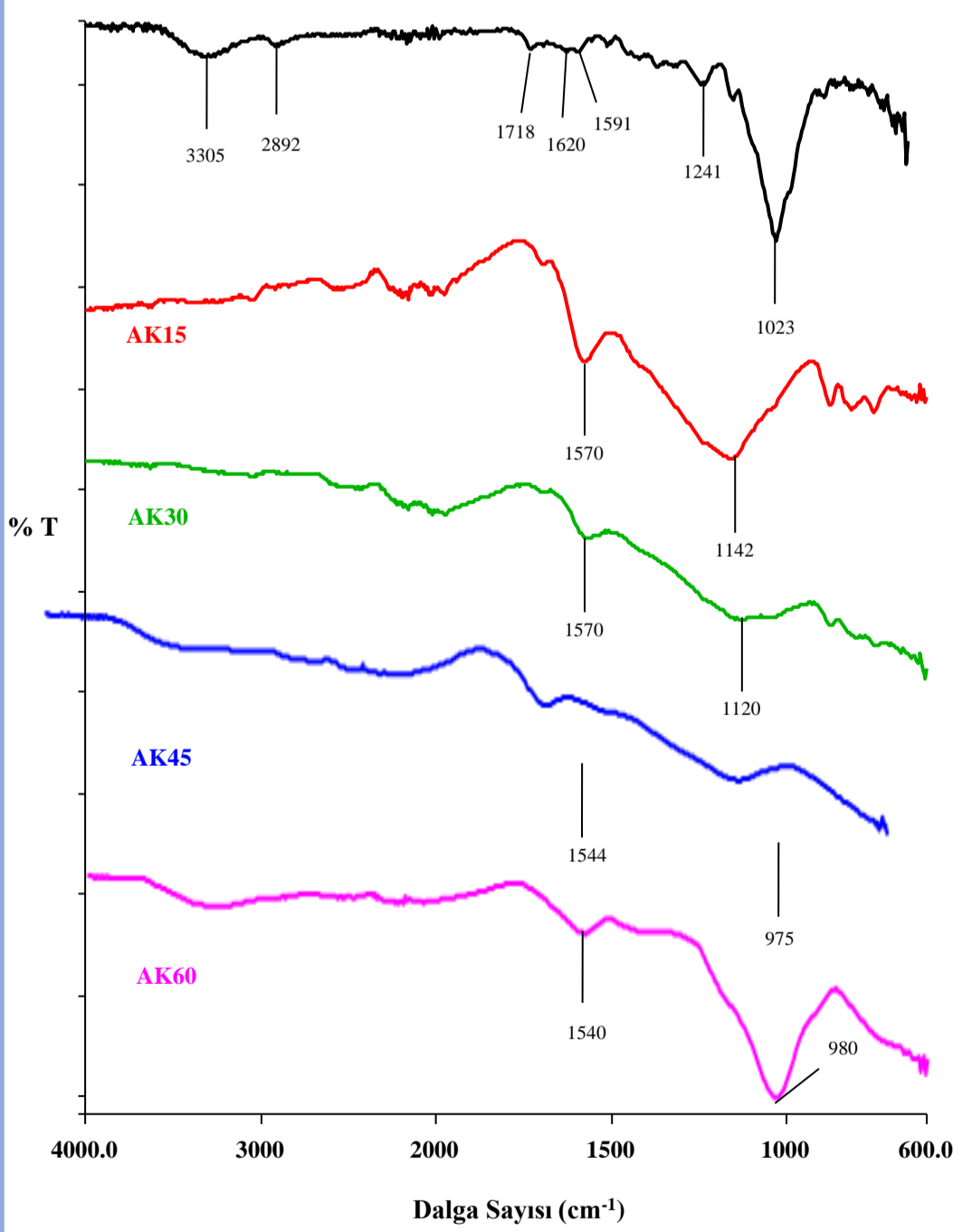
| | S_{BET} (m^2/g) | V_t (cc/g) |
|------|--------------------------|---------------------|
| AK15 | 963 | 0.61 |
| AK30 | 1114 | 0.69 |
| AK45 | 872 | 0.53 |
| AK60 | 755 | 0.47 |

Aktif karbonlar içerisinde en yüksek BET yüzey alanına sahip numunenin AK30 olduğu tespit edilmiştir. Mikrodalga süresi arttıkça aktif karbonun BET yüzey alanı ve toplam gözenek hacmi azalmaktadır. Bu durum literatür ile uyumludur.[2]

FTIR Analizleri

Mısır koçanından yola çıkarak hazırlanan tüm aktif karbonların ve biyokütlesinin FTIR spektrumları, ATR (Attenuated Total Reflection - zayıflatılmış toplam yansıma) tekniği ile ölçülmüştür.

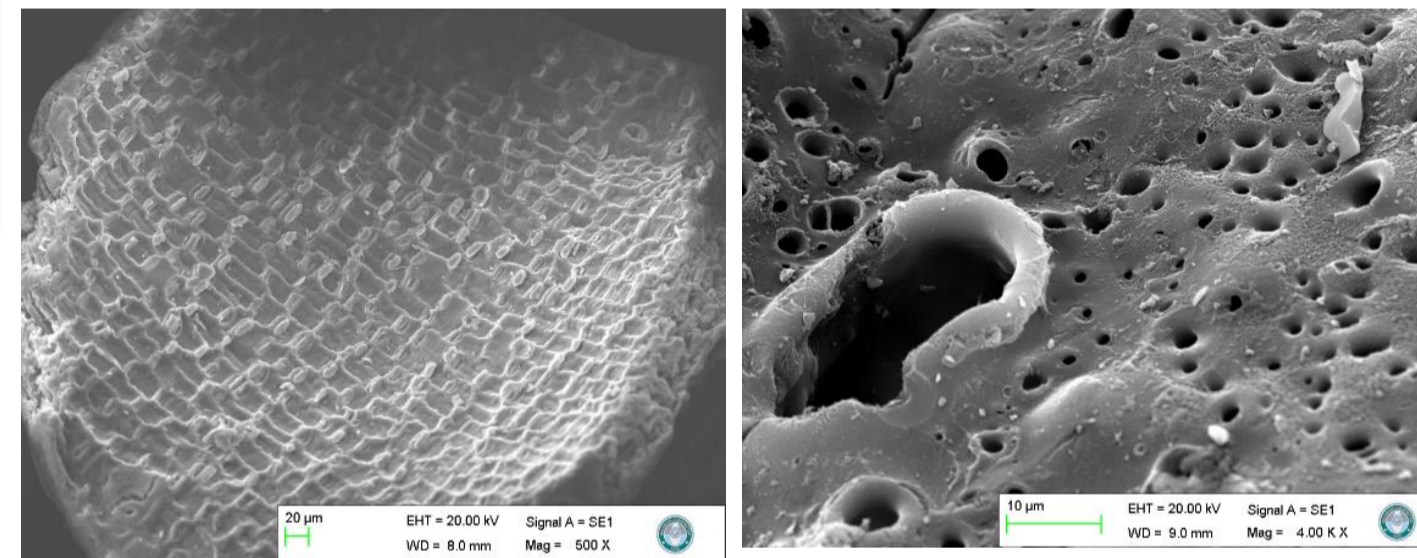
FTIR-ATR Spektrumları



100-500 µm tane boyut aralığına sahip mısır koçanından H_3PO_4 ile elde edilen aktif karbonların FTIR spektrumları gösterilmiştir. 1550-1570 cm^{-1} civarlarındaki pikler, aktif karbonlarda bol miktarda bulunan C=C bağına ait gerilme titreşim pikleridir. 1000-1060 cm^{-1} arasındaki pikler ise C-O bağına ait gerilme titreşim pikleridir. Spektrumlardaki hiçbir aktif karbonun mısır koçanı spektrumu ile benzerlik göstermediği tespit edilmiştir.

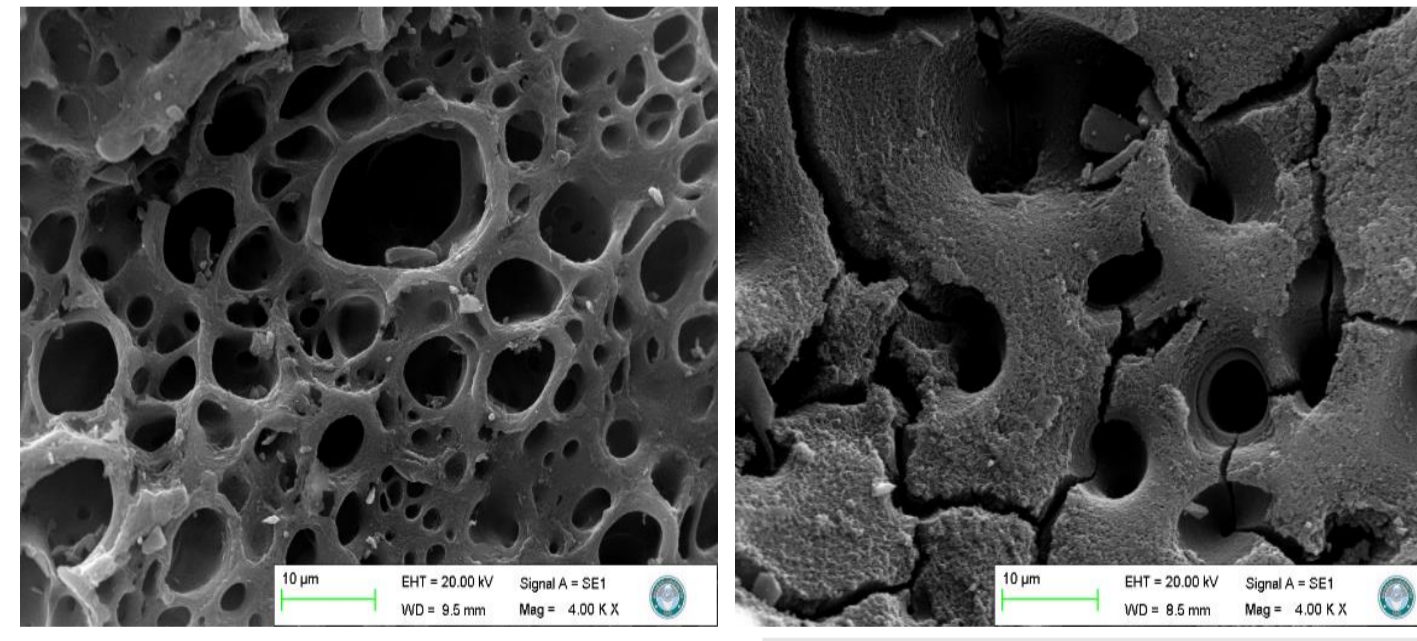
Taramalı Elektrom Mikroskobu (SEM)

Görüntüleri mısır koçanı biyokütlesinden elde edilen 4 adet aktif karbonların SEM cihazı ile yüzey görüntüleri verilmiştir.



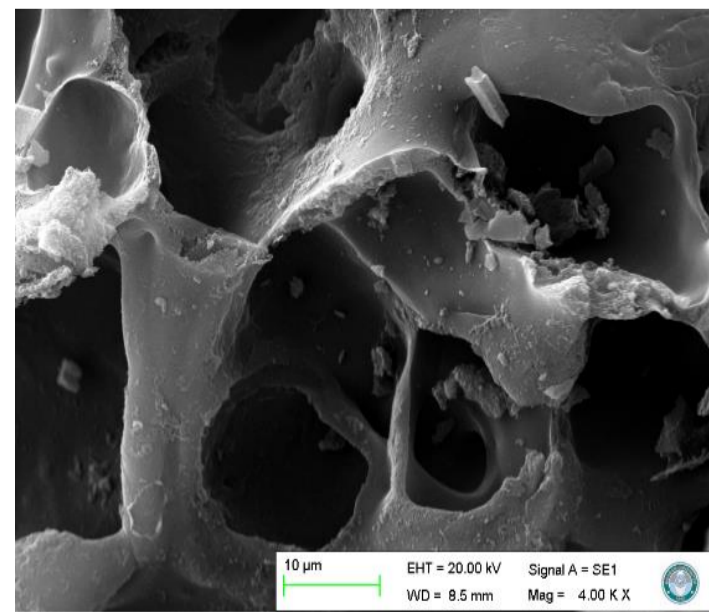
Mısır koçanı

AK15



AK30

AK45

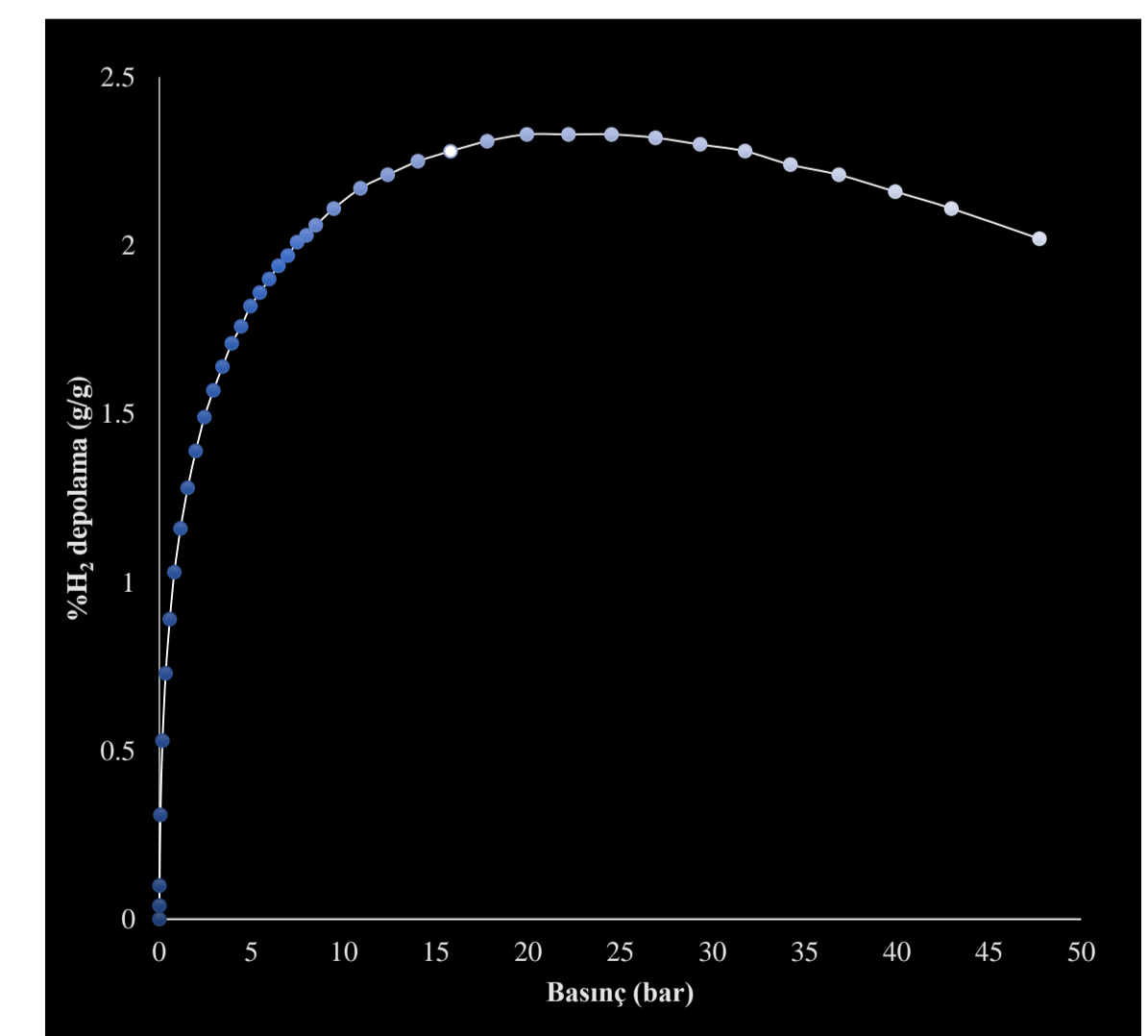


AK60

SEM fotoğraflarındaki gözenek yapılarının, aktif karbonların BET yüzey alanı ve gözenek hacim değerleri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir.

Hidrojen Gazı Depolama Kapasitesi Analizleri

Mısır koçanından farklı deney şartları uygulanarak elde edilen 4 aktif karbonun içerisinde hidrojen depolama analizi yapılacak olan numune, literatür incelemesi sonucunda seçilmiştir. Seçilen aktif karbonun analiz öncesi 250 °C'de 10 saat degaz işlemi tamamlandıktan sonra 77 K sıcaklığında ve 0-50 bar basınç aralığında hidrojen depolama kapasitesi ölçülmüştür.



Elde ettiğimiz aktif karbonlar içerisinde en yüksek BET yüzey alanına sahip numunenin AK30, 77 K sıcaklığında 0-50 bar basınç aralığında Hidrojen depolama kapasitesi ölçülmüştür. En yüksek hidrojen depolama miktarı 20 bar basınçta ağırlıkça %2,33 olarak belirlenmiştir.

KAYNAKLAR

- 1.Z.BİCİL, "Karbon İçerikli Malzemelerin Hazırlanması Ve Gaz Depolama Özelliklerinin İncelenmesi", Balıkesir Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kimya Anabilim Dalı, Balıkesir, Mayıs – 2021.
- 2.Qing-Song L. Tong Z.Peng W.*Liang G. "Preparation and characterization of activated carbon from bamboo by microwave-induced phosphoric acid activation", School of Municipal and Environmental Engineering, Harbin Institute of Technology, Harbin 150090, China, Industrial Crops and Products 31 (2010) 233–238