

Diyatomit Kartuş Filtre Üretimi
Ali İMARETLİ
Yüksek Lisans Tezi
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalı
Eylül – 2008

DİYATOMİT KARTUŞ FİLTRE ÜRETİMİ

Ali İMARETLİ

Dumlupınar Üniversitesi
Fen Bilimleri Enstitüsü
Lisansüstü Yönetmeliği Uyarınca
Seramik Mühendisliği Anabilim Dalında
YÜKSEK LİSANS TEZİ
Olarak Hazırlanmıştır.

Danışman: Doç. Dr. Osman ŞAN

Eylül-2008

KABUL VE ONAY SAYFASI

Ali İMARETLİ 'nin YÜKSEK LİSANS tezi olarak hazırladığı “Diyatomit Kartuş Filtre Üretimi” başlıklı bu çalışma, jürimizce lisansüstü yönetmeliğin ilgili maddeleri uyarınca değerlendirilerek kabul edilmiştir.

...../...../.....

Üye :

Üye :

Üye :

Fen Bilimleri Enstitüsün Yönetim Kurulu'nun/...../..... gün ve sayılı kararıyla onaylanmıştır.

Prof. Dr. M. Sabri ÖZYURT
Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

DİYATOMİT KARTUŞ FİLTRE ÜRETİMİ

Ali İMARETLİ

Seramik Mühendisliği, Yüksek Lisans Tezi, 2008

Tez Danışmanı: Doç. Dr. Osman ŞAN

ÖZET

Diyatomitin yüksek gözenekli seramik malzeme üretiminde potansiyel ürün olmasının sebebi mikro-gözenekli bir yapısının bulunması ve ayrıca malzemenin yapısal tane boyutunun küçük olmasıdır. Ancak malzemenin seramik bünye olarak şekillendirilmesinde kil gibi inorganik katkılara ihtiyaç vardır. Bu katkıları sinterleme sürecinde diyatomitin mikro-gözenekli yapısını büyük oranda azaltır. Bu çalışmada diyatomit yapı inorganik bağlayıcılara ihtiyaç göstermeyecek şekilde üretilmiştir. Bu amaçla iri gözenekli filtre oluşturulmuş ve doğal diyatomitik malzeme ince boyuta öğütülerek bu filtrenin gözeneklerine filtrasyon tekniği ile doldurulmuştur. Filtreler farklı sıcaklıklarda (600-800°C) sinterlenerek su filtrasyonu amaçlı test edilmiştir. Daha sonra filtreler farklı sürelerde sıcak asit liç işlemine (75°C’de 5M HCl) uygulanmış ve filtrelerin su geçirgenliği artırılmıştır. Bu filtrelerin filtrasyon performansları liç işlemi uygulanmayan filtreler ile karşılaştırılmıştır. Filtrelerin endüstriyel amaçlı kullanımlarının belirlenmesi amaçlı periyodik filtrasyon deneyleri yapılmıştır. Periyodik filtrasyon 5 dakikada bir 5 bar basınç ile yapılmıştır. Filtreler uygulanan geri yıkama basınçları 2-6 bar arası araştırılmış ve filtrelerin 5 bar’a kadar geri yıkama ile temizlenebileceği belirlenmiştir. Filtreler mermer fabrikası atık suyunun çöktürme işlemi sonrası üst akımının (tane boyutu 2 µm altındadır) filtrasyonunda test edilmiştir. Katı konsantrasyonu 100 ppm olan atık suyun süzülmesinde her 5 dakika periyot süzme işleminde 1,5 m³/m² süzüntü sağlanmıştır.

Anahtar Kelimeler: Diyatomit, filtrasyon, gözenekli seramik.

FABRICATION OF DIATOMITE CARTRIDGE FILTERS

Ali İMARETLİ

Ceramic Engineering, M. S. Thesis, 2008

Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Osman ŞAN

SUMMARY

The diatomite is a high potential material in fabrication of high porosities ceramic materials because of that it has micro-porous structure and also its structural particle size is narrow. But inorganic additives such as clay are required for shaping of the material; however these additives fairly decreased the micro-porous structure during sintering. In this study, the diatomite structure is produced without inorganic additives. For this purpose, a filter with large porosities is designed and the natural diatomitic material grinded to small size and later filled the filter pores by the filtration technique. The filters sintered at differed temperatures (600-800 °C) are directly tested for water filtration. Besides the filters are exposed to hot acid leach (75 °C 5M HCl) at different times and so their permeability is increased. The filtration performances of these filters are compared to the filters which are not leach. The periodic filtration performances of the filters are also investigated. The periodic filtration is formed with pressure of 5 bar every 5 minutes. While the back flush cleaning pressure is chosen from different values (2-6 bar), the most backflush cleaning pressure which can be performed to the filters is determined as 5 bar. The filters are tested at the filtration of the overflow sample (100 ppm) after the sedimentation process of the marble wastewater and the particle sizes are under 2µm. The periodic filtration capacity of the present filters for 5 minute intervals is of 1,5 m³/m².

Keywords: Diatomite, filtration, porous ceramic.

TEŐEKKÜR

Öncelikle, yüksek lisans tezi çalışmamda fikir ve yardımlarını esirgemeyen tez danışmanım Sayın Doç. Dr. Osman ŐAN Bey'e ve Arař. Gör. Cem ÖZGÜR Bey'e teőekkürü bir borç bilirim.

Ayrıca laboratuvar çalışmalarımda yardımcı olan Seramik Mühendisliđi laboratuvar sorumlusu Bahri YILDIRIM Bey'e, maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme ve çalışmalarımda bana yardımcı olan meslektaşlarım Tuba ERGÜLER'e, Muhterem KOÇ'a ve Umut AZDAL'a teőekkürlerimi sunarım.

Ali İMARETLİ

İÇİNDEKİLER

	<u>Sayfa</u>
ÖZET	iv
SUMMARY	v
TEŞEKKÜR.....	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	ix
ÇİZELGELER DİZİNİ	x
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ.....	xi
1. GİRİŞ	1
2. DİYATOMİT.....	4
2.1 Ürün Türleri	5
2.1 Fiziksel Özellikler	6
2.3 Kimyasal özellikler	6
2.4 Uygulama Alanları	7
2.4.1 Diyatomitin filtrasyon malzemesi olarak kullanımı	7
2.5 Diyatomitin Saflaştırılması	8
3. MALZEME VE YÖNTEM.....	9
3.1 Filtre Kompozisyonu	9
3.2 Silindirik Şekilli Silika Matris Üretim.....	11
3.3 Silika Matris Gözeneklerinin Diyatomit İle Doldurulması.....	12
3.4 Silika Matris Gözeneklerindeki Diyatomitin Liç İşlemi.....	13
3.5 Kartuş Filtre Üretimi.....	14
3.6 Filtrasyon Testleri	16
3.7 Filtre Edilen Mermer Fabrikası Atığının Filtrasyon İşlemine Hazırlanması	16
3.8 Değerlendirme ve Karakterizasyon.....	18
4. BULGULAR VE TARTIŞMA	19
4.1 Filtrasyon Test Sonuçları	26
4.2 Seramik-Seramik Bağlantılı Kartuş Filtre Harkort Test Sonuçları	28
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	29
5.1 Sonuçlar	29
5.2 Öneriler	29

İÇİNDEKİLER (devam)

	<u>Sayfa</u>
KAYNAKLAR DİZİNİ	30

ŞEKİLLER DİZİNİ

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
2.1 Bazı diyatomit türlerine ait örnekler.	5
3.1 Diyatomitin X-ray analizi ile belirlenmiş faz bileşenleri.	10
3.2 Kaplama amaçlı depolanmış doğal diyatomitin tane boyut dağılımı.	10
3.3 Çift eksenli olarak silindirik malzemelerin şekillendirilmesini sağlayan presin fotoğrafı.	11
3.4 Çift eksenli presle şekillendirilmiş gözenekli silindirik silika malzemelerin fotoğrafı.	12
3.5 Basınçlı filtrasyon ile kaplama metodunun şematik gösterimi.	13
3.6 Diyatomit kaplı filtrelerin liç işlem şeması.	14
3.7 Seramik filtre kapak kalıbı, bisküvi ve sırlanmış kapak görüntüsü.	15
3.8 Basınçlı filtrasyon deney düzeneği.	16
3.9 Mermer fabrikası atık suyu katı partikül tane boyut dağılımı.	17
3.10 Mermer fabrikası atık suyu katı partiküllerinin kristal fazları.	17
3.11 Mermer fabrikası atık suyunun çökme davranışı.	18
4.1 Silika matrisin kırık yüzey taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	19
4.2 Silika matrisin Hg-porozimetre ile belirlenen gözenek boyut dağılımı.	20
4.3 Kaplama amaçlı depolanmış doğal diyatomitin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	21
4.4 Silika althğın gözeneğine yerleşmiş diyatomit tanesinin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	22
4.5 Silika matris gözeneklerine girmiş diyatomit partiküllerinin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	23
4.6 Silika matrisinin gözeneklerinde sinterlenen diyatomitin 1 saat liç işlemi sonrası taramalı elektron mikroskop görüntüsü.	23
4.7 600 °C’de sinterlenen ve 1 saat liç edilen filtre yüzeyinin X-ray faz analizi.	24
4.8 600 °C’de sinterlenen ve 48 saat liç edilen filtre yüzeyinin X-ray faz analizi.	24
4.9 Hg-porozimetre ile belirlenen gözenek çapları.	25
4.10 600 ve 800°C’de sinterlenen ve farklı sürelerde liç edilen filtrelerin filtrasyon işlemi esnasında süzüntüden alınan bulanıklık değerleri.	27
4.11 600 ve 800°C’de sinterlenen ve 1 saat liç edilen filtrelerin farklı basınçlardaki geri yıkama sonrası debi değişimleri.	28

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
3.1 Filtre kompozisyonları	9
4.1 Liç işlemi öncesi ve farklı sürelerdeki liç işlemi sonrası filtrelerin temiz su geçirgenlikleri.....	25
4.2 Liç işlemi öncesi ve farklı sürelerde liç işlemi sonrası filtrelerin filtrasyon işlemi esnasındaki geçirgenlikleri	26

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Kısaltmalar</u>	<u>Açıklama</u>
HCl	Hidroklorik asit.
M	Molarite.
NTU	Nephelometrik Turbidity Unit (Nephelometrik bulanıklık ölçümü).
X-ray faz analizi	X-ray diffraction (X-ışınları kırınımı).

1. GİRİŞ

Diyatomitin yüksek gözenekli seramik malzeme üretiminde potansiyel ürün olmasının sebebi mikro-gözenekli bir yapısının bulunması ve ayrıca malzemenin yapısal tane boyutunun küçük olmasıdır. Diyatomit diğer ismiyle kizelgur, esas olarak diyatome kabuklarının birikmesi ile oluşmuş, $\text{SiO}_2 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ bileşimli, hafif ve kolay ufalanabilen bir kayadır [1-3]. Saf diyatomit beyazdır, yabancı bileşenlere bağlı olarak sarı, kahverengi ve yeşil renkli olabilmektedir. Volkanik küller diyatomitlerin içinde kirletici etki yapmaktadır. Ayrıca karbonat, kum, kil, feldspat, mika, amfiboller, piroksenler, rutil, zirkon vb. mineraller bünyede safsızlık olarak bulunurlar [4,5]. Ana bileşeni silika olması nedeniyle, diyatomit kimyasal olarak inert ve yüksek sıcaklıklara karşı dirençlidir. Kuvvetli alkalilerden ve hidroflorik asitten etkilendiği, diğer asitlerden etkilenmediği kabul edilmektedir [6].

Diyatomitin yüksek porozite, kimyasal etkilere karşı direnci ve saflığı sebebiyle en çok tüketildiği alan filtrasyon işlemidir [7]. Gözenekli yapısı, geniş süzme yüzeyi sağlaması, yağ ve bazı mikroorganizmaları absorbe etmesi ve hacimli olması nedeniyle filtrasyon hızını ve randımanını arttırmaktadır [8]. Ayrıca diyatomitik filtreler gözeneklerinde biriken kirlilikleri temizlemek üzere uygulanan geri yıkama basınçlarına dayanmaları sebebiyle bu sektörde geniş kullanım alanı bulmuşlardır [9].

Birçok sanayi alanında, mikro-gözenekli seramikler, içme suyu gibi büyük miktarlarda sıvı/katı ayrışım amaçları için süzgeç üretiminde gittikçe artarak yaygın hale gelmiştir. Bu gibi süreçler istenilen özelliklere sahip düşük maliyetli çok sayıda üretim de gerektirir. Seramik filtrenin yüksek gözenekli, dar gözenek dağılım ölçüsü ve yüksek eğilim gücü kadar suyun kimyasal doğası için yüksek performansı olmalıdır. İşleyen süzme mekanizması yalnızca filtre malzemesinin özelliklerine değil, büyük ölçüde süzülen malzemenin tane boyutu, uygulanan basınç ve zerre-akışkan filtre malzeme sisteminin mekanik ve fiziksel kimya etkileşimleri tarafından belirlenen mekanizmasına da bağlıdır[10].

Diyatomit şekillendirilirken organik ve inorganik (kil gibi) yardımcı katkılara ihtiyaç duyar [11]. Safsızlık içeren diyatomitlerin kullanılması sinterleme sürecinde bu safsızlıkların ergiyerek gözenekliliği azaltması sebebiyle mümkün olamamaktadır [12-15]. Şekillendirme safhasında bu safsızlıklar avantaj sağlamaktadır ancak sinterleme sürecinde diyatomitik yapıdaki gözenekleri tıkayarak filtrasyon performansını azaltmaktadır. Safsızlıkların uzaklaştırılması ve diyatomitin filtre malzemesi olarak kullanılabilmesi için zenginleştirilmesi gerekmektedir. Diyatomitlerin safsızlaştırmasında asit liçi kullanılmaktadır [16,17]. Yapılan bir çalışmada, başlangıç malzemesinin kompozisyonu; %74,4 SiO_2 , %14,55 Al_2O_3 , %3,63 Fe_2O_3 ,

%1,55 CaO, %1,37 MgO, %2,44 K₂O ve %0,72 Na₂O olan diyatomit 1 normal (N) hidroklorik (HCl) asit ile soğuk ortamda liç işlemine tabi tutuluyor. 24 saat boyunca süren liç işlemi sonucunda diyatomit içerisinde bulunan ve HCl asitte çözünebilen safsızlıklar tamamen olmasada önemli oranda azalmıştır. Liç işlemiyle saflaştırılan diyatomitin yeni kompozisyonu; %80 SiO₂, %14 Al₂O₃, %2,8 Fe₂O₃, %0,6 CaO, %0,9 MgO ve %1,5 alkali oksitler şeklinde oluşmuştur[16,17]. Silika oranı arttırılan ve safsızlıklardan arındırılan bu diyatomitin filtre malzemesi olarak kullanımı söz konusu olmaktadır. Bu çalışmadaki amaç kil gibi safsızlık içeren bir diyatomite ilave herhangi bir katkı yapmadan şekillendirme sürecini tamamlamak ve sonrasında gerekli saflaştırma işlemini yaparak diyatomitik mikro-gözenekleri açmaktır.

Buradaki temel parametreler zenginleştirme sürecinde diyatomitin içerisindeki safsızlıkların liç işlemiyle uzaklaştırılması sürecinde liç işlem süresi. Bununla beraber diyatomitik mikro-gözenekliliğin liç işlemi sonrası ne oranda açıldığı ve filtrasyon performansına etkisi araştırılma parametreleridir.

Yüksek performanslı filtre üretimi, düşük direnç ve yüksek gözeneklilik ile mümkün olmaktadır [10]. Yüksek gözenekliliğe sahip diyatomitik filtrelerin performansını arttırmak için ince bir filtrasyon tabakasının oluşturulması gerekmektedir. Konvansiyonel olarak üretilen ve 22,5 cm yükseklik, 5,5 cm çap ve 0,7 cm et kalınlığına sahip olan diyatomitik filtrelerde [18] filtrasyon tabakasının kalınlığı filtrede bir direnç oluşturmaktadır. Bu direnç filtrasyon işlemi esnasında filtre performansını olumsuz etkilemektedir. Filtrelerde süzme tabakasının inceliği, oluşan direnci azalttığı için daha yüksek debilerde süzme olanağı sağlamaktadır. İnce bir süzme tabakasının oluşturulması ise filtrasyonla kaplama yöntemi mümkün kılmaktadır. Bu yöntemde iri gözeneklere sahip bir altlığın gözeneklerine daha küçük gözenekliliğe sahip malzeme basınçlı filtrasyon yöntemiyle doldurulmaktadır ve filtre tabakası bu sayede oluşturulmaktadır. Bu kaplama yönteminde düşük direnç ve sinterleme sonrası kaplama tabakasında yapısal bütünlük sağlanmaktadır. Burada kaplama kalınlığını belirleyen parametre kaplama süresidir [10].

Üretilen filtrelerin endüstriyel boyutta kullanılabilirliğini ve pratikliğini arttırmak için filtreler kartuş haline getirilmektedir. Kartuş haline getirilen filtreler filtrasyon tanklarına kolayca monte edilebilmektedir. Bu sayede eskiyen veya deforme olan filtrelerin değişimi çok daha kolay ve kısa zamanda gerçekleşebilmektedir.

Kartuş filtreler, filtre gövdesi ve kartuş kapaklardan oluşmaktadır. Filtre gövdesi suyu arıtan ana elemandır ve kartuş kapaklarına yuvalık görevi yapar. Filtre gövdesi ve kartuş

kapakların birleřtirilmesiyle kartuř filtre haline getirilen filtre kolay kullanımı, pratiklięi ve uzun kullanımlarda sızdırmazlıęı sayesinde tercih edilmektedir [19].

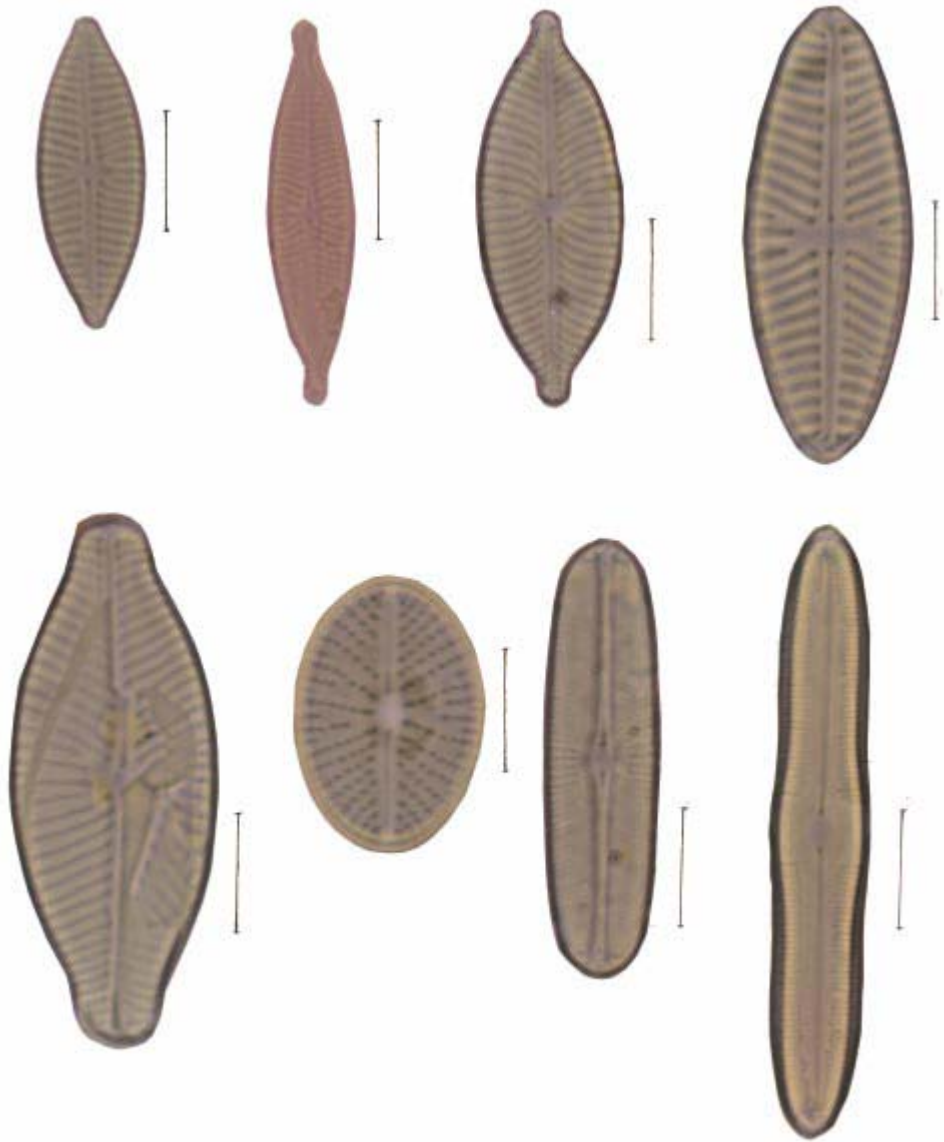
Seramik filtrelerin kartuř haline getirilmesinde metal baęlantı elemanları ve silikon contalar kullanılmaktadır. Bu baęlantı Őekilleri ile filtrelerin yksek basınçlarda kullanılmasında sızdırmazlık problemleri yařanmaktadır. Bu alıřmadaki bir dięer ama, bu sorunun ařılması iin metal baęlantı elemanları yerine, oluřturulacak bir sıvı fazla seramik kapak-seramik filtre baęlantısı saęlamaktır. Sıvı fazla oluřturulan seramik-seramik baęlantıları [20,21] sayesinde sızdırmazlık ve ařınma problemleri ařılarak yeni bir yntemle kartuř filtre retimi gerekleřtirilmiř olacaktır.

2. DİYATOMİT

Diyatomit, silika esaslı mineraller arasında özel bir yere sahiptir. Silikanın amorf yapılı bir hammadde olan diyatomit, tatlı, tuzlu, göl, deniz gibi dünya sularında yaşayabilen, bitkiler (veya yosun) dünyasından; çiçeksiz fotosentetik, tek hücreli, mikroorganizmalarca şekillendirilmiştir. Diyatomit, diyatomlarca şekillendirilen bir hammadde olduğundan, diyatomların fiziksel yapıları, şekilleri ve türleri diyatomit birikim kayacı parçacıklarını şekillendirmektedir. Bu oluşum özelliği ile diyatomit, bu mikroorganizmaların iskelet yapısı ile şekillenmiş özel bir parçacık yapısına sahiptir. Bu oluşum özelliği ile diyatomit, organik orjinli bir hammadde olarak tanımlanabilir[6].

Diyatomeler, tek başlarına olduklarında çıplak gözle görülemeyen su yosunlarıdır. Esmer-altın sarısı renkleri ve yapışkanlıkları sayesinde tanımlanabilen koloniler oluştururlar. Diyatomların ilk şekilleri 19. yüzyıl ortalarında “Ernst Haeckel” tarafından tanımlanmıştır. Mikroskop altında her hücreyi kapsayan silisli kabuklarıyla kolayca tanınırlar. Normal ışık mikroskobunda (optik) çözülmemeyecek kadar karmaşık yapıda olan kabukları, elektron mikroskobuyla incelendiğinde yüzeyleri ince ayrıntılarla süslü ve karmaşık görünümde çizgiler, delikler ve yumrucuklarla süslü olduğu görülür. Bu görünümleri ve daire, kare, üçgen, oval, yıldız, dikdörtgen, ipliksi-çubuksu, pek çok türleri ile büyüleyici olmalarının yanında, bazı türleri mikroskopların ayırma güçleri için referans ölçüsü olarak kabul edilecek mükemmelliktedir[6]. Şekil 2.1’de bazı diyatom türlerine ait örnekler görülmektedir[22].

Diatomlar beslenmek amacıyla içerisinde yaşadıkları seyreltik çözeltilerden silikayı özütlerler. Özütledikleri silika diatomların silisli kabuk yada iskelet olarak tanımlanan hücre duvarlarını şekillendirmektedir. Çok kısa ömürlerinin ardından diatomlar, yaşadıkları suların tabanlarına çökerler, canlıya ait organiklerin yok olması sonunda (kavkı, iskelet, evcik olarak tanımlanan) silisli kabukları açığa çıkmaktadır[6].



Şekil 2.1. Bazı diyatomit türlerine ait örnekler.

2.1. Ürün Türleri

Diyatomitin mevcut ürünleri doğal, kalsine ve flaks-kalsine olmak üzere başlıca üç gruba ayrılmakta ve her bir grup ta kendi aralarında parçacık boyutu dağılımlarına, fiziksel ve kimyasal özelliklerine göre yeniden sınıflanmaktadır. Ham diyatomit üretimi için metotlar birbirinden küçük ölçülerde farklılıklar göstermektedir. Ürünlerin elde edilmesinde en önemli prensip diyatom iskelet yapısının mekanik hasara uğramaması veya hasarın olabildiğince sınırlandırılmasıdır[6].

Organik maddeleri gidermek ve parçacık boyutunu değiştirmek için, kuru diyatomit döner fırınlarda 800-1000 °C sıcaklıklarda kalsine edilmektedir. Kalsinasyon sırasında, diyatomit kabuk ve kırıntıları sertleşmekte, sinterleme sürecinin bir sonucu olarak kısmen aglomere olmaktadır. Kalsine üründen beklenen nitelikler kalsinasyon süreç sıcaklığı ve sürelerinin değiştirilmesi ile kontrol edilebilmektedir. Kalsinasyon sürecini ufalama ve siklonlarda sınıflandırma süreçleri izler ve daha kaba olan doğal diyatomitlere göre ince ve orta boyutta parçacıklardan oluşan ürünler elde edilmektedir. Kalsine diyatomit, demir empürütelerinin oksidasyonunun bir (Fe_2O_3) sonucu olarak pembe veya sarımsı ile koyu kahve arası renklenebilmektedir[6].

Falks-kalsinasyon sürecinde, kuru veya kalsine diyatomit alkali flakslar ilavesi ile kalsine edilmektedir. Flaks olarak sodyum karbonat yaygın olarak kullanılmakla beraber soda külleri de kullanılabilir. Süreçte, sodyum silikat cam eriyikleri ve demir içeriği de bağlı olduğundan beyaz ürün oluşmaktadır[6].

2.2. Fiziksel Özellikler

Saf diyatomit beyazdır, yabancı bileşenlere bağlı olarak sarı, kahverengi ve yeşil renkli olabilmektedir. Volkanik küller diyatomitlerin içinde kirletici etki yapmaktadır. Ayrıca karbonat, kum, kil, feldspat, mika, amfiboller, piroksenler, rutil, zirkon vb. mineraller bünyede safsızlık olarak bulunurlar [4,5].

Toz diyatomitin görünür yoğunluğu 0,112-0,32 g/cm³ arası, gerçek özgül ağırlığı ise opaline (opal) silika ile aynı olup, 2,1-2,2 g/cm³ arası değişmektedir. Diyatomitin opal ile aynı olan bir diğer özelliği reaktif indeksidir ve bu değer 1,41-1,48'dir. İzotropik bir malzeme olan diyatomit Mohs sertlik cetvelinde 4,5-6,5 arasında yer almaktadır[6].

2.3. Kimyasal Özellikler

Diyatomit, kimyasal olarak opal (veya opaline) ile benzer kimyasal formülle gösterilmektedir ve sulu opal olarak $SiO_2.nH_2O$ şeklinde verilmektedir. Silika içeriği % 58-94 arası değişmektedir. Genel olarak ticari değere sahip diyatomitlerde silika oranı % 86-94 arası olarak verilmektedir[6].

Ana bileşeni silika olması nedeniyle, diyatomit kimyasal olarak inert ve yüksek sıcaklıklara karşı dirençlidir. Kuvvetli alkalilerden ve hidroflorik asitten etkilendiği, diğer asitlerden etkilenmediği kabul edilmektedir [6].

2.4. Uygulama alanları

Diyatomiti arzulanan son ürün yapan karakteristikleri onun diyatom iskelet yapısı ile kompozisyonundan kaynaklanmaktadır. Diyatomit, düşük görünür yoğunluk, düşük çözünebilir safsızlıklar, sıvılar için yüksek absorplama kapasitesi, yüksek yüzey alanı, düşük ısı iletkenlik, orta derece aşındırıcılık, kimyasal inertlik ve yüksek silika içerikleri gibi özelliklere sahiptir. Çeşitli ürünleri aşağıda sıralandığı gibi pek çok uygulama alanlarında kullanılmaktadır[6].

- Filtrasyon
- Dolgu malzemesi
- Yalıtım malzemeleri (ısı, ses)
- Absorban ((emici) malzemeler (su, sıvı, koku)
- Hafif aşındırıcı ve temizleyici malzemeler
- Katalist taşıyıcı ve destekler
- Hafif yapı malzemeleri
- Silisyumun çeşitli ürünleri için silika kaynağı

2.4.1. Diyatomitin filtrasyon malzemesi olarak kullanımı

Diyatomitin yüksek porozite, kimyasal etkilere karşı direnci ve saflığı sebebiyle en çok tüketildiği alan filtrasyon işlemidir [7]. Gözenekli yapısı, geniş süzme yüzeyi sağlaması, yağ ve bazı mikroorganizmaları absorbe etmesi ve hacimli olması nedeniyle filtrasyon hızını ve randımanını arttırmaktadır [8]. Ayrıca diyatomitik filtreler gözeneklerinde biriken kirlilikleri temizlemek üzere uygulanan geri yıkama basınçlarına dayanmaları sebebiyle bu sektörde geniş kullanım alanı bulmuşlardır [9].

- Gıda sanayi uygulamalarında; ham şeker likörleri, organik yağlar, margarin, kazein ve meyve suları.
- Gıda dışı sanayi uygulamaları; bira, viski, şarap, asit, antibiyotik, kimyasallar, metalurjik çözeltiler ve çözücüler.
- Diğer endüstriyel uygulamalar; suların arıtılması, biyoteknoloji alanında, enzim ve mikrop tutucular[6].

2.5. Diyatomitin Saflaştırılması

Silika hammaddesi veya kaynağı olan diyatomit, asit ve alkali çözeltilerle işlenmektedir. Diyatomit esas itibarı ile silika hammaddesi olduğundan hidroflorik asit dışında diğer asitlerden etkilenmediği kabul edilmektedir. Bununla beraber kuvvetli alkalilerle reaksiyona girebilmektedir. Diyatomitin bu kimyasal inertlik veya alkali/asit çözünebilirlikleri göz önüne alınarak asit veya alkali çözeltilerinde işlenerek silika içeriği bakımından zengin hammadde elde edilmektedir. Diyatomitin asitle işlenmesi genellikle iki amaçla gerçekleştirilmektedir[6]. Bunlar;

- diyatomiti oluşturan diyatom parçacıkların mükemmel fiziksel yapısını olabildiğince korumak,
- düşük kalitede diyatoma toprağından safsızlıkları olabildiğince gidermektir.

3. MALZEME VE YÖNTEM

Bu çalışma kapsamında diyatomitik filtreler yeni bir yaklaşım ile üretilmiş olup üç aşamadan oluşmaktadır: (i) filtre matrisini yüksek silika içerikli ve iri gözenekli olarak silindirik şekilli üretmek, (ii) silika matrisi bir derin yatak filtresi gibi kullanarak diyatomit partiküllerini filtre gözeneklerine doldurmak ve (iii) silika matris içerisindeki diyatomitleri sinterlemek ve daha sonra asit liçi ile yüksek geçirgenliğe sahip hale getirmek.

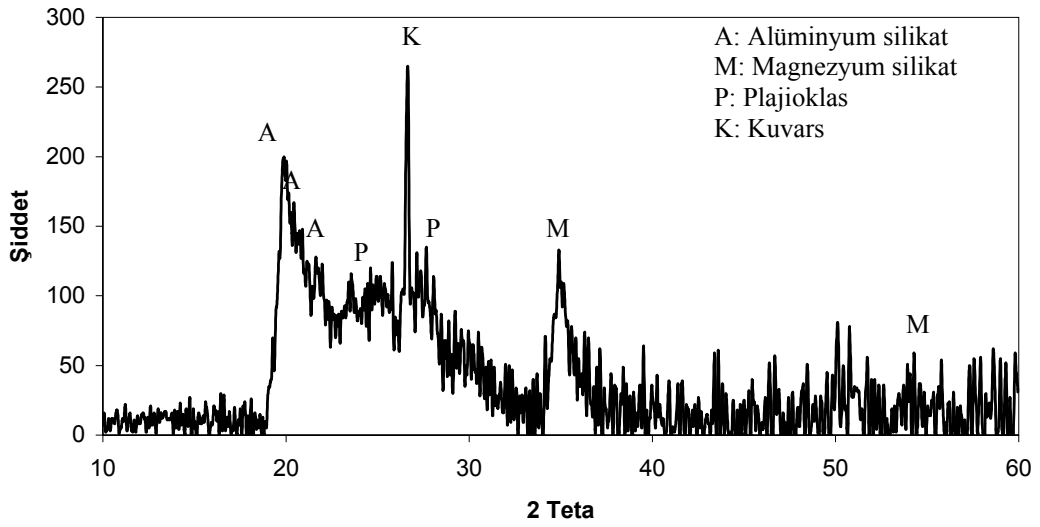
3.1 Filtre Kompozisyonu

Bu çalışmada kullanılan doğal diyatomit Kütahya-Alayunt (Türkiye) bölgesinden temin edilmiştir. Çalışmalarda filtre matrisini oluşturan kimyasal kompozisyon ile doğal diyatomit kompozisyonu Çizelge 3.1’de görülmektedir. Diyatomitin sahip olduğu kristal yapısı da Şekil 3.1’dedir. Malzeme amorf yapıdır ve bu yapıda kristal içerikler de bulunmaktadır. Bu kristal içerikler kuvars, alüminyum silikat, magnezyum silikat ve plajiyoklas sınıfı minerallerdir.

Çizelge 3.1 Filtre kompozisyonları.

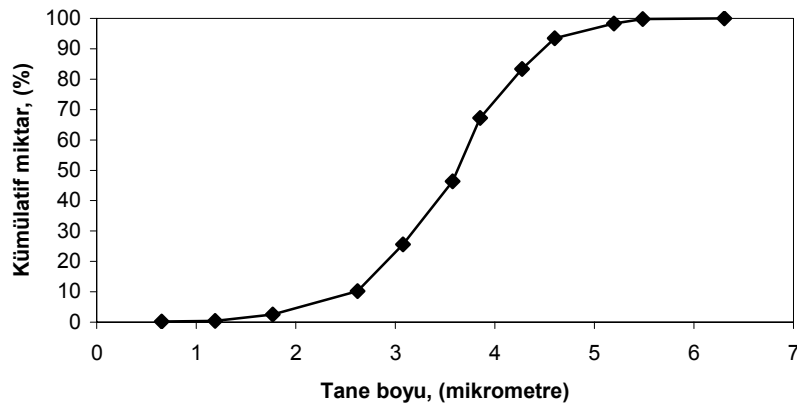
Oksitler (%)	SiO ₂	Al ₂ O ₃	PbO	B ₂ O ₃	Na ₂ O	MgO	CaO	K ₂ O	Fe ₂ O ₃	TiO ₂	KK*
Silika filtre matrisi	93.5	1.53	-	-	1.1	0.57	3.27	0.52	-	-	-
Doğal diyatomit	68,08	17,99	-	-	0,67	4,22	0,98	1,32	3,36	0,28	3,36

*Kızdırma kaybı



Şekil 3.2 Diyatomitin X-ray analizi ile belirlenmiş faz bileşenleri.

Doğal diyatomitik malzeme filtre üretimi için jet değirmende 1 saat süre ile alumina bilya kullanılarak sulu ortamda öğütülmüş, 45 µm elekten süzölmüş ve 105°C de 24 saat süre ile kurularak kaplama amaçlı depolanmıştır. Malzemenin tane boyutu Şekil 3.2’de görölmektedir. Partiköl boyut dağılımı 3-5 µm civarındadır.



Şekil 3.3 Kaplama amaçlı depolanmış doğal diyatomitin tane boyut dağılımı.

3.2 Silindirik Şekli Silika Matris Üretim

Silindirik şekilli malzemelerin üretimini sağlayacak pres çift eksenli basınç uygulayacak şekilde tasarlanmış olup bu pres'in fotoğrafı Şekil 3.3'de, bu pres ile üretilmiş malzemelerin fotoğrafı ise Şekil 3.4'de görülmektedir. Bu sistem ile 5 cm dış çapı, 2 cm iç çapı ve 12 cm yüksekliği olan gözenekli silika malzemeler üretilmiştir. Bu malzemelerin üretiminde kuvars, cam (soda-kireç camı) ve cam yapıcı katkıları (kil, zeolit, albit ve kalsiyum oksit) kullanılmıştır. Karışım 75 µm altına öğütülerek kurutulmakta daha sonra nemlendirme ile granül haline getirilmekte ve pres ile şekillendirilmektedir. Sonrasında malzeme 1100°C sıcaklıkta 1 saat süre ile pişirilmiştir.



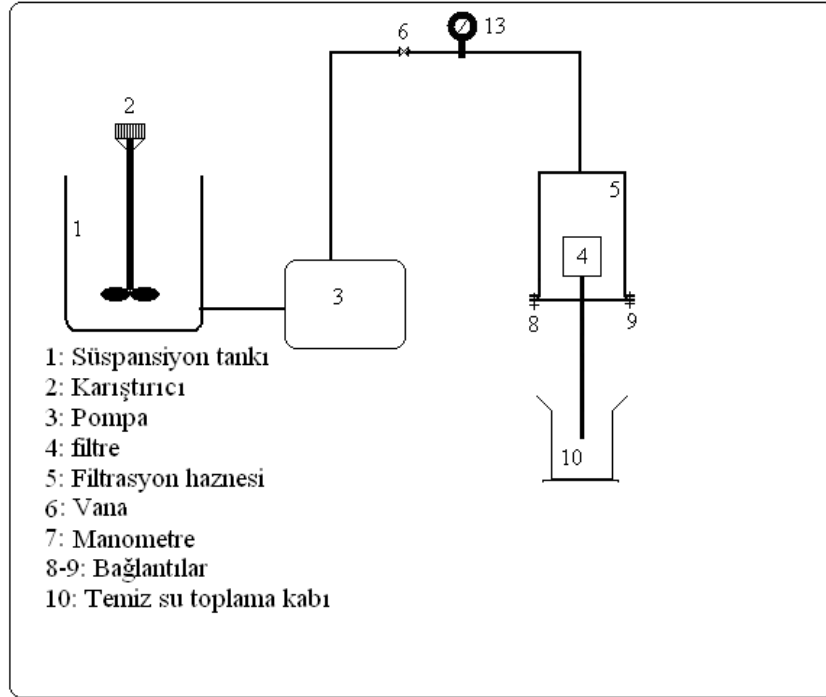
Şekil 3.4 Çift eksenli olarak silindirik malzemelerin şekillendirilmesini sağlayan presin fotoğrafı.



Şekil 3.5 Çift eksenli prese şekillendirilmiş gözenekli silindirik silika malzemelerin fotoğrafı.

3.3 Silika Matris Gözeneklerinin Diyatomit İle Doldurulması

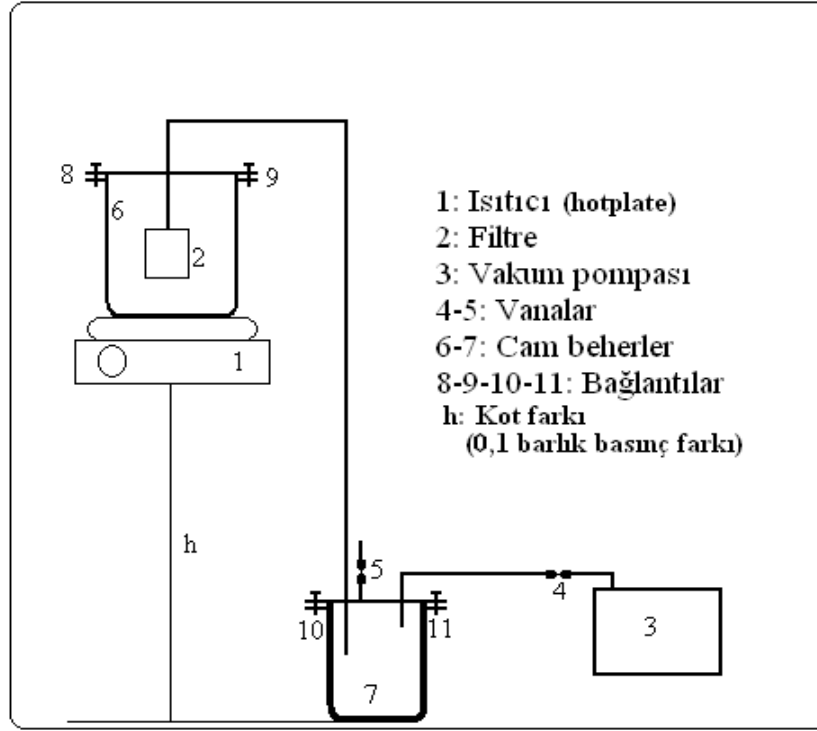
İri gözenekli şekillendirilen silindirik silika malzemenin diyatomitik filtreye dönüştürülmesi amacıyla malzemenin dış yüzeyinden gözeneklerine diyatomit partikülleri doldurulmuş daha sonra bu malzeme sinterlenmiş ve asit liçi ile diyatomitik yapının mikrogözenekleri açılmıştır. Filtrasyonda süzme işlemi bu diyatomitik kaplama tabakası tarafından belirlenmektedir. Filtre altlığı silindirik boru şekilli olup dış yüzey alanı 188 cm^2 'dir. Kaplama tabakası % 0,1 katı içerecek şekilde hazırlanmış süspansiyondan 5 bar basınç altında filtrasyon tekniği (Şekil 3.5'de kaplama yöntemi şematik olarak gösterilmiştir) ile yapılmıştır. Kaplama kalınlığı tayini için filtrasyon sürecinde silika matristen 250, 500, 750 ve 1000 ml süspansiyonun geçirilmesiyle farklı kalınlıklarda yapılmıştır. Kaplama sonrası malzeme oda ortamında 24 saat bekletilmiş daha sonra etüvde 105°C sıcaklıkta 12 saat kurutulmuştur. Daha sonra 600 , 700 ve 800°C sıcaklıklarda 30 dakika süre ile sinterlenmiştir. Kaplama tabakasının kırık yüzeyden mikroyapısı taramalı elektron mikroskop yardımıyla incelenmiştir (Zeiss EVO-50 EP).



Şekil 3.6 Basınçlı filtrasyon ile kaplama metodunun şematik gösterimi.

3.4 Silika Matris Gözeneklerindeki Diyatomitin Liç İşlemi

Kaplama yapılan diyatomitin liç işleminden önce mukavemet kazanması ve gözeneklerden kopmaması için düşük derecelerde sinterlenmiştir. Filtre altlığı farklı kalınlıklarda diyatomit ile kaplandıktan sonra 600, 700 ve 800°C’de sinterlenmiştir. Filtreler sinterleme işlemi sonrasında 45 cm² yüzey alanına sahip olacak şekilde kesilerek test numunesi haline getirilmiştir. Silika matris gözeneklerindeki diyatomitlerin liç işlemi şematik olarak Şekil 3.6’da görülmektedir.



Şekil 3.7 Diyatomit kaplı filtrelerin liç işlem şeması.

Diyatomitle kaplanmış filtrenin liç işlemi, 5 molar (M) hidroklorik asit (HCl) asit ortamda ve 75°C'ye ısıtılmış solüsyonda 1, 12, 24 ve 48 saat gibi farklı sürelerde yapılmıştır. Şekil 3.6'da görüldüğü gibi diyatomit kaplanmış filtre içerisinden vakum pompası yardımıyla asit solüsyonu geçirilmektedir. Bir süre sonra 4 nolu vana yardımıyla vakum kapatılmakta ve 5 nolu vana açılarak sistem atmosfere açık hale getirilmektedir. Sistem hidrostatik basınç farkı (0.1 bar) sebebiyle asit solüsyonunun filtreden geçmesi sağlanmaktadır. Belirli süre sonra sistemden tamamen taşınan asit solüsyonu sisteme tekrar beslenmektedir (7 nolu beherden 6 nolu behere besleme). Bu şekilde uzun süreli liç işlemine devam edilebilmektedir.

3.5 Kartuş Filtre Üretimi

Silindirik filtre üretildikten sonra bunun kartuş filtre haline getirilmesi metal kapaklar ve silikon contalar ile yapılmaktadır. Bu çalışma kapsamında filtrenin kartuş filtre haline getirilmesinde farklı bir yöntem uygulanmıştır. Filtrenin alt ve üst kapağı seramik olarak üretilmiş ve filtre kapak bağlantısı cam faz kullanılarak sinterleme ile yapılmıştır.

Filtrelerin seramik kapakları porselen çamurundan imal edilmiş olup bu amaçla kullanılan çamur Eczacıbaşı A.Ş tarafından satılan ESC-1 döküm çamurudur. Filtre kapağı alçı kalıp döküm yöntemiyle şekillendirilmiş, doğal ortamda 24 saat süre ile kurutulmuş ve

1000°C'de 10 dakika süre ile sinterlenmiştir. Sinterleme ve soğutma hızı 5°C/dakikadır. Porselen kapak üretildikten sonra filtre yüzeyine sırlanarak konulmuş ve filtre ile birlikte 900°C de sinterlenmiştir. Burada kullanılan sır yine ticari bir ürün olup Eczacıbaşı A.Ş. tarafından üretilmektedir (D. D. Opak sır).

Kapakların döküm yöntemiyle şekillendirilmesinde oluşturulan döküm çamuru katı konsantrasyonu ağırlıkça %40 olarak uygulanmıştır. Üst kapağın şekli filtrenin hortum bağlantısını sağlayacak şekilde tasarlanmış olup şekillendirme sonrası kapağın görüntüsü Şekil 3.7'de verilmiştir. Filtrenin alt kapağı kapalı bir altlık oluşturacak şekilde üretilmiştir. Her iki kapağın döküm sürecinde kazandığı et kalınlığı 5 mm dir. Kapaklar şekillendirme sonrası doğal ortamda 24 saat bekletilmiştir. Kapakların sinterlemesi 1000°C'de 10 dakika süre ile yapılmıştır.



Şekil 3.8 Seramik filtre kapak kalıbı, bisküvi ve sırlanmış kapak görüntüsü.

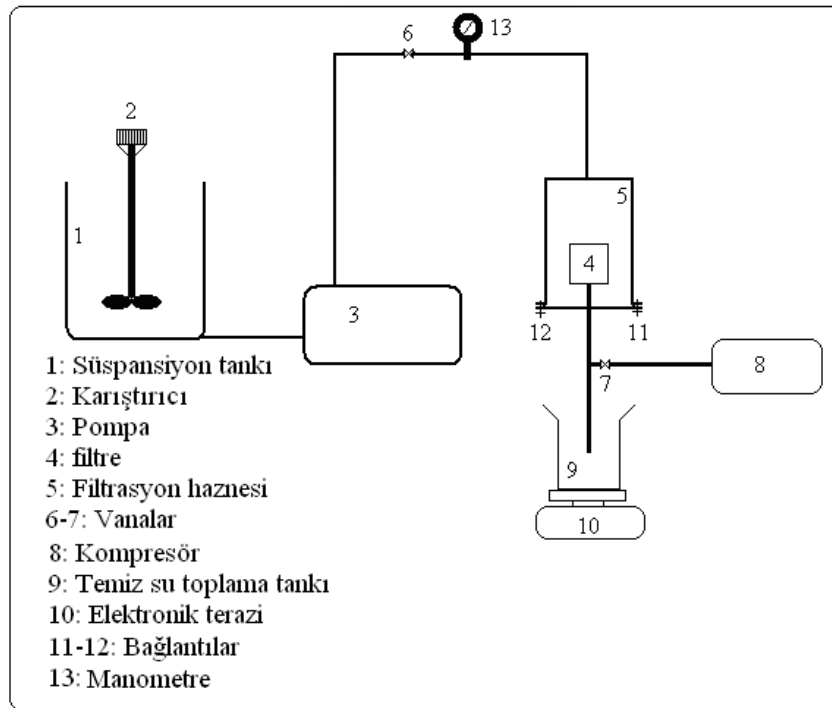
İri gözenekli olarak üretilen silika matris diyatomitik filtre haline dönüştürülmeden önce alt ve üst kapaklar ile bağlanmıştır. Kapaklar sinterlenmiş ve henüz sırlanmamıştır. Kapakların sırlanması ve silika matrise bağlanması aynı süreçte yapılmış olup kapak ile silika matris arasına sır konulmuş ve daha sonra kapaklar sırlanmıştır. Sırlamadan sonra kurutulan malzemeler 900°C'de sinterlenmiştir. Sinterleme hızı 5°C/dakikadır.

Kapak ve silika altlığın sırla uyumunu tam anlamıyla belirlemek için harkort testi yapılmıştır. Bu testin yapılışı şu şekildedir; sırlanmış ve pişirilmiş malzeme 100-200°C'ye ısıtılmış ve 25°C sıcaklıktaki suya atılmıştır. Daha sonra silika matris-kapak ara yüzeyine boyalı sıvı kullanılarak gözle çatlak araştırması yapılmıştır. Ayrıca filtre içersine 2 bar basınçlı hava vererek ara yüzeyden hava çıkışı olup olmadığı araştırılmıştır.

3.6 Filtrasyon Testleri

Bu çalışmada kartuş filtrenin süzme performans testleri ortalama tane boyutu 2 μm olan mermer fabrikası atık suyunun 5 bar basınç altında filtrasyonu ile yapılmış olup filtrasyon konvansiyonel ve periyodik olarak uygulanmıştır. Bu testler ile süzme kapasitesi ve içme suyunun berraklığı belirlenmiştir. Mermer fabrikası atık suyunun bulanıklığı 187 NTU değerindedir.

Filtrasyon işlemlerinin yapıldığı filtrasyon deney düzeneği Şekil 3.8’de görülmektedir. Bu deney düzeneği su tankı, karıştırıcı, pompa, filtre ünitesi, hava tankı, valfler ve elektronik terazi gibi ekipmanlardan oluşmaktadır. Periyodik deneyler 5 dakika aralıklarla yapılmakta olup filtreden her defasında bir miktar süzülen su ters akım olarak geçirilmekte olup filtrenin temizlenmesi bu şekilde yapılmaktadır. Filtrasyon deneylerinde süzülen suyun miktarı ve bulanıklılık değerleri ölçülmüştür (Merck Turbiquant 1500 T).

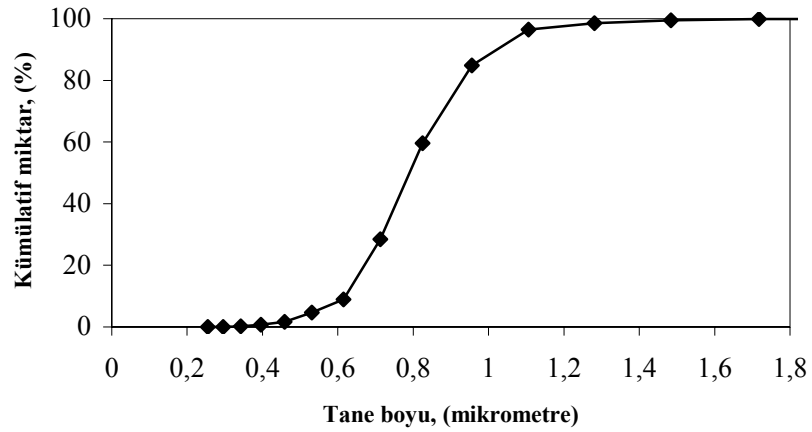


Şekil 3.9 Basınçlı filtrasyon deney düzeneği.

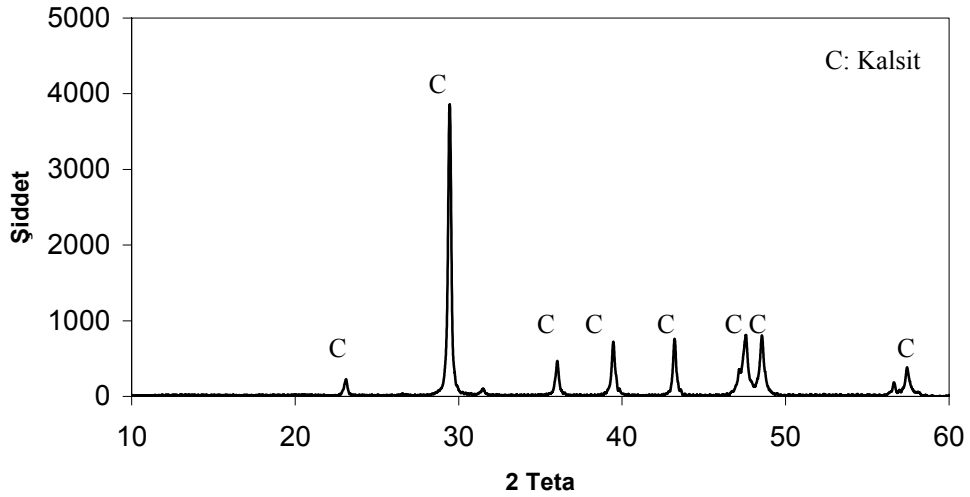
3.7 Filtre Edilen Mermer Fabrikası Atığının Filtrasyon İşlemine Hazırlanması

Mermer fabrikası atık suyu %0,7 katı içeriğine sahiptir ve içeriğinde büyük partiküller de bulunmaktadır. Bunun için filtrasyon öncesi mermer atık suyunun iki ayrı kısma ayrılması

gerekmektedir. Ayrıma işleminde çöktürme yöntemi kullanılmıştır. Havuz içerisinde belli bir süre bekletilen atık suyu çöken ve askıda kalan kısım olarak ikiye ayrılmıştır. Çöken kısmın nem oranı % 44 olarak belirlenmiştir. Askıda kalan kısmın katı oranı da %0,1 olarak hesaplanmıştır. Askıda kalan kısmın tane boyu $2\mu\text{m}$ altındadır (Şekil 3.9) katı partikülleri de CaCO_3 'tan oluşmaktadır (Şekil 3.10).

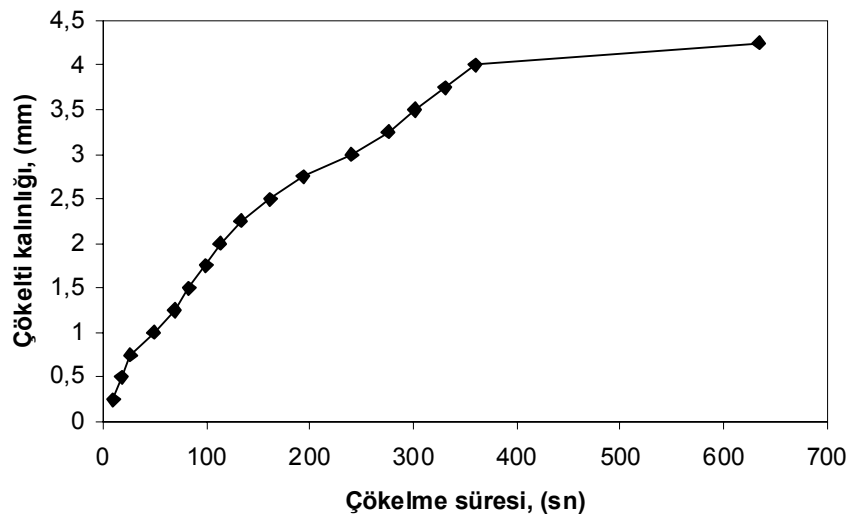


Şekil 3.10 Mermer fabrikası atık suyu katı partikül tane boyut dağılımı.



Şekil 3.11 Mermer fabrikası atık suyu katı partiküllerinin kristal fazları.

Mermer fabrikası atık suyunun sedimentasyon testi 20 cm yüksekliğinde cam kap kullanılarak yapılmıştır. Biriken katı yüksekliğinin zamana karşılık artışı tespit edilmiştir (Şekil 3.11). Çöktürme testi için alınan atık suyun katı konsantrasyonu ağırlık olarak %0,7 değerindedir. Bu malzemenin 7 dakika sonrasında 20 cm yüksekliğindeki kapta oluşturduğu çökelti kalınlığı 4 mm kadardır. Bu süreçten sonra çökeltme kalınlığındaki artış çok yavaş ve dikkate değer değildir, dolayısıyla mermer fabrikası atık suyunun çöktürülmesi işlemi 7 dakika olarak alınmıştır.



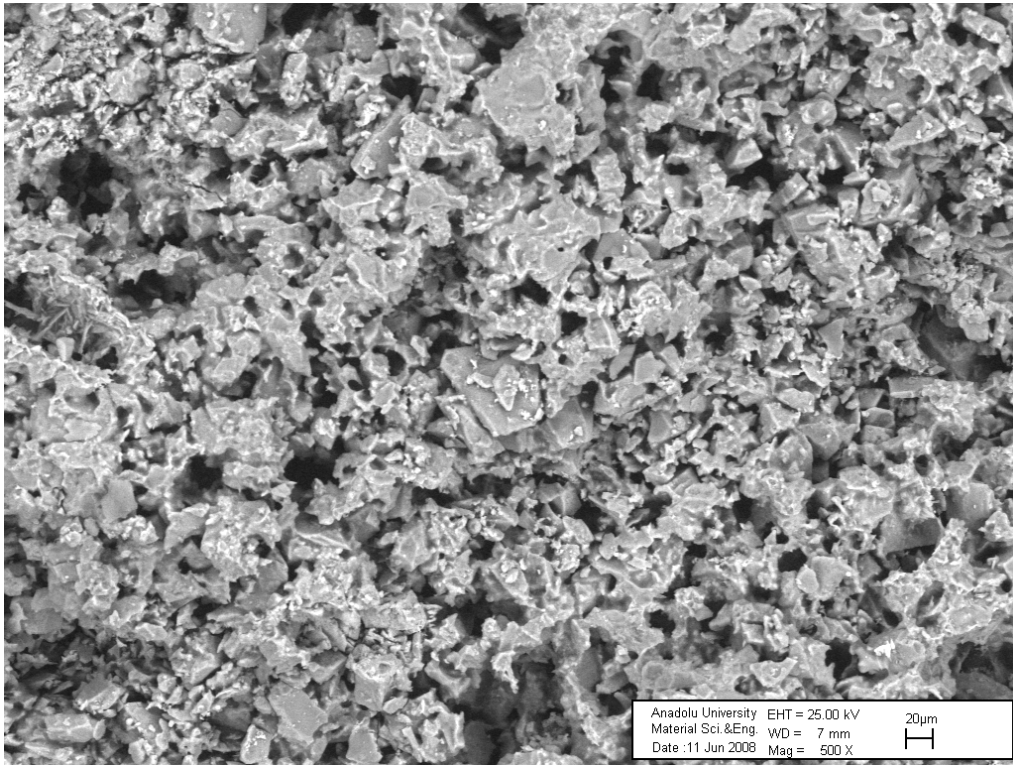
Şekil 3.12 Mermer fabrikası atık suyunun çökme davranışı.

3.8 Değerlendirme ve Karakterizasyon

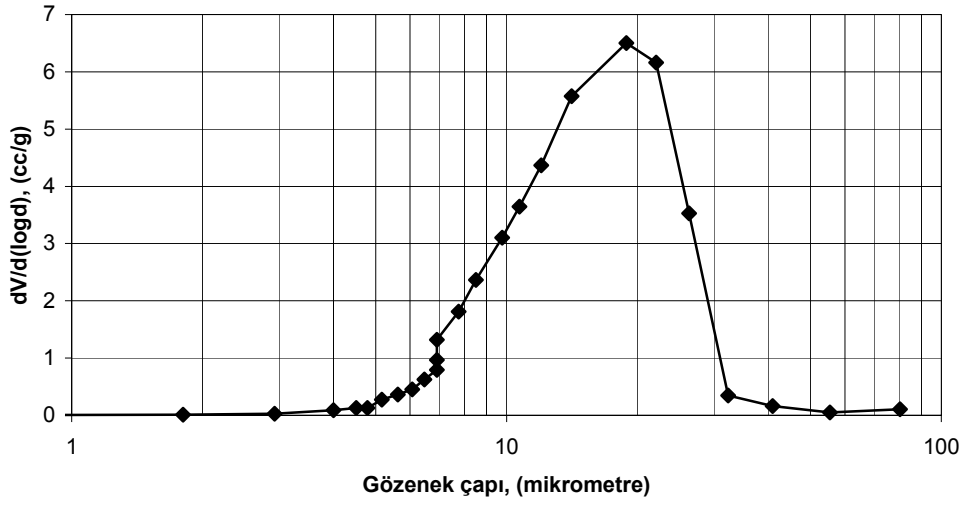
Çalışma şu değerlendirme ve karakterizasyon işlemlerini kapsamaktadır: (i) kimyasal kompozisyonun belirlenmesi; X-ray floresan (Spectro X-LAB 200), (ii) kristal fazların belirlenmesi; X-ray analizi (Rigaku Miniflex powder diffractometer employing $CuK\alpha$ radiation in $2\theta = 10-65^\circ$ at a goniometer rate of $2\theta = 2^\circ/\text{min.}$), (iii) parçacık boyutunun belirlenmesi; Zeta sizer (Malvern-Nano S) (iv) mikroyapı analizi; taramalı elektron mikroskop (SEM) (Zeiss Suprat 50), (v) Harkort testi, (vi) süzüntü bulanıklık testi (Merck Turbiquant 1500 T).

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

Bu çalışmada konvansiyonel diyatomitik filtrelerden farklı olarak filtre iri gözenekli silika matris gözeneklerinde oluşturulmuştur. Filtre matrisi silindirik şekilli olarak çift eksenli preste üretilmiş ve 1100°C’de sinterlenmiştir. Silika matrisin kırık yüzey taramalı elektron mikroskop görüntüsü Şekil 3.1’de görülmektedir. İri kuvars partiküllerinin oluşturduğu bu matris geniş bir gözenek boyut dağılımı vermektedir. Silika matrisin gözenek boyutu 4-50 µm arasındadır (Şekil 4.2).

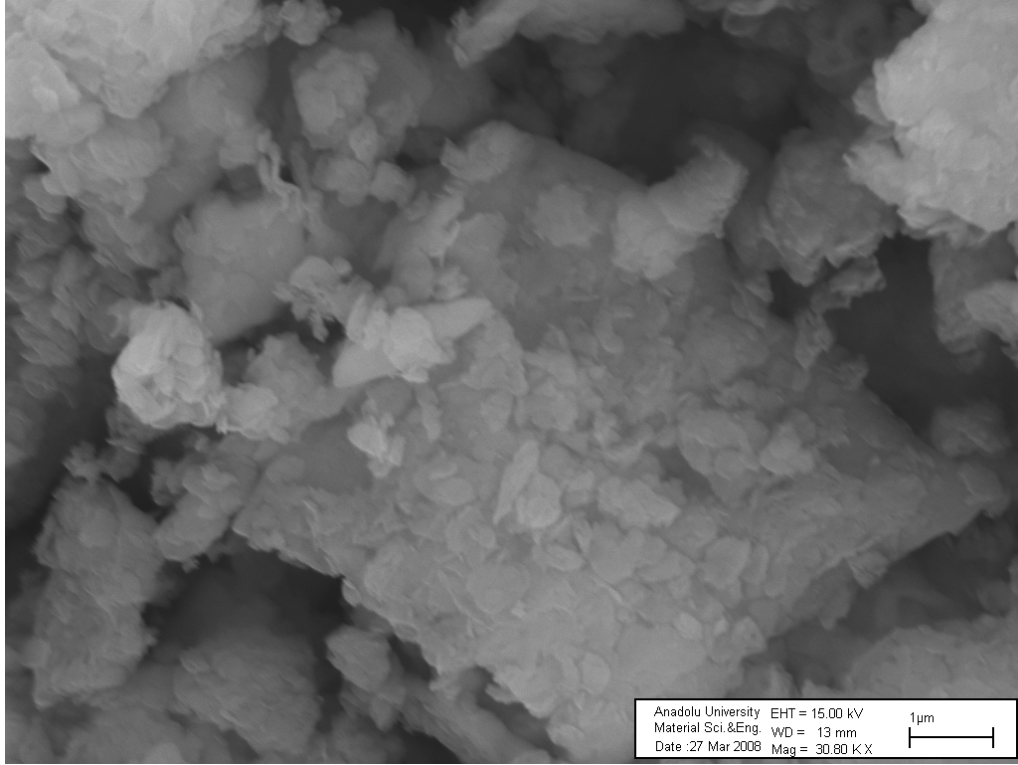


Şekil 4.1 Silika matrisin kırık yüzey taramalı elektron mikroskop görüntüsü.



Şekil 4.2 Silika matrisin Hg-porozimetre ile belirlenen gözenek boyut dağılımı.

Yukarıdaki silika matrisin gözeneklerine doğal diatomit öğütülerek filtrasyon tekniği ile doldurulacaktır. Bu amaçla hazırlanan diatomit partiküller filtre gözenek boyutundan küçük boyutlu olmak durumundadır. Dolayısıyla doğal diatomit malzeme 20 μm boyutu altına öğütülmüştür. Öğütme işlemi sonrası diatomit partiküllerin mikroyapıları Şekil 4.3'de görülmektedir. Burada diatomitin sahip olduğu karakteristik mikro-gözenekli yapı gözükmemektedir, bunun sebebi gözeneklerin safsızlıklarla dolmuş olmasıdır. Partiküller bu doğal yapıları ile silika matris içersine doldurulacak, daha sonra sinterleme işlemi yapılacak ve asit liçi ile diatomit filtre gözeneklerinde gözenekli dönüşecektir.

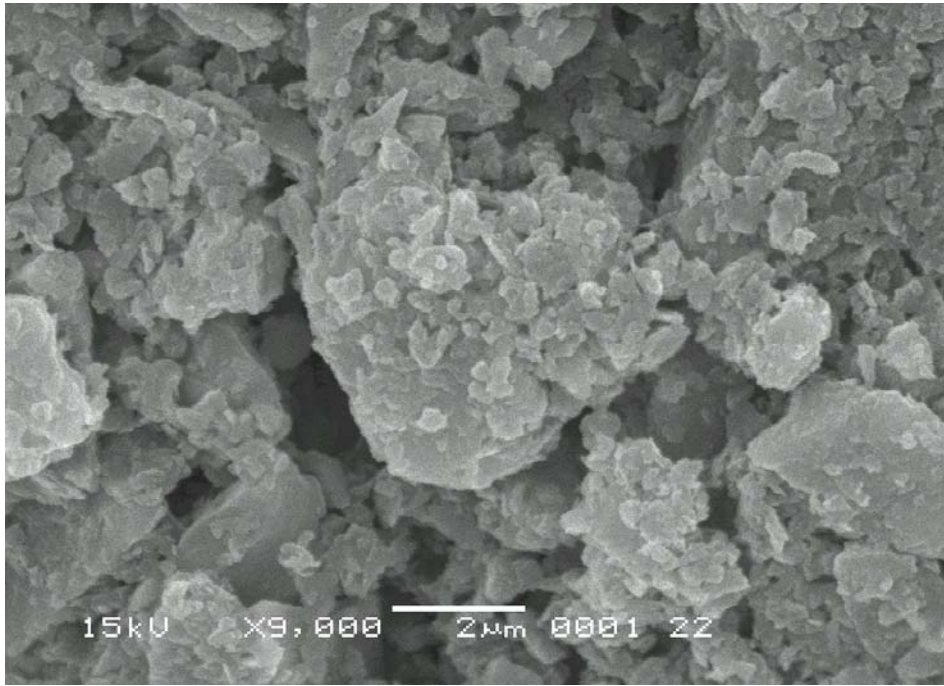


Şekil 4.3 Kaplama amaçlı depolanmış doğal diyatomitin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.

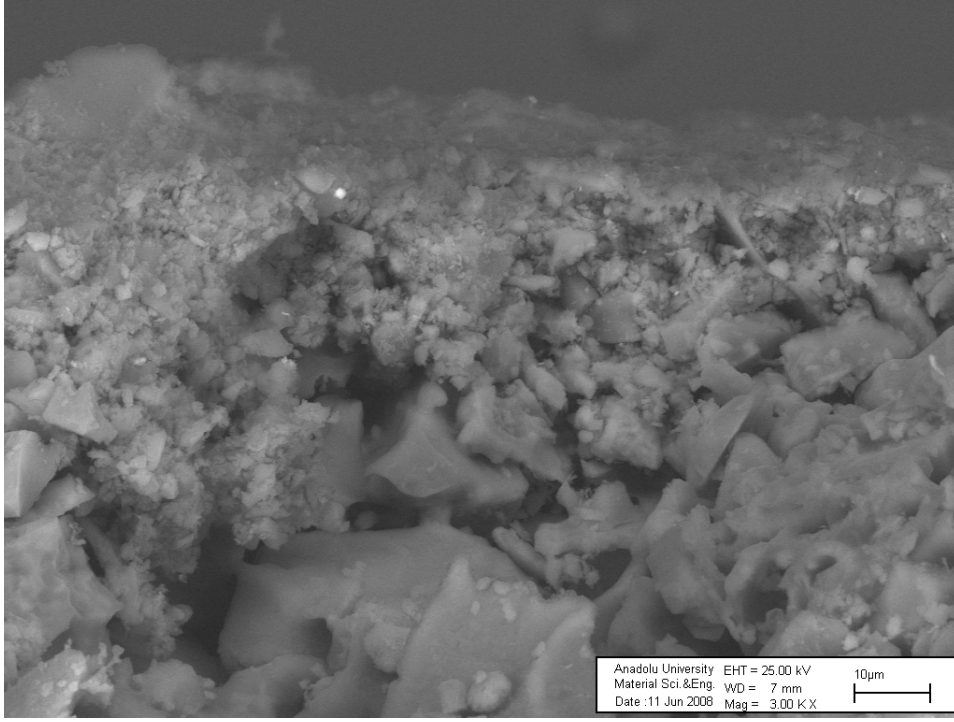
Diyatomit partiküllerinin silika matris içersine belirli bir mesafeye dolması ancak matris dış yüzeyinde bir kaplanma tabakası oluşturmadan kalması hedeflenmiştir. Burada yüzeyde bir kaplama tabakası oluşturmamaktaki amaç diyatomitik filtreyi düşük filtrasyon dirençli olarak üretmektir. Diyatomitik partiküllerin iri gözenekli silika matrise doldurulması şu şekilde yapılmıştır: partiküller ile %0.1 katı konsantrasyonu olan bir süspansiyon hazırlanmış ve filtre altlığının dış yüzeyinden içeri doğru basınç filtrasyonu yapılmıştır.

Silika matris gözeneklerinin tam olarak doldurulması ve yüzeyde bir kaplama tabakası oluşturmadan kalması amacıyla %0,1 katı konsantrasyonunda hazırlanan süspansiyondan farklı miktarlar alınmış (250-2000 ml) ve tamamı bitene kadar filtre matrisinden geçirilmiştir. Burada kullanılan test matrislerinin yüzey alanı 188 cm^2 'dir. Süzülen diyatomit içerikli süspansiyon miktarı 250 ml olduğunda gözeneklerin tam olarak dolmadığı, 500 ml olarak seçildiğinde gözeneklerin dolduğu, bu miktar 750 ml olduğunda ise matris yüzeyinde tabaka oluştuğu görülmüştür. Burada filtre gözenekleri tam olarak dolan 500 ml uygulaması diyatomitik filtre oluşturma süreci olarak seçilmiş ve bu yöntemle üretilen numuneler üç farklı sıcaklığa (600, 700, 800°C) sinterlenmiştir.

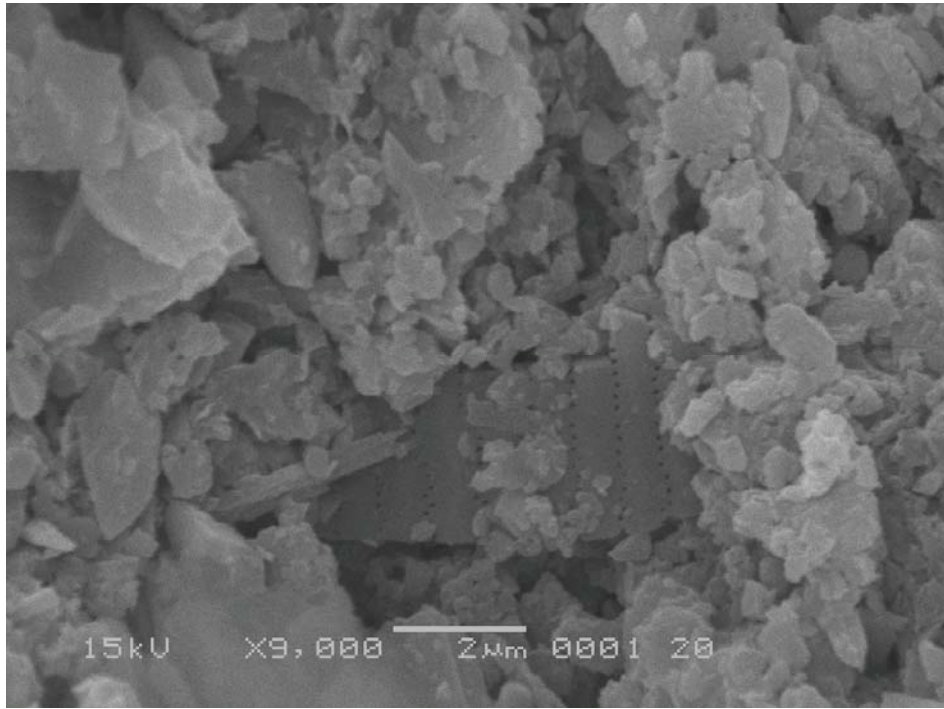
Sinterleme sonrası filtre kaplama yüzeyi taramalı elektron mikroskop yardımıyla gözlenmiş olup burada silika matris gözeneğine girerek 700°C’de sinterlenmiş diyatomit partikülleri Şekil 4.4’de görülmektedir. Burada üretilen filtre gözenek boyutu azaltılmış konvansiyonel bir filtre görünümündedir. Diyatomitlerin silika matris içerisine girdiği mesafe 10 µm karardır (Şekil 4.5’de görülmektedir). Filtrenin yüksek geçirgenlik kazanması asit liçi işlemi sonrasında olacaktır. Şekil 4.6’da 1 saat süre ile 75°C sıcaklıkta hazırlanmış 5M HCl solüsyonunun filtre gözeneklerinden geçirilmesinden sonra taramalı elektron mikroskop görüntüsü verilmiştir. Burada diyatomitin karakteristik mikroyapısı ortaya çıkmış olup filtrenin yüksek geçirgenlik kazanacağı anlaşılmaktadır. Liç edilmiş filtrelerde safsızlıklar azalmıştır. Şekil 4.7 ve 4.8’de görülen kristal fazlardan safsızlıkların uzun süreli liç işlemiyle azaldığı görülüyor.



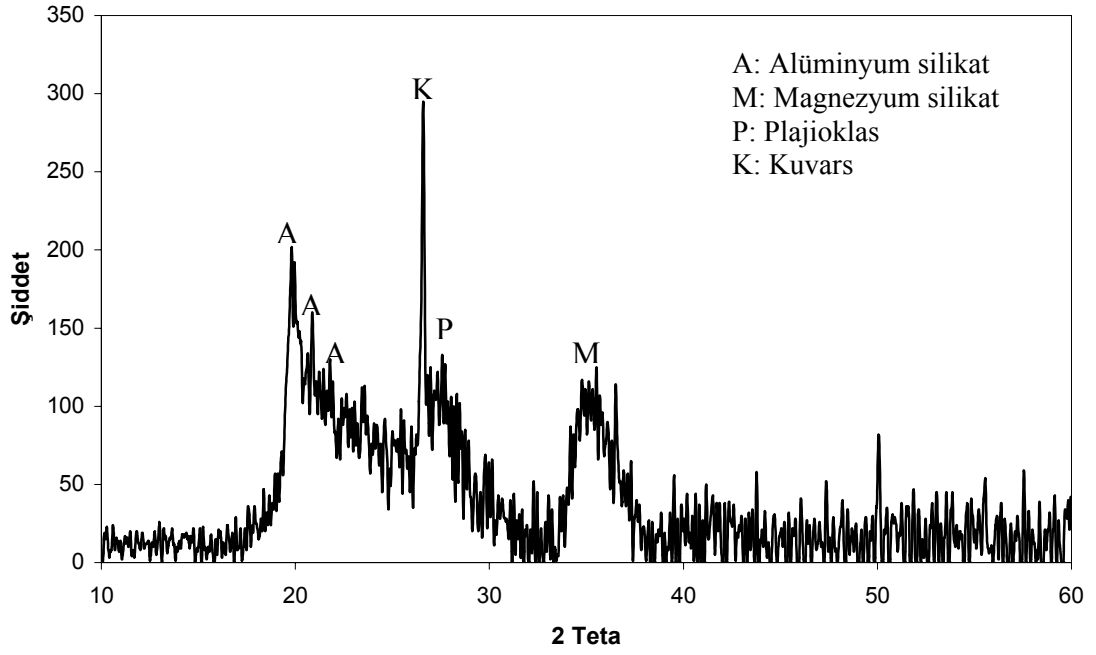
Şekil 4.4 Silika altlığın gözeneğine yerleşmiş diyatomit tanesinin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.



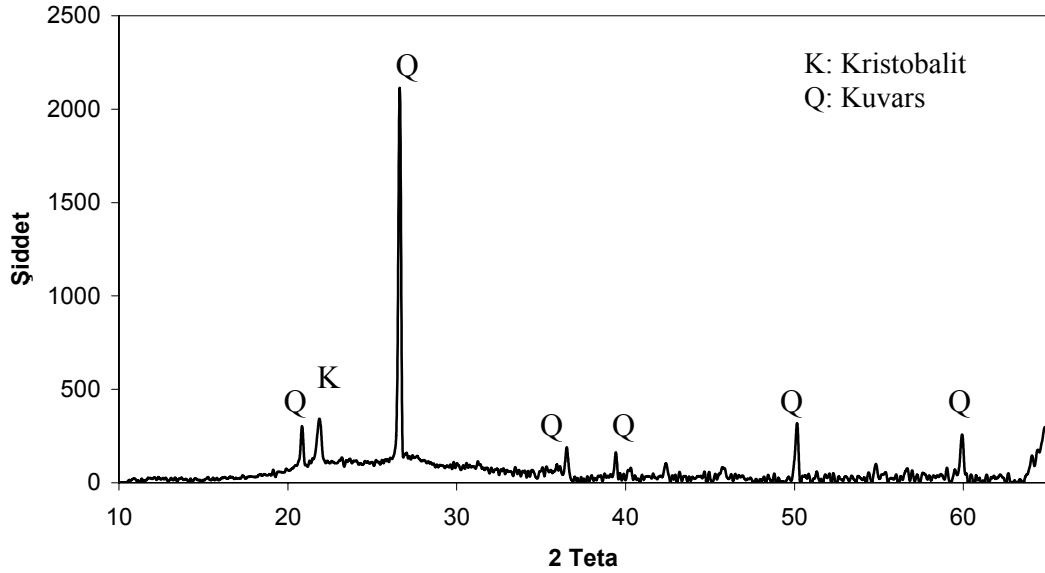
Şekil 4.5 Silika matris gözeneklerine girmiş diyatomit partiküllerinin taramalı elektron mikroskop görüntüsü.



Şekil 4.6 Silika matrisinin gözeneklerinde sinterlenen diyatomitin 1 saat liç işlemi sonrası taramalı elektron mikroskop görüntüsü.

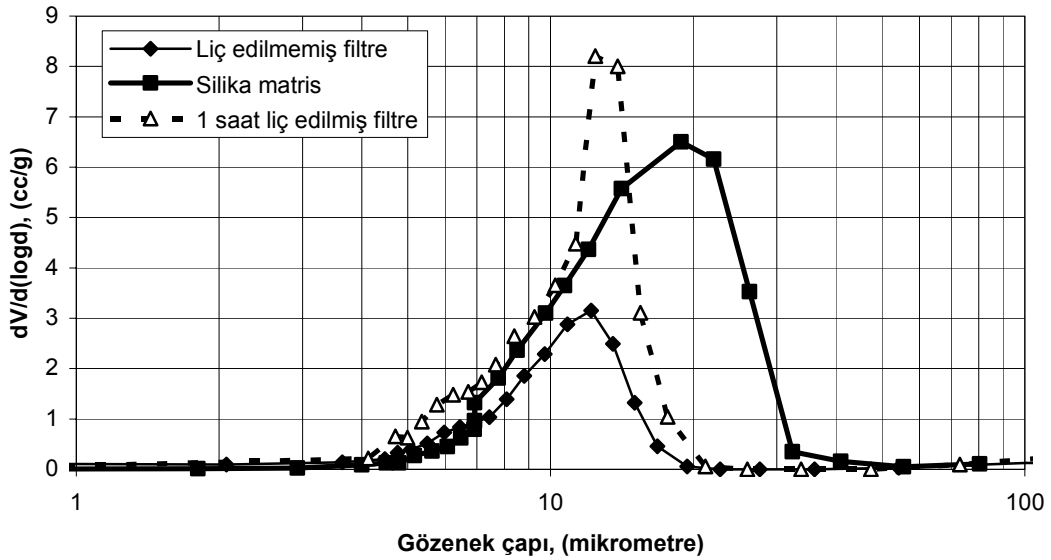


Şekil 4.7 600 °C’de sinterlenen ve 1 saat liç edilen filtre yüzeyinin X-ray faz analizi.



Şekil 4.8 600 °C’de sinterlenen ve 48 saat liç edilen filtre yüzeyinin X-ray faz analizi.

Daha uzun süreli liç işlemiyle (12, 24 ve 48 saat) diyatomit partiküllerinde çözünme artmakta ve daha gözenekli mikro yapı ortaya çıkmaktadır. Liç işlemi öncesi ve liç işlemi sonrası temiz su debileri bu görüşü doğrulamaktadır. Çizelge 4.1’de filtrelerin temiz su debileri görülmektedir. Sinterleme sıcaklığı artışı ile filtrelerde azda olsa bir debi vardır, bunun sebebi gözenek büyümesi olarak yorumlanmaktadır. Liç işlemi ile sağlanan süzme kapasitesi artışı Şekil 4.6’da görüldüğü gibi gözenekleri kaplayan diyatomitlerin mikro-gözeneklerinin açılması sonucudur. Daha fazla yapılan liç işlemleri ile diyatomitte diğer safsızlıklarında çözülmesi sonucudur. Safsızlıkların çözündüğü ve gözeneklerin açıldığı Şekil 4.9’da da görülmektedir. Şekil 4.9’da Hg-porozimetre ile gözenek tayini yapılmıştır ve kaplama yapıldıktan sonra altlığın gözeneklerinin küçüldüğü, liç edilmesiyle de tekrar açılmaya başladığı görülmektedir.



Şekil 4.9 Hg-porozimetre ile belirlenen gözenek çapları.

Çizelge 4.1 Liç işlemi öncesi ve farklı sürelerdeki liç işlemi sonrası filtrelerin temiz su geçirgenlikleri.

Sinterleme sıcaklığı	Liç edilmemiş	Liç işlemi yapılmış			
	Filtre temiz su geçirgenliği, m^3/m^2 saat*	Filtre temiz su geçirgenliği, m^3/m^2 saat*			
		1 saat	12 saat	24 saat	48 saat
600°C	28.56	31.32	33.42	36.72	38.22
700°C	28.86	32.88	33.48	36.54	38.34
800°C	29.10	31.80	34.02	36.90	40.02

*Süzme süresi: 20 dakika

4.1 Filtrasyon Test Sonuçları

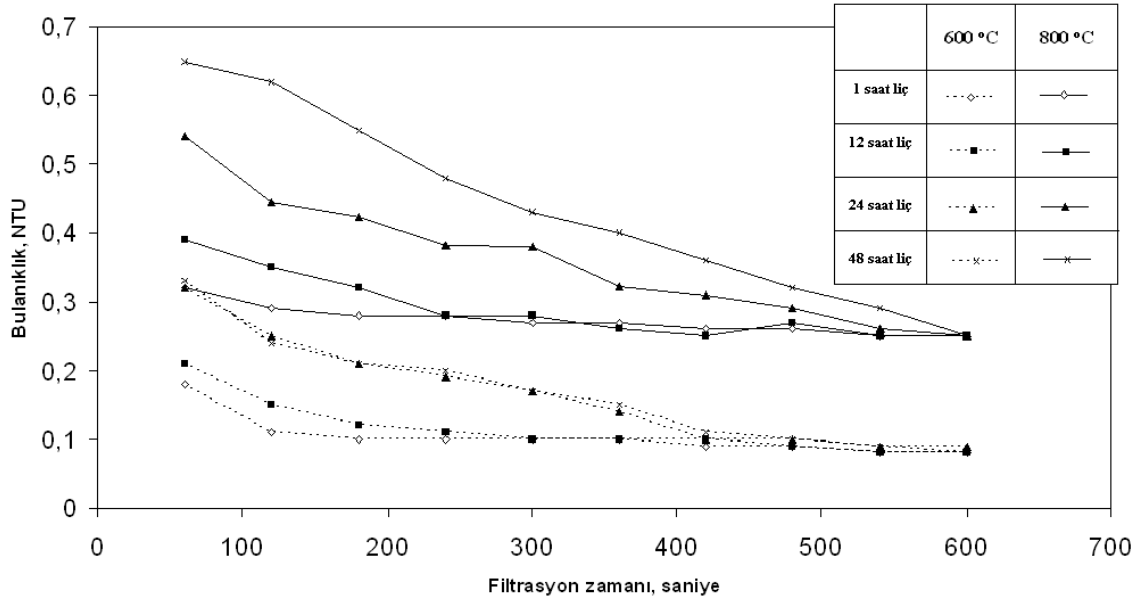
Filtrasyon deneyleri düşük ve yüksek sıcaklıklarda sinterlenmiş ve farklı sürelerde liç edilmiş filtreler ile yapılmıştır. Filtrasyon süresi her filtre için 10 dakika olarak alınmış ve süzülen toplam süzüntü miktarları belirlenmiştir (Çizelge 4.2). Filtrelerin liç edilmesiyle toplanan süzüntü miktarı artmaktadır. Burada liç süresi süzüntü miktarını belirlemektedir; 1 saat süre ile liç edilmiş filtreler daha uzun süreli liç edilmiş filtrelere göre daha fazla süzüntü sağlamaktadır. Liç süresinin artmasıyla filtreler daha fazla temiz süzüntü sağladıkları halde (Bkz. Çizelge 4.1), filtrasyon testlerinde daha az süzüntü sağlamaları uzun süre liç edilmiş filtrelerin filtrasyon sürecinde daha fazla tıkanması olarak yorumlanmaktadır. Uzun süre liç edilmiş filtrelerin daha fazla tıkanmalarını süzüntüden ölçülen bulanıklık değerlerinden görmek mümkündür (Şekil 4.10). Uzun süreli liç edilmiş filtreler 1 saat süreli liç edilmiş filtrelere göre daha bulanık süzüntü vermektedirler. Bu sonuç filtrelerin uzun süreli liç edilmesiyle gözenek boyutunun arttığını ve filtrelerin seçiciliğinin azaldığını göstermektedir.

Filtrelerin farklı sıcaklıklarda sinterlenmesi de (600 ve 800°C) filtrenin süzme kapasitesini ve sağladığı süzüntü berraklığını etkilemektedir. Yüksek sıcaklıkta sinterlenmiş filtre hem liç edilmemiş ürün olarak hemde liç edilmiş filtre olarak daha fazla süzüntü sağlamaktadır. Sinterleme sıcaklığına bağlı olarak filtrenin gözenek boyutunun arttığı anlaşılmaktadır. Yüksek sıcaklıklarda sinterlenen filtreler ile daha bulanık süzüntü sağlanmış olması filtre gözeneklerinin sinterleme sıcaklığına bağlı olarak arttığını ve filtrenin seçiciliğinin azaldığının bir göstergesi olarak yorumlanmaktadır.

Çizelge 4.2 Liç işlemi öncesi ve farklı sürelerde liç işlemi sonrası filtrelerin filtrasyon işlemi esnasındaki geçirgenlikleri.

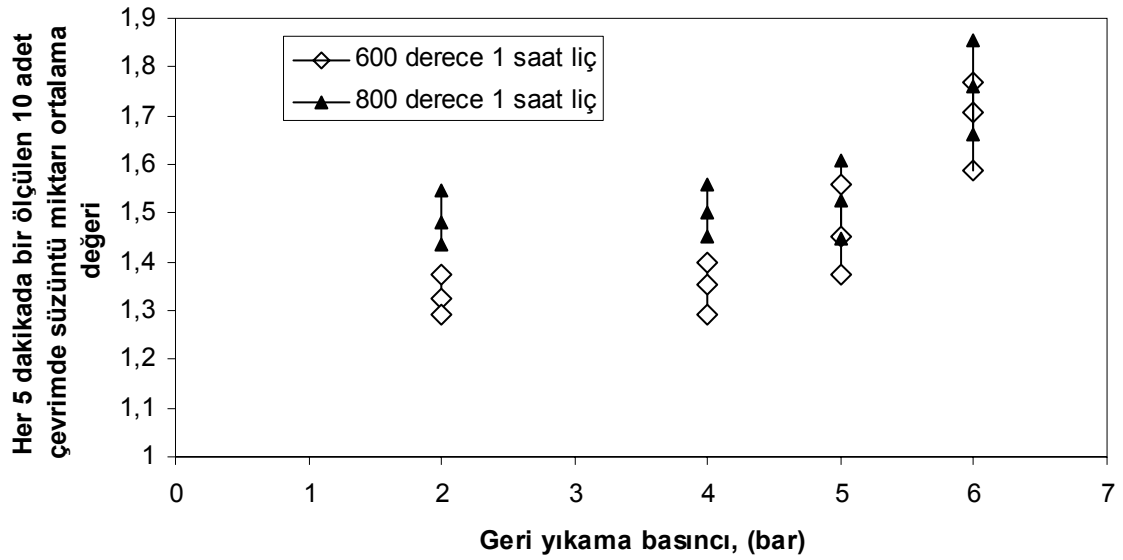
Sinterleme sıcaklığı	Filtrenin geçirgenliği, m ³ /m ²				
	Liç edilmemiş	Liç işlemi yapılmış			
		1 saat	12 saat	24 saat	48 saat
600°C	1,130	2,535	1,726	1,705	1,488
800°C	1,532	2,594	1,141	2,119	1,902

*Süzme süresi: 20 dakika



Şekil 4.10 600 ve 800°C’de sinterlenen ve farklı sürelerde liç edilen filtrelerin filtrasyon işlemi esnasında süzüntüden alınan bulanıklık değerleri.

Filtrelerin hangi basınçlar ile geri yıkandığında sabit süzme debilerini korudukları araştırılmıştır. Şekil 4.11’de 600 ve 800°C’de 1 saat süre ile liç edilmiş filtrelerin farklı basınçlardaki geri yıkama davranışları görülmektedir. Her 5 dakikalık filtrasyon işleminden sonra belirli basınçlarda geri yıkama işlemi gerçekleştirilmiştir. Buradaki sonuçlara göre filtrelerde görülen normal süzme kapasitesinde daha yüksek bir debi buradaki filtrelerin geri yıkama sürecinde gözeneklerde oluşturulan diatomitik yapıyı kırdığı şeklinde yorumlanmaktadır. Filtrelerde liç süresinden çok sinterleme sıcaklığının daha etkili olduğu görülmüştür. Sinterleme sıcaklığı 600°C olan filtre 5 bar’da vermesi gereken debinin üzerine çıktığı dolayısıyla gözeneklerde oluşturulan yapının bozulduğunu göstermektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda sinterlenen filtreler 6 bar’a kadar yapılarını korumaktadır.



Şekil 4.11 600 ve 800°C’de sinterlenen ve 1 saat liç edilen filtrelerin farklı basınçlardaki geri yıkama sonrası debi değişimleri

4.2 Seramik-Seramik Bağlantılı Kartuş Filtre Harkort Test Sonuçları

Konvansiyonel filtrelerinin kartuş haline getirilmesinde bağlantı elemanları metal ve silikon contalar olmaktadır. Bu bağlantı şekilleri ile filtrelerin yüksek basınçlarda kullanılmasında sızdırmazlık problemleri yaşanmaktadır. Bu sorunun aşılması için metal bağlantı elemanları yerine seramik kapaklar kullanılmıştır.

Kapak ve silika altlığın sırla uyumunu belirlemek için harkort testi yapılmıştır. Testte numuneler 100, 125, 150, 175 ve 200°C’ye ısıtılmış ve 25°C’ye ani olarak soğutulmuştur. Deney sonunda seramik kapak, silika matris ve arayüzeyde çatlak oluşmamıştır ve sızıntı görülmemiştir. Bu, kapak ve silika altlığın sırla tam anlamıyla uyum sağladığını göstermektedir.

Kapak ve silika altlık harkort testi sonunda çatlamadan kalmaktadır. Arayüzeyde bulunan sır tabakası da çatlamamıştır. Dolayısıyla seramik kapaklar kartuş filtre üretiminde alternatif ürün olarak kullanılabilir.

5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

5.1 Sonuçlar

1. Diyatomit filtreler yeni üretim süreci ile yüksek performans göstermiştir. Yeni üretim tekniği, iri gözenekli silika matris gözeneklerine diyatomit partikülleri doldurulmuş daha sonra bu malzeme sinterlenmiş ve asit liçi ile diyatomitik yapının mikro-gözenekleri açılmıştır.
2. Silika matris içerisine giren diyatomit partiküllerinin mikro-gözenekleri liç işlemiyle açılmaktadır. Liç süresi uzadıkça ve sinterleme sıcaklığı arttıkça filtreden geçen temiz su akışı artmaktadır. Fakat liç süresinin ve sinterleme sıcaklığının artması filtrenin seçiciliğini azaltmaktadır.
3. Silika matris gözeneklerine yerleşen diyatomit partikülleri buradan kolaylıkla kopmamaktadır. Bunu belirleyen etken filtrenin sinterleme sıcaklığıdır. 600°C'de sinterlenen filtre 5 bar basınçta bozularak yüksek debi ve bulanık süzüntü vermektedir. Daha yüksek sıcaklıklarda sinterlenen filtreler ise 6 bar geri yıkama basıncında yüksek debi ve bulanık süzüntü vermektedir.
4. Farklı basınçlarda uygulanan geri yıkama süreci ile sabit süzüntü miktarı elde edilmiştir. Bu ise filtrenin temizlenebildiğini, gözeneklerin geri yıkama işleminden sonra açıldığını göstermektedir.
5. Bu çalışmada seramik kapak-silika matris bağlantısı arayüzey sayesinde oluşturulmuştur. Harkort testinden çatlak oluşturmadan sağlam çıkabilen bu bağlantı türü metal aparatlar ve silikon contalarla oluşturulan kartuş filtrelere nazaran daha avantajlıdır. Sızdırmazlık ve conta eskimesinden kaynaklanan sorunlar bu yöntemle ortadan kaldırılmıştır.

5.2 Öneriler

1. Yeni üretim tekniği ile üretilen filtrelerin süzme performansları farklı atıklarla denenebilir. Bu sayede filtrasyon performansı hakkında farklı atıklarla daha geniş bilgiler edinilebilir.
2. Endüstriyel boyutta filtrasyon denemeleri yapılarak filtrenin kullanılabilceği sektörler belirlenebilir.
3. Kartuş filtre kapaklarının dizaynı mevcut filtrasyon sistemine göre yapılmasından dolayı. Endüstriyel kartuş filtre şekilleri araştırılarak kapak tasarımları bu doğrultuda geliştirilebilir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- [1] Önem Y., Sanayi Hammaddeleri, Kozan Ofset, Ankara, 386 s. 2000.
- [2] Temur S., Endüstriyel Hammaddeler, Selçuk Üniversitesi Müh.-Mim. Fak. Jeoloji Mühendisliği Bölümü, Konya, 352 s. 1998.
- [3] Breese, R.O.Y. Diatomite, Industrial Minerals and Rocks, Carr (Ed), SMME, Colorado, USA, 397-412 1994.
- [4] Nuhoğlu, İ., Elmas N., Alayunt Diatomit Yataklarının Oluşumu ve Ekonomik Olarak İncelenmesi, 1.Batı Anadolu Hammadde Kaynakları Sempozyumu, TMMOB Jeoloji Mühendisleri Odası, İzmir, 82-95 1999.
- [5] Mete Z., Kütahya-Alayunt Yöresi Diatomit Yataklarının Zenginleştirilmesi, Akdeniz Üniversitesi Isparta Müh. Fak. Dergisi, Maden Mühendisliği Seksiyonu, Yamık (Ed), Isparta, 184-201. 1988.
- [6] R. GÖREN, Seramik hammaddeleri ders notları.
- [7] Köktürk U., Endüstriyel Hammaddeler, Dokuz Eylül Üniversitesi Müh.-Mim. Fak. Yayınları No:205, İzmir, 64-68. 1997.
- [8] Karadeniz M., Cevher Zenginleştirme Tesis Artıkları-Çevreye Etkileri-Önlemler, MTA MAT Daire Başkanlığı, Ankara, 332. 1996.
- [9] J.M.F. Ferreira, J.A. Labrincha, P.V. Vasconcelos. Permeability of diatomite layers processed by different colloidal techniques, Journal of European Society, 20 (2000), 201-207
- [10] O. ŞAN, C. ÖZGÜR, Fabrication of glassy ceramic filters for filtration of spring water with clogging phenomena, Journal of Membrane Science 305 (2007) 169-175.
- [11] P. V. Vasconcelos, B J. A. Labrincha, J. M. F. Ferreirab. Porosity development of diatomite layers processed by tape casting, Ceramics International 24 (1998), 441-454.
- [12] Silvia Cristina Alves França, Adão Benvindo da Luz, M. T. Millqvist, Beneficiation of Brazilian diatomite for filtration application industry, Centro de Tecnologia Mineral 2002.
- [13] P.J.M.F. Ferreira, J.A. Labrincha, P.V. Vasconcelos, Porosity development of diatomite layers processed by tape casting, Ceramics International, 24, 6 (1998), 447-454.
- [14] M. Al-Shannag, Z. Al-Anber, W.K. Lafi, Z. Al-Qodah. Harahsheh. Adsorption of methylene blue by acid and heat treated diatomaceous silica, Desalination 217, 212-224, 2007.
- [15] D. Fragoulisa, M.G. Stamatakisb, E. Chaniotakisa, G. Columbus, Characterization of lightweight aggregates produced with clayey diatomite rocks originating from Greece, Materials Characterization, Volume 53, 307-316, 2004.
- [16] R. Goren, T. Baykara, M. Marsoglu, Effect of purification and heat treatment on pore structure and composition of diatomite, British Ceramic Transactions 2002 Vol. 101 No. 4

KAYNAKLAR DİZİNİ (Devam)

- [17] R. Goren, T. Bayrkara, M. Marsoglu, A study on the purification of diatomite in hydrochloric acid, *Scandinavian Journal of Metallurgy* 2002; 31: 115-119.
- [18] Xiandong Sui a, Xiaorong Huang, The characterization and water purification behavior of gradient ceramic membranes, *Separation and Purification Technology* 32 (2003) 73-79
- [19] R. J. Wakeman, N. S. Hanspal, A. N. Waghode, V. Nassehi., Analysis of pleat crowding and medium compression in pleated cartridge filters, *Chemical Engineering Research and Design*, 2005, 83(A10) 1246–1255.
- [20] Michael Peterson, Adriano Michael Bernardin, Nivaldo Cabral Kuhnen, Humberto Gracher Riella, Evaluation of the steger method in the determination of ceramic-glaze joining, *Materials Science and Engineering A* 466 (2007) 183–186.
- [21] Joshua D., Sugar, Joseph T., McKeown, Takaya Akashi, Sung M. Hong, Kunihiro Nakashima, Andreas M. Glaeser, Transient-liquid-phase and liquid-film-assisted joining of ceramics, *Journal of the European Ceramic Society* 26 (2006) 363–372.
- [22] AKBULUT A., YILDIZ K., The Planktonic Diatoms of Lake .ÝldÝr (Ardahan-Turkey), *Turk J Bot* 26 (2002) 55-75.