



## Torna talaşı atıklarından demir oksit esaslı aerogel tozu üretimi ve karakterizasyonu

### Production and characterization of iron oxide based aerogel from steel sawdust waste

Furkan Ahmet Coşkun<sup>1</sup> , Melih Tümer<sup>2</sup> , Zafer Yayuz Merkit<sup>3,\*</sup> , Hüseyin Özkan Toplan<sup>4</sup>   
Nil Toplan<sup>5</sup> 

<sup>1,2,3,4,5</sup> Sakarya Üniversitesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 54187, Sakarya, Türkiye

#### Öz

Mevcut çalışmada metal oksit aerogeller grubunun bir üyesi konumunda olan demir oksit aerogellerin torna talaşı atıklarından üretilebilirliği incelenmiştir. Bu amaçla halkalı değirmende öğütülerek ince taneli boyuta getirilmiş torna talaş atıkları, asitte çözündürülüp baz ile nötralize edilmiş ve jelleşmeye bırakılmıştır. Jelleşme süreci sonunda jel kaynar saf ile yıkanarak demir oksit esaslı aerogel tozu elde edilmiştir. Elde edilen demir oksit aerogel tozunun XRD ile faz analizi, SEM ve EDS görüntüleri ile mikroyapı analizi, Zeta potansiyeli ile ortalama tane boyut ve potansiyel aralıkları ve FTIR ile bağ yapıları karakterize edilmiştir.

**Anahtar kelimeler:** Demir oksit aerogel, Metal oksit aerogel, Torna talaşı atığı, Sol-jel

#### 1 Giriş

Demir esaslı nanopartiküller üstün fizikokimyasal ve biyolojik özelliklerinden dolayı nanoteknoloji ve nanomalzeme bilimi alanında ilgi çekici malzeme grubunu oluştururlar [1]. Özellikle önemli geçiş oksitlerden biri olan demiroksit esaslı bileşimler katalizör, pigment, sorbent, topaklaştırıcılar, gaz sensörleri, yağlayıcılar ve kaplama uygulaması alanında kendilerine önemli bir yer tutarlar. Demir oksitlerin; oksit, hidroksit ya da oksihidroksitlerden oluşturduğu bilinen 16 saf fazı bulunmaktadır. Bu fazlar Fe(OH)<sub>3</sub>, Fe(OH)<sub>2</sub>, Fe<sub>5</sub>HO<sub>8</sub>·4H<sub>2</sub>O, Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>, FeO, FeOOH'un beş polimorfu ve Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>'ün dört polimorfundan oluşmaktadır. Başlıca termal ve hidrotermal sentezleme yöntemleri; kimyasal çökeltme, sol-jel, hidrotermal, sürfaktan aracılı çökeltme, emülsiyon-çökeltme, mikroemülsiyon-çökeltme, elektro-çökeltme ve mikro dalga destekli hidrotermal teknikler, piroliz ve ultrasonik destekli yöntemleri içermektedir [2,3]. Demir minerali esasında hemen hemen her toprak tipinde ve iklim bölgesinde bulunmakla birlikte yaygın olarak geotit ( $\alpha$ -FeOOH) ve hematit formunda birlikte bulunurlar [4]. Ayrıca birçok endüstriyel ve maden atıkları demir oksit minerallerinin ferrit oksit ve hidroksit, oksihidroksit formunu da içerirler [5]. Günümüzde demir-oksit esaslı bileşimlerin üretiminde tufal [6] gibi atıklar da kullanılmaktadır.

Geotit doğada yaygın bulunan kararlı bir demir oksittir. Kimyasal kararlılığı, toksik olmaması ve düşük maliyeti

#### Abstract

In the present study, the producibility of iron oxide aerogels, which is a member of the metal oxide aerogels group, from lathe waste was investigated. For this purpose, lathe sawdust wastes, which were ground in a ring mill and made fine-grained, were dissolved in acid, neutralized with base and left to gel. At the end of the gelation process, iron oxide aerogel powder was obtained by washing the gel with boiling distilled water. The iron oxide aerogel powder was analyzed for phase, microstructure, average grain size, potential ranges, and bond structures using XRD, SEM and EDS images, Zeta potential, and FTIR, respectively.

**Keywords:** Iron oxide aerogel, Metal oxide aerogel, Steel sawdust waste, Sol-gel

nedeni ile çevresel atıkların parçalanması (bertaraf edilmesi), seramik sırlarda renk pigmenti olarak çeşitli uygulama alanına sahiptirler [7]. Sanayi ve evsel atıkları yoğun bir şekilde toprakta çeşitli organik ve inorganik kirleticilerin birikmesine neden olmaktadır. Bu atıkların zararsız hale getirilmesinde demir oksit bileşikleri önemli bir rol oynamaktadır.

Sentetik olarak da sentezlenen geotit, hematit ve amorf demir oksit gibi tekli demir oksit partikülleri biyolojik kirliliğe neden olan bakteriler ile arayüzeyleri boyunca adhezyon ile etkileşim gösterirler. Bu etkileşim bakterileri ve demir oksit arasındaki yük farkından kaynaklı elektrostatik çekim esasına dayanmaktadır [8]. Elektrostatik, dipol-dipol, H-bağı, hidrofobik ve Van der Waals etkileşimleri gibi spesifik olmayan farklı etkileşimler, bakterilerin herhangi bir malzeme yüzeyine yapışmasından sorumludur ve bakteriyel biyofilmler oluşturur [9]. Biyomedikal alanda manyetik özelliğe sahip demir oksitlerden olan magnetit (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>), maghemit ( $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), hematit ( $\alpha$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), ve geotit fazını oluşturan nanopartiküller ilaç izleme ve iletimi, hücre görüntülemesi, doku mühendisliği alanında fayda sağlayarak kanser ve hipertemi tedavisinde umut verici malzemeleri oluştururlar [8, 9-11]. Günümüzde yüksek oranda antibiyotik kullanımından kaynaklı gram(+) ve gram(-) bakterilerin oluşturduğu bir antibiyotik direnci mevcuttur. Demir oksit esaslı nano partiküllerin toksik olmayışı ve yüksek yüzey alanı ile beraber kimyasal reaktivitelerinin de yüksek olması

\* Sorumlu yazar / Corresponding author, e-posta / e-mail: zafermerkit@gmail.com (Z. Y. Merkit)

Geliş / Received: 04.01.2024 Kabul / Accepted: 27.02.2024 Yayınlanma / Published: 15.04.2024

doi: 10.28948/ngumuh.1409401

sebebi ile çeşitli bakteriyel hastalıkların tedavisinde kullanılmaktadır [11].

Tekstil ve boya atık sularından tehlikeli maddelerin bertaraf edilmesinde demir esaslı nano partiküller etkin olarak kullanılmaktadır.  $Fe^{3+}/Fe^{2+}$  oksijen arasındaki fotoredoks reaksiyonlarının aracılık ettiği fotokimyasal ayrışmalar neticesinde çevresel olarak zararlı bir takım kimyasallar bozundurulabilmektedir [3]. Fenton prosesi yardımı ile toprak ve atık su iyileştirme süreçlerinde demiroksit nanoparçacıklar katalizör olarak kullanılmaktadır. Bu süreçte geniş pH aralığında dahi  $H_2O_2$ 'den reaktif radikaller üretme yeteneğini koruyan demiroksit bileşimleri kolayca geri kazanılabilmektedir. Kil gibi toksit olmayan mineraller ile takviye halinde kullanıldıklarında demiroksit topaklanmasının önüne geçilerek artan yüzey alanı ile oksidasyon kabiliyetinin korunması sağlanmış olmaktadır.

Toprak ve su kaynakları üzerinde bakteriyel kirlilikten başka önemli bir atık sorunu ağır metallerin etkisizleştirilmesidir. Sıfır değerlikli demiroksitler ve doğal bir demiroksi-hidroksit kaynağı olan geotit minerali arsenik, kurşun ve bakır gibi metallerin toprak ve su kaynaklarından iyileştirilmesi sürecinde klasik yöntemler olan katılaştırma, toprak yıkama, elektrokinetik ve fitoremediasyon gibi fiziksel/kimyasal yöntemlere göre avantaj içermektedir. Yerinde immobilizasyon yöntemi ile demir nano partiküller üzerinde absorpsiyon ve yüzey bileşenleri oluşturulması maliyet ve etkinlik açısından bu avantajın kaynağını oluşturmaktadır [12]. Demir hidroksitler; aktif yüzeyine fosforun yüksek afinitesinden dolayı başlıca fosfor absorbanıdır [13,14].

Aerojeller son 20 yılda hızla ticarileşerek geniş kullanım alanlarına sahip olmuşlardır. Demir aerojeller ve kserojeller, jelin sıvı bileşeninin bir gazla değiştirildiği; sıvının süperkritik olarak ekstrakte edilmesi (aerojel) veya yavaş buharlaştırma (kserojel) yoluyla demir oksit jellerinden türetilen düşük yoğunluklu katılardır [15]. Nano boyutlu gözeneklere sahip yüksek gözenekli metal oksit aerojelleri, fizikokimyasal, termal ve hafif özelliklerinden dolayı son zamanlarda endüstride ilgi çekmektedir. Aerojel hazırlamanın önemli bir yönü ekonomik açıdan rekabetçi olması gerektiğidir. Çözücü değiştirme yöntemiyle aerojel hazırlanmasında büyük hacimde çözücü kullanıldığından, çözücünün daha ucuz olması ve karışımdan kolayca geri kazanılması gerekmektedir [16,17]. Metal oksit aerojellerin bir malzeme üretim yöntemi olan sol-jel ile hazırlanması, diğer sentetik yöntemlere göre çeşitli avantajlar sergiler ve genellikle gözenekli, yüksek yüzey alanlı tozlar üretilebilir. Tipik olarak sol-jel yöntemi, hidroksit jelleri oluşturmak üzere kolayca hidrolize olabilen metal alkoksit öncülerini kullanır [18-21].

Çevre ve şehircilik bakanlığının Atık Yönetimi Genel Esaslarına İlişkin Yönetmelikte günlük konuşma dilinde “yağlı talaş” olarak nitelendirilen atıkların, torna ve freze makinelerinden kaynaklanan ve herhangi bir kesme sıvısı ile bulaşık olmayan metal talaşları ile freze gibi işlemlerden kaynaklanan metal talaşları birbirleri ile karıştırılması neticesinde metal talaşlarının niteliğinin doğru olarak belirlenmemesi nedeniyle geri kazanım/bertaraf yöntemi ile

atık envanterinde sorunlara yol açtığı belirtilmektedir. Mevcut çalışmada atık torna talaşlarının geri dönüşümünün sol-jel yöntemi kullanılarak gerçekleştirilmesi amaçlanmıştır.

## 2 Materyal ve metod

### 2.1 Başlangıç malzemeleri

Demir oksit hammadde tozu olarak torna talaşı atıkları, baz kaynağı olarak sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi, asit kaynağı olarak sülfürik asit ( $H_2SO_4$ ) çözeltisi, saf su, üretimde kullanılmak üzere; balon joje, beher, filtre kağıdı, mezure, manyetik karıştırıcı aparatı, ısıtıcı karıştırıcı ve pH kağıdı kullanılmıştır.

### 2.2 Deneyin yapılışı

Demir oksit esaslı aerojel tozu üretimi için torna talaşı atıkları başlangıç hammadde tozları olarak kullanılmıştır. Başlangıç hammadde tozları tane boyutlarını incelemek amacıyla halkalı değirmende öğütülmüştür. Öğütülmek tane boyutu küçültülen hammadde tozları kaynar saf su ile 3 kere yıkamanın ardından kaynar saf su içerisinde etüve konulmuş ve etüvde  $80^{\circ}C$ 'de 24 saat bekletilmesinin ardından süzümüştür. Ardından tekrar 3 kere yıkanmıştır. Burada amaç, hammadde tozlarını yağ ve kirlerden arındırmaktır. Daha sonra başlangıç hammadde tozlarının EDS analizi ile içeriğindeki kimyasal elementler tespit edilmiştir. Hassas terazi ile 20 gram başlangıç hammadde tozu kütüğe %10' (1M) luk sülfürik asit ( $H_2SO_4$ ) çözeltisinde 3 saat boyunca çeker ocakta  $150^{\circ}C$ 'de karıştırılmış ve filtre kağıdı yardımıyla süzümüştür. Daha sonra kütüğe %14'lük sodyum hidroksit (NaOH) çözeltisi ile nötralize edilmiştir. Nötralize edilen jel yaşlandırılmak üzere 15 gün oda sıcaklığında bekletildikten sonra filtre kağıdı ile süzümüş ve “yıkamamış ıslak jel” elde edilmiştir. Yıkamamış ıslak jel etüvde 24 saat süre ile  $100^{\circ}C$  sıcaklıkta kurutulmuş ve “yıkamamış kuru jel” haline getirilmiştir. Daha sonra yıkamamış kuru jel 10 kere  $100^{\circ}C$ 'lik saf su (distile su) ile yıkanmış ve her yıkamadan sonra süzülerek “yıkamış jel” elde edilmiştir. Etanol ile yıkanmış jel, etüvde 24 saat süre ile  $100^{\circ}C$  sıcaklıkta kurutulmuş “saf su ile yıkanmış kuru jel tozu (Demir oksit esaslı aerojel tozu) elde edilmiştir.

### 2.3 Karakterizasyon yöntemleri

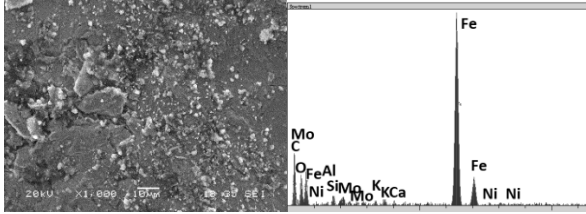
Başlangıçta öğütülüp yıkanmış ve kurutulmuş hammadde tozuna bünyesindeki elementleri tespit amacıyla EDS analizi, yıkamamış nötr filtre üstü jel tozuna, saf su ve etanol çözeltisi ile yıkanmış jelle yapıdaki fazları görmek amacıyla  $2\theta=5-80^{\circ}$  aralığında XRD analizi, mikroyapıyı incelemek üzere Jeol 6060 LV SEM cihazı ile SEM ve EDS analizi yapılmıştır.

Zeta potansiyeli ve partikül boyutu ölçümü Malvern Panalytical Zetasizer pro cihazı ile gerçekleştirilmiştir. Zeta ölçümü için kuru jel tozları ultrasonik karıştırıcı yardımı ile saf su içerisinde dağıtılmış elde edilen süspansiyon üzerinden analizler gerçekleştirilmiştir. Oluşan bağ yapılarının karakteristiği Perkin Elmer Spectrum Two markalı FTIR analiz cihazı ile incelenmiştir.

### 3 Bulgular ve tartışma

#### 3.1 Başlangıç hammadde tozlarının analizi

Halkalı değirmende öğütülüp saf su ile yıkandıktan sonra etüvde kurutulmuş başlangıç hammadde tozlarının SEM fotoğrafı ve EDS analizinden elde edilen kimyasal içerik Şekil 1'de görülmektedir. EDS analizi sonrası bileşim içerisindeki elementlerin ağırlıkça yüzde miktarı Tablo 1'de sayısal olarak verilmektedir.



Şekil 1. Başlangıç hammaddesinin (torna talaşı atığının) SEM-EDS analizi

Tablo 1. Başlangıç hammaddesinin (torna talaşı atığının) EDS analiz sonucu

Elt.*	C	O	Si	K	Cr	Fe	Ni	Mo	Al
Kons.* (%)	5.65	2.50	1.70	1.01	1.40	86.37	0.6	0.67	0.1

Elt: Element, Kons: Konsantrasyon

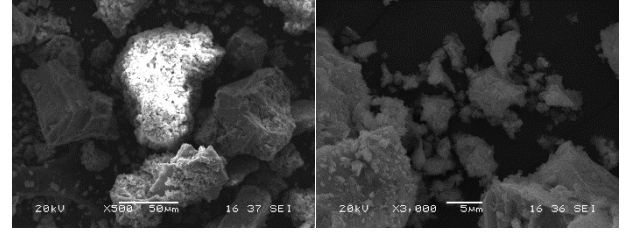
Şekil 1 incelendiğinde en yoğun elementler olarak demir ve oksijen elementleri (demir oksit bileşiği) görülmektedir. Başlangıç talaşları halkalı değirmende öğütülmesi sonrası toz boyutlarının farklı şekil ve boyutta olduğu bu durumun mekanik öğütmeden kaynaklı olduğu belirtilebilir. Tablo 1'de gösterilen ağırlıkça %5.65 karbonun, SEM incelemesi için tozların yapıştırıldığı karbon filmde geldiği düşünülmektedir. Ayrıca tornada sadece dökme demir ve pik demir değil bazı durumlarda paslanmaz çelik işlenmesi de yapıldığı için torna talaşı atığında çok az miktarda Ni, Al ve Mo elementleri bulunmaktadır.

#### 3.2 Yıkanmamış filtre üstü jelin analizi

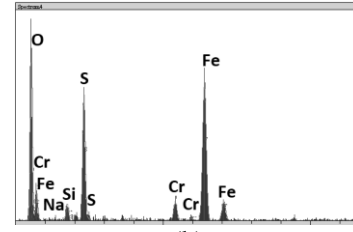
Başlangıç tozlarının %10'luk H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> asitte çözülmesi ve ardından NaOH çözeltisi ile nötrale edilmesi sonucu elde edilen jelin yıkanmadan kurutulması sonucu SEM, EDS ve XRD analizi alınmıştır. Yıkanmamış jelin farklı büyültmelerde (X500 ve X3000) SEM-EDS analizi Şekil 2'de görülmektedir. EDS analizi sonrası bileşim içerisindeki elementlerin yüzdece miktarı Tablo 2'de sayısal olarak verilmektedir.

Şekil 2(a)'da kurutulmuş ancak yıkanmamış filtre üstü jelin farklı büyültmelerde SEM mikroyapı görüntüsü görülmektedir. 500x büyütme altında ortalama 50 µm boyutunda taneler görülmektedir. Yüksek büyütme altında taneler incelendiğinde 1-5µm boyuta sahip partiküllerin topaklar halinde birleşerek büyük taneleri oluşturduğu görülmektedir. Şekil 3'te yıkanmamış jelde oluşan taneleri detaylı olarak tanımlamak için noktasal EDS analizi görüntüsü verilmektedir. 1 numaralı tanenin düşük boyuttaki partiküllerin topaklanması sonucu oluştuğu açık olarak görülmektedir. 1 ve 2 numaralı noktalardan alınan EDS analizi sonucu benzer konsantrasyonda Fe, Na, S, O

elementlerini karakterize eden pikler görülmektedir. EDS analizi sonucu bu partiküllerin hidrate olmuş demir sülfat (FeSO<sub>4</sub>) bileşiğinin varlığını tanımlamaktadır.



(a)



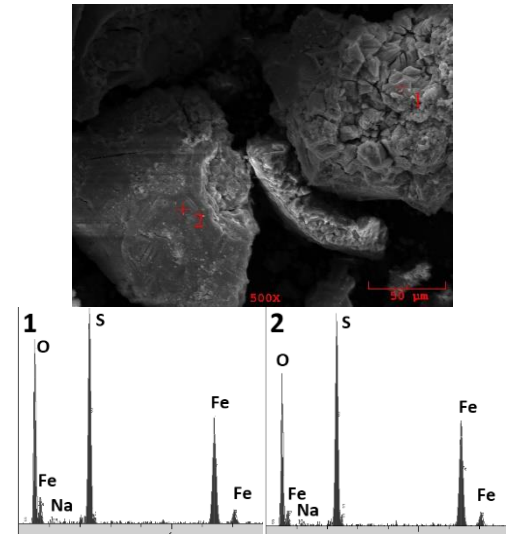
(b)

Şekil 2. Yıkanmamış filtre üstü jelin SEM-EDS analizi

Tablo 2. Yıkanmamış filtre üstü jelin EDS analiz sonucu

Elt.*	O	Na	Si	S	Cr	Fe
Kons.* (ağ.%)	39.46	0.24	2.00	13.34	3.54	41.41

Elt: Element, Kons: Konsantrasyon

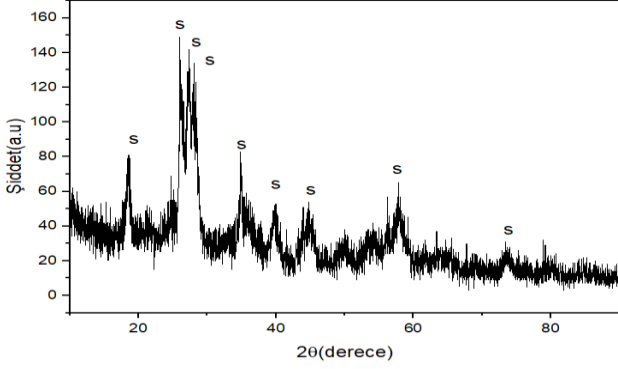


Şekil 3. Yıkanmamış filtre üstü jelin noktasal EDS analizi

Şekil 2(b)'de ve Tablo 2'de sayısal olarak konsantrasyon yüzdesi verilen yıkanmamış jelin EDS analizi incelendiğinde çok yüksek miktardaki Fe ve O elementlerine ek olarak yüksek miktarda S elementi görülmektedir. Fe ve O elementleri başlangıç hammaddelerinden gelmekte iken S elementi başlangıç hammadde tozlarının %10'luk sülfürik asitte çözülmesi sonucu oluşan sülfatlı demir bileşiğinden geldiği düşünülmektedir. Yıkanmamış jelin XRD analizi ise Şekil 4'te görülmektedir.

Şekil 4'teki yıkanmamış jelin XRD analizi incelendiğinde hakim faz yapısının amorf yapı olmasına

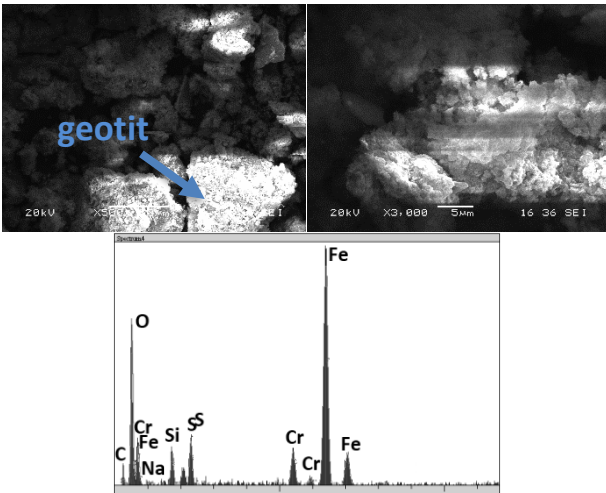
rağmen; yapıda  $2\theta=18.42^\circ, 26.13, 27.31, 28.04, 34.88, 44.83$  ve  $5,86^\circ$ 'larda hidratlı demir sülfat bileşiği (01-074-1332) görülmektedir. Bu durum EDS ve XRD analizlerinin tutarlılığını ve hidroksit oluşumu dolayısıyla beklenen jelleşmenin gerçekleştiğini ifade etmektedir. Başlangıç tozlarının sülfürik asit ile tepkimesi sonucu hidratlı bir demir sülfat bileşiği oluşması asitte çözme ve nötralizasyon işlemlerinin başarıya ulaştığını göstermektedir.



Şekil 4. Yıkılmamış Jelin XRD Analizi (s: hidratlı demir sülfat bileşiği)

### 3.3 Yıkılmış jelin analizi

Şekil 5'te kaynar saf su ile yıkılmış jelin farklı büyültmelerde (X500 ve X3000) SEM fotoğrafı görülmektedir. 1µm boyutu ve altındaki partiküllerin aglomera olarak daha büyük taneleri oluşturduğu yüksek büyütmede görülmektedir. Oluşan bu mikron altı küresel yakın şekildedeki geotit tane toprakları aralarında jel yapısından kaynaklı nano ve mezo gözenekler oluşturmaktadır. EDS analizi sonucunda elde edilen kimyasal içerik Tablo 3'te verilmektedir. SEM-EDS verileri incelendiğinde yüksek miktarda Fe ve O elementleri görülmektedir. Ayrıca analizde S ve Na elementlerinin miktarının yıkılmamış jele kıyasla azaldığı görülmektedir. Bu durum, yıkama işleminin amacına uygun yapıldığını, diğer bir ifade ile jel bünyesindeki asit ve baz atıklarının uzaklaştırıldığını göstermektedir.



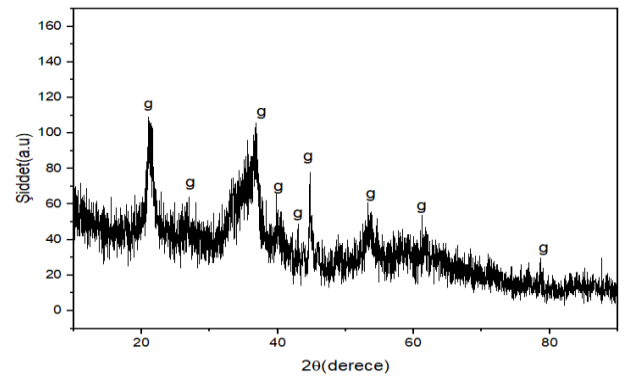
Şekil 5. Yıkılmış jelin SEM-EDS Analizi

Tablo 3. Yıkılmış jelin EDS analiz sonucu

Elt.*	C	O	Na	Si	S	Cr	Fe
Kons.* (ağ.%)	4.02	26.48	0.42	3.30	4.10	4.79	56.79

Elt: Element, Kons: Konsantrasyon

Şekil 6'da yıkılmış jelin XRD analizi görülmektedir. Şekil 6'da yıkılmış jelin XRD analizi incelendiğinde amorf yapının yanı sıra demir oksit hidroksit (geotit) fazı (01-081-0462)  $2\theta=21.39, 36.46, 44.63$  ve  $53.12^\circ$  açılarında görülmektedir. Yıkama sonrası sülfatlı bileşik parçalanmış ve çözültüye geçmiştir. Diğer bir ifade ile jel bünyesinden uzaklaşmış ve geotit fazını oluşturmuştur. XRD fazında demir oksit hidroksit (geotit) fazının çıkması, EDS sonuçları ile uyumludur.



Şekil 6. Yıkılmış jelin XRD analizi (g: demir oksit hidroksit (geotit) fazı (01-081-0462))

Maamur ve ark. pirinç kabuğu külünden aerogel ve kserojel üretimi yapmışlardır. Demir kaynağı olarak hidrat halinde demir nitrat kullanılmış olup; aerogeller için çözelti aşamasında, kserojeller için jelleşme sonrası demir eklenmiştir. Nihai olarak hematit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) manyetik fazına sahip manyetik esaslı demir oksit-silika kompozit aerogel üretmişlerdir [22].

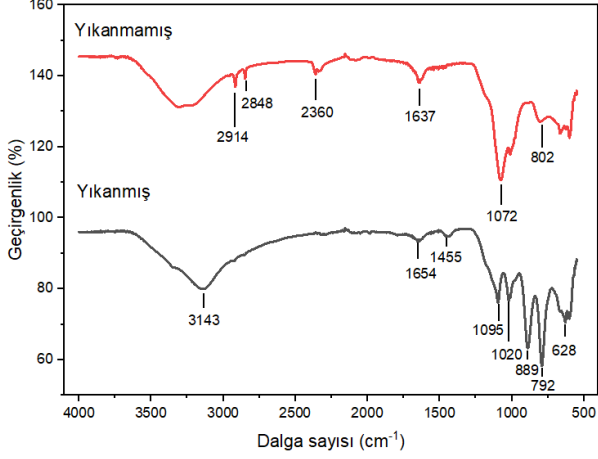
Long ve ark. demir (III) tuzları ve epoksit tabanlı ürünler kullanarak sol-jel yöntemi ile demir oksit aerogel üretmişlerdir. Yapısal incelemelerinde ürettikleri demir oksit esaslı aerogellerin ters spinel yapısı ile nanokristal formda olduklarını tespit etmişlerdir. Bununla birlikte yapıda hematit ( $\gamma\text{-Fe}_2\text{O}_3$ ) ve manyetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) fazlarının olduğunu raporlamışlardır [23].

### 3.4 Yıkılmış ve yıkılmamış jellerin FTIR ve Zeta potansiyeli sonuçları

Mevcut çalışmada elde edilen jellerin karşılaştırmalı olarak FTIR analizi sonuçlarının grafiği Şekil 7'de verilmektedir.

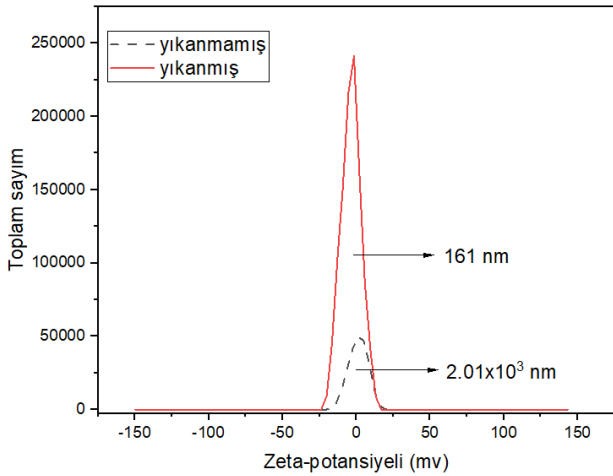
Yıkılmamış jelde salınım pikleri sırası ile 2914, 2848, 2360, 1637, 1072 ve  $802\text{ cm}^{-1}$  dalga boylarında görülmektedir. Yıkılmış jelde ise 3143, 1654, 1455, 1095, 1020, 889, 792 ve  $628\text{ cm}^{-1}$  dalga boyunda salınım pikleri mevcuttur. 3143 ve  $1654\text{ cm}^{-1}$  bandı civarındaki salınımlar oksihidratların tipik O-H titreşimlerini karakterize ederken;  $1020\text{-}628\text{ cm}^{-1}$  band aralığı geotit fazı ile uyumlu Fe-O titreşimine karşılık gelmektedir [24-27]. Yıkılmamış jel için 2914, 2848 ve  $2360\text{ cm}^{-1}$  dalga boyuna denk gelen pikler ise

yapıda kalan Na ve S bağlarından kaynaklandığı düşünülmektedir. FTIR analizi ile yıkanmış nihai tozda Fe-O bağlarının varlığı sol-jel yöntemi ile atık talaşların Fe esaslı aerojel tozuna dönüştürüldüğünün göstergesi olarak belirtilebilir.



Şekil 7. Yıkanmış ve yıkanmamış jellerin FTIR analizi

Üretilen jellerin zeta-potansiyeli değerleri ve zeta-partikül boyut analizi sonucu elde edilen ortalama tane boyutu Şekil 8'de grafik ve sayısal değer olarak verilmektedir.



Şekil 8. Yıkanmış ve yıkanmamış jelin zeta-potansiyeli grafiği

Yıkanmamış jel için zeta-potansiyeli -17mv ile +19 mv arasında görülürken; yıkanmış jel için bu değerler -23 mv ile +16 mv arasında görülmektedir. Zeta potansiyeli, parçacıklar arasındaki elektrostatik veya yük itme/çekiminin büyüklüğünün bir ölçüsüdür ve stabiliteyi etkilediği bilinen temel parametrelerden biridir. Ölçümü dispersiyon, agregasyon veya flokülasyon nedenlerine ilişkin ayrıntılı bilgi sağlar ve dispersiyonların, emülsiyonların ve süspansiyonların formülasyonunu geliştirmek için kullanılabilir [28]. Benzer aralıkta sonuçlar geotit minerali için Shrimali ve ark. [29] tarafından raporlanmıştır. Mevcut çalışmada yıkanmış ve yıkanmamış jelin ortalama partikül

boyutları sırası ile 161 ve  $2.01 \times 10^3$  nm olarak ölçülmüştür. Zeta potansiyelinin yüksek negatifliği nedeniyle parçacıklar düşük düzeyde de olsa topaklanma eğilimine sahiptir [30]. Bu nedenle yıkanmış jel için görülen geniş zeta-potansiyeli aralığının düşük parçacık boyutu ve kararlılığı ile alakalı olduğu söylenebilir.

#### 4 Sonuçlar

Mevcut çalışmada; torna talaşı atıklarından demir oksit esaslı aerojel tozları üretilmiştir. Yapıdaki etkin fazın geotit fazı olduğu tespit edilmiştir. Hammaddelerin asit ile çözünme aşamasında çözünmemiş hammadde kalmamıştır. Bu durum %10'luk  $H_2SO_4$  asit derişiminin yeterli olduğunu göstermektedir. İş güvenliği ve maliyet açısından daha sonraki çalışmalarda asit derişimi daha da azaltılıp asit derişiminin nihai jele etkisi incelenebilir. Bu çalışmada asitte çözme işlemi 3 saat yapılmıştır. Zaman tasarrufu açısından asitte çözme işlemi süresi azaltılıp prosese etkisi incelenebilir. Üretilen jel kaynar saf su ile 10 defa yıkanmış ve bunun sonucunda asitten gelen S elementi ve bazdan gelen Na elementi miktarı EDS analizi incelendiğinde çok düşük olarak belirlenmiştir. Yıkama yeterli olmuştur. Yıkama sayısı azaltılıp tekrar analiz edilerek su tasarrufu sağlamanın mümkün olup olmayacağı denenebilir. Proses farklı demir oksit içerikli atıklar kullanılarak tekrar denenip sonuçlar mevcut çalışma ile karşılaştırılabilir. Elde edilen FTIR sonuçlarına göre geotit fazının varlığı ve yapıdaki hidroksi bağlarının varlığı gösterilmiştir. Yıkama sonrası jel boyutunun empüritelere arındırılması sonrası partikül boyutunun ortalama 161 nm olduğu tespit edilmiş olmakla birlikte aglomerasyon önleğinde boyut dağılımının mezo gözenek boyutlarında olabileceği düşünülmektedir.

#### Teşekkür

Sakarya Üniversitesi Metalurji ve Malzeme Bölümü laboratuvarı uzmanlarından Öğretim görevlisi Fuat KAYIŞ, Sn. Murat KAZANCI, Erkut TAŞ'a ve Arş. Gör. Sezer TAN'a analizler için yaptıkları yardımlardan dolayı teşekkür ederiz.

#### Çıkar çatışması

Yazarlar çıkar çatışması olmadığını beyan etmektedir.

#### Benzerlik oranı (iThenticate): %11

#### Kaynaklar

- [1] A. Ghanbariasad, S. M. Taghizadeh, P. L. Show, S. Nomanbhay, A. Berenjian, Y. Ghasemi and A. Ebrahiminezhad, Controlled synthesis of iron oxyhydroxide (FeOOH) nanoparticles using secretory compounds from Chlorella vulgaris microalgae. Bioengineered, 10 (1), 390-396, 2019. <https://doi.org/10.1080/21655979.2019.1661692>.
- [2] M. Mohapatra and S. Anand, Synthesis and applications of nano-structured iron oxides/hydroxides a review. International Journal of Engineering Science and Technology, 2 (8), 127-146, 2011. <https://doi.org/10.4314/ijest.v2i8.63846>.
- [3] M. H. Khedr, K. S. A. Halim and N. K. Soliman, Synthesis and photocatalytic activity of nano-sized iron

- oxides. *Materials Letters*, 63 (6-7), 598-601, 2009. <https://doi.org/10.3390/ijms161024174>.
- [4] A. Jaiswal, S. Banerjee, R. Mani and M. C. Chattopadhyaya, Journal of environmental chemical engineering synthesis, characterization and application of goethite mineral as an adsorbent. *Biochemical Pharmacology*, 1 (3), 281-289, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.jece.2013.05.007>.
- [5] M. Roberts, P. Srivastava, G. Webster, A. J. Weightman and D. J. Sapsford, Biostimulation of jarosite and Iron Oxide-bearing mine waste enhances subsequent metal recovery. *Journal of Hazardous Materials*, 445, 130498, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jhazmat.2022.130498>.
- [6] M. A. Legodi and D. De Waal, The preparation of magnetite, goethite, hematite and maghemite of pigment quality from mill scale iron waste. *Dyes and Pigments*, 74 (1), 161-168, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2006.01.038>.
- [7] M. Raffaella, L. Zoli and E. Sani, Synthesis and characterization of goethite ( $\alpha$ -FeOOH) magnetic nanofluids. *International Journal of Thermofluids*, 15, 100169, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.dyepig.2006.01.038>.
- [8] M. Zhao, C. Liu, F. Liu, D. Jing, Y. Dong, L. Wang and L. Ren, Adhesion effect and mechanism of siderophore-producing bacteria onto goethite and boron-doped goethite. *Colloids and Interface Science Communication*, 51, 100680, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.colcom.2022.100680>.
- [9] M. Arakha, S. Pal, D. Samantarrai, T. K. Panigrahi, B. C. Mallick, K. Pramanik, B. Mallick and S. Jha, Antimicrobial activity of iron oxide nanoparticle upon modulation of nanoparticle-bacteria interface. *Scientific Reports*, 5, 14813, 1-12, 2015. <https://doi.org/10.1038/srep14813>.
- [10] T. R. Pisanic, J. D. Blackwell, V. I. Shubayev, R. R. Fiñones and S. Jin, Nanotoxicity of iron oxide nanoparticle internalization in growing neurons. *Biomaterials*, 28 (16), 2572-2581, 2007. <https://doi.org/10.1016/j.biomaterials.2007.01.043>.
- [11] H. Wu, J. J. Yin, W. G. Wamer, M. Zeng and Y. M. Lo, Reactive oxygen species-related activities of nano-iron metal and nano-iron oxides. *Journal of Food and Drug Analysis*, 22 (1), 86-94, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.jfda.2014.01.007>.
- [12] S. Saqib, M. F. H. Munis, W. Zaman, F. Ullah, S. N. Shah, A. Ayaz, M. Farooq and S. Bahadur, Synthesis characterization and use of iron oxide nano particles for antibacterial activity. *Microscopy Research and Technique*, 82 (4), 415-420, 2018. <https://doi.org/10.1002/jemt.23182>.
- [13] J. Alonso, J. R. Gallego, M. C. Lobo, M. Gil-díaz and D. Baraga, Zero valent iron and goethite nanoparticles as new promising remediation techniques for As-polluted soils. *Chemosphere*, 238, 124624, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.chemosphere.2019.124624>.
- [14] W. Li and X. Liu, Applied geochemistry systematic investigations on iron cycling in phosphorus/siderophore systems: Synergism or antagonism?. *Applied Geochemistry*, 124, 104796, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.apgeochem.2020.104796>.
- [15] J. K. Yoo, H. J. Kong, R. Wagle, B. H. Shon, I. K. Kim and T. H. Kim, A study on the methods for making iron oxide aerogel. *Journal of Industrial and Engineering Chemistry*, 72, 332-337, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.jiec.2018.12.033>.
- [16] F. E. Huggins, S. Bali, G. P. Huffman and E. M. Eyring, Iron-oxide aerogel and xerogel catalyst formulations: Characterization by  $^{57}\text{Fe}$  Mössbauer and XAFS spectroscopies. *Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy*, 76 (1), 74-83, 2010. <https://doi.org/10.1016/j.saa.2010.02.049>.
- [17] A. Tav, Y. Oz and H. I. Akyıldız, Formation and thermo-physical properties of aerogel ceramic blanket composites synthesized via scalable atmospheric pressure process with methyltrimethoxysilane precursor. *Journal of Porous Materials*, 31(1), 317-334, 2023. <https://doi.org/10.1007/s10934-023-01521-4>.
- [18] A. Khaleel and A. Al-Marzouqi, Alkoxide-free sol-gel synthesis of aerogel iron-chromium mixed oxides with unique textural properties. *Materials Letters*, 68, 385-387, 2012. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.11>.
- [19] A. Tav, Y. Öz and H. İ. Akyıldız, Thermal and mechanical properties of sol-gel silica coated fabrics. *Avrupa Bilim ve Teknoloji Dergisi*, 31, 309-319, 2021. <https://doi.org/10.31590/ejosat.1000774>.
- [20] Ş. Ş. Koçer, Alümina esaslı hammadde ve atıklardan alümina esaslı aerojel tozu üretimi ve karakterizasyonu. Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Türkiye, 2019.
- [21] R. Arslan, G. Eğribel, E. Mudam and N. Toplan, Preparation of silica aerogel by ambient pressure drying process using diatomite powder. 19. Uluslararası Metalurji ve Malzeme Kongresi (IMMC2018), sayfa 614-617, İstanbul, Türkiye, 25-27 Ekim 2018.
- [22] K.N. Maamur, U. S. Jais and S. Y. S. Yahya., Magnetic phase development of iron oxide-SiO<sub>2</sub> aerogel and xerogel prepared using rice husk ash as precursor. *AIP Conference Proceedings*, 1217 (1), 2010, <https://doi.org/10.1063/1.3377832>.
- [23] J. W. Jeffrey, M. S. Logan, C. P. Rhodes, E. E. Carpenter, R. M. Stroud and D. R. Rolison, Nanocrystalline iron oxide aerogels as mesoporous magnetic architectures. *Journal of the American Chemical Society*, 126 (51), 16879-16889, 2004. <https://doi.org/10.1021/ja046044f>.
- [24] E. M. Moreno, M. Zayat, M. P. Morales, C.J. Serna, A. Roig and D. Levy, Preparation of narrow size distribution superparamagnetic  $\gamma$ -Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> nanoparticles in a sol-gel transparent SiO<sub>2</sub> matrix. *Langmuir*, 18 (12), 4972-4978, 2002. <https://doi.org/10.1021/la020037s>.
- [25] H. Cui, W. Ren, P. Lin and Y. Liu, Structure control synthesis of iron oxide polymorph nanoparticles through an epoxide precipitation route. *Journal of Experimental Nanoscience*, 8 (7-8), 869-875, 2013. <https://doi.org/10.1080/17458080.2011.616541>.

- [26] D. Vernekar and D. Jagadeesan, Tunable acid-base bifunctional catalytic activity of FeOOH in an orthogonal tandem reaction. *Catalysis Science and Technology*, 5 (8), 4029-4038, 2015. <https://doi.org/10.1039/C5CY00361J>.
- [27] N. H. Dang, T. H. Tu, V. N. P. Linh, L. T. M. Thy, H. M. Nam, M. T. Phong and N.H. Hieu, Preparation of magnetic iron oxide/graphene aerogel nanocomposites for removal of bisphenol A from water. *Synthetic Metals*, 255, 116-106, 2019. <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2019.116106>.
- [28] L. Tankosić, P. Tančić, S. Sređić and Z. Nedić, Comparative study of the mineral composition and its connection with some properties important for the sludge flocculation process-examples from Omarska Mine. *Minerals*, 8 (3), 119, 2018. <https://doi.org/10.3390/min8030119>.
- [29] K. Shrimali, J. Jin, B.V. Hassas, X.Wang and J.D. Miller, The surface state of hematite and its wetting characteristics. *Journal of colloid and interface science*, 477, 16-24, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2016.05.030>.
- [30] J. Balachandramohan, M. Kumar, T. Sivasankar and M. Sivakumar, Natural Polymer-Based Iron Oxide (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) synthesis, characterization and Its application for 1-Amino-Nitrobenzene degradation in assistance with oxidants. *Catalysts*, 12(10), 1161, 2022. <https://doi.org/10.3390/catal12101161>.

