

FLOKÜLASYON DENEYİ

1. GENEL BİLGİLER

Granül formdaki polimerler neme karşı duyarlı olduğu için uzun süre ağız açık kaplarda bırakılmamalı ve nemli ortamlarda tutulmamalıdır. Aksi takdirde granüller arasında topaklanma başlar. Granül formdaki polimerleri saklama süresi asgari 1 yıldır. Emülsiyon yani çözelti formundaki polimerlerin dayanma süresi ise asgari 6 aydır. Emülsiyon formundaki polimerler kullanılmadan önce homojenizasyon için karıştırılmalıdır.

2. FLOKÜLANT ÇÖZELTİSİ HAZIRLAMA

Granüller formdaki polimerlerle sulu çözeltiler hazırlanırken aşağıdaki hususlara dikkat etmek gerekir. Bunlar;

- *Sulu çözelti hazırlanırken polimerin her tanesinin ıslanmasına özen gösterilmeli ve bunun için polimer karışım halindeki suya yavaş yavaş ilave edilmelidir.*
- *Sulu çözelti hazırlanırken yardımcı dispersanların kullanılması tavsiye edilir.*
- *Polimer ile sulu çözelti hazırlanırken bir mekanik veya havalı karıştırıcı ile türbülans oluşturacak şekilde bir karışım sağlanmalıdır.*
- *Polimerin suda tamamen çözünmesi için gerekli süre, yani polimer + su çözeltisinin karışım süresi yaklaşık 60 dakikadır. Böylelikle etkili bir flokülant çözeltisi hazırlanmış olur.*
- *Çözelti hazırlanırken çok hızlı bir şekilde karıştırılmamalı, karıştırıcının hızı maksimum 10 m/sn.*

2.1. Stok Çözelti Hazırlama

Deneyle için önce belirli bir katı/sıvı oranında stok çözelti hazırlanır. Daha sonra bu stok çözeltilerden seyreltik çözeltiler üretilen sedimantasyon işlemlerinde kullanılır. Hazırlanan flokülant çözeltilerinin konsantrasyonu genellikle %0,05-%0,3 arasında değişir. Bu oranlar yapılacak işe göre tayin edilebilen büyüklüklerdir.

Örneğin; % 0,5 lik bir stok çözelti hazırlamak için;

- *1000 cm³'lük behere 497,5 ml su konulur.*
- *Terazide bir kağıt veya cam lamel üzerinde 2,5 gr toz halindeki flokülanttan tartılır.*
- *Daha sonra içerisinde 497,5 ml su olan behere, bakıldığında V- formunda olacak şekilde karıştırılarak, yavaş yavaş ilave edilir.*
- *Flokülant + suyun çok hızlı karıştırılmamasına özen gösterilmelidir; yani aşırı türbülans olmamalıdır.*
- *Bu şekilde yaklaşık 60 dakika karıştırılmalıdır.*
- *Emülsiyon formunda olan polimer ile çözelti hazırlamak için gerekli olan karışım süresi ise yaklaşık 20 dakikadır*
- *Daha sonra bu stok çözeltilerden gereken miktarda numune alınarak daha berrak işlemler için gerekli olan seyreltik çözeltiler üretilir.*

Not: Bu şekilde elde edilen stok çözeltilerin kullanılabilirlik süresi yaklaşık 2 aydır.

Süspansiyona İlave Edilecek Polimer Çözeltisinin Birimlendirilmesi :

$$1 \text{ ppm} = 1 \text{ g/m}^3 = 1 \text{ mg/litre}$$

Örneğin; %0,1'lik bir polimer çözeltisi;

1 kg/m³ ya da 1 g/litre ya da 1 mg/ml polimer içerir.

%0,01'lik bir polimer çözeltisi ise;

0,1 kg/m³ ya da 0,1 g/litre ya da 0,1 mg/ml polimer içerir.

Sedimentasyon Denevi için Flokülant Dozajı Ayarlama :

Sedimentasyon deneylerinde fazla miktarda polimer dozajı gerektiren durumlar;

- Süspansiyonun katı oranı yüksekse
- Süspansiyondaki katı partiküllerin ince tane oranı yüksekse
- Süspansiyonun ısısı düşükse

susuzlaştırılacak katının türüne göre gerekli olan dozaj 80-300 gr/ton (kuru) arasında değişir.

Kömür Hazırlama Tesisi Atıkları için Deneylerde Kullanılacak Polimer Tipleri :

- Nonyonik (2300)
- Zayıf anyonik (2510)
- Orta anyonik (2515 veya 2520)
- Güçlü anyonik (2530 veya 2540)
- Zayıf katyonik (611 BC)
- Güçlü katyonik (853 BC)

2.2. Flokülasyon Deneylerine Başlamadan Önce Süspansiyon ve Şlam İle İlgili Bilinmesi Gereken Hususlar

I) Suyun sertliği ölçülecek;

(Sertlik <5°dH'dan küçükse polimer etkisi zayıf olur ve iyi bir çökelme sağlanmadığı gibi kötü bir berraklık elde edilir; zira polimer moleküllerin kolloidal taneciklerle etkileşimi zayıflar. Bu durumda tavsiye edilen husus; suyun sertliğini artırmak için süspansiyona kireç sütü veya jips ilave edilir. Süspansiyondaki suyun sertliğini 1°dH artırmak için ilave edilmesi gereken CaO miktarı 10 mg/l'dir. Aynı şekilde ilave edilmesi gereken Ca(OH)₂ miktarı ise 13,2 mg/l'dir.)

Sertlik ölçümü:

Suyun sertliği ile ilgili olarak sudaki inorganik iyonların (Ca⁺⁺, Mg⁺⁺) önceden bilinmesi flokülasyon testleri için önem arz etmektedir. Bu nedenle atık suyun berrak kısmından yeterli miktarda numune

alınarak sertlik ve iyon tayini için ölçümleri yapılır. Sertlik ve divalent katyonların (Ca^{++} , Mg^{++}) tayininde volumetrik yöntemler kullanılır.

II) Suyun iletkenliği ölçülecek;

(Suyun iletkenliğinin önceden bilinmesi elektrokinetik potansiyel ölçümleri ve/veya flokülasyon testleri için önemlidir. Bu nedenle atık suyun berrak kısmından yeterli miktarda numune alınarak iletkenlik ölçümleri yapılır.)

İletkenlik ölçümü:

İletkenlik ölçümü için kullanılan aparat Şekil 1’de gösterilmiştir.



Şekil 1. HANNA Dist4 Plus model iletkenlik ölçüm cihazı.

III) Süspansiyonun pH’sı ölçülecek;

(Bu işlem numunenin alındığı yerde pH ölçen turnusol kağıdı ile yapılacak. pH= 6-9 aralığında en etkili polimer tipi genellikle zayıf anyonikten orta anyonikliğe kadar olan polimerlerdir. $pH > 3$ ise güçlü anyonik özelliği olan polimer tipi tercih edilmelidir (%40 anyonik veya daha fazla). Düşük pH aralığında ($pH=4-6$) geçerli olan polimer tipi zayıf anyoniklik özelliği gösteren polimer türleridir. Çok daha düşük pH değerlerinde, özellikle süspansiyonda büyük değeriğe sahip olan Al, Cu, Cr gibi metal katyonlarının mevcudiyetinde çok zayıf anyoniklik gösteren polimerlerin etkili olup olmadığı da kontrol edilmelidir. pH’nın 1 veya daha aşağı olduğu çok asidik ortamın mevcudiyetinde ise güçlü katyonik polimer kullanılmalıdır).

pH ölçümü:

pH ölçümü turnusol kağıdı veya dijital pH metreler yardımı ile yapılabilir (Şekil 2). Dijital pH metre ile yapılan pH ölçümü aşağıdaki aşamalardan oluşur.



Şekil 2. pH-metre

- Saf su kabına daldırılmış vaziyette bulunan pH metre elektrodu bir peçete ile temizlenerek pH ölçümü yapılacak süspansiyona daldırılır,
- pH metrenin dijital ekranındaki pH değeri sabitleninceye kadar beklenir,
- Sabitlenen pH değeri süspansiyonun pH'ını gösterir,
- Ölçüm sonrasında pH metre probu çıkarılarak saf suyla yıkanır ve saf su kabına tekrar konur.

3. JAR-TEST İLE FLOKÜLASYON DENEYİ

Flokülasyon deneyleri, aynı anda 4 veya daha fazla beher ile çalışma imkanı sağlayan, hız ve zaman ayarlı Jar-Test cihazında (Şekil 3) gerçekleştirilir. Testlerde, üzeri milimetrik olarak işaretlenmiş 800 ml'lik beherler kullanılır.

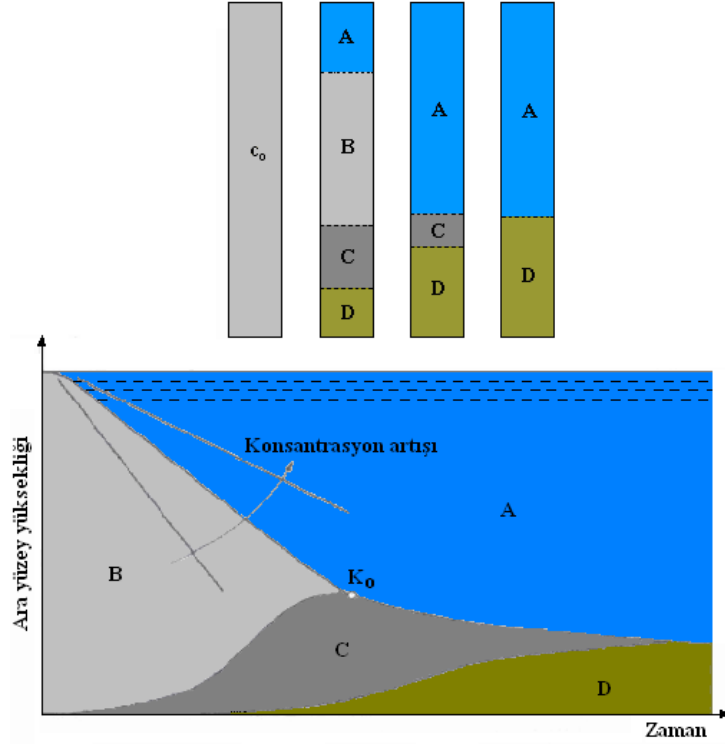


Şekil 3. Velp JLT4 Jar-Test cihazı.

Çeşitli tipte polimerlerin (=flokülanların) kullanıldığı flokülasyon deneylerinde;

- Beher, jar-test cihazına yerleştirildikten sonra, 150 D/D hızda 2 dakika süreyle karıştırma işlemine tabi tutulur. pH ayarlanması vs. işlemler bu esnada gerçekleştirilir. Bu işlemi müteakip süspansiyona uygun dozajda standart flokülant çözeltisi ilave edilir. Optimum bir karıştırma süresi ve hızından sonra karıştırma işlemine son verilerek milimetrik olarak işaretlenmiş beherin üzerinde iki sabit nokta referans alınmak suretiyle arayüzey yüksekliğinin zamana bağlı değişimi belirli zaman aralıklarında kaydedilir. Çökme hızı, arayüzey yüksekliğinin zamana bağlı olarak değişimini gösteren doğrunun eğiminden (Şekil 4) bulunur (DIN 23007, 1985).

- Çökelme işlemi tamamen bittikten sonra (flokülasyon işlemi müteakip 15 dakika beklendikten sonra), otomatik pipet (Şekil 5) ile yüzeyden yaklaşık 3 cm derinlikten yeterli miktarda alikot alınarak suyun bulanıklık değeri tespit edilir. Bulanıklık ölçümleri türbidimetre cihazında (Şekil 6) gerçekleştirilir.
- Elde edilen veriler protokol Çizelgesine taşınarak çökelme hızı ve bulanıklık eğrileri çizilir (Şekil 7).



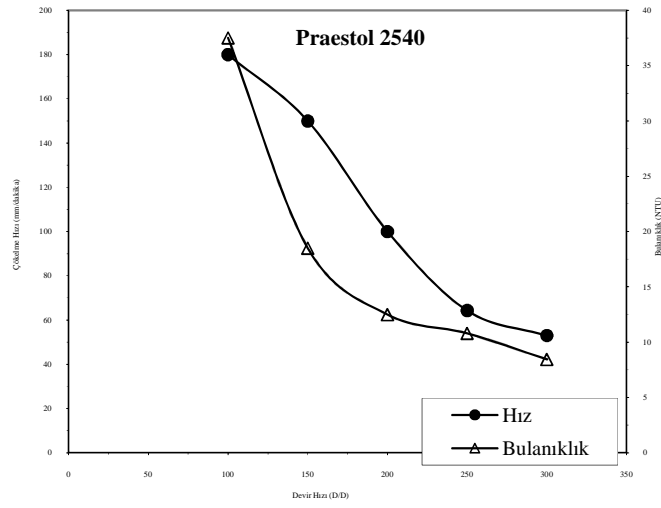
Şekil 4. Flokülasyon işleminde zamana bağlı oluşan zonlar.



Şekil 5. Otomatik pipet.



Şekil 6. Türbidimetre cihazı.



Şekil 7. Karıştırma hızının çökme hızı ve bulanıklığa etkisi

4. ÇALKALAYICI İLE FLOKÜLASYON DENEYİ

Bu flokülasyon deneyinde 250-1000 ml kapasiteli silindirik mezürler kullanılır. Deneysel çalışmaların hızlı ve güvenli yapılabilmesi için istenirse DIN 23007 standardına uygun olarak hazırlanmış, 6 adet 500 ml silindir mezürü aynı anda karıştırabilen ekipmanlar kullanılabilir (Şekil 8).



Şekil 8. Çalkalama aparatı.

Bu deneyin aşamaları:

I AŞAMA: Süspansiyon mezürlere yerleştirilir.

II. AŞAMA: Test için belirlenen fülökülant stok çözeltiden çekilir ve süspansiyona ilave edilir. Daha sonra silindirlerin üzeri kauçuk tıpa ile kapatılır.

III. AŞAMA: Silindirlerin karışmasını sağlamak için çıkırcık tam tur çevrilir. Bu işlem ilave edilen flokülantın homojen olarak dağıldığından emin olana kadar devam eder. Çevirme hareketi sayısı bir test serisindeki bütün deneyler için sabit tutulmalıdır.

IV. AŞAMA: Karıştırma işi tamamlandığında çevirme işlemi durdurulur ve sedimentasyon süresi başlatılır. Çökme yükseklikleri zamana bağlı olarak kaydedilir.

V. AŞAMA: Berrak kısımdan belirli bir seviye esas alınarak numune alınır ve türbidimetre ile bulanıklığı ölçülür.

Jar-Test cihazı ve çalkalayıcı ile yapılan flokülasyon işlemleri deney şartlarının optimizasyonu için farklı deney parametrelerinde tekrarlanır. Bu deney parametreleri, flokülant tipi ve miktarı, pH, karıştırma hızı, karıştırma süresidir.

5. ŞARTLARIN OPTİMİZASYONU İÇİN YAPILACAK FLOKÜLASYON DENEYLERİ

5.1. Optimum Flokülant Tipi ve Dozajının Belirlenmesi

- Her bir flokülant tipinden %0,2'lik stok çözelti hazırla ve bolen jogenin üzerine % 0,2'lik olduğunu ve çözeltiyi hazırladığın tarihi yaz

- Daha sonra bu stok çözeltilerden %0,1'lik 250 ml çözeltiyi bolen jodede hazırla ve üzerine hazırladığın tarihi yaz.
- Her bir flokülant tipinden hazırladığın %0,1'lik çözeltilerden 3, 6, 9, 12 gr/l olarak sedimentasyon deneylerini yap ve çökelme hızlarını tespit ederek gerekli olan eğrileri çizerek optimum flokülant tipini ve dozajını belirle.
- Deney sonucunda berrak kısımdan numune olarak türbidimetrede berraklık ölçümü yap ve çöken katı kısımların hacimlerini not et.

Sabit Tutulan Parametreler :

Karıştırma Süresi : 2 dak
Karıştırma Hızı : 500 D/D
Katı Oranı : %2,5
pH : kendi doğal pH'sı

5.2. pH'nın Flokülasyona Etkisi

- Yukarıda anlatılan deneyin her aşaması farklı pH'larda yani 2, 4, 6, 8, 10'da yapılacak. deneyden sonra yapılması gereken ölçümler bir önceki deneydeki gibi tekrarlanacak.

Sabit Tutulan Parametreler :

Karıştırma Süresi : 2 dak
Karıştırma Hızı : 500 D/D
Katı Oranı : %2,5

5.3. Karıştırma Hızının Etkisi

- Optimum pH, flokülant tipi ve dozajı belirlendikten sonra 125, 250, 500, 1000, 1500 D/D karıştırma hızlarında sedimentasyon deneyleri yapılacak.

Sabit Tutulan Parametreler :

Karıştırma Süresi : 2 dak
Flokülant Tipi :
Flokülant Dozajı :
Katı Oranı : %2,5

5.4. Karıştırma Süresinin Etkisi

- Karıştırma süresi 15, 30, 45, 60, 90, 120, 160, 240, 300 saniye

Sabit Tutulan Parametreler :

Flokülant Tipi :
Fokülant Dozajı :
Katı Oranı : %2,5
pH :
Karıştırma Hızı :

FİLTRASYON DENEYİ

1. GENEL BİLGİLER

Sanayinin gelişmesiyle birlikte evsel ve endüstriyel kirlilik kaynakları olan atık suların arıtılması konusu güncel bir problem olarak karşımıza çıkmaktadır. Artan nüfus ve gelişen teknoloji ile beraber azalan su kaynakları sebebiyle suyun değeri de artmaktadır. Bununla birlikte suyun kullanıldığı zenginleştirme ve diğer sulu süreçlerde, ayırma ve/veya susuzlandırma işlemlerinin kullanılmasıyla arıtılan suyun tesise geri beslenmesi kaçınılmaz hale gelmektedir.

Susuzlandırma yöntemlerinden biride filtrasyondur. Suda çözünmeyen kum, kil ve tortu gibi katı maddeleri fiziksel olarak arıtmak; su içerisinde tat, koku ve renk olarak açığa çıkan organik maddeleri kimyasal olarak arıtmak; bu arıtım aşamalarıyla suyu tortusuz, renksiz ve berrak bir görünüme kavuşturma işlemlerine filtrasyon denir. Genellikle filtre olarak kullanılan ortamın delikleri ayrılması istenen katı tane ebadından küçük olmakta ve iyi bir filtrasyon işlemi ancak başlangıç anını takiben katı malzeme filtre ortamında birikmeye başladıktan sonra gerçekleşebilmektedir. Endüstriyel çapta filtrasyon işleminin gerçekleşmesi laboratuvardaki işleme nazaran çeşitli zorluklar içerir. Filtre edilecek malzeme miktarı fazladır ve daha kalın bir filtre keki meydana gelmektedir. Bu kek arasından yüksek hızla sıvının süzülebilmesi için daha yüksek basınçlar gereklidir. Büyük tonajlarda süspansiyon işleme tabi tutulacağından oldukça büyük bir filtre alanı temin etmek gerekir.

Herhangi bir filtrasyon işlemi için en uygun filtre genel olarak maliyeti en düşük olandır. Bu yüzden sisteme uygun filtrasyon yönteminin seçilmesi gerekmektedir. Filtreler genel anlamda filtre edilecek pülpü ortamdaki ayırma kuvvetinin türüne göre üçe ayrılır. Bunlar;

- Vakum filtrasyon,
- Basınç filtrasyon,
- Santrifüj (Gravite) filtrasyondur.

Süzülen kısmın daha önemli olduğu hidrometalurjik işlemlerde genellikle basınç tipi ve santrifüj filtreler kullanılmaktadır. Süzülen kısımdan ziyade filtre kekinin önemli olduğu ve büyük miktarlarda konsantre pülpünün filtre edildiği cevher hazırlama işlemlerinde ise genellikle vakum tipi filtreler ağırlıklı olarak kullanılmaktadır.

2. FİLTRASYON DENEYİ

2.1. Basınçlı Filtre Deneyi

2.1.1. Deneyde Kullanılacak Cihazlar

Basınçlı pres deneyinde filtre pres, türbidimetre ve nem tayin cihazları kullanılmaktadır.

Filtre Pres: Karıştırma hızı ve pompa basıncı ayarlanabilen filtrasyon ekipmanıdır (Şekil 1).



Şekil 1. Filtre Pres.

Türbidimetre: Filtrasyon sonucu çıkan atık suların bulanıklık ölçümlerinde kullanılacaktır (Şekil 2).



Şekil 2. Türbidimetre.

Nem Tavin Cihazı: Filtrasyon sonucu çıkan kekin nem miktarının ölçülmesinde kullanılacaktır (Şekil 2).



Şekil 3. Nem Tayin Cihazı.

2.1.2. Basınç filtrasyon işlemi

- Filtre presin tankına filtre edilecek malzeme beslenir (maksimum 90 lt).
- Cihaz ana şalterden açılır ve start (**I**) düğmesine basılarak karıştırıcı çalıştırılır.
- Filtre edilecek malzeme homojen şekilde karışınca kadar karıştırma işlemine devam edilir.
- Karıştırma işlemi devam ederken, hidrolik kolu kullanarak sistem **250 bara** set edilir ve sıkıştırma kiliti (vanası) ile hidrolik kolu emniyete alınır (kilitlenir-sağa çevrilir).
- Pülpün tank içerisinde homojen karıştığından emin olduktan sonra, (R) düğmesine basılır, pompalama vanasını açılır. Bu sayede filtrelere pülp otomatik olarak pompalanacaktır.
- Tanktaki filtre edilecek malzeme bitene kadar bu işlem devam edecektir.
- Filtreleme işlemi sırasında çıkan atık sudan bulanıklık ölçümü için numune alınır.
- Daha sonra hidrolik kol kilidi açılır (sola çevrilir), ayrı ayrı her filtre bezini açılarak içerisindeki filtre kekleri boşaltılır. Bu keklerden nem tayini için örnek alınır.
- Atık suyun bulanıklığı türbidimetre ile filtre kekin nemi ise nem tayin cihazı ile belirlenir.
- Atık su yeterince berrak değilse filtre presin plakaları üzerinde filtre bezlerin gözenekleri yeterince küçük değildir. Filtre kekin nemi fazla ise uygulanan filtre basıncı düşüktür. Bu yüzden parametreler tekrar gözden geçirilerek deney tekrarlanır.

2.2. Vakum Filtre Deneyi

2.2.1. Deneyde Kullanılacak Cihazlar

Bu deney sırasında türbidimetre ve nem tayin cihazının dışında vakum filtre cihazı kullanılacaktır.

Vakum Filtre: Vakum ile filtre yapabilen filtrasyon ekipmanıdır (Şekil 1).



Şekil 4. Vakum filtre.

2.2.2. Vakum filtrasyon işlemi

- Süspansiyon tane boyutuna göre filtre kekinin alınacağı filtre kağıdı vakum filtreye yerleştirilir.
- Filtre edilecek malzeme yavaşça vakum filtre haznesine dökülür (maksimum 2 lt).
- Daha sonra vakum pompası ve kronometre çalıştırılır.
- Atık suyun tamamı filtre kağıttan geçerek erlenmeyere gelinceye kadar vakum işlemine devam edilir.
- Filtre kağıdı üzerinde sadece filtre keki kalınca vakum pompası ve kronometre durdurulur. Filtre işlemi sırasında geçen süre filtrasyon süresini oluşturur.
- Daha sonra filtre kağıdının üzerindeki kek boşaltılarak alınır.
- Erlenmeyerdeki atık sudan ve filtre kağıdındaki filtre kekinden örnekler alınarak bulanıklı ve nem değerleri belirlenir.

2.3. Santrifüj Deneyi

2.3.1. Deneyde Kullanılacak Cihazlar

Bu deney sırasında türbidimetre ve nem tayin cihazının dışında santrifüj cihazı kullanılacaktır.

Santrifüj: Gravitasyon ile katı-sıvı ayrımı yapabilen filtrasyon ekipmanıdır (Şekil 1).



Şekil 5. Santrifüj cihazı.

2.3.2. Vakum filtrasyon işlemi

- Filtre edilecek malzeme yavaşça santrifüj tüplerine boşaltılır.
- Daha sonra santrifüj cihazının hız ve zaman ayarları yapılarak çalıştırılır.
- Santrifüj cihazı yüksek hızlarda (9000 rpm) dönerek katı tanelerin santrifüj tüpünün çeperine yapışarak sıvıdan ayrılması sağlar.
- Santrifüj işlemi tamamlandığında kapak açılarak santrifüj tüpleri çıkarılır.
- Santrifüj tüplerindeki berrak su başka kaba boşaltılarak uzaklaştırılır. Çepere yapışan katı ise spatul ile çıkarılarak alınır.
- Atık sudan ve katıdan örnekler alınarak bulanıklık ve nem değerleri belirlenir.

3. DENEY SONUÇLARININ DEĞERLENDİRİLMESİ

- Filtre pres, vakum pres ve santrifüj deneylerinde atık suyun bulanıklığını ve kekin nemini etkileyen parametreler nelerdir.
- Elde edilen suyun bulanıklığını ve kekin nemini düşürmek için neler yapılabilir.