

**T.C.  
DICLE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

**BAKIR TAYİNİNDE ATOM TUZAKLI ATOMİK ABSORPSİYON  
SPEKTROMETRESİ METODUNUN KULLANILMASI VE  
YÖNTEMİN İNTERFER ÇALIŞMALARI**

**AYŞE GÜNERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**KİMYA ANABİLİM DALI**

**DIYARBAKIR**

**Aralık 2012**

T.C.  
DİCLE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ MÜDÜRLÜĞÜ  
DİYARBAKIR

Ayşe GÜNERİ tarafından yapılan " BAKIR TAYİNİNDE ATOM TUZAKLI ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ METODUNUN KULLANILMASI VE YÖNTEMİN İNTERFER ÇALIŞMALARI" konulu bu çalışma, jürimiz tarafından KİMYA Anabilim Dalında YÜKSEK LİSANS tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri

Başkan : Prof. Dr. Berrin ZİYADANOĞULLARI

Üye : Doç. Dr. Işıl AYDIN (Danışman)

Üye : Doç. Dr. Recep KARAKAŞ

Tez Savunma Sınavı Tarihi: 27 /12 /2012

Yukarıdaki bilgilerin doğruluğunu onaylarım.

.../.../2012

Prof. Dr. Hamdi TEMEL

Enstitü Müdürü

Bu alıřma 12-FF-107 sayılı proje olarak DÜBAP tarafından desteklenmiřtir. Teřekkür ederiz.



## TEŐEKKÜR

Yüksek lisans çalıřmam süresince bilgi, tecrübe ve anlayıřı ile bana büyük destek olan danıřman hocam Sayın Doç.Dr. Iřıl AYDIN'a çok teőekkür ederim.

Deneysel çalıřmalarım esnasında büyük desteęini gördüğüm Sayın Doç.Dr. Fırat AYDIN'a çok teőekkür ederim.

Yüksek lisans çalıřmalarım boyunca yakın ilgisini hep gördüğüm Kimya Bölüm Başkanı ve Analitik Kimya Anabilim Dalı Başkanı Sayın Prof.Dr.Berrin ZİYADANOĞULLARI'na teőekkür ederim.

Bugüne kadar her zaman beni destekleyen ve yardımlarını esirgemeyen aileme, emeklerinin karşılığını hiçbir şekilde ödeyemeyeceğim anneme ve yüksek öğrenim görmeyi borçlu olduğum babama özellikle teőekkür ediyorum.

## İÇİNDEKİLER

<b>TEŞEKKÜR</b> .....	<b>I</b>
<b>İÇİNDEKİLER</b> .....	<b>II</b>
<b>ÖZET</b> .....	<b>VI</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>VII</b>
<b>ÇİZELGE LİSTESİ</b> .....	<b>VIII</b>
<b>ŞEKİL LİSTESİ</b> .....	<b>X</b>
<b>KISALTMALAR</b> .....	<b>XII</b>
<b>1.GİRİŞ</b> .....	<b>1</b>
<b>2.KAYNAK ÖZETLERİ</b> .....	<b>3</b>
2.1. Eser Elementler .....	3
2.2. Bakır .....	3
2.2.1. Özellikleri .....	3
2.2.2. Bakırın Kullanım Alanları .....	4
2.3. Suyun Önemi ve Özellikleri .....	5
2.3.1 Suyun Kimyasal Özellikleri .....	6
2.3.2. Suyun pH'ı.....	6
2.3.3. Suyun Sertliği .....	6
2.3.4. İçme Suyu Standartları .....	7
2.4. Analiz Yöntemleri .....	8
2.4.1. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi .....	9
2.4.2. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Cihazı .....	9
2.4.3. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Işık Kaynakları .....	9
Oyuk Katot Lambaları .....	10
Elektrotsuz Boşalma Lambaları .....	10
Alevli Atomlaştırıcı .....	11
Alev Tipleri .....	12
Alevsiz Atomlaştırıcı.....	13
2.4.5. Monokromatör .....	14
2.4.6. Dedektör .....	14
2.4.7. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Kullanılan Cihazlar.....	15
2.4.8. Girişimler.....	16

Kimyasal Girişim.....	16
Fiziksel Girişim .....	16
İyonlaşma Girişimi .....	17
Zemin Girişimi .....	17
Spektral girişim .....	18
2.4.9. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Nicel Analiz.....	18
Kalibrasyon Eğrilerinin Kullanılması.....	18
Standart ilave Yöntemi .....	18
2.5. Yarıklı Kuvars Tüp (SQT).....	19
2.6. Analiz Metodlarında Bazı Analitiksel Terimler .....	21
Gözlenebilme Sınırı .....	21
Kesinlik.....	23
Doğruluk.....	23
Mutlak Hata .....	23
Bağıl Hata .....	23
Tayin Sınırı .....	23
Dinamik Aralık .....	24
Sinyal/Gürültü Oranı .....	24
2.7. Önceki Çalışmalar .....	24
3. MATERYAL VE METOT.....	31
3.1. Kullanılan çözeltiler, kimyasal ve standart maddeler.....	31
3.2. Ölçümlerde Kullanılan Alet ve Ekipmanlar .....	32
3.3. Metot.....	33
3.3.1. Birinci adım: Alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile analiz .....	34
3.3.2. İkinci adım: SQT-FAAS ile analiz .....	34
3.3.3. Üçüncü adım: SQT-AT-FAAS ile analiz .....	34
3.3.4. Dördüncü adım: Kaplamalı SQT-AT-FAAS ile analiz .....	34
3.3.5. Beşinci adım: İnterfer Çalışmaları.....	34
3.4. Optimize edilen koşulların gerçek numunelere ve standart referans maddeye uygulanması.....	35
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA .....</b>	<b>36</b>
4.1. FAAS ile yapılan çalışmalar .....	37
4.1.1. Asetilen akış hızı optimizasyonu .....	37
4.1.2. Asit konsantrasyonu optimizasyonu .....	37
4.1.3. Hava akış hızı optimizasyonu.....	38
4.1.4. Numune çekiş hızı optimizasyonu.....	39
4.1.5. FAAS metodu ile kalibrasyon .....	39

4.1.6. FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiđi.....	40
4.2. SQT-FAAS ile yapılan alıřmalar.....	41
4.2.1. Asetilen akıř hızı optimizasyonu.....	42
4.2.2. Asit konsantrasyonu optimizasyonu.....	42
4.2.3. Hava akıř hızı optimizasyonu.....	43
4.2.4. Numune ekıř hızı optimizasyonu.....	44
4.2.5. SQT-FAAS metodu ile kalibrasyon.....	44
4.2.6. FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiđi.....	45
4.3. SQT-AT-FAAS ile yapılan alıřmalar.....	46
4.3.1. Organik özücü seimi (SQT-AT-FAAS).....	46
4.3.2. Organik özücünün hacminin optimizasyonu (SQT-AT-FAAS).....	48
4.3.3. Asetilen akıř hızı optimizasyonu (SQT-AT-FAAS).....	48
4.3.4. Hava akıř hızı optimizasyonu.....	49
4.3.5. Numune ekıř hızı optimizasyonu (SQT-AT-FAAS).....	50
4.3.6. Toplama süresi optimizasyonu.....	50
4.3.7. Asit konsantrasyonu optimizasyonu.....	52
4.3.8. SQT-AT-FAAS metodu ile kalibrasyon.....	52
4.3.9. SQT-AT-FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiđi.....	53
4.3.10. SQT-AT-FAAS metodunda Cu <sup>2+</sup> nin İnterfer alıřması.....	54
4.4. Kaplamalı SQT-AT-FAAS ile yapılan alıřmalar.....	56
4.4.1. Kaplama materyalinin seimi.....	56
4.4.2. Kaplamalı SQT-AT-FAAS de organik özücünün seimi.....	57
4.4.3. Kaplamalı SQT-AT-FAAS de organik özücü hacminin optimizasyonu.....	58
4.4.4. Asetilen akıř hızı optimizasyonu.....	58
4.4.5. Numune ekıř hızı optimizasyonu.....	59
4.4.6. Hava akıř hızı optimizasyonu.....	60
4.4.7. Asit konsantrasyonu optimizasyonu.....	60
4.4.8. Toplama süresi optimizasyonu.....	61
4.4.9. Kaplamalı SQT-AT-FAAS için kalibrasyon.....	62
4.4.10. Kaplamalı SQT-AT-FAAS için lineer kalibrasyon grafiđi.....	63
4.5. Kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunda Cu <sup>2+</sup> nin İnterfer alıřması.....	64



4.6. SQT-AT-FAAS metodunun gerek numunelere uygulanması .....	67
4.7. W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun gerek numunelere uygulanması.....	68
<b>5. SONUÇ VE ÖNERİLER.....</b>	<b>70</b>
<b>6. KAYNAKLAR.....</b>	<b>72</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ.....</b>	<b>76</b>

## ÖZET

### BAKIR TAYİNİNDE ATOM TUZAKLI ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ METODUNUN KULLANILMASI VE YÖNTEMİN İNTERFER ÇALIŞMALARI

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Ayşe GÜNERİ

DİCLE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI

2012

Metal tayininde alevli atomik absorpsiyon spektrofotometresi (FAAS) oldukça sık kullanılan bir yöntemdir. Atom tuzakları geliştirilerek FAAS tekniğinin duyarlılığı son yıllarda giderek arttırılmaktadır. Atom tuzakları kullanımı ile FAAS tekniğinin gözlenebilme sınırı mg/L seviyesinden ng/mL düzeyine indirilmiştir. Yarıklı kuvars tüp (SQT), bu atom tuzaklarından biridir. Bakırın FAAS ile tayininde yarıklı kuvars tüp (SQT) kullanarak duyarlı bir metot geliştirmeyi amaçlayan bu çalışma 5 adımdan oluşmaktadır. Birinci adımda FAAS ile direk analizler gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda SQT, FAAS'ye bir aparat olarak monte edilerek analizler yapılmıştır. SQT kullanmanın amacı, analit atomlarını SQT yüzeyinde tutarak ölçüm bölgesinde kalma sürelerini artırmak ve böylece duyarlılık artışı elde etmektir. Bu adımda birinci adıma göre yaklaşık 2.21 kat duyarlılık artışı elde edilmiştir. Üçüncü adımda SQT-AT-FAAS ortamında analizler gerçekleştirilmiştir. Bu adımda, aleve gönderilen analit SQT yüzeyinde belirli bir süre toplanır. Daha sonra aleve düşük hacimde metil izobütilketon (MIBK) gönderilerek analit atomlarının hızla SQT yüzeyinden uzaklaştırılmaları sağlanır. Dördüncü adımda ise SQT'nin yüzeyi bazı metaller ile kaplanmıştır. En yüksek absorbans değeri tungsten kaplı SQT ile elde edilmiştir. W kaplı SQT-AT-FAAS de duyarlılık artışının daha fazla olduğu gözlenmiştir. Ayrıca her bir adımda asetilen akış hızı, örnek akış hızı, asit konsantrasyonu gibi parametreler optimize edilmiştir. Beşinci adımda da interfer çalışmaları yapılmıştır. Metodun analitiksel doğruluğu 1643e National-Institute of Standard & Technolgy SRM ile kontrol edildi. Uygulama olarak çeşitli bölgelerden çıkarılan ve ticari amaçlı satılan içme sularının analizleri yapıldı. Analiz sonuçları Dünya Sağlık Örgütü (WHO) 1999 Avrupa Birliği (EC) 1998 ve Türk Standartları Enstitüsü (TSE) 266/2005 yönetmenliklerinde izin verilen konsantrasyon değerleri ile kıyaslandı. Analizi yapılan sulardaki bakır konsantrasyonunun uygun olduğu görüldü.

**Anahtar Kelimeler:** Bakır, İçme Suyu, FAAS, Yarıklı Kuvars Tüp (SQT)

## ABSTRACT

### DETERMINATION OF COPPER WITH INTERFERENCE STUDIES BY ATOM TRAPPING-ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY METHOD

Msc. THESIS

Ayşe GÜNERİ

DEPARTMENT OF CHEMISTRY  
INSTITUTE OF NATURAL AND APPLIED  
SCIENCES UNIVERSITY OF DICLE

2012

Flame Atomic Absorption Spectrometry (FAAS) is a constantly used method for detection of metals. In the recent years atom trapping have been improved to increase sensitive of technique. The detection limit of FAAS technique was reduced to ng/mL level through the agency of atom trapping while it was mg/mL. Slotted of Quartz Tube (SQT) is one of these atom trappings. In this study, a sensitive method was developed by using SQT for determination of copper by FAAS method. SQT was used five different ways for this thesis. The first step of analysis was carried out directly by FAAS. Secondly, SQT as apparatus installed to the FAAS. It was aimed to increase stay time of copper atoms in the atomization region, it was observed about 2,21times increase in sensitivity. SQT-AT-FAAS analysis was carried out in the third step. In this step, analyte atoms are collected on the SQT surface in a certain time. Then the low volume of methyl isobutyl ketone (MIBK) sent to the analyte atoms in SQT surface are rapidly removed from of is provided. The optimum parameters were obtained. In the fourth step, some of the metals is covered with SQT surface. The highest absorbance value was obtained with coated tungsten. W coated SQT-AT-FAAS is higher sensitivity than the others. In addition, acetylene flow rate and sample flow rate at each step are optimized parameters such as acid concentration. Interfer studies were carried out in the fifth step.

The accuracy of the system's 1643 National-Institute of Standard & Technology was checked with standard reference material. The commercial drinking waters are purchased from markets in Turkey and its were analyzed by these methods. The results of analysis compared with the World Health Organization (WHO), in 1999 the European Union (EC) 1998 and the Turkish Standards Institute (TSE) 266/2005. Analysis results of the copper values of the waters were found to be within the limit values.

**Key Words:** Copper, Drinking Water, FAAS, Slotted Quartz Tube (SQT).

## ÇİZELGE LİSTESİ

<b><u>Çizelge No</u></b>	<b><u>Sayfa No</u></b>
<b>Çizelge 2. 1.</b> Bakırın fiziksel özellikleri .....	4
<b>Çizelge 2. 2.</b> Dünya Sağlık Örgütü (WHO), Avrupa Birliği (EC), Türk Standartları Enstitüsü (TSE), İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik (WHO 1999, EC 1998, TSE 2005/266) .....	8
<b>Çizelge 2. 3.</b> AAS de kullanılan alev çeşitleri (Gündüz 2005) .....	12
<b>Çizelge 2. 4.</b> Alev AAS ve SQT arasındaki duyarlılık karşılaştırılması (Bakırdere 2003).....	21
<b>Çizelge 2. 5.</b> Bazı elementlerin farklı metotlarla gözlenebilme sınırları (ng/mL) (Yıldız ve Genç 1993, Kılıç ve Köseoğlu 1996) .....	22
<b>Çizelge 3. 1.</b> Ölçümlerle ilgili parametreler .....	32
<b>Çizelge 3. 2.</b> Yarıklı kuvars tüpün özellikleri .....	33
<b>Çizelge 4. 1.</b> FAAS ile yapılan çalışmanın analitiksel performansı.....	41
<b>Çizelge 4. 2.</b> SQT-FAAS ile yapılan çalışmanın analitiksel performansı.....	46
<b>Çizelge 4. 3.</b> Organik çözücülerin molekül formülleri ve kaynama noktaları .....	47
<b>Çizelge 4.4.</b> Organik çözücülerin absorbans değerleri.....	47
<b>Çizelge 4. 5.</b> SQT-AT-FAAS şartları; .....	54
<b>Çizelge 4. 6.</b> SQT-AT-FAAS'nin analitik performansı .....	54
<b>Çizelge 4. 7.</b> SQT-AT- FAAS metodunda $Cu^{2+}$ 'nin İnterfer çalışması. ....	55
<b>Çizelge 4. 8.</b> Kaplama materyallerinin bazı özellikleri.....	56
<b>Çizelge 4. 9.</b> Kaplama materyallerinin absorbans değerleri.....	57
<b>Çizelge 4. 10.</b> Organik çözücülerin absorbans değerleri.....	57
<b>Çizelge 4. 11.</b> W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun şartları .....	64
<b>Çizelge 4. 12.</b> W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun performansı .....	64
<b>Çizelge 4. 13.</b> Kaplamalı SQT-AT- FAAS metodunda $Cu^{+2}$ 'nin İnterfer çalışması.....	65
<b>Çizelge 4. 14.</b> W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun doğruluğu.....	66
<b>Çizelge 4. 15.</b> SQT-AT-FAAS ile farklı markalara ait içme sularında bulunan bakır konsantrasyonları .....	68

**Çizelge 4. 16.** W kaplamalı SQT-AT-FAAS ile farklı markalara ait içme sularında bulunan bakır konsantrasyonları ..... 69

## ŞEKİL LİSTESİ

<u>Sekil No</u>	<u>Sayfa No</u>
Şekil 2. 1. Atomik absorpsiyon spektrofotometresi cihazının şeması.....	9
Şekil 2. 2. Oyuk katot lamba.....	10
Şekil 2. 3. Elektrotsuz boşalım lambası .....	11
Şekil 2. 4. AAS’de atomlaştırma sırasında oluşan işlem basamakları .....	12
Şekil 2. 5. Tek ışın yollu spekrofotometre .....	15
Şekil 2. 6. Çift ışın yollu spekrofotometre (Altınışık 2004) .....	16
Şekil 2. 7. SQT’nın sistematik diyagramı (Yaman 2001).....	20
Şekil 3. 1. Analizlerde kullanılan Perkin-Elmer model AAS .....	32
Şekil 4. 1. FAAS ile asetilen akış hızı optimizasyonu. ....	37
Şekil 4. 2. FAAS ile asit konsantrasyonu optimizasyonu. ....	38
Şekil 4. 3. FAAS ile hava akış hızı optimizasyonu.....	38
Şekil 4. 4. FAAS ile numune çekiş hızı optimizasyonu.....	39
Şekil 4. 5. FAAS ile kalibrasyon grafiği.....	40
Şekil 4. 6. FAAS ile lineer kalibrasyon grafiği.....	40
Şekil 4. 7. FAAS ye monte edilmiş SQT aparatı .....	41
Şekil 4. 8. SQT- FAAS ile asetilen akış hızı optimizasyonu. ....	42
Şekil 4. 9. SQT- FAAS ile asit konsantrasyonu optimizasyonu. ....	43
Şekil 4. 10. SQT-FAAS ile hava akış hızı optimizasyonu.....	43
Şekil 4. 11. SQT-FAAS ile numune çekiş hızı optimizasyonu.....	44
Şekil 4. 12. SQT-FAAS ile kalibrasyon grafiği.....	45
Şekil 4. 13. SQT-FAAS ile lineer kalibrasyon grafiği .....	45
Şekil 4. 14. SQT-AT-FAAS Organik çözücünün hacminin optimizasyonu .....	48
Şekil 4. 15. SQT-AT-FAAS asetilen akış hızı optimizasyonu.....	49
Şekil 4. 16. SQT-AT-FAAS hava akış hızı optimizasyonu .....	49
Şekil 4. 17. SQT-AT-FAAS numune çekiş hızı optimizasyonu .....	50

Şekil 4. 18. SQT-AT-FAAS Toplama süresi optimizasyonu.....	51
Şekil 4. 19. SQT-AT-FAAS de 5 ng/mL Cu <sup>+2</sup> çöz. sinyali.....	51
Şekil 4. 20. SQT-AT-FAAS asit derişim optimizasyonu.....	52
Şekil 4. 21. SQT-AT-FAAS kalibrasyon eğrisi .....	53
Şekil 4. 22. SQT-AT-FAAS lineer kalibrasyon eğrisi .....	53
Şekil 4. 23. W kaplamalı SQT de organik çözücünün hacmi optimizasyonu .....	58
Şekil 4. 24. W kaplamalı SQT AT-FAAS asetilen akış hızı optimizasyonu .....	59
Şekil 4. 25. W kaplamalı SQT AT-FAAS Numune çekiş hızı optimizasyonu .....	59
Şekil 4. 26. W kaplamalı SQT AT-FAAS hava akış oranı optimizasyonu .....	60
Şekil 4. 27. W kaplamalı SQT AT-FAAS asit konsantrasyonu optimizasyonu .....	61
Şekil 4. 28. W kaplamalı SQT AT-FAAS toplama süresi optimizasyonu.....	61
Şekil 4. 29. Kaplı SQT-AT-AAS de 1.0 ng/mL'lik Cu <sup>+2</sup> çöz.sinyali.....	62
Şekil 4. 30. W kaplamalı SQT AT-FAAS kalibrasyon eğrisi.....	63
Şekil 4. 31. W kaplamalı SQT AT-FAAS kalibrasyon eğrisi.....	63
Şekil 4. 32. İşlem görmeden önceki SQT'nin şekli .....	66
Şekil 4. 33. W kapladıktan sonra SQT'nin şekli .....	67

## KISALTMALAR

**FAAS:** Alevli atomik absorpsiyon spektrometresi

**SQT:** Yarıklı kuvars tüp

**MIBK:** Metil izobütüilketon

**MEK:** Metil etil keton

**WHO:** Dünya sağlık örgütü

**EC:** Avrupa birliği

**AAS:** Atomik absorpsiyon spektroskopisi

**TSE:** Türk standartları enstitüsü

**AT:** Atom tuzak

**ET-AAS:** Elektrotermal atomik absorpsiyon spektrometresi

**AD:** Alev değiştirme

**ICP-MS:** İndüktileşmiş Plazma-Kütle Spektroskopisi

**ICP-OES:** İndüktif Eşleşmiş Plazma-Optik Emisyon Spektrometresi

**ICP-AES:** İndüktif Eşleşmiş Plazma-Atomik Emisyon Spektroskopisi

**ET-AAS:** Elektrotermal-Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi

**SEM-XRF:** Taramalı elektron mikroskopisi -X-İÇİnlari floresans spektroskopisi

**mg:** miligram

**kg:** kilogram

**nm:** nanometre

**d:** yoğunluk

**ppm:** milyondabir

**ppb:** milyardabir

**µg:** mikrogram

**mm:** milimetre

**µL:** mikrolitre



## 1.GİRİŞ

Bakır, doğada doğal olarak oldukça bol miktarda bulunan ve doğal olaylar sonucu yayılan bir maddedir. Bakır 10.000 yıldan fazla insan uygarlığı tarafından kullanılmaktadır. Bakırın metal uygulamalarının tam olarak mekanizmaları bilinmekle beraber, onun canlılar üzerine etkisi tam olarak anlaşılamamıştır. Milattan önce 2600 ve 2200 yılları arasında yazılmış bir mısır papirüsünde göğüs yaralarını sterilize etmek ve içme suyunu arındırmak için bakırın kullanıldığı anlatılmaktadır. Hipokrat, bacak ülseri tedavisinde lokal uygulama için bakır önerir ve 19. ve 20. yüzyıllarda antibiyotik öncesi dönemde bakır preparatları cilt hastalıkları, frengi ve tüberküloz tedavisinde kullanılırdı (Dollwet ve Sorenson 1985). Ayrıca bakır vücutta bazı enzimler için (lysyl oxidaze) bir kofaktör olarak görev alan önemli bir mineraldir (Higdon ve Drake 2012). 19 yaş üzerindeki sağlıklı yetişkin erkek ve kadın için bakırın günlük alım miktarı 900 mikro gram/gündür ( Roma ve ark. 2011).

Bakırın antimikrobiyal etkisi uzun zamandır bilinmektedir ve çevre kirliliğini azaltıcı bir mekanizma olarak sağlık ortamında potansiyel bir uygulamaya sahiptir. Böylece sağlık ortamındaki enfeksiyonu (HCAI) önler (Kozlowskia ve ark. 2012).

Bakır toprakta birikebilen parçalanamaz bir ağır metaldir (Mackiea ve ark. 2012). Kirlenmemiş topraklar genellikle 20 mg/kg bakır içerir ama ana kaya ve doğal minarellerde 100 mg/kg bulunması muhtemeldir (McBride 1981, Wightwick 2006).

Son yıllarda alevli atomik absorpsiyon spektrometresinde (FAAS) duyarlılığı artırmak için yarıklı kuvars tüpler (SQT) geliştirilmiştir. Yarıklı kuvars tüplerle, gözlenebilme sınırı mg/L den ng/mL' ye kadar düşürülmüştür. Bakırın FAAS ile tayininde yarıklı kuvars tüp (SQT) kullanarak duyarlı bir metot geliştirmeyi amaçlayan bu çalışma beş adımdan oluşmaktadır. Birinci adımda FAAS ile direk analizler gerçekleştirilmiştir. İkinci adımda SQT, FAAS'ye bir aparat olarak monte edilerek analizler yapılmıştır. SQT kullanmanın amacı, analit atomlarını SQT yüzeyinde tutarak ölçüm bölgesinde kalma sürelerini artırmak ve böylece duyarlılık artışı elde etmektir. Bu adımda birinci adıma göre yaklaşık 2.21 kat duyarlılık artışı elde edilmiştir. Üçüncü

adımında SQT-AT-FAAS ortamında analizler gerçekleştirilmiştir. Bu adımda, aleve gönderilen analit SQT yüzeyinde belirli bir süre toplanır. Daha sonra aleve düşük hacimde metil izobütilketon (MIBK) gönderilerek analit atomlarının hızla SQT yüzeyinden uzaklaştırılmaları sağlanır. Dördüncü adımda ise SQT'nin yüzeyi bazı metaller ile kaplanmıştır. En yüksek absorbans değeri tungsten kaplı SQT ile elde edilmiştir. W kaplı SQT-AT-FAAS de duyarlılık artışının daha fazla olduğu gözlenmiştir. Ayrıca her bir adımda asetilen akış hızı, örnek akış hızı, asit konsantrasyonu gibi parametreler optimize edilmiştir. Beşinci adımda da interfer çalışmaları yapılmıştır. Metodun analitiksel doğruluğu 1643e National–Institute of Standard & Technolgy SRM ile kontrol edildi. Uygulama olarak çeşitli bölgelerden çıkarılan ve ticari amaçlı satılan içme sularının analizleri yapıldı. Analiz sonuçları Dünya sağlık Örgütü (WHO) 1999 Avrupa Birliği (EC) 1998 ve Türk Standartları Enstitüsü (TSE) 266/2005 yönetmenliklerinde izin verilen konsantrasyon değerleri ile kıyaslandı. Dünya sağlık örgütü (WHO) 1999, Avrupa birliği (EC) 1998 göre içme suyunda bulunmasına izin verilen maksimum bakır konsantrasyonu 2 mg/L iken Türk Standartları Enstitüsü 266/2005 yönetmeliğine göre ise 1.5 mg/L'dir. Gerçekleştirilen analizlerde bütün markalara ait içme sularındaki bakır konsantrasyonu izin verilen değer üzerinde bulunmadı.

## 2.KAYNAK ÖZETLERİ

### 2.1. Eser Elementler

Eser element terimi, genel olarak mg/L veya µg/mL düzeyindeki element derişimi olarak tanımlanır (Mizuike 1983). Bazı metaller düşük derişimlerde hayat için gerekli olduđu halde yüksek derişimlerde zehirlidir (Peker 2006).

Eser elementler;

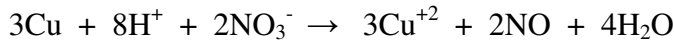
- Gerekli eser elementler; Cu, Mn, Cr, Co, V, Se, Fe, Zn.
- Gerekli olmayan fakat tedavi amaçlı olarak kullanılabilen eser elementler; Al, Au, Bi, Li, Ga, Pt.
- Gerekli olmayan toksik elementler ise; Pb, Cd, Ag, Ni, As, Hg, Sb, Te ve Ti'dır (Mertz 1987).

Eser element analizi günümüzde analitik kimyanın en geniş uygulama alanlarından biridir. Eser element çalışmaları kimyanın dışında tekstil, boya, meteoroloji, biyokimya, çevrebilimi, tıp, farmakoloji, elektronik ve daha birçok alan için önem arz etmektedir. Hızlı kentleşme, modern teknoloji, artan enerji ihtiyacı sonucunda çevreye yayılan eser elementler canlı organizmalar için önemli olan hava, su ve toprak kirlenmesine neden olmakta, bu ise analizleri daha önemli hale getirmektedir (Soylak 2009).

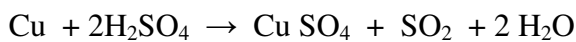
### 2.2. Bakır

#### 2.2.1. Özellikleri

Bakır açık kırmızı, dögülebilen ve çekilebilen ağır bir metaldir. Bakır insanoğlunun ilk kullandığı elementlerden biridir. Derişik hidroklorik asitte soğukta ve sıcakta çözünmezken, seyreltik nitrik asitte kolaylıkla çözünen bir metaldir.



Derişik sülfürik asitte ise yüksek sıcaklıklarda



Şeklinde çözüldüğünü görmekteyiz.

## 2.KAYNAK ÖZETLERİ

---

Bakır başka bir iyonu da  $\text{Cu}^+$ 'dır. Fakat bu iyon sulu ortamlarda serbest halde bulunmaz. Asitli ortamlarda rahat bir şekilde yükseltgenerek  $\text{Cu}^{+2}$  ye dönüşür (Gündüz 1999).

**Çizelge 2. 1.** Bakırın fiziksel özellikleri

<b>Sembol</b>	Cu
<b>Atom numarası</b>	29
<b>Atom ağırlığı</b>	63.54 g/mol
<b>Ergime noktası</b>	1084,62 °C
<b>Kaynama noktası</b>	2562 °C (1 atm)
<b>Kristal yapısı</b>	Kübik
<b>Buharlaşma ısısı</b>	300,4 kJ/mol
<b>Maddenin hali</b>	Katı
<b>Element serisi</b>	Geçiş metalleri
<b>Ergime ısısı</b>	13,26 kJ/mol

Bakır bizim için önemli bir eser elementtir. Bunun en önemli nedeni; dünyanın hemen hemen her yerinde bulunmasıdır. Böylece üretimi rahatlıkla yapılabilmektedir. Ayrıca; elektriği diğer bütün metaller içinde gümüşten sonra en iyi ileten metal, pirinç ve bronz gibi alaşımlar yaptığından endüstriyel değerinde oldukça yüksektir (wikipedia.com).

### 2.2.2. Bakırın Kullanım Alanları

- Elektrik-elektronik sanayisinde,
- Madeni para ve silah yapımında,
- Ulaşım sanayi
- Kimya

- Kuyumculuk
- Boya sanayi
- İnşaatlarda beton, kiriş ve yüzeylerin güçlendirilmesinde kullanılır (Wikipedia.org).

### 2.3. Suyun Önemi ve Özellikleri

Su kohezyon kuvvetine sahip kokusuz, renksiz, tatsız bir sıvıdır.Genel anlamda su; hidrojen ve oksijen elementlerinden oluşan katı, sıvı ve gaz halinde bulunabilen kimyasal formülü H<sub>2</sub>O olan bir yapıdır ( Wikipedia.org).



Bir başka deyişle, insanın yaşaması için gerekli olan unsurların başında oksijen, bunu takiben de su gelmektedir. İnsan hayatında çok önemli bir yeri olan su; içecek olarak, yiyecekler ile içeceklerin hazırlanmasında, artık maddelerin uzaklaştırılmasında, temizlikte, tarımda, hayvancılıkta rahatlıkla kullanılabilir. Bedenin ısı dengesinin, hücre içi yaşamın devamı ve besinlerin yakılması ve sindirilmesi su aracılığı ile gerçekleştirilir. Dünya su kaynaklarını; yağmur suları, kar suları, yeraltı suları ve mineral sular oluşturmaktadır. Bilim adamlarına göre, denizlerdeki suyun hacmi yaklaşık 1 milyar 370 milyon kilometreküptür. Akarsular ve göllerde 250.000 kilometreküp, aynı şekilde toprak altındada yaklaşık 400.000 kilometreküp su bulunmaktadır. Suların kirlenmesine; hastalık yapan canlılar, endüstri atıkları, sentetik deterjanlar, radyoaktivite, pestisitler, yapay ve doğal tarımsal gübreler, anorganik tuzlar neden olmaktadır. Gıda üretimi için kullanılan su; hiçbir patojen mikro organizma içermemeli, toksik maddelerden arındırılmış, berrak, renksiz, kokusuz, tadı hoş ve belli bir sertlik derecesine sahip olması gerekmektedir. Gıda sanayinde kullanılan su, insan ve çevre sağlığıyla doğrudan ilişkili olduğundan dolayı kısaca “Türk İçme Suyu

Standardı”nda yer alan parametrelere uygun olmak zorundadır (www.cadde.milliyet.com.tr).

### 2.3.1 Suyun Kimyasal Özellikleri

Su ısı ve basınca bağlı olarak katı, sıvı ve gaz halinde bulunabilen bir bileşiktir. Ancak yoğunluğu değişmektedir. Su yüksek bir oranda spesifik ısıya sahip olmakla beraber çok sayıda gaz, mineral veya organik maddeleri içeren doğal bir ortamı oluşturmaktadır. Suyun donmasıyla birlikte hacmi %10 civarında artmaktadır. Suyun yüzey gerilim katsayısı ise tüm sıvılarınkinden daha fazla olmaktadır.

### 2.3.2. Suyun pH’ı

pH suyun asitlik ve bazlık oranını gösteren ve çözeltilerde bulunan hidrojen iyonu konsantrasyonunun 10 tabanına göre negatif logaritmik ölçüsüdür. Nötr veya saf suların hidrojen ve OH<sup>-</sup> iyonları denge halindedir ve pH değeri 7 olmaktadır. Eğer pH< 7 ise, hidrojen iyonu konsantrasyonu artmakta ve su ortamı asidik olmaktadır. Eğer pH>7 ise, OH<sup>-</sup> iyonu konsantrasyonu artmakta ve su ortamı da bazik olmaktadır. TS-266’ya göre içme sularındaki pH değerinin 6.5-8.5 arasında olması uygun görülmektedir. Ancak yine de bu parametre içme suyunun güvenliği hakkında doğrudan bilgi vermemektedir. Düşük pH’lı ve TDS’lı (toplam çözünmüş katılar-Total Dissolved Solids) sular korozif oldukları için borulardaki birtakım zehirli metalleri çözebilmektedirler. Yüksek miktarda pH’a sahip sularda pH’ı yükselten kimyasalların zararlı olup olmadığı belirlenmelidir.

### 2.3.3. Suyun Sertliği

Sertlik, su içinde çözülmüş (+2) değerlikli iyonların (kalsiyum, magnezyum, demir vb.) varlığının sonucu oluşmaktadır. Genellikle sertlik, kalsiyum ve magnezyum iyonlarının doğal sularda daha fazla bulunmalarından dolayı, bu iki element iyonlarının konsantrasyonlarının toplamı olarak ifade edilmektedir. Suların sertliği, Fransa’da geliştirilen ve uluslararası kabul gören standarda göre ölçülmektedir. Fransız sertliği (Fr) veya mg/lt CaCO<sub>3</sub> ülkemizde yaygın olarak sertlik sınıflandırmasında kullanılan birimlerdir.

Sular sertlik derecelerine göre şu şekilde sınıflandırılmaktadır:

<b>Toplam Sertlik</b>	<b>Sınıflandırma</b>
0-5 Fr	çok yumuşak su
5-10 Fr	yumuşak su
10-20 Fr	orta sert su
20-30 Fr	sert su
>30 Fr	çok sert su 12

Sular için 5-10 Fr derecesi en uygun sertlik derecesidir. Bu nedenle, sular eğer 10 Fr üzerinde sertlikte ise mutlaka yumuşatılması gerekmektedir. Bu nedenle sudaki sertliği gidermek için; kireç-soda yöntemi, sodyum hidroksit ile muamele, sodyum sülfatla yumuşatma veya iyon değiştirme yöntemlerinden biri kullanılabilir (www.ito.org.tr).

#### **2.3.4. İçme Suyu Standartları**

İçme suyu standartlarında bir su fiziksel, bakteriyolojik ve kimyasal olmak üzere üç yönden ele alınır. Suyun fiziksel analizi;

- a) Bulanıklık
- b) Renk
- c) Koku

gibi parametrelerden yararlanılarak yapılır. İçilecek su bulanık, renkli ve kokulu olmamalıdır (Gündüz 2005). Bakteriyolojik yönden incelenmesinde koliformlar, kimyasal yönden incelenmesindeyse toksik iyonlar dikkate alınmalıdır (İTO 1999).

## 2.KAYNAK ÖZETLERİ

**Çizelge 2. 2.** Dünya Sağlık Örgütü (WHO), Avrupa Birliği (EC), Türk Standartları Enstitüsü (TSE), İnsani Tüketim Amaçlı Sular Hakkında Yönetmelik (WHO 1999, EC 1998, TSE 2005/266)

Parametre	TSE 266/2005	Avrupa birliği (EC)1998	Dünya sağlık teşkilatı (WHO) 1999
Bakır	1.5	2	2
Nitrit	0.5	0.5	-
Bor	1	2	2
Nikel	0.02	0.02	0.02
Arsenik	0.01	0.01	0.01
Kadmiyum	0.005	0.005	0.003
Krom	0.05	0.05	0.05
Florür	1.5	1.5	1.5
Kurşun	0.05	0.01	0.01

### 2.4. Analiz Yöntemleri

Bakırın insan sağlığı üzerindeki etkilerinden dolayı tespiti oldukça önemlidir. Bu nedenle bakırın kantitatif tayini için yüksek duyarlıklı analitik tekniklere ihtiyaç vardır. Bunlar; Alevsiz-AAS, ICP-AES, ICP-MS ve voltametrik metodlar kullanılmakta ise de en çok AAS ile yapılmış makaleler yayınlanmıştır. Özellikle uzman kullanıcı gerektiren GF-AAS, SEM-XRF ve benzeri metotlarla yayınlanan sonuçlar hatalar içerebilmektedir (Bal 2011).

Çalışmamızda, alevli AAS kullanıldığından aşağıda alevli AAS hakkında kısaca bilgi verilecektir.

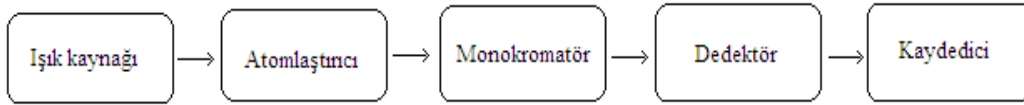


### 2.4.1. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS), ışığın gaz halindeki atomlar tarafından absorpsiyonunun ölçülmesi ilkesine dayanır. Işığı absorplayan atomlar, temel enerji düzeyinden, kararsız uyarılmış enerji düzeylerine geçerler ve absorpsiyon miktarı, temel düzeyindeki atom sayısına bağlıdır. Atomik absorpsiyon spektrometresi 60'tan fazla metal veya yarı-metalin kantitatif tayini için duyarlı bir yöntemdir (Yıldız ve Genç 1993).

### 2.4.2. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Cihazı

Atomik absorpsiyon spektrofotometrelerinin önemli bileşenleri, analiz elementinin absorplayacağı ışımayı yapan ışık kaynağı, örnek çözeltisinin atomikbuhar haline getirildiği atomlaştırıcı, çalışılan dalga boyunun diğer dalga boylarından ayrıldığı monokromatör ve ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektördür (Altınışik 2004).



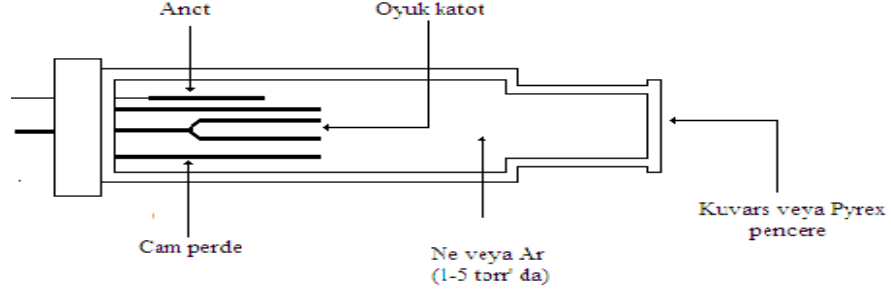
Şekil 2. 1. Atomik absorpsiyon spektrofotometresi cihazının şeması

### 2.4.3. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Işık Kaynakları

Atomik absorpsiyonu temel alan analitik yöntemler, elektronik geçiş enerjilerinin her elemente özgü ve atomik absorpsiyon çizgilerinin önemli derecede dar olması (0.002–0.005 nm) sebebiyle oldukça seçicidir. Analitik sinyal (absorbans) ve derişim arasında doğrusal bir ilişki olması için ışık kaynağının bant genişliğinin bir absorpsiyon pikinden daha dar olması gerekir. Kaliteli monokromatörler bile, atomik absorpsiyon çizgilerinin genişliğinden önemli derecede etkin bant genişliğine sahiptir. Sonuç olarak, atomik absorpsiyon ölçümleri sürekli ışık kaynaklı yaygın spektrometrelerle yapıldığı zaman, doğrusal olmayan kalibrasyon eğrileri kaçınılmazdır. Üstelik bu cihazlarla elde edilen kalibrasyon eğrilerinin eğimleri küçüktür. Çünkü monokromatör slitinden geçen ışının yalnızca küçük bir kesri numune tarafından absorplanır (Yıldız ve Genç 1993).

### Oyuk Katot Lambaları

Oyuk katot lambaları, düşük basınçta neon veya argon gibi bir asal gazla doldurulmuş silindir biçiminde lambalardır. Katot, oyuk bir silindir şeklindedir ve analiz elementinden yapılmıştır. Anot ise tungsten veya nikelten yapılmış bir teldir.

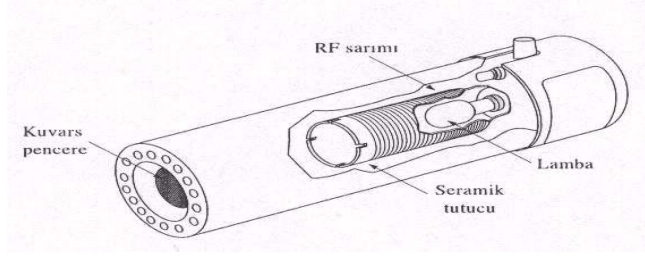


Şekil 2. 2. Oyuk katot lamba

Oyuk katot lambalarının en önemli dezavantajı her elemente özgü ayrı bir oyuk katot lambasına ihtiyaç duyulmasıdır. Bu nedenle çok elementli oyuk katot lambalarının kullanımı giderek yaygınlaşmıştır. Bu lambalarda katot, incelenecek elementleri içeren alaşımlardan, metalik bileşiklerden veya toz haline getirilmiş metal karışımlarından yapılır. Çok elementli lambalarda ortaya çıkabilen en önemli sorun, özellikle üçten fazla element içeren lambalarda, lambanın emisyon şiddetinin azalması ve bunun sonucu olarak gözlenebilme sınırının artmasıdır (Yıldız ve Genç 1993).

### Elektrotsuz Boşalma Lambaları

Elektrotsuz boşalma lambaları, atomik çizgi spektrumlarının alınmasında çok kullanılan ışık kaynaklarıdır. Bunlar aynı amaç için kullanılan oyuk katotlu lambalardan yüzlerce defa daha şiddetli ışın demetleri verirler. Böyle bir lamba kapalı kuvars bir tüptür. Bu kuvars tüpün içinde birkaç tor basınçta argon gibi bir inert gaz ve çok az miktarda da tayini yapılacak metalin kendisi veya tuzu bulunur. Kuvars lamba elektrotsuzdur. İçindeki metalin uyarılması şiddetli bir radyo frekansı veya bir mikro dalga ışın vasıtasıyla gerçekleştirilir. Kullanılan bu enerjiler, kuvars tüp içindeki argon atomlarını iyonlaştırır. İyonlar da lambada bulunan metal atomlarını uyarırlar. Uyarılan atomlar metale has ışın yayarlar. Yaklaşık 15-20 element için elektrotsuz kuvars lambalar yapılabilmektedir. Ancak, böyle lambaların kesinlik ölçüleri, oyuk katot lambalarınınki kadar iyi değildir (Gündüz 2005).



**Şekil 2. 3.** Elektrotsuz boşalım lambası

Absorpsiyon hücresi olarak da adlandırılan atomlaştırıcının görevi, örnekteki iyonlardan ve moleküllerden, analizi yapılacak elementin temel düzeydeki atom buharını oluşturmaktır.

AAS de analizin başarısı atomlaşmanın etkinliğine bağlı olduğundan, düzeneğin en önemli bileşeni atomlaştırıcıdır. Atomlaştırıcılar 5'e ayrılır:

1. Alevli Atomlaştırıcı
2. Alevsiz Atomlaştırıcı
3. Akkor Boşalımlı Atomlaştırma
4. Hidrür Atomlaştırma
5. Soğuk-Buhar Atomlaştırma

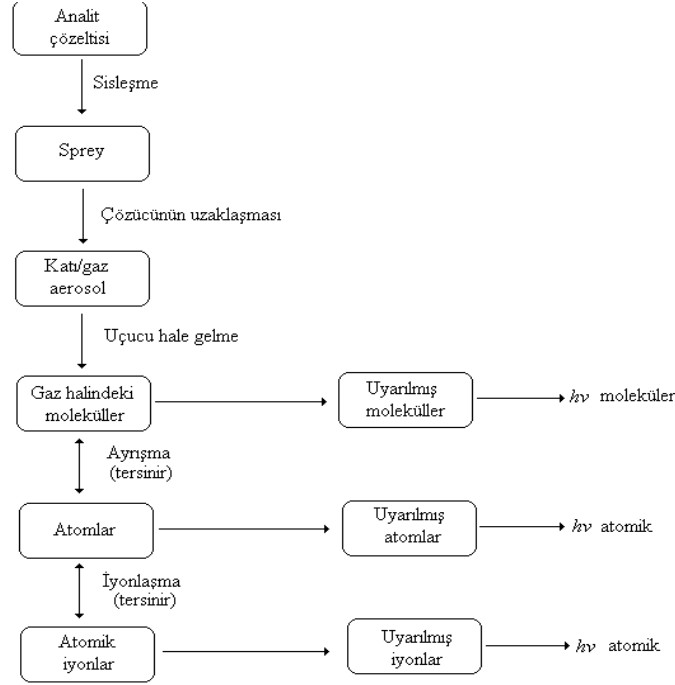
### **Alevli Atomlaştırıcı**

Alevde termal ve indirgenme etkileriyle analiz elementi atomlaşır. Alevli atomlaştırıcılarda, örnek çözeltisi aleve havalı bir sisleştirici yardımı ile püskürtülür.

Çözelti aleve püskürtüldüğü zaman ilk olarak çözücü buharlaşır ve çok ince dağılmış bir moleküler aerosol oluşur. Bu olaya "çözücünün uzaklaşması" denir. Sonra bu moleküllerin çoğunun ayrışması sonucu, bir atomik gaz oluşur. Bu şekilde oluşan atomların çoğu, katyonlar ve elektronlar vermek üzere iyonlaşır.

Yanıcı gazın numunedeki çeşitli türlerle ve yükseltgenlerle etkileşimi sonucu alevde, başka molekül ve atomlar da oluşur. Şekil 2.4'de belirtildiği gibi, alevin ısıyla moleküller, atomlar ve iyonların bir kısmı da uyarılır. Bu yüzden atomik, iyonik ve moleküler emisyon spektrumları oluşur. Oluşan çok karmaşık işlemler sonucunda, alev

spektroskopisinde, atomlaştırma, en kritik basamaktır ve yöntemin kesinliğini de bu basamak etkiler.



**Şekil 2. 4.** AAS’de atomlaştırma sırasında oluşan işlem basamakları

### Alev Tipleri

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde en iyi bilinen ve kullanılan alev hava/asetilen alevidir. Birçok element için uygun bir ortam ve atomlaşma için yeterli sıcaklık sağlar. Bu alev geniş bir spektral aralıkta geçirendir, 230 nm’ye kadar self-absorpsiyonu yoktur ve ayrıca emisyonu çok düşüktür. Al, Be, Si, Va ve nadir toprak elementleri gibi çok kararlı oksitler oluşturan elementlerin atomlaşması için ise sadece yüksek sıcaklık veren oksijen-asetilen veya nitroz oksit-asetilen alevleri kullanılır.

Yakıcı-yanıcı gaz oranı da alevdeki atom oluşumunu etkiler. En uygun oran deneysel olarak tayin edilebilir. Tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek için yakıcı ve yanıcı gazların akış hızları denetlenmelidir (Yıldız ve Genç 1993).

AAS de kullanılabilecek alevler çizelgede verilmiştir.

**Çizelge 2. 3.** AAS de kullanılan alev çeşitleri (Gündüz 2005)

Yakıt	Yakıcı	Sıcaklık (°C)
Hidrojen	Hava	2050
Doğal gaz	Hava	1800
Asetilen	Hava	2250
Doğal gaz	Oksijen	2750
Hidrojen	Oksijen	2600
Asetilen	Oksijen	3100
Asetilen	Diazot monoksit	2750

### Alevsiz Atomlaştırıcı

Atomik absorpsiyon spektrometresinde örneklerin atomlaştırılmasında alev en çok kullanılan ortam olmuştur. Ancak, daha iyi bir duyarlılık ve gözlenebilme sınırı tespit etme isteği, örneklerin daha ekonomik olarak kullanılabilmesi ve alev tekniğinin temel sınırlamaları alev karşı çeşitli elektrotermal atomlaştırıcıların geliştirilmesine yol açmıştır. Elektrotermal atomlaştırma için grafit fırınlar, karbon çubuk ve filamanlar, örnek kayıkçıkları ve metal filamanlar kullanılmaktadır.

Elektrotermal atomlaştırıcıların yapımı daha zor ve pahalıdır, daha büyük ve gelişmiş güç kaynağı gerekli olduğundan fiziksel olarak daha fazla yer kaplarlar. Buna karşılık, en çok kullanılan elektrotermal atomlaştırıcılar alev göre birçok üstünlükler sunarlar.

- 1) Elektrotermal atomlaştırıcılarda küçük örnek hacimleri kullanılır.(5-50 µL)
- 2) Alevde sisleştirilmesi zor olan viskoz sıvılarla kolaylıkla çalışılabilir
- 3) Vakum UV bölgeye düşen örneklerin analizi, oksijenin şiddetli absorpsiyonundan dolayı alevde önlenmesine rağmen, elektrotermal atomlaştırıcılarla mümkündür.
- 4) Elektrotermal atomlaştırıcılarda daha iyi gözlenebilme sınırı elde edilir.

- 5) Atomik buharın fiziksel ve kimyasal çevresi daha iyi denetlenebilir.
- 6) Elektrotermal atomlaştırıcılarda buharlaşma ve atomlaşma verimleri alev göre genellikle daha üstündür.
- 7) Yukarıdaki karakteristikler ve atomik buharın analitik hacim içerisinde daha fazla kalması nedeniyle duyarlılıkta  $10^4$ - $10^5$  mertebesinde artma olur.
- 8) Katı örneklerin doğrudan analizi mümkündür.
- 9) Alev ve elektrotermal tekniklerde analiz hızı benzerdir.

### 2.4.5. Monokromatör

Analitik yöntemler için aletin kalitesi, genellikle doğrudan monokromatörün spektral band genişliğine bağlı olduğu halde, atomik absorpsiyon için bu o kadar önemli değildir.

Atomik absorpsiyonda, iki elementin birbirinden ayrılması, sadece oyuk katot lambasının emisyon hatlarının yarı genişliği (0.002 nm) ile absorpsiyon hatlarının yarı genişliğine (0.004 nm) bağlıdır.

Monokromatörün başlıca görevi incelenen elementin rezonans hattını, ışık kaynağının yaydığı öteki hatlardan ayırmaktır. Deneyler, 0.2 nm'lik band genişliğinin pratik olarak bütün elementler için yeterli olduğunu göstermiştir.

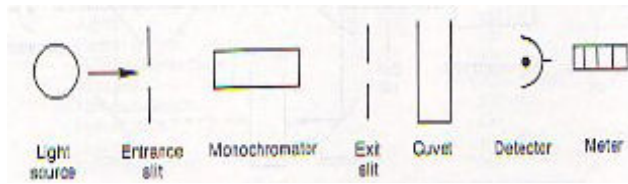
### 2.4.6. Dedektör

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde ışık sinyalinin elektrik sinyaline dönüştürülmesinde başlıca fotoçoğaltıcı tüpler kullanılır. Fotoçoğaltıcının kullanılacağı spektral aralık katot üzerindeki ışığa duyarlı tabakaya ve tüpün pencere malzemesine bağlıdır.

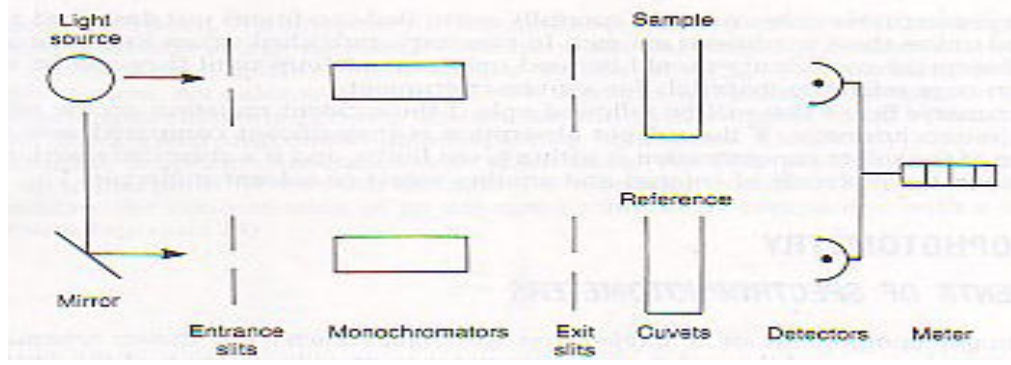
Atomik absorpsiyonun incelendiği tüm spektral aralıkta yeterli duyarlılığa sahip bir fotoçoğaltıcı bulmak çok zordur. Fotoçoğaltıcılarda çoğunlukla, UV ve görünür bölgenin kısa dalga boylarında Cs-Sb, görünür bölge için ise katot kullanılır (Yıldız ve Genç 1993).

### 2.4.7. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Kullanılan Cihazlar

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde kullanılan cihazlar tek veya çift ışın yollu olabilir. İster tek, isterse çift ışın yollu olsun, bir cihazdan beklenen özellik, yeterince dar ışın bandı vermesidir. Böyle dar ışın bantları hem birbirlerinden kolayca ayrılırlar hem de birbirlerini etkilemezler. Böylece ölçümlerin hassaslığı ve kesinliği artmış olur. Alkali metaller tayin edilecekse bantların birbirinden ayrılmasını sağlamak için bir cam filtre kullanılır. Cam filtreler kolaylıkla değiştirilebilir. Bilindiği gibi alkali metalleri görünür alanda rezonans ışınları verirler. Böyle basit cam filtreler kullanılarak bu metotla 20 kadar element tayin edilebilmektedir. Ancak, daha iyi cihazlarda cam filtreler yerine ultraviyole ve görünür alanda çalışılabilen monokromatörler kullanılır. Bunlar genel olarak bant genişliği  $1 \text{ }^{\circ}\text{A}$  kadar olan demetler verirler. Atomik absorpsiyon spektroskopisinde kullanılan dedektörler, ultraviyole ve görünür alan moleküler spektroskopisinde kullanılan moleküler dedektörlerin aynısıdır. Böyle cihazların çoğunda fotomultipliyer dedektörler kullanılır. Atomik absorpsiyon cihazlarında elektronik olarak modüle edilmiş ışıktan meydana gelen alternatif akım sinyalini, modüle edilmemiş ışıktan meydana gelen doğru akım sinyalinden ayıran bir de elektronik sistem veya elektronik filtre bulunur. Bunlardan başka yeni imal edilen cihazların büyük çoğunluğu bir de küçük bir bilgisayar ihtiva eder. Böyle bir bilgisayarla, hem cihazın parametreleri kontrol edilir, hem de dedektör verileri değerlendirilir (Gündüz 2005).



Şekil 2. 5. Tek ışın yollu spektrofotometre



Şekil 2. 6. Çift ışın yollu spektrofotometre (Altınışık 2004)

### 2.4.8. Girişimler

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde nicel tayinler referans madde ile karşılaştırma şeklinde yapıldığından, örneğin referans maddesine göre herhangi bir farklı davranışı girişimlere yol açacaktır. Girişimler, nedenlerine bağlı olarak

- Kimyasal girişim
- Fiziksel girişim
- İyonlaşma girişimi
- Zemin girişimi
- Spektral girişim olarak gruplandırılabilir.

Zemin ve spektral girişimler spesifik olmayan sinyal ölçümüne dayandığı halde, kimyasal ve fiziksel girişimler birim hacimde oluşan atom sayısını etkiler.

### Kimyasal Girişim

Kimyasal girişim, elementin nicel olarak atomlaşmasını önleyen herhangi bir bileşik oluşumu olarak tanımlanır. Kimyasal girişimlerin ortaya çıkmasının başlıca iki nedeni vardır; ya zor eriyen veya buharlaşan tuz oluşur ve oluşan moleküller tam olarak ayrışmaz yada serbest atomlar ortamda bulunan öteki atom veya radikallerle tepkimeye girerek absorpsiyon için uygunluklarını kaybederler.

### Fiziksel Girişim

Fiziksel girişimler, çözeltilerin viskozitesi, yüzey gerilimi ve özgül ağırlığı gibi fiziksel özelliklerinin örnek ve referans maddede farklı olması nedeniyle ortaya çıkar. Çözeltilerin sisleşme verimi; yüzey gerilimi, viskozite ve yoğunluğa bağlıdır. Çünkü bu

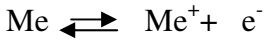


özelliik damlacık boyutunu tayin eder. Eğer bir çözeltiye fazla miktarda tuz eklenirse daha az örnek emilir ve damlacıklar büyür, alevde ulaşan örnek miktarı azalır.

Fiziksel engellemeler, örnek ve standart çözeltilerin fiziksel özellikleri birbirine benzetilerek giderilebilir.

### İyonlaşma Girişimi

Özellikle sıcak alevlerde birçok element az veya çok iyonlaşır; bu durumda temel düzeydeki toplam atom sayısı da azalacağından duyarlılık da azalır. İyonlaşma girişimi iki yolla giderilebilir. Atomlaşma daha düşük sıcaklıktaki bir alevde yapılabilir. Örneğin alkali metaller hava/asetilen alevinde önemli ölçüde iyonlaştıklarından daha soğuk olan hava/hidrojen alevinde iyonlaşmadan atomlaştırılabilirler. Ancak bu yöntem elementlerin çoğu için uygun değildir çünkü soğuk alevde atomlaşma verimi azalır ve kimyasal girişimler ortaya çıkar. İyonlaşma girişiminin giderilebileceği ikinci yöntem ise,



dengeğini, alevde aşırı miktarda elektron oluşturarak sola kaydırmaktır. Pratikte, örnek ve standart çözeltilere kolaylıkla iyonlaşan bir elementin (genellikle potasyum veya sezyum) aşırısı eklenerek bu durum sağlanır.

### Zemin Girişimi

Atomik absorpsiyon analizlerinde başlıca hata kaynağı, ölçüm yapılan dalga boyunda atomlaştırıcıda varolabilecek molekül ve radikallerin absorpsiyon yaparak spesifik olmayan ışık kayıplarına neden olması ve atomik buhardaki küçük parçacıkların ışığı saçmasıdır. Bu zemin absorpsiyon etkileri, absorptans okumalarında gerçek olmayan artmalara neden olarak yanlış analizlere yol açarlar.

Zemin absorpsiyonu düzeltme yöntemlerinde toplam absorptans değeri ölçülüp, girişimden doğan absorptans bundan çıkarılmalıdır. Zemin etkilerinin düzeltilmesinde kullanılan üç yöntem, çift hat yöntemi, sürekli ışık kaynağı kullanılması ve Zeeman hat yarılmasına dayanan yöntemlerdir.

### **Spektral girişim**

Spektral girişim, tayin elementinin hattının başka bir elementin hattı ile çakışmasıdır. Alternatif ışıklı bir sistemde iki nedenden dolayı spektral girişim olabilir. Eğer katodu uygun olmayan element bileşiminden yapılmış çok elementli bir lamba kullanılırsa, incelenen elementle beraber başka bir elementin rezonans hattı da alıcıya düşebilir veya yine çok elementli lambalarda tavsiye edilen yarı genişlikleri kullanılmazsa birden fazla elementin rezonans hattı alıcıya düşebilir. İkinci neden ise analiz elementi absorpsiyon hattının örnekteki başka bir elementin hattı ile çakışmasıdır (Yıldız ve Genç 1993).

### **2.4.9. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinde Nicel Analiz**

AAS ile nicel analiz, moleküllerin ışığı absorpsiyonunda olduğu gibi, Lambert-Beer yasasına dayanır. Yani ortama gelen ışımaya şiddetinin,  $I_0$ , ortamdan çıkan ışımaya şiddetine,  $I$ , oranının logaritması olarak tanımlanan absorbans,  $A$ , ilgilenilen elementin derişimiyle doğru orantılıdır. AAS’de nicel analiz yapılırken;

**I.** Kalibrasyon (çalışma) eğrilerinden,

**II.** Standart ilave yönteminden faydalanılır.

### **Kalibrasyon Eğrilerinin Kullanılması**

Teorik olarak, atomik absorpsiyon, absorbansın doğrudan derişimle orantılı olduğu Lambert-Beer yasasına uyar. Bununla beraber, gerçekte doğrusallıktan sapma ile sık sık karşılaşılır ve doğrusal ilişkinin olup olmadığını deneysel olarak belirlemeden atomik absorpsiyon analizlerini gerçekleştirmek bir hayli zordur. Bu sebeple, periyodik olarak, numunenin derişim aralığını kapsayan bir kalibrasyon eğrisi oluşturulmalıdır. Atomlaşma ve absorbans ölçümlerinde kontrol edilemeyen birçokdeğişken bulunduğu için, bir analiz gerçekleştirilirken, bir dizi standart çözeltinin absorbansı ölçülmelidir.

### **Standart ilave Yöntemi**

Standart ilave metodu atomik absorpsiyon spektroskopisinde de çok başvurulan bir yoldur. Hatta bazı bakımlardan kalibrasyon grafiği çizmekten daha da etkili ve kısadır.

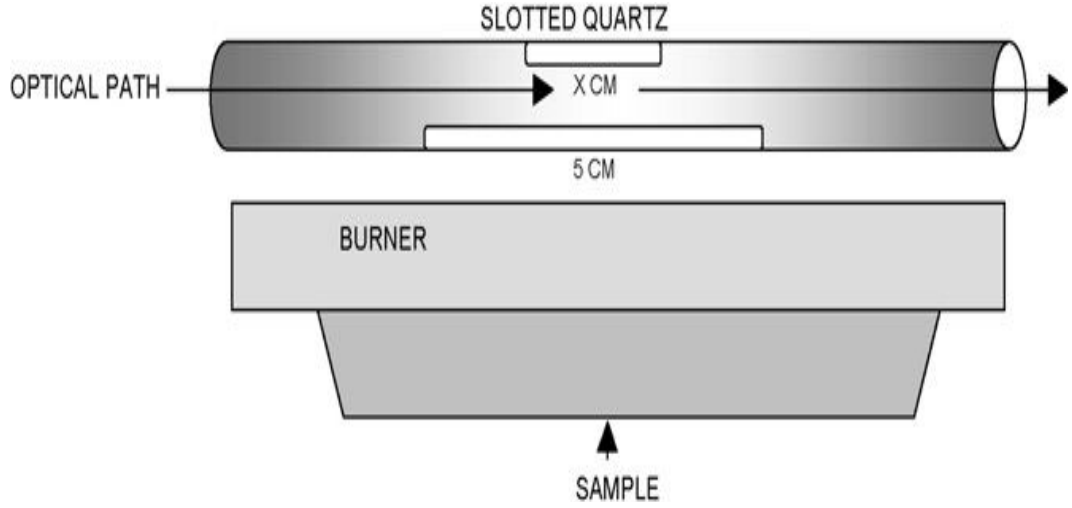
Atomik absorpsiyon spektroskopisinde kullanılan kalibrasyon standartlarının konsantrasyonları kesinlikle bilinmelidir. Başka bir deyişle kalibrasyon standartlarının primer standart kalitede olmaları gerekir. Bundan başka böyle standartlar matris elementleri yönünden de numuneye çok yakın olmalıdır. Ancak buna nadiren ulaşılr (Gündüz 2005).

### **2.5. Yarıklı Kuvars Tüp (SQT)**

En çok kullanılan yöntemlerden biridir. Alevli atomlaştırıcılarda duyarlılığı geliştirmek için ekstraksiyon tekniğı, platin halka tekniğı ve hidrür oluşturma sistemi gibi değişik teknikleri kullanmak mümkündür. Bu tekniklerin yanı sıra çift yarıklı tüp olan SQT'nın kullanımı ile de duyarlılığın önemli ölçüde arttığı gözlenmiştir (Bakırdere 2003). Kuvarsın yüksek sıcaklığa dayanıklı olması kuvars tüplerin bu amaçla kullanılmasına olanak sağlamıştır.

Alevli AAS de aspire edilen çözeltilinin sadece %10'unun alev ortamına taşınması ve atomların ışık yolundan hızla ayrılmaları duyarlılığı olumsuz etkileyen 2 önemli faktördür.

Atomların ışık yolunda daha uzun süre kalmaları SQT ile sağlanarak Cd, Pb gibi metallerin duyarlılıklarının arttırılabileceğı belirtilmiştir [(Matusiewicz 1997, Yaman ve Akdeniz 2004)]. Bu çalışmaları Matusiewicz (Matusiewicz 1997) yakın zamanda incelemiştir. Şekil 2.7 de gösterilen SQT aksesuarı kuvarstan yapılmış olup, 50 mm giriş yarıklı ve daha kısa çıkış yarıklı kuvars bir tüptür. SQT standart başlık üzerine yerleştirilerek kullanılır ve bu şekilde tüpün kullanılmadığı zamanlarda ışık yolundan ve alevden uzaklaştırılması mümkündür.



**Şekil 2. 7.** SQT'nın sistematik diyagramı (Yaman 2001)

Atom tutucu yarıklı tüpün çalışma prensibi; tüpün altında bulunan yarık, direk olarak alevin üzerine gelecek şekilde element atomlarının tüp içinde tutularak alevde uzun süre kalması sağlanır. Tüpteki ikinci yarık alttaki yarığın üstüne açılmış durumdadır. Standart alev metodu ile alınan sonuçlarla, yarıklı tüp kullanılarak alınan sonuçlar karşılaştırıldığında duyarlıkta belirgin bir artışın olduğu gözlenmiştir (Bal 2011).

Çizelge 2.4. de alev AAS ile SQT arasındaki duyarlılık karşılaştırılması yapılmış ve duyarlılığın SQT ile 2-5 kat arttığı tespit edilmiştir.

SQT'in diğer avantajları aşağıdaki gibidir.

- 1- Numuneyi daha fazla seyreltmek mümkündür, bu yüzden daha az miktarda numune kullanılır. (Serumda Cu/Zn).
- 2- Numunenin daha fazla seyreltilmesi mümkün olabileceğinden, girişimlerin azaltılması sağlanır.
- 3- Hızlıdır, saatte 300 numunedan fazla analiz yapılabilir.
- 4- Ucuzdur ve hızlı önderiştirme metodudur (Tanrıverdi 2012).

**Çizelge 2. 4.** Alev AAS ve SQT arasındaki duyarlılık karşılaştırılması (Bakırdere 2003)

Element	Alev çeşidi	SAT Duy.	Alev AAS duy.	Gelişme
As	Ar/H <sub>2</sub>	0.06	0.3	X5.0
Se	Ar/H <sub>2</sub>	0.08	0.26	X3.3
Sn	Ar/H <sub>2</sub>	0.010	0.35	X3.5
Cd	Ar/H <sub>2</sub>	0.004	0.010	x2.5
Cu	Ar/H <sub>2</sub>	0.015	0.035	x2.3
Pb	Ar/H <sub>2</sub>	0.03	0.10	x3.3
Hg	Ar/H <sub>2</sub>	0.5	2.30	x4.6
Pt	Ar/H <sub>2</sub>	0.9	1.2	x1.3
Au	Ar/H <sub>2</sub>	0.05	0.12	x2.4
Ag	Ar/H <sub>2</sub>	0.011	0.030	x2.7
Tl	Ar/H <sub>2</sub>	0.10	0.28	x2.8
Te	Ar/H <sub>2</sub>	0.08	0.20	x2.5

## 2.6. Analiz Metodlarında Bazı Analitiksel Terimler

### Gözlenebilme Sınırı

Gözlenebilme sınırı; kör değer standard sapmasının 3 katı olarak (3S ile) verilir.

Çizelge 2.5.'in ikinci ve üçüncü sütunlarında, alev ve elektrotermal atomik absorpsiyonla tayin edilebilen elementlerin birçoğu için gözlenebilme sınırları, diğer sütunlarda da karşılaştırma yapılabilmesi amacıyla diğer atomik yöntemler için gözlenebilme sınırları verilmiştir.

**Çizelge 2. 5.** Bazı elementlerin farklı metotlarla gözlenebilme sınırları (ng/mL)  
(Yıldız ve Genç 1993, Kılıç ve Köseoğlu 1996)

<b>Element</b>	<b>AAS Alev</b>	<b>AAS Elektrotermal</b>	<b>AAS ALEV</b>	<b>AES ICP</b>	<b>AFS Alev</b>
Al	30	0.005	5	2	5
As	100	0.02	0.0005	40	100
Ca	1	0.02	0.1	0.2	0.001
Cd	1	0.0001	800	2	0.01
Cr	3	0.01	4	0.3	4
<b>Cu</b>	<b>2</b>	<b>0.002</b>	<b>10</b>	<b>0.1</b>	<b>1</b>
Fe	5	0.005	30	0.3	8
Hg	500	0.1	0.0004	1	20
Mg	0.1	0.00002	5	0.05	1
Mn	2	0.0002	5	0.06	2
Mo	30	0.005	100	0.2	60
Na	2	0.0002	0.1	0.2	-
Ni	5	0.02	20	0.4	3
Pb	10	0.002	100	2	10
Sn	20	0.1	300	30	50
V	20	0.1	10	0.2	70
Zn	2	0.00005	0.005	2	0.2

**Kesinlik**

Kesinlik, ölçümlerin tekrarlanabilirliğini ya da şöyle ifade edersek, tamamen aynı yolla elde edilen sonuçların birbirine yakınlığını gösterir. Bu şekilde numenelerimiz kolayca tayin edilebilir. Burada kesinliği ifade etmek için üç terim kullanırız bunlar;

- Standart sapma
- Varyans ve
- Varyasyon katsayısı

**Doğruluk**

Doğruluk, ölçümlerin gerçek veya kabul edilen değere olan yakınlığıdır. Doğruluğun ölçüsü, hatanın büyüklüğü olarak kabul edilir.

Doğruluk ve kesinlik arasında farklılıklar vardır. Doğruluk, bir sonuç ile gerçek değer arasındaki yakınlığı ölçer. Kesinlik ise aynı yolla ölçülen birçok sonuç arasındaki yakınlığı açıklar.

**Mutlak Hata**

Bir  $X_i$  büyüklüğünün ölçümündeki mutlak hata  $E = X_i - X_t$  eşitliği ile verilir. Buradaki  $X_t$ , söz konusu büyüklüğün gerçek değer olarak kabul edilen değeridir.

**Bağlı Hata**

Genellikle mutlak hatadan daha faydalı bir büyüklüktür. Yüzde (%) bağlı hata şu eşitlikle ifade edilir;

$$E = \frac{X_i - X_t}{X_t} \cdot 100$$

(Skoog-West-Holler-Crouch 2009).

**Tayin Sınırı**

Kullandığımız alet ile belirleyebildiğimiz minimum derişim değeridir.

### **Dinamik Aralık**

Sinyalin derişimle doğrusal olarak deęiştii aralıęa “dinamik aralık” denir.

### **Sinyal/Gürültü Oranı**

Yapılan ölçümlerin tekrarlanabilirlięi sinyal/gürültü (S/N) oranının yüksek olmasına baęlıdır. S/N oranı azalırsa % baęlı standart sapma artar ve tekrarlanabilirlik azalır. S/N oranı cihazın özelliklerine, kullanım ömrüne ve örneklemedeki başarıya baęlıdır (Yıldız ve Genç 1993, Kılıç ve Köseoęlu 1996).

### **2.7. Önceki Çalışmalar**

Tanrıverdi (2012) yaptığı tez çalışmasında, kurşunun FAAS yöntemi ile tayininde SQT kullanılarak duyarlı bir yöntem geliştirilmiştir. Bu amaçla SQT üç farkh şekilde kullanılmıştır. İlki, kurşun atomlarını ölçüm bölgesinde kalma süresini artırma amaçlıdır; yaklaşık 11 kat duyarlılık artışı gözlenmiştir. İkincisi, kurşunu SQT nün yüzeyinde toplandıktan sonra ortama metil izobütilketon (MIBK) püskürterek atomlaşmayı hızlandırmaktır. Bu çeşit tuzaklama yöntemi ile FAAS'de mg/L seviyelerinde analiz yapılırken, tuzak sistemiyle ng/mL düzeyinde analizler yapılmıştır. Üçüncüsünde SQT nin iç yüzeyi bazı metallerle kaplanmıştır. En fazla duyarlılık artışı bu yöntemle olmuştur.

Kılınc (2012), Sezgin Bakırdere, Fırat Aydın, ve O,Yavuz Ataman ile yaptığı bu çalışmada, FAAS yöntemi ile SQT kullanılarak Bi tayini için duyarlı bir yöntem geliştirilmiştir. SQT-FAAS ile duyarlılık 2.1 kat ve SQT-AT-FAAS ile 256 kat iyileştirme sağlanmıştır. Burada gözlenebilme sınırı (LOD) değeri 1.6 ng mL<sup>-1</sup> % RSD değeri % 4.0 olarak, 5 kez tekrarlanmış ve ölçüm 7.5 ng mL<sup>-1</sup> olarak hesaplanmıştır.

Gholami (2011) çalışmasında Cd, Co, Cu, Mn, Ni, Pb, Se ve Zn elementleri için FAAS yöntemi ile kullanılmış ve daha duyarlı bir analitik metot önerilmiştir. Elemente baęlı olarak hassasiyet 2 veya 5 kat arttırıldı. Hassasiyeti daha çok arttırmak için GS-SQT tasarlanmıştır. Konsantrasyonların sırasıyla, Cd 1.60, Co 2.01, Cu 1.42, Mn 1.94, Ni 1.06, Pb 1.78, Se 1.62, ve Zn 1.09 olduęu görülmüştür.

Osmanbaşoęlu (2011), çalışmasında, Te'un FAAS yöntemi ile tayininde SQT kullanmış ve daha duyarlı bir analitik metot önermiştir. SQT kullanılarak tayin yaparken üç farklı modül üzerinde çalışılmıştır. İlk olarak, Te atomlarının ölçüm



yapılan bölgedeki kalma süresini artırmaya yönelik sadece SQT kullanılarak ölçümler yapılmış olup bunun sonucunda hem Te (VI) hem de Te (IV) için 3.2 kat duyarlılık artışı gözlenmiştir. İkinci olarak, SQT'nin Te'un ön-zenginleştirilmelerinde kullanılmasına yönelik olarak düşük yakıtlı aleve gönderilen analit SQT'nin iç yüzeyinde belli bir süre biriktirilmiştir. Daha sonra, aleve düşük hacimde (10-50 µL) metil etil keton (MEK) gibi organik çözücü püskürtülmesi ile tuzaklanmış analit türleri buharlaşıp hızla atomlaşmıştır. Bu tuzaklama yönteminde, 5 dakikalık toplama süresi ve 6 mL/dk analit çekiş hızında Te (VI) için 143 kat, Te (IV) için ise 142 kat duyarlılık artışı elde edilmiştir. Son uygulamada ise, ikinci uygulamadan farklı olarak SQT'nin iç yüzeyi bazı metallerle kaplanmış ve en yüksek duyarlılık artışı, Tantalyum (Ta) kaplı SQT kullanılması sonucunda Te (VI) için 252 kat ve Te (IV) için ise 246 kat olarak hesaplanmıştır. Duyarlılık artışları alevli AAS'de elde edilen sinyallere göre hesaplanmıştır. Te ile yapılan kalibrasyon çalışmalarında hem Te (IV) hem de Te (VI) için ayrı değerler hesaplanmıştır.

Bal (2011) çalışmasında, çocukların çok tükettikleri jelibon, bonibon ve lolitop gibi renkli şekerlemelerde Pb, Cu ve Cd gibi toksik metallerin tayinini yapmıştır. Eser elementlerin tayini için SQT –AAS kullanılmıştır. Duyarlılığın artırılması için kuvars tüp vanadyum ve molibden ile işleme sokulmuştur. Analizi yapılan örneklerden, bonibonda Cu 0.16-6.4 mg/L arası, Pb 0.5-1.4 mg/L arası ve Cd ise tayin sınırının altında bulunmuştur. Jelibonda ise Cu 0.2-0.5 mg/L arası, Pb 1.4 mg/L arası, Cd ise tayin sınırının altında bulunmuştur. Renkli şekerlemelerde sırasıyla Cu tayin sınırının altında, Pb 0.6-1.8mg/L arası, Cd ise tayin sınırının altında bulunmuştur. Çikolatada ise Cu 3.2-4.05mg/L arası, Pb tayin sınırının altında, Cd ise 0.6 mg/L olarak bulunmuştur. Böylece yapılan çalışma ile şekerlemelerdeki bazı değerlerin izin verilen değerden daha yüksek olduğu belirlenmiştir. Elde edilen verilerden, bazı şekerleme türlerinde Pb ve Cu konsantrasyonlarının Türk Gıda Kodeksi'nce müsaade edilen sınır değerlerinin üzerinde olduğu bulunduğu çocukların rekli şeker türlerini aşırı tüketmemeleri sonucuna varılmıştır.

Gurbetlioğlu (2010) çalışmasında , SQT atom tuzağı kullanılarak kadmiyum elementinin tayininde kullanılan bir metot geliştirmeyi hedeflemektedir. Bu çalışmada SQT, iki farklı amaç için kullanılmıştır. İlki, analit atomlarını ışın yolu üzerinde daha fazla tutmak, bir başka deyişle; analit atomlarının ölçüm bölgesindeki kalma sürelerini

artırmak için kullanılmıştır. Bu uygulamada, geleneksel FAAS yöntemine göre 2.9 kat iyileştirme sağlanmıştır. SQT ikinci olarak, kadmiyum elementinin ön zenginleştirme işlemini gerçekleştirmek amacıyla kullanılmıştır. Düşük asetilen akış hızındaki aleve gönderilen analit, SQT nin iç yüzeyinde birkaç dakika içinde toplanır. Daha sonra aleve düşük hacimde (10-50 µL) metil izobütil keton (MIBK) püskürtülür ve bu püskürtme aynı zamanda alevin kompozisyonunu anlık olarak değiştirir ve analit atomları yarıklı kuvars tüp yüzeyinden kolayca ayrılırlar. Bu yöntem ile, geleneksel FAAS ye göre 2065 kat duyarlılık artışı gözlenmiştir. Bu tür atom yakalama tekniklerine başka bir bakış açısı getirmek için, son olarak SQT bazı kolay uçmayan geçiş metalleriyle kaplanmıştır. En iyi sonucu Zirkonyum elementi vermiştir. Bu yöntem ile de FAAS ye göre 3368 kat duyarlılık kazanılmıştır. Cd için gözlenebilme sınırı ve C<sub>0</sub> değerleri sırasıyla 8 pg/mL ve 19 pg/mL olarak bulunmuştur.

Demirtaş (2009), bu çalışmada kurşunun FAAS yöntemi ile tayininde SQT kullanılarak duyarlı bir analitik metot geliştirmiştir. Yarıklar arasındaki açının 120<sup>0</sup> ve 180<sup>0</sup> olduğu durumlarda SQT sonuçları kıyaslanmıştır. SQT nin üç farklı modu kullanılmıştır; bunlardan ilki analit atomlarının ölçüm bölgesinde kalma süresini artırma amaçlıdır; 3 kat duyarlılık artışı gözlenmiştir. İkincisi; SQT'nin kurşunun önzenginleştirilmesinde atom tuzaklı olarak kullanılmasıdır. Düşük asetilen akış hızındaki aleve gönderilen analit SQT nin iç yüzeyinde birkaç dakika içinde toplanır. Daha sonra aleve düşük hacimde (10-50µL) MIBK püskürtülmesi ile tuzaklanmış analit atomları buharlaşır ve hızla atomlaşır. Bu çeşit tuzaklama yöntemi ile AAS ye göre, 5 dakikalık toplama süresi, 3.9 mL/dk çekiş hızında 574 kat; 7.4 mL /dk çekiş hızında ise 1320 kat duyarlılık artışı elde edilmiştir. Son uygulamada ise SQT nin iç yüzeyi Ta, Zr, Ir, W, Mo, Os ve Pd ile kaplanmıştır. En fazla duyarlılık Ta kaplı SQT ile elde edilmiştir. Ta kaplı SQT ile 1650 kat duyarlılık artışı gözlenmiştir.

Arı (2009)'nın çalışması, SQT yaklaşımının diğer tekniklerle birlikte talyumun alevli AAS ile tayininde uygulanmasını içermektedir. Bu çalışmanın ilk aşamasında, yaygın olarak kullanılan, alevli atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) tekniğinde sisleştirme veriminin artırılması için yarıklı kuvars tüpün kullanıldığı ve kullanılmadığı deneyler verilmektedir. Sisleştirme verimindeki artışın sağlanması için 100 µL propanol ile 500 µL Tl standart çözeltisi karıştırılarak aleve gönderilmiştir. Bu yöntem ile Propanol-SQT-AAS, yaygın olarak kullanılan ve karakteristik derişimi, C<sub>0</sub>, 894 ng/mL

olarak bulunan FAAS yöntemine göre 4.49 kat duyarlılık artışı sağlanmıştır. İkinci aşamada ise talyum tayini için yarıklı kuvars tüp atom tuzağı, AT, olarak özenginleştirme amaçlı kullanılmıştır. Benzer yaklaşım, daha önceki çalışmalarda Pb, Cd, Bi ve Au gibi bazı geçiş elementlerinde başarılı ile kullanılmış, ng/mL düzeyinde gözlenebilme değerleri elde edilmiştir. Bu teknikte, analit atomlar birkaç dakika süre ile düşük asetilen akışındaki alevde SQT'nin iç yüzeyinde toplanmaktadır. Toplama basamağından sonra alev yapısında kısa bir süre için değişiklik olmasını ve analit türlerinin buharlaşmasını sağlayan 10-50 mikrolitre hacminde, metil izobutil keton, MIBK sisleştirme yoluyla aleve gönderilir. Bu basamakta tuzaklanan atomlar buharlaştıktan sonra hızlı bir atomlaşma sürecine girerler. Bu atomlaşma ile birlikte tepe şeklinde bir sinyal elde edilir. Bu çalışmaya ek olarak yeni bir araştırma gerçekleştirilmiştir. Bu aşamada SQT'nin iç yüzeyi uçuculuğu az bir metalle kaplanarak değiştirilmiştir. Bu amaçla tungsten, paladyum, molibden, altın, tantalum, zirkonyum, titanyum ve osmiyum olarak sekiz farklı metal denenmiş olup; en uygun kaplama elementi osmiyum olarak bulunduğu için çalışmanın geriye kalan kısmı osmiyum kaplı SQT-AT ile tamamlanmıştır. Bu kaplama, kuvars yüzeyden daha yüksek bir verimle analit atomlarının tutulmasını ve sonraki aşamada bırakılmasını sağlamıştır. Os-Kaplı-SQT-AT-AAS yönteminin çalışma ilkeleri SQT-AT-AAS ile aynı olmasına karşın SQT-AT-AAS ve Os-Kaplı-SQT-AT-AAS yöntemleri birbirinden bağımsız olarak optimize edilmiştir. Bu yöntemler için gözlenebilme sınırları, 3s/m, SQT-AT-AAS için 38 ng/mL olarak bulunurken, Os-Kaplı-SQT-AAS için 3.5 ng/mL olarak hesaplanmıştır. AAS tekniğine göre SQT-AT-FAAS metodu 92 kat duyarlılıkta artışı sağlarken, Os-Kaplı-SQT-AAS metodu 319 kat artış sağlamıştır.

Kaya (2007), bu çalışmada, kuvarstan yapılmış atom tutucu yarıklı tüp (SQT) kullanılarak Cd, Pb ve Cu in tayini için AAS (atomik absorpsiyon spektrometresi ) nin duyarlılığındaki artış çalışılmıştır. Bu amaçla; tüp çapı, üst yarık uzunluğu, tüp et kalınlığı ve tüp uzunluğu gibi parametreler incelenmiştir. 1.5 mm lik tüp et kalınlığı 12 cm lik tüp uzunluğu, 1 cm lik üst yarık uzunluğu ve 6 mm lik tüp çapının kullanılmasıyla kadmiyum için 13 kat, kurşun için 7 kat ve bakır için ise 3 katlık bir duyarlılık artışı elde edilmiştir.

Dahiya ve ark. (2005), Hindistan civarındaki yerel marketlerde satılan 69 farklı şeker ve çikolata ürünlerinde Ni, Pb ve Cd elementlerini tayin etmişlerdir. Alevli AAS

ile yapılan bu çalışmada, kakao temelli çikolatada ortalama 1.915 mg/L Pb ve 0.244 mg/L Cd, süt temelli çikolatada ortalama 0.613 mg/L Pb ve 0.071 mg/L Cd, ve meyve aromalı çikolatadan ortalama 0.269 mg/L Pb ve 0.005 mg/L Cd bulunmuştur. Görüldüğü gibi kakaolu çikolatada, sütlü çikolata ve meyve aromalı çikolatadan daha yüksek konsantrasyonda ağır metaller bulunmuştur.

Özmen (2002), bu çalışmada tekstil ürünlerinden çözeltiye geçebilen Pb, Cd ve Sb derişimlerini tayin etmiştir. Analizler için atom tuzaklı AAS kullanılmıştır. Öko-tex standardlarında yapay ter çözeltisine daldırılan tekstil ürünlerinden çözeltiye geçen ağır metallerin sınır değerleri verilmiştir. Bu değerler Cd, Pb ve Sb için sırasıyla 0.1 mg/kg, 1.0 mg/kg ve 30.0 mg/kg'dır. Yapay ter çözeltilerine (50.0 mL) 100 ng Cd, 1000 ng Pb ve 30000 ng Sb katıldıktan sonra bu çözeltiler mikro kolonlardan geçirilip, kolondan sıyrılan çözeltide atom tuzaklı AAS ile analizleri yapılmıştır. Cd, Pb ve Sb için gerikazanma düzeyi yaklaşık olarak %100 olarak bulunmuştur. Bu tayinler genellikle ET-AAS ile yapılmasına rağmen laboratuvarlarında geliştirmiş oldukları atom tuzaklı AAS yöntemi bu analizlerin yeterince duyarlı bir biçimde alevli AAS ile de yapılabilir olduğu anlaşılmıştır. Yapay ter çözeltisi yüksek oranda NaCl içerir. Bu derişimde NaCl yarıklı kuvars tüpe çok zarar verir. Bu nedenle, merkaptosilica reçineden yapılmış mikrokolon kullanılarak çözeltiden bir yüksek orandaki NaCl ayrılmıştır. Tekstil sanayiisi için gerekli olan bu önemli analizlerin alevli AAS ve basit bir atom tuzağı ile yapılabilmesi, bu tayinlerin her laboratuvarda kolayca ve ekonomik olarak yapılmasını sağlayacaktır.

Yaman (2001), bu çalışmada içme, baraj ve göl sularındaki kurşun, kadmiyum, nikel ve alüminyum alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile analiz etmiştir. Ancak kurşun ve kadmiyum tayininde alevli atomik absorpsiyon spektrometresine aksesuar olarak yarıklı kuvars tüp (SQT) takılarak analizler gerçekleştirilmiştir. Her bir element için ayrı ayrı; dalga boyu, lamba akımı, asetilen akış hızı, hava akış hızı parametreleri optimize edilmiştir. Ayrıca önzenginleştirme işlemi için aktif karbon kullanılmıştır. Yapılan analizler sonucunda bütün sulara kurşun 1.1-6.0 µg/L; nikel 1-15 µg/L; alüminyum 20-30µg/L, kurşun ise 0.06-0.22 µg/L olarak bulunmuştur.

Karadeniz (1998), bu çalışmada, yeni önerilen bir atom tuzağı olan yarıklı kuvars tüp koşullarını Cd, Pb ve In tayini için optimize etmiştir. Atomlaşmayı sağlamak

için Alev Değişirme ve Organik Çözücü Atomlaştırması olmak üzere iki farklı teknik kullanılmıştır. Organik çözücü olarak metil izobütiketon (MIBK) seçilmiştir. Alevli AAS ile karşılaştırıldığında, 2.0 dakika toplama süresi ve 6.0 mL/dakika emiş hızı için, Organik Çözücü Atomlaştırması Tekniği Pb, Cd ve In için sırasıyla 90, 137, 181 kat duyarlılık artışı sağlamıştır. Aynı koşullar için Alev Değişirme Tekniği kullanılarak Pb, Cd ve In için duyarlılıkta 99, 99 ve 179 kat artış elde edilmiştir. Alev Değişirme ve Organik Çözücü Atomlaştırması teknikleri için kapsamlı bir girişim çalışması yapılmıştır.  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}PO_4^{3-}$ ,  $SO_4^{2-}$ ,  $CO_3^{2-}$ , ve  $NO_3^-$  iyonlarının Cd, Pb ve In ile katı fazda ve/veya gaz fazında yaptıkları girişim incelenmiştir. Uygulama için Ankara Mamak'ta bulunan katı atık boşaltım bölgesinden toplanan kirlı su örnekleri analiz edilmiştir. Grafit Fırınlı AAS kullanılarak elde edilen sonuçlarla uyum içerisinde olan sonuçlar bulunmuştur. Sistemin doğruluğu QCS-19 Spektrometrik Standart Çözeltisi ile kontrol edilmiştir.

Ertaş (1990), bu çalışmada su soğutmalı silika, metal tüple ön-zenginleştirme ve atomlaştırma aşamalarında farklı tür alevlerin kullanılması ilkesine dayalı yeni bir atomlaştırma tekniği olan alev deęişirme (AD) yöntemi geliştirmiştir. Bu çalışmada analit çözeltisinin emme hızı parametresi optimize edilmiştir. AD-AT-AAS kullanılarak 6 dakika toplama süresi ve 6 ml/dakika emme hızı ile Cd ve Pb için duyarlılık deęerleri sırasıyla 0.31 ve 3.15 ng/mL olarak bulunmuştur.

Roma, Olivares, Uauy ve Araya (2011), bu çalışmada bakır eksikliğini mal absorpsiyon (yani çölyak hastalığı, bağırsak rezeksiyonu gibi) veya bakırın hasarlı taşınması deripigmentasyonunda veya saç büyümesindeki görünür deęişikliklerle sık sık teşhis etmiştir (örneğin menke's kinky saç sendromu). Ayrıca aşırı bakır bileşiklerine maruz kalma saçta üretilen karakteristik yeşil renge bakılarak kolayca teşhis edilmiştir.

Stout (2003),bu çalışmada modern sağlık ortamında hastane su dağıtım sistemlerinde Legionella ve dięer bakterilerin kontrolünde bakır ve gümüş iyonizasyonun metodunu, bakırın antimikrobiyal etkisinin başarılı bir uygulaması olarak kullanmaktadır.

Michels ve Anderson (2008), özellikle bakırın antimikrobiyal etkileri üzerine son çalışmalarla bakır yüzeyine maruz kalan mikropların 'öldürücü temas' ı

mekanizması üzerine odaklanmıştır ve bu etki çevresel kirlenmeyi azaltıcı olabilmektedir. 2008 de bakırın bu potansiyel uygulamalarına, olan ticari ilgi, US EPA' nın antimikrobiyal etkiye sahip bakır yüzeylerin tanınması ile ilgili aldığı karar nedeniyle artmıştır. Bakır, US EPA protokollerine göre test edildiği zaman, yaklaşık 300 bakır ve bakır alaşımı yüzeylerin bakterinin beş suşuna karşı biocidal etkiyi gösteren ilk metal olarak belirlenmiştir.

Kuhn (1983), bu çalışmada ABD'de bir hastanede %67 bakır ve %33 çinko alaşımlı kapı tokmaklarına göre çok düşük bakteri üremesinin olduğu tespit edilmiştir.

### 3. MATERYAL VE METOT

Çalışma kapsamında kullanılan ana materyal bakır stok çözeltisidir.

#### 3.1. Kullanılan çözeltiler, kimyasal ve standart maddeler

Bakır stok çözeltisi: 1000 ppm lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisinden 100 ppm lik çözelti hazırlandı. (Riedel-de haen marka) Analizi yapılan bakır çözeltileri ise bu stok çözeltiden gerekli seyreltmeler yapılarak hazırlandı. Stok bakır çözeltisi buzdolabında muhafaza edildi.

Nitrik asit çözeltisi: Sigma-Aldrich marka % 65'lik nitrik asit çözeltisinden gerekli seyreltmeler yapılarak kullanılan çözeltiler hazırlandı.

Kullanılan organik çözücüler (Merck marka); metil alkol, etil alkol, asetonitril, 2-propanol, metil izobütil keton (MIBK), metil etil keton dur.

Kaplama materyali olarak kullanılan metal çözeltilerinin hazırlanışı ise şu şekildedir:

Tungsten stok çözeltisi: 1000 ppm lik tungstenstok çözeltisinden (Merck marka) gerekli seyreltmeler yapılarak 100 ppm lik çözelti hazırlandı.

Molibden stok çözeltisi: 1000 ppm lik molibden stok çözeltisinden (Merck marka) gerekli seyreltmeler yapılarak 100 ppm lik çözelti hazırlandı.

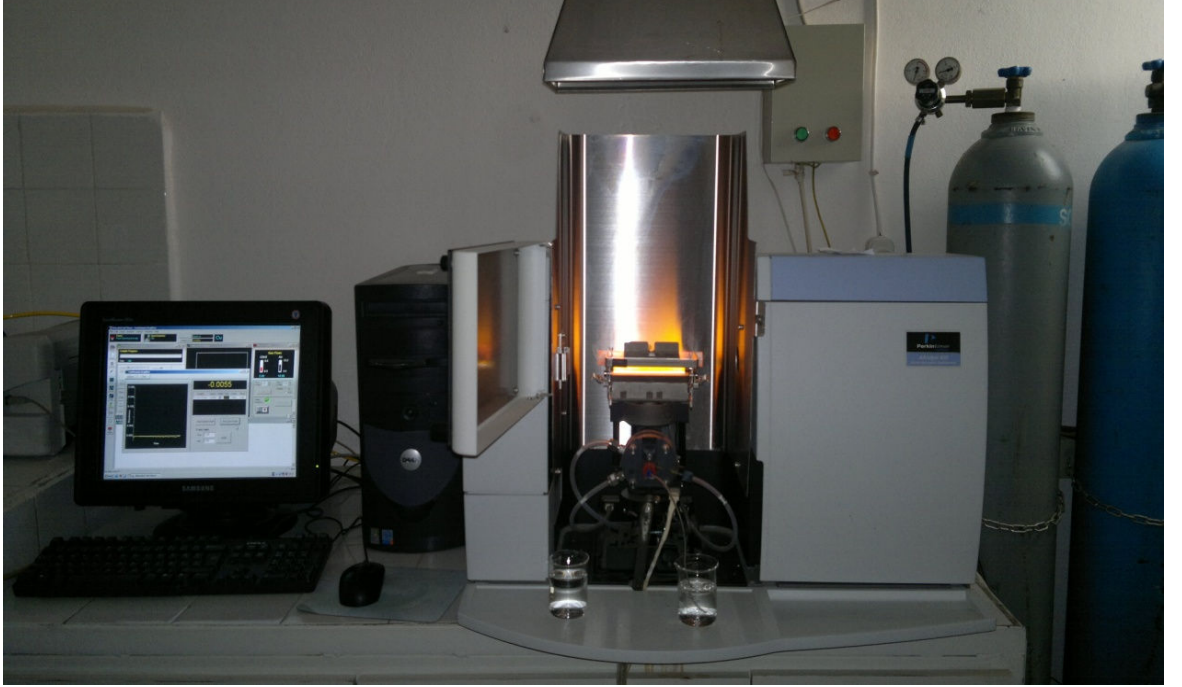
Bor çözeltisi: 1000 ppm lik bor stok çözeltisinden (Merck marka) gerekli seyreltmeler yapılarak 100 ppm lik çözelti hazırlandı.

Zirkonyum çözeltisi: 1000 ppm lik zirkonyum stok çözeltisinden (Merck marka) gerekli seyreltmeler yapılarak 100 ppm lik çözelti hazırlandı.

Titan çözeltisi: 1000 ppm lik titan stok çözeltisinden (Merck marka) gerekli seyreltmeler yapılarak 100 ppm lik çözelti hazırlandı.

#### 3.2. Ölçümlerde Kullanılan Alet ve Ekipmanlar

Bu çalışmada, Perkin-Elmer Model atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS), tekli Perkin-Elmer Cu oyuk katot lambası ile birlikte kullanıldı.



**Şekil 3. 1.** Analizlerde kullanılan Perkin-Elmer model AAS

Analiz edilen Cu elementinin Alevli AAS ile ilgili parametreler Çizelge 3.1' de verilmiştir.

**Çizelge 3. 1.** Ölçümlerle ilgili parametreler

<b>Element</b>	Cu
<b>Dalga boyu (nm)</b>	324.75 nm
<b>Alev tipi</b>	Hava-Asetilen
<b>Ortama uygulanan akım şiddeti (mA)</b>	10 mA
<b>Zemin düzeltmeleri</b>	Döteryum lambası



<b>Slit aralığı</b>	2.7/0.8
---------------------	---------

Ayrıca bakır tayininde duyarlılığı artıran yarıklı kuvars tüp (SQT) AAS'ye aksesuar olarak takıldı. Kullanılan SQT nin özellikleri Çizelge 3.2' de verilmiştir.

**Çizelge 3. 2.** Yarıklı kuvars tüpün özellikleri

<b>Alev yüksekliği</b>	2 cm
<b>Alt yarık uzunluğu</b>	10 cm
<b>Üst yarık uzunluğu</b>	7 cm
<b>Et kalınlığı</b>	0.2 mm
<b>İç çap</b>	2 cm
<b>Tüp uzunluğu</b>	15 cm
<b>Açı</b>	180 <sup>0</sup>

Kullanılan diğer yardımcı gereçler şunlardır:

- Elektronik terazi (Gec avery)
- Etüv (Herauz marka)
- Saf su cihazı (Millipore marka Direct-Q model)
- Değişik büyüklükte pipet, beher, erlen, mezür, balonjoje, cam malzeme v.s.
- Mikro pipet (Eppendorf marka)

### 3.3. Metot

Duyarlılık artışını FAAS ' de sağlamak için SQT ile yapılan bu çalışmada, etkin bir nebulasyon olmakta ve on-line prekonsantrasyon gerçekleştirmek hedefiyle çalışmalar yapılmıştır. Bu çalışmalar 5 adımdan oluşmaktadır. Bunlar;

#### **3.3.1. Birinci adım: Alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile analiz**

Bu adımda ilk olarak, SQT kullanılmadan alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile direk analizler gerçekleştirildi.

Bunun için, asetilen akış hızı, asit konsantrasyonu ve numune çekiş hızı optimize edildi. Optimizasyonlar için 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi kullanıldı.

#### **3.3.2. İkinci adım: SQT-FAAS ile analiz**

Bu adımda alevli atomik absorpsiyon spektrometresine SQT aparatı monte edilerek analizler gerçekleştirildi. Çünkü SQT düşük dedeksiyon limitlerinden dolayı potansiyel interferlerde bir azalma sağlayan hızlı, basit ve çok pahallı olmayan bir sistemdir. Bu adımda; asetilen akış hızı, asit konsantrasyonu, numune çekiş hızı parametreleri optimize edildi.

#### **3.3.3. Üçüncü adım: SQT-AT-FAAS ile analiz**

Bu adımda SQT bir atom tuzak olarak kullanıldı. Bunun için SQT, FAAS ye aksesuar olarak takıldı, daha sonra analiz edilecek çözelti SQT nin iç yüzeyinde birkaç dakika toplandı. Aleve düşük hacimde organik çözücülerin püskürtülmesi ile tuzaklanmış analit atomları buharlaştı. Organik çözücünün seçimi, organik çözücünün hacmi, asetilen akış hızı, numune çekiş hızı, numune çekiş süresi, asit konsantrasyonu, toplama süresi parametreleri optimize edildi.

#### **3.3.4. Dördüncü adım: Kaplamalı SQT-AT-FAAS ile analiz**

Bu adımda daha iyi tayin limiti elde etmek için SQT çeşitli kaplama materyalleri ile kaplanarak modifiye edildi. En iyi kaplama materyali seçildikten sonra diğer adımlarda yapılan optimizasyon çalışmalarına başlandı. Organik çözücünün seçimi, organik çözücünün hacmi, asetilen akış hızı, numune çekiş hızı, numune çekiş süresi, asit konsantrasyonu, toplama süresi parametreleri optimize edildi.

#### **3.3.5. Beşinci adım: İnterfer Çalışmaları**

Bu adımda bakır sinyaline başka element veya iyonların etkisini araştırmak amacıyla W kaplamalı SQT-AT-AAS sisteminde interfer çalışmaları yapıldı.

### **3.4. Optimize edilen koşulların gerçek numunelere ve standart referans maddeye uygulanması**

Yapılan deneyler sonucunda optimize edilen koşullarda, uygulama olarak çeşitli bölgelerden çıkarılan ve ticari amaçlı satılan içme sularının analizleri yapıldı. Kullanılan SRM (1643e National Institute of Standart &Technology) ile metodun analitiksel kontrolü gerçekleştirildi.

#### 4.BULGULAR VE TARTIŞMA

Yapılan çalışmada örneklerdeki bakır tayini için beş adımlı duyarlı bir yöntem geliştirildi. İlk adımda bakırın FAAS ile tayini yapıldı. 2. adımda yarıklı kuvars tüp (SQT) kullanıldı ve ölçüm noktasında analit atomlarının daha fazla kalması sağlanarak hassaslık artırıldı. SQT daha kararlı bir kimyasal ortam sağladığı için SQT-FAAS ile bu adımda çalışmalar gerçekleştirildi. 3. adımda SQT ile atom tuzaklı çalışmalar yapıldı ve kuvars tüpte toplanan  $\text{Cu}^{+2}$  iyonları organik çözücü yardımıyla ışın yoluna gönderildi. Burada SQT-AT-FAAS sistemi ile  $\text{Cu}^{+2}$  iyonları ng/mL düzeyinde analiz edildi. 4. adımda bir metal çözeltisi kullanımı ile yarıklı kuvars tüp (SQT)'ün içi kaplandı ve hassaslık daha da artırıldı. Farklı metal çözeltilerinin denenmesi ile kaplamaların etkinliği araştırıldı. Bu yöntem "kaplamalı SQT-AT-FAAS" olarak adlandırılır. Son adımda da interfer çalışmalarını yapıldı.

Bu çalışmanın analitik performansı için LOD, LOQ,  $C_0$  ve  $m_0$ , değerleri aşağıdaki gibi hesaplandı.

**LOD:** Gözlenebilme sınırı

$$\text{LOD} = 3 s/m \text{ (s: standart sapma, m: eğim)}$$

**LOQ:** Tespit sınırı

$$\text{LOQ} = 10 s/m \text{ (s: standart sapma, m: eğim)}$$

**$C_0$ :** Karakteristik konsantrasyon

$$C_0 = 0.00436 \times (\text{Analit konsantrasyonu/Absorbans})$$

0.00436, %1'lik absorpsiyonun log değeridir.

**$m_0$ :** Analitin kütlesi

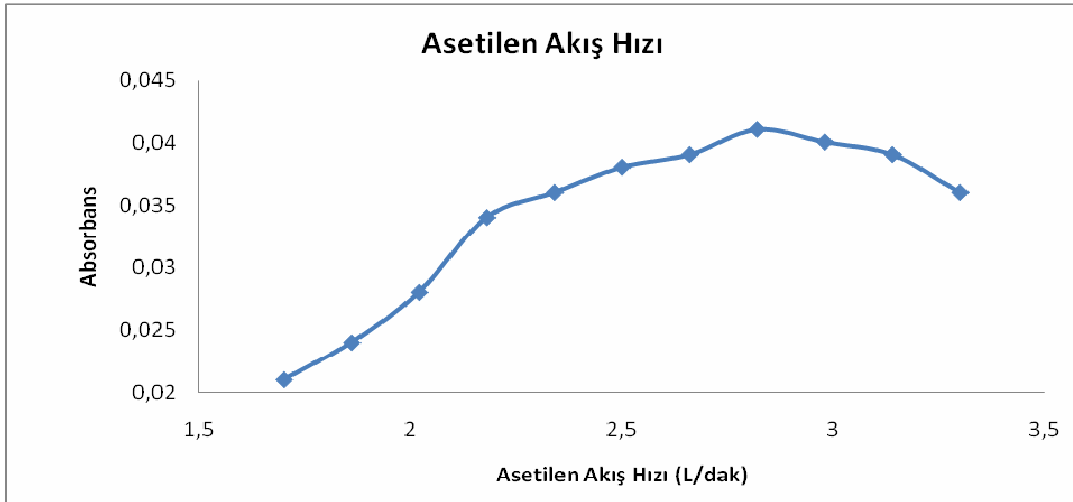
$$m_0 = C_0 \times \text{tuzak sistemindeki analit hacmi}$$

#### 4.1. FAAS ile yapılan çalışmalar

FAAS ile yapılan 1. adım çalışmalarında  $\text{Cu}^{2+}$  analizini en iyi şekilde yapabilmek için bazı parametreler optimize edildi. Bunlar; asetilenin akış hızı ,numune çekiş hızı asit ( $\text{HNO}_3$ ) konsantrasyonu, hava çekiş hızıdır.

##### 4.1.1. Asetilen akış hızı optimizasyonu

Asetilen akış hızı optimizasyonunda 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi FAAS'ye sürekli gönderilirken asetilen akış hızı değiştirilerek absorbans değerleri okundu. Asetilen akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.1'de görülmektedir. Şekilden de açıkça görüldüğü üzere, en yüksek absorbansın okunduğu 2,82 L/dak değeri optimum asetilen akış hızı olarak belirlendi.



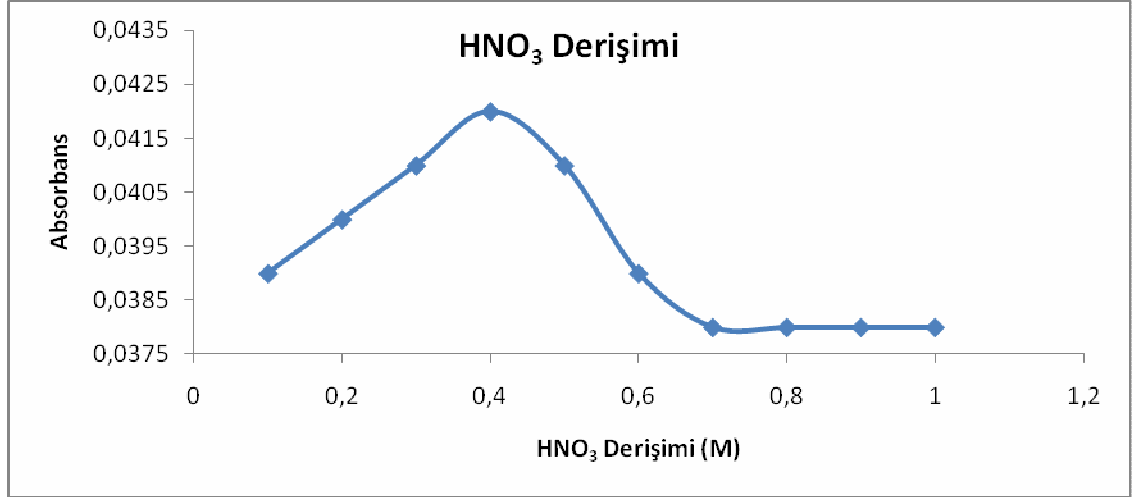
Şekil 4. 1. FAAS ile asetilen akış hızı optimizasyonu.

Örnek : 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asit Konsantrasyonu: 1 M  $\text{HNO}_3$

##### 4.1.2. Asit konsantrasyonu optimizasyonu

2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltileri farklı asit ( $\text{HNO}_3$ ) konsantrasyonlarında hazırlandı. Absorbans değerleri okundu. Optimum asit konsantrasyonu 0.4 M olarak tespit edildi.



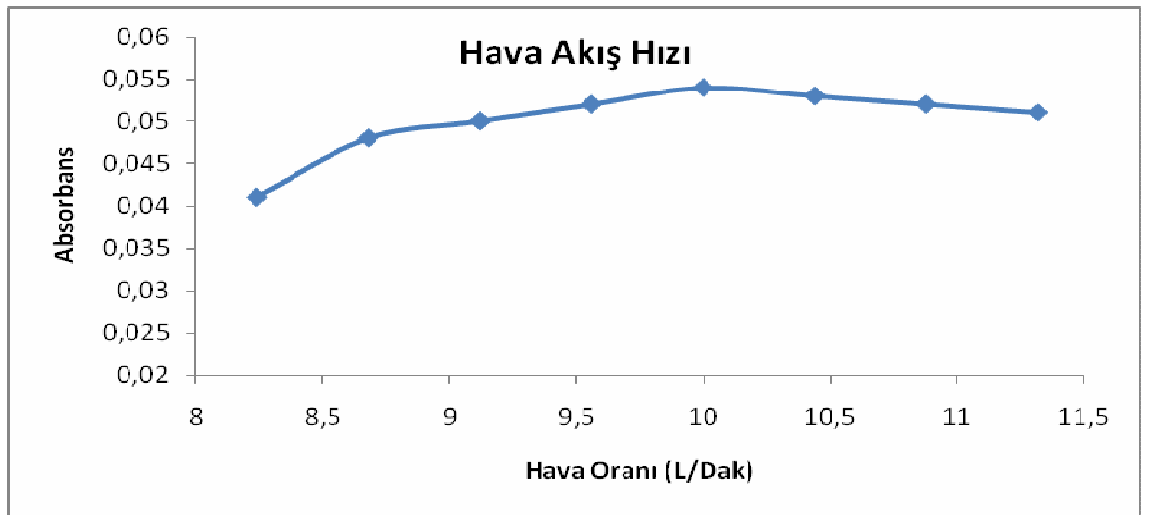
Şekil 4. 2. FAAS ile asit konsantrasyonu optimizasyonu.

Örnek : 2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asetilen Akış Hızı: 2.82L/dak

#### 4.1.3. Hava akış hızı optimizasyonu

Hava akış hızı optimizasyonu 2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> çözeltisi kullanılarak yapıldı. Hava akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.3 de görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 10 L/dak hava akış hızı optimum akış hızı olarak tespit edildi.



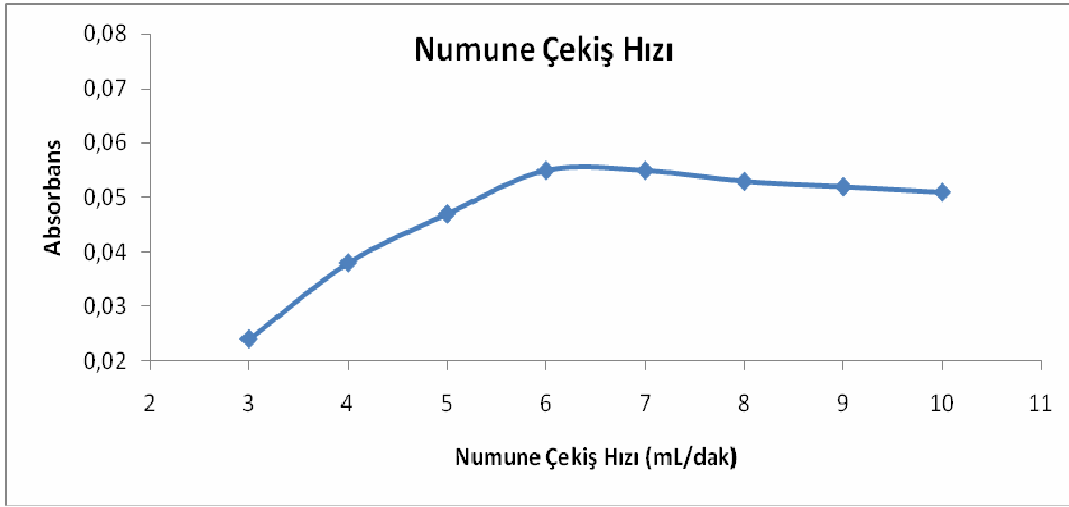
Şekil 4. 3. FAAS ile hava akış hızı optimizasyonu.

Örnek :2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub>

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asetilen Akış Hızı: 2.82 L/dak

#### 4.1.4. Numune çekiş hızı optimizasyonu

Numune çekiş hızı optimizasyonu 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi kullanılarak yapıldı. Numune çekiş hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.4 de görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 6.0 mL/dak çekiş hızı optimum çekiş hızı olarak tespit edildi.



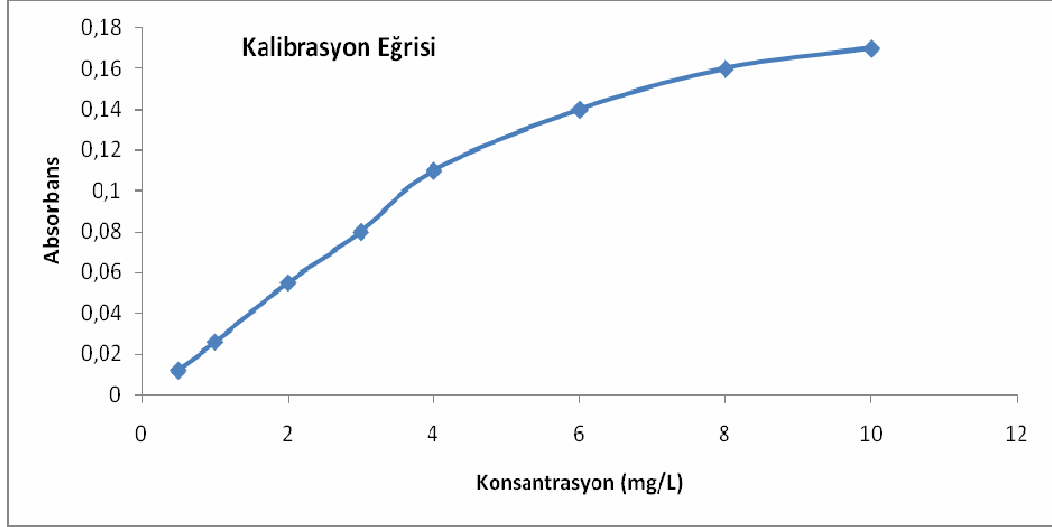
Şekil 4. 4. FAAS ile numune çekiş hızı optimizasyonu

Örnek : 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  Asit Konsantrasyonu: 0.4 M  $\text{HNO}_3$

Hava Akış Hızı: 10 L/dak Asetilen Akış Hızı: 2.82 L/dak

#### 4.1.5. FAAS metodu ile kalibrasyon

FAAS metodunda kalibrasyon eğrisinin çizilmesi için 0.5-10 mg/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilerinin absorbans değerleri okundu. Şekil 4.5’de A-C grafiği görülmektedir.



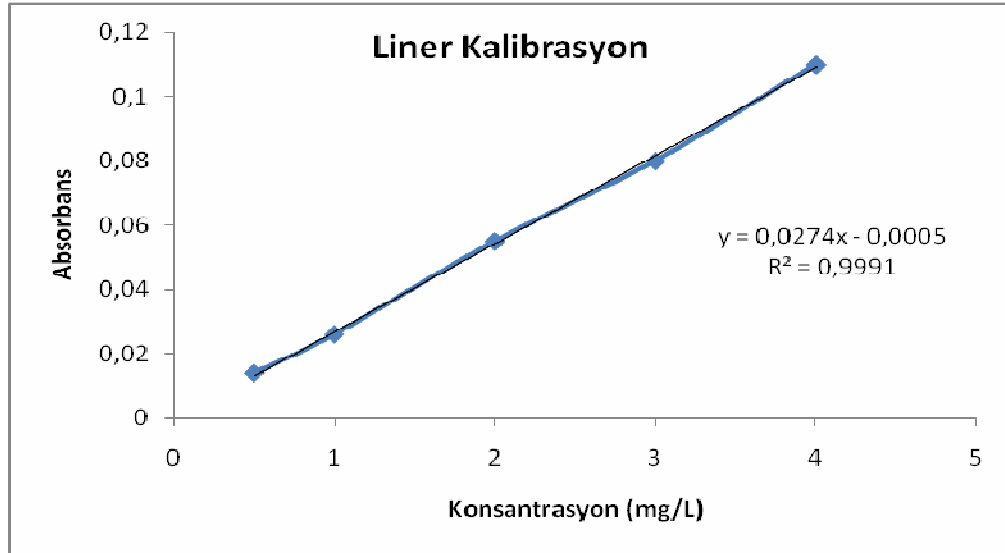
Şekil 4. 5. FAAS ile kalibrasyon grafiği

Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Asetilen Akış Hızı: 2.82 L/dak Numune Çekiş Hızı: 6.0 mL/dak

#### 4.1.6. FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiği

0.5-4 mg/L değerleri arasında grafiğin lineer olduğu, Şekil 4.6'de gösterilmiştir



Şekil 4. 6. FAAS ile lineer kalibrasyon grafiği

Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Asetilen Akış Hızı: 2.82 L/dak Numune Çekiş Hızı: 6.0 mL/dak



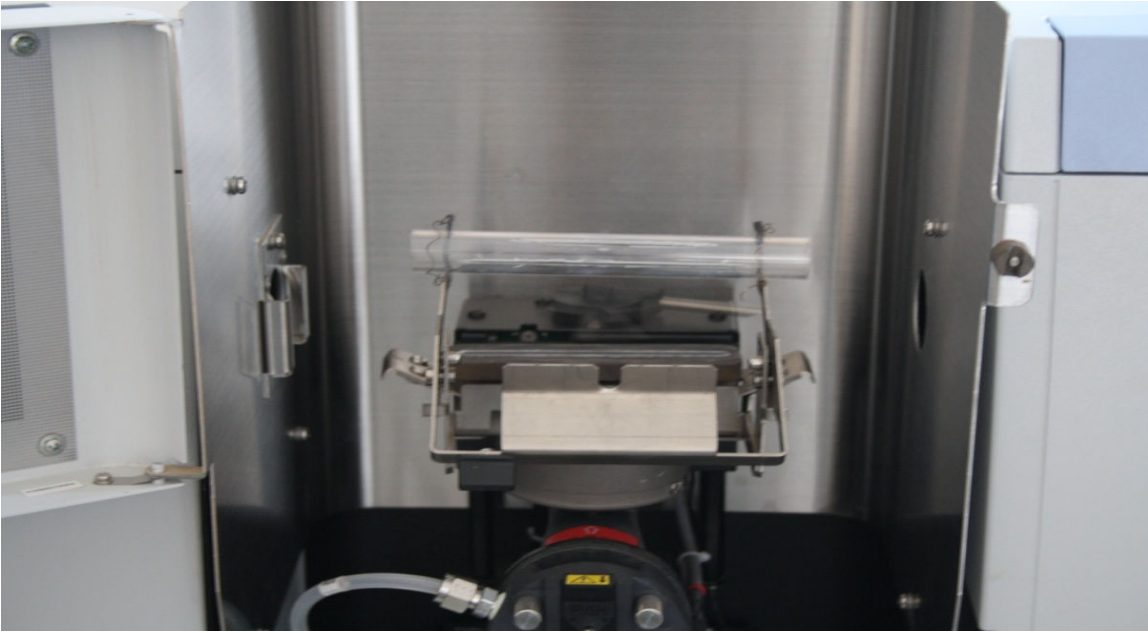
Ölçülen en düşük konsantrasyon olan 0.5 mg/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi 11 kere ölçülüp hesaplama yapıldığında, LOD 172 ng/mL, LOQ 573 ng/mL, karakteristik konsantrasyon olan Co ise 156 ng/mL olarak bulundu.

**Çizelge 4. 1.** FAAS ile yapılan çalışmanın analitiksel performansı

Gözlenebilme Sınırı (LOD) ng/mL	172
Tespit Sınırı (LOQ) ng/mL	573
Karakteristik Konsantrasyon (Co) ng/mL	156
Analit kütlesi ( $m_0$ ) ng/mL	-

#### 4.2. SQT-FAAS ile yapılan çalışmalar

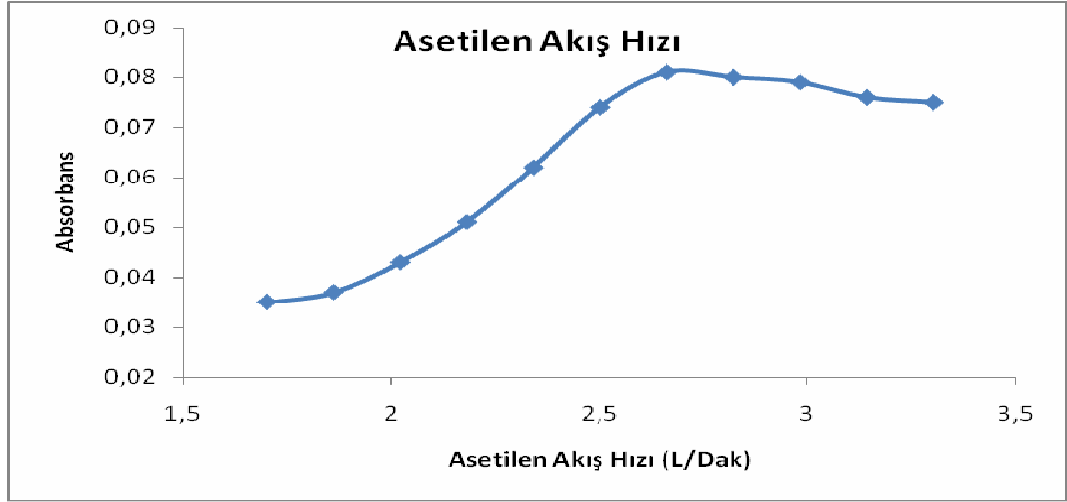
Bu adımda analit atomlarının SQT aparatında daha çok tutunması ile hassaslığın artırılması amaçlanmıştır. Bunun için Şekil 4.7 de görülen SQT aparatı FAAS sisteminde kurularak, optimum koşullar araştırılmıştır.



**Şekil 4. 7.** FAAS ye monte edilmiş SQT aparatı

##### 4.2.1. Asetilen akış hızı optimizasyonu

Asetilen akış hızı optimizasyonunda 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi SQT-FAAS ye sürekli gönderilirken asetilen akış hızı değiştirilerek absorbens değerleri okundu. Asetilen akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.8 de görülmektedir. Şekil 4.8.'dende açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbensin okunduğu 2.66 L/dak değeri optimum asetilen akış hızı olarak belirlendi.



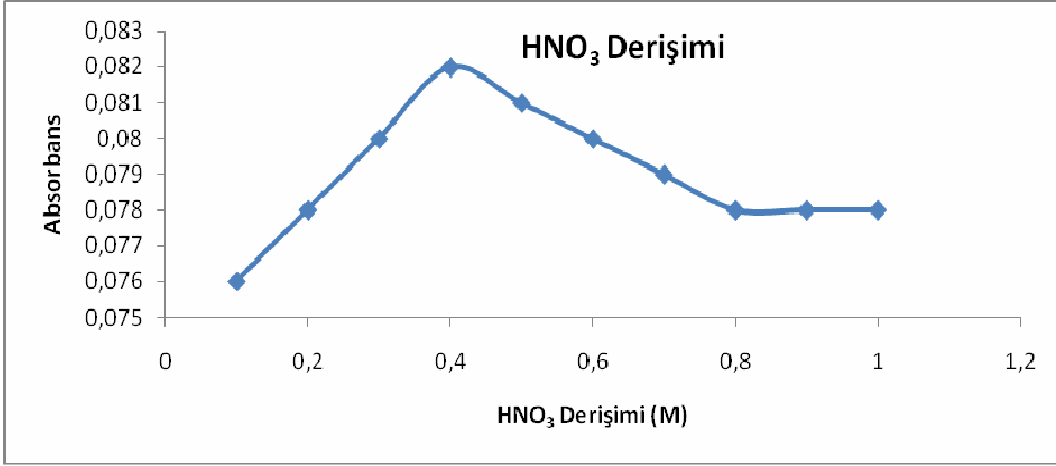
Şekil 4. 8. SQT- FAAS ile asetilen akış hızı optimizasyonu.

Örnek : 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asit Konsantrasyonu: 1 M  $\text{HNO}_3$

##### 4.2.2. Asit konsantrasyonu optimizasyonu

2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltileri farklı asit ( $\text{HNO}_3$ ) konsantrasyonlarında hazırlandı. Absorbans değerleri okundu. Asit konsantrasyonu optimizasyonu sonuçları Şekil 4.9'da görülmektedir. Şekilden de görüldüğü gibi en yüksek absorbensin okunduğu optimum asit konsantrasyonu 0.4 M olarak tespit edildi.



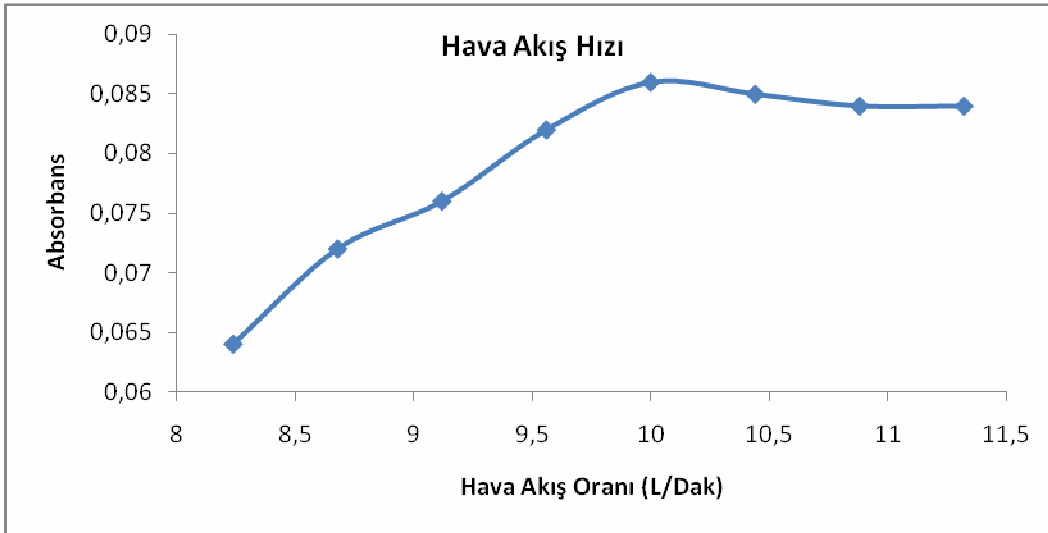
Şekil 4. 9. SQT- FAAS ile asit konsantrasyonu optimizasyonu.

Örnek : 2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asetilen Akış Hızı: 2.66 L/dak

#### 4.2.3. Hava akış hızı optimizasyonu

Hava akış hızı optimizasyonu 2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> çözeltisi kullanılarak yapıldı. Hava akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.10 de görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 10 L/dak hava akış hızı optimum olarak tespit edildi.



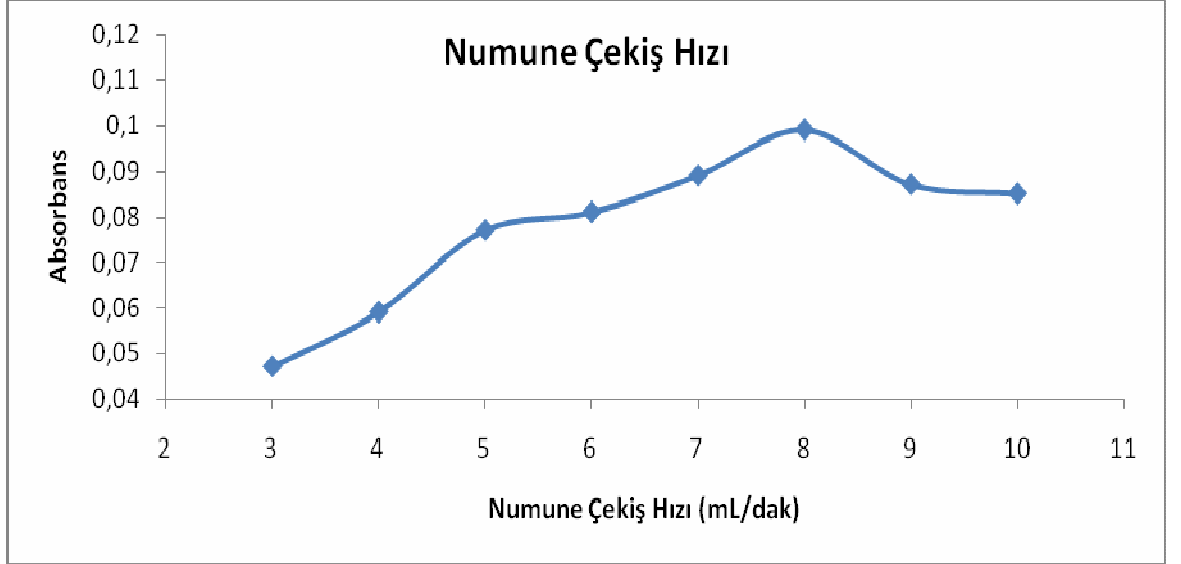
Şekil 4. 10. SQT-FAAS ile hava akış hızı optimizasyonu.

Örnek : 2 mg/L lik Cu<sup>2+</sup> Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub>

Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak Asetilen Akış Hızı: 2.66 L/dak

##### 4.2.4. Numune çekiş hızı optimizasyonu

Numune çekiş hızı optimizasyonu 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilisi kullanılarak yapıldı. Numune çekiş hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.11'de görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 8.0 mL/dak çekiş hızı optimum çekiş hızı olarak tespit edildi.



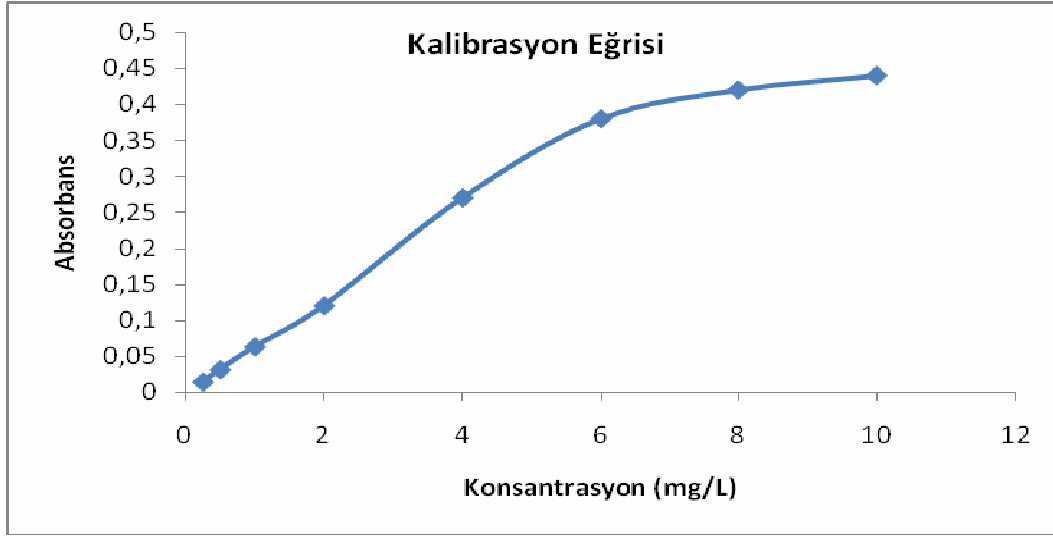
Şekil 4. 11. SQT-FAAS ile numune çekiş hızı optimizasyonu

Örnek : 2 mg/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  Asit Konsantrasyonu: 0.4 M  $\text{HNO}_3$

Hava Akış Hızı: 10 L/dak Asetilen Akış Hızı: 2.66 L/dak

##### 4.2.5. SQT-FAAS metodu ile kalibrasyon

FAAS metodunda kalibrasyon eğrisinin çizilmesi için 0.25-10 mg/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilerinin absorbans değerleri okundu. Şekil 4.12'de A-C grafiği görülmektedir.



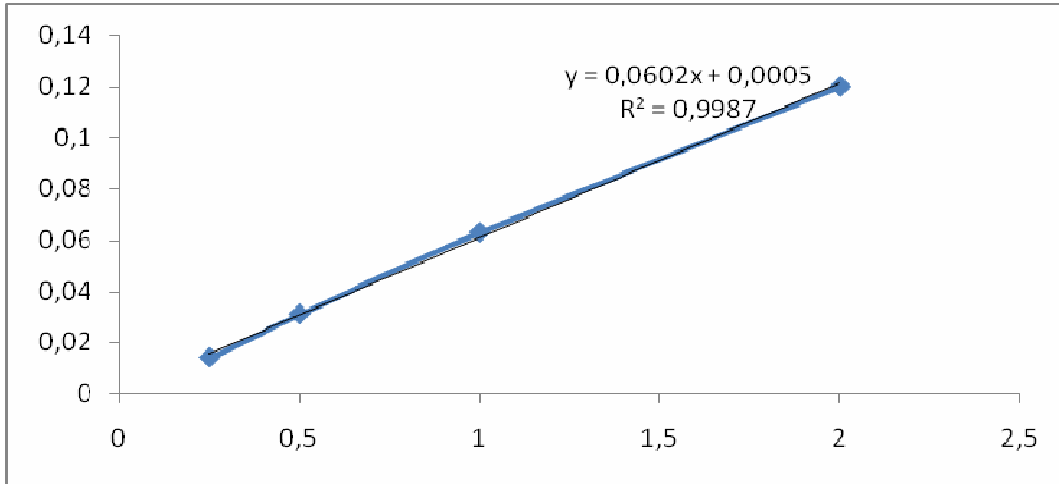
Şekil 4. 12. SQT-FAAS ile kalibrasyon grafiği

Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Asetilen Akış Hızı: 2.66 L/dak Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak

#### 4.2.6. FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiği

0.25-2 mg/L değerleri arasında grafiğin lineer olduğu, Şekil 4.13'te gösterilmiştir.



Şekil 4. 13. SQT-FAAS ile lineer kalibrasyon grafiği

Asit Konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub> Hava Akış Hızı: 10 L/dak

Asetilen Akış Hızı: 2.66 L/dak Numune Çekiş Hızı: 8.0 mL/dak

Ölçülen en düşük konsantrasyon olan 0.25 mg/L  $\text{Cu}^{+2}$  çözeltisi 11 kere ölçülüp hesaplama yapıldığında, LOD 84 ng/mL, LOQ 281 ng/mL, karakteristik konsantrasyon olan Co ise 78 ng/mL olarak bulundu. SQT-FAAS ile FAAS arasında karşılaştırma yaparsak duyarlılık 2.21 kat artmıştır.

**Çizelge 4. 2.** SQT-FAAS ile yapılan çalışmanın analitiksel performansı

Gözlenebilme Sınırı (LOD) ng/mL	84
Tespit Sınırı (LOQ) ng/mL	281
Karakteristik Konsantrasyon (Co) ng/mL	78
Analit kütlesi ( $m_0$ ) ng/mL	-

### 4.3. SQT-AT-FAAS ile yapılan çalışmalar

Bu adımdaki çalışmalarda, duyarlılığın daha da artırılması için SQT-FAAS sisteminde yarıklı kuvars tüpte toplanan analit atomları ortamına organik çözücü püskürtüldü. Böylece analit atomlarının serbest hale geçerek ışın yoluna gönderilmeleri sağlandı. Organik çözücünün seçimi, organik çözücünün hacmi, asetilen akış hızı, numune çekiş hızı, numune çekiş süresi, hava akış hızı optimizasyonu, asit konsantrasyonu, toplama süresi parametreleri optimize edildi.

#### 4.3.1. Organik çözücü seçimi (SQT-AT-FAAS)

Organik çözücülerin kullanılmasıyla SQT üzerinde toplanmış olan analitin daha kolay atomlaşması sağlanır. Bunun sonucu tayin edilebilecek konsantrasyondan daha düşük konsantrasyonlar tayin edilmiş olur. Organik maddelerde yüzey gerilimi düşük olduğu için atomlaşma daha iyi olur (Gündüz 2005).

SQT-AT-FAAS de ideal organik çözücü seçmek için bir çok çözücü kullanıldı. Bunlar; metil alkol, etil alkol, asetonitril, 2-propan, metil izobütil keton (MIBK), metil etil keton (MEK) dur. Bu organik çözücülerin fiziksel özellikleri çizelge 4.3' te gösterilmektedir.

**Çizelge 4. 3.** Organik çözücülerin molekül formülleri ve kaynama noktaları

Organik Çözücü	Molekül Formülü	Kaynama Noktası (°C)
Metil alkol	CH <sub>4</sub> O	11°C
Etil alkol	C <sub>2</sub> H <sub>6</sub> O	13°C
asetonitril	C <sub>2</sub> H <sub>3</sub> N	2°C
2-propanol	C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O	11°C
MIBK(metilizobütilketon)	C <sub>6</sub> H <sub>12</sub> O	14°C
MEK(metiletiketone)	C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	-9°C

Organik solvent seçimini yapmak için farklı organik çözücülerin absorban değerleri okundu. Bu okumalarda konsantrasyonu 30.0 ng/mL olan Cu<sup>2+</sup> çözeltisi 5 dakika boyunca SQT yüzeyinde toplandıktan sonra her seferinde her bir organik çözücünden 30 µL gönderilerek yapıldı, absorban değerleri Çizelge 4.4 te gösterilmektedir.

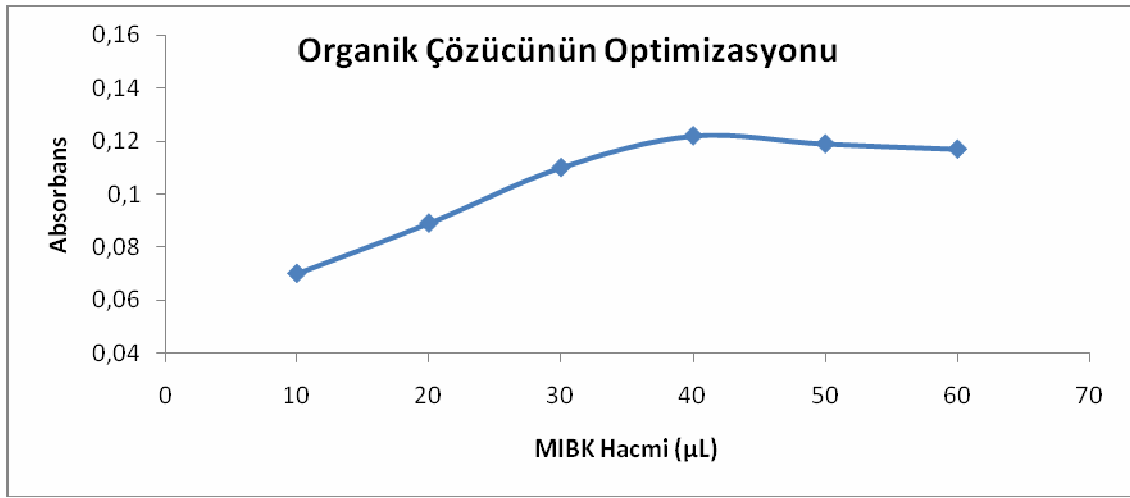
**Çizelge 4.4.** Organik çözücülerin absorban değerleri

Organik solvent türü	Absorban
Metil alkol	0,0068
Etil alkol	0,0098
Asetonitril	0,0127
2- propan	0,0236
MIBK	0,0797
Metiletiketone	0,0645

Bu çizelgeden de görüldüğü üzere en yüksek absorbands değerini veren MIBK, ideal organik çözücü olarak belirlenmiş oldu.

#### 4.3.2. Organik çözücünün hacminin optimizasyonu (SQT-AT-FAAS)

Organik çözücünün hacminin optimizasyonu için 30 ng/mL Cu<sup>2+</sup> çözeltisi 5 dakika boyunca ortama verildikten sonra 10-60 µl MIBK ortama gönderildi ve absorbands değerleri okundu. Şekil 4.14 tend e görüldüğü üzere en yüksek absorbandsı veren 40 µl ideal hacim olarak belirlendi.



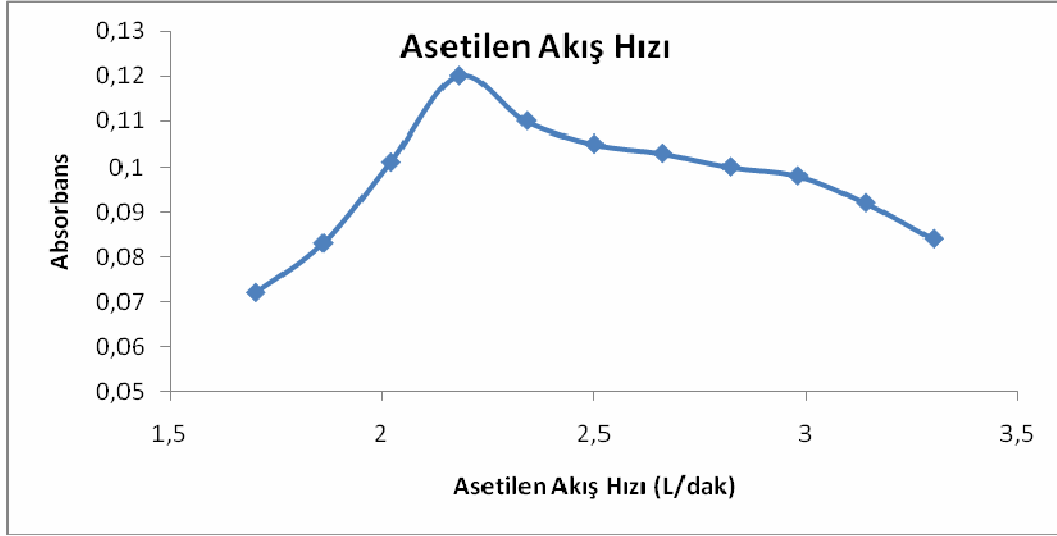
Şekil 4. 14. SQT-AT-FAAS Organik çözücünün hacminin optimizasyonu

Numune: 30.0 ng/mL, Hava akış hızı: 10 L/dak, Asetilen akış hızı: 2.18 L /dak, Asit konsantrasyonu: 0.5 M HNO<sub>3</sub>, SQT'nin alevden uzaklığı:2 cm, Numune çekiş hızı: 8.3 mL/dak, Numune toplama süresi: 5.0 dakika

#### 4.3.3. Asetilen akış hızı optimizasyonu (SQT-AT-FAAS)

Asetilen akış hızı optimizasyonunda farklı asetilen akış hızlarında 30.0 ng/L lik Cu<sup>+2</sup> çözeltisi SQT-FAAS ya 5 dakika boyunca sürekli gönderildi, daha sonra 30 µL MIBK gönderildi ve absorbands değerleri okundu. Asetilen akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.15'te görülmektedir. Şekildende açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbandsın okunduğu 2.18 L/dak değeri optimum asetilen akış hızı olarak belirlendi.



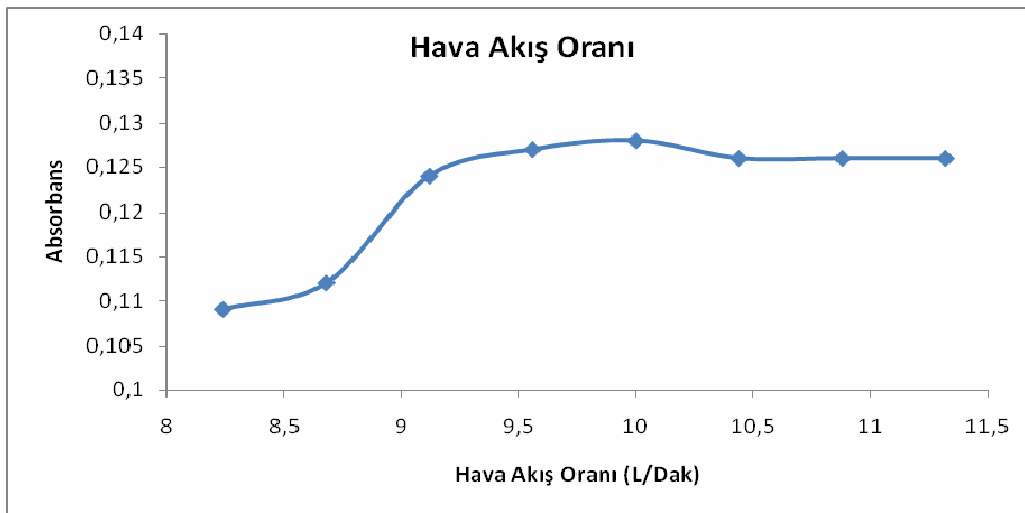


Şekil 4.15. SQT-AT-FAAS asetilen akış hızı optimizasyonu

Numune: 30.0 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$ , Hava akış hızı: 10 L/dak, Asit konsantrasyonu: 0.5 M  $\text{HNO}_3$ , SQT'nin alevden uzaklığı: 2 cm, Numune çekiş hızı: 8.0 mL/dak, Organik çözücü hacmi 40  $\mu\text{L}$  MIBK, Numune toplama süresi:5.0 dakika

#### 4.3.4. Hava akış hızı optimizasyonu

Hava akış hızı optimizasyonu 30 ng/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi kullanılarak yapıldı. Hava akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.16'da görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 10 L/dak hava akış hızı optimum akış hızı olarak tespit edildi.

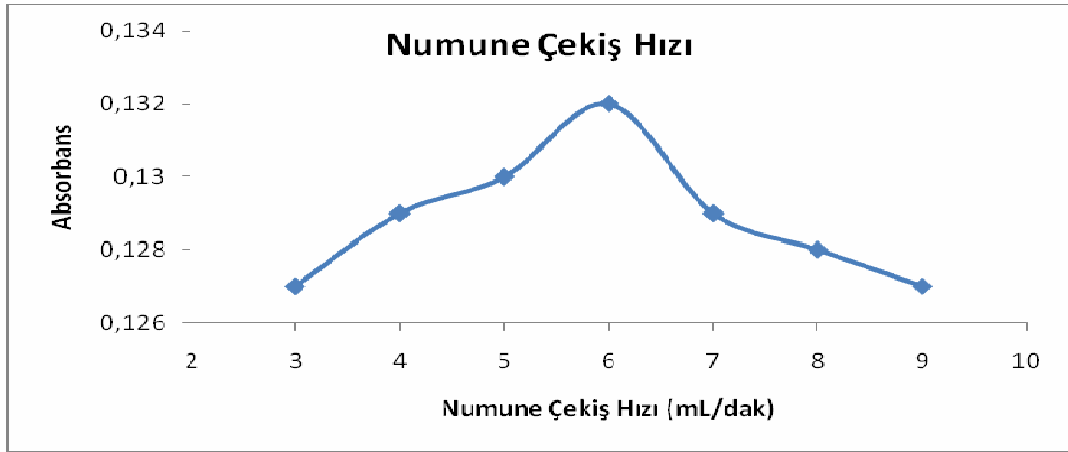


Şekil 4.16. SQT-AT-FAAS hava akış hızı optimizasyonu

Numune: 30.0 ng/mL Cu<sup>+2</sup>, Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, Asit konsantrasyonu: 0.5 M HNO<sub>3</sub>, SQT'nin alevden uzaklığı: 2 cm, Numune çekiş hızı: 8.0 mL/dak, Organik çözücü hacmi 40 µL MIBK, Numune toplama süresi:5.0 dakika

#### 4.3.5. Numune çekiş hızı optimizasyonu (SQT-AT-FAAS)

Numune çekiş hızı optimizasyonunda farklı zamanlarda (3-9 dakika ) 30 ng/L lik Cu<sup>2+</sup> çözeltisi ortama gönderildikten sonra her seferinde 40 µL MIBK püskürtüldü ve absorbans değerleri okundu. Numune çekiş hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.17. da daha detaylı taramanın sonuçları ise Şekil 4.18'de görülmektedir, şekildende açıkça görüldüğü üzere 6.0 mL/dak çekiş hızı optimum çekiş hızı olarak tespit edildi. Burada tuzaklı sistemde daha fazla madde birikmesi için absorbansın düşük olduğu miktar seçildi. Ayrıntılı taramanın sonuçları ise Şekil.4.18'de görülmektedir.

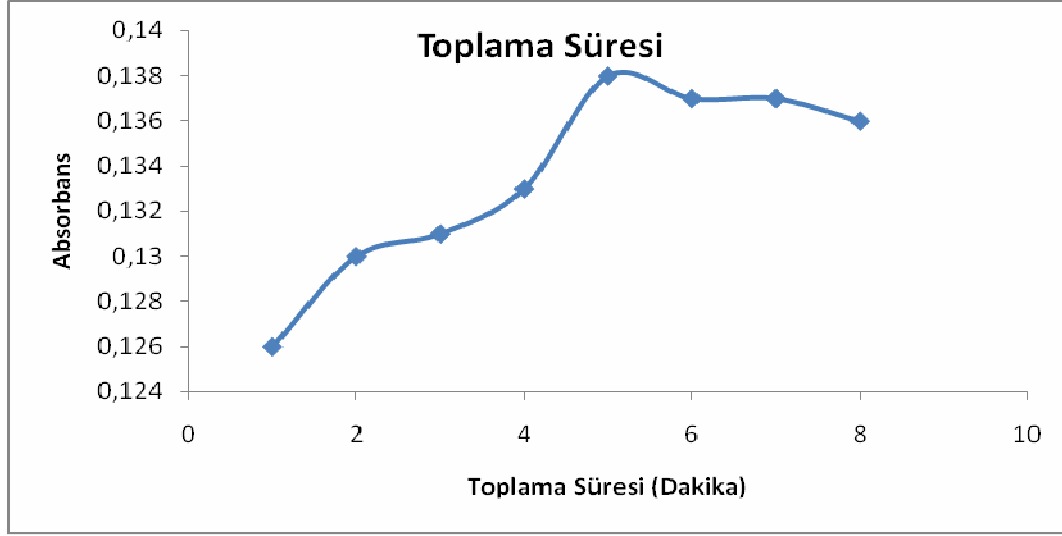


Şekil 4. 17. SQT-AT-FAAS numune çekiş hızı optimizasyonu

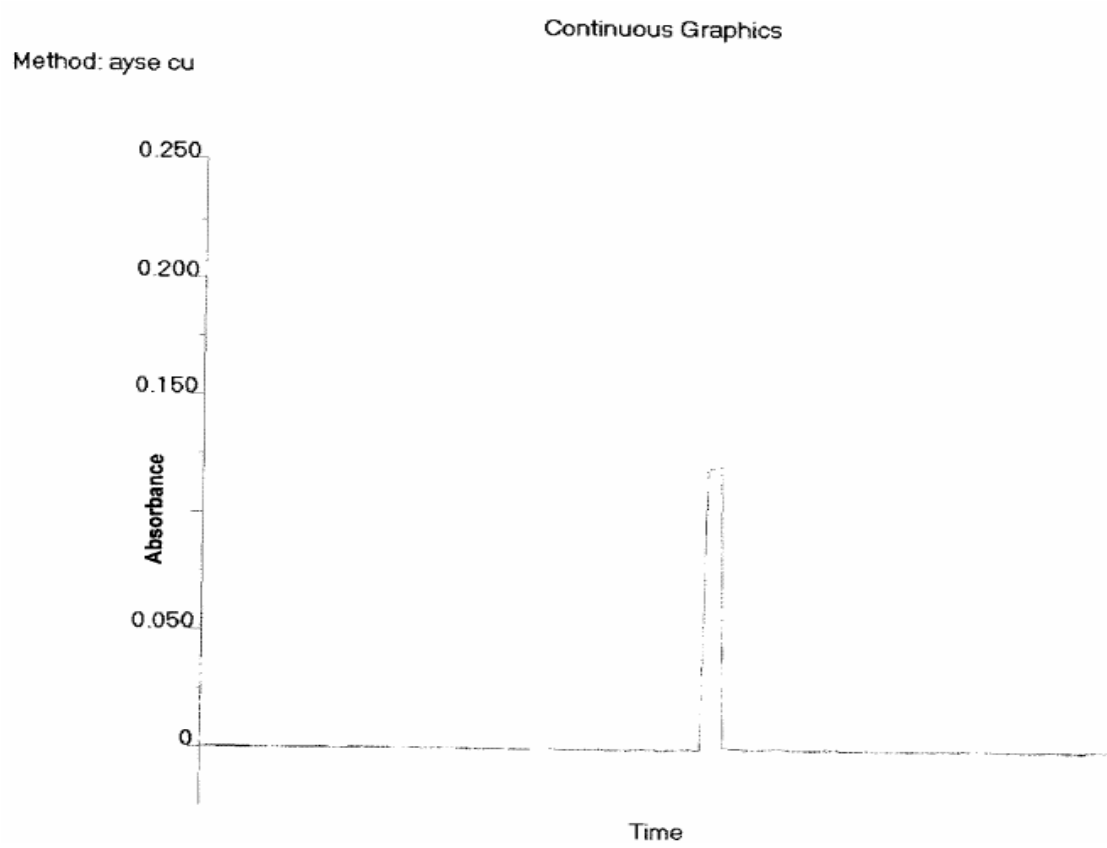
Numune: 30.0 ng/mL Cu<sup>+2</sup> , Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, Hava akış hızı: 10 L/dak SQT'nin alevden uzaklığı: 2 cm,Organik çözücü hacmi 40 µL MIBK, Numune toplama süresi:5.0 dakika,Asit konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub>

#### 4.3.6. Toplama süresi optimizasyonu

Toplama süresi optimizasyonu için 30.0 ng/mL Cu<sup>2+</sup>çözeltisi farklı süreler boyunca SQT ortamına gönderildi (1-8 dak.) daha sonra 40 µL MIBK püskürtüldü ve absorbans değerleri okundu. Şekil 4.18. de görüldüğü üzere optimum toplama süresi değeri 5 dak olarak tespit edildi. Ayrıca okunan sinyal pikide Şekil.4.19'de görülmektedir.



Şekil 4. 18. SQT-AT-FAAS Toplama süresi optimizasyonu

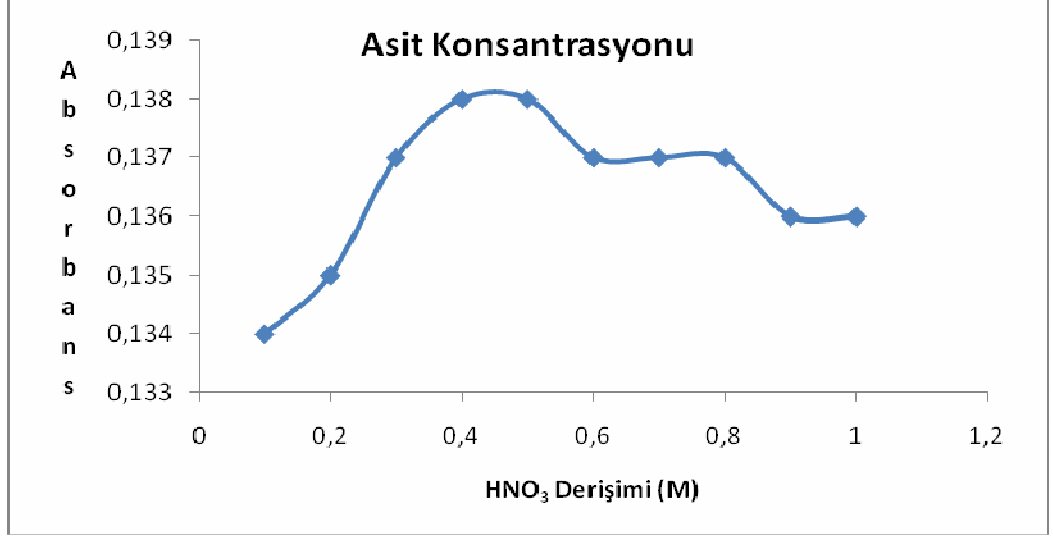


Şekil 4. 19. SQT-AT-FAAS de 5 ng/mL  $\text{Cu}^{+2}$  çöz. sinyali

Numune: 30.0 ng/mL  $\text{Cu}^{+2}$  Hava akış hızı: 10 L/dak, Asetilen akış hızı: 1.86 L/dak, Asit konsantrasyonu: 0,5 M  $\text{HNO}_3$ , SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, Organik çözücü hacmi: 30  $\mu\text{L}$  MIBK

### 4.3.7. Asit konsantrasyonu optimizasyonu

30 ng/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltileri farklı asit ( $\text{HNO}_3$ ) konsantrasyonlarında hazırlandı. Absorbans değerleri okundu. Şekil 4.20'den de görüldüğü üzere optimum asit konsantrasyonu 0.4 M olarak tespit edildi.

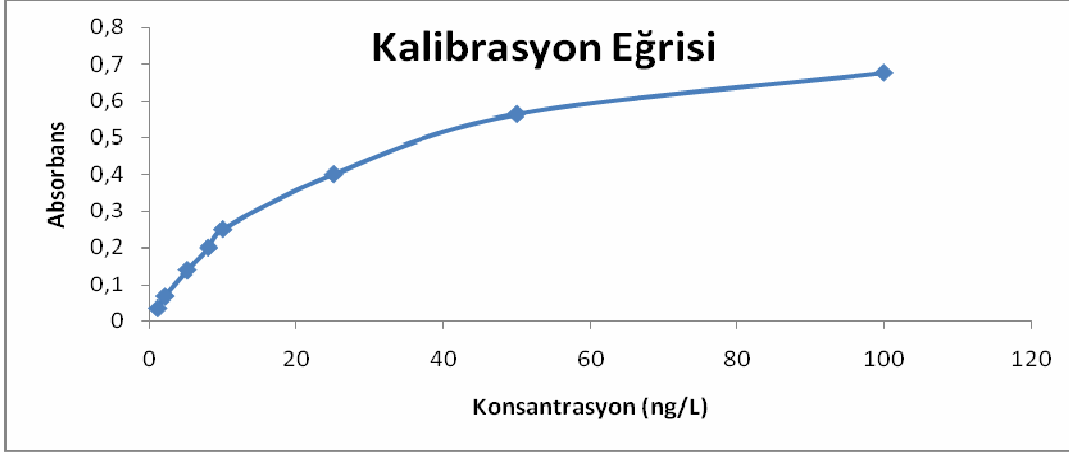


Şekil 4. 20. SQT-AT-FAAS asit derişim optimizasyonu

Numune: 30.0 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$ , Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, Hava akış hızı: 10 L/dak SQT'nin alevden uzaklığı: 2 cm, Numune çekiş hızı: 8.0 mL/dak, Organik çözücü hacmi 40  $\mu\text{L}$  MIBK, Numune toplama süresi: 5.0 dakika

### 4.3.8. SQT-AT-FAAS metodu ile kalibrasyon

FAAS metodunda kalibrasyon eğrisinin çizilmesi için 1-100 ng/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilerinin absorbans değerleri okundu. Şekil 4.21. de A-C grafiği görülmektedir.

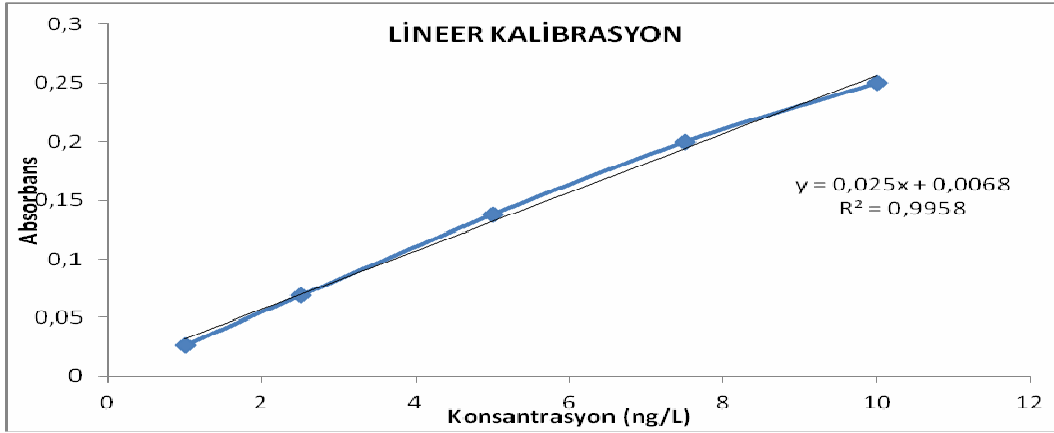


Şekil 4. 21. SQT-AT-FAAS kalibrasyon eğrisi

Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, Hava akış hızı: 10 L/dak SQT'nin alevden uzaklığı: 2 cm, Organik çözücü hacmi 40 µL MIBK, Numune toplama süresi:5.0 dakika, Asit konsantrasyonu: 0.4 M HNO<sub>3</sub>

#### 4.3.9. SQT-AT-FAAS metodu ile lineer kalibrasyon grafiği

1-10 ng/L değerleri arasında grafiğin lineer olduğu, Şekil 4.22'de gösterilmiştir.



Şekil 4. 22. SQT-AT-FAAS lineer kalibrasyon eğrisi

Hava akış hızı: 10 L/dak, Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, Organik çözücü hacmi: 40 µL MIBK, Numune toplama süresi: 5.0 dakika, Numune Çekiş Hızı: 6.0 mL/dak, Asit konsantrasyonu: 0.4 M

SQT-AT-FAAS ile yukarıda yapılan çalışmaları kısaca özeti çizelge 4.5'de verilmiştir.

**Çizelge 4. 5.** SQT-AT-FAAS şartları;

Parametreler	SQT-AT-FAAS Metodunun Şartları
Organik Çözücü	MIBK
Organik Çözücünün Hacmi	40 µL
Asetilen Oranı	1.18 dak /L
Toplama Süresi	5.0 dakika
Numune Çekiş hızı	6.0 mL/dak
Quartz Yüksekliği	2 cm

1.0 ng/mL  $Cu^{2+}$  alınıp 11 kere ölçülüp gerekli hesaplamalar yapıldığında LOD 0.23 ng/mL, LOQ 0.78 ng/mL, karakteristik konsantrasyon  $C_0$  0.16 ng/mL,  $m_0$  ise 4.84 ng/mL olarak bulundu. Değerler Çizelge 4.6’da verilmiştir.

**Çizelge 4. 6.** SQT-AT-FAAS’nin analitik performansı

Gözlenebilme Sınırı (LOD) ng/mL	0.23
Tespit Sınırı (LOQ) ng/mL	0.78
Karakteristik Konsantrasyon ( $C_0$ ) ng/mL	0.16
Analit kütlesi ( $m_0$ ) ng/mL	4.84

#### 4.3.10. SQT-AT- FAAS metodunda $Cu^{2+}$ ’nin İnterfer çalışması.

Çalışmada bazı katyon ve anyonların cihazın sinyalleri üzerine nasıl etki ettiği araştırıldı. Bunun için  $Cu^{+2}$  ile etkisi araştırılacak katyon veya anyon 1,10,100 kat olacak şekilde hazırlanıp, analizi yapıldı.

ELEMENT	INTERFER ORANLARI		
	1	10	100
Na	100	97	89
Ca	98	99	96
Mg	97	92	87
K	102	98	95
Mn	98	104	100
Cr	95	98	87
Fe	94	87	80
Zn	100	104	106
Al	92	97	105
Co	99	106	102
Cd	90	102	107
Ni	99	95	93
Mo	100	100	103
Sn	93	85	97
Se	102	105	107
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	98	100	96
Cl <sup>-</sup>	97	102	105
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	100	97	103

**Çizelge 4. 7.** SQT-AT- FAAS metodunda Cu<sup>2+</sup>'nin İnterfer çalışması.

#### 4.4. Kaplamalı SQT-AT-FAAS ile yapılan çalışmalar

Bu adımda daha iyi tayin limiti elde etmek için SQT çeşitli kaplama materyalleri ile kaplanarak modifiye edildi. En iyi kaplama materyali seçildikten sonra diğer adımlarda yapılan optimizasyon çalışmalarına başlandı.

#### 4.4.1. Kaplama materyalinin seçimi

Kaplama materyalinin seçiminde en önemli nokta kaplama materyalinin kaynamanoktasının, analizi yapılacak elementinin kaynama noktasından daha yüksek olmasıdır. Kaplama materyallerinin kaynama noktaları Çizelge 4.8’de verilmiştir.

Çizelge 4. 8. Kaplama materyallerinin bazı özellikleri

Element	Sembol	Atom Numarası	Atom Ağırlığı (g/mol)	Erime Noktası (°C)	Kaynama Noktası (°C)
Tungsten	W	74	183.85	3387	5420
Molibden	Mo	42	95.94	2620	4830
Titan	Ti	22	47.88	1660	3300
Bor	B	5	10.81	2076	3927
Zirkonyum	Zr	40	91.22	1850	4400

Kaplama materyali seçiminde 100 mg/L lik kaplama çözeltileri SQT’nin yüzeyini kaplamak amacıyla yarım saat boyunca ortama gönderildi, sonra 0.5 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi 5 dakika boyunca SQT yüzeyinde toplandıktan sonra 40 µL MIBK püskürtüldü ve absorbands değerleri okundu. Çizelge 4.9 ‘da görüldüğü üzere ideal kaplama materyali Tungsten (W) olarak bulunmuştur.



**Çizelge 4. 9.** Kaplama materyallerinin absorbands değerleri

Kaplama Materyali (100 mg/L)	Absorbans	% RSD (n=3)
Kaplama Yapılmadan	0.078	1.23
W	0.124	0.86
Mo	0.108	1.25
Ti	0.082	0.67
B	0.093	1.52
Zr	0.112	1.49

**4.4.2. Kaplamalı SQT-AT-FAAS de organik çözücünün seçimi**

Organik solvent seçimini yapmak için farklı organik çözücülerin absorbands değerleri okundu. Bu okumalarda konsantrasyonu 5.0 ng/mL olan Cu<sup>+2</sup> çözeltisi 5 dakika boyunca W kaplamalı SQT yüzeyinde toplandıktan sonra her seferinde her bir organik çözücüden 40 µL gönderilerek absorbands değerleri okundu. Absorbans değerleri Çizelge 4.10'de gösterilmektedir.

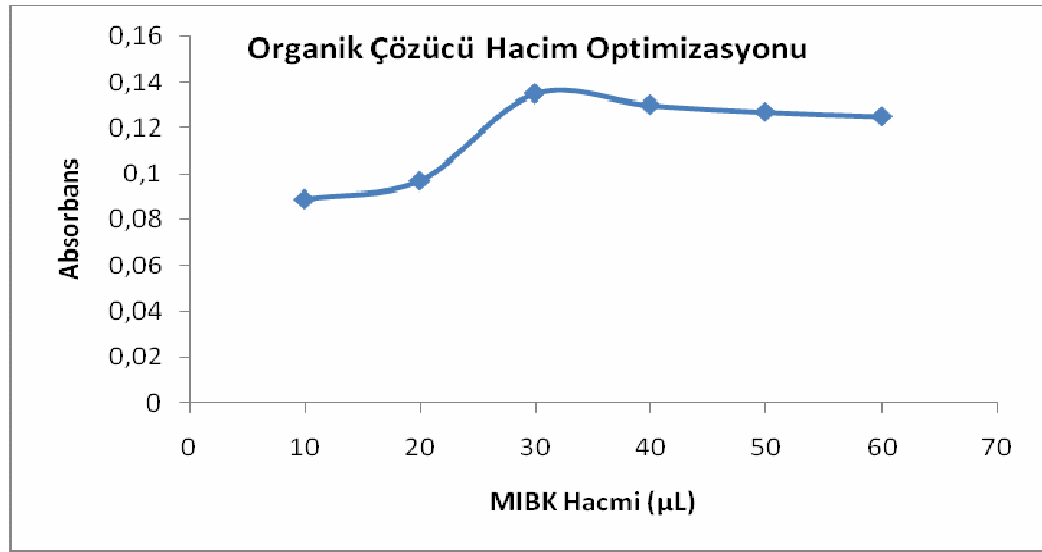
**Çizelge 4. 10.** Organik çözücülerin absorbands değerleri

Organik Solvent Türü	Absorbans
Metil Alkol	0,0035
Etil Alkol	0,0124
Asetonitril	0,0176
2-propan	0,0578
MIBK (metil izo bütil keton)	0,0747
Metil Etil Keton	0,0653

Bu adımda tekrar organik çözücü seçimi yapıldı. En ideal organik çözücü MIBK olarak bulundu.

### 4.4.3. Kaplamalı SQT-AT-FAAS de organik çözücü hacminin optimizasyonu

Organik çözücünün hacminin optimizasyonu için 1 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi 5 dakika boyunca ortama verildikten sonra 10-60  $\mu\text{l}$  MIBK ortama gönderildi ve absorbansdeğerleri okundu. Şekil 4.23'den de görüldüğü üzere en yüksek absorbansı veren 30  $\mu\text{l}$  ideal hacim olarak belirlendi.

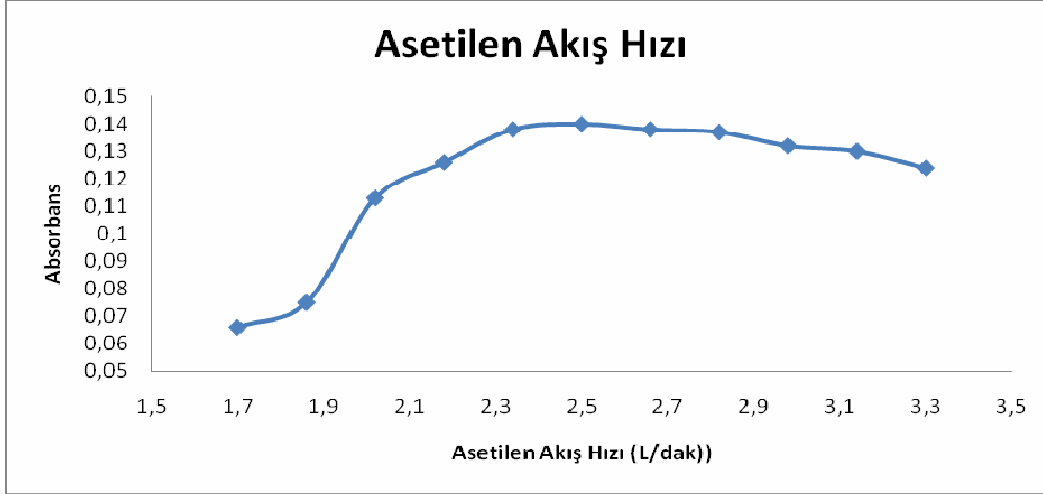


Şekil 4. 23. W kaplamalı SQT de organik çözücünün hacmi optimizasyonu

Numune: 1 ng/mL  $\text{Cu}^{+2}$ . Hava akış hızı: 10 L/dak, Asetilen akış hızı: 2.18 L/dak, SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, , Numune toplama süresi: 5.0 dakika, Numune Çekiş Hızı: 6.0 mL/dak, Asit konsantrasyonu: 0.4 M.

### 4.4.4. Asetilen akış hızı optimizasyonu

Asetilen akış hızı optimizasyonunda 1.0 ng/mL lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi kullanıldı. Asetilen akış hızı (1.7-3.3) arasında değiştirilerek absorbans değerleri okundu. Şekil 4.24'den de görüldüğü üzere optimum asetilen akış hızı 2.5 L/dak olarak bulundu.

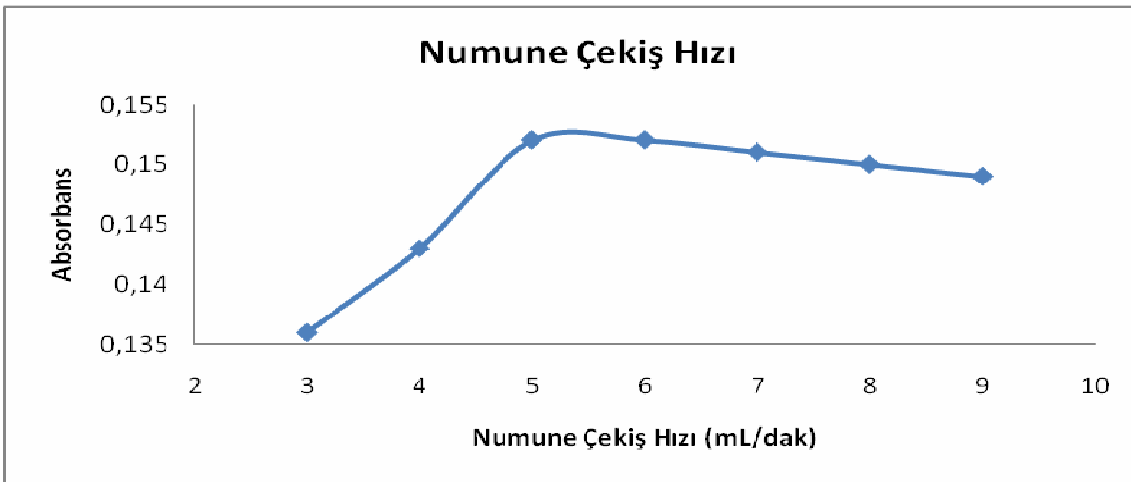


**Şekil 4. 24.** W kaplamalı SQT AT-FAAS asetilen akış hızı optimizasyonu

Numune: 1 ng/mL  $\text{Cu}^{+2}$ . Hava akış hızı: 10 L/dak, Organik Çözücü Hacmi:30  $\mu\text{L}$ , SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, , Numune toplama süresi: 5.0 dakika, Numune Çekiş Hızı: 6.0 mL/dak, Asit konsantrasyonu: 0.4 M.

#### 4.4.5. Numune çekiş hızı optimizasyonu

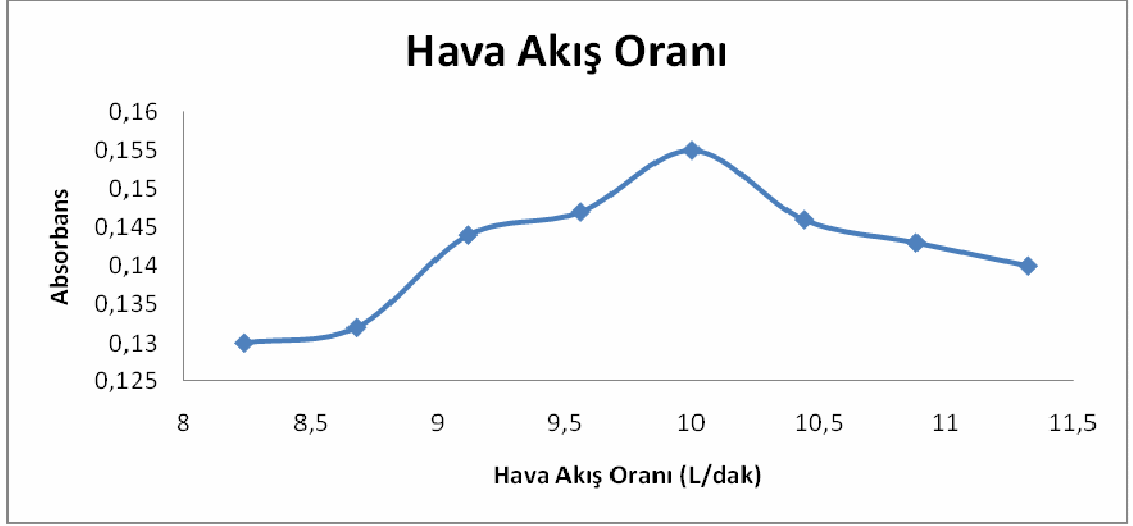
Numune çekiş hızı optimizasyonunda farklı zamanlarda (3-9 dakika) 1 ng/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi tungsten ile kaplamalı SQT ye gönderildikten sonra her seferinde 30  $\mu\text{L}$  MIBK püskürtüldü ve absorbans değerleri okundu. Numune çekiş hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.25’de Şekilden de açıkça görüldüğü üzere 5 mL/dak çekiş hızı optimum çekiş hızı olarak tespit edildi.



**Şekil 4. 25.** W kaplamalı SQT AT-FAAS Numune çekiş hızı optimizasyonu

##### 4.4.6. Hava akış hızı optimizasyonu

Hava akış hızı optimizasyonu 1 ng/L lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltisi kullanılarak yapıldı. Hava akış hızı optimizasyonu sonuçları Şekil 4.26'da görülmektedir. Bu şekilden de açıkça görüldüğü üzere en yüksek absorbansın okunduğu 10 L/dak hava akış hızı optimum akış hızı olarak tespit edildi.

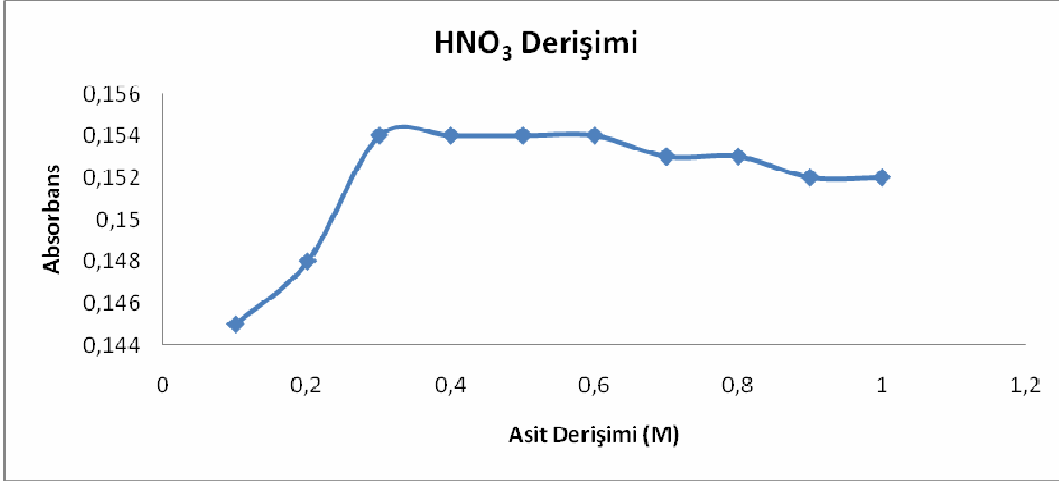


Şekil 4. 26. W kaplamalı SQT AT-FAAS hava akış oranı optimizasyonu

Numune: 1 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$ . Asetilen Akış Hızı 2.18 Organik Çözücü Hacmi:30  $\mu\text{l}$ , SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, , Numune toplama süresi: 5.0 dakika, Asit konsantrasyonu: 0.4 M.

##### 4.4.7. Asit konsantrasyonu optimizasyonu

Asit konsantrasyonu optimizasyonununda farklı asit konsantrasyonları (0.1-1 M) ile hazırlanan 1.0 ng/mL lik  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltileri 5 dakika boyunca W kaplamalı SQT ortamına gönderildi, daha sonra 30  $\mu\text{L}$  MIBK püskürtüldü ve absorbans değerleri okundu. Şekil 4.27'danda görüldüğü üzere optimum asit konsantrasyonu 0.3 M dir.

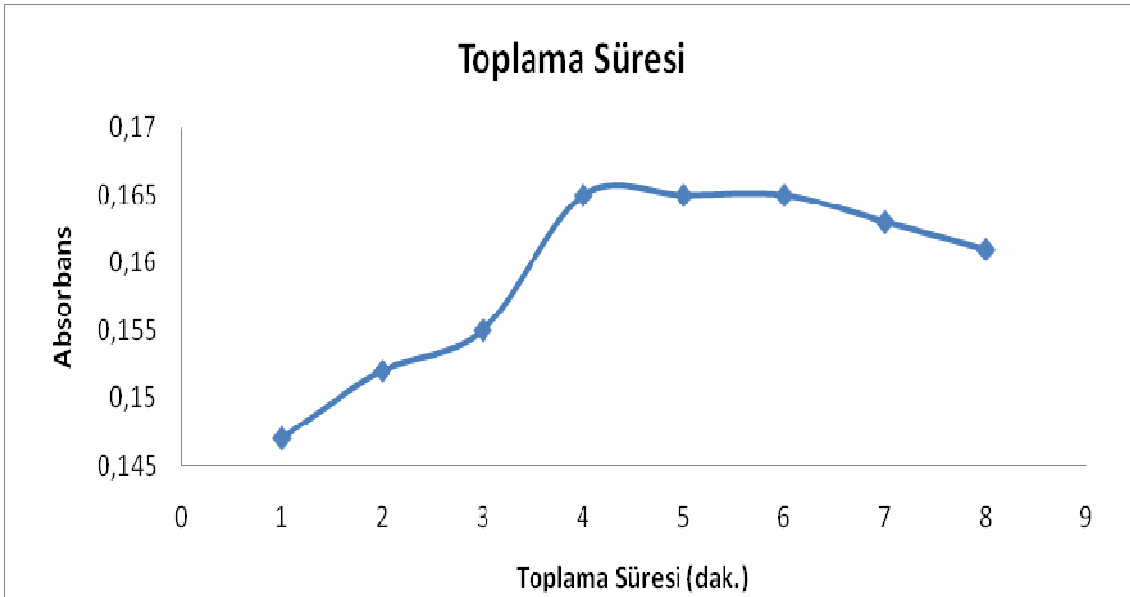


**Şekil 4. 27.** W kaplamalı SQT AT-FAAS asit konsantrasyonu optimizasyonu

Numune: 1 ng/mL Cu<sup>+2</sup>. Asetilen Akış Hızı 2.18 Organik Çözücü Hacmi:30 µl, SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, , Numune toplama süresi: 5.0 dakika

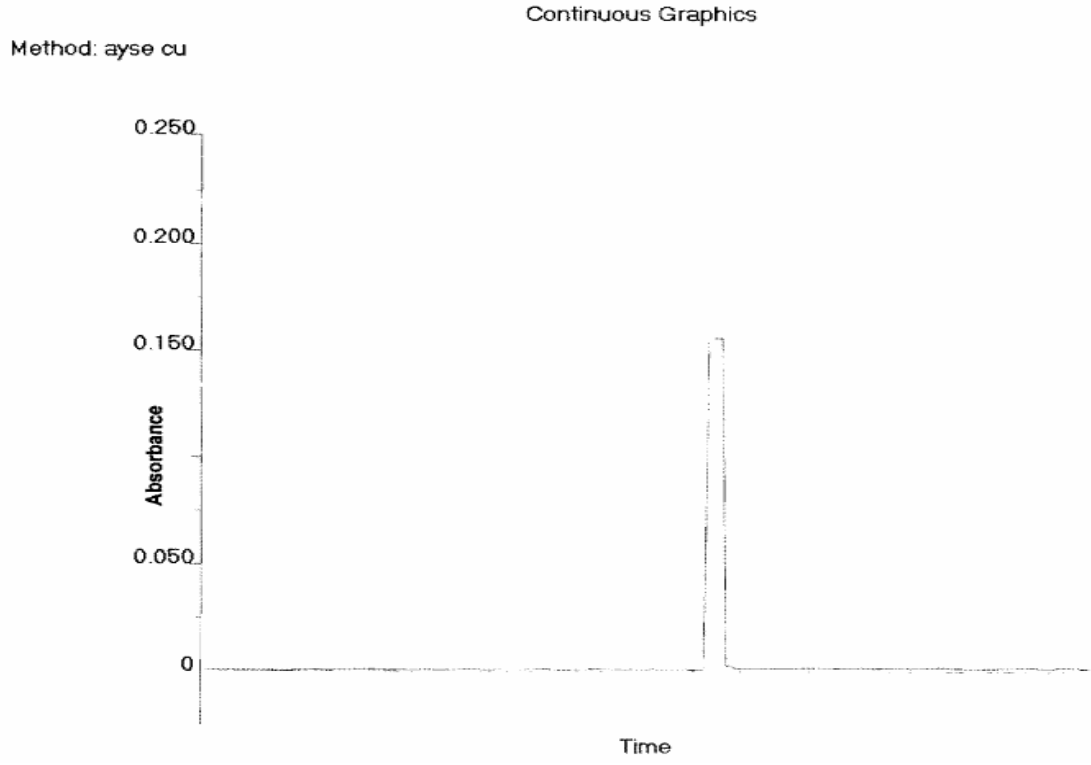
#### 4.4.8. Toplama süresi optimizasyonu

Toplama süresi optimizasyonu için 1.0 ng/mL Cu<sup>2+</sup>çözeltilisi farklı süreler boyunca W kaplamalı SQT ortamına gönderildi (1-8 dak.) daha sonra 30 µL MIBK püskürtüldü ve absorbans değerleri okundu. Şekil 4.28’de görüldüğü üzere optimum toplama süresi değeri 4 dak olarak tespit edildi. Ayrıca okunan sinyal piki de Şekil.4.29’da görülmektedir.



**Şekil 4. 28.** W kaplamalı SQT AT-FAAS toplama süresi optimizasyonu.

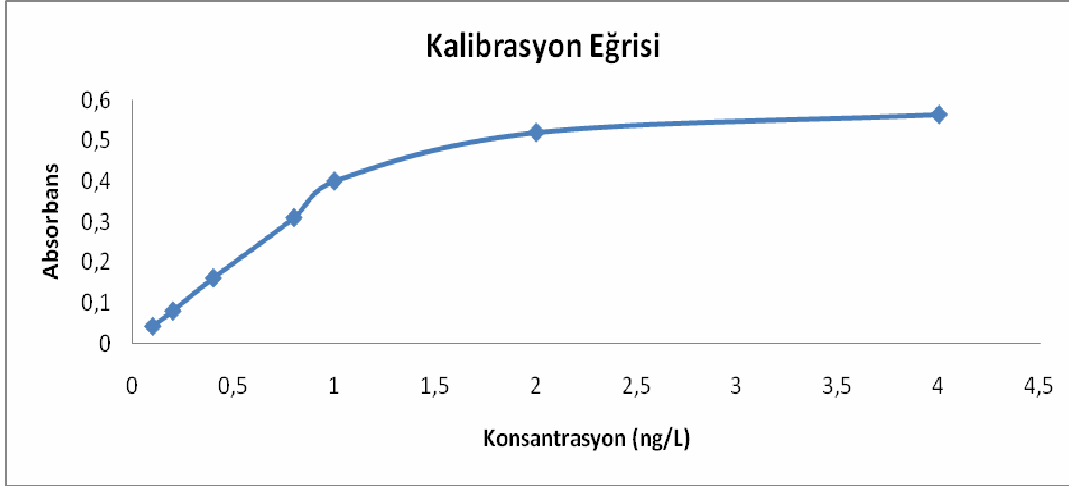
Numune: 1 ng/mL  $\text{Cu}^{+2}$ . Asetilen Akış Hızı 2.18 Organik Çözücü Hacmi:30  $\mu\text{l}$ ,  
SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, ,



Şekil 4. 29. Kaplı SQT-AT-AAS de 1.0 ng/mL'lik  $\text{Cu}^{+2}$  çöz.sinyali

#### 4.4.9. Kaplamalı SQT-AT-FAAS için kalibrasyon

W kaplamalı SQT-FAAS-AT metodunda kalibrasyon eğrisinin çizilmesi için 0.1-4 ng/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilerinin absorbans değerleri okundu. Kalibrasyon eğrisi Şekil 4.30'da verilmiştir.



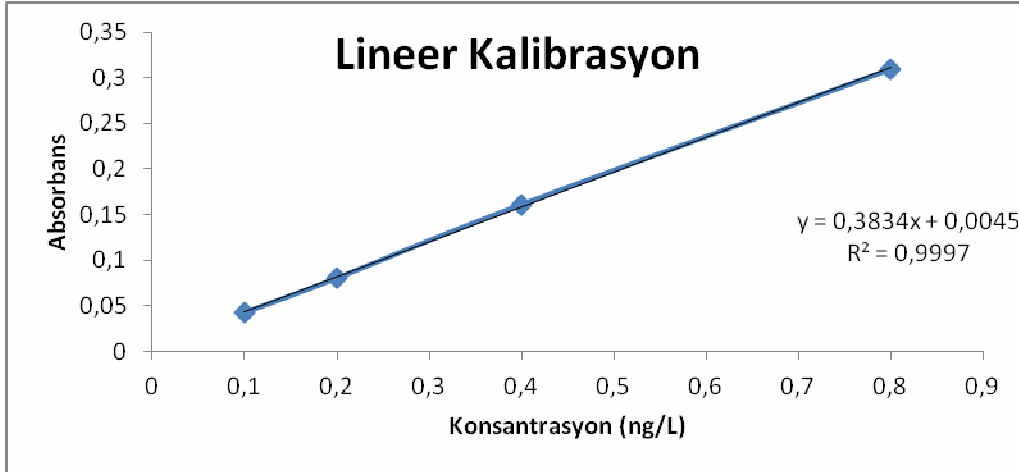
Şekil 4. 30. W kaplamalı SQT AT-FAAS kalibrasyon eğrisi.

Asetilen Akış Hızı 2.18 Organik Çözücü Hacmi:30 µl,

SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, Numune toplama süresi: 5.0 dakika

#### 4.4.10. Kaplamalı SQT-AT-FAAS için lineer kalibrasyon grafiği

W kaplamalı SQT-FAAS-AT metodunda kalibrasyon eğrisinin çizilmesi için 0.1-0.8 ng/L  $\text{Cu}^{2+}$  çözeltilerinin absorbans değerleri okundu. Lineer Kalibrasyon eğrisi Şekil 4.31'de verilmiştir.



Şekil 4. 31. W kaplamalı SQT AT-FAAS kalibrasyon eğrisi.

Asetilen Akış Hızı 2.18 Organik Çözücü Hacmi:30 µl,

SQT nin alevden uzaklığı: 2 cm, Numune toplama süresi: 5.0 dakika

#### 4.BULGULAR VE TARTIŞMA

0.1 ng/mL  $\text{Cu}^{2+}$  alınıp 11 kere ölçülüp gerekli hesaplamalar yapıldığında LOD 0.02 ng/mL, LOQ 0.07 ng/mL, karakteristik konsantrasyon  $\text{Co}$  0.01 ng/mL,  $m_0$  ise 0.21 ng/mL olarak bulundu. Değerler Çizelge 4.12’de verilmiştir.

**Çizelge 4. 11.** W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun şartları

Parametreler	SQT-AT-FAAS Metodunun Şartları
Organik Çözücü	MIBK
Organik Çözücünün Hacmi	30 $\mu$ L
Asetilen Akış Hızı	1.86 L/dak
Toplama Süresi	5.0 dakika
Numune Çekiş hızı	8.2 mL/dak
Kuvars Yüksekliği	2 cm
Kaplama materyali	Tungsten

**Çizelge 4. 12.** W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun performansı

Gözlenebilme Sınırı (LOD) ng/mL	0.02
Tespit Sınırı (LOQ) ng/mL	0.07
Karakteristik Konsantrasyon ( $\text{Co}$ ) ng/mL	0.01
Analit kütlesi ( $m_0$ ) ng/mL	0.21

#### 4.5. Kaplamalı SQT-AT- FAAS metodunda $\text{Cu}^{+2}$ ,nin İnterfer çalışması

Çalışmada bazı katyon ve anyonların cihazın sinyalleri üzerine nasıl etki ettiği araştırıldı. Bunun için  $\text{Cu}^{+2}$  ile etkisi araştırılacak katyon veya anyon 1,10,100 kat olacak şekilde hazırlanıp, analizi yapıldı.



**Çizelge 4. 13.** Kaplamalı SQT-AT- FAAS metodunda Cu<sup>+2</sup>'nin İnterfer çalışması.

ELEMENT	INTERFER ORANLARI		
	1	10	100
Na	98	93	91
Ca	101	99	95
Mg	94	90	87
K	90	88	85
Mn	98	104	95
Cr	93	91	87
Fe	90	82	76
Zn	102	106	108
Al	92	97	105
Co	104	110	101
Cd	95	103	110
Ni	105	97	96
Mo	100	95	101
Sn	87	83	94
Se	108	105	110
SO <sub>4</sub> <sup>-2</sup>	93	96	98
Cl <sup>-</sup>	105	108	108
PO <sub>4</sub> <sup>-3</sup>	107	103	100

#### 4.BULGULAR VE TARTIŞMA

---

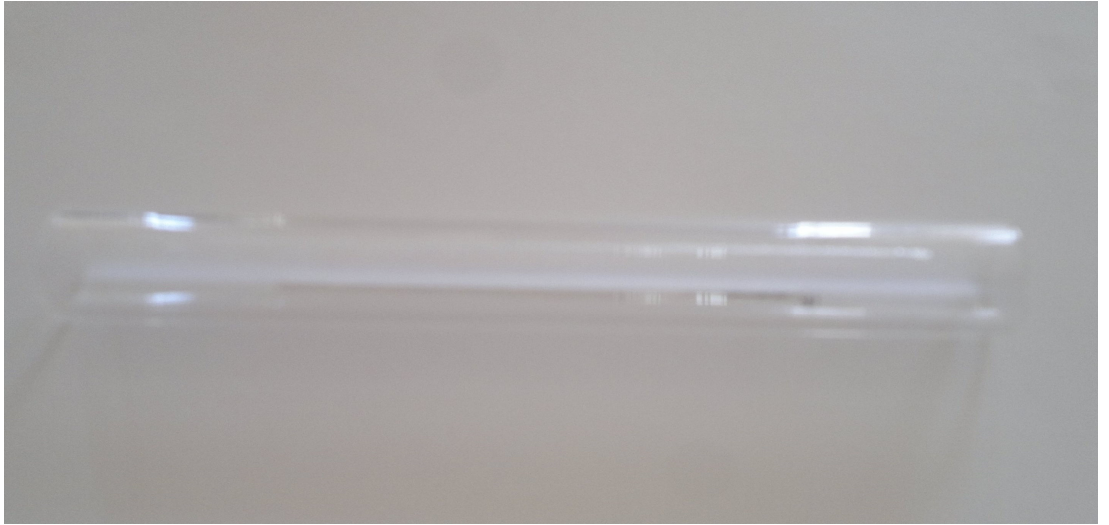
Yapılan çalışmanın doğruluğu Trace Elements in Water Standart Reference Material 1643'e (National Institute of Standart &Technology) SRM ile kontrol edilmiştir. Sonuçlar Çizelge 4.14'de verilmiştir.

Analizlerin doğruluğu için SRM analizi yapıldı.

**Çizelge 4. 14.** W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun doğruluğu

Trace Elements in Water Standart Reference Material 1643e National Institute of Standart &Technology	Sertifika Değeri, µg/L	Bulunan Değer, µg/L
	22.76 ± 0.31	21.82 ± 0.16

Çalışmada kaplamadan önce ve kaplamadan sonra SQT'nin durumunu gösteren şekiller aşağıda verilmiştir.



**Şekil 4. 32.** İşlem görmeden önceki SQT'nin şekli



**Şekil 4. 33.** W kapladıktan sonra SQT'nin şekli

#### **4.6. SQT-AT-FAAS metodunun gerçek numunelere uygulanması**

Diyarbakır ilinde marketlerde ticari olarak satılan ülkemizin farklı kaynaklarından şişelenen hazır içme suları satın alındı. Her bir markadan 20 adet numune alınarak analizleri SQT-AT-FAAS yöntemiyle analizleri yapıldı. Sonuçlar çizelge 4.15'de verilmiştir.

**Çizelge 4. 15.** SQT-AT-FAAS ile farklı markalara ait içme sularında bulunan bakır konsantrasyonları

İçme suyu markası	Bakır konsantrasyonu (ng/mL)
A marka	8.49 ± 0.78
B marka	9.31 ± 0.65
C marka	11.86 ± 0.83
D marka	10.54 ± 0.94
E marka	3.65 ± 0.24
F marka	24.47 ± 0.89
H marka	19.35 ± 1.06
I marka	6.11 ± 0.48
J marka	3.89 ± 0.60
K marka	13.24 ± 0.64

Bu sonuçlardan da görüldüğü üzere hiçbir markada bakır konsantrasyonu WHO (1999) 0.01 µg/mL ve TSE 2005/266 yönetmeliklerinde belirtilen 0.05 µg/mL değerinin üstünde değildir. Ayrıca içme suyunun sağlandığı kaynağın bulunduğu bölgeye göre de bakır konsantrasyonunda farklılıklar görüldü.

#### **4.7. W kaplamalı SQT-AT-FAAS metodunun gerçek numunelere uygulanması**

Diyarbakır ilinde marketlerde ticari olarak satılan ülkemizin farklı kaynaklarından şişelenen hazır içme suları satın alındı. Her bir markadan 20 adet numune alınarak analizleri W kaplamalı SQT-AT-FAAS yöntemiyle analizleri yapıldı. Sonuçlar çizelge 4.16'da verilmiştir.

**Çizelge 4. 16.** W kaplamalı SQT-AT-FAAS ile farklı markalara ait içme sularında bulunan bakır konsantrasyonları

İçme suyu markası	Bakır konsantrasyonu (ng/mL)
A marka	8.69 ± 0.14
B marka	9.45 ± 0.23
C marka	11.94 ± 0.21
D marka	10.62 ± 1.94
E marka	3.49 ± 0.65
F marka	24.49 ± 0.92
H marka	19.56 ± 1.29
I marka	6.02 ± 0.56
J marka	3.97 ± 0.89
K marka	13.46 ± 0.62

Bu sonuçlardan da görüldüğü üzere hiçbir markada bakır konsantrasyonu WHO (1999) 0.01 µg/mL ve TSE 2005/266 yönetmeliklerinde belirtilen 0.05 µg/mL değerinin üstünde değildir. Ayrıca içme suyunun sağlandığı kaynağın bulunduğu bölgeye göre de bakır konsantrasyonunda farklılıklar görüldü.

### 5. SONUÇ VE ÖNERİLER

Çevre ve gıdalardaki toksik metallerin miktarını, teknoloji ve endüstriyel alandaki hızlı gelişmeler önemli ölçüde etkilemekte ve bunların tayini, canlıların sağlığı için büyük önem taşımaktadır. Yapılan analizlerle, toksik metallerin miktarlarının kontrol edilmesi ihtiyacı, analiz metotları alanında olağanüstü hızlı gelişmelere neden olmaktadır. Günümüzde, çok az derişimlerde ve numune miktarlarının az olduğu durumlarla giderek daha fazla karşı karşıya kalınmaktadır. Artık bu durumlarda da, bu sıkıntıların giderek aşıldığı ve hızlı, ardışık, ekonomik tayinlerle sonuç alınmaktadır. Bu amaçla spektroskopik yöntemler içinde en ekonomik, hızlı ve güvenilir analizlerde FAAS daha fazla tercih edilmektedir. Ancak mg/L miktar analizinin çok rahat yapılabildiği FAAS ile önderiştirme metotları kullanılarak artık ultraeser miktarların (ng/L) tayini de mümkün olabilmektedir.

Bu çalışma alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile toksik bir metal olan bakır tayini için duyarlı bir yöntem geliştirmeyi amaçlamaktadır. Bunun için ilk olarak, analizler FAAS ile gerçekleştirilmiştir. FAAS ile yapılan çalışmalarda,  $Cu^{2+}$  analizini en iyi şekilde yapabilmek için bazı parametreler optimize edildi. Bunlar; asetilenin akış hızı, numune çekiş hızı ve asit ( $HNO_3$ ) konsantrasyonudur. Bu parametrelerde en iyi adım belirlenerek, FAAS yönteminde analitiksel parametreler hesaplandı.

İkinci adımda, yarıklı kuvarz tüp kullanılarak (SQT-FAAS) sistem daha duyarlı hale getirilmeye çalışıldı. Kurulan bu sistemde, asetilen akış hızı, asit konsantrasyonu ve numune çekiş hızı gibi parametreler optimize edildi. Lineer kalibrasyon eğrisi çizilerek, analitiksel parametreler belirlendi. Analit atomlarının ölçüm noktasında kalma süresini arttırmak amacıyla kullanılan yarıklı kuvarz tüplerle FAAS'ye göre yaklaşık 2.21 kat zenginleştirme yapıldı.

Üçüncü adımda, kurulan SQT-AT-FAAS sistemi ile, duyarlılık daha fazla arttırılmaya çalışıldı. Bu adımda bakır atomları 5 dk. boyunca SQT yüzeyi üzerinde toplandıktan sonra, ortama Çizelge 4.3 te görülen organik çözücüler püskürtülerek bunların etkileri incelendi. En yüksek absorbansı MIBK verdiği için ideal organik çözücü olarak belirlendi. Organik çözücülerin kullanılmasıyla SQT üzerinde toplanmış olan analitin daha kolay atomlaşması sağlandı. Bunun sonucu tayin edilebilecek

konsantrasyondan daha düşük konsantrasyonlar (ppb mertebesinde) tayin edilmiş oldu. Organik maddelerde yüzey gerilimi düşük olduğu için atomlaşmanın daha iyi olduğu sonucuna varıldı. Ortama MIBK püskürtüldükten sonra alev şiddetinin arttığı gözlemlendi

SQT-AT-FAAS yöntemi ile atom tuzaklı sistemde organik çözücünün hacmi, asetilen akış hızı, numune çekiş hızı, toplama süresi ve asit konsantrasyonu parametreleri optimize edildi ve lineer kalibrasyon eğrisi çizildi. Burada 1ppb  $\text{Cu}^{2+}$  analizi rahatlıkla yapılabildiği görüldü.

Dördüncü adımda analizler, kaplamalı SQT-AT-FAAS ile gerçekleştirildi. İlk olarak SQT nin iç yüzeyi bazı metallerle kaplandı. Bu metaller ve özellikleri Çizelge 4.9'da görülmektedir. Bunun için kaynama noktası, analitin kaynama noktasından çok yüksek olan metaller seçilerek, aralarında kolay iyonlaşmayan ve analiti ortama kolay bırakan metal kaplama malzemeleri tercih edildi. Tungsten, Molibden, Zirkonyum, Titan ve Bor kaplama materyalleri olarak denendi ve bu metaller arasında W en ideal kaplama materyali olarak belirlendi. Üçüncü adımda yapılan optimizasyonlar bu adımda tekrarlandı. Burada FAAS'ye göre 0.1 ppb  $\text{Cu}^{2+}$  analizi rahatlıkla okundu.

Analizlerin ve cihazın doğruluğunu belirlemek için, SQT-AT-FAAS ve kaplamalı SQT-AT-FAAS metodları ile 1643'e National Institute of Standart & Technology standart referans maddesinin analizleri gerçekleştirildi (Çizelge 4.7 ve Çizelge 4.13). Sonuçlardan görüldüğü üzere, metodların doğruluğu oldukça yüksektir.

Diyarbakır ilindeki marketlerden alınan ve Türkiye'nin farklı illerinden çıkan değişik markalara ait içme sularının analizleri, SQT-AT-FAAS ve kaplamalı SQT-AT-FAAS ile gerçekleştirildi. Bu analizlerden elde edilen değerler WHO 1999 ve TSE 2005/266 yönetmeliğine göre içme sularında izin verilen minimum bakır konsantrasyonları ile kıyaslandı. Analizleri yapılan içme sularının hiçbirinde bakır izin verilen değer üzerinde çıkmadı. Yalnız bakır konsantrasyonu sanayinin daha gelişmiş olduğu illerde dolmuş yapılan sularda diğerlerine göre daha yüksek çıktığı belirlendi. Aynı zamanda Cu maden yataklarının olduğu bölgelerde bakır miktarı fazla çıktı. Bu da içme sularının sıklıkla analiz edilmesi gerektiği sonucunu çıkarmamıza neden oldu.

### 6. KAYNAKLAR

Altınıřık, M., 2004.Spektroskopik analiz yöntemleri, Adnan Menderes Üniversitesi Tıp Fakültesi Biyokimya Anabilim Dalı Ders Notları.

Arı, B., 2009 .Development of sensitive analytical methods for thallium determination by atomic absorption spectrometry. M.S. Department of chemistry METU, Ankara, 4

Bakırdere, S. 2003. Elazig çevre yolu kenarındaki toprak örneklerinde kurşun tayini, Yüksek lisans tezi, Fırat üniversitesi fen bilimleri enstitüsü, Elazig.

Bal, T., 2011. Renkli şekerlemelerde eser metallerin atom tutucu yarıklı tüp atomik absorpsiyon spektrofotometresi ile tayini, Yüksek lisans tezi Fırat üniversitesi Fen bilimleri enstitüsü .Elazig.

Eriřim: (<http://www.bottledwater.org>) Eriřim tarihi: 10.08.1999

Eriřim:([http://cadde.milliyet.com.tr/YazarDetay/1478331/Suyumuza\\_sahip\\_cikalim](http://cadde.milliyet.com.tr/YazarDetay/1478331/Suyumuza_sahip_cikalim). Eriřim tarihi:2010/12/12

Dahiya, S., Karpe, R., Hegde, A.G., and Sharma, R.M., 2005.Lead ,cadmium and nickel in chocolates and candies from suburban areas of Mumbai, India, Journal of Food Composition and Analysis, 18, 517-522.

Demirtas., I, 2009. Lead determination by flame atomic absorption spectrometry using a slotted quartz tube atom traps and metal coatings. M.S. Department of chemistry METU, Ankara.

Dollwet, H., Sorenson, J.,1985. Historicuses of coppercompounds inmedicine. TraceElementsMed, 2:80-87.

Ertař. N., 1990. Atom trapping atomic absorption spectrometry using silica and metal tubes. Faculty of Arts and Sciences M.S.In chemistry. Ankara .Page: 20-36

Gurbetlioglu, P., 2010. Determination of cadmium using slotted quartz tube atom trap absorption spectrometry and metal coatings .M.S. Department of chemistry METU, Ankara.

Gündüz, T., 2005. Instrumental Analiz. 9. baskı. Ankara. Sayfa :553-580

Gündüz, T., 1999. Yarı Mikro Kalitatif Analiz .7.baskı.Sayfa :28-38



Gholami, M., Farjoud, J.M., Sepehri M., Nazari, A., Gholami, M., Behkami, S., Ataman, Y.O., 2011. Sensitivity Enhancement For Slotted Quartz Tube Flame Atomic Absorption Spectrometry Using a Gas Screen. *Analytical Letters*, 44:2513-2520.

Higdon, J., and Drake, V., J., 2012. *Copper An Evidence Based Approach to Vitamins and Minerals*. Georg Thieme Verlag, Stuttgart, Germany 2nd edn. pp. 135–141.

iTO Yayın No: 56 (Eylül 1999) Türkiye'de içme suyu sektörü sorunları ve çözüm önerileri.

Erişim: <http://www.ito.org.tr/Dokuman/Sektor/1-44.pdf>, Hazırlayan: Selin Sarı, Erişim tarihi: 2004

Karadeniz, D., 1998. Atom trapping atomic absorption spectrometry using slotted quartz tube M.S., Department of Chemistry METU, Ankara.

Kaya, G., 2007. Atomik absorpsiyon spektrometresi ile bazı metallerin duyarlılığının artırılmasında STAT'ın kullanılması ve biyomonitör bitkilerin belirlenmesinde uygulanması .Doktora tezi. Fırat Üniversitesi Fen bilimleri Enstitüsü. Elazığ.

Kılıç, I., ve Koseoğlu, F., 1996 . *Analitik kimya* .Ankara .Sayfa : 1-15.

Kılıncı, E., 2012. Sensitive determination of bismuth by flame atomic absorption spectrometry using atom trapping in a slotted quartz tube and volatilization with organic solvent pulse. Department of Chemistry Dicle University, Diyarbakır.

Kılıncı, E., Bakırdere, S., Aydın, F., Ataman, Y.O., 2012. Sensitive determination of bismuth by flame atomic absorption spectrometry using atom trapping in a slotted quartz tube and volatilization with organic solvent pulse. *Spectrochimica Acta Part B*, 73, 84-88.

Erişim: (<http://www.kimyaevi.com>) Erişim tarihi: 11.12.2012 ve 03.01.2012

Kozłowska, H., Luczkowska, M., Remellib, M., Valensinc, D., 2012. Copper, zinc and iron in neurodegenerative diseases (Alzheimer's, Parkinson's and prion diseases), *Coordination Chemistry Reviews*, 256: 2129–2141.

Kuhn, P.J., 1983, Doorknobs: a source of nosocomial infection. *DiagnostMed*:62-63.

Mackiea, K.A., Müllerb, T., Kandelera E., 2012. Remediation of copper in vineyards: A mini review. *Environmental Pollution*, 167:16-26.

Matusiewicz, H., 1997 . Atom trapping and situ preconcentration techniques for flame atomic absorption techniques for flame atomic absorption spectrometry. *Spectrochim Acta B* 52 . Page: 1711-1736.

Michels, HT., Anderson, DG., 2008. Antimicrobial regulatory efficacy testing of solid copper alloy surfaces in the USA. *Metal Ions Biol Med*, 10:185-190.

Mizuike, A., 1983. Enrichment techniques for inorganic trace element analysis .Springer-Verlag, New York.

Mertz, A., 1987. Trace elements in human and animal nutrition fifth Ed. Academic Press, New York.

McBride, M., Tiller, K., Merry, R., 1981. Copper in Soils and Plants. Academic Press, Sydney.

Osmanbařoglu, M., 2011. Tellurium determination by flame atomic absorption spectrometry using a slotted quartz tube atom trap and metal coating. M.S. Department of chemistry METU, Ankara

Özmen, D., 2002. Atom tuzaklı atomik absorpsiyon spektrometresi ile tekstil ürünlerinde kadmiyum, kurşun ve antimon tayini. Yüksek lisans tezi. ODTU, Ankara.

Peker, İ., 2006. Çevre Sorunları 3. Baskı. Sayfa:93.

Roma, D.L., Olivares, M., Uauy, R. And Araya, M. 2011. Risks and benefits of copper in light of new insights of copper homeostasis. *J. Trace Elem. Med Biol.* 25: 3–13.

Soylak, M., 2009. Bazı eser ağır metal iyonlarının membran filtreler üzerinde zenginleştirilmesi YİBO çalışması TUSSEGE-Gebze.

Skoog-West-Holler-Crouch, 2009. Analitik Kimya. 8. baskı. Sayfa: 92-94

Stout, JE., Yu VL. 2003. Experiences of the first 16 hospitals using copper and silver ionization for Legionella control: implications for the evaluation of other disinfection modalities. *Infect Control Hosp Epidemiol*, 24:563-568.

Tanrıverdi, N., 2012. Atom tuzaklı atomik absorpsiyon spektrometresi ile kurşun tayini, Yüksek lisans tezi, Dicle Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü. Diyarbakır.

Yaman, M., 2001. Simultaneous enrichment of Cd, Pb, Ni, Al and their determination in water by STAT-FAAS. Page: 763-772.

Yaman, M., and Akdeniz. I., 2004. Sensitivity enhancement in flame atomic absorption spectrometry for determination of copper in human thyroid tissues .Anal. Sci. 20,1363-1388.

Yıldız, A., ve Genç. Ö., 1993. Enstrümantal Analiz.69. baskı. Ankara.Sayfa: 121-155

Erişim:<http://tr.wikipedia.org/wiki/Bak>

Wightwick, A., Mollah, M., Smith, J., MacGregor, A., 2006. Sampling considerations for surveying copper concentrations in Australian vineyard soils. Australian Journal of Soil Research, 44: 711-717.

World Health Organization 2000. Fifty-third report series 896. Geneva, Switzerland.

## ÖZGEÇMİŞ

### Kişisel Bilgiler

**Adı Soyadı:** Ayşe Güneri

**Doğum Tarihi :** 28/10/1984

**Doğum Yeri :** Bismil

**Mesleği:** Kimyager

**Yabancı dili:** ingilizce

**e-mail adresi :** aysagnr@hotmail.com

### Eğitim Bilgileri

**Lise :** Bismil Lisesi(süper lise)

**Tezsiz Yüksek Lisans:** Fırat Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, Kimya Öğretmenliği

**Lisans :** Dicle Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya bölümü