



T.C.  
İSTANBUL ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ



**DOKTORA TEZİ**

**RADYOAKTİF SEZYUM VE STRONSIYUMUN POLİMERİK  
MADDELER ÜZERİNDE ADSORPSİYONU**

**Kayhan KUBAT**

**Kimya Anabilim Dalı**

**Fiziksel Kimya Programı**

**DANIŞMAN  
Prof. Dr. Gülten ATUN**

**II. DANIŞMAN  
Prof. Dr. Tülin Banu İYİM**

**Haziran, 2018**

**İSTANBUL**

Bu çalışma, 29.06.2018 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından Kimya Anabilim Dalı  
, Fiziksel Kimya Programında Doktora tezi olarak kabul edilmiştir.

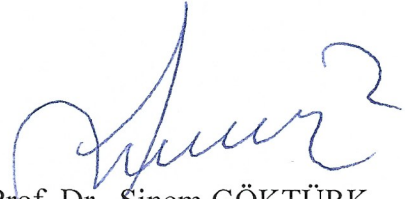
### Tez Jürisi



Prof. Dr. Gülten ATUN(Danışman)  
İstanbul Üniversitesi  
Mühendislik Fakültesi



Prof. Dr. Saadet Kevser  
PABUCCUOĞLU  
İstanbul Üniversitesi  
Mühendislik Fakültesi



Prof. Dr. Sinem GÖKTÜRK  
Marmara Üniversitesi  
Eczacılık Fakültesi



Prof. Dr. Cemal ÖZEROĞLU  
İstanbul Üniversitesi  
Mühendislik Fakültesi



Prof. Dr. Ferdane KARAMAN  
Yıldız Teknik Üniversitesi  
Fen Edebiyat Fakültesi



20.04.2016 tarihli Resmi Gazete’de yayımlanan Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin 9/2 ve 22/2 maddeleri gereğince; Bu Lisansüstü teze, İstanbul Üniversitesi’nin aboneli olduğu intihal yazılım programı kullanılarak Fen Bilimleri Enstitüsü’nün belirlemiş olduğu ölçütlere uygun rapor alınmıştır.

Bu tez, İstanbul Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Yürütücü Sekreterliğinin 25047 numaralı projesi ile desteklenmiştir.

## ÖNSÖZ

Uzun yıllar sonra geri döndüğüm doktora çalışmasına beni kabul ederek danışmanlığımı üstlenen saygıdeğer hocam Prof. Dr. Gülten ATUN' a öncelikli olarak teşekkürü bir borç bilirim. Çalışma hayatımın yoğun temposu içinden ayırabildiğim kısıtlı zamanlarda yaptığım çalışmalara gösterdiği sabır ile bu tezin tamamlanmasında önemli pay sahibidir.

Polimer hidrojellerin hazırlanma aşamasında, polimerizasyon parametrelerinin belirlenmesinde verdiği destek için Prof. Dr. Tülin Banu İYİM'e teşekkür ederim.

Çekmece Nükleer Araştırma Ve Eğitim Merkezi bünyesinde denemelerde gerekli izotopların temini, ölçümlerin yapılması ve polimer yapısının karakterinin aydınlatılması için gerekli analizlerin yapılmasında yardımlarını esirgemeyen değerli arkadaşım Dr. Neşet ÖZTÜRK' e özel olarak teşekkür ederim. Ayrıca Dr. Bektaş KARAKELLE, Dr. Ahmet YAYLI, Dr. Sevgi AKBAL ve Dr. Funda ŞİMŞEK' e teşekkürlerimi sunmak isterim.

Uzun yıllar sonra tekrar karşılaştığımızda sanki hiç ara vermemişiz gibi beni karşılayan ve çalışmalarım boyunca beni sabırla dinleyerek destekleyen, her an yanımda olan değerli dostum Prof. Dr. Ali İsmet KANLI' ya teşekkür ederim.

Sevgi ve saygıyla

Haziran 2018

Kayhan KUBAT

# İÇİNDEKİLER

	Sayfa No
ÖNSÖZ .....	iv
İÇİNDEKİLER .....	v
ŞEKİL LİSTESİ .....	ix
TABLO LİSTESİ .....	xiii
SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ .....	xv
ÖZET .....	xvi
SUMMARY .....	xviii
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. GENEL KISIMLAR .....</b>	<b>3</b>
2.1. GENEL BİLGİ .....	3
2.1.1. Adsorpsiyon .....	8
2.1.2. Fiziksel Adsorpsiyon .....	8
2.1.3. Kimyasal Adsorpsiyon .....	8
2.1.4. İyonik Adsorpsiyon .....	8
2.2. ADSORPSİYON İZOTERMİ .....	9
2.2.1. Freundlich İzotermi .....	9
2.2.2. Langmuir İzotermi .....	10
2.3. ADSORPSİYON KİNETİĞİ .....	11
2.3.1. Yalancı Birinci Dereceden Kinetik Model .....	11
2.3.2. Yalancı İkinci Dereceden Kinetik Model .....	11
2.3.3. Vermeulen Difüzyon Modeli .....	12
<b>3. MALZEME VE YÖNTEM .....</b>	<b>13</b>
<b>3.1. POLİMER SENTEZİ .....</b>	<b>14</b>
3.1.1. Ön Denemeler .....	14

3.1.1.1.	<i>Hedef İyon Çözeltisinin Hazırlanması</i>	14
3.1.1.2.	<i>Stronsiyum İyon Damgalı Polimerin Hazırlanması</i>	15
3.1.1.3.	<i>Stronsiyum Tayini</i>	20
3.1.1.4.	<i>Hedef İyonların Polimerden Uzaklaştırılması</i>	21
3.1.2.	Sezyum İyon Damgalı Polimerlerin Hazırlanması	27
3.1.2.1.	<i>Sezyum İyon Damgalı Hema Hidrojelinin Hazırlanması</i>	28
3.1.2.2.	<i>Sezyum İyon Damgalı AMPS Hidrojelinin Hazırlanması</i>	29
3.1.2.3.	<i>Sezyum İyon Damgalı Akrilamid Hidrojelinin Hazırlanması</i>	31
3.1.3.	Stronsiyum İyon Damgalı Polimerlerin Hazırlanması	32
3.1.3.1.	<i>Stronsiyum İyon Damgalı Akrilamid Hidrojelinin Hazırlanması</i>	33
3.1.3.2.	<i>Stronsiyum İyon Damgalı HEMA Hidrojelinin Hazırlanması</i>	34
3.1.3.3.	<i>Stronsiyum İyon Damgalı AMPS Hidrojelinin Hazırlanması</i>	36
3.2.	POLİMER KARAKTERİZASYONU	38
3.3.	ADSORPSİYON DENEMELERİ	38
3.3.1.	Hazırlanan Polimerler ile Sezyum Adsorpsiyonu	38
3.3.1.1.	<i>Kinetik Çalışması</i>	38
3.3.1.2.	<i>Su Tutma Kapasitesi</i>	39
3.3.1.3.	<i>Adsorpsiyon İzotermi</i>	39
3.3.2.	Hazırlanan Polimerler ile Stronsiyum Adsorpsiyonu	40
3.4.	SEZYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ	41
3.5.	STRONSIYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ	41
3.6.	ADSORPSİYON ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI	42
3.6.1.	Stronsiyum Çözeltilerinin Hazırlanması	42
3.6.2.	Sezyum Çözeltilerinin Hazırlanması	43
3.7.	KULLANILAN KİMYASALLAR	45
3.7.1.	Monomerler	45
3.7.2.	Çapraz Bağlanma Ajanı	45
3.7.3.	Tuzlar	46
3.8.	KULLANILAN CİHAZLAR	46
<b>4.</b>	<b>BULGULAR</b>	<b>47</b>
4.1.	POLİMER KARAKTERİZASYONU	47
4.1.1.	X-Işınları Difraktometresi XRD	47

4.1.1.1.	AMPS Polimeri (X-Işınları Diffraktometresi) XRD Analizi .....	47
4.1.1.2.	HEMA Polimeri (X-Işınları Diffraktometresi) XRD Analizi .....	51
4.1.1.3.	AAM Polimeri (X-Işınları Diffraktometresi) XRD Analizi .....	53
4.1.2.	Taramalı Elektron Mikroskopu (SEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (SEM-EDS) .....	55
4.1.3.	Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR) .....	70
4.2.	KİNETİK ÇALIŞMASI .....	74
4.2.1.	Polimerlerin Su Tutma Kapasiteleri .....	85
4.2.2.	Vermeulen Difüzyon Modeli .....	85
4.3.	SEZYUM ADSORPSİYON İZOTERMLERİ .....	90
4.4.	SEZYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ .....	99
4.5.	STRONSIYUM ADSORPSİYON İZOTERMLERİ .....	101
4.6.	STRONSIYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ .....	112
<b>5.</b>	<b>TARTIŞMA VE SONUÇ .....</b>	<b>114</b>
5.1.	XRD SONUÇLARI .....	114
5.1.1.	AMPS Hidrojelleri XRD Sonuçları .....	114
5.1.2.	HEMA Hidrojelleri XRD Sonuçları .....	115
5.1.3.	AAM Hidrojelleri XRD Sonuçları .....	115
5.2.	FTIR SONUÇLARI .....	115
5.2.1.	Sr-AMPS Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	115
5.2.2.	Sr-HEMA Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	116
5.2.3.	Sr-AAM Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	116
5.2.4.	Cs-AMPS Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	116
5.2.5.	Cs-HEMA Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	117
5.2.6.	Cs-AAM Hidrojelleri DRIFT Sonuçları .....	117
5.3.	SEM - EDS SONUÇLARI .....	117
5.4.	KİNETİK SONUÇLARI .....	118
5.5.	İZOTERM SONUÇLARI .....	119
5.5.1.	Sezyum İzotermi .....	119
5.5.2.	Sezyum Adsorpsiyonu Üzerine İyon Etkisi Sonuçları .....	120
5.5.3.	Stronsiyum İzotermi .....	120
5.5.4.	Stronsiyum Adsorpsiyonu Üzerine İyon Etkisi Sonuçları .....	121
5.6.	LİTERATÜR KARŞILAŞTIRMASI .....	122

<b>KAYNAKLAR .....</b>	<b>124</b>
<b>ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>127</b>





## ŞEKİL LİSTESİ

	Sayfa No
Şekil 4.1: AMPS polimerine ait XRD grafiği. ....	47
Şekil 4.2: AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalı) polimerine ait yıkama öncesi XRD grafiği. ....	48
Şekil 4.3: AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalı) polimerine ait yıkama sonrası XRD grafiği. ....	48
Şekil 4.4: AMPS polimeri ve AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalı ) yıkanmamış polimerine ait XRD grafikleri. ....	49
Şekil 4.5: AMPS polimeri ve AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalı ) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri. ....	49
Şekil 4.6: AMPS (Cs <sup>+</sup> damgalı) polimerine ait yıkama sonrası XRD grafiği. ....	50
Şekil 4.7: AMPS polimeri ve AMPS (Cs <sup>+</sup> damgalı) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri. ....	50
Şekil 4.8: AMPS (Cs <sup>+</sup> damgalı) polimeri ve AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalı ) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri. ....	51
Şekil 4.9: HEMA polimerine ait XRD grafiği. ....	51
Şekil 4.10: HEMA (Sr <sup>++</sup> damgalı ) polimerine ait XRD grafiği. ....	52
Şekil 4.11: HEMA (Cs <sup>+</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği. ....	52
Şekil 4.12: HEMA polimeri, HEMA (Sr <sup>++</sup> damgalı ) polimeri ve HEMA (Cs <sup>+</sup> damgalı ) polimerine ait XRD grafikleri. ....	53
Şekil 4.13: AAm polimerine ait XRD grafiği. ....	53
Şekil 4.14: AAm (Sr <sup>++</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği. ....	54
Şekil 4.15: AAm (Cs <sup>+</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği. ....	54
Şekil 4.16: AAm Polimeri, AAm (Sr <sup>++</sup> damgalı) polimeri ve AAm (Cs <sup>+</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafikleri. ....	55
Şekil 4.17: AMPS polimerine ait SEM görüntüsü. ....	56
Şekil 4.18: AMPS polimerine ait SEM EDS analizi. ....	57
Şekil 4.19: AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM görüntüsü. ....	58
Şekil 4.20: AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM EDS analizi. ....	59
Şekil 4.21: AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	59
Şekil 4.22: AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	60
Şekil 4.23: AMPS Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	61

<b>Şekil 4.24:</b> AMPS Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	62
<b>Şekil 4.25:</b> HEMA polimerine ait SEM görüntüsü. ....	62
<b>Şekil 4.26:</b> HEMA polimerine ait SEM EDS analizi. ....	63
<b>Şekil 4.27:</b> HEMA Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	63
<b>Şekil 4.28:</b> HEMA Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	64
<b>Şekil 4.29:</b> HEMA Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	65
<b>Şekil 4.30:</b> HEMA Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	65
<b>Şekil 4.31:</b> AAm polimerine ait SEM görüntüsü. ....	66
<b>Şekil 4.32:</b> AAm polimerine ait SEM EDS analizi. ....	67
<b>Şekil 4.33:</b> AAm Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	67
<b>Şekil 4.34:</b> AAm Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	68
<b>Şekil 4.35:</b> AAm Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü. ....	69
<b>Şekil 4.36:</b> AAm Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	70
<b>Şekil 4.37:</b> AAm (Sr <sup>++</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	71
<b>Şekil 4.38:</b> AMPS (Sr <sup>++</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	71
<b>Şekil 4.39:</b> HEMA (Sr <sup>++</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	72
<b>Şekil 4.40:</b> AAm (Cs <sup>+</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	72
<b>Şekil 4.41:</b> AMPS (Cs <sup>+</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	73
<b>Şekil 4.42:</b> HEMA (Cs <sup>+</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları. ....	73
<b>Şekil 4.43:</b> AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 1. derece kinetik modeli. ....	75
<b>Şekil 4.44:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı1. derece kinetik modeli. ....	76
<b>Şekil 4.45:</b> AAm polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi. ....	77
<b>Şekil 4.46:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AAm polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı1. derece kinetik modeli. ....	78
<b>Şekil 4.47:</b> HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli. ....	79
<b>Şekil 4.48:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli. ....	80
<b>Şekil 4.49:</b> Polimerlerin Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli. ....	80
<b>Şekil 4.50:</b> AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli. ....	81
<b>Şekil 4.51:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli. ....	82
<b>Şekil 4.52:</b> AAm polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli. ....	82
<b>Şekil 4.53:</b> Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli. ....	83

Şekil 4.54: HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli. ....	83
Şekil 4.55: Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli. ....	84
Şekil 4.56: Polimerlerin Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli. ....	84
Şekil 4.57: AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi. ....	86
Şekil 4.58: AMPS polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi. ....	87
Şekil 4.59: HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi. ....	87
Şekil 4.60: HEMA polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi. ....	88
Şekil 4.61: AAm polimeri tek kademeli Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi. ....	88
Şekil 4.62: AAm polimeri iki kademeli Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi. ....	89
Şekil 4.63: AAm polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi. ....	89
Şekil 4.64: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	92
Şekil 4.65: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	92
Şekil 4.66: Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	93
Şekil 4.67: Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	93
Şekil 4.68: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	94
Şekil 4.69: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	94
Şekil 4.70: Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	95
Şekil 4.71: Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	95
Şekil 4.72: AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	96
Şekil 4.73: AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	96
Şekil 4.74: Cs <sup>+</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	97
Şekil 4.75: Cs <sup>+</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	97
Şekil 4.76: AMPS ve Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimerleri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyon izotermleri. ....	98
Şekil 4.77: HEMA ve Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimerleri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyon izotermleri. ....	99
Şekil 4.78: Sezyum adsorpsiyonu üzerine iyon etkisi. ....	101
Şekil 4.79: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	104
Şekil 4.80: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	104
Şekil 4.81: Sr <sup>++</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	105
Şekil 4.82: Sr <sup>++</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	105
Şekil 4.83: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	106
Şekil 4.84: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	106
Şekil 4.85: Sr <sup>++</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izoterminin. ....	107
Şekil 4.86: Sr <sup>++</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izoterminin. ....	107

<b>Şekil 4.87:</b> AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi. ....	108
<b>Şekil 4.88:</b> AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi. ....	108
<b>Şekil 4.89:</b> Sr <sup>++</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi. ....	109
<b>Şekil 4.90:</b> Sr <sup>++</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi. ....	109
<b>Şekil 4.91:</b> AMPS ve Sr <sup>++</sup> damgalı AMPS polimerleri Sr <sup>++</sup> adsorpsiyon izotermi. ....	110
<b>Şekil 4.92:</b> HEMA ve Sr <sup>++</sup> damgalı HEMA polimerleri Sr <sup>++</sup> adsorpsiyon izotermi. ....	111
<b>Şekil 4.93:</b> AAm ve Sr <sup>++</sup> damgalı AAm polimerleri Sr <sup>++</sup> adsorpsiyon izotermi. ....	111
<b>Şekil 4.94:</b> Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine iyon etkisi. ....	113



## TABLO LİSTESİ

	Sayfa No
<b>Tablo 4.1:</b> AMPS polimerine ait SEM EDS analizi. ....	56
<b>Tablo 4.2:</b> AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM EDS analizi. ....	58
<b>Tablo 4.3:</b> AMPS Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	60
<b>Tablo 4.4:</b> AMPS Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	61
<b>Tablo 4.5:</b> HEMA Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	64
<b>Tablo 4.6:</b> AAm polimerine ait SEM EDS analizi. ....	66
<b>Tablo 4.7:</b> AAm Sr <sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	68
<b>Tablo 4.8:</b> AAm Cs <sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi. ....	69
<b>Tablo 4.9:</b> AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	74
<b>Tablo 4.10:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	75
<b>Tablo 4.11:</b> AAm polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	76
<b>Tablo 4.12:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AAm polimeri Cs <sup>+</sup> dsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	77
<b>Tablo 4.13:</b> HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	78
<b>Tablo 4.14:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs <sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması. ....	79
<b>Tablo 4.15:</b> Yalancı birinci dereceden kinetik modeli parametreleri. ....	80
<b>Tablo 4.16:</b> Yalancı ikinci dereceden kinetik modeli. ....	81
<b>Tablo 4.17:</b> Yalancı ikinci dereceden kinetik modeli parametreleri. ....	84
<b>Tablo 4.18:</b> Polimerlerin su tutma kapasitesi. ....	85
<b>Tablo 4.19:</b> Sezyumun polimerler içindeki difüzyon katsayıları ve denge adsorpsiyonları	86
<b>Tablo 4.20:</b> 0,0001 M Cs <sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri. ....	90
<b>Tablo 4.21:</b> 0,0005 M Cs <sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri. ....	90
<b>Tablo 4.22:</b> 0,001 M Cs <sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri. ....	91
<b>Tablo 4.23:</b> 0,002 M Cs <sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri. ....	91
<b>Tablo 4.24:</b> 0,004 M Cs <sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri. ....	91
<b>Tablo 4.25:</b> AMPS polimerine ait adsorpsiyon değerleri. ....	92
<b>Tablo 4.26:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS polimerine ait adsorpsiyon değerleri. ....	93
<b>Tablo 4.27:</b> HEMA polimerine ait adsorpsiyon değerleri. ....	94

<b>Tablo 4.28:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	95
<b>Tablo 4.29:</b> AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	96
<b>Tablo 4.30:</b> Cs <sup>+</sup> damgalı AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	97
<b>Tablo 4.31:</b> Lineerleřtirilmiř adsorpsiyon izotermlerine ait parametreler. ....	98
<b>Tablo 4.32:</b> İyon etkisi ölçümleri. ....	100
<b>Tablo 4.33:</b> Sezyum adsorpsiyonu üzerine sodyum iyon etkisi. ....	100
<b>Tablo 4.34:</b> Sezyum adsorpsiyonu üzerine potasyum iyon etkisi. ....	100
<b>Tablo 4.35:</b> 0,0001 M Sr <sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	102
<b>Tablo 4.36:</b> 0,0005 M Sr <sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	102
<b>Tablo 4.37:</b> 0,001 M Sr <sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	102
<b>Tablo 4.38:</b> 0,002 M Sr <sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	103
<b>Tablo 4.39:</b> 0,004 M Sr <sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	103
<b>Tablo 4.40:</b> AMPS polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	103
<b>Tablo 4.41:</b> Sr <sup>++</sup> damgalı AMPS polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	104
<b>Tablo 4.42:</b> HEMA polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	105
<b>Tablo 4.43:</b> Sr <sup>++</sup> damgalı HEMA polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	106
<b>Tablo 4.44:</b> AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	107
<b>Tablo 4.45:</b> Sr <sup>++</sup> damgalı AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri. ....	108
<b>Tablo 4.46:</b> Lineerleřtirilmiř adsorpsiyon izotermlerine ait parametreler. ....	110
<b>Tablo 4.47:</b> İyon etkisi ölçümleri. ....	112
<b>Tablo 4.48:</b> Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine baryum iyon etkisi. ....	113
<b>Tablo 4.49:</b> Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine kalsiyum iyon etkisi. ....	113
<b>Tablo 5.1:</b> Sezyum adsorpsiyon kapasiteleri. ....	123
<b>Tablo 5.2:</b> Stronsiyum adsorpsiyon kapasiteleri. ....	124

## SİMGE VE KISALTMA LİSTESİ

<b>Simgeler</b>	<b>Açıklama</b>
<b>Cs IIPH AAm</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel akrilamid
<b>Cs IIPH AAm UL</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel akrilamid yıkanmamış
<b>Cs IIPH AMPS UL</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel AMPS yıkanmamış
<b>Cs IIPH AMPS</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel AMPS
<b>Cs IIPH HEMA</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel HEMA
<b>Cs IIPH HEMA UL</b>	: Sezyum iyon damgalı polimer hidrojel HEMA yıkanmamış
<b>NIPH - AAm</b>	: İyon damgalama yapılmamış normal polimer hidrojel akrilamid
<b>NIPH - AMPS</b>	: İyon damgalama yapılmamış polimer hidrojel AMPS
<b>NIPH HEMA</b>	: İyon damgalama yapılmamış polimer hidrojel HEMA
<b>Sr IIPH - AAm</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel akrilamid
<b>Sr IIPH – AAm UL</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel akrilamid yıkanmamış
<b>Sr IIPH - AMPS</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel AMPS
<b>SrIIPH – AMPS UL</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel AMPS yıkanmamış
<b>Sr IIPH HEMA</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel HEMA
<b>Sr IIPH HEMA UL</b>	: Stronsiyum iyon damgalı polimer hidrojel HEMA yıkanmamış

<b>Kısaltmalar</b>	<b>Açıklama</b>
<b>AAm</b>	: Akrilamid
<b>AMPS</b>	: 2-Akrilamido-2-metilpropan sülfonik asit
<b>EDS</b>	: Enerji Dağılım Spektrometresi
<b>FTIR</b>	: Fourier Transform Infrared Spektroskopisi
<b>HEMA</b>	: 2-hidroksietil metakrilat
<b>NMBA</b>	: N,N'-Metilen biakrilamid
<b>SEM</b>	: Taramalı Elektron Mikroskobu
<b>XRD</b>	: X-Işınları Difraktometresi

## ÖZET

### DOKTORA TEZİ

#### RADYOAKTİF SEZYUM VE STRONSIYUMUN POLİMERİK MADDELER ÜZERİNDE ADSORPSİYONU

**Kayhan KUBAT**

**İstanbul Üniversitesi**

**Fen Bilimleri Enstitüsü**

**Kimya Anabilim Dalı**

**Danışman : Prof. Dr. Gülten ATUN**

**II. Danışman : Prof. Dr. Tülin Banu İYİM**

Radyoaktif iyonlar ( $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ) ile çevresel kirlenme nükleer parçalanma ürünlerinden ve nükleer reaktörlerden gelen sızıntılardan kaynaklanmaktadır. Atık sulardan radyoaktif iyonların uzaklaştırılmasında en önemli konu, radyoaktif iyonları seçimli, etkili ve büyük miktarlarda soğurabilecek malzemeler tasarlamaktır. Polimerik soğurucuların sentez koşullarında değişiklik yapılması, farklı yapılarda gözenekli polimerler üretimini mümkün kılar. Farklı fonksiyonel gruplar içeren monomerlerin kullanımı elde edilecek polimerlerin yüzey özellikleri değiştirilerek seçimli soğurma yeteneği kazandırılabilir.

Polimerin sentezlenmesi sırasında ortama katılan model iyonlar ile polimerin fonksiyonel grupları arasında bir bileşik oluşturulabilir. Polimer şebekesi içinde bağlanan iyonların uzaklaştırılması ile oluşacak boşlukların, bu iyonların seçimli soğurulması için aktif merkezler olması beklenir. Bu şekilde hazırlanan iyon damgalı polimerler soğurmada yüksek seçicilik gösterebilirler.

Bu çalışma kapsamında, radyoaktif sezyum ve stronsiyum iyonlarını soğuracak ve sulu ortamlardan uzaklaştıracak polimerlerin elde edilmesi amaçlanmaktadır. Bu süreçte, İyon Damgalama Tekniği uygulandı ve farklı fonksiyonel gruplar içeren 2-Akrilamido-2-metilpropan sulfonik asid (AMPS), 2-hidroksietil metakrilat (HEMA), Akrilamid (AAM)



monomerleri kullanıldı. Polimer yapısının karakterizasyonu için XRD, SEM – EDS ve FTIR analizleri uygulandı.

Sezyum iyon damgalama yöntemi ile yapılan polimerler ile kinetik çalışması yapılarak elde edilen veriler yalancı 1. derece ve yalancı 2. derece kinetik modeline uygulandı. Polimerlerin su tutma kapasiteleri hesaplanarak Vermeulen difüzyon modeline uygulandı.

Sentezlenen polimerler ile bu polimerlerin iyon damgalama yöntemi uygulanmış türleri için adsorpsiyon denemeleri yapılarak adsorpsiyon denge değerleri bulundu. Elde edilen veriler Freundlich ve Langmuir adsorpsiyon teorilerine uygulanarak ilgili katsayılar hesaplandı ve adsorpsiyon izotermi çizildi. Ayrıca İyon damgalama yönteminin seçimli adsorpsiyon üzerine etkisi çalışıldı.

AMPS ile hazırlanan polimer hidrojellerin hem Sr hem de Cs için HEMA ve akrilamid (AA) ile hazırlananlardan daha yüksek kapasiteye sahip olduğu görülmüştür. Sr<sup>++</sup> iyonu ile damgalanmış AMPS, AAm ve HEMA hidrojellerin kapasiteleri sırasıyla 0,966, 0,108 ve 0,056 mmol/g dır oysa karşılık olan Cs-ion damgalı polimerler 0,973, 0,038 ve 0,033 mmol/g sırasını izler.

Haziran 2018, 146 sayfa.

**Anahtar kelimeler:** Adsorpsiyon, sezyum, stronsiyum, polimer

## **SUMMARY**

### **Ph.D. THESIS**

#### **ADSORPTION OF RADIOACTIVE CESIUM AND STRONTIUM ON POLYMERIC MATERIALS**

**Kayhan KUBAT**

**İstanbul University**

**Institute of Graduate Studies in Science and Engineering**

**Department of Chemistry**

**Supervisor : Prof. Dr. Gülten ATUN**

**Co-Supervisor : Prof. Dr. Tülin Banu İYİM**

Environmental contamination with radioactive ions ( $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ) is due to leakage from nuclear reactors and nuclear fission product. The most important issue for the removal of radioactive ions from waste water is to design materials which are able to adsorb radioactive ions selectively, efficiently and in large quantities. The modification on the synthesis conditions of polymeric sorbents that makes possible to produce polymers of different porous structures. The polymers derived by using monomers containing different functional groups that could be gained ability of selective adsorption by changing the surface properties of these polymers.

During the synthesis of polymers the complex can be formed between functional groups of the polymer with target ions involved in the media. That will be formed cavities with removing of the ions in the polymer network are expected to be active sites for selective adsorption of these ions. The ion imprinted polymers prepared in this manner show a high selectivity on adsorption.

This scope of work, the polymers is intended to obtain by adsorped of radioactive cesium and strontium to remove polymers from aqueous media. In this process, Ion imprinting Technique applied and monomers containing different functional groups 2-Acrylamido-2-methylpropane sulfonic acid (AMPS), 2-Hydroxyethyl methacrylate (HEMA), Acrylamide (AAm) were used.

For the characterization of polymer structure XRD, SEM – EDS and FTIR analyzes were applied.

Kinetic studies were carried out using polymers made with the cesium ion imprinting method and the obtained data were applied to the pseudo 1st order and the pseudo 2nd order kinetic model. The water retention capacities of the polymers were calculated and applied to the diffusion model of Vermeulen.

For Synthesized polymers and the ion-imprinted methods applied types of these polymers adsorption experiments were carried out and adsorption equilibrium values were found. The obtained data were applied to Freundlich and Langmuir adsorption theories and the corresponding coefficients were calculated, and adsorption isotherms were drawn. In addition, the effect of Ion imprinting method on selective adsorption was studied.

It has been shown that polymer hydrogels prepared with AMPS have higher sorption capacities for both Sr and Cs ions than those of HEMA and acrylamide (AAm). Experimentally attainable capacities of Sr-ion imprinted AMPS, AAm and HEMA polymers are 0,966, 0,108 and 0,056 mmol/g, respectively, while they follow the order 0,973, 0,038 and 0,033 mmol/g for the respective Cs-ion imprinted polymers.

June 2018, 146 pages.

**Keywords:** Adsorption, cesium, strontium, polymer

## 1. GİRİŞ

$^{137}\text{Cs}$  ve  $^{90}\text{Sr}$  gibi ısı yayan radyoaktif izotoplar, nükleer reaktörlerde uranyum fisyonu ile üretilir ve kullanılmış yakıtlardan oluşan radyoaktif atıklarda önemli miktarlarda bulunurlar. Bu radyoaktif ve ağır metaller toprak ve yeraltı su kaynaklarındaki ana kirleticilerdendir ve genellikle nükleer santral kazalarından, nükleer silah denemelerinden, nükleer yakıtı yeniden işleme ve radyoaktif atık depolama tesislerindeki sızıntılardan çevreye bırakılmaktadırlar. Bu izotoplar çevre ve insan sağlığı üzerinde karmaşık biyolojik davranışlara ve tehlikeli etkilere sahiptir.

Radyoaktif atıkların soğutulması ve nihai depolama alanı olan jeolojik oluşumlar içinde güvenli bir şekilde saklanabilmesi için yüksek aktiviteli sıvı atıklar içinden bu elementlerin uzaklaştırılması gereklidir. Ayrıca  $^{137}\text{Cs}$  ve  $^{90}\text{Sr}$  önemli  $\beta$  radyasyon kaynağıdır. Bu özellikleri ile hastane tetkiklerinde ve endüstriyel uygulamalarda enerji kaynağı olarak kullanılırlar. Bu nedenle de yüksek seviyeli sıvı atıklar içinden ayrıştırılmaları önemlidir.

Sıvı nükleer atıkların işlenmesinin ana amacı tehlikeli radyoaktif çekirdekleri ayırmak ve sıvı atığın hacmini azaltmaktır. Genellikle buharlaştırma, kimyasal çöktürme, sorpsiyon ve iyon değiştirme gibi yöntemler bu amaç için kullanılmaktadır. Sadece doğal ya da işlenmiş mineraller veya çeşitli yöntemlerle sentezlenmiş inorganik iyon değiştiriciler değil aynı zamanda organik polimerlerde Stronsiyum ve Sezyum gibi elementlerin sıvı atıklardan uzaklaştırılmasında kullanılabilir. Ayrıca polimer gibi organik bir bağlayıcı ihtiva eden inorganik iyon değiştiricilerin kullanımı da mümkündür. Polimerik sorbentlerin sentez koşullarında bir değişiklik yapılması, farklı yapıda gözenekli polimerler elde etmeyi mümkün kılar. Polimer yüzeyinin kimyasal olarak değiştirilmesi ile adsorpsiyonda seçicilik yaratabilecek farklı bileşikler elde edilmesi sağlanabilir.

Farklı fonksiyonel gruplar içeren monomerlerin ve kompleks yapıcı ligandların kullanımı ile sulu ortamlardan iyonları uzaklaştıracak polimerler yapmak mümkündür. Bu polimerlerin yüzey özellikleri değiştirilerek seçimli adsorpsiyon yeteneği kazandırılabilir. Polimerin sentezlenmesi esnasında ortama katılan model iyonlar ile ligand ve polimerin fonksiyonel

grupları arasında bir kompleks oluşturulabilir. Polimer şebekesi içinde bağlanan iyonların uzaklaştırılması ile oluşacak boşlukların, bu iyonların seçimli adsorpsiyonu için aktif merkezler olması beklenir. Bu şekilde hazırlanan (iyon-imprinted) iyon damgalı polimerler yüksek seçicilik gösterebilirler, ancak sudaki iyonların üç boyutlu polimer şebekesi içinde hareket ederek bu boşluklara ulaşması zordur. Oluşturulan iyon damgalı boşlukların, polimerin yüzeyinde toplanmasını sağlayarak adsorpsiyon kapasitesinin yükseltilmesi mümkün olabilir.

Polimer şebekesinin, ortama katılacak küresel parçacıklar üzerinde oluşması ile iki boyutluya yakın şebeke yapısı sağlanarak, iyon damgalı boşlukların polimerin yüzeyinde gerçekleşmesi sağlanabilir. Bu parçacıkların polimer yapısından uzaklaştırılması ile (surface ion imprinted) yüzey iyon damgalı polimerler elde edilir. Bu yöntemle seçimli adsorpsiyon özelliğine sahip polimerik adsorbanların, adsorpsiyon hızı ve kapasitesini artırmak mümkün olabilir.

## 2. GENEL KISIMLAR

### 2.1. GENEL BİLGİ

Radyoaktif atıklarda fisyon ürünlerinden  $^{137}\text{Cs}$  ve  $^{90}\text{Sr}$  yaygın olarak bulunur. Bu radyoaktif ve ağır metaller toprak ve yeraltı sularındaki ana kirleticilerdir. 28,6 yıllık yarılanma ömürlü Stronsiyum-90 bir nükleer reaktörde uranyum ya da plütonyumun fisyon reaksiyonu ile üretilir. Sr-90 sağlık ve çevre için ciddi bir radyasyon tehlikesi taşıyabilir. Özellikle, son jeolojik imha konusunda yüksek seviyeli likit atıkların camlaştırması için zararlıdır. Yüksek seviyeli likit atıklardan stronsiyumun uzaklaştırılması camlaştırılabilen düşük aktiviteli atık üretmek için gereklidir. Öte yandan, stronsiyum beta radyasyon kaynağı ve enerji jeneratörleri için kullanılır. Bu durum yüksek seviyeli likit atıklardan gelen stronsiyum' un kurtarılmasını gerekli kılmaktadır. Ancak, tam ayrılması ve kurtarılması onun yüksek zorluğundan dolayı daima güç bir iştir. “Zhang ve diğerleri (2007)”

Stronsiyum-90 ( $^{90}\text{Sr}$ ) genellikle besin zincirinin yükselişi ile birlikte insan karaciğer, akciğer ve böbreğinde birikir ve metabolizma ile vücuttan atılması zordur.  $^{90}\text{Sr}$  uzun yarı-ömür zamanına sahiptir ve vücutta kalsiyum yerini alarak lösemi ve diğer hastalıkların olasılığını artırabilir. “Pan ve diğerleri (2010)”

Yarılanma ömrü, sırasıyla  $2 \times 10^6$  yıl ve 30 yıl olan Cs-135 ve Cs-137 her ikisi de nükleer reaktörlerde uranyum fisyonu ile meydana gelen sezyum izotoplarıdır. Bunlar genellikle radyoaktivite doğal sürecinden, nükleer santral kazalarından, nükleer silah denemelerinden ve nükleer yakıtı yeniden işleme ile ilişkili çeşitli atıklardan ve radyoaktif atık depolama tesislerindeki sızıntılardan çevreye bırakılmaktadır. Önemli miktarlarda  $^{135}\text{Cs}$  ve  $^{137}\text{Cs}$ , bu yollar arasındaki yeniden işleme sürecinde üretilen, yüksek derecede aktif sıvı atık içinde yer almaktadır. Son depolamadaki hareketliliğinden dolayı Cs-135 ‘in çevre üzerinde uzun süreli olumsuz etkilere sahip olduğu bilinmektedir. Cs-137 ısı yayan ana çekirdeklerden biridir ve son jeolojik bertaraf sitelerindeki camlaştırılmış yüksek seviyeli atıkların güvenliği için muhtemelen zararlıdır. Öte yandan, yüksek seviyeli atıklardan gelen Cs-135 ve Cs-137 ‘nin uzaklaştırılması, fisyon ürünleri içeren çözeltilerin soğutma ihtiyacını ve jeolojik oluşumlar içindeki atık depolarına atmadan önce camlaştırma için gereken süreyi, önemli ölçüde azaltmada anlamlıdır. Ayrıca Cs-137 beta radyasyon kaynağı ve hastane tetkiklerinde ya da

endüstriyel tespitlerde enerji jeneratörü olarak kullanılır. Bu sezyumun kurtarılmasını ve ayrılmasını değerli yapar. Aslında ısı yayan çekirdeklerin Yüksek Seviyeli Atıklardan etkin ayrıştırılması en zorlu hedeflerden biri olmuştur. “Zhang ve diğerleri (2010)”

Pek çok inorganik ve organik iyon değiştirici, geniş uygulamalar için bazı sınırlamalar olmasına rağmen radyoaktif ve endüstriyel atıkların işlenmesinde kullanılmaktadır. Özellikle zeolitler gibi inorganik iyon değiştiriciler, ısı ve radyasyon kararlılığı ve belirli iyonlar için seçicilikleri nedeniyle çeşitli atık işleme uygulamaları için yoğun olarak çalışılmıştır. Ancak, kolon operasyonunda yavaş kütle-transfer hızı, kapsamlı uygulamalar için engelleyici faktör olmuştur. Öte yandan, radyoaktif atıkların işlenmesi için organik iyon değiştirme reçinelerinin uygulamaları azalmıştır çünkü yeraltına bırakıldıkları zaman organik bağlayıcı yapının ayrışmasıyla radyoaktif çekirdekleri serbest bırakırlar.

Bu sebepler son zamanlarda çeşitli radyoaktif ve endüstriyel atık suların işlenmesi için organik – inorganik kompozit iyon değiştiricilerin hazırlanması ve uygulanmasındaki çalışmaları hızlandırmıştır. Karma iyon değiştirici içinde, inorganik maddeler tüm radyoaktif çekirdeklerin bağlandığı aktif bileşenlerdir ve organik maddeler sadece etkisiz bağlayıcılardır. Bu nedenle, organik iyon değiştirici reçinelerin aksine organik bağlayıcı yapının parçalanması durumunda bile hiçbir radyoaktif çekirdek serbest bırakılmaz. “Moon ve diğerleri (2000)”

Radyoaktif iyonlar ile çevresel kirlenme yığanan uranyum maden artıklarının ( $^{226}\text{Ra}$  iyonları gibi) tortu ve birikintilerinden, nükleer fisyon ürünlerinden (örneğin  $^{90}\text{Sr}$ ,  $^{137}\text{Cs}$ ) ve nükleer reaktörlerden gelen sızıntılardan kaynaklanmaktadır. Sularda bu türlerin varlığı insan sağlığı için ciddi bir tehdit oluşturur. Radyoaktif  $\text{Sr(II)}$  kullanılmış nükleer yakıtın yeniden işlenmesi ile üretilen ısı yayan bir çekirdektir. Bu durum son jeolojik bertaraf işleminde yüksek derecede aktif sıvı atıkların camlaştırılması için zararlı olarak kabul edilir. Atık sulardan radyoaktif iyonların uzaklaştırılması için teknoloji ve malzeme geliştirilmesinde önemli bir konu, kirlenmiş sulardan radyoaktif iyonları seçimli, etkili ve büyük miktarlarda adsorplayabilecek malzemeler tasarlamaktır. Ayrıca, sorbent malzemeler mekanik zorlamalara olduğu kadar ısı, kimyasal ve radyasyona karşı çok kararlı olmalıdır, böylece iyonlar ve sorbent malzeme birlikte güvenle tasfiye edilebilir ve ikincil kirliliğe neden olmaz. Literatürde  $\text{Sr(II)}$ ' nin sıvı – sıvı çözücü ekstraksiyonu ile yapılan birkaç seçimli ayırma süreci bildirilmiştir.  $\text{Sr(II)}$  organik

bileşikler ile kolayca kompleks oluşturmaz, bu yüzden hemen hemen tüm çalışmalar, Sr(II) kompleksi yapmak için kullanılan şelatlama ajanlarının özel türevleri üzerine dayandırılmıştır. Sentetik mika, niobate moleküler elekler ve titanatlar gibi sentetik inorganik katyon değiştirme malzemeleri radyoaktif iyonların uzaklaştırılması için çalışılmıştır. Sentetik yer değiştirme malzemeleri radyoaktif katyonlar için seçicilik açısından doğal malzemelere daha fazla üstünlük sağlar. “Garg ve diğerleri (2009)”

Çözeltideki hedeflenen iyonların derişimi çok az olduğu zaman ve büyük hacimli çözeltilerin iyileştirilmesi gerektiği zaman, adsorpsiyon metal geri kazanımında özellikle yararlıdır. Bu bağlamda, şelat reçineleri olağanüstü basitlik, iyon derişimi sırasında yüksek verim ve düşük maliyet, fiziksel adsorpsiyon ve şelasyonu sebebiyle artan bir ilgi aldı.

Adsorpsiyon özellikleri, çözeltinin pH'sı, adsorban kalitesi, metal iyon derişimi ve engelleyici iyonların varlığına olduğu kadar polimer matriksinin içine sokulan fonksiyonel grupların tip ve yapısı gibi adsorplayıcının fiziksel ve kimyasal özelliklerine, çapraz bağlanma derecesine ve şişmesine bağlıdır.

Fonksiyonel grup ve metal iyonu arasındaki etkileşim ve metal iyonlarının adsorplayıcı içine difüzyonu, şelatlayıcı reçinenin metal iyonları adsorplama kapasitesini belirleyen önemli faktörlerdir.

Ön yoğunlaşma olan işlevsel polimerler sentezlemek ve metal iyonları uzaklaştırmak için iki metot mümkündür. İlk yaklaşım metal iyonlarını hedef alan belirli bir aktif ligand ile monomerin polimerleşmesini kapsar, ikinci yaklaşım ise polimerik matriksin oluşturulmasını, polimerleşmeden sonra, bir veya daha fazla farklı metal iyonlara aktif ve belirli ligand ilavesini kapsar. Bazı ağır metal iyonlarını elde etmek, belirlemek, yoğunlaştırmak ve uzaklaştırmak için, fonksiyonel reçinelerin çeşitli yeni tipleri geliştirilmiştir ve yoğun olarak çalışılmıştır. “Rivas ve diğerleri (2010)”

<sup>89,90</sup>Sr saf β yayıcılarıdır ve doğal ve yapay radyoaktif izotoplardan stronsiyumu ayırmadan tespit edilmesi zordur. Doğal ortamlarında yaygın stronsiyum bileşikleri, çeşitli stronsiyum ürünlerin hazırlanması için önemli kaynaklardır. Hazırlanma sürecinde, magnezyum,



kalsiyum, sodyum ve potasyum gibi birlikte bulunan elementlerden stronsiyumun ayrılması çok önemlidir.

Adsorpsiyon; basitliği, seçicilik ve verimlilik nedeniyle en sık kullanılan ayırma yöntemlerinden biri haline gelmiştir. Adsorplayıcı ayırmada, iyi adsorplayıcılar ayırma için çok önemlidir. Verimli adsorplayıcılar kararlı ve çözünmez gözenekli yapılara ve metal iyonları gibi adsorplanacaklar ile etkileşime uygun aktif gruplara (genellikle organik gruplar) sahip olmalıdır. Silika tabanlı hibrit jeller veya değiştirilmiş (modifiye) silika jeller iyi kimyasal, mekanik ve termal kararlılıkları nedeniyle umut verici adsorplayıcı adaylarıdır. Organik bileşiklerin silika jellerin yüzeyinde çapraz bağlanması ve sabitleştirilmesi farklı araştırma ve sanayi alanlarında önemli uygulamalar kazanmıştır. Bağlanan metal iyonlarında kimi materyallerin etkinliği ligantlar ve metal iyonları arasındaki kompleks oluşturmaya atfedilmiştir. Bu tür malzemeler metal iyon adsorplayıcı olarak kullanılmış olmasına rağmen seçicilikleri çok iyi değildir.

Moleküler damgalama, özel analit moleküllerin tanınması için özel yapım ağ malzemelerinin bir tekniği olarak, son yıllarda artan ilgi çekmiştir. Metal iyonları için moleküler damgalama, daha kesin bir şekilde iyonik damgalama olarak tarif edilebilir. Bu teknik adsorplayıcı seçiciliğini önemli ölçüde artırabilir. “Li ve diğerleri (2010)”

Farklı yapılardan özellikle su örneklerinden metal iyonlarının çıkarma ve belirleme süreci bir dizi mevcut tekniklerin kullanımı ve uygulamasına dayanır. Ön-deriştirme süreci, başlıca ölçüm cihazlarının tespit limitleri ile eşleştirilerek eser seviyede ( $\mu\text{g L}^{-1}$  ve  $\text{ng L}^{-1}$ ) bulunan çeşitli metal türlerinin doğru ölçüm ve analizi için önemli bir adımdır. Günümüzde sıvı-sıvı ekstraksiyonu, birlikte çöktürme ve katı-faz ekstraksiyonu da içeren pek çok ön-deriştirme ve ayırma teknikleri metal iyonların analizi için geliştirilmiştir. Tüm bu yöntemlerden, ön-derişim ayırma tekniği, katı-faz ekstraksiyonu yaygın olarak kullanılan ve aşağıdaki avantajlarından dolayı hızlı gelişmekte olan biridir: (1) emülsiyon olmaması; (2) yüksek zenginleştirme faktörü; (3) esneklik; (4) güvenlik ve otomasyon kolaylığı; (5) ekonomik ve çevre dostu; (6) hız ve basitlik. Organik şelat reçinesi, modifiye edilmiş silika jel ve karbon nanotüpler gibi sayısız maddeler katı-faz ekstraksiyonu sorbentleri olarak önerilmiş ve uygulanmıştır. Günümüzde eser metallerin seçimli katı-faz ekstraksiyonu için yakın zamanda geliştirilmiş sorbentlerden

biri moleküler damgalama tekniđi ile hazırlanan iyon-seçici damgalı polimerdir. Moleküler damgalama, verilen moleküller için son derece seçici sentetik polimerlerin özel yapım hazırlanması için bir yöntemdir. Moleküler damgalamanın ilkesi, hedef molekülü (şablon) ve fonksiyonel monomerlerin bir çapraz bağlama reaktifi ile polimerleşmiş olmasıdır. Şablonun çıkarılmasından sonra ortaya çıkan bağlanma yerlerindeki fonksiyonel gruplar şablon molekülü ile etkileşim için uygun pozisyonda düzenlenmelidir. İyon-damgalı polimerler moleküler-damgalı polimerlere benzerdir, moleküler damgalı polimerlerin tüm erdemlerini korumanın yanı sıra damgalamadan sonra metal iyonlarını tanıyabilirler. Ancak geleneksel iyon damgalama için şablon ve fonksiyonel monomerler, yüksek oranda polimerin içinde gömülmüştür ve bu malzemelerin çođu hedef analitlere erişmek yönünde zayıf erişilebilir mevkie sahiptir. “Zhang ve diđerleri (2010)”

Son on yıl içinde iyon damgalama tekniđi, istenilen model iyonların varlığında uygun monomerlerin birlikte polimerleşmesi ile yapay bir reseptör gibi tanınan polimer sentezleme için kullanışlı ve güçlü bir yöntem olarak kabul edilmiştir. Model iyonlar çıkarıldıktan sonra bu iyonlar için özel yapım bağlanma yerleri önceden sağlanmış, baskılı boşluklar iyon damgalı polimer üzerinde bırakılır. Ancak bu geleneksel iyon damgalı polimerlerin çođu yüksek seçici tanıma fakat hedef iyonlara zayıf mevki erişimi sergiler, model iyonlar ve fonksiyonel gruplar polimer ađı içine tamamen gömülü olarak bulunurlar ve kütle transferi düşüktür.

İlk olarak 1992 yılında Takagi grubu tarafından önerilen yüzey damgalama tekniđinde, emülsiyon damlacıklarının ara yüzünde model ile sabit bir kompleks oluşturan bir amfifilik fonksiyonel monomer kullanıldı. Daha sonra, emülsiyon (süspansiyon) polimerleşmesi ve SiO<sub>2</sub>, TiO<sub>2</sub>, α-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, CdS, ZnS, karbon nanotüpler, silika jel ve magnetik Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> gibi destek malzemeleri üzerine yüzey damgalama süreci temelinde daha hızlı kütle aktarım kinetiđi olan çeşitli yüzey damgalama sistemleri kuruldu. Palygorskite kimyasal, mekanik ve termal kararlılık ve düşük maliyet nedeniyle yüzey damgalama tekniđinde bir destek olarak kullanılabilir.

Son zamanlarda yüzey damgalama tekniđi ile boşluk işlevli malzemelerin tasarımı ve sentezi ve kurban-destek kavramına, gelişmiş ayırma tekniklerinde onların yeni uygulamalarından dolayı yoğun ilgi ortaya çıktı. Bu çalışmanın ana amacı, kurbanlık bir destek olarak palygorskite

varlığında yüzey iyon damgalama tekniğine dayalı yeni bir iyon damgalı polimer (yüzey iyon damgalı polimer) sentezlemek için yeni bir yaklaşım sunmaktır. Palygorskite bir ön polimerleşme iyon-damgalama karışımı ile kaplandı. Bir sonraki adımda palygorskite delikli küresel boncuklar (yüzey iyon damgalı polimer ) vererek çözüldü ve uzaklaştırıldı. Daha sonra  $\text{Sr}^{2+}$  için yüzey iyon damgalı polimer adsorpsiyon davranışları çalışıldı. “Pan ve diğerleri (2010)”

### **2.1.1. Adsorpsiyon**

Adsorpsiyon prosesi, genelde çözeltide çözünmüş halde bulunan maddelerin uygun bir ara yüzey üzerinde toplanmasıdır. Ara yüzey sıvı-gaz, sıvı-katı veya sıvı-sıvı arasında olabilir. Adsorpsiyon, suda çözülmüş belirli maddeleri uzaklaştırmak amacıyla bu maddeleri tutabilecek özellikler gösteren adsorbent adı verilen maddelerin kullanılması işlemidir. Çözülmüş parçacıklar ile adsorplayan yüzey arasındaki çekim kuvvetlerinin türüne bağlı olarak üç değişik adsorpsiyon tipi tanımlanmaktadır.

### **2.1.2. Fiziksel Adsorpsiyon**

Fiziksel adsorpsiyon Van der Waals kuvvetleri nedeniyle meydana geldiği için en önemli adsorpsiyon çeşidi arasındadır. Fiziksel adsorpsiyonun oluşabilmesi için düşük sıcaklık aralığı yeterlidir. Bağlar zayıf ve tersinirdir. Nitekim adsorplanan bileşenin çözeltideki derişiminin değişimi ile adsorplanan moleküller desorbe olmaktadır. Adsorpsiyon çok tabakalıdır. Rejenerasyonu kolaydır.

### **2.1.3. Kimyasal Adsorpsiyon**

Kimyasal adsorpsiyonda katı ve adsorplanacak çözünen arasında kimyasal bir reaksiyon oluşur ve reaksiyon genellikle tersinmez bir yapıdadır. Kimyasal adsorpsiyon, fiziksel adsorpsiyonla karşılaştırıldığında daha spesifiktir. Genellikle yüksek sıcaklık aralığında oluşur. Normalde adsorbe edilen materyaller yüzey üzerinde ancak bir moleköl kalınlığında örtü oluşturur ve molekölün yüzey üzerinde serbestçe hareket ettiği düşünülemez. Oysa fiziksel adsorpsiyonda moleküller yüzey çevresinde serbest hareket edebilmekte, yüzeye yapışmamaktadır.

### **2.1.4. İyonik Adsorpsiyon**

Yüzeydeki yüklü bölgelere, elektrostatik kuvvetler ile çözeltideki iyonik karakterde adsorplananların çekilmesi sonucu oluşur. Adsorpsiyon adsorbent ve adsorplananların iyonik

güçleri ve moleküler büyüklüklerine göre seçimli olarak oluşur. Eş yüklü iyon durumunda küçük iyon tercih sebebidir. Yüzeğe tutunan iyonlara eş yüklü başka iyonların, aynı anda yüzeyi terk etmesi halinde ise, sürece iyon değişimi adı verilir. Pek çok farklı özelliklerine rağmen, çoğu durumda fiziksel, kimyasal ve iyonik adsorpsiyon arasında kesin bir ayırım yapılamaz, kimi kez birlikte veya ardarda oluşurlar.

## 2.2. ADSORPSİYON İZOTERMİ

Adsorpsiyon bir denge reaksiyonuna benzer. Çözelti belirli miktardaki adsorplayıcı ile temas ettirildiğinde, çözeltide adsorplanan maddenin derişimi, adsorplayıcı yüzeyindekilerle dengeye gelene kadar azalır. Adsorpsiyon dengesi kurulduktan sonra, adsorplanan maddenin çözelti fazındaki derişimi sabit kalır. Bir adsorplayıcı ile tutulabilen, adsorplanan miktarı, adsorplananın derişiminin ve sıcaklığının fonksiyonudur. Genellikle, adsorplanan madde miktarı, sabit sıcaklıkta derişimin bir fonksiyonu olarak saptanır. Sabit sıcaklıkta, denge halinde çözeltide kalan çözünen derişimine karşı, birim adsorplayıcı ağırlığında, adsorplanan çözünen miktarı grafiğe geçilerek adsorpsiyon izotermi adı verilen sonuç fonksiyonu elde edilir. Bunlar Freundlich, Langmuir ve BET (Brunauer, Emmett ve Teller) izotermidir.

### 2.2.1. Freundlich İzotermi

Freundlich izotermi, heterojen yüzeyde meydana gelen fiziksel ve tersinir olabilen bir adsorpsiyona işaret eder. Aynı zamanda bu izoterm, heterojen yüzey üzerinde adsorpsiyon ısısının ve ilgisinin eşit dağılmadığı, çok tabakalı adsorpsiyon için de kullanılabilir. Freundlich eşitliği aşağıdaki gibi gösterilmektedir.

$$q_e = K_f C_e^{1/n} \quad (2.1)$$

Freundlich eşitliğinin logaritmik şekli eğimi  $1/n$  ve eksenini kestiği yer  $\ln K_f$  olan bir doğru deklemini şekilde ifade edilebilir.

$$\ln(x/m) = \ln K_f + (1/n)\ln C_e \quad (2.2)$$

Freundlich denkleminde geçen ifadeler şu şekilde tanımlanabilir.

$q = x/m$ : Denge de birim adsorplayıcı ağırlığı başına adsorplanan madde miktarı (mg/g adsorplayıcı)

$x = C_{ads}$  :Adsorplanan çözünenin derişimi (mg/L)

$C_o$  :Başlangıçta çözünen derişimi (mg/L)

$C_e$  :Dengede adsorplanmadan çözeltide kalan çözünen derişimi (mg/L)

$K_f$  :Adsorpsiyon kapasitesi

$n$  :Adsorpsiyon şiddeti ( $K_f$  ve  $n$  sıcaklığa, adsorplayıcıya ve adsorplanan maddeye bağlı sabitlerdir.)

Burada,  $\ln q_e$ 'nin  $\ln C_e$ 'ye karşı çizilen doğrusal grafiğın eğiminden  $n$  değeri, kesişiminden  $K_f$  değeri hesaplanır.

### 2.2.2. Langmuir İzotermi

Langmuir izotermi homojen yüzey üzerinde adsorpsiyona uygulanır ve şu varsayımlara dayanır. Adsorplayıcı yüzeyinde aynı enerjiye sahip sabit sayıda aktif bölge vardır ve adsorpsiyon enerjisi sabittir. Adsorpsiyon tek tabakalı olarak oluşur ve maksimum adsorpsiyon, adsorplayıcı yüzeyine bağlanan moleküllerin doygun bir tabaka oluşturduğu andaki adsorpsiyondur. Adsorpsiyon için en basit teorik model langmuir modelidir. Aşağıdaki eşitlikle ifade edilir.

$$q_e = (q_m K_l C_e) / (1 + K_l C_e) \quad (2.3)$$

ve bu eşitlik ;

$$C_e/q_e = \frac{1}{(q_m K_l)} + \frac{1}{q_m C_e} \quad (2.4)$$

şeklinde doğrusallaştırılabilir. Burada;

$q$ :Yüzeyde tam bir tek tabaka oluşturmak için adsorplayıcının birim ağırlığında adsorplanan madde miktarı (mg/g)

$K$ :Adsorpsiyon net entalpisi ile ilgili bir sabit

$C_e/q_e$  nin,  $C_e$  değerine karşı çizilen lineer grafiğın eğimi  $1/q_m$ , kesişimi ise  $1/K_l q_m$ 'a eşittir.

$q_m$  değeri eğimden,  $K_1$  değeri ise kesişimden hesaplanır.

Freundlich ve Langmuir modelleri matematiksel olarak seyreltik çözeltilerden adsorpsiyonu karakterize ettiklerinden, ortalama derişim aralıklarında çalışıldığında, adsorpsiyon verilerinin bu izotermlere uygunluk gösterdiği bilinmektedir.

### 2.3. ADSORPSİYON KİNETİĞİ

Adsorpsiyon prosesini karakterize eden yani, boyar maddenin adsorbent yüzeyine adsorpsiyonu esnasında ne tür bir mekanizmanın rol oynadığını belirlemek için ileri sürülen çeşitli kinetik modeller vardır. Bu modeller yalancı birinci derece kinetik model (Pseudo-first order kinetic model), yalancı ikinci derece kinetik model (pseudo second order kinetic model) ve partikül içi difüzyon modeli (Intra-particle difüzyon model) olmak üzere üç sınıfta incelebilir.

#### 2.3.1. Yalancı Birinci Dereceden Kinetik Model

Yalancı birinci dereceden kinetik model Lagergren tarafından geliştirilmiştir ve aşağıdaki gibi ifade edilir. “Acemioğlu, (2004)”

$$\log(q_e - q_t) = \log q_e - \frac{k_1}{2,303} t \quad (2.5)$$

Burada,  $q_e$  denge anında adsorbentin gramı başına adsorplanan madde miktarı (mg/g),  $q_t$  herhangi bir anda adsorbentin gramı başına adsorplanan madde miktarı (mg/g),  $k_1$  hız sabiti ( $dk^{-1}$ ),  $t$  ise temas süresidir.

Hız sabiti  $k_1$ ,  $\log (q_e - q_t)$ 'nin  $t$ 'ye karşı çizilen grafiğinin eğiminden, teorik  $q_e$  değeri ise grafiğin kesim noktasından hesaplanır.

#### 2.3.2. Yalancı İkinci Dereceden Kinetik Model

Yalancı ikinci dereceden kinetik model Y.S. Ho tarafından geliştirilmiştir ve aşağıdaki gibi ifade edilir. “Ho ve Mackay, (1999)”

Bu model,

$$\frac{t}{q_t} = \frac{1}{k_2 q_e^2} + \frac{1}{q_e} t \quad (2.6)$$

bağıntısıyla verilir.

Burada,  $q_e$  denge anında adsorbentin gramı başına adsorplanan madde miktarı (mg/g),  $q_t$  herhangi bir anda adsorbentin gramı başına adsorplanan madde miktarı (mg/g),  $k_2$  hız sabiti (g/mg. dk) dir.

Başlangıç adsorpsiyon hızı ise  $h = k_2 q_e^2$  dir. Hız sabiti  $k_2$  ve teorik  $q_e$  değerleri sırasıyla  $t/q_t$ 'nin  $t$ 'ye karşı çizilen grafiğinin kesim noktasından ve eğiminden hesaplanır.

### 2.3.3. Vermeulen Difüzyon Modeli

Küresel bir parçacık için tek bir katı faz ön kabulü ile iki yönlü simetri varsayılarak difüzyon katsayı ( $D_s$ ) temel denklemi şöyle yazılabilir. "Ortaboy ve Atun (2014)"

$$\frac{\delta q}{\delta t} = D_s \left( \frac{\delta^2 q}{\delta r^2} + \frac{2}{r} \times \frac{\delta q}{\delta r} \right) \quad (2.8)$$

Burada  $r$  parçacığın merkezinden radyal uzaklığı, ( $0 \leq r \leq r_0$ )  $r_0$  parçacık yarıçapıdır.

Denklemin çözümünden

$$X_t = 1 - \frac{6}{\pi^2} \sum_{n=1}^{\infty} \frac{1}{n^2} \exp(-n^2 \pi^2 \frac{D_s t}{r_0^2}) \quad (2.9)$$

$X_t$ ,  $t$  zamanında dengeye ulaşma oranıdır ve aşağıdaki ifadeden deneysel olarak elde edilir.

$$X_t = \frac{q_t}{q_e} \quad (2.10)$$

Aşağıdaki Vermeulen yaklaşımı uygulanarak çözülebilir

$$X_t = \left[ 1 - \exp\left(-\pi^2 \frac{D_s t}{r_0^2}\right) \right]^{0,5} \quad (2.11)$$

$D_s$ , standart sapmayı ( $\sigma$ ) en aza indirerek aşağıdaki gibi tahmin edilebilir.

$$\sigma = \left[ \frac{1}{n_e - 2} \sum_{i=1}^n \left( \frac{q_{t,den} - q_{t,hes}}{q_{t,den}} \right)^2 \right]^{1/2} \quad (2.12)$$

Burada  $n_e$  deneysel gözlemlerin sayısıdır ve  $\exp$  ve  $hes$  indisleri adsorplanmış maddenin deneysel ve hesaplanmış değerlerini gösterir.

### 3. MALZEME VE YÖNTEM

Polimerik sorbentlerin sentez koşullarında bir deęişiklik yapılması, farklı yapıda gözenekli polimerler elde etmeyi mümkün kılar. Polimer yüzeyinin kimyasal olarak deęiştirilmesi ile adsorpsiyonda seçicilik yaratabilecek farklı bileşikler elde edilmesi sağlanabilir. Farklı fonksiyonel gruplar içeren monomerlerin ve kompleks yapıcı ligandların kullanımı ile sulu ortamlardan iyonları uzaklaştıracak polimerler yapmak mümkündür. Bu polimerlerin yüzey özellikleri deęiştirilerek seçimli adsorpsiyon yeteneęi kazandırılabilir.

Polimerin sentezlenmesi esnasında ortama katılan model iyonlar ile ligand ve polimerin fonksiyonel grupları arasında bir kompleks oluşturulabilir. Polimer şebekesi içinde bağlanan iyonların uzaklaştırılması ile oluşacak boşlukların, bu iyonların seçimli adsorpsiyonu için aktif merkezler olması beklenir.

Bu çalışmada farklı fonksiyonel gruplar içeren monomerler kullanılarak elde edilecek polimerler ile radyoaktif sezyum ve stronsiyum iyonlarının sulu ortamlardan adsorplanarak uzaklaştırılması amaçlanmaktadır.

Sentezlenecek olan polimerlere hedef iyonlara ( $Sr^{++}$ ,  $Cs^{+}$ ) karşı adsorpsiyonda seçimlilik kazandırmak için iyon damgalama teknięi ve fonksiyonel grupları sırasıyla –OH olan HEMA (2-hidroksietil metakrilat), –NH<sub>2</sub> olan Akrilamid ve –SO<sub>3</sub>H olan AMPS (2-Akrilamido-2-metilpropane sulfonik asit) monomerleri kullanıldı.

Elde edilecek bu polimerler ile sezyum ve stronsiyum iyonlarının sulu ortamlardan adsorpsiyonu, radyoaktivite izleme teknięi kullanılarak çalışıldı ve adsorpsiyon üzerine zaman, iyon başlangıç derişimi ve rakip iyon etkisi incelendi.

Adsorpsiyon denemelerinde kullanılacak uygun hidrojenlerin elde edilebilmesi için polimerleşme sürecine ait parametreleri (çözelti derişimi, çapraz bağlayıcı oranı, başlatıcı oranı ve bunların reaksiyon ortamına nasıl katılacağı, sıcaklık, reaksiyon süresi) ile yıkama ve kurutma süreçlerinin belirlenmesi için bir dizi deneme yapıldı.



### 3.1. POLİMER SENTEZİ

Hidrojel polimerlerin hazırlanması için en uygun monomer / çapraz bağlayıcı / redoks başlatıcı oranları ve ortamdaki konsantrasyonlarını belirlemek amacıyla bir başlangıç reçetesi ile ön denemeler yapıldı.

#### 3.1.1. Ön Denemeler

İyon damgalama yönteminde polimerleşme reaksiyonu hedef iyon çözeltisinde yapılacağı için bu çözeltinin konsantrasyonu da önemli bir parametre olmaktadır.

##### 3.1.1.1. Hedef İyon Çözeltisinin Hazırlanması

Sr<sup>++</sup> çözeltisi; 15gL<sup>-1</sup> olacak şekilde 250mL hazırlandı.

Sr için molar kütle: 87.62gmol<sup>-1</sup>

250mL çözelti için gereken Sr<sup>++</sup> miktar:

$$x = 15\text{gL}^{-1} \left( \frac{250\text{ml}}{1000\text{ml}} \right) = 3,75\text{g} \quad (3.1)$$

3,75g Sr<sup>++</sup> için gereken SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O miktarı:

$$x = 3,75\text{g} \left( \frac{266,62\text{gmol}^{-1}}{87,62\text{gmol}^{-1}} \right) = 11,4109\text{g} \quad (3.2)$$

11,4109 g SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O tartılarak 250mL saf su içinde çözüldü ve Sr<sup>++</sup> damgalı polimer üretiminde kullanılmak üzere ayrıldı.

Çözeltinin molar derişimi:

$$x = 15\text{gL}^{-1} / 87,62\text{gmol}^{-1} = 0,1712\text{molL}^{-1} \quad (3.3)$$

Çözeltinin molar derişimi: 0,1712mmolml<sup>-1</sup>

5 mmol Sr<sup>++</sup> çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5\text{mmol}}{0,1712\text{mmolml}^{-1}} = 29,205\text{ml} \quad (3.4)$$

### 3.1.1.2. Stronsiyum İyon Damgalı Polimerin Hazırlanması

5 mmol Sr<sup>++</sup> için 29,205mL SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O çözeltisi alındı ve 250mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 5 mmol monomer ilave edildi.

Monomer miktarı:5 mmol için;

2-Hidroksietil metakrilat:

$$x = 5\text{mmol} \cdot \frac{130,14\text{gmmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}}}{1,07\text{gml}^{-1}} = 0,605\text{ml} \quad (3.5)$$

Akrilamid:

$$x = 5\text{mmol} \cdot 71,08\text{gmmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,3554\text{g} \quad (3.6)$$

2-Akrilamido-2-metilpropan sulfonik asid:

$$x = 5\text{mmol} \cdot 207,25\text{gmmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 1,0362\text{g} \quad (3.7)$$

250mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Sr<sup>++</sup> (29,205ml SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O) çözeltisi üzerine yukarıda hesaplanan miktarlarda 5mmol monomer ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı. Tüp içindeki çözelti bir magnetik karıştırıcı yardımıyla karıştırılırken üzerine monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı ilave edildi.

N,N'-Metilenediakrilamid miktarı:

$$x = 5\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{gmmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,0077\text{g} \quad (3.8)$$

0,0077g çapraz bağlanma ajanı (NMBA) 8 ml su içinde çözülerek kullanıldı.

Çözelti magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1 'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfat (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> / KHSO<sub>3</sub>) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 5\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 13,52\text{mg K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.9)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 5\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 120,16\text{mgmmol}^{-1} = 12,02\text{mg KHSO}_3 \quad (3.10)$$

tartılarak 1mL su içinde çözüldürüldü. Tüpler 60°C sıcaklıkta su banyosunda 1 gün bekletildi.

Aynı işlemler çapraz bağlayıcı (NMBA) %2 oranında kullanılarak tekrar edildi.

Yapılan bu çalışma sonucunda beklenen jel oluşumu sağlanamadı. Sadece monomer olarak kullanılan HEMA ile tüpün cidarında ince bir polimer tabakası oluşumu görüldü. AMPS ve AAm ile tüpün dibinde çok az miktarda beyaz bir çökelti oluştu. Bu monomerler ile hidro jel oluşumu için gerekli şartların sağlanamadığı görüldü ve polimerleşmenin önündeki en büyük engel olarak ortamdaki su miktarının fazlalığı kabul edildi. Bu nedenle  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisinin derişimi artırılarak denemelerin tekrarlanmasına karar verildi.

$\text{Sr}^{++}$  çözeltisi;  $45\text{gL}^{-1}$  olacak şekilde 250mL hazırlandı.

Sr için molar kütle:  $87,62\text{gmol}^{-1}$

250mL çözelti için gereken  $\text{Sr}^{++}$  miktarı:

$$x = 45\text{gL}^{-1} \left( \frac{250\text{ml}}{1000\text{ml}} \right) = 11,25\text{g} \quad (3.11)$$

11,25g  $\text{Sr}^{++}$  için gereken  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  miktarı:

$$x = 11,25\text{g} \left( \frac{266,62\text{gmol}^{-1}}{87,62\text{gmol}^{-1}} \right) = 34,2328\text{g} \quad (3.12)$$

34,2328 g  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  tartılarak 250mL saf su içinde çözüldü ve  $\text{Sr}^{++}$  damgalı polimer üretiminde kullanılmak üzere ayrıldı.

Çözeltinin molar derişimi:

$$x = 45\text{gL}^{-1} / 87,62\text{gmol}^{-1} = 0,5136\text{molL}^{-1} \quad (3.13)$$

Çözeltinin molar derişimi:  $0,5136\text{mmolml}^{-1}$

5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5\text{mmol}}{0,5136\text{mmolml}^{-1}} = 9,735\text{ml} \quad (3.14)$$

5 mmol Sr<sup>++</sup> için 9,735mL SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O çözeltisi alındı ve 250mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 5 mmol monomer ilave edildi.

Monomer miktarı:5 mmol için;

2-Hidroksietil metakrilat:

$$x = 5\text{mmol} \cdot \frac{130,14\text{g}\cdot\text{mol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}}}{1,07\text{g}\cdot\text{ml}^{-1}} = 0,605\text{ml} \quad (3.15)$$

250mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Sr<sup>++</sup> (9,735mL SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O) çözeltisi üzerine 5mmol (0,605mL) monomer HEMA ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı. Tüp içindeki çözelti bir magnetik karıştırıcı yardımıyla karıştırılırken üzerine monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı ilave edildi.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 5\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{g}\cdot\text{mol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,0077\text{g} \quad (3.16)$$

0,0077g çapraz bağlanma ajanı (NMBA) 4 mL su içinde çözülerek kullanıldı. Denemeler çapraz bağlayıcı NMBA %1,5 (6mL) ve %2 (8mL) için tekrar edildi.

Çözelti magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1 'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfat (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> / KHSO<sub>3</sub>) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Tüpler 70°C sıcaklıkta su banyosunda 2,5 saat bekletildi.

Çözelti derişimi artırılarak yapılan çalışmada hidrojel oluşumu sağlandı ve çapraz bağlayıcı oranı artırıldığında jel yoğunluğunun da arttığı gözlemlendi. %2 NMBA ile oluşan jelin tüpün hacmini neredeyse tamamen doldurduğu görüldü. Elde edilen jeller saf su içinde yıkamaya alındı ve günde iki kez suları değiştirilerek bir hafta süre ile yıkandı. %2 NMBA ile oluşturulan polimerin yarısı alkol - su karışımı (50/50) içinde yıkandı ve saf su içinde yıkanan polimerden iki kat daha fazla şiştiği görüldü.

Burada yapılan yıkama işlemi, çapraz bağlanma reaksiyonuna girmeyen bileşenleri uzaklaştırmayı amaçlamaktadır ancak yıkama sonucu iyonik damgalamada kullanılan  $Sr^{++}$  iyonları da uzaklaştırılmış oldu. İyon damgalı polimerlerin üretilmesinde son işlem olarak  $Sr^{++}$  iyonlarının uzaklaştırılması istenen bir sonuç olmakla beraber uzun yıkama sürecinde polimerlerin su içinde şişmesi sonucu  $Sr^{++}$  iyonlarını tanyacak aktif boşlukların geometrileri bozulabilir. Bu nedenle farklı bir yıkama süreci uygulayarak hem bu durumu test etmeyi hem de farklı yıkama süreçlerinin polimer geometrisi üzerindeki etkisini görmeyi hedefledik. Su ile yapılan yıkama işlemine paralel olarak alkol/su karışımları da kullanıldı. HEMA monomeri ile yapılan gel 50/50 alkol/su karışımında saf suda olduğundan daha fazla şişme özelliği gösterdi. AAm ve AMPS ile yapılan jellerin ise aynı oranlı alkol/su karışımında şişmek yerine büzüştüğü görüldü. HEMA polimerinin alkol/su karışımında gösterdiği bu fazla şişme özelliğinden yıkama ile yapıdaki stronsiyum iyonlarının uzaklaştırılmasını kolaylaştırmak için faydalanmak mümkündür. Ayrıca AAm ve AMPS ile yapılan jellerin gösterdiği büzüşme özelliğinden bu polimerlerin yıkama sonrasındaki kurutma aşamasını kısaltmakta yararlanılabilir.

NMBA miktarını artırdığımızda reaksiyon ortamına ilave su girişi olduğundan çapraz bağlayıcının katı olarak verilmesine karar verildi.

$Sr^{++}$  çözeltisi;  $45\text{gL}^{-1}$  olacak şekilde 250mL

hazırlandı. Sr için molar kütle:  $87.62\text{g mol}^{-1}$

250mL çözelti için gereken  $Sr^{++}$  miktar:

$$x = 45\text{gL}^{-1} \left( \frac{250\text{ml}}{1000\text{ml}} \right) = 11,25\text{g} \quad (3.17)$$

11,25g  $Sr^{++}$  için gereken  $SrCl_2 \cdot 6H_2O$  miktarı:

$$x = 11,25\text{g} \left( \frac{266,62\text{g mol}^{-1}}{87,62\text{g mol}^{-1}} \right) = 34,2328\text{g} \quad (3.18)$$

34,2328 g  $SrCl_2 \cdot 6H_2O$  tartılarak 250mL saf su içinde çözüldü ve  $Sr^{++}$  damgalı polimer üretiminde kullanılmak üzere ayrıldı.

Çözeltinin molar derişimi:

$$x = 45\text{g}L^{-1}/87,62\text{g}mol^{-1} = 0,5136\text{mol}L^{-1} \quad (3.19)$$

Çözeltinin molar derişimi:  $0,5136\text{mmol}L^{-1}$

10 mmol  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{10\text{mmol}}{0,5136\text{mmol}L^{-1}} = 19,47\text{ml} \quad (3.20)$$

10 mmol  $\text{Sr}^{++}$  için 19,47mL  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  çözeltisi alındı ve 250mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 10 mmol monomer ilave edildi.

Monomer miktarı: 10 mmol için;

2-Hidroksietil metakrilat:

$$x = 10\text{mmol} \cdot \frac{130,14\text{g}mol^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}}}{1,07\text{g}L^{-1}} = 1,216\text{ml} \quad (3.21)$$

Akrilamid:

$$x = 10\text{mmol} \cdot 71,08\text{g}mol^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,7108\text{g} \quad (3.22)$$

2-Akrilamido-2-metilpropan sulfonik asid:

$$x = 10\text{mmol} \cdot 207,25\text{g}mol^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 2,0725\text{g} \quad (3.23)$$

Monomer ilave edilmiş çözelti bir magnetik karıştırıcı kullanılarak 900devir/dakika hızla 1 saat süre ile karıştırıldı. Deney tüpleri içine monomer molünün %1, %2, %3, %4, %6, %8 oranlarında çapraz bağlayıcı NMBA katı olarak konuldu. Bu tüplerin içine 10 mmol monomer ile karıştırılmış 10mmol  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisi ilave edildi.

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfid ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{KHSO}_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 10\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mg}mmol^{-1} = 27,03\text{mg} \quad \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.24)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 10\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 120,16\text{mgmmol}^{-1} = 24,02\text{mg} \quad \text{KHSO}_3 \quad (3.25)$$

tartılarak 2mL su içinde çözündürüldü. Belirtilen derişimde başlatıcı çifti 25ml olarak hazırlandı ve her 10mmol monomer için 2mL olarak kullanıldı. Monomerler ve çapraz bağlanma ajanı katı olarak kullanıldı ve  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisi içinde çözündürüldü. Kısa sürede homojen bir dağılım elde etmek için başlatıcının önceden hazırlanmış bir çözeltisi kullanıldı.

Çözelti birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra  $70^\circ\text{C}$  su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 3,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi. Yıkama işlemine bu şekilde bir hafta devam edildi. Polimerleşme reaksiyonu sonunda elde edilen  $\text{Sr}^{++}$  damgalı jellerde bulunan stronsiyum iyonlarının, yıkama işlemi sonucunda uzaklaştığı görüldü.

Su içinde bekletilen jellerin suyu çekmesi sonucu şiştiği görüldü ve bunun sonucu olarak stronsiyumu tutan fonksiyonel grupların birbirlerinden uzaklaşması nedeniyle  $\text{Sr}^{++}$  iyonları serbest kaldılar. Günde iki kez değiştirilen yıkama suyunda stronsiyum nitel tayini yapıldı. Şişmenin nispeten az olduğu 6 saat sonra yapılan ilk yıkama suyu değişikliğindeki stronsiyum miktarının, 24 saat sonra yapılan yıkama suyu değişikliğindekinden daha az olduğu görüldü. Yıkama süresince jel şişti ve içindeki stronsiyum iyonlarını serbest bıraktıkça (AAM ve AMPS için) rengi değişerek şeffaflaştı. Yıkamanın ikinci gününden sonra yapılan yıkama suyundaki stronsiyum iyonlarının çöktürülmesi işleminde daha az çökelti elde edildiği görüldü.

### 3.1.1.3. *Stronsiyum Tayini*

Stronsiyum tuzu çözeltisine amonyum karbonat çözeltisi eklendiğinde beyaz renkli stronsiyum karbonat çöker. Bir deney tüpü içine yıkama suyundan alınan 10ml örnek üzerine 2 M amonyum hidroksit çözeltisinden  $\text{pH} = 9,2$  olana kadar ilave edilir. Su banyosunda ısıtılır ve Amonyum karbonatın 2 M amonyaktaki %10'luk çözeltisinden çökme tamamlanana kadar ilave edilir.

İlerleyen günlerde yıkama suyunda yapılan stronsiyum tayini sonucu bir çökelti oluşmadığı görüldükten sonra iki gün daha yıkamaya devam edildi. Yıkama işlemi tamamlanan jeller 40°C sıcaklıkta etüv içinde kurutmaya bırakıldı. Aynı işlemler damgalanmamış polimerler elde etmek için stronsiyum iyonları olmadan tekrarlandı.

Monomer olarak HEMA kullanılan  $Sr^{++}$  damgalı jel için yıkama süresi 7 gün, kurutma süresi 3 gün olurken monomer olarak AMPS kullanılan  $Sr^{++}$  damgalı jel için yıkama süresi 11 gün, kurutma süresi 13 gün oldu. Monomer olarak AAm kullanılan  $Sr^{++}$  damgalı jel için yıkama süresi 9 gün, kurutma süresi 4 gün oldu. Damgalama işlemi yapılmayan jeller daha şeffaf olmakla beraber su içinde daha fazla şişme özelliği gösterdiler. Bu nedenle kurutma süreleri damgalı jellere oranla daha uzun oldu.

Yapılan denemeler sonucunda hidrojel oluşumu için HEMA monomerinde en az %2 NMBA çapraz bağlayıcı kullanılması gerektiği görüldü. Bu oran AAm ve AMPS için sırasıyla %4 ve %6 oldu. AAm için %2 ve AMPS için %4 çapraz bağlayıcı oranı jel oluşumu için yeterli gelmedi. Kullanılan çapraz bağlayıcı oranı yükseldikçe daha sağlam jellerin oluştuğu gözlemlendi. Böylece elde edilen hidrojjellerin aktarma ve yıkama işlemlerinde yapılan fiziksel muameleler sonucu dağılıp gitmesinin önüne geçilebilir ve jeller kullanıma uygun fiziksel yapılarını koruyabilir.

#### **3.1.1.4. *Hedef İonların Polimerden Uzaklaştırılması***

AMPS monomeri ve %8 NMBA kullanılarak çapraz bağlanma reaksiyonu sonucu elde edilen  $Sr^{++}$  damgalı jel 1 saat saf su içinde yıkandıktan sonra 40°C sıcaklıkta etüv içinde kurutuldu. Kurutulmuş jel bir değirmende öğütüldükten sonra stronsiyum iyonları uzaklaşana kadar 2 M amonyum hidroksit ile yıkandı.

Bir miktar jel üzerine 2 M amonyum hidroksit çözeltisi ilave edildi ve bir manyetik karıştırıcı vasıtasıyla 5 dakika karıştırılan amonyak çözeltisi içinden jeli ayırmak için karışım santrifüj tüplerine alındı ve 5000 devir/dakika hızda 5 dakika santrifüj edildi. Su fazı uzaklaştırıldıktan sonra tekrar 2 M amonyum hidroksit ilave edildi. Her yıkama işleminden sonra santrifüj ile alınan su fazında amonyum karbonat ile stronsiyum tayini yapıldı ve dördüncü yıkamada stronsiyumun uzaklaştırıldığı görüldü ve bir kez daha amonyak ile yıkandıktan sonra pH 7 olana dek su ile yıkandı. Jel 5 dakika su içinde karıştırıldıktan sonra santrifüj edilerek su fazından



ayrıldı ve tekrar saf su içine alındı. Bu şekilde sekiz kez tekrarlanan yıkamadan sonra pH 7 değerine ulaştı ve iki defa daha yıkanarak kurutma işlemine geçildi.

Monomer olarak AMPS kullanılarak elde edilen jel diğer iki monomerin polimerlerine oranla daha fazla su çekme özelliğine sahiptir. Bu özellik amonyak ile muamele sırasında da etkisini gösterdi ve polimerin su çekerek şişmesi sonucu stronsiyum iyonları amonyak fazına kolayca geçtiler.

HEMA monomeri kullanılarak elde edilen çapraz bağlı jelde ise polimer fazla şişmediği için stronsiyum iyonlarının amonyak fazına geçişinin çok daha yavaş olduğu görüldü. Monomer molünün %8 oranındaki NMBA kullanımında elde edilen hidrojel son derece sıkı bir yapıya sahip olduğu için 2 M amonyum hidroksit ile yapılan 5 dakikalık yıkamalar sonucu dördüncü tekrarda dahi stronsiyum iyonlarını jel içinden uzaklaştırmak mümkün olmadı ve amonyum hidroksit ile yıkamadan vazgeçildi.

Elde edilen jellerin özellikle su içinde yıkanması ve yapılarında tutulmuş olan iyonların uzaklaştırılması sırasında sınırlı oranda şişmeleri ve be esnada fiziksel bütünlüklerini korumaları beklenmektedir. HEMA monomeri ile %2 NMBA kullanılarak elde edilen jel bu özellikleri sağlamaktadır. AAm monomeri ile %6 NMBA kullanılarak sağlanabilen bu özellikler, AMPS monomerinde %8 NMBA kullanımında dahi elde edilemedi. AMPS ile yapılan hidrojel su ile yıkama esnasında kendi hacminin 1000 katına kadar su çekerek şişti ve su fazında büyük oranda dağıldı. Bu nedenle sentez şartları yeniden düzenlendi.

$\text{Sr}^{++}$  çözeltisi;  $45\text{gL}^{-1}$  olacak şekilde 250mL hazırlandı.

Sr için molar kütle:  $87.62\text{gmol}^{-1}$

250mL çözelti için gereken  $\text{Sr}^{++}$  miktarı:

$$x = 45\text{gL}^{-1} \left( \frac{250\text{ml}}{1000\text{ml}} \right) = 11,25\text{g} \quad (3.26)$$

11,25g  $\text{Sr}^{++}$  için gereken  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  miktarı:

$$x = 11,25\text{g} \left( \frac{266,62\text{gmol}^{-1}}{87,62\text{gmol}^{-1}} \right) = 34,2328\text{g} \quad (3.27)$$

34,2328 g  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  tartılarak 250mL saf su içinde çözüldü ve  $\text{Sr}^{++}$  damgalı polimer üretiminde kullanılmak üzere ayrıldı.

Çözeltinin molar derişimi:

$$x = 45\text{gL}^{-1} / 87,62\text{gmol}^{-1} = 0,5136\text{molL}^{-1} \quad (3.28)$$

Çözeltinin molar derişimi:  $0,5136\text{mmolmL}^{-1}$

5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5\text{mmol}}{0,5136\text{mmolmL}^{-1}} = 9,735\text{ml} \quad (3.29)$$

5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  için 9,735mL  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu.

Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20 mmol monomer ilave edildi.

Monomer miktarı: 20 mmol için;

Akrilamid:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 71,08\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 1,422\text{g} \quad (3.30)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  (9,735ml  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) çözeltisi üzerine 20mmol (1,422g) monomer Akrilamid ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra içine önceden monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,031\text{g} \quad (3.31)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfat ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{KHSO}_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg} \quad \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.32)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 120,16\text{mgmmol}^{-1} = 48,04\text{mg} \quad \text{KHSO}_3 \quad (3.33)$$

tartılarak 4mL su içinde çözündürüldü. Belirtilen derişimde başlatıcı çifti 25ml olarak hazırlandı ve her 20mmol monomer için 4ml olarak kullanıldı. Monomerler ve çapraz bağlanma ajanı katı olarak kullanıldı ve  $\text{Sr}^{++}$  çözeltisi içinde çözündürüldü. Kısa sürede homojen bir dağılım elde etmek için başlatıcının önceden hazırlanmış bir çözeltisi kullanıldı.

Çözelti birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra  $70^\circ\text{C}$  su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi. Yıkama işlemine bu şekilde on gün devam edildi. Polimerleşme reaksiyonu sonunda elde edilen  $\text{Sr}^{++}$  damgalı jellerde bulunan stronsiyum iyonlarının, yıkama işlemi sonucunda uzaklaştığı görüldü. Elde edilen jeller ne kadar küçük parçalara bölünürse iyonların uzaklaşması o kadar çabuk olmaktadır. Yıkama sırasında başlangıç hacminin 3-4 katı kadar şişen polimerler, bir önceki süreçte % 8 çapraz bağlayıcı ile elde edilen jeller kadar sağlam görünmektedir.

2-Akrilamido-2-metilpropan sulfonik asid:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 207,25\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 4,145\text{g} \quad (3.34)$$

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  (9,735ml  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) çözeltisi üzerine 20mmol (4,145g) monomer AMPS ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra içine önceden monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,031\text{g} \quad (3.35)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfat ( $K_2S_2O_8 / KHSO_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg} \quad K_2S_2O_8 \quad (3.36)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 120,16\text{mgmmol}^{-1} = 48,04\text{mg} \quad KHSO_3 \quad (3.37)$$

tartılarak 4mL su içinde çözündürüldü. Belirtilen derişimde başlatıcı çifti 25mL olarak hazırlandı ve her 20mmol monomer için 4mL olarak kullanıldı. Monomerler ve çapraz bağlanma ajanı katı olarak kullanıldı ve  $Sr^{++}$  çözeltisi içinde çözündürüldü. Kısa sürede homojen bir dağılım elde etmek için başlatıcının önceden hazırlanmış bir çözeltisi kullanıldı.

Çözelti birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra  $70^\circ C$  su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi. Yıkama işlemine bu şekilde bir hafta devam edildi. Polimerleşme reaksiyonu sonunda elde edilen  $Sr^{++}$  damgalı jellerde bulunan stronsiyum iyonlarının, yıkama işlemi sonucunda uzaklaştığı görüldü. Elde edilen jeller ne kadar küçük parçalara bölünürse iyonların uzaklaşması o kadar çabuk olmaktadır. Yıkama sırasında beherdeki suyun neredeyse tamamını bünyesine alan hydrojeli su fazından ayırmak mümkün değil. Şişen polimerler, su içinde dağılmakta taşına aktarma gibi her hangi bir fiziksel muamelede parçalanarak suya karışmaktadır. Bir önceki süreçte % 8 çapraz bağlayıcı ile elde edilen jellerden biraz daha zayıf görünmektedir.

Bu nedenle monomer miktarı ve  $Sr^{++}$  çözeltisi hacmi sabit tutularak çapraz bağlayıcı NMBA oranı monomer molünün %2 'si olacak şekilde artırıldı ve diğer şartlar aynı tutuldu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Yıkama işlemine bu şekilde bir hafta devam edildi. Polimerleşme reaksiyonu sonunda elde edilen  $\text{Sr}^{++}$  damgalı jellerde bulunan stronsiyum iyonlarının, yıkama işlemi sonucunda uzaklaştığı görüldü. Bu şekilde elde edilen hidrojel bir öncekinden çok daha sağlam bir yapı gösteriyor. Jeller başlangıç hacminin 30 – 40 katı kadar şişmesine rağmen fiziksel bütünlüklerini korumakta ve yıkama suyunun dekante edilmesi ve jellerin bir kaşık vasıtasıyla taşınmasında dağılmamaktadır.

Daha önceki süreçte %2 NMBA kullanılarak HEMA monomeri ile yapılan jeller son derece sağlam fiziksel yapıya sahipti. Şebekenin sağlamlığı iyon alışverişini zorlaştırdığından bu süreçte %1 çapraz bağlayıcının yanında daha düşük çapraz bağlayıcı kullanımının etkisini görmek için %0,5 NMBA kullanılarak bir jel elde edildi.

$$\text{HEMA: } x = 20\text{mmol} \cdot \frac{130,14\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}}}{1,07\text{gml}^{-1}} = 2,432\text{ml} \quad (3.38)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol  $\text{Sr}^{++}$  (9,735ml  $\text{SrCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ ) çözeltisi üzerine 20mmol (1,422g) monomer HEMA ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra içine önceden monomer molünün %0,5 'i oranında çapraz bağlanma ajanı konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilenediakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,005 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,015\text{g} \quad (3.39)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, potasyum bisülfat ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{KHSO}_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı. Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg} \quad \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.40)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 120,16\text{mgmmol}^{-1} = 48,04\text{mg} \quad \text{KHSO}_3 \quad (3.41)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 4mL çözelti olarak kullanıldı.

Çözelti birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi. Yıkama işlemine bu şekilde bir hafta devam edildi. Polimerleşme reaksiyonu sonunda elde edilen Sr<sup>++</sup> damgalı jellerde bulunan stronsiyum iyonlarının, yıkama işlemi sonucunda uzaklaştığı görüldü. Elde edilen jeller ne kadar küçük parçalara bölünürse iyonların uzaklaşması o kadar çabuk olmaktadır. Yıkama sırasında başlangıç hacminin 2-3 katı kadar şişen polimerler, bir önceki süreçte % 8 çapraz bağlayıcı ile elde edilen jeller kadar sağlam görünmemektedir. %4-6 NMBA kullanılan jellerin fiziksel yapısına daha yakın durmaktadır.

Üç ayrı monomer ile elde edilen jellerin hepsi başlangıç aşamasında süt beyaz renge sahip olmasına rağmen yıkama esnasında bünyesindeki iyonların uzaklaşmasıyla şeffaflaşmaktadır. Sadece HEMA bu duruma uymamakta ve beyaz rengini korumaktadır.

Adsorpsiyon denemeleri için AAm monomerinin %1 NMBA ile yapılan jeli kullanım için uygun görülmektedir. HEMA monomerinde %1 NMBA, AMPS monomerinde ise %2 NMBA kullanmaya karar verildi. Çapraz bağlama ajanı NMBA katı olarak kullanılacak ve monomer-iyon çözeltisinde çözüldürülecektir. Redoks başlatıcı çiftinin 5mmol monomer için gereken miktarı 1ml çözelti halinde sisteme verilmekteydi. Buradan gelen su miktarını azaltmak için derişimin yükseltilmesine karar verildi. Aynı prosedür kullanılarak sezyum damgalı polimerler de elde edilecektir.

### 3.1.2. Sezyum İyon Damgalı Polimerlerin Hazırlanması

Hedef iyon çözeltisinin molar konsantrasyonda hazırlanmasına karar verildi. Bunun için 100 ml, 0,5 M Cs<sup>+</sup> çözeltisi hazırlandı.

Gerekli CsCl miktarı:

$$x = 0,5\text{mol} \cdot 168,35\text{gmol}^{-1} \cdot \left(\frac{100\text{ml}}{1000\text{ml}}\right) = 8,4175\text{g} \quad (3.42)$$

8,4175g CsCl tartılarak saf su içinde çözüldü ve hacmi 100 mL olacak şekilde ayarlandı.

Çözeltinin molar derişimi:  $0,5\text{molL}^{-1} = 0,5\text{mmolmL}^{-1}$

Kullanılan monomerin %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{NaHSO}_3$ ) çözeltisinden 25mL hazırlandı.

$$\left(\frac{25\text{ml}}{2\text{ml}}\right) \cdot 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33 \text{ mgmmol}^{-1} = 675,8\text{mg K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.43)$$

$$\left(\frac{25\text{ml}}{2\text{ml}}\right) \cdot 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06 \text{ mgmmol}^{-1} = 520,3\text{mgNaHSO}_3 \quad (3.44)$$

675,8mg  $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$  ve 520,3mg  $\text{NaHSO}_3$  saf su içinde çözülerek hacmi 25mL olacak şekilde tamamlandı.

### 3.1.2.1. Sezyum İyon Damgalı Hema Hidrojelinin Hazırlanması

$$5 \text{ mmol Cs}^+ \text{ çözeltisinin hacmi: } x = \frac{5\text{mmol}}{0,5\text{mmolml}^{-1}} = 10\text{mL} \quad (3.45)$$

10mL  $\text{Cs}^+$  çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken HEMA miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot \frac{130,14\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}}}{1,07\text{gml}^{-1}} = 2,432\text{ml} \quad (3.46)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol  $\text{Cs}^+$  (10 ml  $\text{CsCl}$ ) çözeltisi üzerine 20mmol monomer HEMA ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,031\text{g} \quad (3.47)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{NaHSO}_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg} \quad \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.48)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06\text{mgmmol}^{-1} = 41,62\text{mg} \quad \text{NaHSO}_3 \quad (3.49)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2ml çözelti olarak kullanıldı.

Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Cs<sup>+</sup> iyon damgalı çapraz bağlı HEMA hidro jelleri sütbeyaz renkte oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Çapraz bağlı HEMA polimerinden küçük bir miktar, 1 saatlik kısa bir yıkamanın ardından alınarak 40°C etüvde kurumaya bırakıldı. Yapısındaki sezyum iyonları uzaklaştırılmadan kurutulan bu hidro jeller polimer karakterinin aydınlatılmasında kullanılmak üzere saklandı.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda Cs<sup>+</sup> iyon damgalı hidro jeller sudan uzaklaştırılarak 40°C etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler sezyum çözeltisi yerine 10 mL saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı HEMA hidro jelleri sütbeyaz renkte oluştu.

### 3.1.2.2. *Sezyum İyon Damgalı AMPS Hidrojelinin Hazırlanması*

$$5 \text{ mmol Cs}^+ \text{ çözeltisinin hacmi: } x = \frac{5\text{mmol}}{0,5\text{mmolml}^{-1}} = 10\text{ml} \quad (3.50)$$

10mL Cs<sup>+</sup> çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken AMPS miktarı:



$$x = 20\text{mmol} \cdot 207,25\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 4,145\text{g} \quad (3.51)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Cs<sup>+</sup> (10 ml CsCl) çözeltisi üzerine 20mmol monomer AMPS ilave edildi. Magnetik karıştırıcı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %2'si oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,02 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,062\text{g} \quad (3.52)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> / NaHSO<sub>3</sub>) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.53)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06\text{mgmmol}^{-1} = 41,62\text{mg NaHSO}_3 \quad (3.54)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2ml çözelti olarak kullanıldı.

Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Cs<sup>+</sup> iyon damgalı çapraz bağlı AMPS hidro jelleri şeffaf ve renksiz oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Çapraz bağlı AMPS polimerinden küçük bir miktar, 1 saatlik kısa bir yıkamanın ardından alınarak 40°C etüvde kurumaya bırakıldı. Yapısındaki sezyum iyonları uzaklaştırılmadan kurutulan bu hidrojjeller polimer karakterinin aydınlatılmasında kullanılmak üzere saklandı.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda Cs<sup>+</sup> iyon damgalı hidrojeller sudan uzaklaştırılarak 40°C etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler sezyum çözeltisi yerine 10 ml saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı AMPS hidro jellerinin şeffaf ve renksiz olduğu görüldü.

### 3.1.2.3. *Sezyum İyon Damgalı Akrilamid Hidrojelinin Hazırlanması*

5 mmol Cs<sup>+</sup> çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5\text{mmol}}{0,5\text{mmolml}^{-1}} = 10\text{ml} \quad (3.55)$$

10mL Cs<sup>+</sup> çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken akrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 71,08\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 1,422\text{g} \quad (3.56)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Cs<sup>+</sup> (10 ml CsCl) çözeltisi üzerine 20mmol monomer AAm ilave edildi. Magnetik karıştırıcı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %1'i oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,031\text{g} \quad (3.57)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> / NaHSO<sub>3</sub>) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg } \text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.58)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06\text{mgmmol}^{-1} = 41,62\text{mg } \text{NaHSO}_3 \quad (3.59)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2mL çözelti olarak kullanıldı.

Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Cs<sup>+</sup> iyon damgalı çapraz bağlı AAm hidro jelleri şeffaf ve renksiz oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Çapraz bağlı AAm polimerinden küçük bir miktar, 1 saatlik kısa bir yıkamanın ardından alınarak 40°C etüvde kurumaya bırakıldı. Yapısındaki sezyum iyonları uzaklaştırılmadan kurutulan bu hidrojeller polimer karakterinin aydınlatılmasında kullanılmak üzere saklandı.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda Cs<sup>+</sup> iyon damgalı hidrojeller sudan uzaklaştırılarak 40°C etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler sezyum çözeltisi yerine 10 mL saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı AAm hidro jellerinin şeffaf ve renksiz olduğu görüldü.

### 3.1.3. Stronsiyum İyon Damgalı Polimerlerin Hazırlanması

100 ml, 0,5 M Sr<sup>++</sup> çözeltisi hazırlandı.

Gerekli SrCl<sub>2</sub> miktarı:

$$x = 0,5\text{mol} \cdot 87,62\text{gmol}^{-1} \cdot \left(\frac{100\text{ml}}{1000\text{ml}}\right) = 4,381\text{g} \quad (3.60)$$

4,381g SrCl<sub>2</sub> tartılarak saf su içinde çözüldü ve hacmi 100 mL olacak şekilde ayarlandı. Çözeltinin molar derişimi: 0,5molL<sup>-1</sup> = 0,5mmolmL<sup>-1</sup>

Kullanılan monomerin %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid (K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> / NaHSO<sub>3</sub>) çözeltisinden 25ml hazırlandı.

$$\left(\frac{25ml}{2ml}\right) \cdot 20mmol \cdot 0,01 \cdot 270,33 mgmmol^{-1} = 675,8mg K_2S_2O_8 \quad (3.61)$$

$$\left(\frac{25ml}{2ml}\right) \cdot 20mmol \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06 mgmmol^{-1} = 520,3mg NaHSO_3 \quad (3.62)$$

675,8mg K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub> ve 520,3mg NaHSO<sub>3</sub> saf su içinde çözümlenerek hacmi 25ml olacak şekilde tamamlandı.

### 3.1.3.1. *Stronsiyum İyon Damgalı Akrlamid Hidrojelinin Hazırlanması*

5 mmol Cs<sup>+</sup> çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5mmol}{0,5mmolml^{-1}} = 10ml \quad (3.63)$$

10mL Sr<sup>++</sup> çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken akrilamid miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 71,08gmol^{-1} \cdot \frac{1mol}{1000mmol} = 1,422g \quad (3.64)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Sr<sup>++</sup> (10 mL SrCl<sub>2</sub>) çözeltisi üzerine 20mmol monomer akrilamid ilave edildi. Magnetik karıştırıcı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %1'i oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 0,01 \cdot 154,17gmol^{-1} \cdot \frac{1mol}{1000mmol} = 0,031g \quad (3.65)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfat ( $K_2S_2O_8 / NaHSO_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 0,01 \cdot 270,33mgmmol^{-1} = 54,06mg \text{ } K_2S_2O_8 \quad (3.66)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20mmol \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06mgmmol^{-1} = 41,62mg \text{ } NaHSO_3 \quad (3.67)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2mL çözelti olarak kullanıldı. Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu.  $Sr^{++}$  iyon damgalı çapraz bağlı AAm hidro jelleri şeffaf ve renksiz oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda  $Sr^{++}$  iyon damgalı hidrojeller sudan uzaklaştırılarak 40°C etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler Stronsiyum çözeltisi yerine 10 ml saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı Akrilamid hidro jellerinin şeffaf ve renksiz olduğu görüldü.

### 3.1.3.2. *Stronsiyum İyon Damgalı HEMA Hidrojelinin Hazırlanması*

$$5 \text{ mmol } Cs^+ \text{ çözeltisinin hacmi: } x = \frac{5mmol}{0,5mmolml^{-1}} = 10ml \quad (3.68)$$

10mL  $Sr^{++}$  çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken HEMA miktarı:

$$x = 20mmol \cdot \frac{130,14gmol^{-1} \cdot \frac{1mol}{1000mmol}}{1,07gml^{-1}} = 2,432ml \quad (3.69)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol  $Sr^{++}$  (10 mL  $SrCl_2$ ) çözeltisi üzerine 20mmol monomer HEMA ilave edildi. Magnetik karıştırıcı yardımı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %1 'i oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

N,N'-Metilendiakrilamid miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 0,01 \cdot 154,17gmol^{-1} \cdot \frac{1mol}{1000mmol} = 0,031g \quad (3.70)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi. Monomer molünün %2'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum metabisülfid ( $K_2S_2O_8$  /  $Na_2S_2O_5$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Daha önce yapılan çalışmalarda kullanılan HEMA monomerinin içindeki inhibitör destilasyon ile uzaklaştırılmıştı. Bu aşamada kullanılan HEMA döner başlıklı evaporatörün arızalı olması nedeniyle saflaştırılmadı. İnhibitör etkisinden kurtulmak amacıyla redoks başlatıcı çifti iki katı kullanıldı.

Sodyum bisülfid ( $NaHSO_3$ ) stoklarımızda kalmadığı için yerine ikame olarak sodyum metabisülfid ( $Na_2S_2O_5$ ) kullanıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 0,02 \cdot 270,32mgmmol^{-1} = 108,13mgK_2S_2O_8 \quad (3.71)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20mmol \cdot 0,02 \cdot 190,11mgmmol^{-1} = 76,04mg Na_2S_2O_5 \quad (3.72)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2ml çözelti olarak kullanıldı.

Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra 70°C su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu. Sr<sup>++</sup> iyon damgalı çapraz bağlı HEMA hidro jelleri sütbeyaz renkte oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda Sr<sup>++</sup> iyon damgalı hidrojeller sudan uzaklaştırılarak 40°C etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler stronsiyum çözeltisi yerine 10 ml saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı HEMA hidro jelleri sütbeyaz renkte oluştu.

### 3.1.3.3. *Stronsiyum İyon Damgalı AMPS Hidrojelinin Hazırlanması*

5 mmol Sr<sup>++</sup> çözeltisinin hacmi:

$$x = \frac{5mmol}{0,5mmolml^{-1}} = 10ml \quad (3.73)$$

10mL Sr<sup>++</sup> çözeltisi alındı ve 50mL hacimli şilifli erlen içine konuldu. Erlen içine alınan çözeltinin üzerine 20mmol monomer ilave edildi. 20mmol monomer için gereken AMPS miktarı:

$$x = 20mmol \cdot 207,25gmol^{-1} \cdot \frac{1mol}{1000mmol} = 4,145g \quad (3.74)$$

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 5 mmol Sr<sup>++</sup> (10 mL SrCl<sub>2</sub>) çözeltisi üzerine 20mmol monomer AMPS ilave edildi. Magnetik karıştırıcı ile 900devir/dakika hızla 1 saat karıştırıldıktan sonra önceden hazırlanmış ve içinde monomer molünün %2'si oranında çapraz bağlanma ajanı NMBA konulmuş vida kapaklı bir tüp içine aktarıldı.

AMPS hidrojel su içinde diğeri iki polimerden daha fazla şiştiği için mekanik yapıların benzer olması amacıyla bu sentezde çapraz bağlayıcı diğeriğine göre iki kat fazla kullanıldı.

N,N'-Methylendiakrilamid miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,02 \cdot 154,17\text{gmol}^{-1} \cdot \frac{1\text{mol}}{1000\text{mmol}} = 0,062\text{g} \quad (3.75)$$

Çözelti bir magnetik karıştırıcı ile karıştırılırken içinden 4 dakika azot gazı geçirildi ve monomer molünün %1'i oranında redoks başlatıcı çifti potasyum persülfat, sodyum bisülfid ( $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8 / \text{NaHSO}_3$ ) çözeltisi ilave edildi ve ağzı kapatıldı.

Kullanılan başlatıcı miktarı:

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 270,33\text{mgmmol}^{-1} = 54,06\text{mg} \text{ K}_2\text{S}_2\text{O}_8 \quad (3.76)$$

ve potasyum persülfata eşdeğer miktarda

$$x = 20\text{mmol} \cdot 0,01 \cdot 2 \cdot 104,06\text{mgmmol}^{-1} = 41,62\text{mg} \text{ NaHSO}_3 \quad (3.77)$$

Belirtilen miktardaki başlatıcı çifti 20mmol monomer için 2mL çözelti olarak kullanıldı.

Tüp birkaç dakika boyunca karıştırıldıktan sonra  $70^\circ\text{C}$  su banyosuna alındı. Polimerleşme reaksiyonunun tamamlanması için 2,5 saat su banyosu içinde tutuldu.  $\text{Sr}^{++}$  iyon damgalı çapraz bağlı AMPS hidro jelleri şeffaf ve renksiz oluştu. Elde edilen jel bir gün dinlendirildikten sonra tüp içinden çıkarıldı ve reaksiyona girmemiş bileşenlerin uzaklaştırılması amacıyla yıkama işlemine alındı. Yıkama işlemi sırasında jeller litrelik bir beher içine alınarak üzeri saf su ile tamamlandı ve yıkama suyu günde iki kere değiştirildi.

Bir hafta süreyle su içinde yıkanmanın etkisi ile şişen jeller kesilerek küçültüldü ve yıkanmaya devam edildi. Böylece yapıdaki iyonların su fazına geçmesi kolaylaştırılırken kurutma işlemi sonunda daha küçük parçaların elde edilmesi de sağlanmış oldu. 10. Günün sonunda  $\text{Sr}^{++}$  iyon damgalı hidro jeller sudan uzaklaştırılarak  $40^\circ\text{C}$  etüvde kurutmaya alındı.

Benzer işlemler stronsiyum çözeltisi yerine 10 mL saf su kullanılarak tekrarlandı ve böylece aynı polimerler iyon damgalama tekniği kullanılmadan elde edilmiş oldu. Çapraz bağlı AMPS hidro jellerinin şeffaf ve renksiz olduğu görüldü.



AMPS, HEMA, ve AAm monomerleri ile hazırlanan polimerler yıkama ve kurutma işleminden sonra seramik başlıklı değirmende öğütüldü. Öğütülen polimerler elekten geçirilerek tanecik boyutuna göre sınıflandırıldı. 70 – 150 mikron aralığındaki polimerler ile Sezyum ve Stronsiyum adsorpsiyon çalışmaları yapıldı.

### 3.2. POLİMER KARAKTERİZASYONU

AMPS, HEMA, ve Akrilamid monomerleri ile hazırlanan polimerlerin ve bunların iyon damgalı modellerinin yapılarının aydınlatılması için bir dizi analiz yapıldı. Bunlar Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR), (X-Işınları Difraktometresi) XRD, Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (SEM – EDS ) şeklindedir. Bu analiz sonuçlarından damgalama yönteminin polimerin yapısında bir değişiklik yaratıp yaratmadığı ve damgalama sonrası hedef iyonların polimer yapısından uzaklaştırılma operasyonunun başarısı üzerinde değerlendirme yapıldı.

### 3.3. ADSORPSİYON DENEMELERİ

Üç ayrı monomer ile hazırlanan polimerler ve bunların sezyum ve stronsiyum ile damgalanmış polimerleri kullanılarak adsorpsiyon denemeleri yapıldı.

#### 3.3.1. Hazırlanan Polimerler İle Sezyum Adsorpsiyonu

AMPS, HEMA, ve AAm monomerleri ile hazırlanan Sezyum iyon damgalı ve normal polimerler yıkama ve kurutma işleminden sonra seramik başlıklı değirmende öğütüldü. Öğütülen polimerler elekten geçirilerek tanecik boyutuna göre sınıflandırıldı. 70 – 140 mikron aralığındaki polimerler adsorpsiyon denemelerinde kullanılmak üzere ayrıldı. Tanecik boyutu 140 mikronun üzerinde olan polimerler tekrar öğütülerek elekten geçirildi ve denemede kullanılmak üzere ayrılan stokla birleştirildi.

##### 3.3.1.1. Kinetik Çalışması

100mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL 1mmol Cs<sup>+</sup> (radyoaktif Cs - 137 ile işaretlenmiş) üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. Adsorpsiyon kinetiği çalışması için sırasıyla 0, 2, 5, 10, 15, 30, 60, 120 ve 180. dakikalarda çözeltiden mikro pipet kullanılarak bir mL örnek

alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Gama Sintilaston cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi.

Bu işlemler sırasıyla, AMPS polimeri ve sezyum iyon damgalı AMPS polimeri; Acrylamid polimeri ve sezyum iyon damgalı Akrilamid polimeri; HEMA polimeri ve sezyum iyon damgalı HEMA polimeri için yapıldı.

Gama Sintilaston cihazında elde edilen aktivite ölçümleri ve adsorpsiyonun zamana bağlı değişimi tablolar haline getirilerek değerler grafiğe aktarıldı. Polimerlerin 1mmol sezyum çözeltisi için adsorpsiyon kapasiteleri mol/g cinsinden hesaplandı.

### **3.3.1.2. Su tutma kapasitesi**

Sentezlenen polimerler hidrojel özelliğine sahip olduğundan adsorpsiyon çalışmaları sırasında yapısına su alarak şişmektedir. Bu nedenle çözelti ortamındaki suyun hacmi değişmektedir. Çözelti suyunun polimer tarafından tutulması sonucu değişen çözelti hacminin adsorpsiyon kinetiği üzerindeki etkisini düzenlemek için polimerlerin su tutma kapasitelerini tayin etmek amacıyla denemeler yapıldı.

Bir mezür içine alınan 50mL Cs<sup>+</sup> çözeltisi ( 0,001M ) içerisine 50mg polimer bir paket içerisinde daldırıldı ve kinetik çalışmasındaki numune alma sürelerinde, paket çözülden çıkarılarak mezürdeki seviye farkı ölçüldü.

Bu işlemler sırasıyla, AMPS polimeri ve sezyum iyon damgalı AMPS polimeri; Acrylamid polimeri ve sezyum iyon damgalı AAm polimeri; HEMA polimeri ve sezyum iyon damgalı HEMA polimeri için yapıldı.

### **3.3.1.3. Adsorpsiyon izotermi**

Elde edilen polimerler ile Cs<sup>+</sup>iyonlarının adsorpsiyonuna ait izotermi çizilebilmesi için farklı konsantrasyonlarda Cs<sup>+</sup> çözümleri ile adsorpsiyon denemeleri tekrarlandı.

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL Cs<sup>+</sup> (radyoaktif Cs - 137 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. Kinetik çalışmasında kullanılan 0,001M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ilave olarak 0,0001 M, 0,0005 M, 0,002 M, 0,004 M Cs<sup>+</sup> çözümleri hazırlandı ve bu çözümler radyoaktif Cs – 137 ile işaretlendi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda

çözültiden mikro pipet kullanılarak bir mL örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi.

Bu denemeler sırasıyla, AMPS polimeri ve sezyum iyon damgalı AMPS polimeri; Acrylamid polimeri ve sezyum iyon damgalı AAm polimeri; HEMA polimeri ve sezyum iyon damgalı HEMA polimeri için dört konsantrasyonda (0,0001 M, 0,0005 M, 0,002 M, 0,004 M Cs<sup>+</sup>) yapıldı.

### 3.3.2. Hazırlanan Polimerler İle Stronsiyum Adsorpsiyonu

AMPS, HEMA ve AAm monomerleri ile hazırlanan stronsiyum iyon damgalı ve normal polimerler yıkama ve kurutma işleminden sonra seramik başlıklı değirmende öğütüldü. Öğütülen polimerler elekten geçirilerek tanecik boyutuna göre sınıflandırıldı. 70 – 140 mikron aralığındaki polimerler adsorpsiyon denemelerinde kullanılmak üzere ayrıldı. Tanecik boyutu 140 mikronun üzerinde olan polimerler tekrar öğütülerek elekten geçirildi ve denemede kullanılmak üzere ayrılan stokla birleştirildi.

Elde edilen polimerler ile Sr<sup>++</sup> iyonlarının adsorpsiyonuna ait izotermlerin çizilebilmesi için farklı konsantrasyonlarda Sr<sup>++</sup> çözültileri ile adsorpsiyon denemeleri tekrarlandı.

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL Sr<sup>++</sup> (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözültisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. Sırası ile 0,0001 M, 0,0005 M, 0,001 M, 0,002 M, 0,004 M Sr<sup>++</sup> çözültileri hazırlandı ve bu çözültiler radyoaktif Sr – 90 ile işaretlendi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda çözültiden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi.

Bu denemeler sırasıyla, AMPS polimeri ve stronsiyum iyon damgalı AMPS polimeri; Acrylamid polimeri ve Stronsiyum iyon damgalı AAm polimeri; HEMA polimeri ve stronsiyum iyon damgalı HEMA polimeri için beş konsantrasyonda (0,0001 M, 0,0005 M, 0,001 M, 0,002 M, 0,004 M Sr<sup>++</sup>) yapıldı.

### 3.4. SEZYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ

Sezyum adsorpsiyonu üzerine yabancı iyon etkisini çalışmak için  $\text{Na}^+$  ve  $\text{K}^+$  çözeltileri hazırlandı. Eşit hacimlerde 0,004 M  $\text{Na}^+$  ve 0,004 M  $\text{K}^+$  çözeltisi ile 0,004 M  $\text{Cs}^+$  çözeltisi karıştırılarak elde edilen çözelti radyoaktif Cs – 137 ile işaretlendi.

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 50ml  $\text{Cs}^+ / \text{Na}^+$  (radyoaktif Cs - 137 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi.

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 50ml  $\text{Cs}^+ / \text{K}^+$  (radyoaktif Cs - 137 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosunda gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon süresi sonunda çözeltilerden mikro pipetle bir ml örnek alındı. Örneklerin aktiviteleri Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayıldı. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

### 3.5. STRONSIYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ

Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine yabancı iyon etkisini çalışmak için stronsiyumun  $\text{Ba}^{++}$  ve  $\text{Ca}^{++}$  ile birlikte çözeltileri hazırlandı.

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 50ml  $\text{Sr}^{++} / \text{Ba}^{++}$  (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

50ml hacimli şilifli erlen içine alınan 50ml  $\text{Sr}^{++} / \text{Ca}^{++}$  (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi

sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

### 3.6. ADSORPSİYON ÇÖZELTİLERİNİN HAZIRLANMASI

Adsorpsiyon denemeleri için öncelikler 0,001 M CsCl ve SrCl<sub>2</sub> çözeltisi hazırlandı ve elde edilen adsorpsiyon sonuçlarına bakılarak diğer konsantrasyonlar seçildi.

#### 3.6.1. Stronsiyum Çözeltilerinin Hazırlanması

İlk olarak 0,1 M SrCl<sub>2</sub> ana çözeltisi hazırlandı ve buradan seyreltme yolu ile 0,0001 M, 0,0005 M, 0,001 M, 0,002 M, ve 0,004 M stronsiyum çözeltileri hazırlandı.

Adsorpsiyon denemelerinde gerekli olan toplam 300ml, seçilen konsantrasyondaki stronsiyum çözeltisini hazırlamak için ana çözeltilerden alınması gereken hacim

$$M_1 V_1 = M_2 V_2 \quad (3.78)$$

Eşitliği kullanılarak hesaplandı.

0,001M stronsiyum çözeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,001M \cdot 300ml}{0,1M} = 3ml \quad (3.79)$$

3mL ana çözeltilerden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Sr- 90 ilave edildi ve hacmi balon jöje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,0001 M stronsiyum çözeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,0001M \cdot 300ml}{0,1M} = 0,3ml \quad (3.80)$$

0,3mL ana çözeltilerden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Sr- 90 ilave edildi ve hacmi balon jöje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,0005 M stronsiyum çözeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,0005M \cdot 300ml}{0,1M} = 1,5ml \quad (3.81)$$

1,5mL ana çözüeltiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Sr- 90 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,002 M stronsiyum çözüeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,002M \cdot 300ml}{0,1M} = 6ml \quad (3.82)$$

6mL ana çözüeltiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Sr- 90 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,004 M stronsiyum çözüeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,004M \cdot 300ml}{0,1M} = 12ml \quad (3.83)$$

12mL ana çözüeltiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Sr- 90 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

Eşit hacimlerde 0,004 M Ba<sup>++</sup> ile 0,004 M Sr<sup>++</sup> çözüeltisi ve 0,004 M Ca<sup>++</sup> ile 0,004 M Sr<sup>++</sup> çözüeltisi karıştırılarak 300 mL hacimli iki çözüelti elde edildi. Elde edilen çözüelteler radyoaktif Sr90 ile işaretlendi.

### 3.6.2. Sezyum Çözüeltilerinin Hazırlanması

İlk olarak 0,5 M CsCl ana çözüeltisi hazırlandı ve buradan seyreltme yolu ile 0,0001 M, 0,0005 M, 0,001 M, 0,002 M, ve 0,004 M sezyum çözüelteleri hazırlandı.

Adsorpsiyon denemelerinde gerekli olan toplam 300mL, seçilen konsantrasyondaki sezyum çözüeltisini hazırlamak için ana çözüeltiden alınması gereken hacim

$$M_1 V_1 = M_2 V_2 \quad (3.84)$$

Eşitliği kullanılarak hesaplandı.

0,001M sezyum çözüeltisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,001M.300ml}{0,5M} = 0,6ml \quad (3.85)$$

0,6mL ana çözültiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Cs- 137 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,0001 M sezyum çözültisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,0001M.300ml}{0,5M} = 0,06ml \quad (3.86)$$

0,06mL ana çözültiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Cs- 137 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,0005 M sezyum çözültisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,0005M.300ml}{0,5M} = 0,3ml \quad (3.87)$$

0,3mL ana çözültiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Cs- 137 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,002 M sezyum çözültisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,002M.300ml}{0,5M} = 6ml \quad (3.88)$$

1,2mL ana çözültiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Cs- 137 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

0,004 M sezyum çözültisi için

$$V_1 = \frac{M_2 V_2}{M_1} = \frac{0,004M.300ml}{0,5M} = 12ml \quad (3.89)$$

2,4mL ana çözültiden alınarak önce üzerine destile su sonra radyoaktif Cs- 137 ilave edildi ve hacmi balon joje içinde 300mL olacak şekilde tamamlandı.

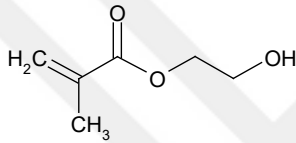
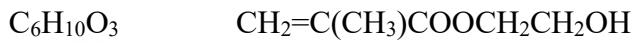
Eşit hacimlerde 0,004 M Na<sup>+</sup> ile 0,004 M Cs<sup>+</sup> çözeltisi ve 0,004 M K<sup>+</sup> ile 0,004 M Cs<sup>+</sup> çözeltisi karıştırılarak 300 ml hacimli iki çözelti elde edildi. Elde edilen çözeltiler radyoaktif Cs – 137 ile işaretlendi.

### 3.7. KULLANILAN KİMYASALLAR

Bu tez çalışması boyunca kullanılan kimyasal maddeler ve özellikleri aşağıda verilmiştir.

#### 3.7.1. Monomerler

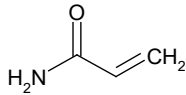
##### 2-Hidroksietil metakrilat, (HEMA)



Molar kütle: 130,14 gmol<sup>-1</sup>

Form: sıvı

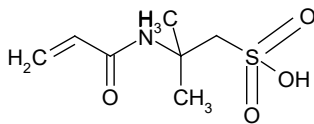
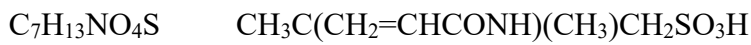
##### Akrilamid



Molar kütle: 71,08 gmol<sup>-1</sup>

Form: katı

##### 2-Akrilamido-2-metilpropan sulfonik asid (AMPS)

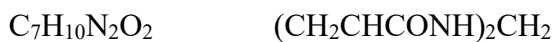


Molar kütle: 207,25 gmol<sup>-1</sup>

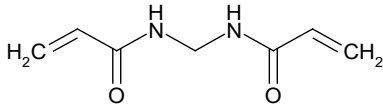
Form: toz

#### 3.7.2. Çapraz Bağlanma Ajanı

N,N'-Metilen biakrilamid NMBA







Molar kütle: 154,17  $\text{gmol}^{-1}$

Form: katı

### 3.7.3. Tuzlar

#### **SrCl<sub>2</sub>•6H<sub>2</sub>O**

Molar kütle: 266,62  $\text{gmol}^{-1}$

#### **Stronsiyum Sr**

Atom yarıçapı: 192 pm

İyon yarıçapı: 1113 pm

Elektronegativite: 1,0

#### **CsCl**

Molar kütle: 168,35  $\text{gmol}^{-1}$

#### **Sezyum Cs**

Atom yarıçapı: 225 pm

İyon yarıçapı: 169 pm

Elektronegativite: 0,7

#### **K<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>8</sub>**

Molar kütle: 270,32  $\text{gmol}^{-1}$

#### **Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>5</sub>**

Molar kütle: 190,11  $\text{gmol}^{-1}$

#### **NaHSO<sub>3</sub>**

Molar kütle: 104,06  $\text{gmol}^{-1}$

## 3.8. KULLANILAN CİHAZLAR

BETA SİNTİLASYON CİHAZI: Quantulus 1220 LSC

GAMA SİNTİLASYON CİHAZI: icx radiation TMCA32

İNFRARED ANALİZİ: Bruker alfa T

SEM – EDS ANALİZİ: JEOL JSM-639OLV Scannig Electron Microscope

XRD ANALİZİ: Bruker DS ADVANCE

## 4. BULGULAR

### 4.1. POLİMER KARAKTERİZASYONU

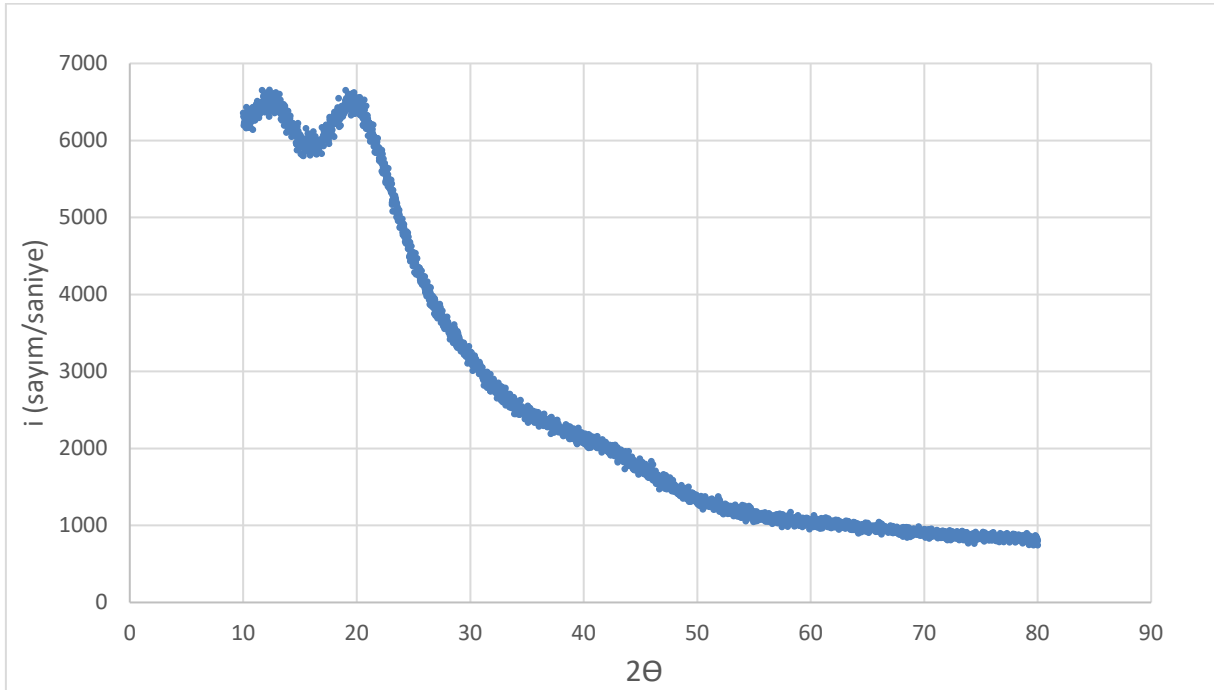
AMPS, HEMA, ve Akrilamid monomerleri ile hazırlanan polimerlerin ve bunların iyon damgalı modellerinin yapılarının aydınlatılması için bir dizi analiz yapıldı. Bunlar XRD, SEM ve SEM – EDS ile (FTIR) şeklindedir. Bu analiz sonuçlarından damgalama yönteminin polimerin yapısında bir değişiklik yaratıp yaratmadığı ve damgalama sonrası hedef iyonların polimer yapısından uzaklaştırılma operasyonunun başarısı üzerinde değerlendirildi. Yapılan analizlere ait sonuçlar aşağıda verildi.

#### 4.1.1. X-Işınları Difraktometresi XRD

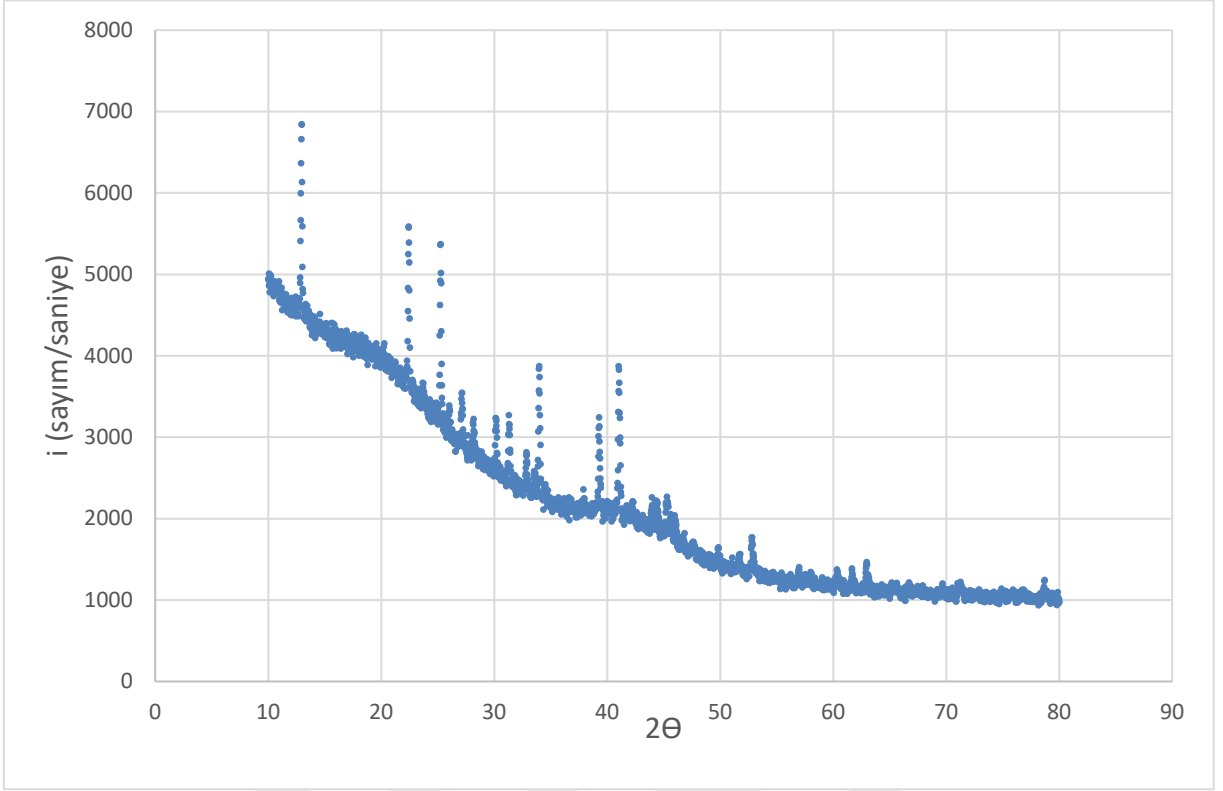
Sentez sonucu elde edilen polimerler (X-Işınları Difraktometresi) XRD ile analiz edildi.

##### 4.1.1.1. AMPS polimeri (X-Işınları Difraktometresi) XRD analizi

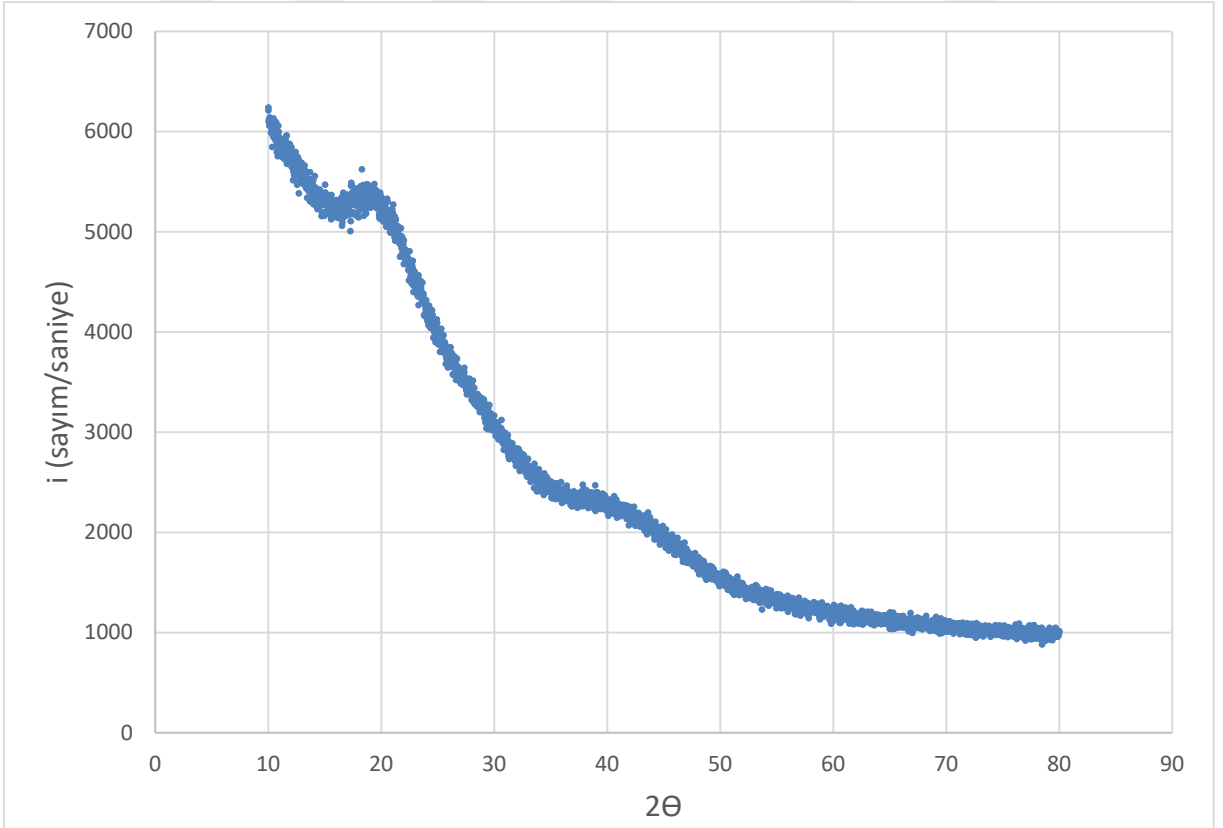
AMPS monomerine ait dört farklı polimer (AMPS, AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı yıkama öncesi, AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı yıkama sonrası ve AMPS Cs<sup>+</sup> damgalı ) için yapılan XRD analizi sonuçları damgalama işleminin polimerde yapısal değişiklikler meydana getirdiğini göstermektedir. Ayrıca yıkama işlemi sonucu polimerin yapısındaki hedef iyonların önemli miktarda uzaklaştırıldığı görülmektedir.



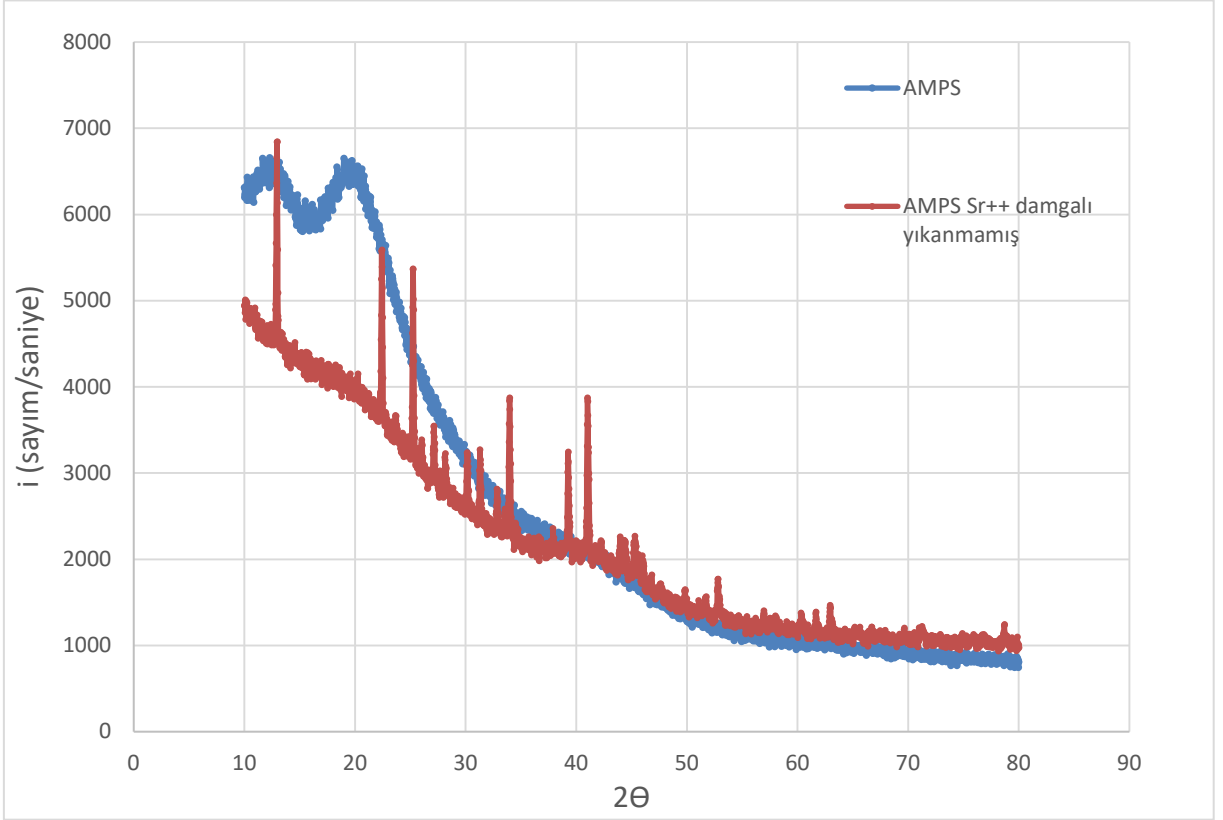
Şekil 4.1: AMPS polimerine ait XRD grafiği.



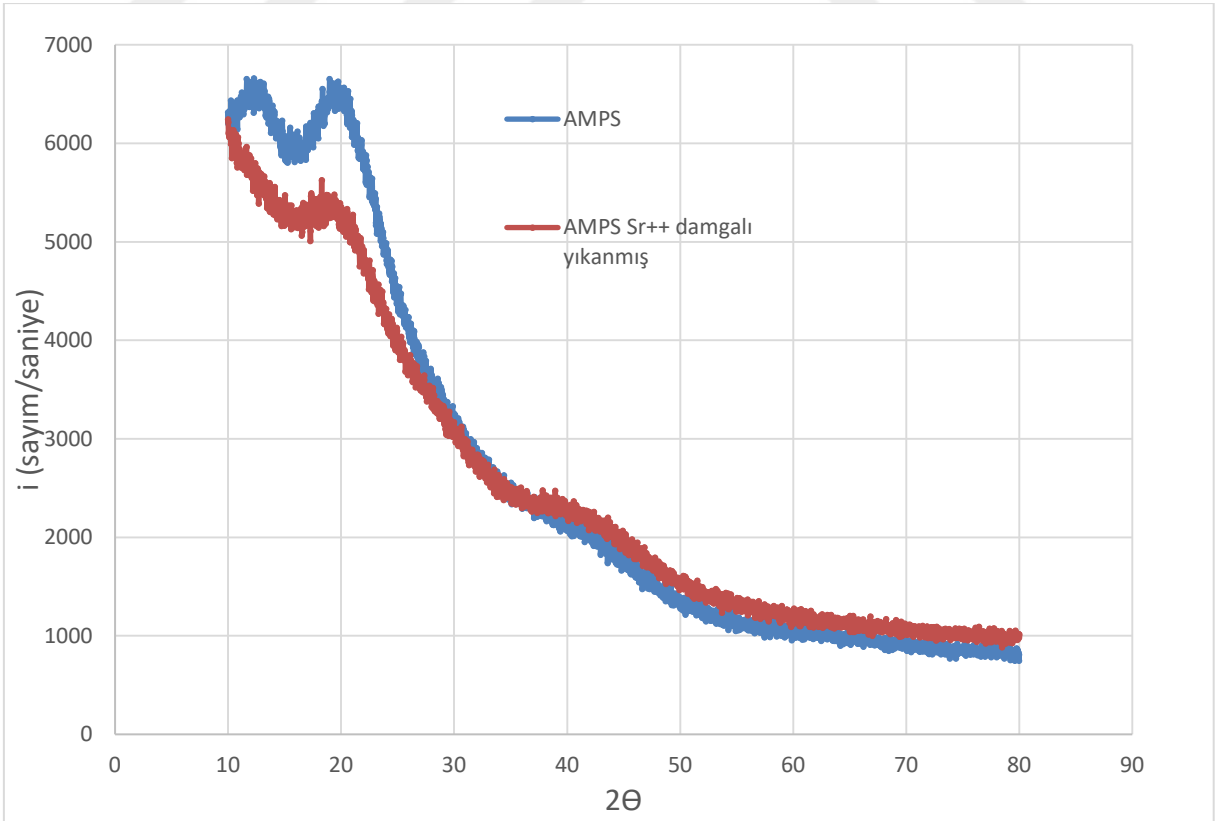
Şekil 4.2: AMPS (Sr<sup>++</sup> damgalı) polimerine ait yıkama öncesi XRD grafiği.



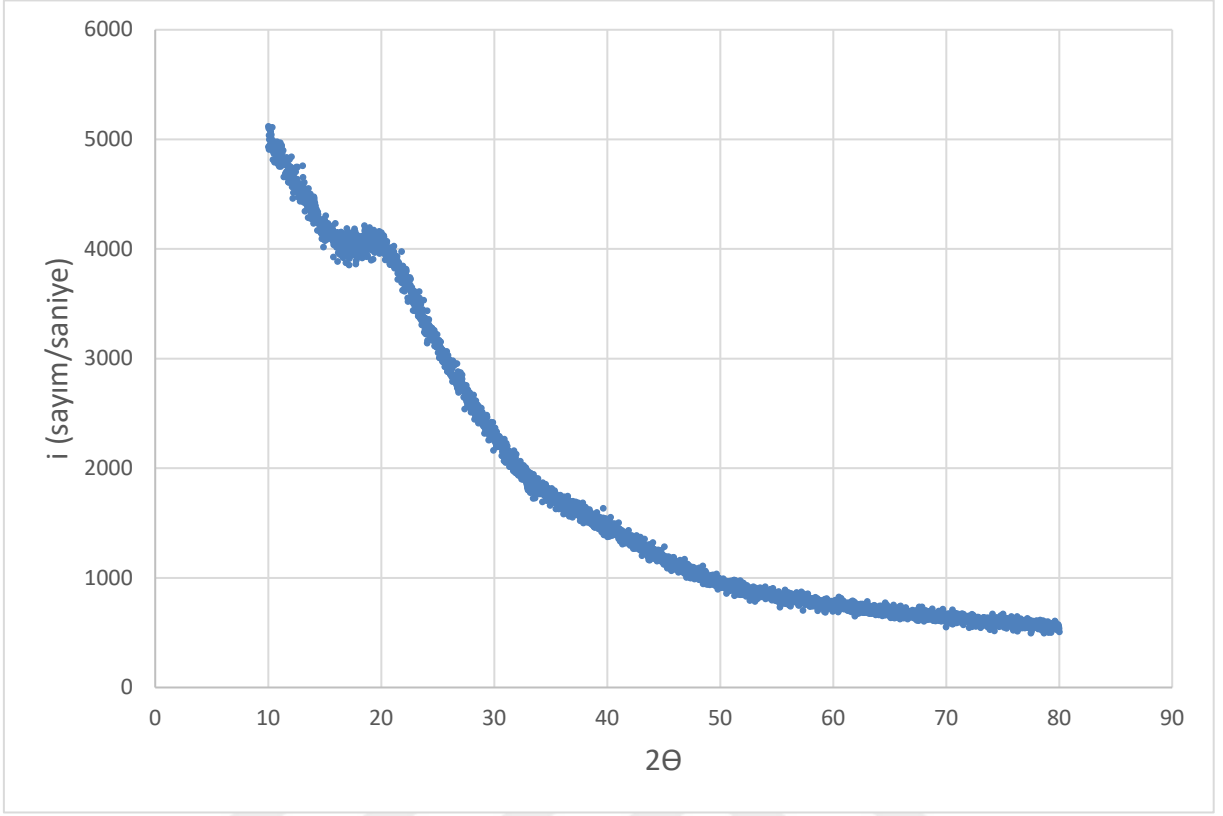
Şekil 4.3: AMPS (Sr<sup>++</sup> damgalı) polimerine ait yıkama sonrası XRD grafiği.



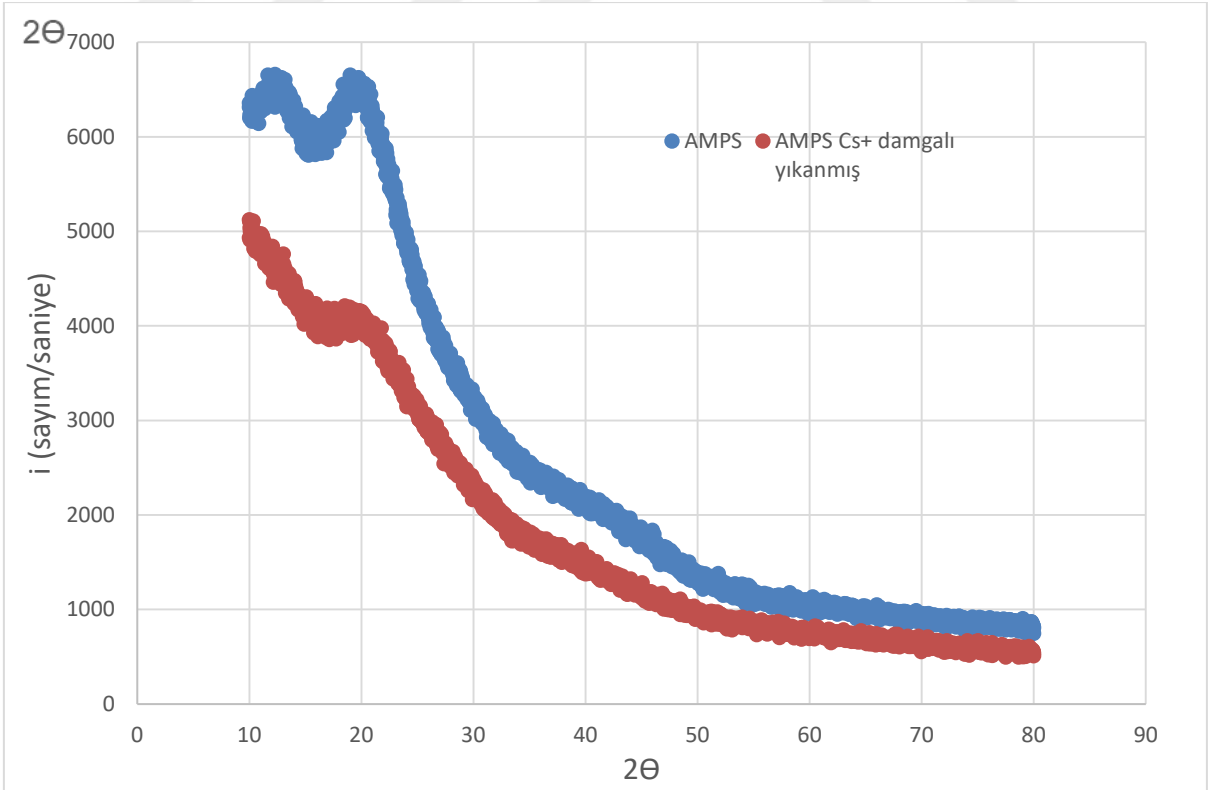
Şekil 4.4: AMPS polimeri ve AMPS ( $Sr^{++}$  damgalı ) yıkanmamış polimerine ait XRD grafikleri.



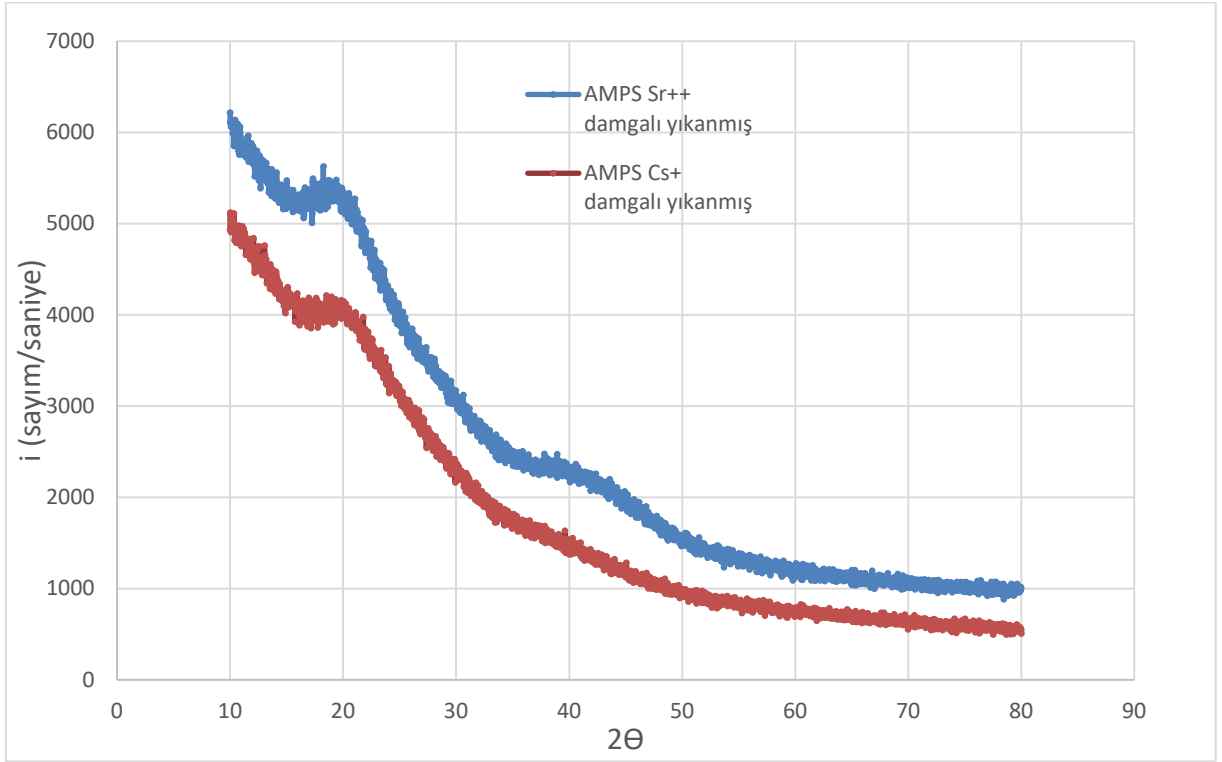
Şekil 4.5: AMPS polimeri ve AMPS ( $Sr^{++}$  damgalı ) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri.



Şekil 4.6: AMPS (Cs<sup>+</sup> damgalı) polimerine ait yıkama sonrası XRD grafiği.



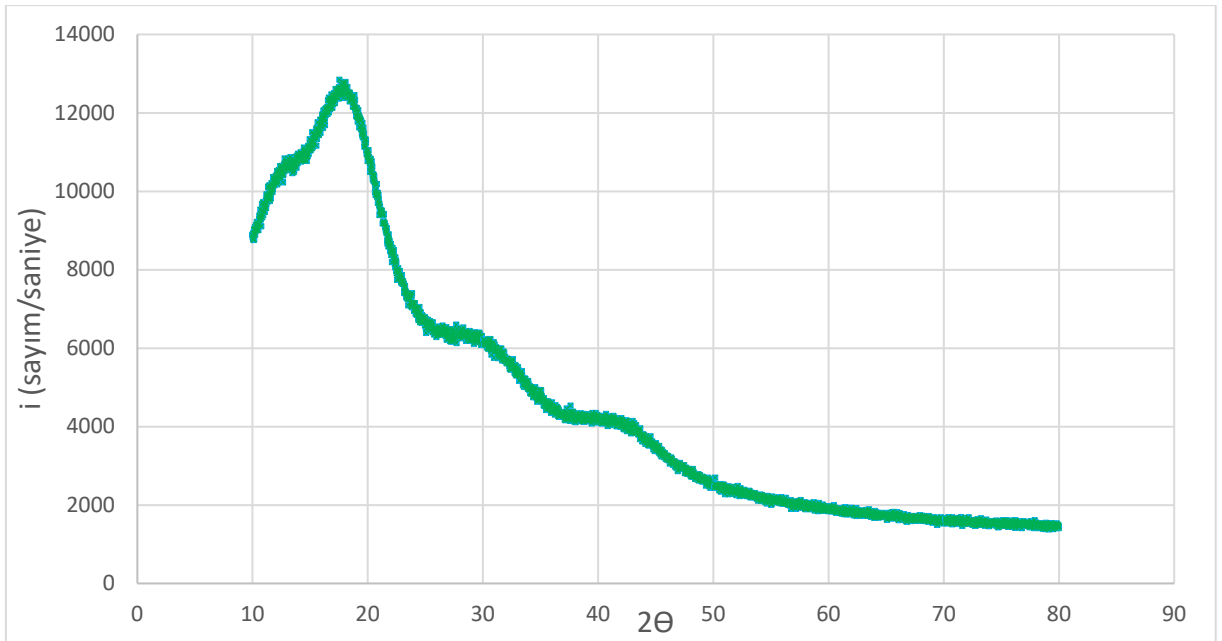
Şekil 4.7: AMPS polimeri ve AMPS (Cs<sup>+</sup> damgalı) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri.



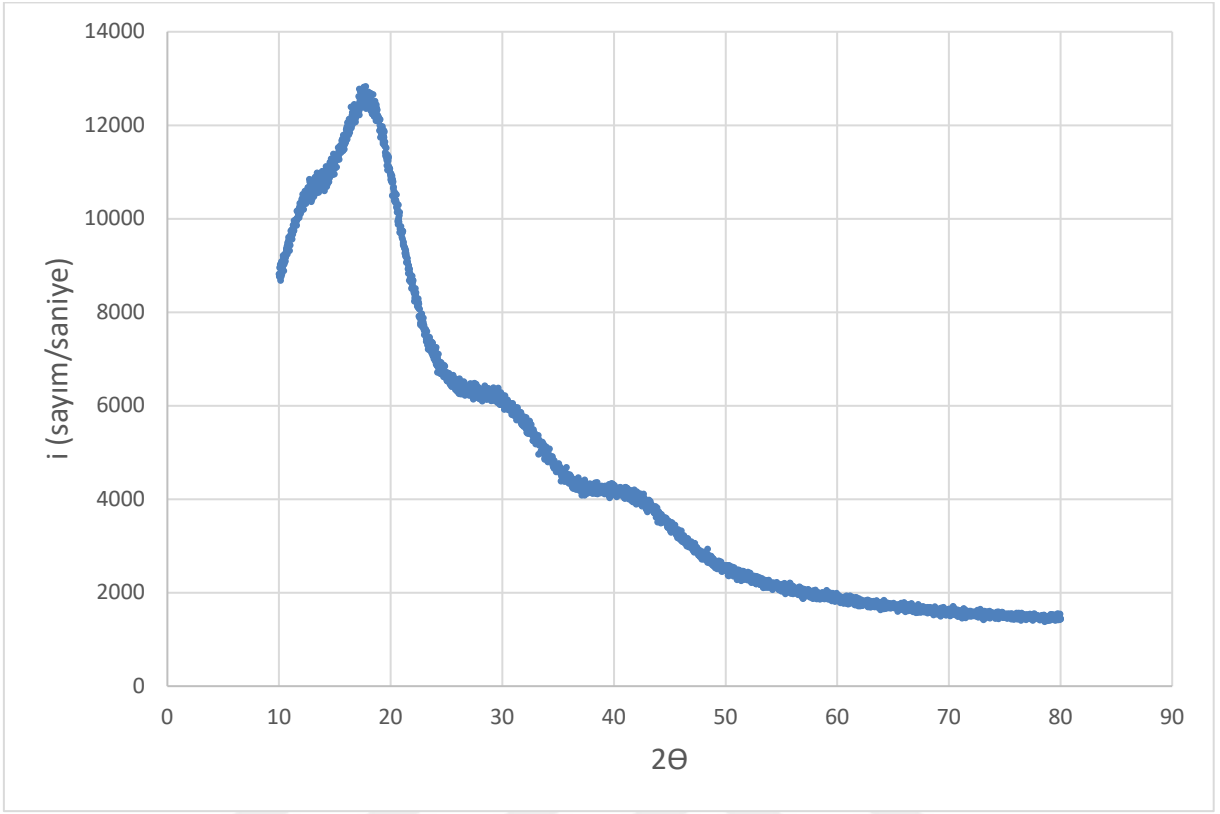
Şekil 4.8: AMPS (Cs<sup>+</sup> damgalı) polimeri ve AMPS (Sr<sup>++</sup> damgalı) yıkanmış polimerine ait XRD grafikleri.

#### 4.1.1.2. HEMA polimeri (X-Işınları Difraktometresi) XRD analizi

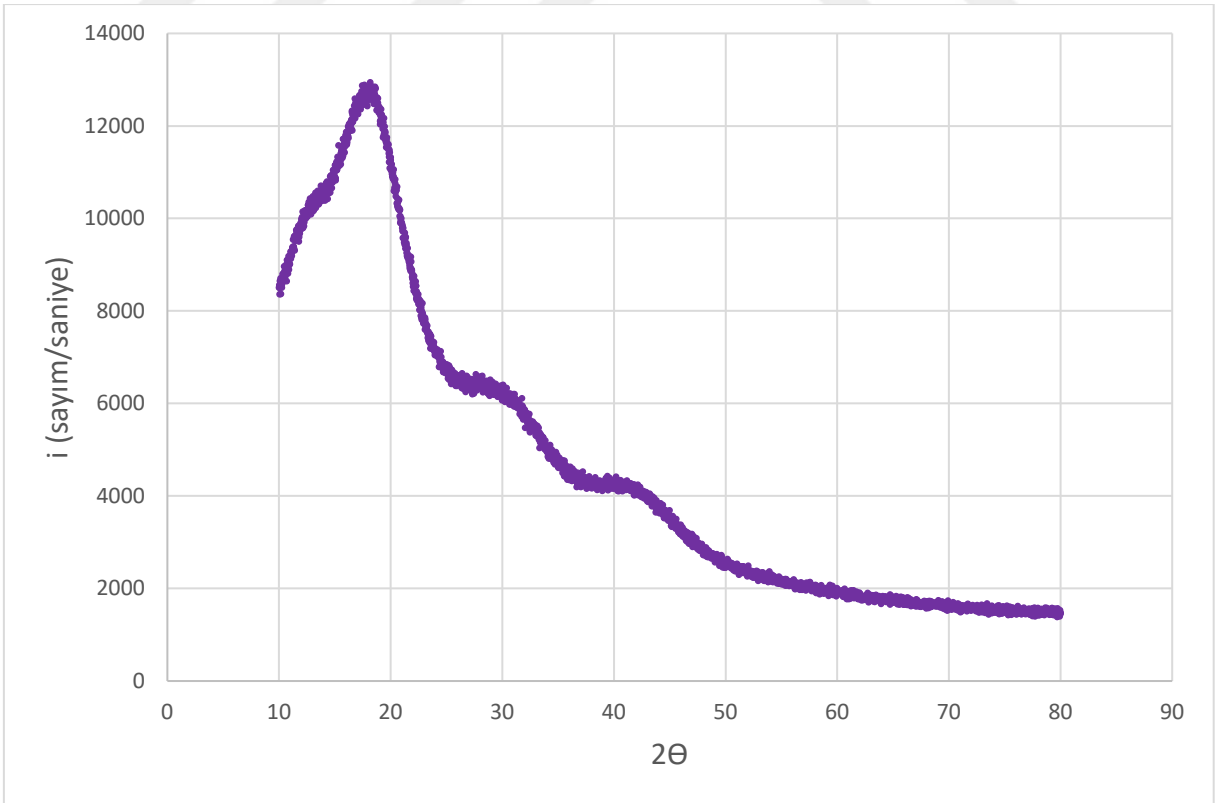
HEMA monomerine ait üç farklı polimer (HEMA normal, HEMA Sr<sup>++</sup> damgalı ve HEMA Cs<sup>+</sup> damgalı) için yapılan XRD analizi sonuçları damgalama işleminin bu polimerde yapısal değişiklikler meydana getirmediğini göstermektedir.



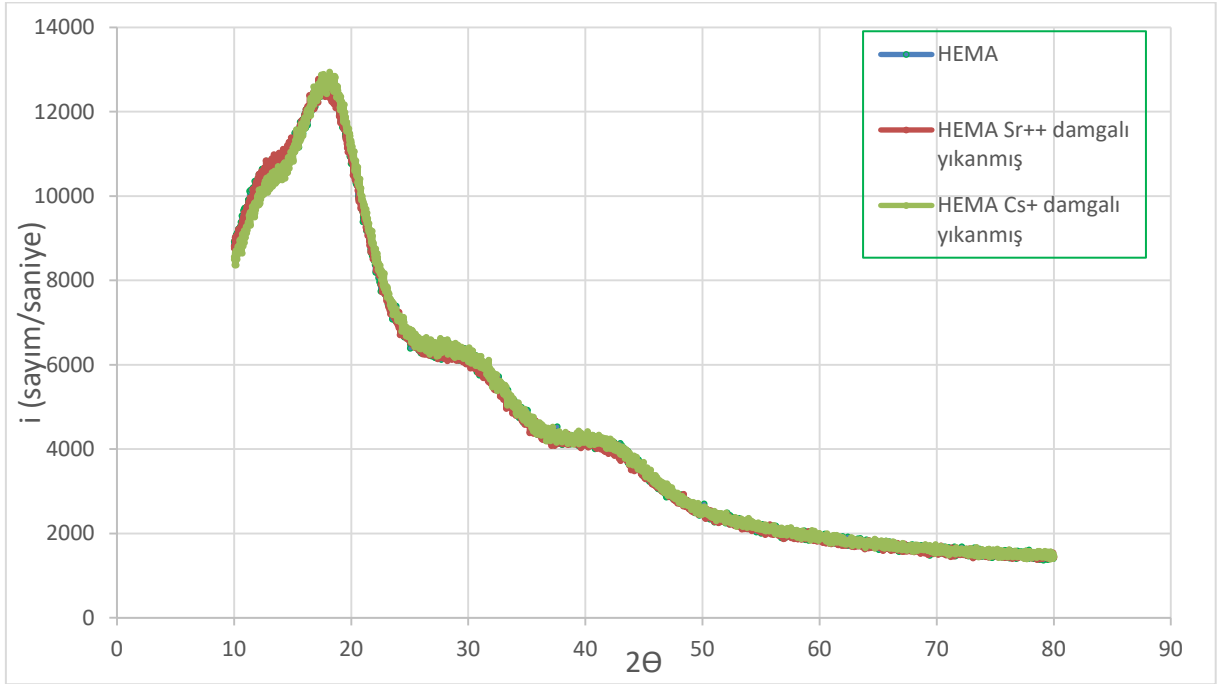
Şekil 4.9: HEMA polimerine ait XRD grafiği.



Şekil 4.10: HEMA (Sr<sup>++</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği.



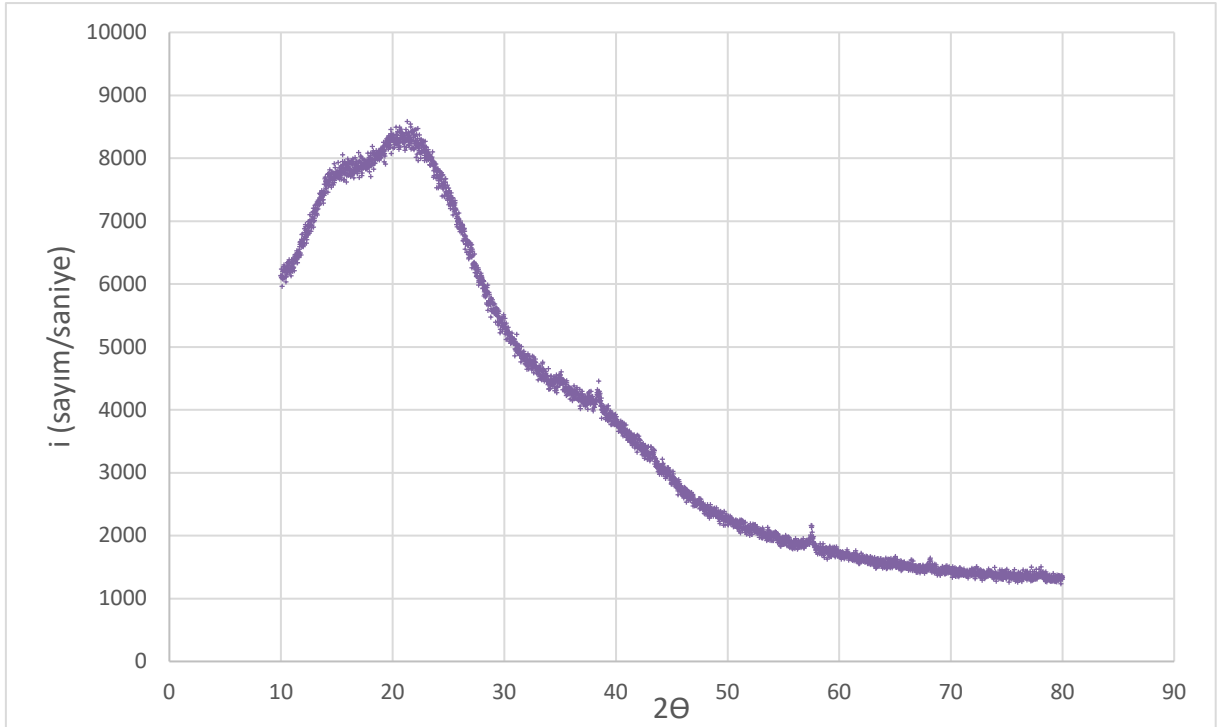
Şekil 4.11: HEMA (Cs<sup>+</sup> damgalı ) polimerine ait XRD grafiği.



Şekil 4.12: HEMA polimeri, HEMA ( $\text{Sr}^{++}$  damgalı ) polimeri ve HEMA ( $\text{Cs}^+$  damgalı ) polimerine ait XRD grafikleri.

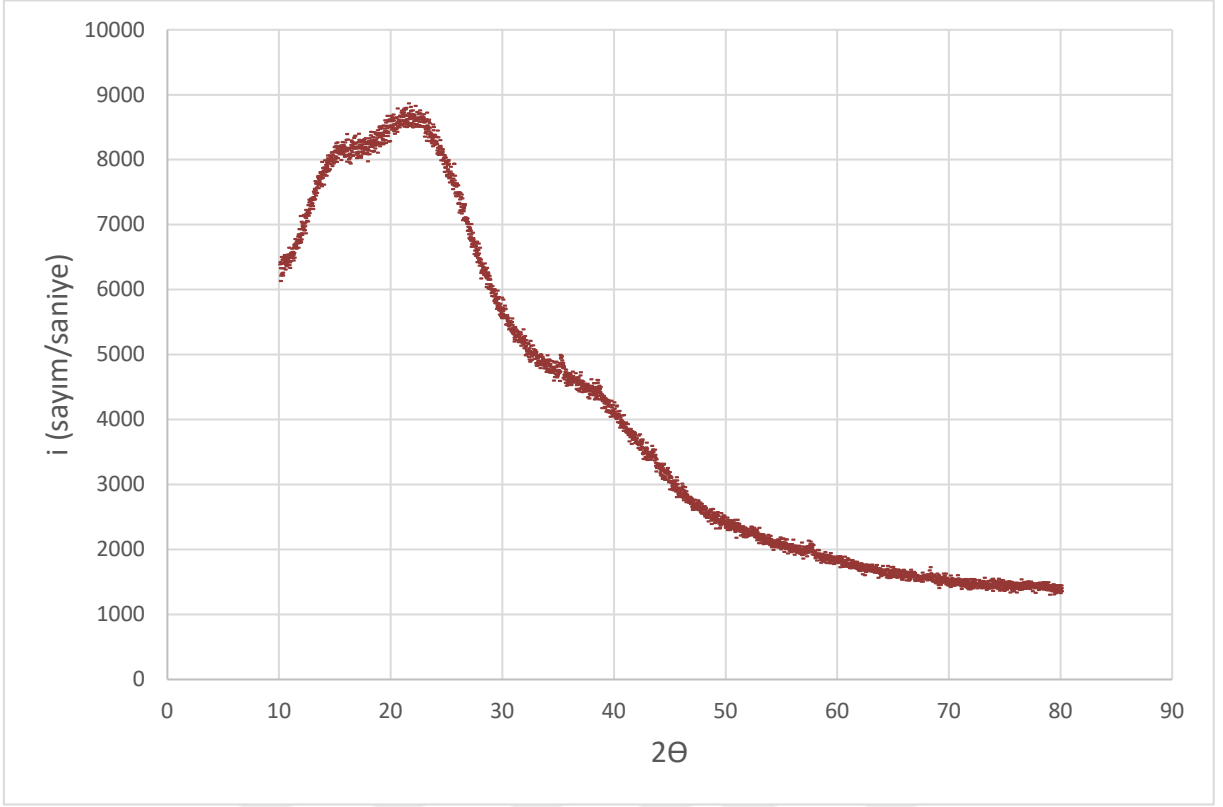
#### 4.1.1.3. AAm polimeri (X-Işınları Difraktometresi) XRD analizi

Akrilamid monomerine ait üç farklı polimer (AAm, AAm  $\text{Sr}^{++}$  damgalı ve AAm  $\text{Cs}^+$  damgalı ) için yapılan XRD analizi sonuçları damgalama işleminin bu polimerdeki yapısal değişikliklerin sınırlı düzeyde meydana getirdiğini göstermektedir.

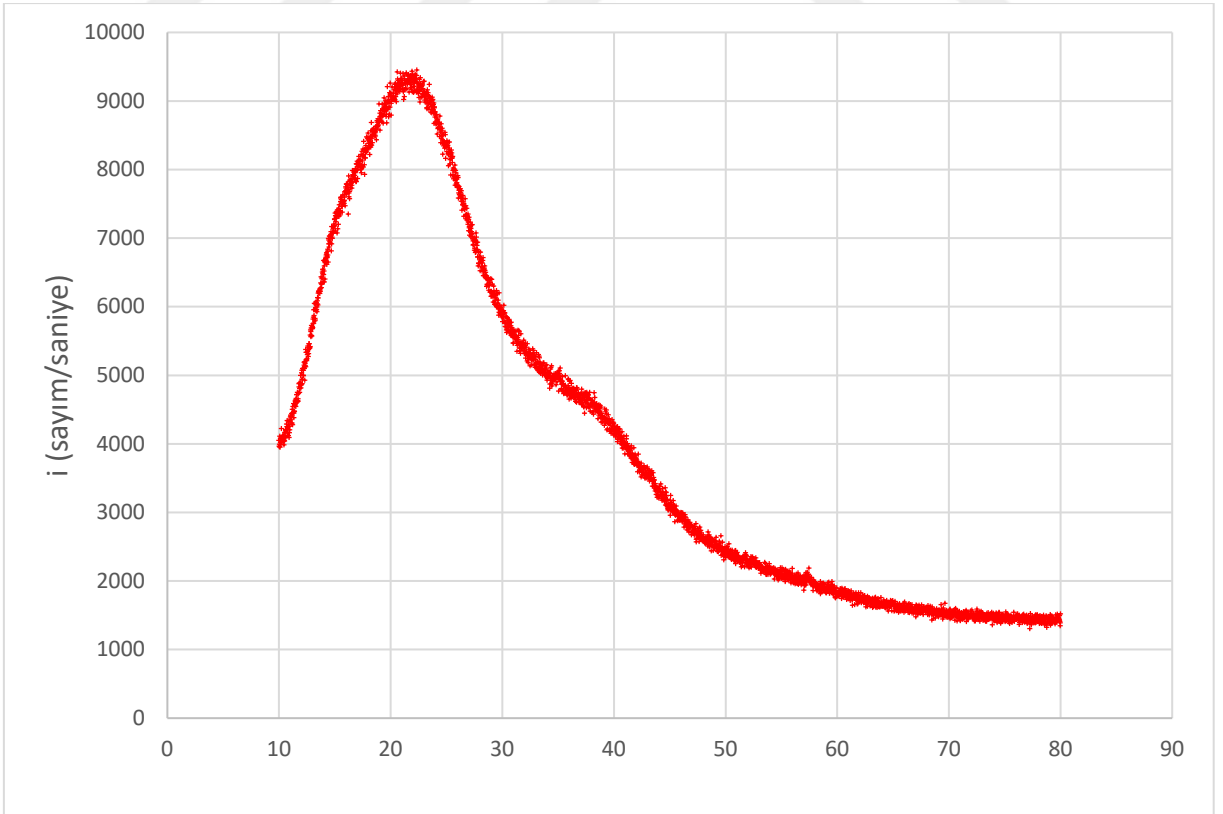


Şekil 4.13: AAm polimerine ait XRD grafiği.

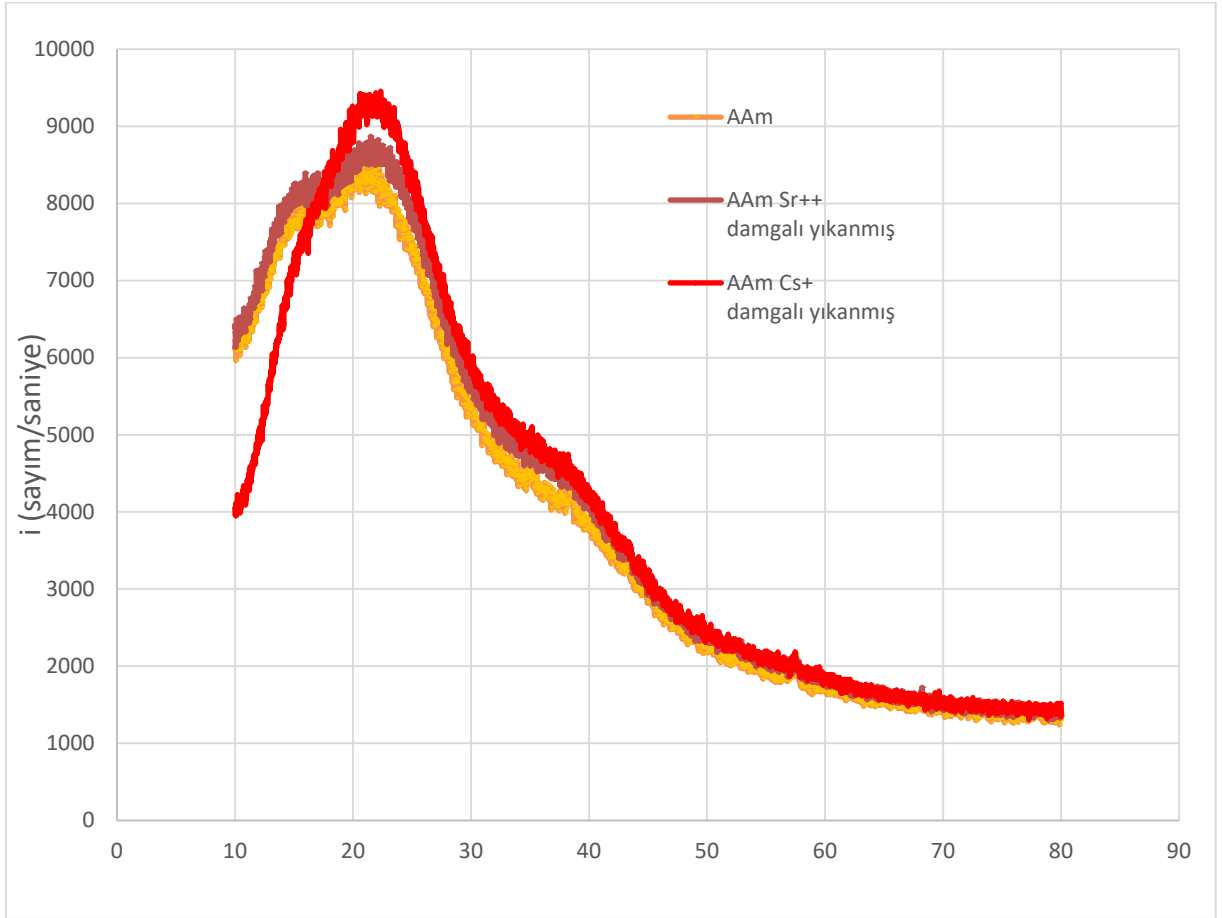




Şekil 4.14: AAm (Sr<sup>++</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği.



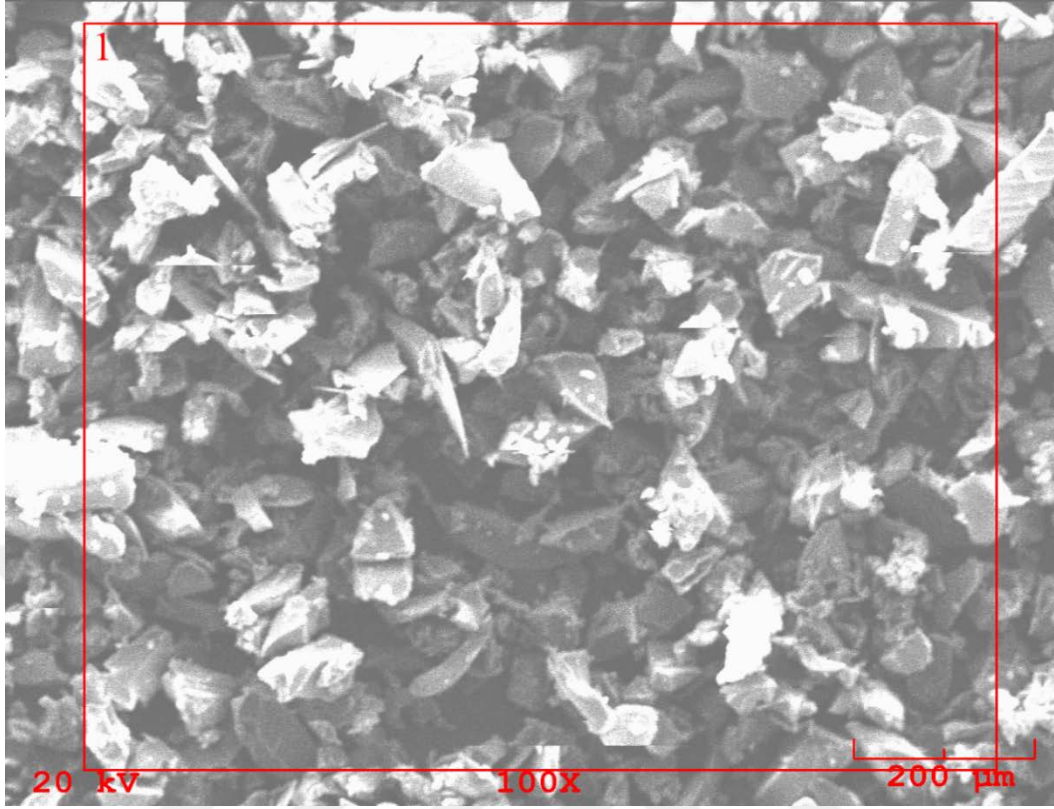
Şekil 4.15: AAm (Cs<sup>+</sup> damgalı) polimerine ait XRD grafiği.



**Şekil 4.16:** AAm polimeri, AAm (Sr<sup>++</sup> damgalı ) polimeri ve AAm (Cs<sup>+</sup> damgalı) polimerlerine ait XRD grafikleri.

#### 4.1.2. Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) ve Enerji Dağılım Spektrometresi (SEM – EDS )

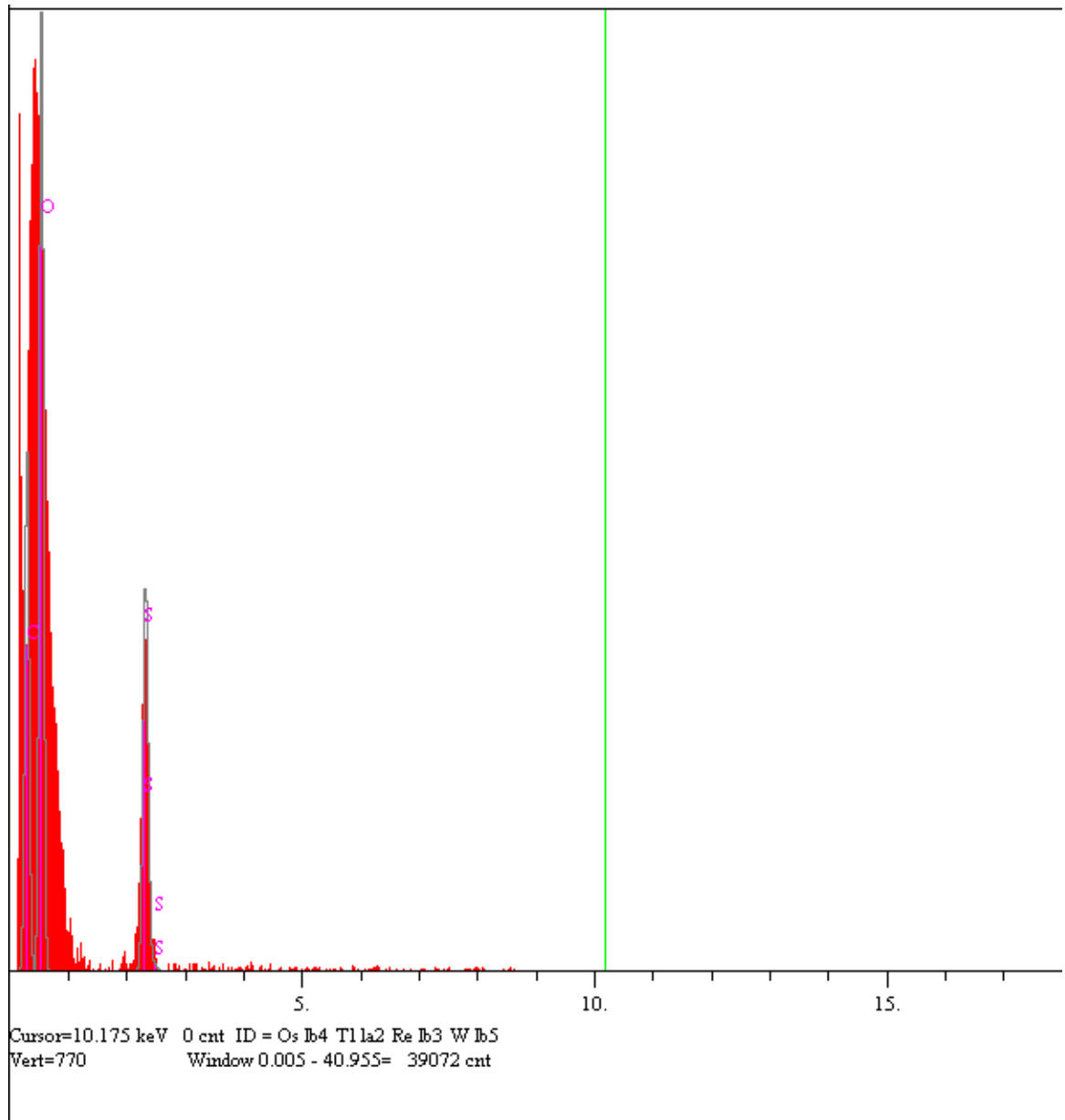
EDS sonuçları AMPS polimerinde hedef iyonların yıkama sonunda azalmakla birlikte tamamen uzaklaştırılmadığını göstermektedir. EDS sonuçları HEMA polimerinde hedef iyonların yıkama sonunda tamamen uzaklaştırılmadığını göstermektedir. EDS sonuçları AAm polimerinde hedef iyonların yıkama sonunda neredeyse tamamen uzaklaştırıldığını göstermektedir.



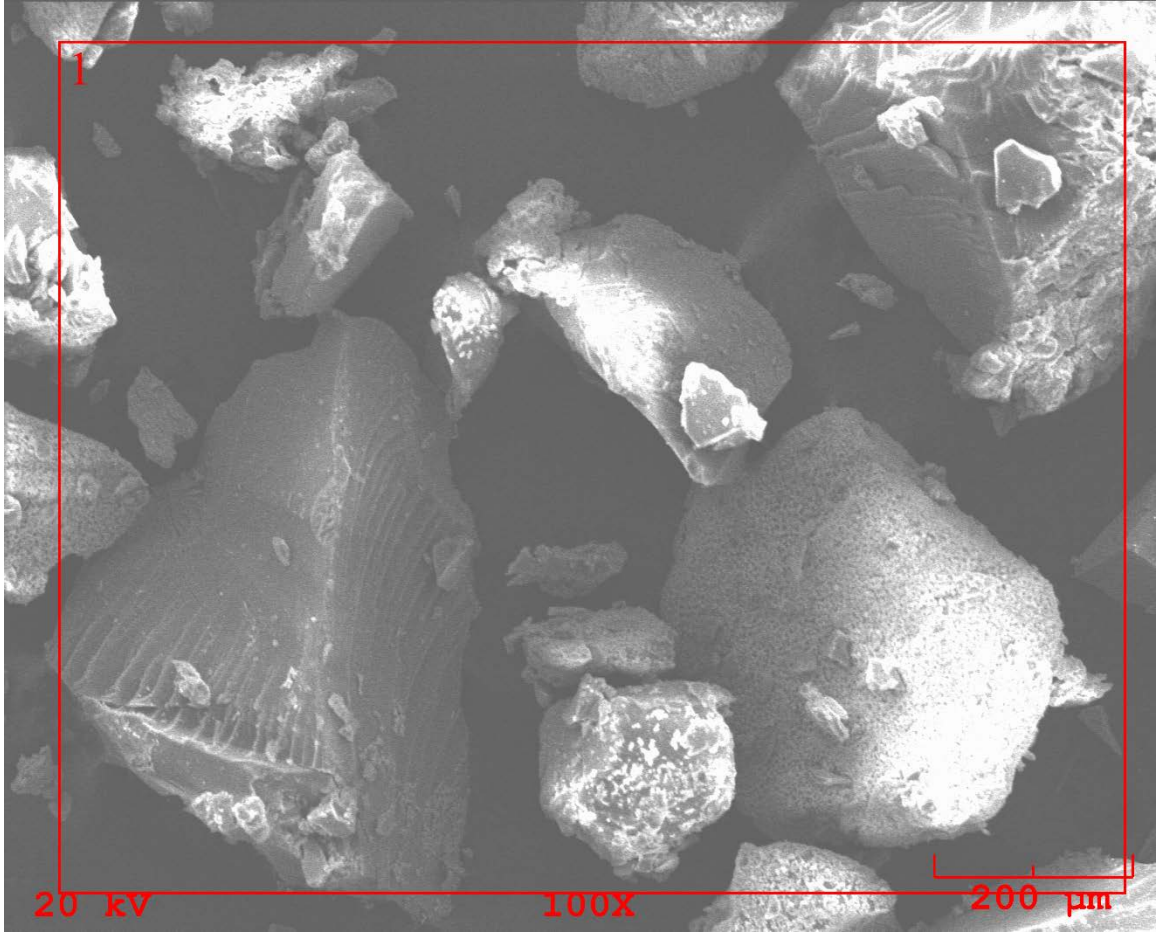
Şekil 4.17: AMPS polimerine ait SEM görüntüsü.

Tablo 4.1: AMPS polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağılık
C	39.51	1.257	33.285
O	73.39	1.713	60.990
S	35.84	1.197	5.725
			100.000



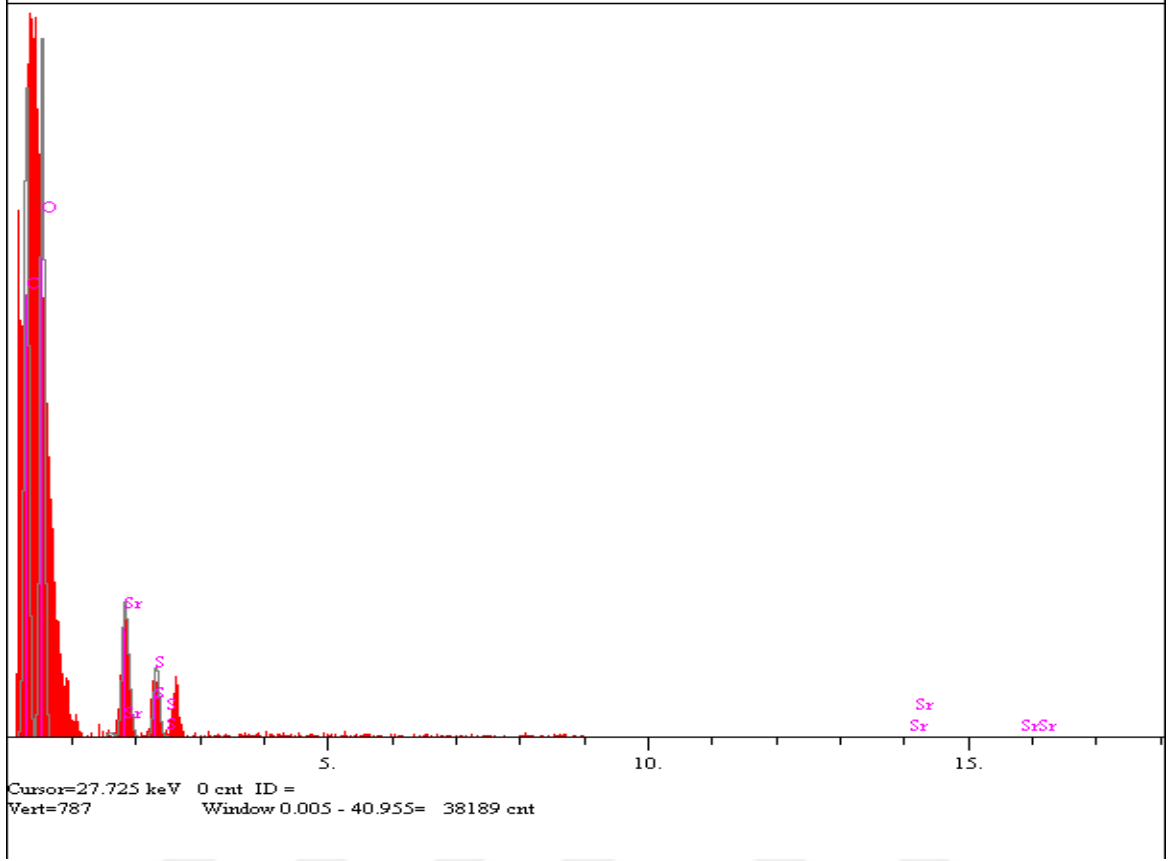
Şekil 4.18: AMPS polimerine ait SEM EDS analizi.



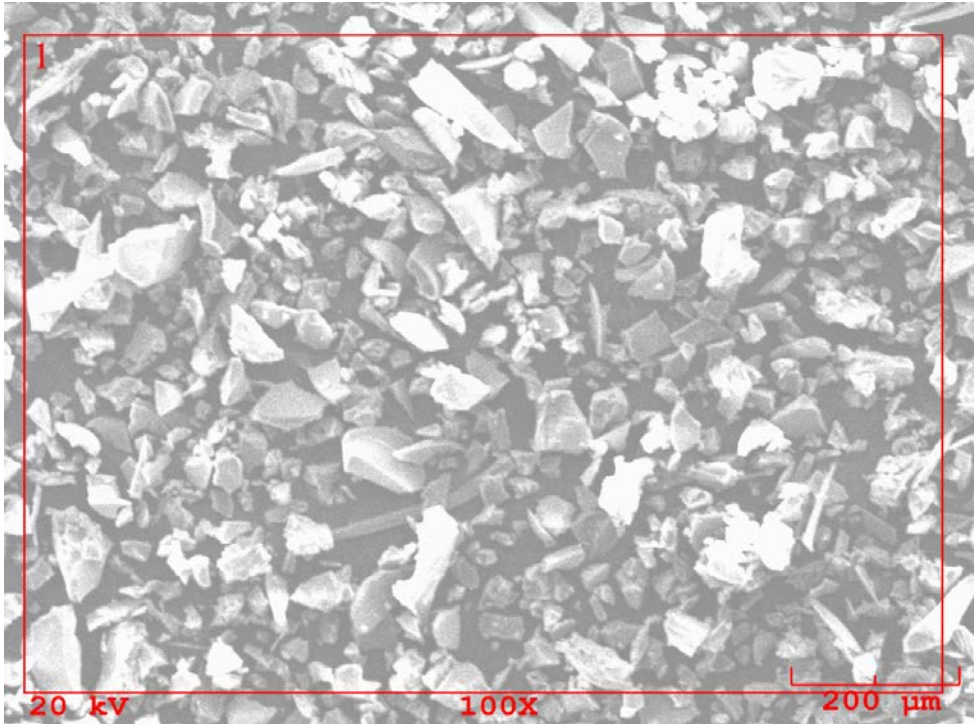
Şekil 4.19: AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM görüntüsü.

Tablo 4.2: AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	66.23	1.628	41.924
O	65.05	1.613	51.506
S	8.70	0.590	1.184
Sr	13.37	0.731	5.386
			100.000



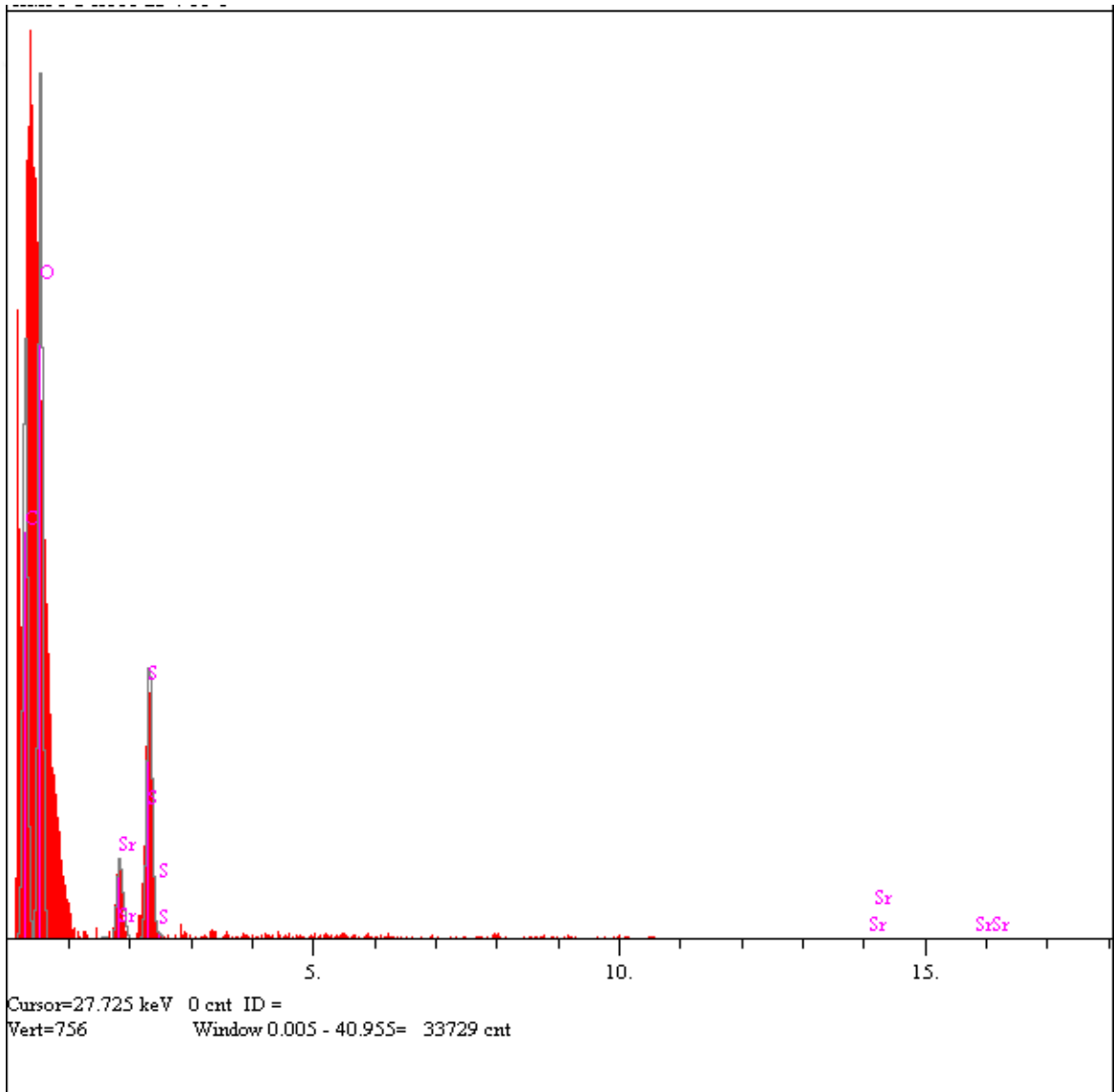
Şekil 4.20: AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı yıkanmamış polimerine ait SEM EDS analizi.

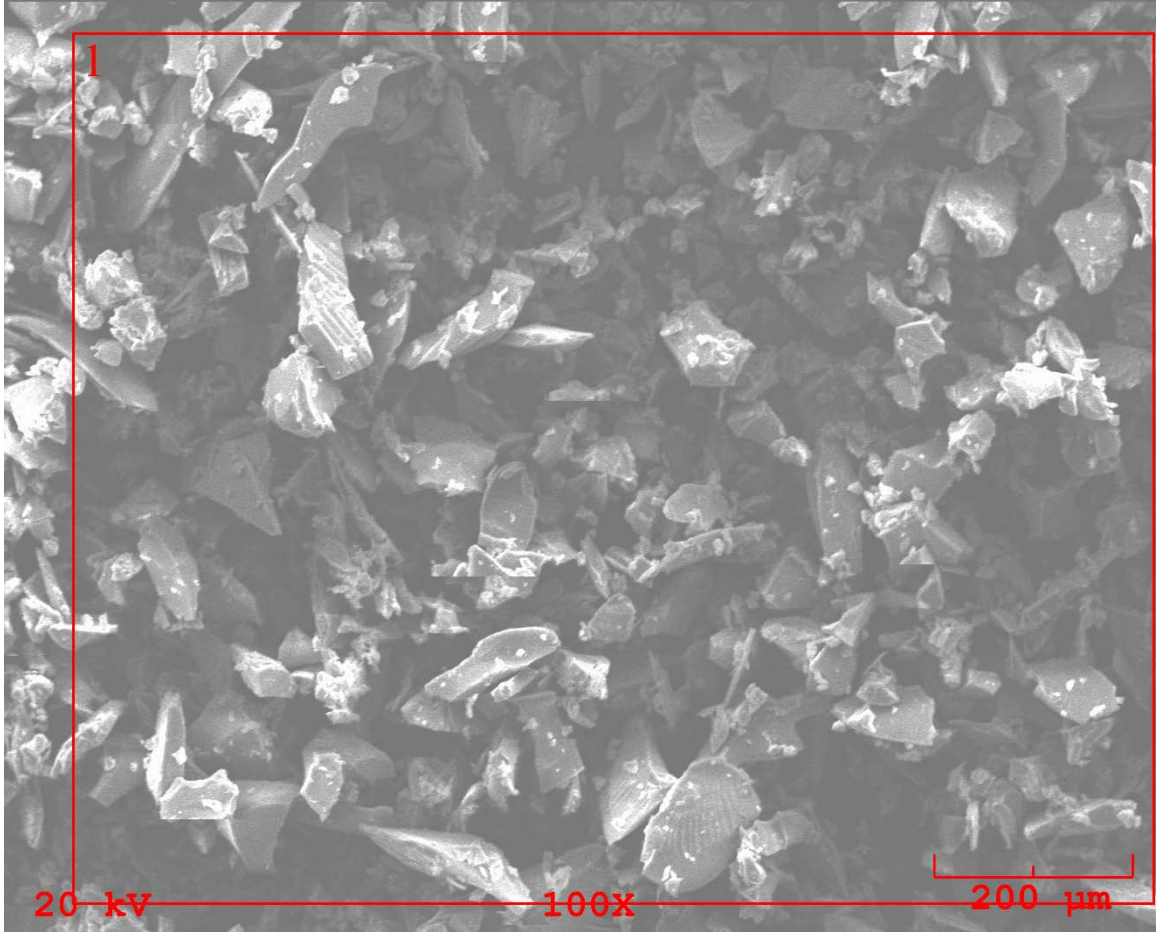


Şekil 4.21: AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.

**Tablo 4.3:** AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	46.57	1.365	38.310
O	61.18	1.564	54.815
S	25.84	1.017	4.071
Sr	5.92	0.487	2.804
			100.000

**Şekil 4.22:** AMPS Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

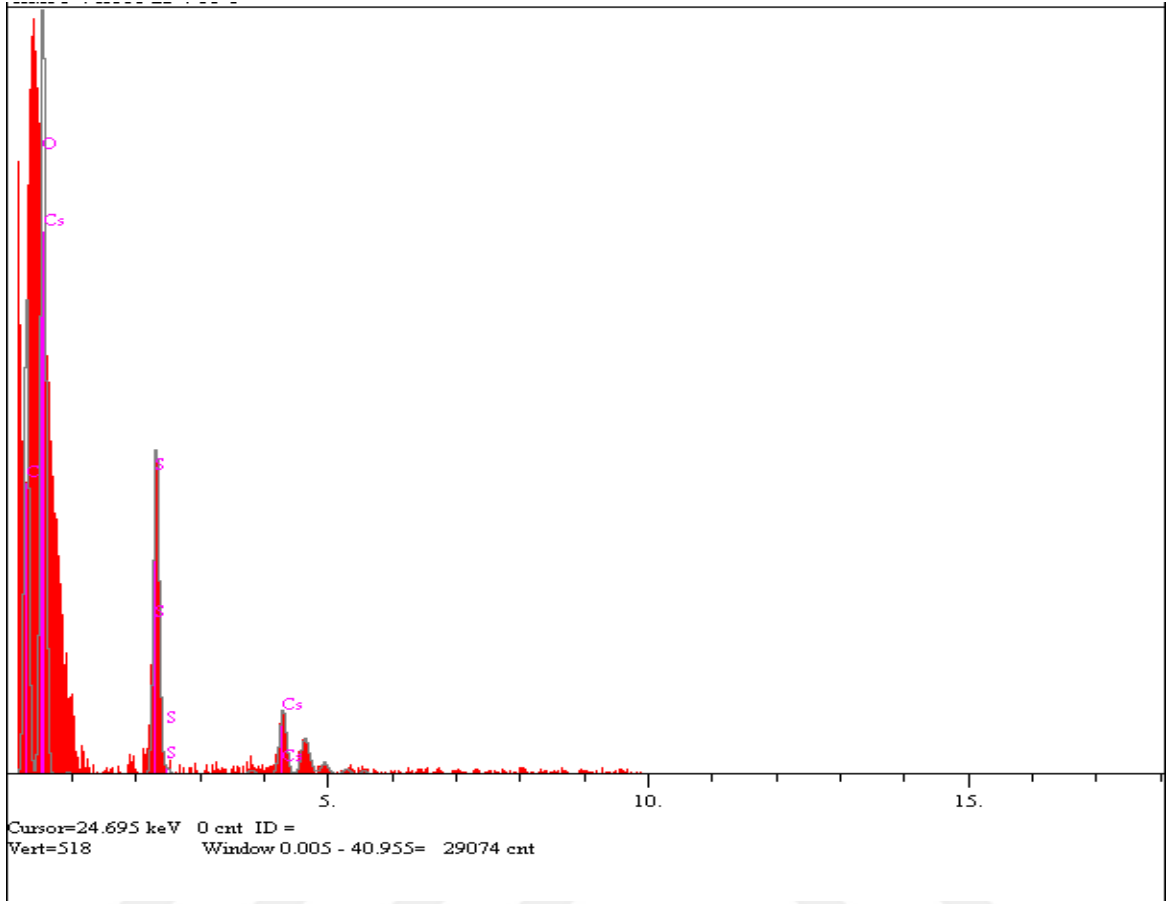


Şekil 4.23: AMPS Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.

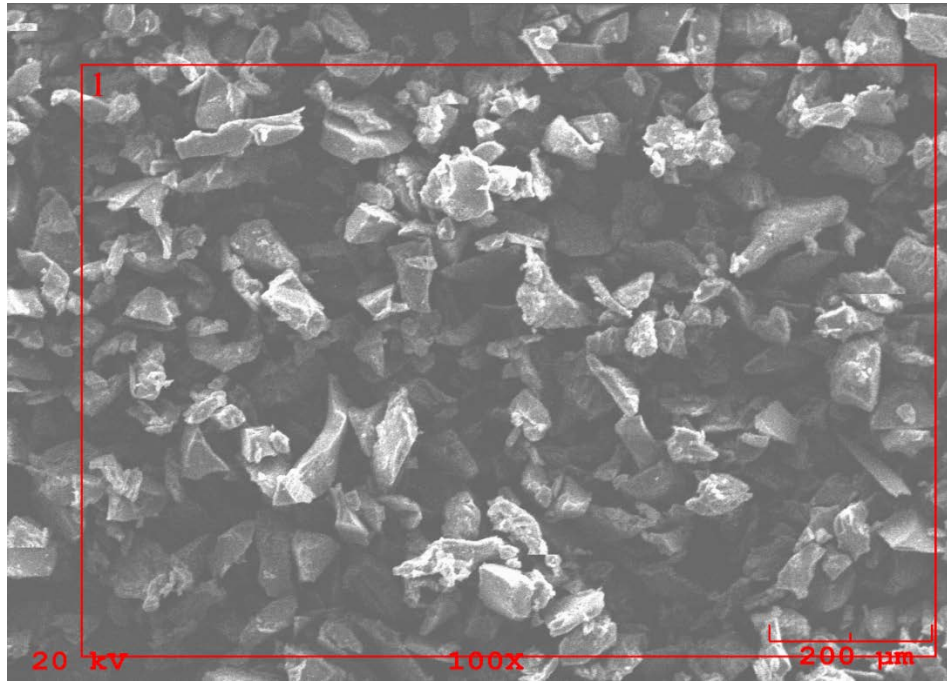
Tablo 4.4: AMPS Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	30.45	1.104	37.574
O	35.39	1.190	46.651
S	25.65	1.013	6.405
Cs	5.94	0.487	9.369
			100.000

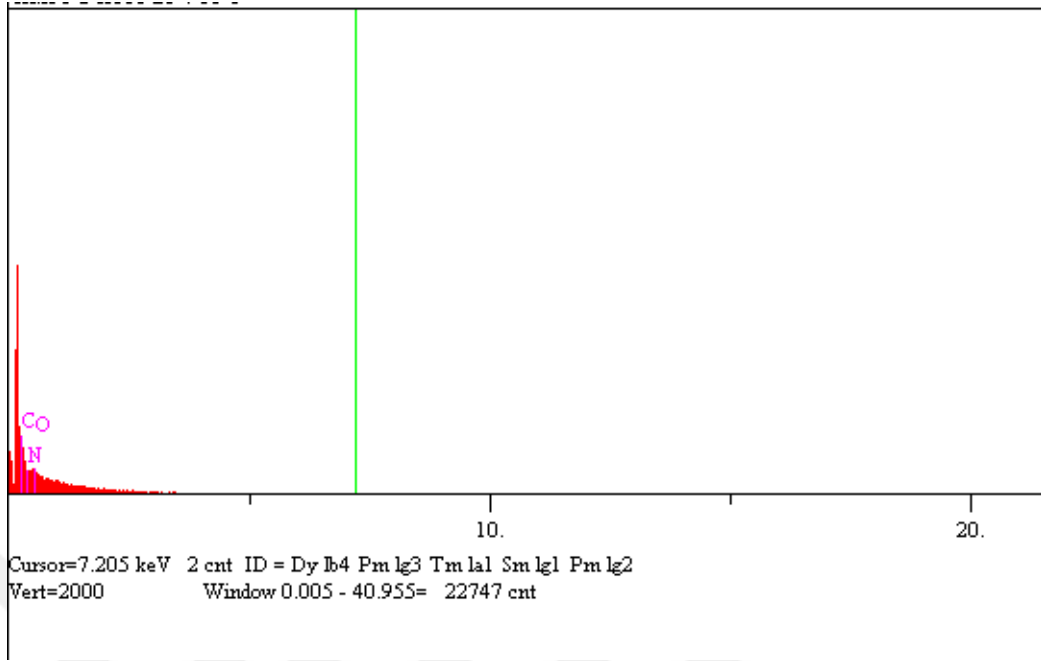




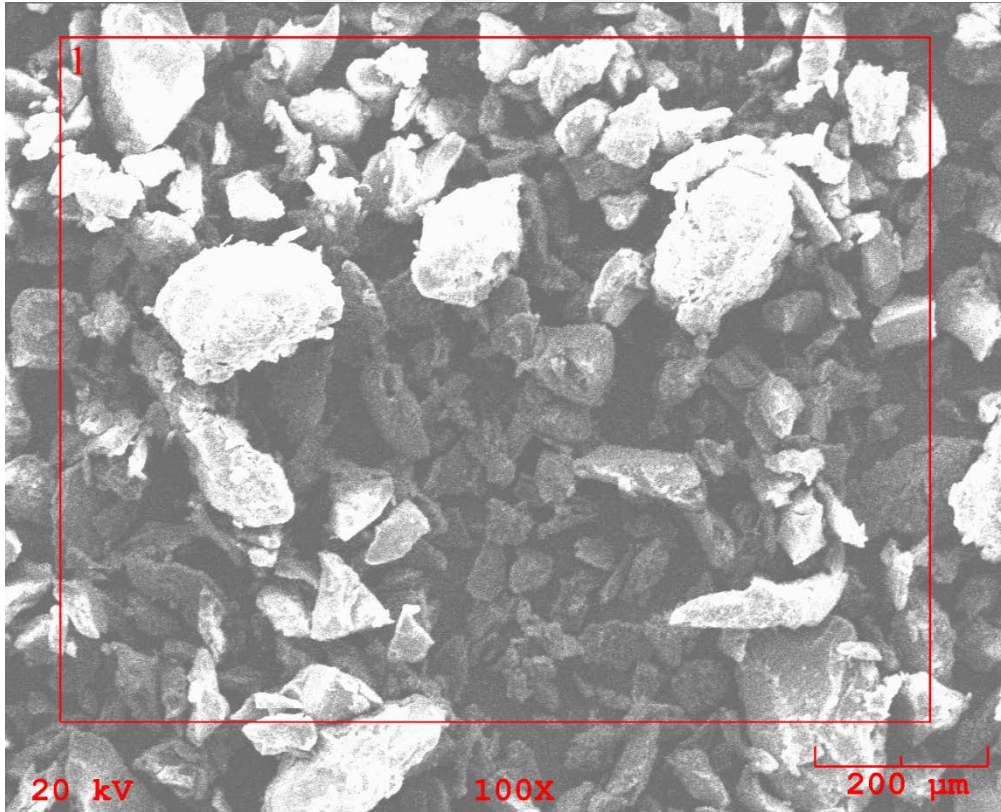
Şekil 4.24: AMPS Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.



Şekil 4.25: HEMA polimerine ait SEM görüntüsü.



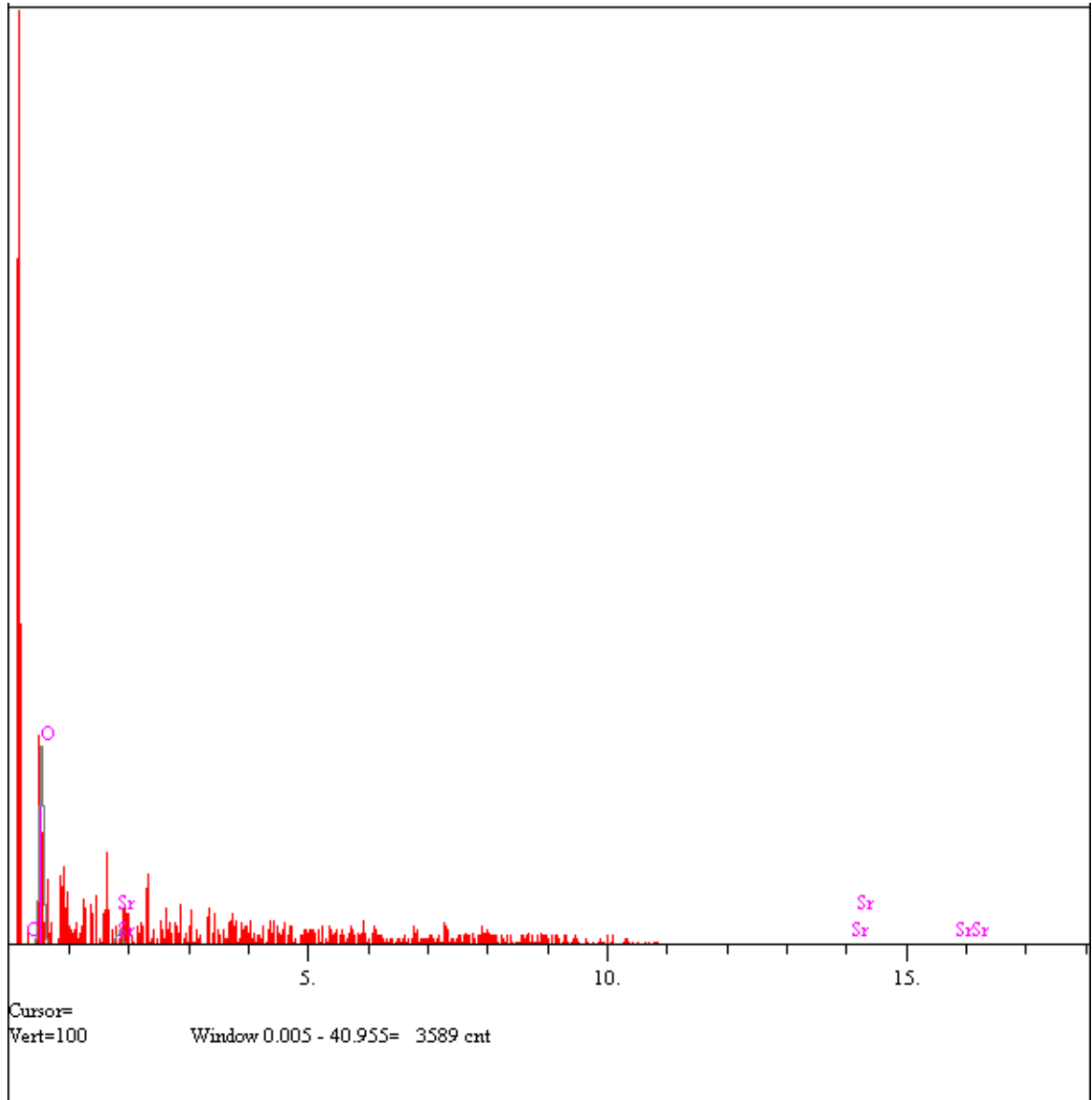
Şekil 4.26: HEMA polimerine ait SEM EDS analizi.

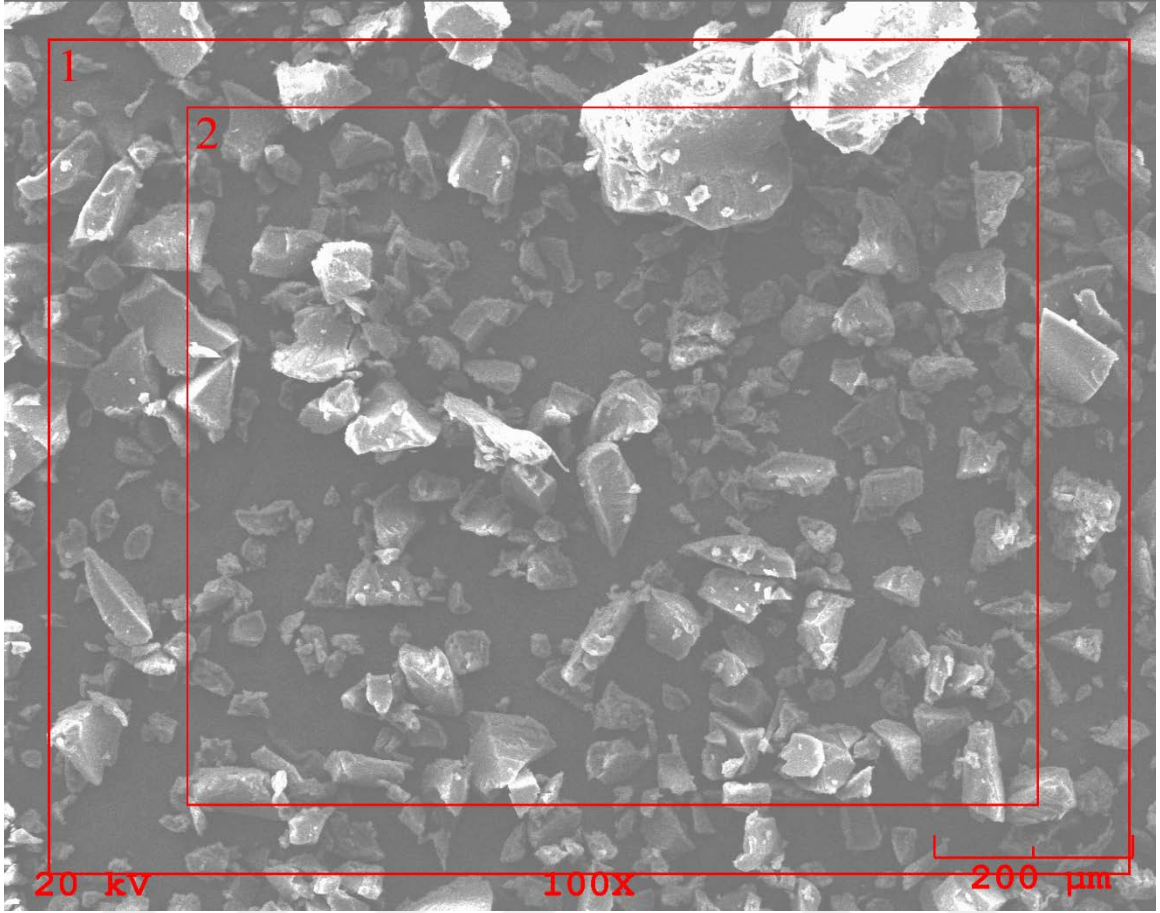


Şekil 4.27: HEMA Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.

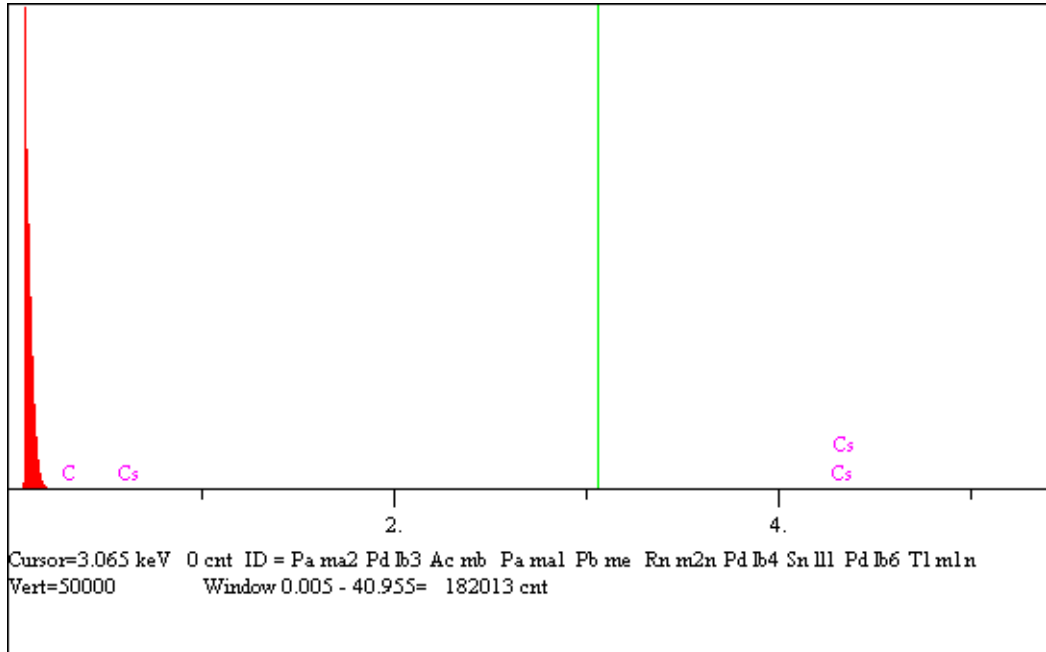
**Tablo 4.5:** HEMA Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	0.00	0.000	0.000
O	1.86	0.273	89.018
Sr	0.15	0.078	10.982
			100.000

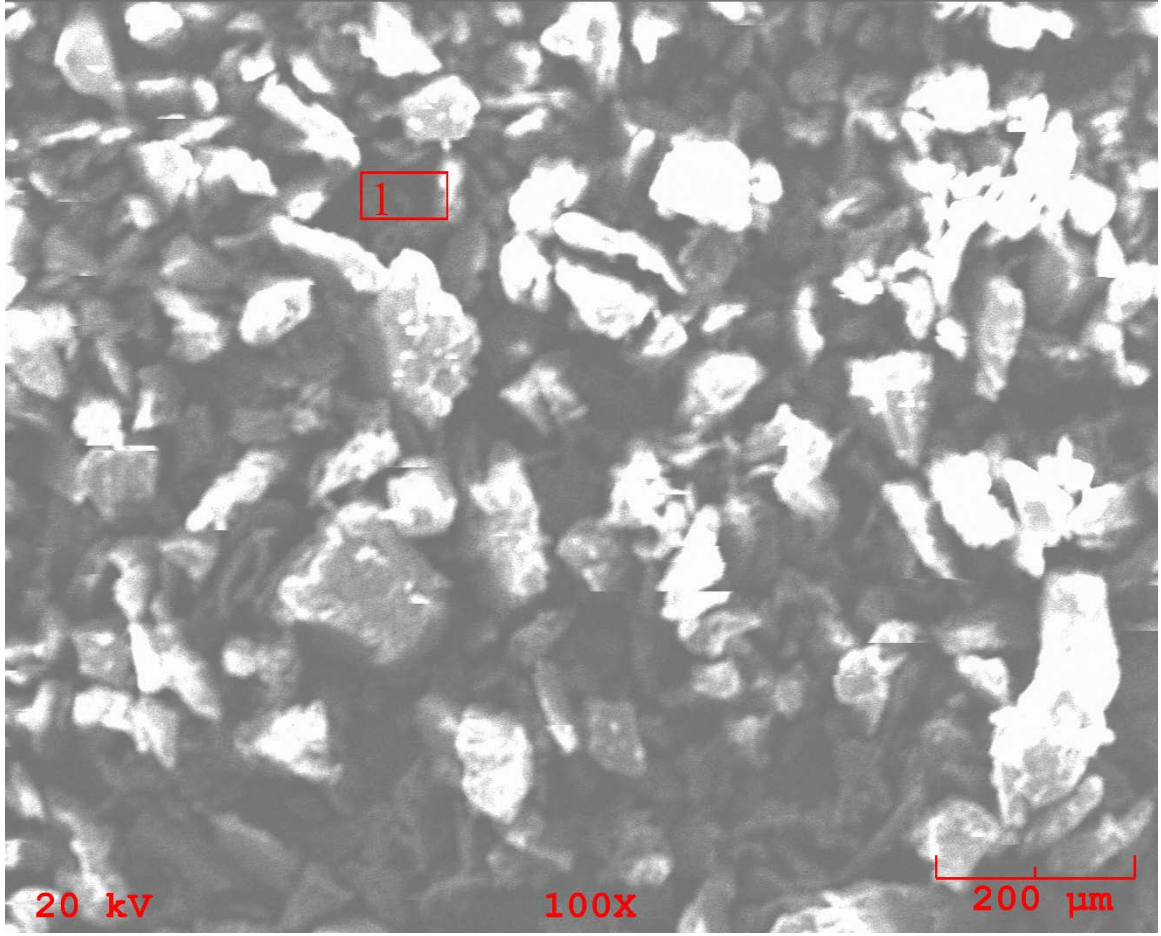
**Şekil 4.28:** HEMA Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.



Şekil 4.29: HEMA Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.



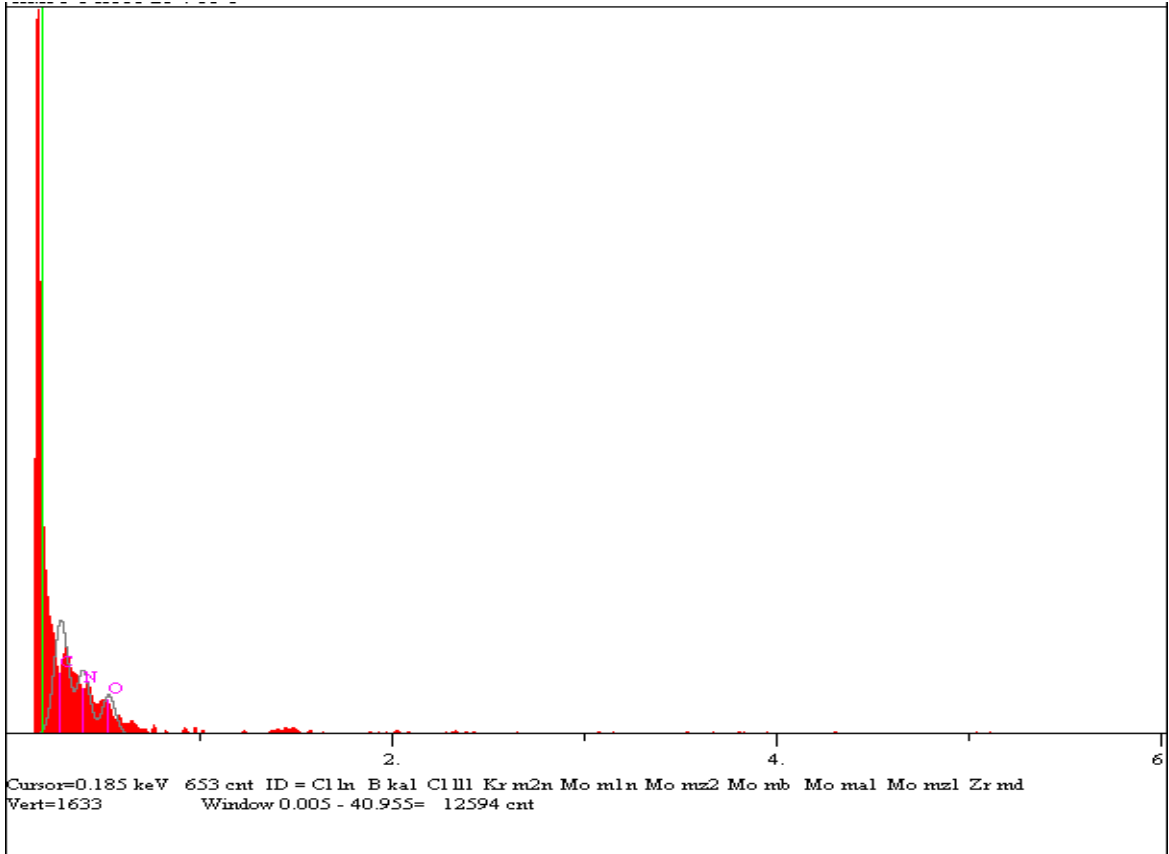
Şekil 4.30: HEMA Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.



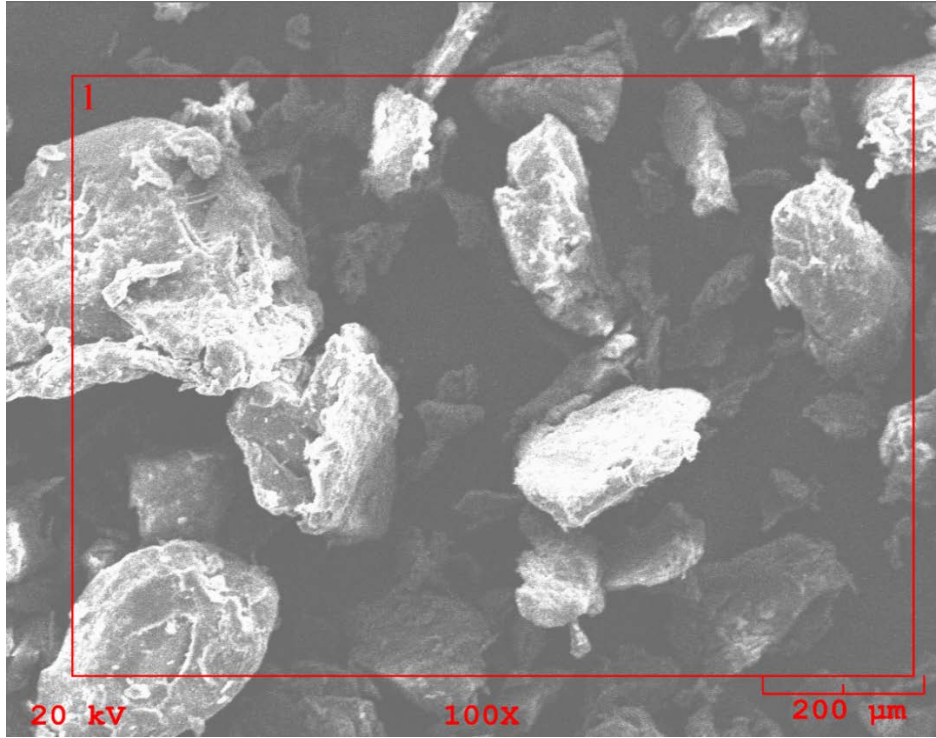
Şekil 4.31: AAm polimerine ait SEM görüntüsü.

Tablo 4.6: AAm polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	23.23	0.964	22.742
N	12.11	0.696	43.227
O	7.36	0.542	34.031
			100.000



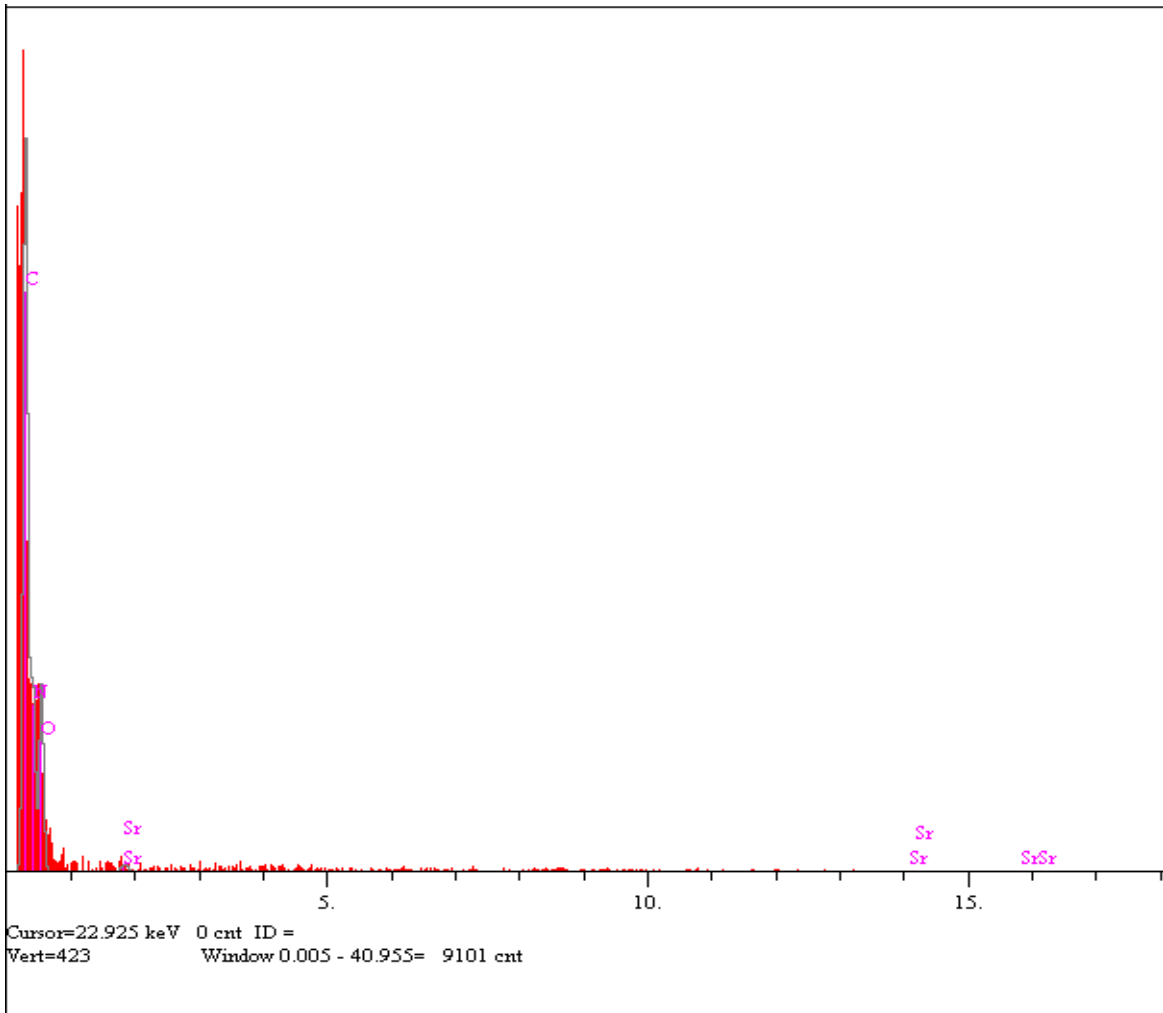
Şekil 4.32: AAm polimerine ait SEM EDS analizi.

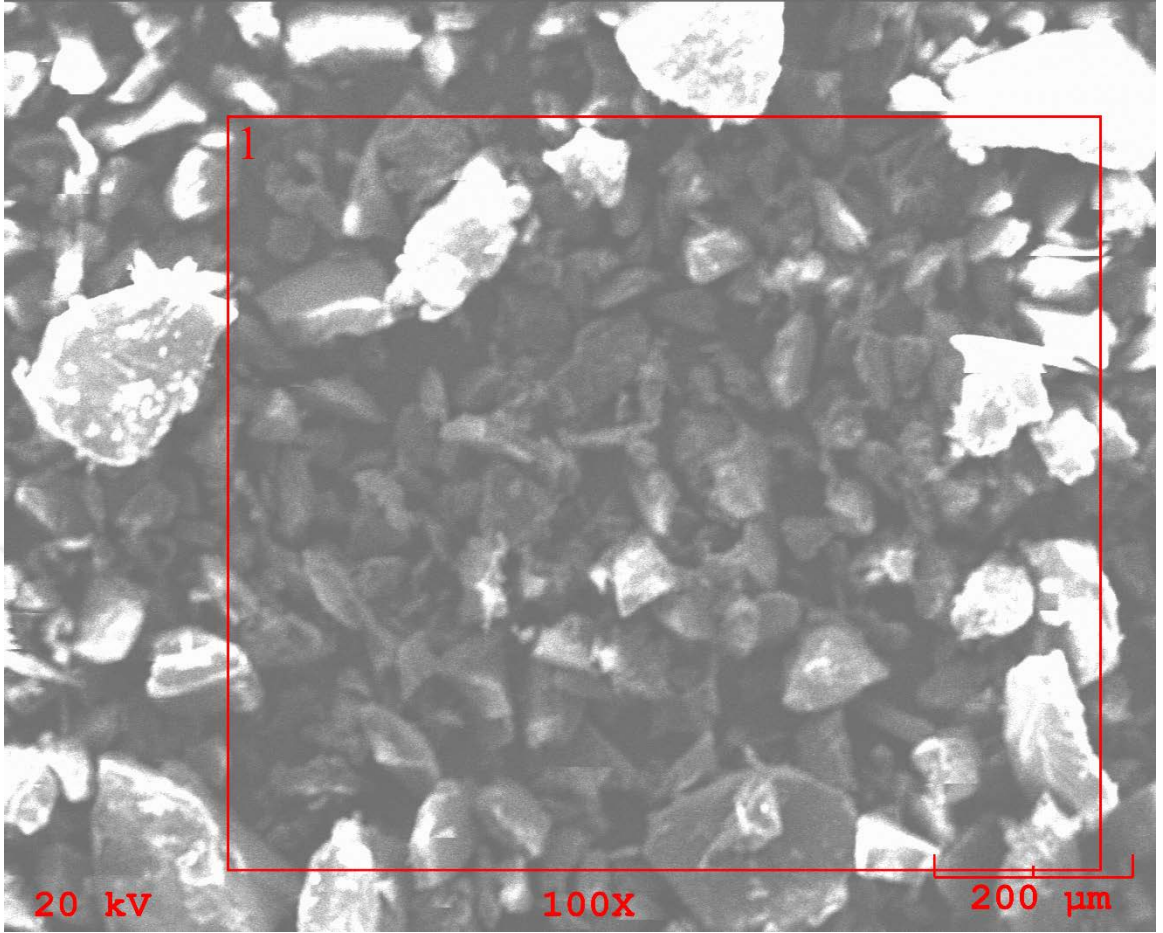


Şekil 4.33: AAm Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.

**Tablo 4.7:** AAm Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	34.02	1.166	30.349
N	8.42	0.580	36.705
O	8.00	0.566	32.529
Sr	0.40	0.126	0.418
			100.000

**Şekil 4.34:** AAm Sr<sup>++</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

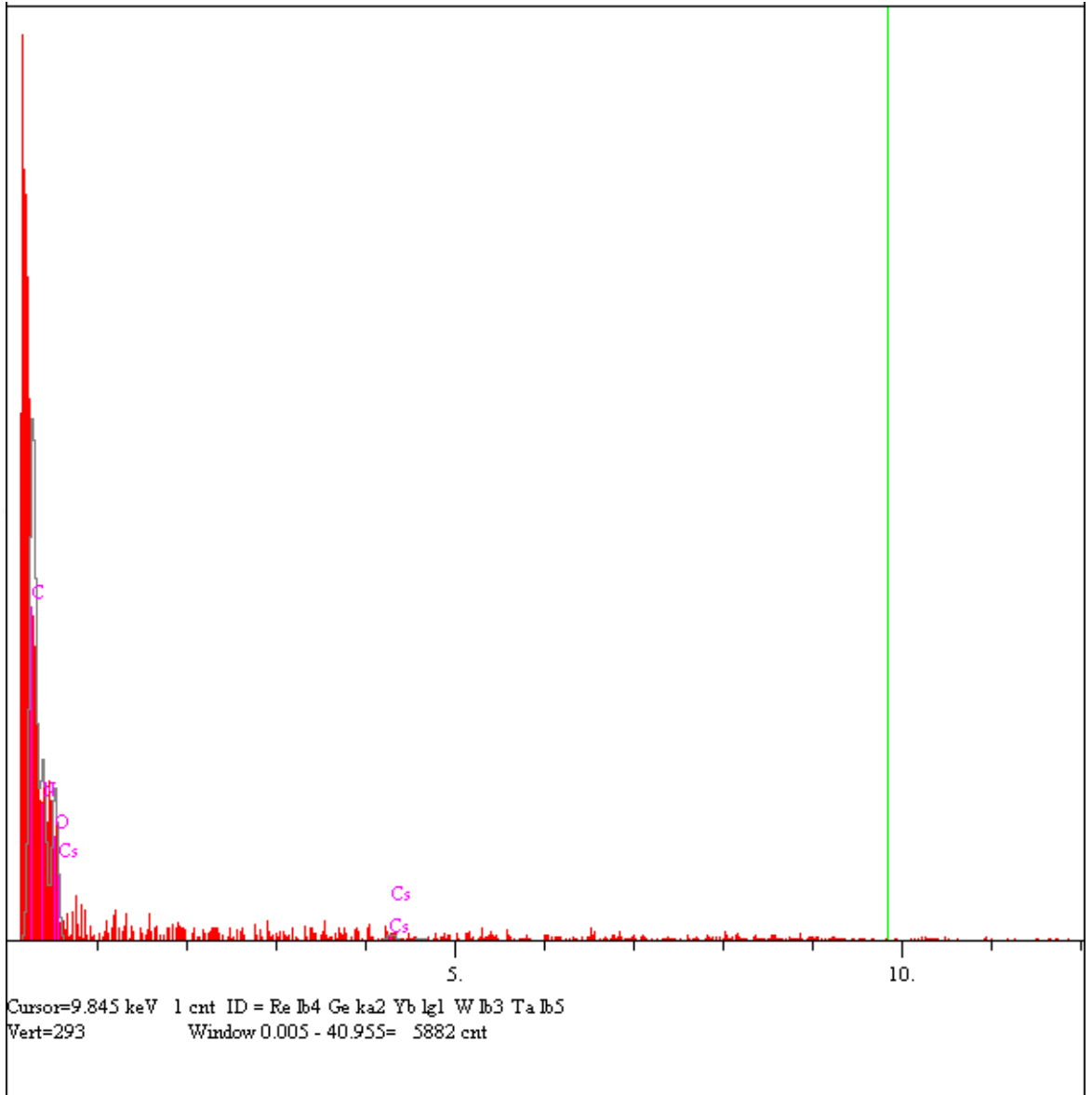


Şekil 4.35: AAm Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM görüntüsü.

Tablo 4.8: AAm Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

Element	I (sayım/saniye)	Standart sapma 2-sig	% ağırlık
C	15.29	0.782	27.539
N	4.77	0.437	37.909
O	4.10	0.405	33.025
Cs	0.35	0.118	1.527
			100.000

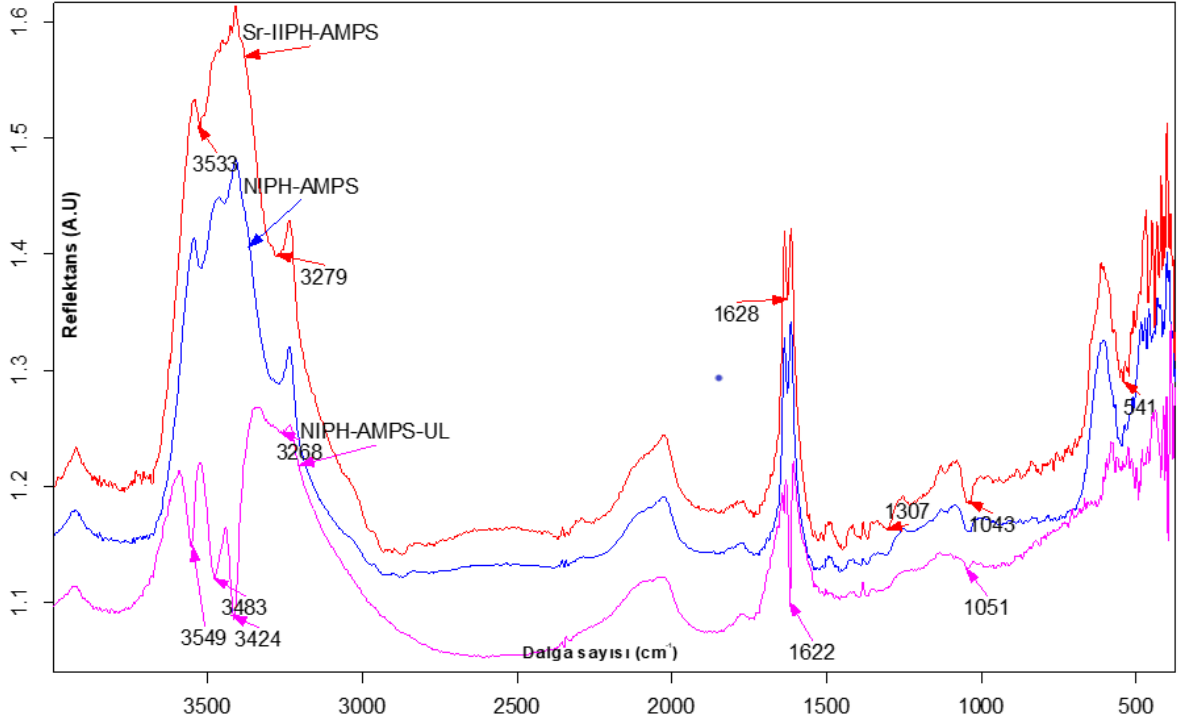




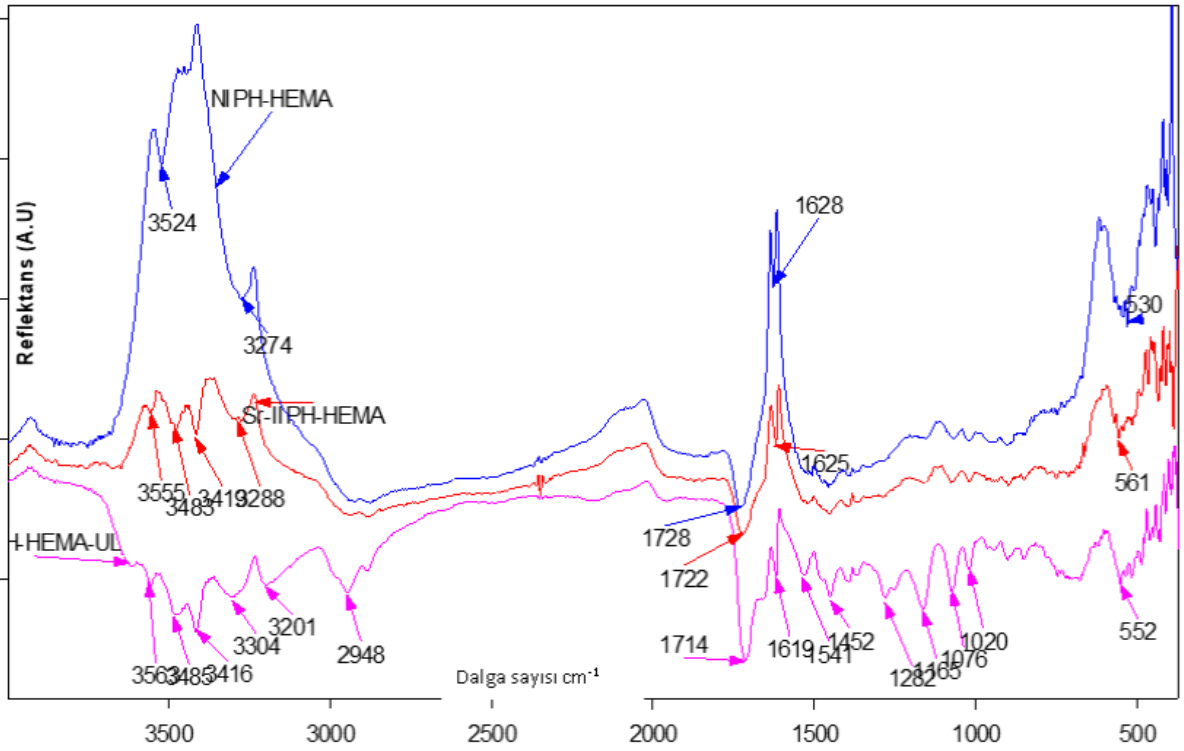
Şekil 4.36: AAm Cs<sup>+</sup> damgalı polimerine ait SEM EDS analizi.

#### 4.1.3. Fourier Transform Infrared Spektroskopisi (FTIR)

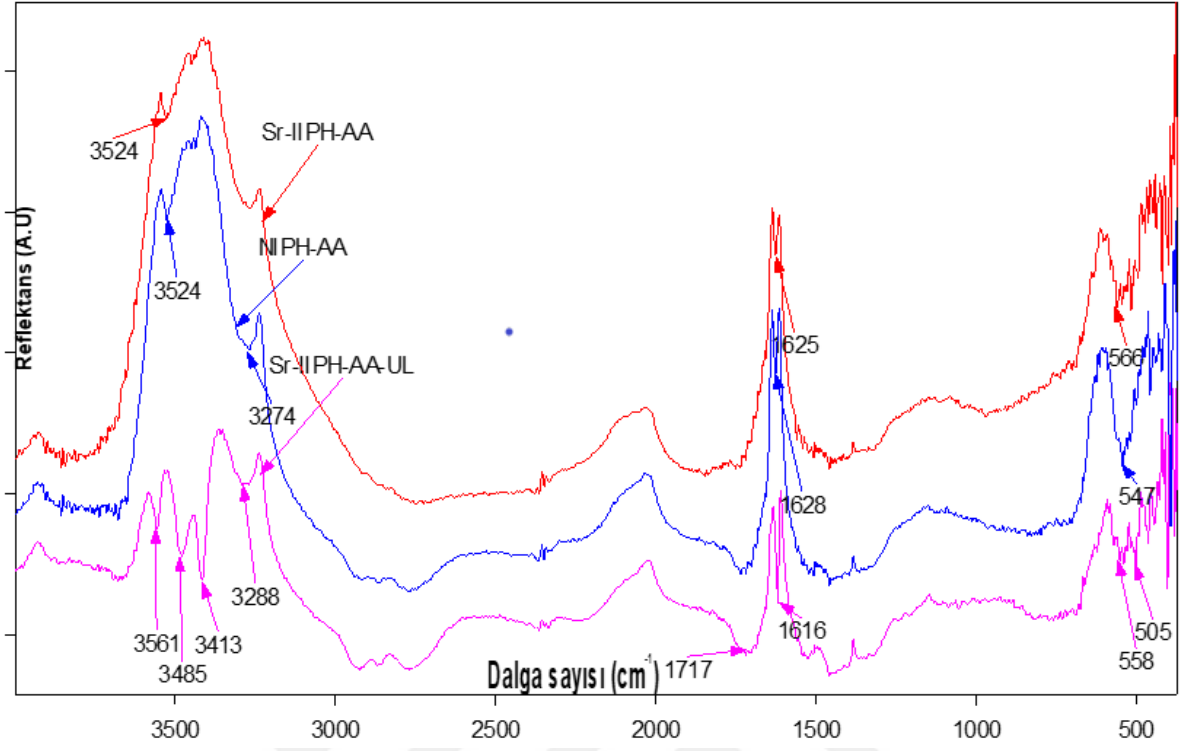
Üç ayrı monomer ile sentezlenen polimerlerde uygulanan damgalama yönteminin etkisinin belirlenmesi amacı ile farklı şekillerde üretilmiş polimerlerin FTIR grafikleri alındı. Elde edilen grafikler aşağıda verilmiştir. Karşılaştırma yapılabilmesi için normal sentezlenmiş polimer ile damgalama uygulanan polimerlerin yıkama öncesi ve sonrasına ait spektrumlar birlikte verilmiştir.



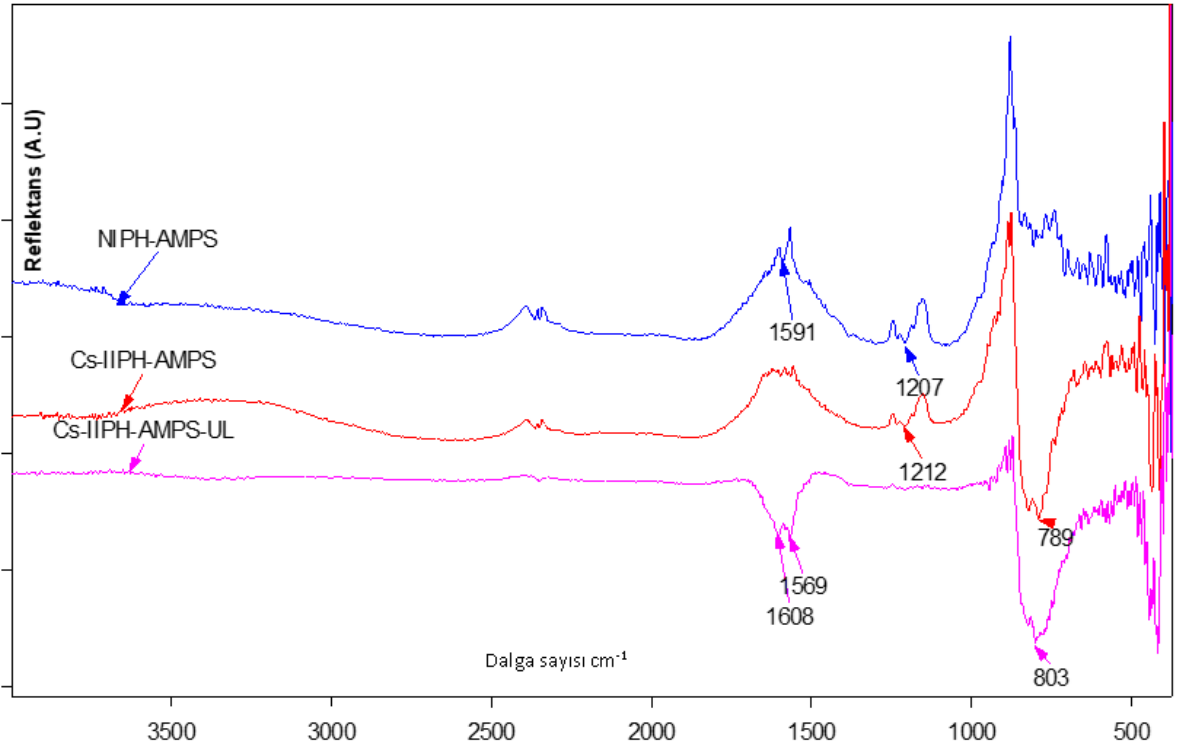
Şekil 4.37: AMPS ( $\text{Sr}^{++}$  damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.



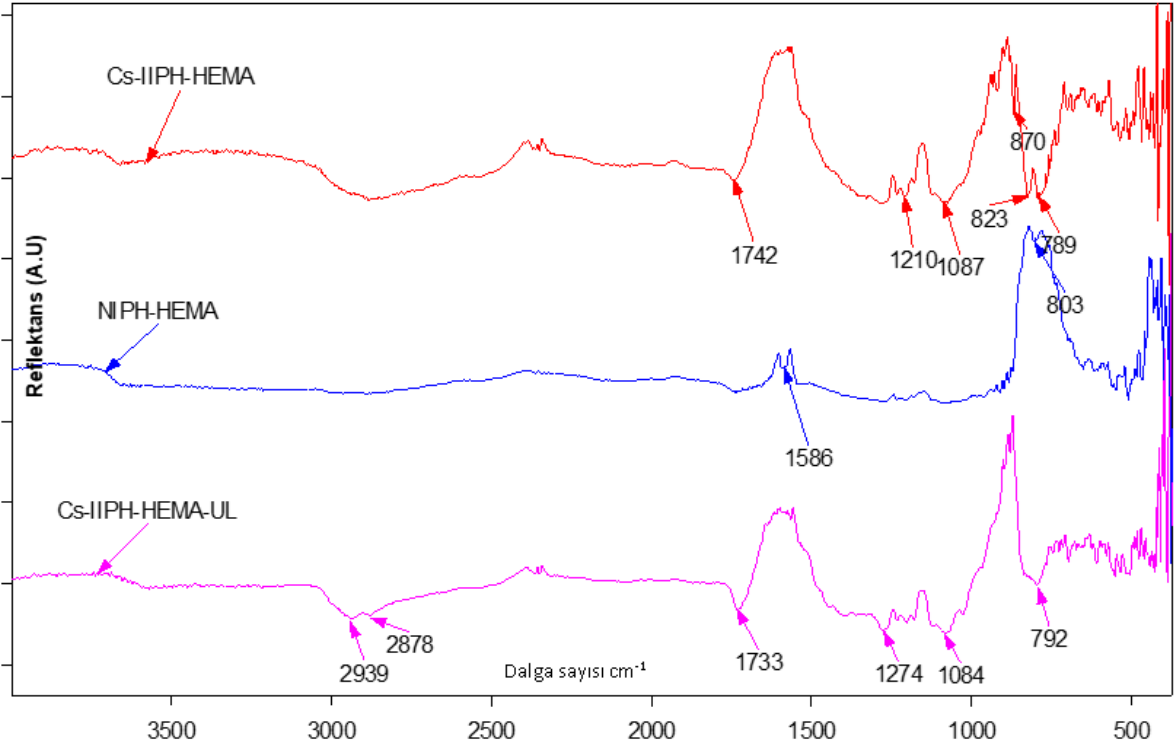
Şekil 4.38: HEMA ( $\text{Sr}^{++}$  damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.



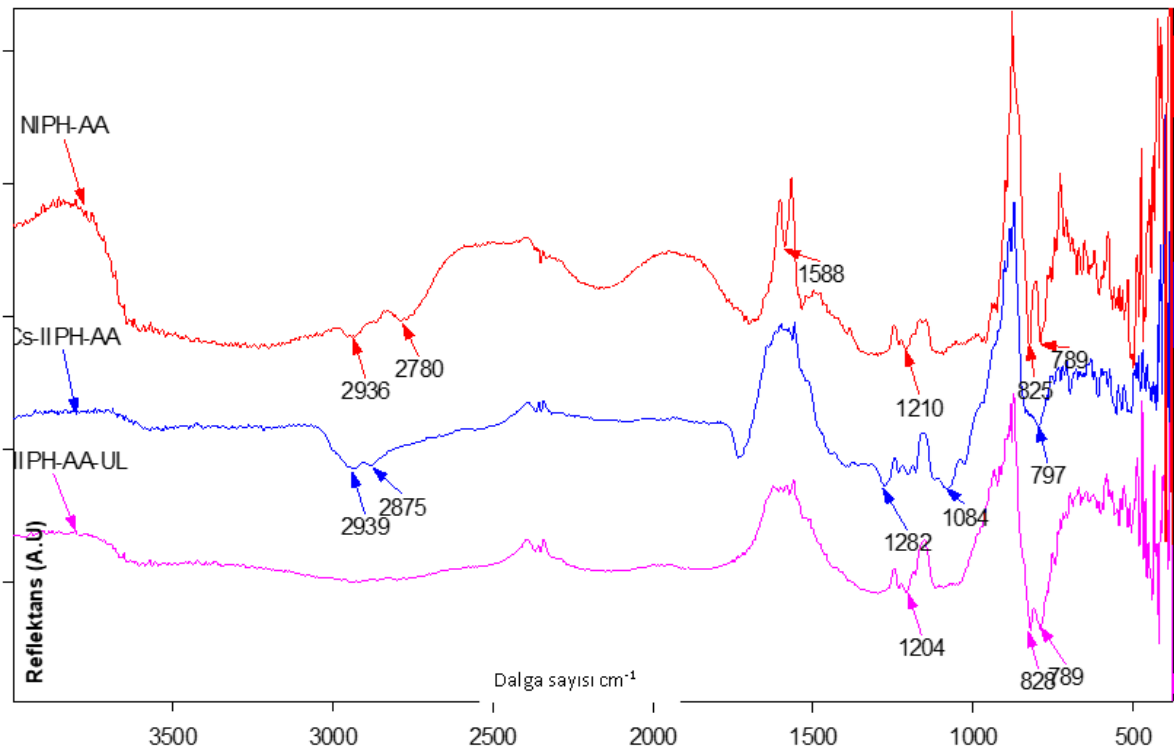
Şekil 4.39: AAm ( $\text{Sr}^{++}$  damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.



Şekil 4.40: AMPS ( $\text{Cs}^+$  damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.



Şekil 4.41: HEMA (Cs<sup>+</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.



Şekil 4.42: AAm (Cs<sup>+</sup> damgalama) polimerine ait FTIR spektrumları.

## 4.2. KİNETİK ÇALIŞMASI

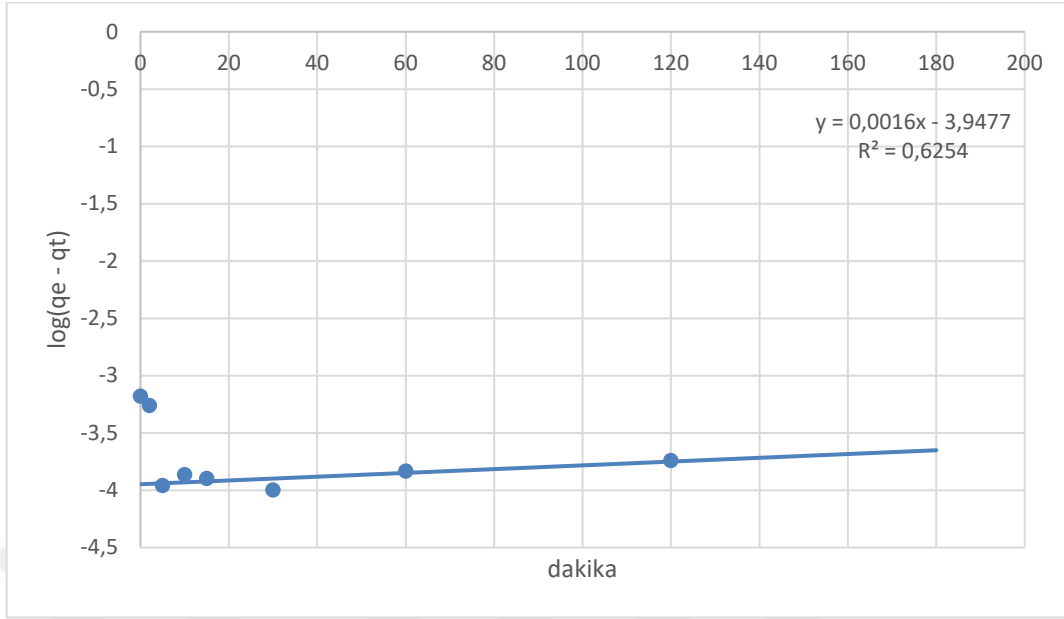
Adsorpsiyon kinetiği çalışması için sırasıyla 0, 2, 5, 10, 15, 30, 60, 120 ve 180. dakikalarda çözültiden mikro pipet kullanılarak alınan bir ml örneklerin aktiviteleri Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen değerler tablolar haline getirildi ve zaman karşı adsorpsiyon grafikleri çizildi. Adsorpsiyonun zamana göre değişimine ait ölçümlerle tablolarda verilmektedir. 180 dakika adsorpsiyon süresi sonunda elde edilen ölçümlere göre adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı. Adsorpsiyon denemeleri 25°C 'de 1mmolar Cs<sup>+</sup> çözültisi için yapıldı. Denemelerde 50 ml çözülti ve tanecik boyutu 70 – 150 mikron arasında olan 50mg polimer kullanıldı. Elde edilen veriler (2.5) numaralı denklem kullanılarak yalnızca birinci dereceden kinetik modeline uygulandı ve çizilen grafiklerden hız sabiti k<sub>1</sub> ve teorik q<sub>e</sub> değerleri hesaplandı.

**Tablo 4.9:** AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması.

Zaman	Aktivite	Değişim	Adsorpsiyon	1. Derece kinetik modeli		
				C <sub>e</sub> Molar	q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> molg <sup>-1</sup>	log(q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> )
Dakika	Sayım/Dakika		%			
0	668,6	0	0	0,001000	0,00066	-3,18046
2	594,9	73,7	11,02	0,000890	0,00055	-3,25982
5	301,0	367,6	54,98	0,000450	0,00011	-3,95798
10	318,8	349,8	52,32	0,000477	0,00014	-3,86393
15	312,0	356,7	53,34	0,000467	0,00013	-3,89763
30	294,6	374,0	55,94	0,000441	0,00010	-3,99739
60	325,7	342,9	51,29	0,000487	0,00015	-3,83234
120	348,6	320,0	47,86	0,000521	0,00018	-3,74148
180	225,0	443,6	66,34	0,000337	-3,4E-06	

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad C_e = \left( \frac{225,03}{668,63} \right) \cdot 0,001 = 0,00034 \text{ molL}^{-1} \quad (4.1)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,00034) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = 0,00066 \text{ molg}^{-1} \quad (4.2)$$



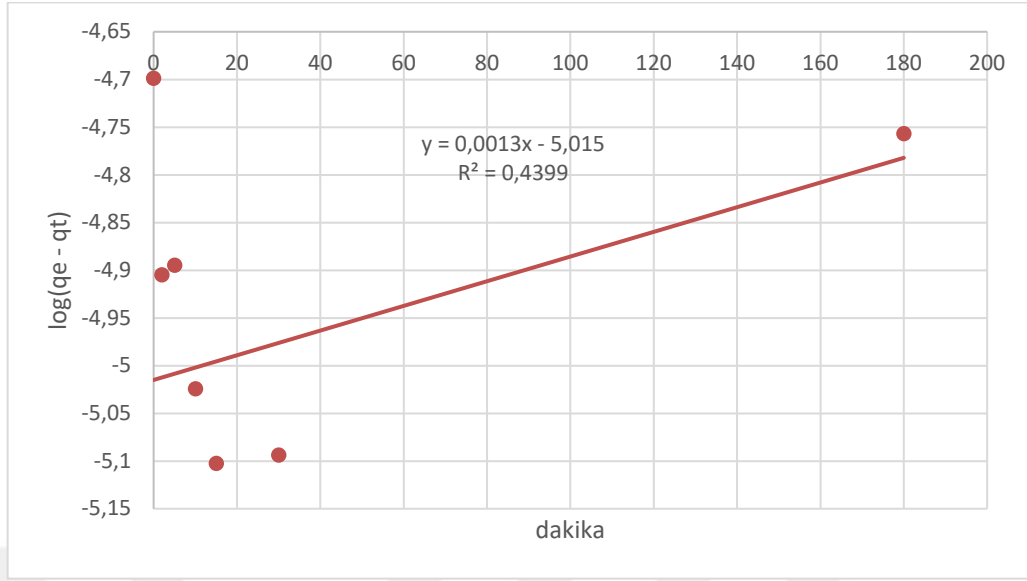
Şekil 4.43: AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 1. derece kinetik modeli.

Tablo 4.10: Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması

Zaman Dakika	Aktivite Sayım/Dakika	Değişim	Adsorpsiyon %	1. Derece kinetik modeli		
				Ce Molar	q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> molg <sup>-1</sup>	log(q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> )
0	665,8	0	0	0,00100	0,00002	-4,69897
2	660,8	5,0	0,76	0,000992	1,2E-05	-4,90498
5	661,0	4,8	0,72	0,000993	1,3E-05	-4,89463
10	658,8	7,0	1,05	0,000989	9,5E-06	-5,02425
15	657,8	8,1	1,21	0,000988	7,9E-06	-5,10265
30	657,9	7,9	1,19	0,000988	8,1E-06	-5,09365
60	651,2	14,6	2,19	0,000978	-2E-06	
120	651,6	14,2	2,14	0,000979	-1E-06	
180	664,2	1,7	0,25	0,000998	1,8E-05	-4,75679

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad C_e = \left( \frac{651,62}{665,84} \right) \cdot 0,001 = 0,00098 \text{ molL}^{-1} \quad (4.3)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,00098) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = 0,00002 \text{ molg}^{-1} \quad (4.4)$$



Şekil 4.44: Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalnız 1. derece kinetik modeli.

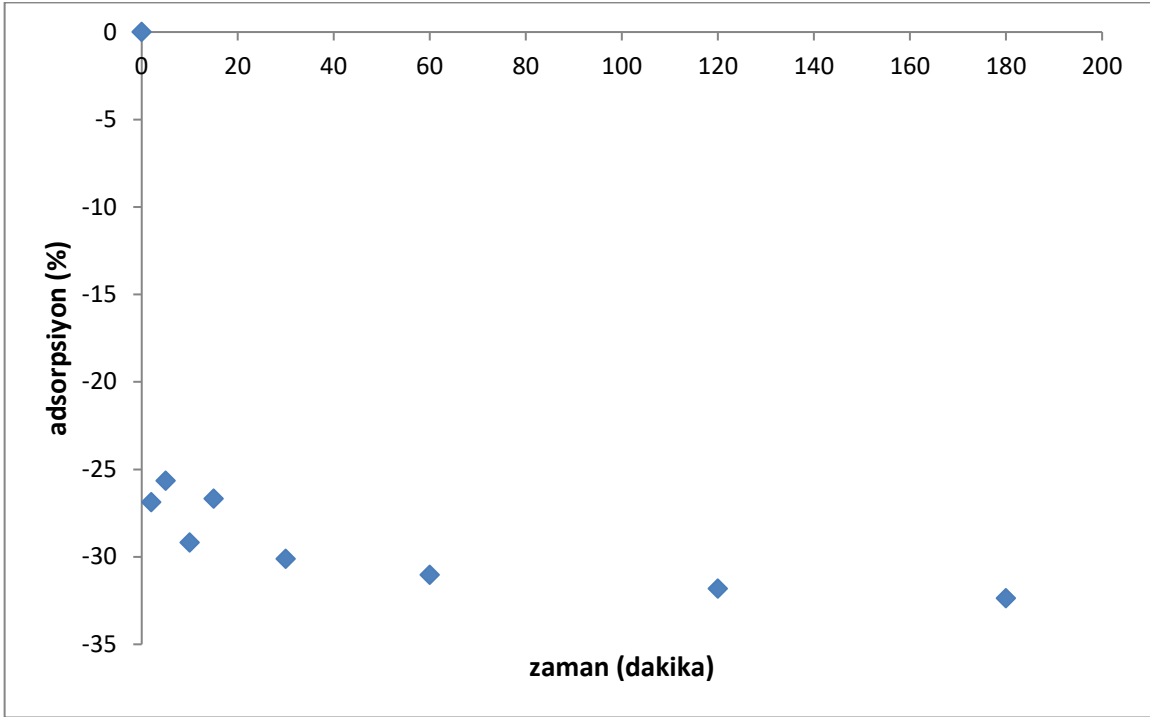
Tablo 4.11: AAm polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması.

Zaman	Aktivite	Değişim	Adsorpsiyon	1. Derece kinetik modeli		
Dakika	Sayım/Dakika		%	Ce Molar	q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> molg <sup>-1</sup>	log(q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> )
0	812,9	0	0	0,00100	-0,00032	
2	1031,4	-218,4	-26,87	0,001269	-5,1E-05	
5	1021,4	-208,4	-25,64	0,001256	-6,4E-05	
10	1050,2	-237,2	-29,183	0,001292	-2,8E-05	
15	1029,8	-216,9	-26,681	0,001267	-5,3E-05	
30	1057,8	-244,8	-30,118	0,001301	-1,9E-05	
60	1065,1	-252,2	-31,022	0,001310	-9,8E-06	
120	1071,6	-258,6	-31,810	0,001318	-1,9E-06	
180	1076,1	-263,1	-32,364	0,001324	3,64E-06	

(q<sub>e</sub> - q<sub>t</sub>) değeri negatif olduğundan log hesaplaması yapılamadı

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad C_e = \left( \frac{1076,05}{812,95} \right) \cdot 0,001 = 0,00132 \text{ molL}^{-1} \quad (4.5)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,00132) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = -0,00032 \text{ molg}^{-1} \quad (4.6)$$



Şekil 4.45: AAm polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi.

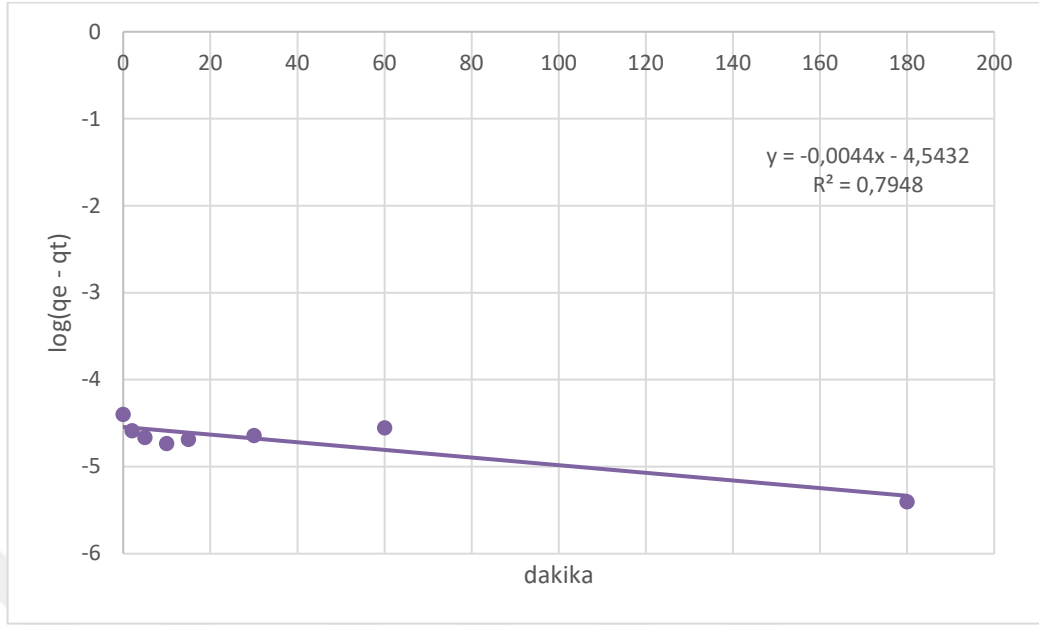
Tablo 4.12: Cs<sup>+</sup> damgalı akrilamid polimeri Cs<sup>+</sup> dsorpsiyonu kinetik çalışması.

Zaman Dakika	Aktivite Sayım/Dakika	Değişim	Adsorpsiyon %	1. Derece kinetik modeli		
				C <sub>e</sub> Molar	q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> molg <sup>-1</sup>	log(q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> )
0	380,1	0	0	0,00100	0,00004	-4,39794
2	374,7	5,4	1,41	0,000986	2,59E-05	-4,58674
5	373,1	7,0	1,84	0,000982	2,16E-05	-4,66483
10	371,9	8,2	2,15	0,000979	1,85E-05	-4,73272
15	372,7	7,4	1,94	0,000981	2,06E-05	-4,68649
30	373,5	6,5	1,72	0,000983	2,28E-05	-4,64270
60	375,5	4,6	1,22	0,000988	2,78E-05	-4,55526
120	363,7	16,4	4,32	0,000957	-3,2E-06	
180	366,4	13,7	3,61	0,000964	3,93E-06	-5,40576

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad C_e = \left( \frac{363,67}{380,08} \right) \cdot 0,001 = 0,00096 \text{ molL}^{-1} \quad (4.7)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,00096) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = 0,00004 \text{ molg}^{-1} \quad (4.8)$$





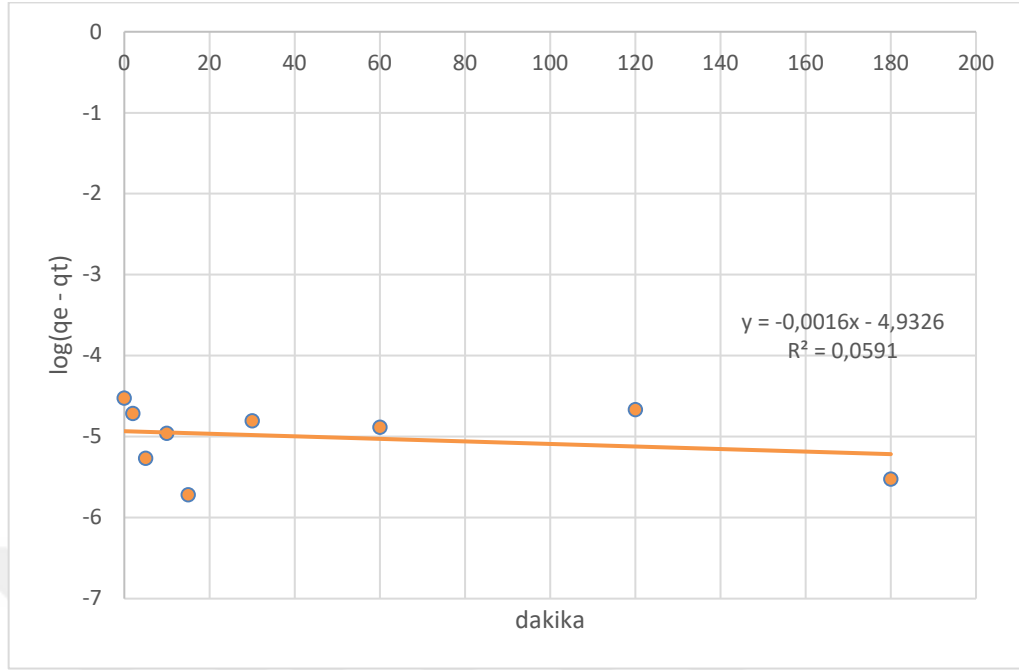
Şekil 4.46: Cs<sup>+</sup> damgalı AAm polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 1. derece kinetik modeli.

Tablo 4.13: HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması.

Zaman Dakika	Aktivite Sayım/Dakika	Değişim	Adsorpsiyon %	1. Derece kinetik modeli		
				Ce Molar	q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> molg <sup>-1</sup>	log(q <sub>e</sub> - q <sub>t</sub> )
0	377,2	0	0	0,00100	0,00003	-4,52288
2	373,2	4,0	1,06	0,000989	1,94E-05	-4,71290
5	367,9	9,3	2,46	0,000975	5,4E-06	-5,26790
10	370,0	7,2	1,90	0,000981	1,1E-05	-4,95898
15	366,6	10,6	2,81	0,000972	1,92E-06	-5,71597
30	371,8	5,4	1,43	0,000986	1,57E-05	-4,80310
60	370,8	6,4	1,69	0,000983	1,31E-05	-4,88235
120	374,0	3,2	0,85	0,000991	2,15E-05	-4,66777
180	367,0	10,2	2,70	0,000973	2,98E-06	-5,52524

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad C_e = \left( \frac{366,99}{377,18} \right) \cdot 0,001 = 0,00097 \text{ molL}^{-1} \quad (4.9)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,00097) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = 0,00003 \text{ molg}^{-1} \quad (4.10)$$



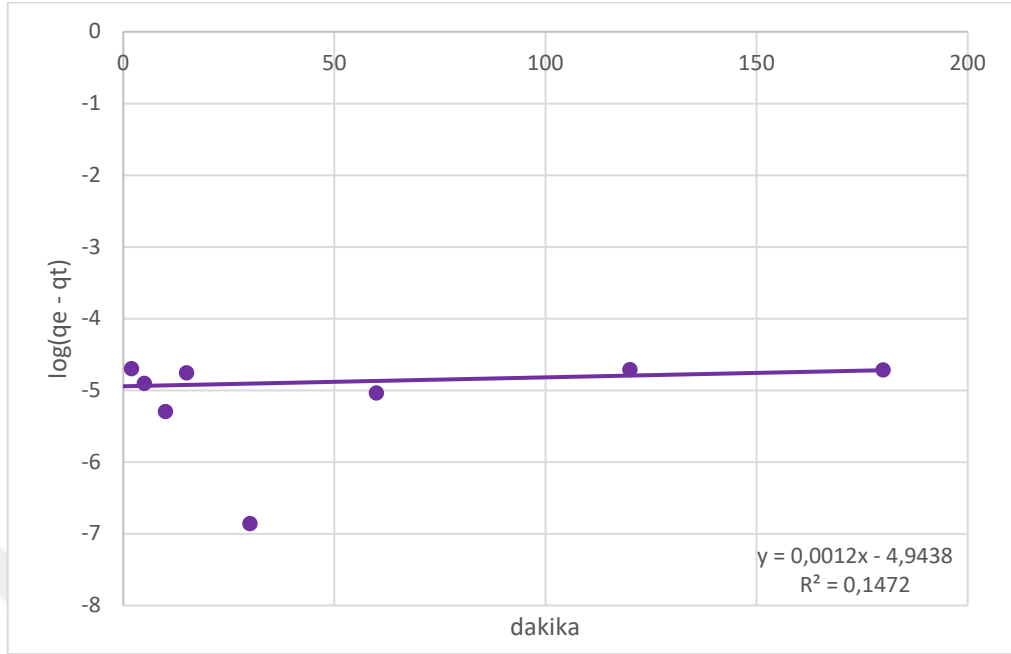
Şekil 4.47: HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli.

Tablo 4.14: Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu kinetik çalışması.

Zaman	Aktivite	Değişim	Adsorpsiyon	1. Derece kinetik modeli		
				Ce	qe - qt	log(qe - qt)
Dakika	Sayım/Dakika		%	Molar	molg <sup>-1</sup>	
0	381,3	0	0	0,00100	0,000025	
2	379,4	1,9	0,49	0,00099	2,01E-05	-4,69689
5	376,5	4,8	1,26	0,00099	1,24E-05	-4,90525
10	373,7	7,6	2,00	0,00098	5,04E-06	-5,29736
15	378,5	2,8	0,75	0,00099	1,76E-05	-4,75567
30	371,8	9,5	2,49	0,000975	1,38E-07	-6,85906
60	375,3	6,0	1,58	0,000984	9,21E-06	-5,03563
120	379,2	2,1	0,55	0,000994	1,95E-05	-4,71071
180	379,1	2,2	0,59	0,000994	1,92E-05	-4,71779

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e).V}{m} \quad C_e = \left(\frac{371,83}{381,31}\right) \cdot 0,001 = 0,000975 \text{ molL}^{-1} \quad (4.11)$$

$$q_e = \frac{(0,001 - 0,000975) \cdot 0,050}{0,050} \quad q_e = 0,000025 \text{ molg}^{-1} \quad (4.12)$$

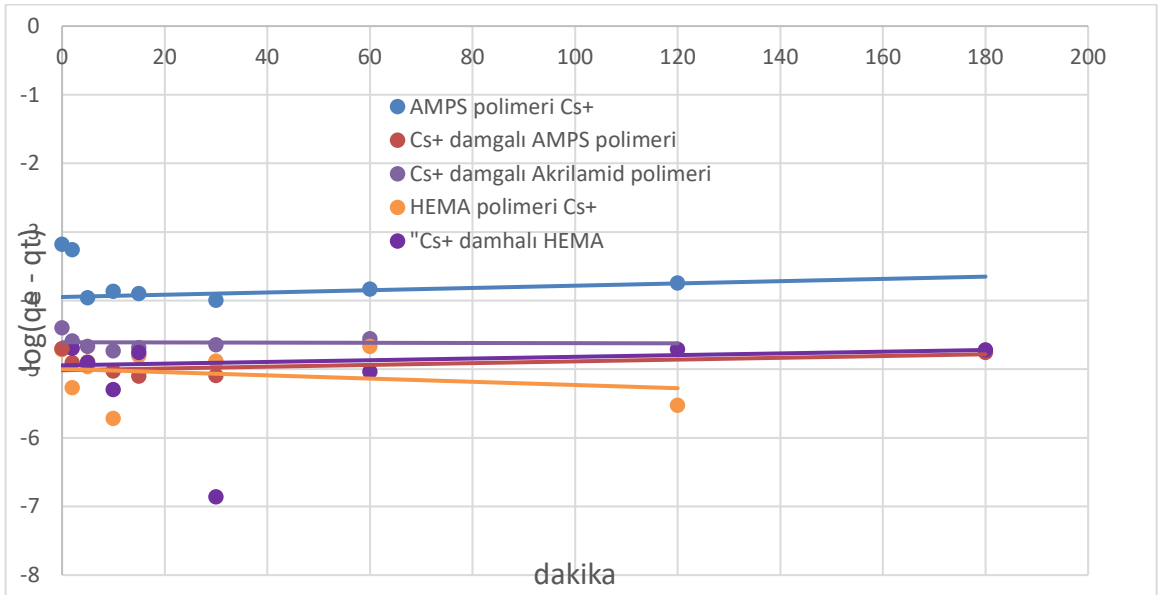


Şekil 4.48: Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli.

Tablo 4.15: Yalancı birinci dereceden kinetik modeli parametreleri

	AMPS	Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS	AAM	Cs <sup>+</sup> Damgalı AAM	HEMA	Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA
Hız sabiti k <sub>1</sub> dak <sup>-1</sup>	0,003685	0,002994		-0,01013	-0,00368	0,002764
Teorik q <sub>e</sub> molg <sup>-1</sup>	0,000113	9,66051E-06		2,86286E-05	1,17E-05	1,14E-05

AAM için adsorpsiyon değerleri negatif olduğundan hesaplaması yapılamadı

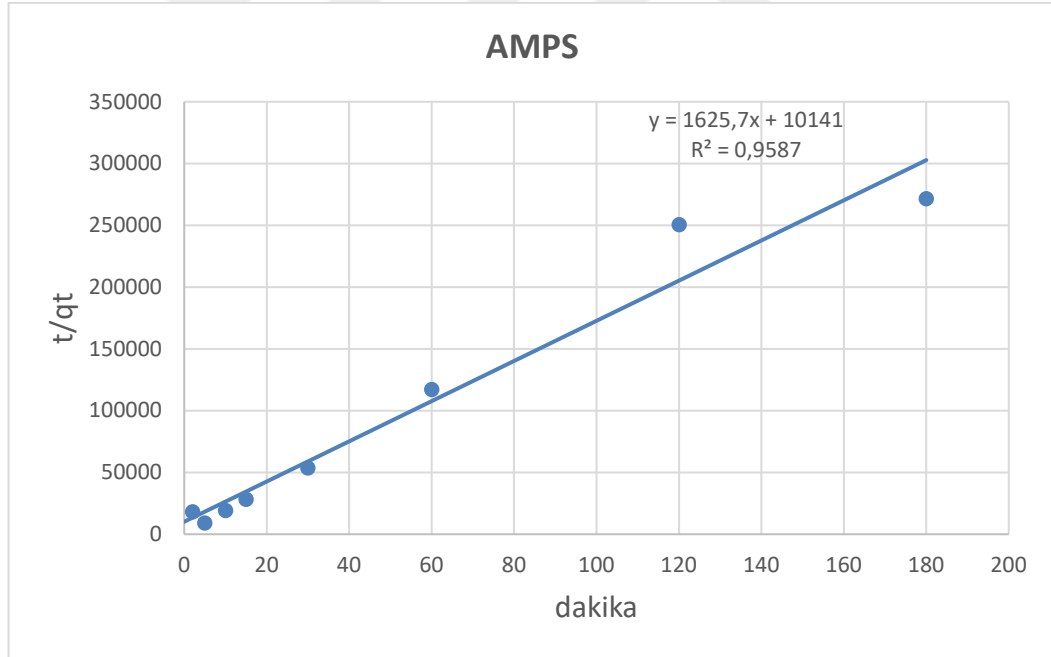


Şekil 4.49: Polimerlerin Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 1. derece kinetik modeli.

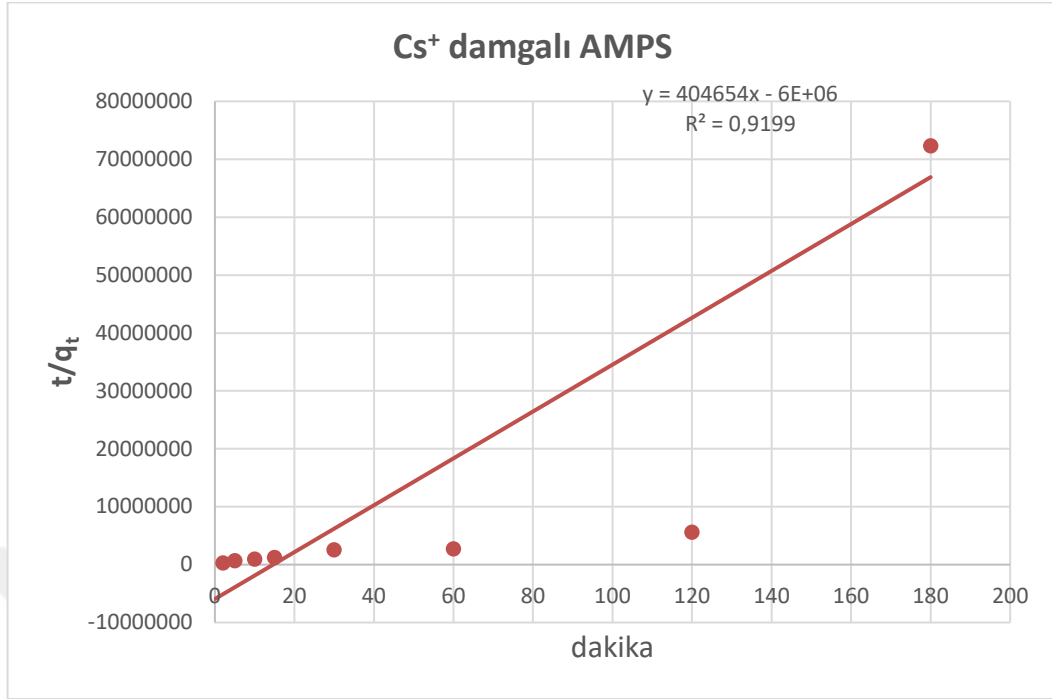
Elde edilen veriler (2.6) numaralı denklem kullanılarak yalancı ikinci dereceden kinetik modeline uygulandı ve çizilen grafiklerden hız sabiti  $k_2$  ve teorik  $q_e$  değerleri hesaplandı.

**Tablo 4.16:** Yalancı ikinci dereceden kinetik modeli

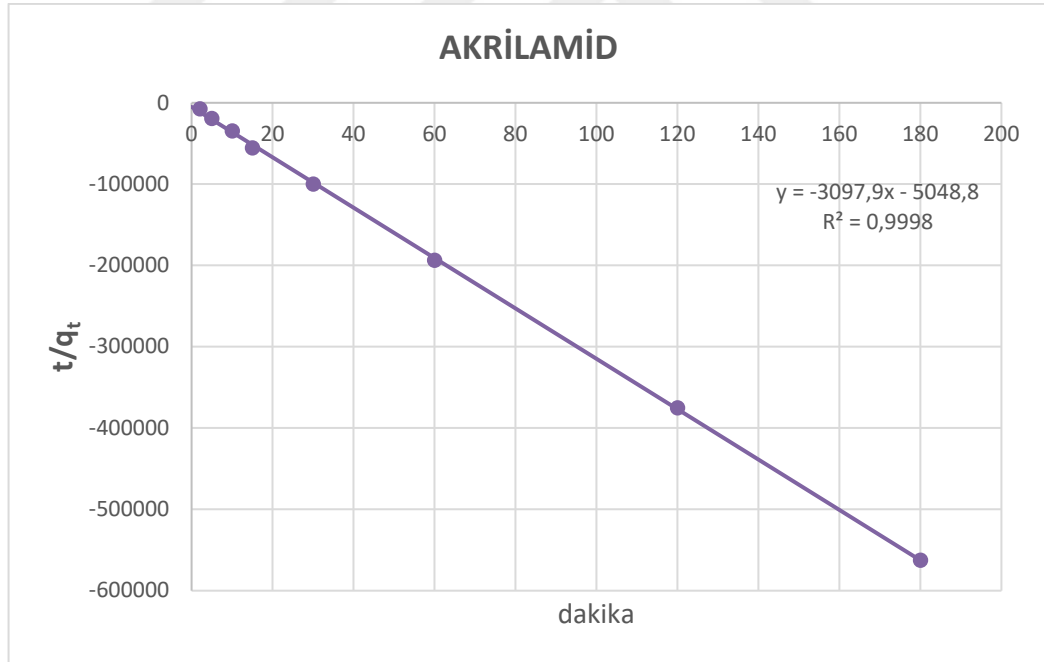
$t/q_t$ dak/molg <sup>-1</sup>	AMPS	Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS	AAm	Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	HEMA	Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA
t dakika	t/q <sub>t</sub>	t/q <sub>t</sub>	t/q <sub>t</sub>	t/q <sub>t</sub>	t/q <sub>t</sub>	t/q <sub>t</sub>
0						
2	18182	264901	-7407	141844	188679	408163
5	9091	689655	-19231	271739	203252	396825
10	19121	952381	-34483	465116	526316	500000
15	28143	1239669	-55556	773196	533808	2013423
30	53667	2521008	-100000	1744186	2097902	1204819
60	116959	2739726	-193548	4918033	3550296	3797468
120	250522	5607477	-375000	2777778	14101058	21699819
180	271493	72289157	-562500	4986150	6666667	30769231



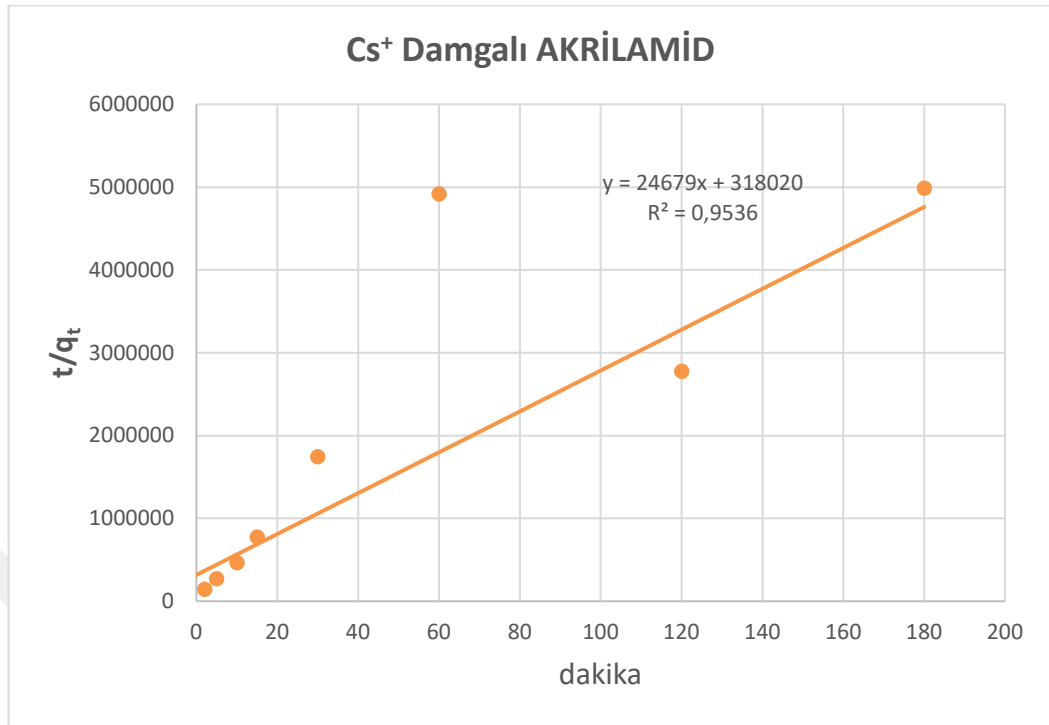
**Şekil 4.50:** AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli.



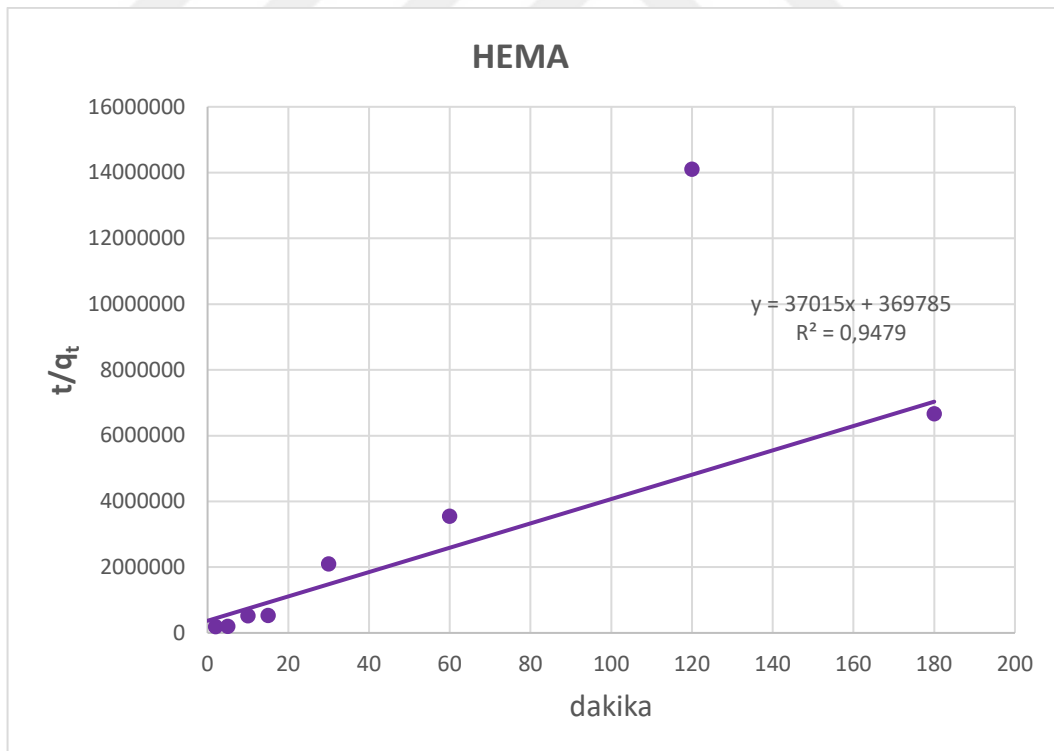
**Şekil 4.51:** Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalnız 2. derece kinetik modeli.



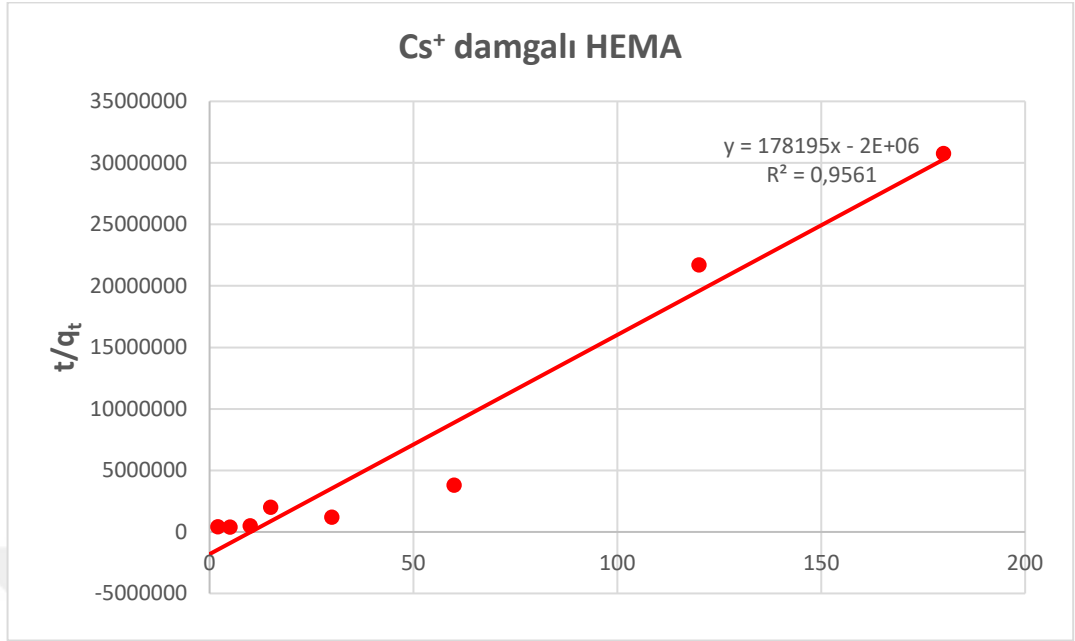
**Şekil 4.52:** AAm polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalnız 2. derece kinetik modeli.



Şekil 4.53: Cs<sup>+</sup> damgalı AAm polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu yalancı 2. derece kinetik modeli.



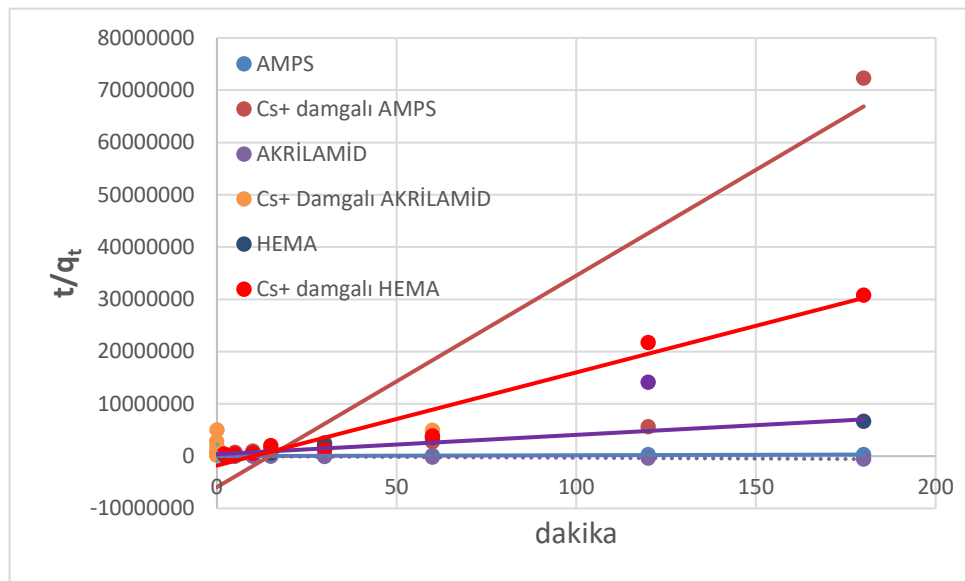
Şekil 4.54: HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli.



Şekil 4.55: Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli.

Tablo 4.17: Yalancı ikinci dereceden kinetik modeli parametreleri

	AMPS	Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS	AAm	Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	HEMA	Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA
Hız sabiti k <sub>2</sub> molg <sup>-1</sup> dak <sup>-1</sup>	260,615	-272,903	-1900,848	1915,139	3705,146	-15876,728
Teorik q <sub>e</sub> molg <sup>-1</sup>	0,000615	2,47127E-05	0,0003228	4,05203E-05	2,70E-05	5,61183E-06



Şekil 4.56: Polimerlerin Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu 2. derece kinetik modeli.

#### 4.2.1. Polimerlerin Su Tutma Kapasiteleri

Sentezlenen polimerlerin hidrojel özelliğine sahip olması adsorpsiyon çalışmaları sırasında çözelti hacminin değişmesine neden olmaktadır. Çözelti suyunun polimer tarafından tutulması sonucu değişen çözelti hacminin adsorpsiyon kinetiği üzerindeki etkisini düzenlemek için polimerlerin su tutma kapasitelerini tayin etmek amacıyla denemeler yapıldı.

Bir mezür içine alınan 50mL Cs<sup>+</sup> çözeltisi ( 0,001M ) içerisine 50mg polimer bir paket içerisinde daldırıldı ve kinetik çalışmasındaki numune alma sürelerinde, paket çözüldüden çıkarılarak mezürdeki seviye farkı ölçüldü.

Bu işlemler sırasıyla, AMPS polimeri ve Sezyum iyon damgalı AMPS polimeri; Acrylamid polimeri ve Sezyum iyon damgalı Akrilamid polimeri; HEMA polimeri ve Sezyum iyon damgalı HEMA polimeri için yapıldı. Su tutma kapasitelerinin AMPS > AKRİLAMİD > HEMA şeklinde olduğu görüldü.

**Tablo 4.18:** Polimerlerin su tutma kapasitesi.

Zaman	AMPS	Cs <sup>+</sup> damgalı AMPS	HEMA	Cs <sup>+</sup> damgalı HEMA	AKRİLAMİD	Cs <sup>+</sup> damgalı AKRİLAMİD
Dakika	ml	ml	ml	ml	ml	ml
0	0	0	0	0	0	0
2	2	3	0	0	1	1
5	4	3	0	0,2	2	1
10	4,5	3,5	0	0,2	2	1
15	5	7	0,2	0,5	2	1
30	11	9	0,2	0,5	2	1
60	12	12	0,6	0,6	2	1
120	16	16	1,3	1	2,5	1,5
180	16	16	2	1,5	4	2
25°C, 50 ml, 1 mmol Cs <sup>+</sup> Çözeltisi						

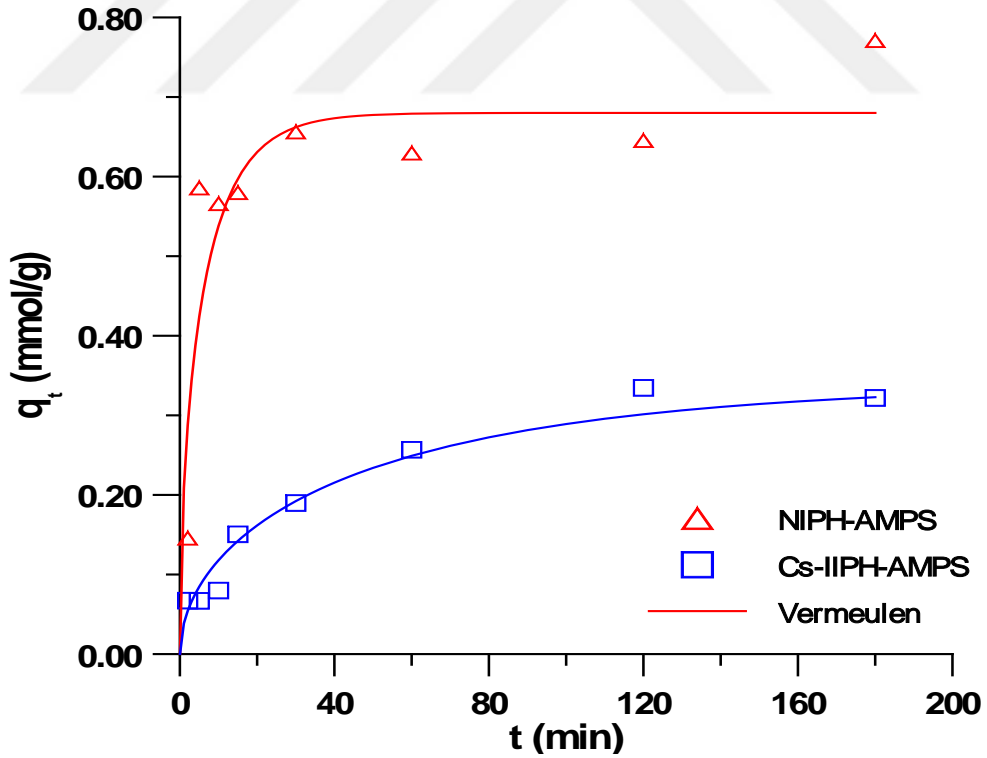
#### 4.2.2. Vermeulen Difüzyon Modeli

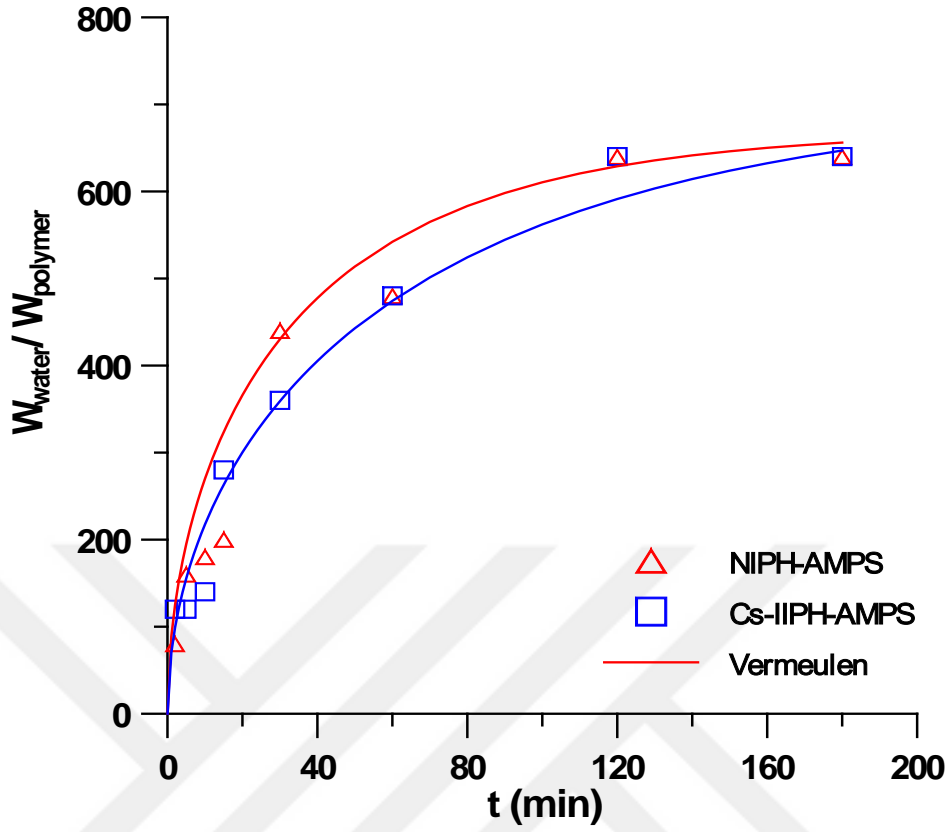
Elde edilen polimerler hidrojel özelliğindedir ve adsorplanan iyonlar polimer tarafından tutulan su içerisinde hareket etmektedir. Bu nedenle adsorpsiyon verileri Vermeulen difüzyon modeline uygulandı ve elde edilen sonuçlar tablolar halinde verildi ve grafikler ile gösterildi.



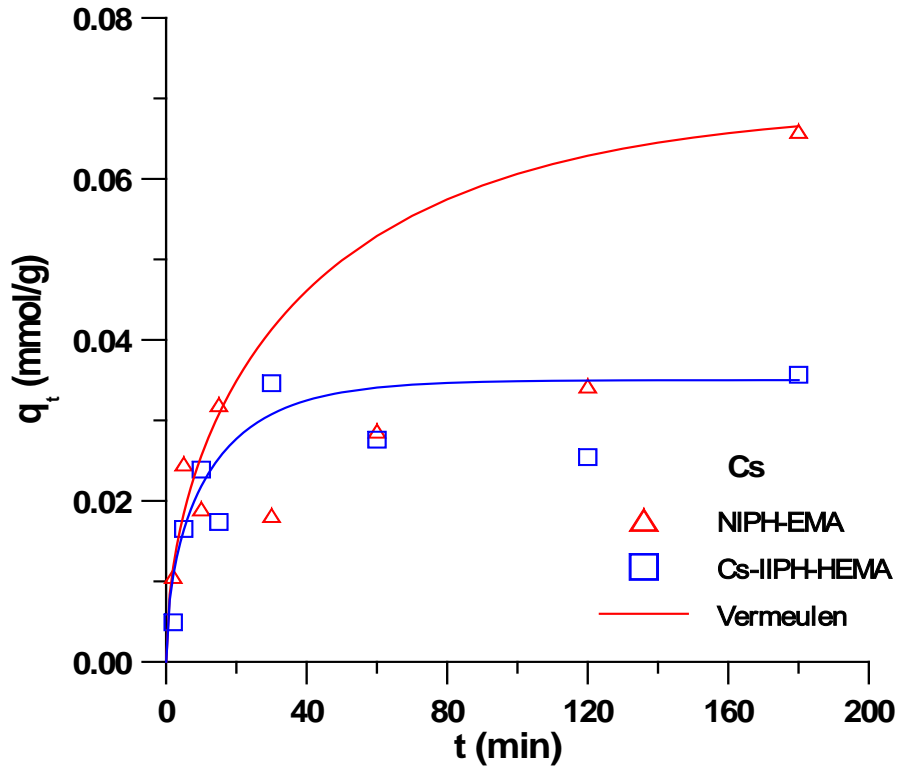
Tablo 4.19: Sezyumun polimerler içindeki difüzyon katsayıları ve denge adsorpsiyonları.

		$q_e$ mmol/g	$D$ $10^{13}$ m <sup>2</sup> /s
Cs	NIPH-AMPS	0,70	44,000
Cs	Cs-IIPH-AMPS	0,34	0,715
Cs	NIPH-HEMA	0,069	0,825
Cs	Cs-IIPH-HEMA	0,035	2,750
Cs	Cs-IIPH-AA	0,042	2,475
Cs	Cs-IIPH-AA-1	0,023	24,750
Cs	Cs-IIPH-AA-2	0,058	0,275
		$q_e$ g/g	$D$ $10^{13}$ m <sup>2</sup> /s
Su	NIPH-AMPS	670	0,990
Su	Cs-IIPH-AMPS	710	0,550
Su	NIPH-HEMA	250	0,055
Su	Cs-IIPH-HEMA	600	0,003

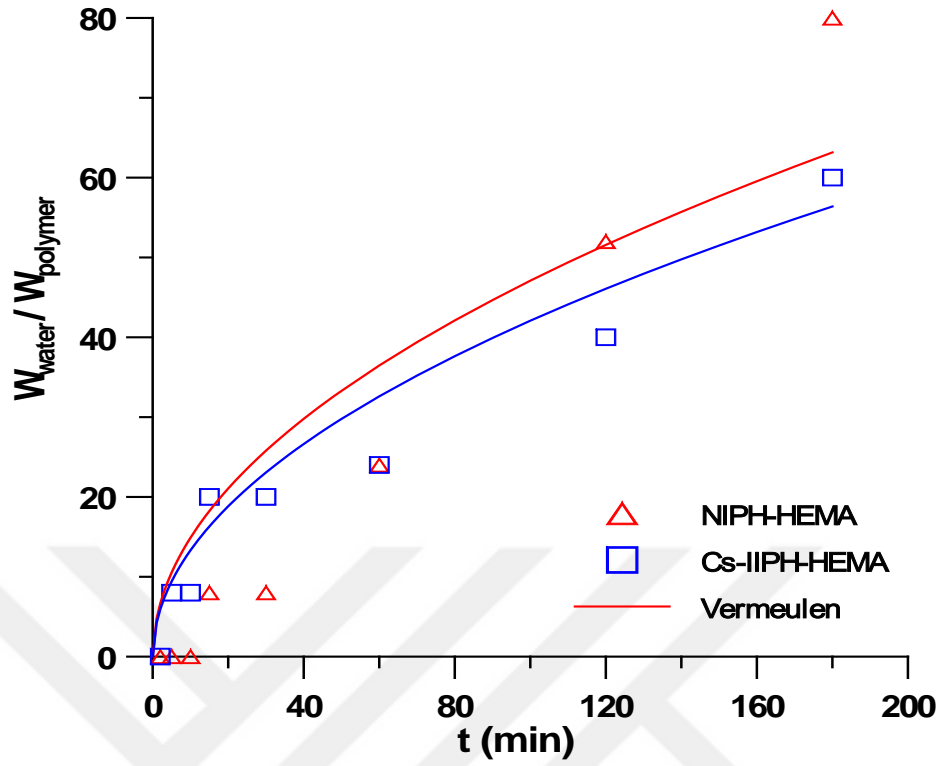
Şekil 4.57: AMPS polimeri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyonu zamana göre değişimi.



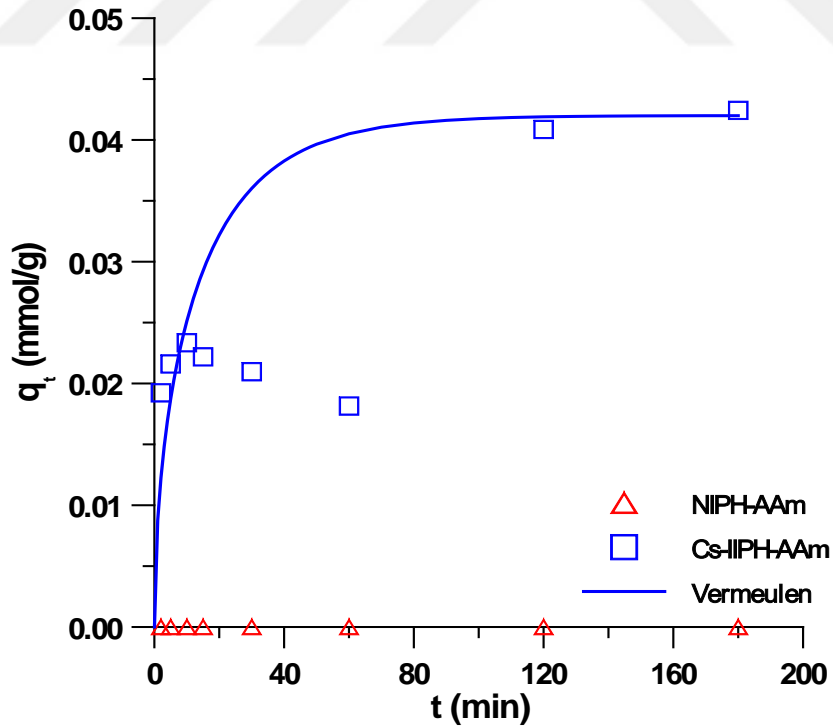
Şekil 4.58: AMPS polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi.



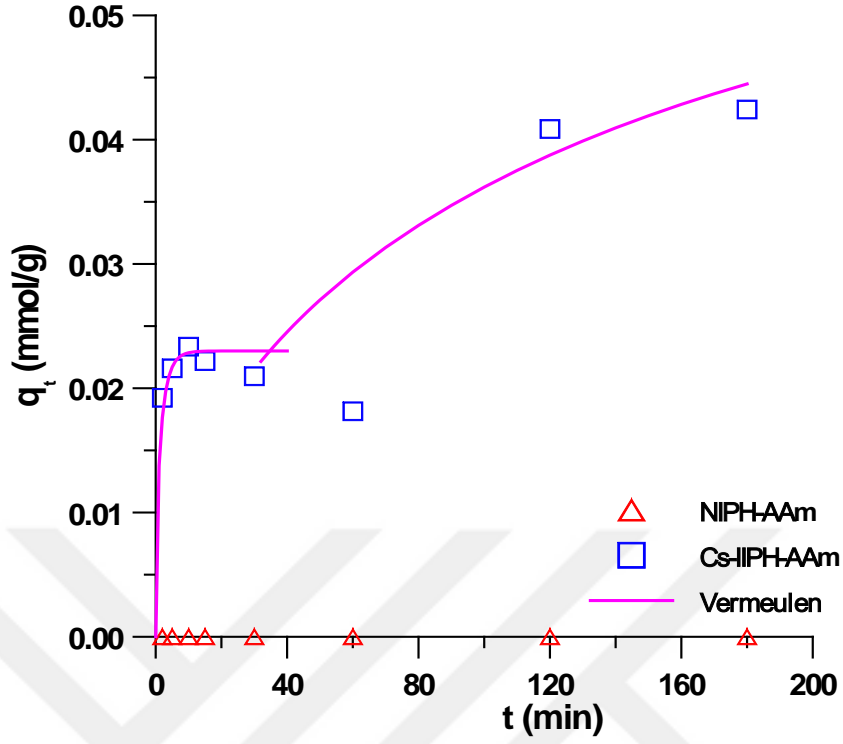
Şekil 4.59: HEMA polimeri  $\text{Cs}^+$  adsorpsiyonu zamana göre değişimi.



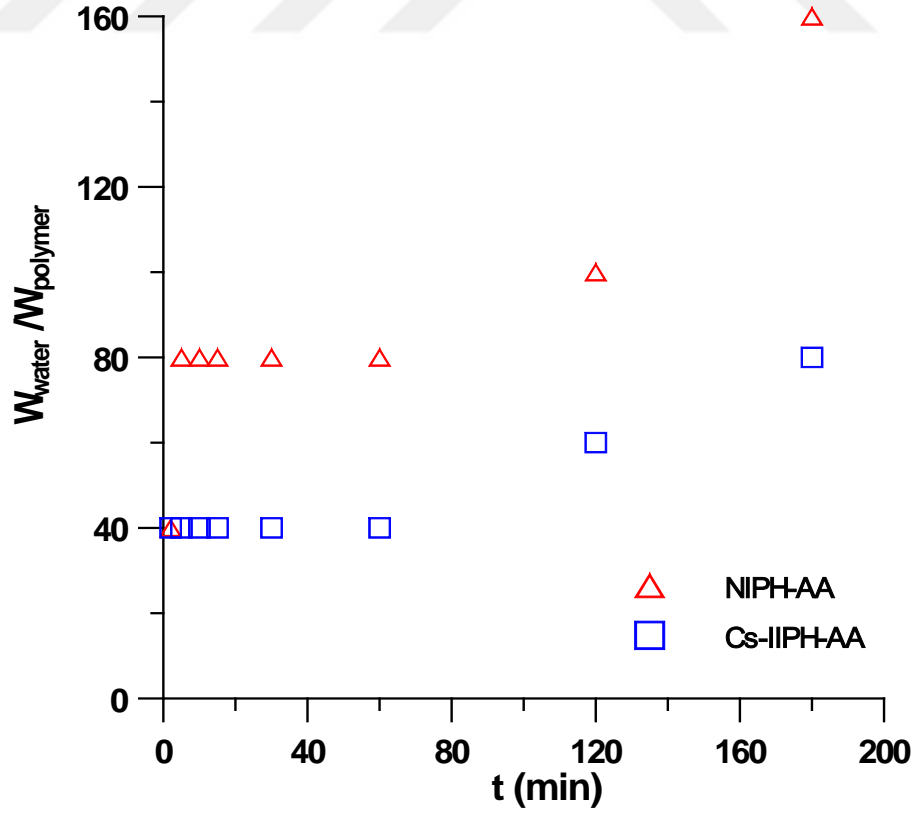
Şekil 4.60: HEMA polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi.



Şekil 4.61: AAm polimeri tek kademeli  $\text{Cs}^+$  adsorpsiyonu zamana göre değişimi.



Şekil 4.62: AAm polimeri iki kademeli  $\text{Cs}^+$  adsorpsiyonu zamana göre değişimi.



Şekil 4.63: AAm polimeri su tutma kapasitesi zamana göre değişimi.

### 4.3. SEZYUM ADSORPSİYON İZOTERMLERİ

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL Cs<sup>+</sup> (radyoaktif Cs - 137 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. Adsorpsiyon denemeleri için 0,0001 M, 0,0005 M, 0,001M, 0,002 M, 0,004 M Cs<sup>+</sup> çözeltileri hazırlandı ve radyoaktif Cs – 137 ile işaretlendi. 180 dakikalık adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı ve tablolar haline getirilerek adsorpsiyon izotermeleri çizildi.

Denemeler sırasıyla, AMPS ve sezyum iyon damgalı AMPS polimeri; AAm ve sezyum iyon damgalı AAm polimeri; HEMA ve sezyum iyon damgalı HEMA polimeri için (0,0001 M, 0,0005 M, 0,001M, 0,002 M, 0,004 M Cs<sup>+</sup>) konsantrasyonunda yapıldı.

**Tablo 4.20:** 0,0001 M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	1x10 <sup>-4</sup> M Cs <sup>+</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L m =50mg			
	POLİMER	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
	AMPS	1982	1081	0,1	0,05454	4,55E-05
	Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	1982	1242	0,1	0,06266	3,73E-05
	HEMA	1982	1997	0,1	0,10076	-7,6E-07
	Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	1982	1883	0,1	0,09500	4,99E-06
	AAm	1982	1897	0,1	0,09571	4,29E-06
	Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	1982	2109	0,1	0,10641	-6,4E-06

**Tablo 4.21:** 0,0005 M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	5x10 <sup>-4</sup> M Cs <sup>+</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L m =50mg			
	POLİMER	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
	AMPS	2109	1508	0,5	0,35752	0,000142
	Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	2109	1827	0,5	0,43314	6,69E-05
	HEMA	2109	2042	0,5	0,48412	1,59E-05
	Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	2109	1967	0,5	0,46634	3,37E-05
	AAm	2109	1823	0,5	0,43219	6,78E-05
	Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	2109	1950	0,5	0,46230	3,77E-05

**Tablo 4.22:** 0,001 M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	1x10 <sup>-3</sup> M Cs <sup>+</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	669	225	1	0,33632	0,000664
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	666	658	1	0,98799	1,2E-05
HEMA	377	367	1	0,97348	2,65E-05
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	381	379	1	0,99475	5,25E-06
AAm	813	1076	1	1,32349	-0,00032
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	380	366	1	0,96316	3,68E-05

**Tablo 4.23:** 0,002 M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	2x10 <sup>-3</sup> M Cs <sup>+</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	1954	1169	2	1,19652	0,000803
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	1954	1231	2	1,25998	0,00074
HEMA	1954	1953	2	1,99898	1,02E-06
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	1954	1964	2	2,01024	-1E-05
AAm	1954	2017	2	2,06448	-6,4E-05
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	1954	2024	2	2,07165	-7,2E-05

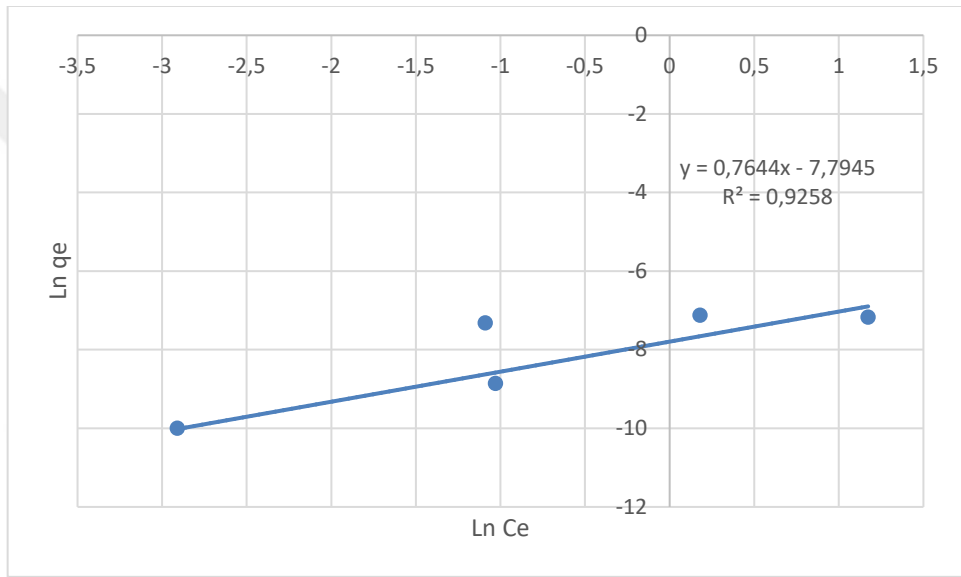
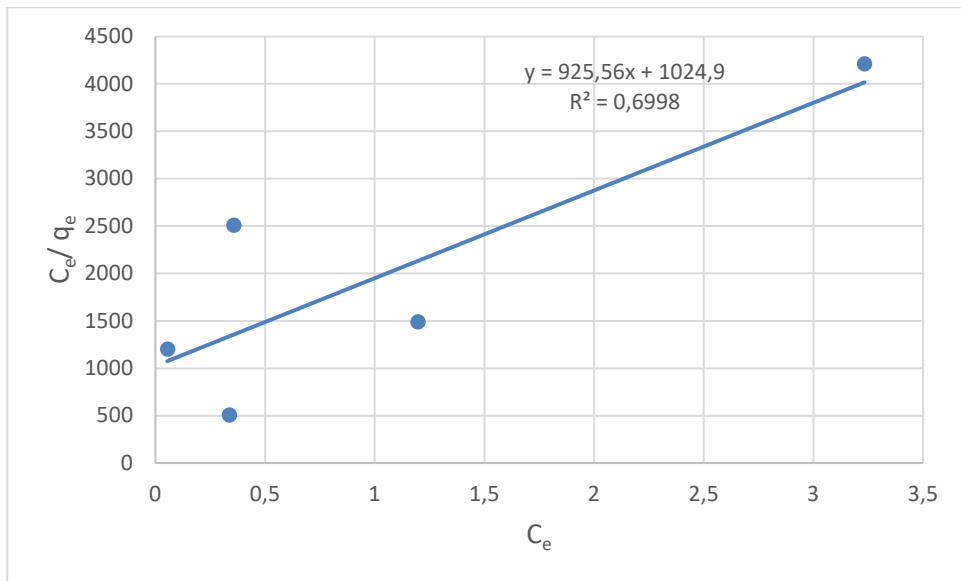
**Tablo 4.24:** 0,004 M Cs<sup>+</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	4x10 <sup>-3</sup> M Cs <sup>+</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	1923	1554	4	3,23245	0,000768
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	1923	1455	4	3,02652	0,000973
HEMA	1923	1955	4	4,06656	-6,7E-05
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	1923	1965	4	4,08736	-8,7E-05
AAm	1923	1919	4	3,99168	8,32E-06
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	1923	1910	4	3,97296	2,7E-05

(2.2) numaralı denkleme göre çizilen grafiklerden  $K_f$  ve  $n$  (2.4) numaralı denkleme göre çizilen grafiklerden  $K_1$  ve  $q_m$  değerleri hesaplanarak tablolar haline getirildi.

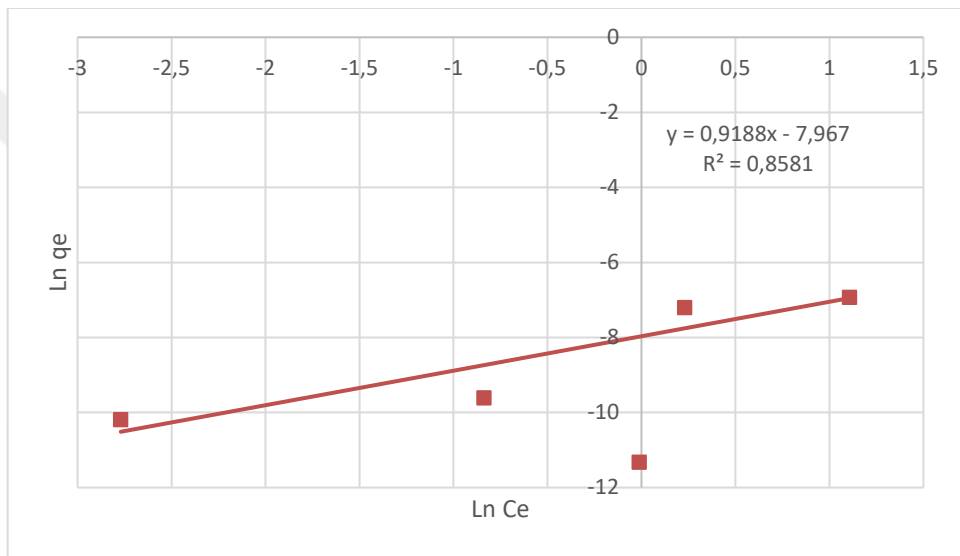
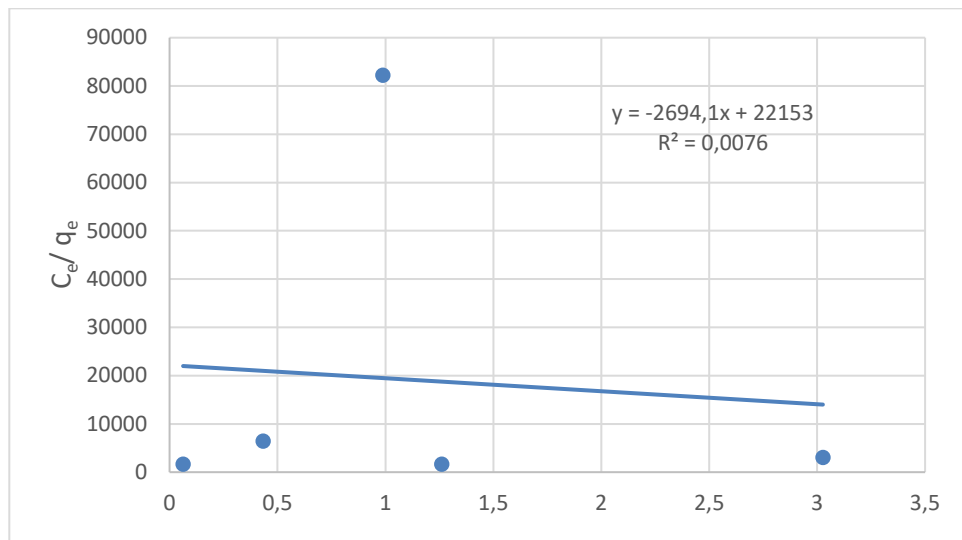
**Tablo 4.25:** AMPS polimerine ait adsorpsiyon deęerleri.

AMPS		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
$C_0$	$q_e = (C_0 - C_e) * V/m$	$\ln C_e$	$\ln q_e$	$C_e$	$C_e / q_e$
4	0,000768	1,17324	-7,17231	3,23245	4211,38
2	0,000803	0,179417	-7,12656	1,19652	1489,17
1	0,000664	-1,08968	-7,31771	0,33632	506,76
0,5	0,000142	-1,02858	-8,85628	0,35752	2509,15
0,1	4,55E-05	-2,9088	-9,99870	0,05454	1199,78

**Şekil 4.64:** AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi**Şekil 4.65:** AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

**Tablo 4.26:** Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

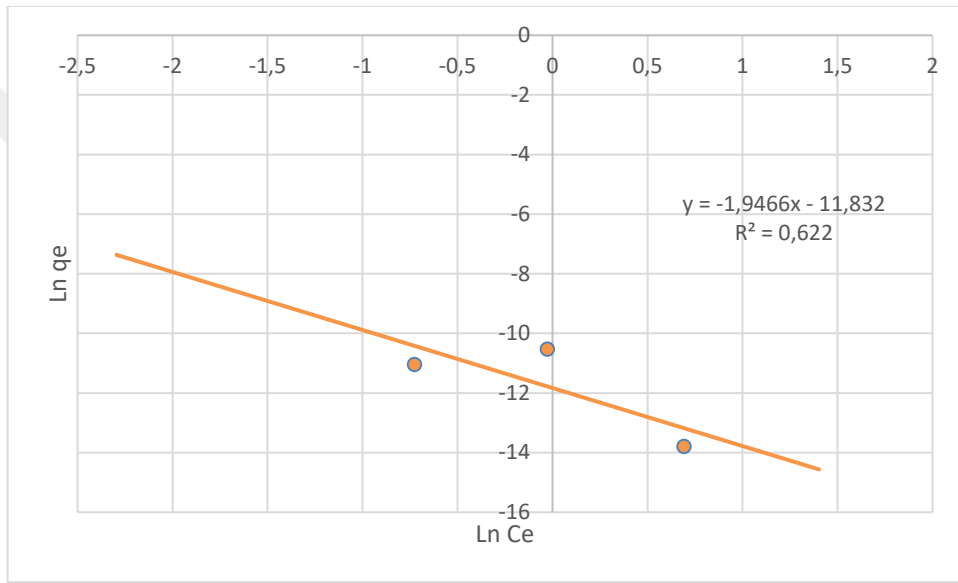
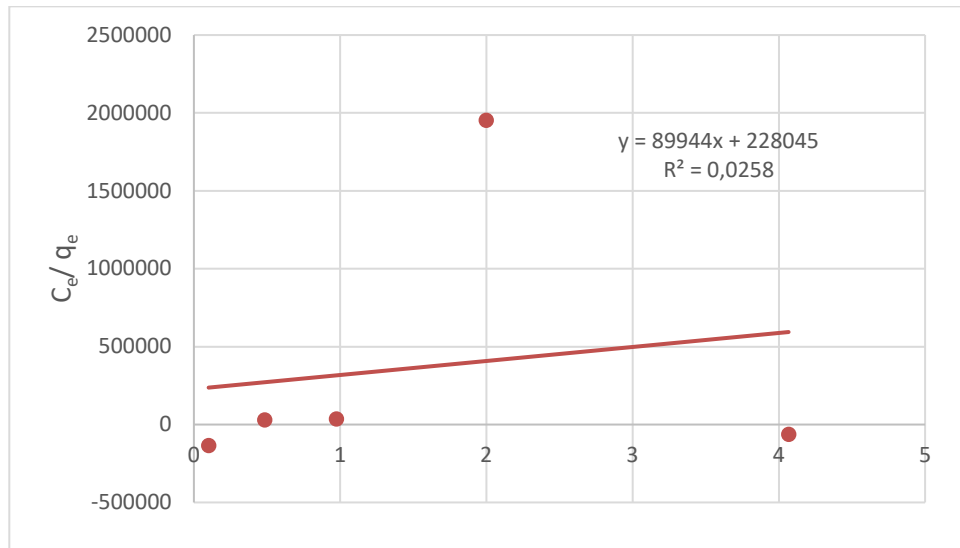
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	0,000973	1,107414	-6,93463	3,02652	3108,97
2	0,000740	0,231095	-7,20883	1,25998	1702,63
1	1,2E-05	-0,01208	-11,3296	0,98799	82250,00
0,5	6,69E-05	-0,83669	-9,61296	0,43314	6478,72
0,1	3,73E-05	-2,76997	-10,1956	0,06266	1678,38

**Şekil 4.66:** Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi**Şekil 4.67:** Cs<sup>+</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi



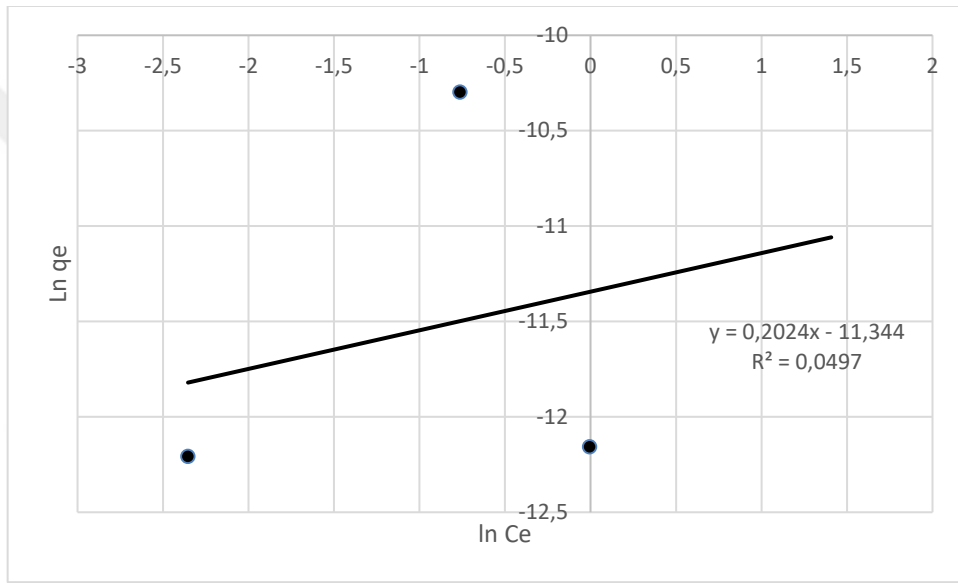
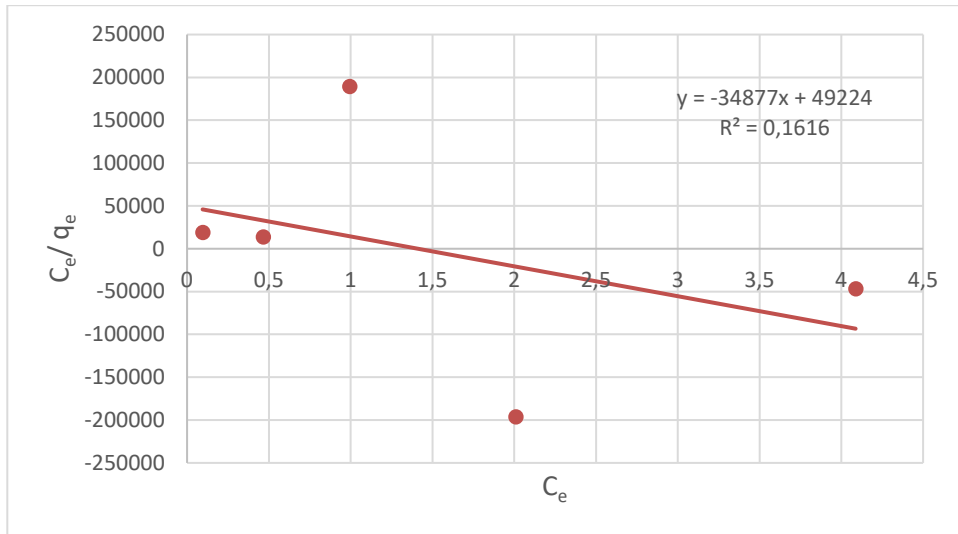
**Tablo 4.27:** HEMA polimerine ait adsorpsiyon deęerleri.

HEMA		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
$C_0$	$q_e = (C_0 - C_e) * V/m$	$\ln C_e$	$\ln q_e$	$C_e$	$C_e / q_e$
4	-6,7E-05	1,40280		4,06656	-61093,70
2	1,02E-06	0,69264	-13,7922	1,99898	1953000,00
1	2,65E-05	-0,02688	-10,5374	0,97348	36700,00
0,5	1,59E-05	-0,72543	-11,0502	0,48412	30477,61
0,1	-7,6E-07	-2,29505		0,10076	-133133,00

**Şekil 4.68:** HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi.**Şekil 4.69:** HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi.

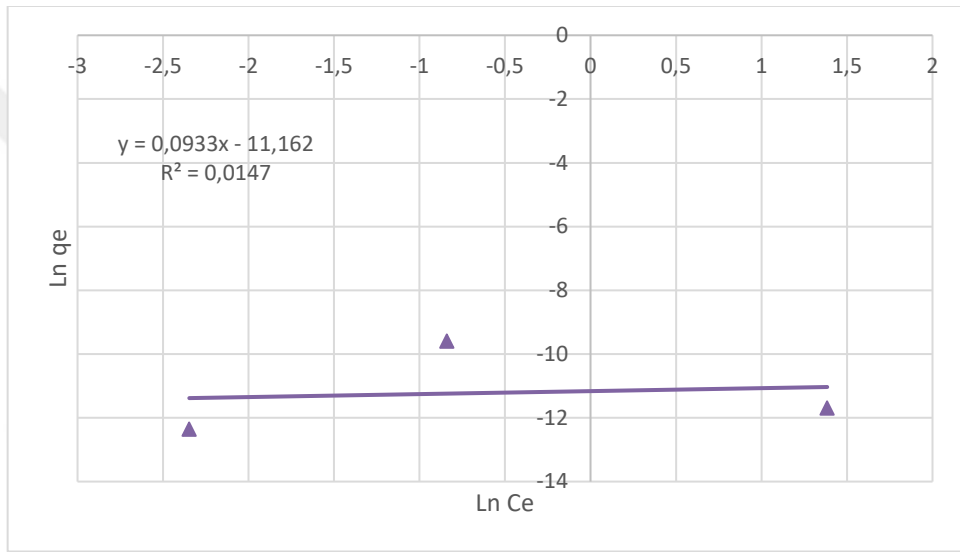
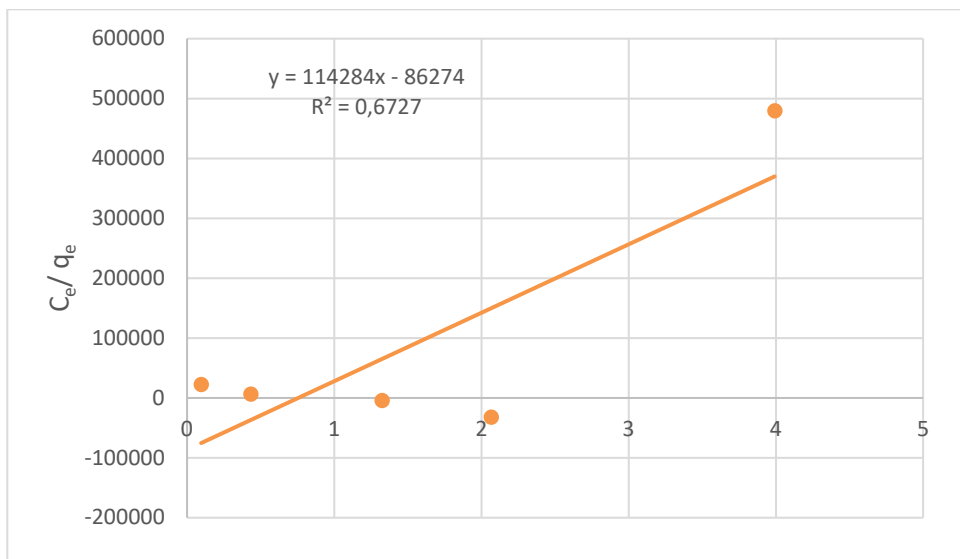
**Tablo 4.28:** Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	-8,7E-05	1,40790		4,08736	-46785,70
2	-1E-05	0,69825		2,01024	-196400,00
1	5,25E-06	-0,00526	-12,1574	0,99475	189500,00
0,5	3,37E-05	-0,76285	-10,299	0,46634	13852,11
0,1	4,99E-06	-2,35383	-12,2071	0,09500	19020,20

**Şekil 4.70:** Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi.**Şekil 4.71:** Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi.

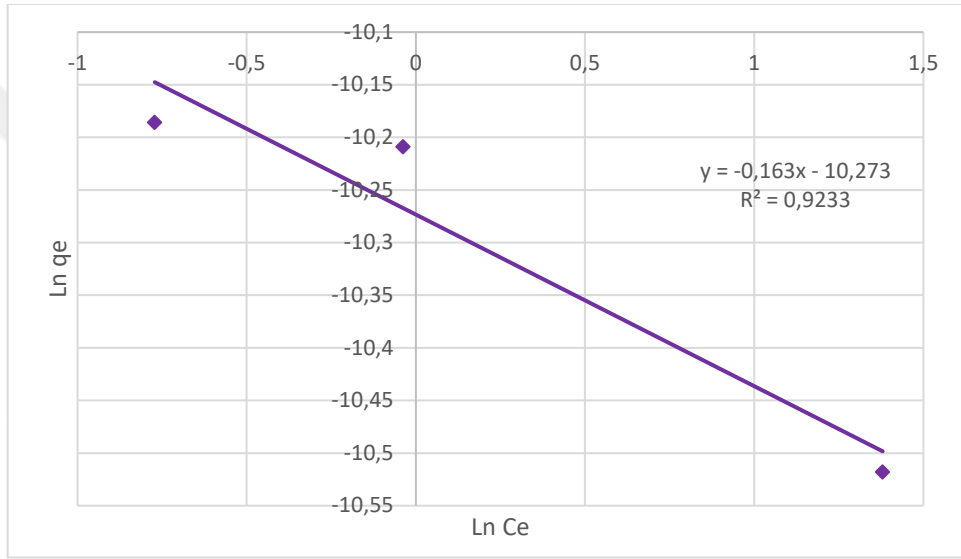
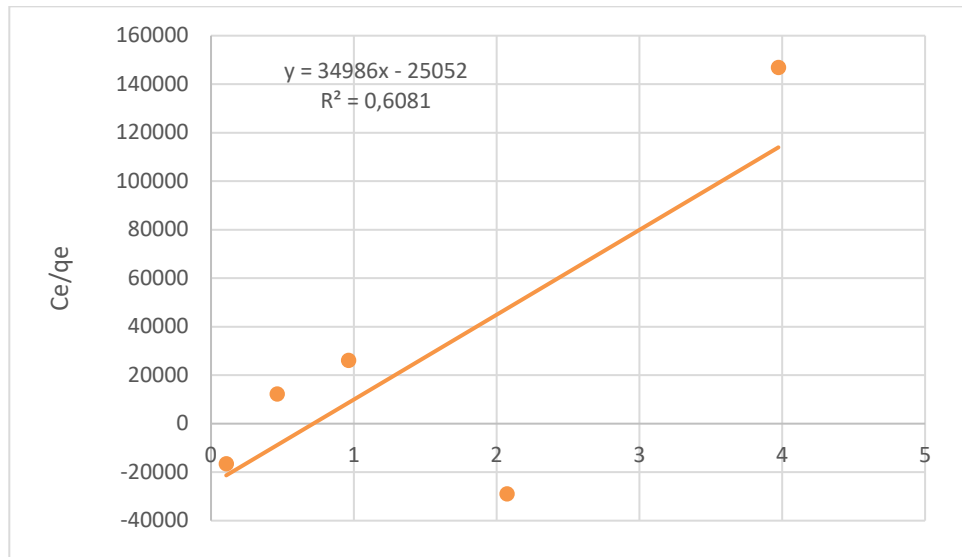
**Tablo 4.29:** AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri.

AKRİLAMİD		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
$C_0$	$q_e = (C_0 - C_e) * V/m$	$\ln C_e$	$\ln q_e$	$C_e$	$C_e / q_e$
4	8,32E-06	1,384212	-11,6968	3,99168	479750,00
2	-6,4E-05	0,72488		2,06448	-32015,90
1	-0,00032	0,280275		1,32349	-4091,25
0,5	6,78E-05	-0,83888	-9,59888	0,43219	6374,13
0,1	4,29E-06	-2,34642	-12,3596	0,09571	22317,65

**Şekil 4.72:** AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi**Şekil 4.73:** AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

**Tablo 4.30:** Cs<sup>+</sup> damgalı AAm polimerine ait adsorpsiyon deęerleri.

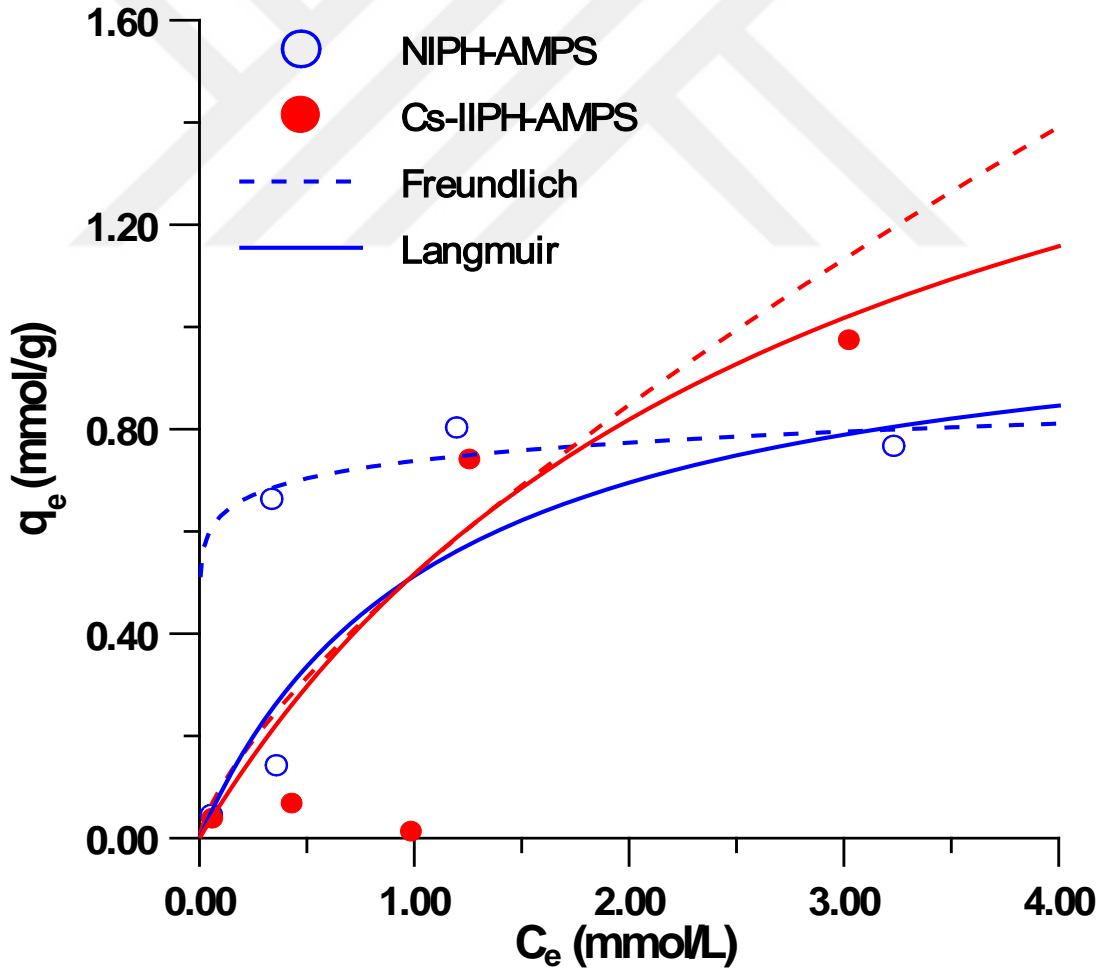
Cs <sup>+</sup> Damgalı AKRİLAMİD		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	2,7E-05	1,37951	-10,5182	3,97296	146923,10
2	-7,2E-05	0,72834		2,07165	-28914,30
1	3,68E-05	-0,03754	-10,2089	0,96316	26142,86
0,5	3,77E-05	-0,77153	-10,186	0,4623	12264,15
0,1	-6,4E-06	-2,24048		0,10641	-16606,30

**Şekil 4.74:** Cs<sup>+</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi**Şekil 4.75:** Cs<sup>+</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

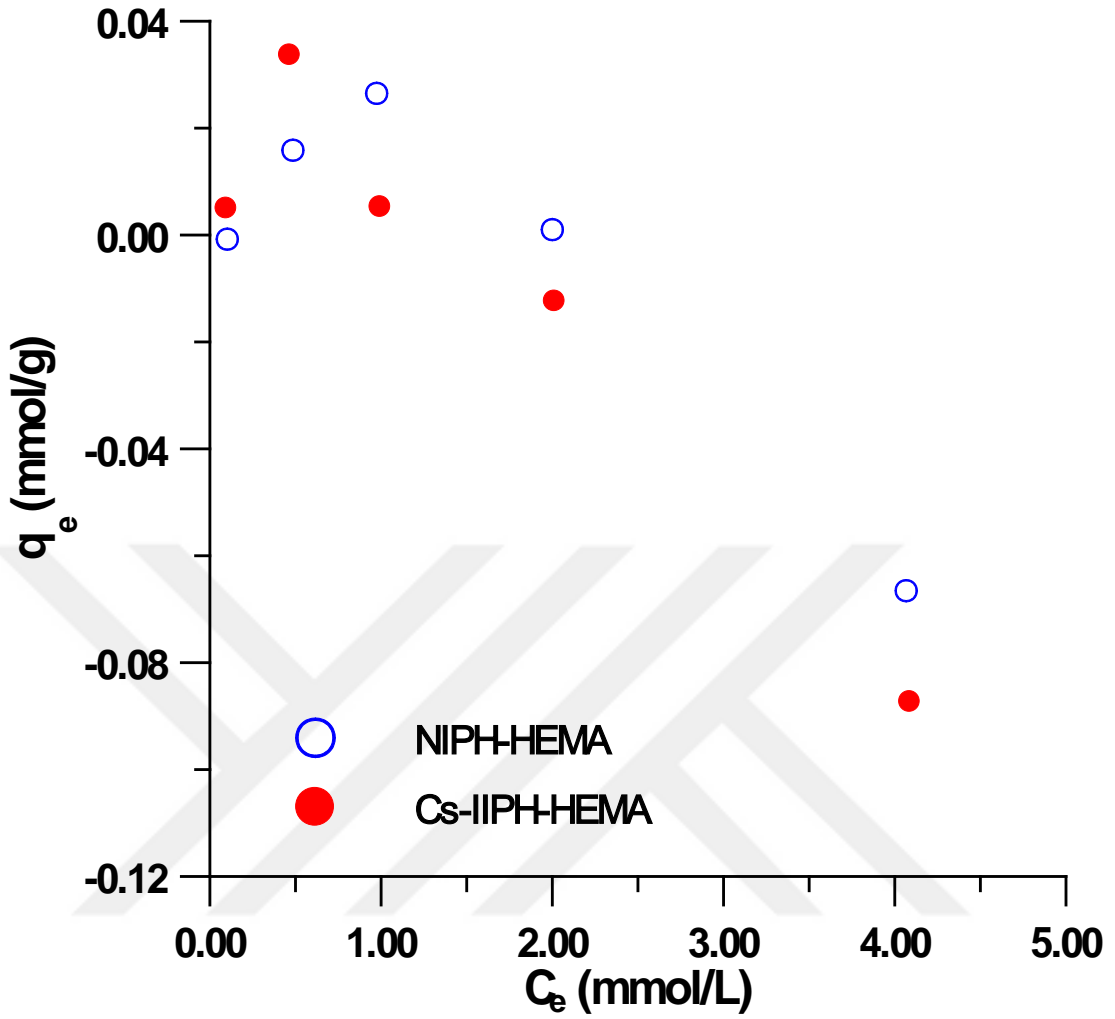
Her polimer için adsorpsiyon denge konsantrasyonu  $C_e$  değerlerine karşı adsorpsiyon kapasitesi  $q_e$  arasında çizilen grafikler ile adsorpsiyon izotermi elde edildi.

**Tablo 4.31:** Lineerleştirilmiş adsorpsiyon izotermine ait parametreler

Polimerler	Freundlich Parametreleri			Langmuir parametreleri		
	$K_F$ Mmol/g	n	$r^2$	$q_m$ (mmol/g)	K (L/mmol)	$r^2$
NIPH-AAm	0,014	0,931	0,015			
Cs-IIPH-AAm	0,026	0,048	0,033			
NIPH-AMPS 1	3,304	1,474	1,000	0,977	0,90	0,700
NIPH-AMPS 2	0,740	0,007	0,600			
Cs-IIPH-AMPS	0,347	0,982	0,858	0,700	0,35	0,850



**Şekil 4.76:** AMPS ve Cs damgalı AMPS polimerleri  $Cs^+$  adsorpsiyon izotermi



Şekil 4.77: HEMA ve Cs<sup>+</sup> damgalı HEMA polimerleri Cs<sup>+</sup> adsorpsiyon izotermleri

#### 4.4. SEZYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ

Sezyum adsorpsiyonu üzerine yabancı iyon etkisini çalışmak için (Cs<sup>+</sup> + Na<sup>+</sup>) ve (Cs<sup>+</sup> + K<sup>+</sup>) çözeltileri hazırlandı. 180 dakikalık adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltiden mikro pipet kullanılarak bir mL örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteyi Gama Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

**Tablo 4.32:** İyon etkisi ölçümleri.

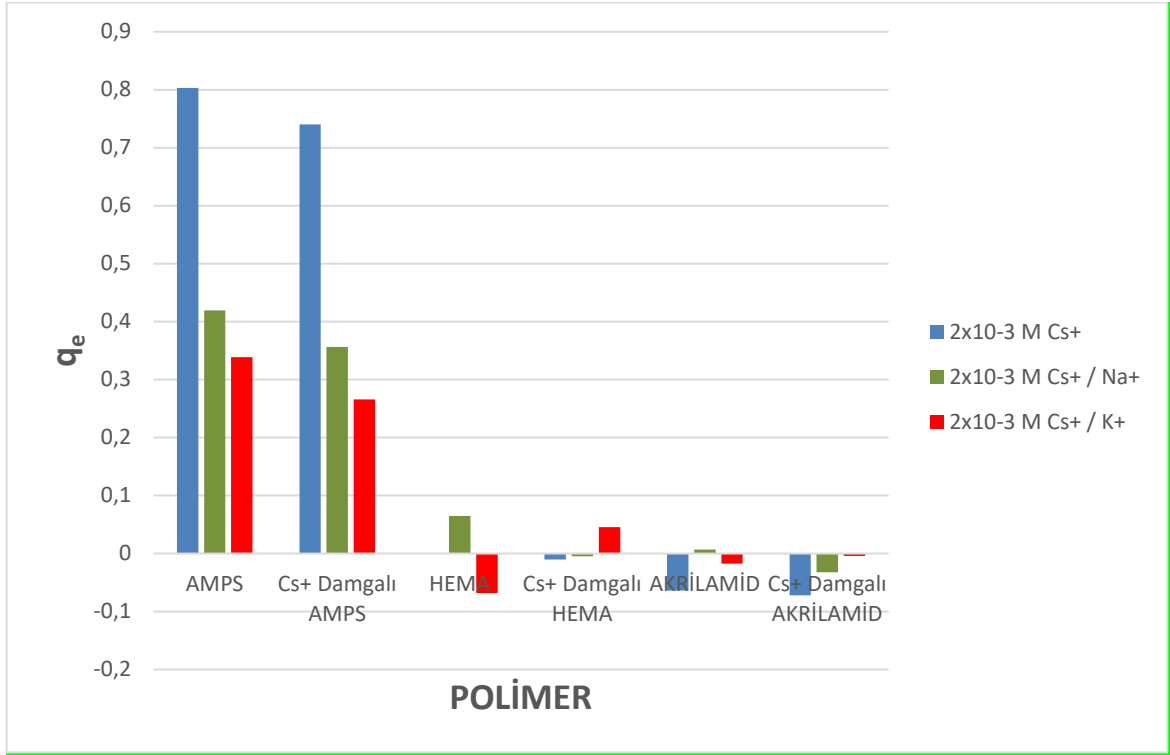
POLİMER	$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+ / \text{Na}^+$		$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+ / \text{K}^+$	
	BAŞLANGIÇ	DENGE	BAŞLANGIÇ	DENGE
AMPS	2036	1609	1972	1638
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	2036	1673	1972	1710
HEMA	2036	1970	1972	2039
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	2036	2041	1972	1927
AAm	2036	2029	1972	1989
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	2036	2069	1972	1976

**Tablo 4.33:** Sezyum adsorpsiyonu üzerine sodyum iyon etkisi.

POLİMER	$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+$		$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+ / \text{Na}^+$				
	C <sub>e</sub>	q <sub>e</sub> mmol/g	t=0	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> Mm	q <sub>e</sub> mmol/g
AMPS	1,19652	0,803	2036	1609	2	1,581	0,4194
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	1,25998	0,74	2036	1673	2	1,643	0,3566
HEMA	1,99898	1,02E-03	2036	1970	2	1,935	0,0648
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	2,01024	-1,00E-02	2036	2041	2	2,005	-0,0049
AAm	2,06448	-6,40E-02	2036	2029	2	1,993	0,0069
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	2,07165	-7,20E-02	2036	2069	2	2,032	-0,0324

**Tablo 4.34:** Sezyum adsorpsiyonu üzerine potasyum iyon etkisi.

POLİMER	$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+$		$2 \times 10^{-3} \text{ M Cs}^+ / \text{K}^+$				
	C <sub>e</sub>	q <sub>e</sub> mmol/g	t=0	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> Mm	q <sub>e</sub> mmol/g
AMPS	1,19652	0,803	1972	1638	2	1,661	0,3387
Cs <sup>+</sup> Damgalı AMPS	1,25998	0,74	1972	1710	2	1,734	0,2657
HEMA	1,99898	1,02E-03	1972	2039	2	2,068	-0,0680
Cs <sup>+</sup> Damgalı HEMA	2,01024	-1,00E-02	1972	1927	2	1,954	0,0456
AAm	2,06448	-6,40E-02	1972	1989	2	2,017	-0,0172
Cs <sup>+</sup> Damgalı AAm	2,07165	-7,20E-02	1972	1976	2	2,004	-0,0041



Şekil 4.78: Sezyum adsorpsiyonu üzerine iyon etkisi.

#### 4.5. STRONSIYUM ADSORPSİYON İZOTERMLERİ

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL  $Sr^{++}$  (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. Adsorpsiyon denemeleri için 0,0001 M, 0,0005 M, 0,001M, 0,002 M, 0,004 M  $Sr^{++}$  çözeltileri hazırlandı ve bu çözeltiler radyoaktif Sr – 90 ile işaretlendi. 180 dakikalık adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir mL örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilaston cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı ve tablolar haline getirilerek adsorpsiyon izotermleri çizildi.

Bu denemeler sırasıyla, AMPS polimeri ve stronsiyum iyon damgalı AMPS polimeri; AAm polimeri ve stronsiyum iyon damgalı AAm polimeri; HEMA polimeri ve stronsiyum iyon damgalı HEMA polimeri için (0,0001 M, 0,0005 M, 0,001M, 0,002 M, 0,004 M  $Sr^{++}$ ) konsantrasyonunda yapıldı.



**Tablo 4.35:** 0,0001 M Sr<sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	1x10 <sup>-4</sup> M Sr <sup>++</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	3099	1278	0,1	0,04124	5,87609E-05
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	3099	858	0,1	0,02769	7,23136E-05
HEMA	3099	2573	0,1	0,08303	1,69732E-05
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	3099	2563	0,1	0,08270	1,72959E-05
AAm	3099	1374	0,1	0,04434	5,56631E-05
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm	3099	2557	0,1	0,08251	1,74895E-05

**Tablo 4.36:** 0,0005 M Sr<sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	5x10 <sup>-4</sup> M Sr <sup>++</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	3423	1098	0,5	0,16039	0,00034
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	3423	1033	0,5	0,15089	0,00035
HEMA	3423	3460	0,5	0,50541	-5,4E-06
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	3423	3365	0,5	0,49153	8,47E-06
AAm	3423	2248	0,5	0,32837	0,00017
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm	3423	3251	0,5	0,47488	2,51E-05

**Tablo 4.37:** 0,001 M Sr<sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	1x10 <sup>-3</sup> M Sr <sup>++</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
POLİMER					
AMPS	2939	1114	1	0,37904	0,00062
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	2939	1453	1	0,49439	0,00051
HEMA	2939	2848	1	0,96904	3,1E-05
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	2939	2669	1	0,90813	9,19E-05
AAm	2939	2293	1	0,78020	0,00022
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm	2939	2661	1	0,90541	9,46E-05

**Tablo 4.38:** 0,002 M Sr<sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	2x10 <sup>-3</sup> M Sr <sup>++</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
POLİMER	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
AMPS	3628	1580	2	0,87100	0,00113
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	3628	1887	2	1,04024	0,00096
HEMA	3628	3558	2	1,96141	3,86E-05
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	3628	3526	2	1,94377	5,62E-05
AAm	3628	3068	2	1,69129	0,00031
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm	3628	3432	2	1,89195	0,00011

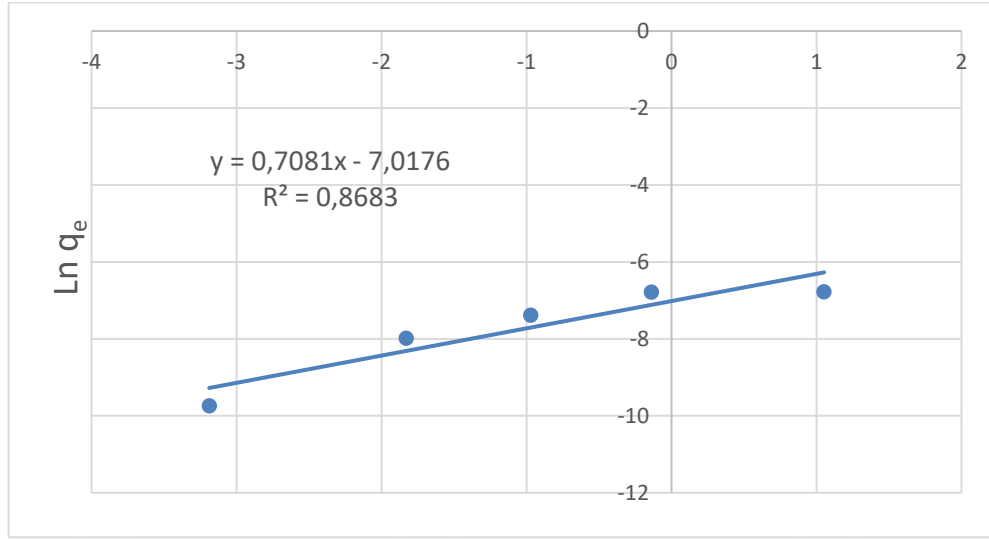
**Tablo 4.39:** 0,004 M Sr<sup>++</sup> çözeltisine ait adsorpsiyon değerleri.

q <sub>e</sub> mmolmg <sup>-1</sup>	4x10 <sup>-3</sup> M Sr <sup>++</sup> ÇÖZELTİSİ		V = 0,050L		m =50mg
POLİMER	BAŞLANGIÇ	DENGE	C <sub>0</sub> mM	C <sub>e</sub> mM	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m
AMPS	3287	2354	4	2,86462	0,00114
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	3287	2498	4	3,03985	0,00096
HEMA	3287	3590	4	4,36872	-0,00037
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	3287	3358	4	4,08640	-8,6E-05
AAm	3287	3203	4	3,89778	0,00010
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm	3287	3440	4	4,18619	-0,00019

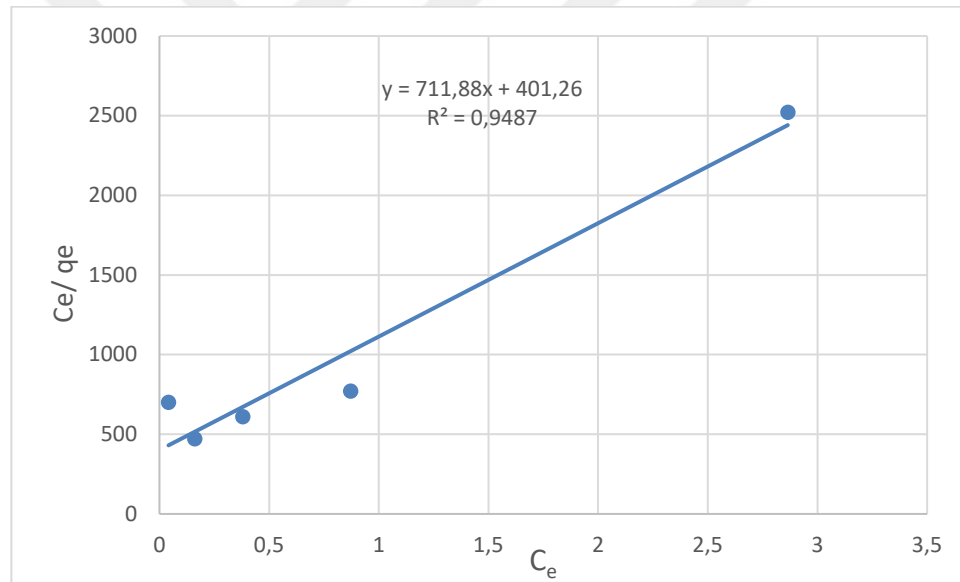
(2.2) numaralı denkleme göre çizilen grafiklerden K<sub>f</sub> ve n (2.4) numaralı denkleme göre çizilen grafiklerden K<sub>l</sub> ve q<sub>m</sub> değerleri hesaplanarak tablolar haline getirildi.

**Tablo 4.40 :**AMPS polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

AMPS		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	0,00114	1,05244	-6,78079	2,8646	2523,04
2	0,00113	-0,13811	-6,78643	0,871	771,48
1	0,00062	-0,97011	-7,38424	0,379	610,41
0,5	0,00034	-1,83017	-7,9877	0,1604	472,26
0,1	5,88E-05	-3,18837	-9,74203	0,0412	701,81



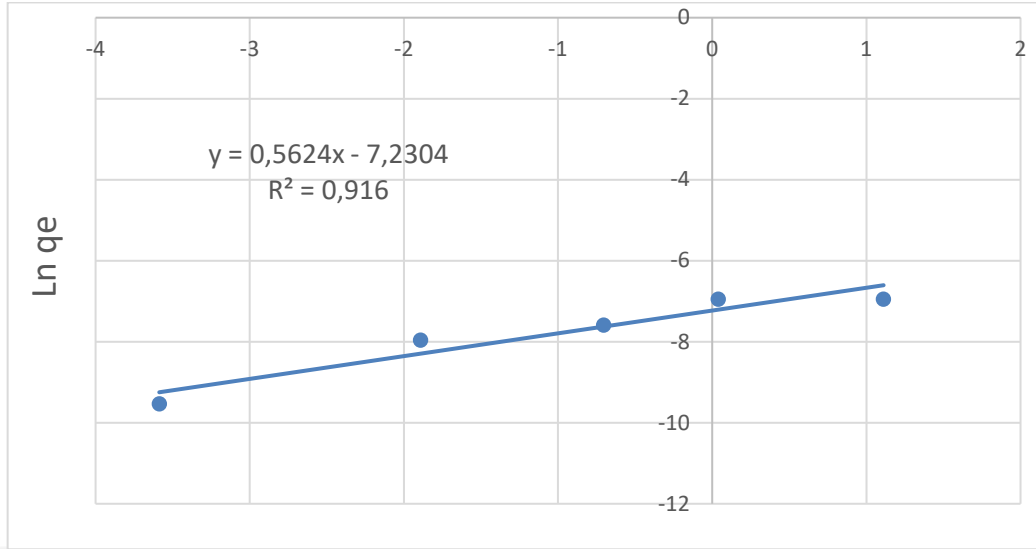
Şekil 4.79: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi



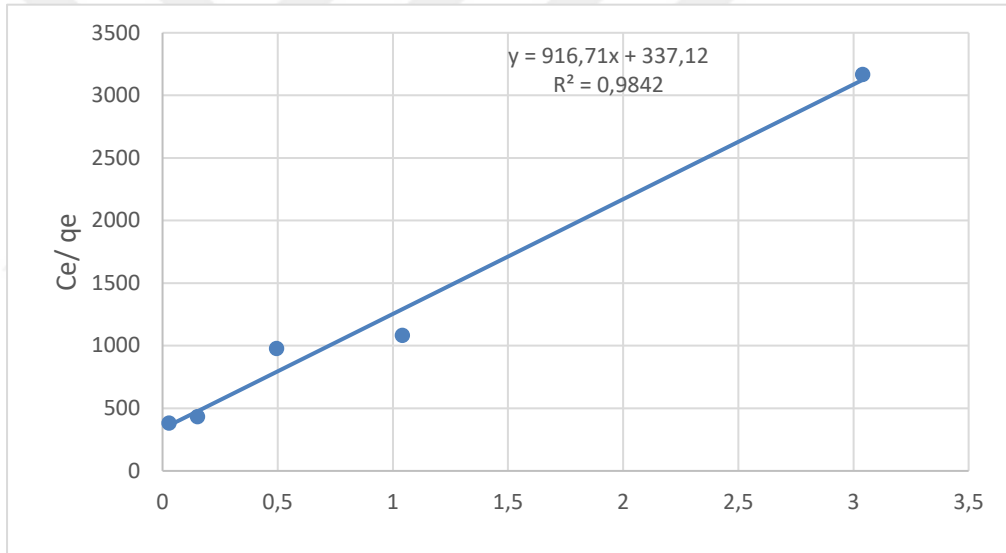
Şekil 4.80: AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

Tablo 4.41:  $Sr^{++}$  damgalı AMPS polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	0,00096	1,11181	-6,94843	3,03985	3166,03
2	0,00096	0,03945	-6,94883	1,04024	1083,86
1	0,00051	-0,70444	-7,58974	0,49439	977,79
0,5	0,00035	-1,8912	-7,96013	0,15089	432,22
0,1	7,23136E-05	-3,58682	-9,5345	0,02769	382,86



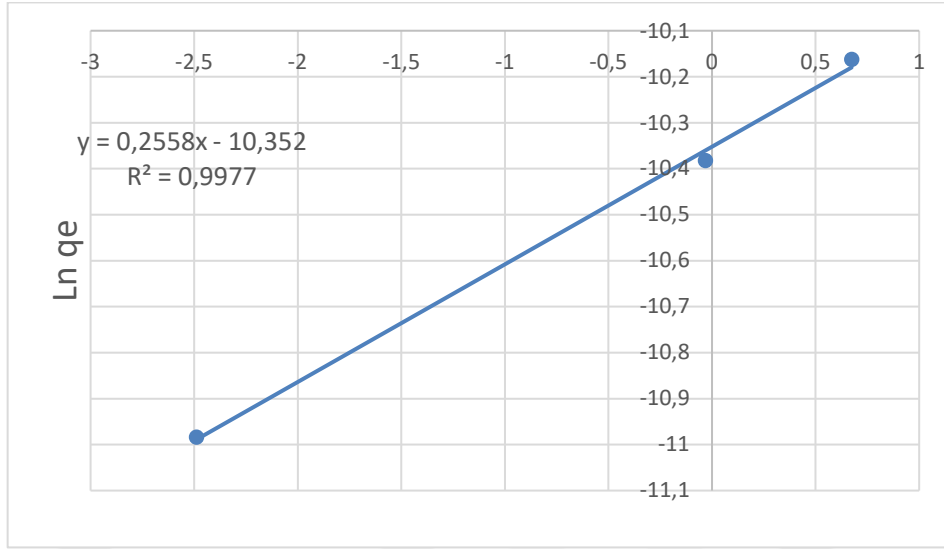
Şekil 4.81: Sr<sup>++</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi.



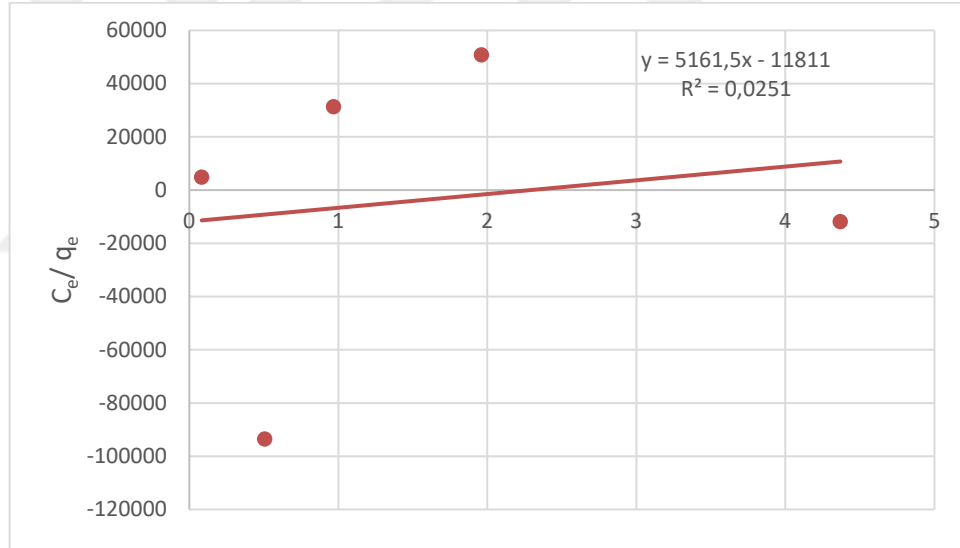
Şekil 4.82: Sr<sup>++</sup> damgalı AMPS polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi.

Tablo 4.42: HEMA polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

HEMA		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	-0,00037	1,47447		4,36873	-11848,2
2	3,86E-05	0,67366	-10,1625	1,96141	50828,57
1	3,1E-05	-0,03145	-10,3827	0,96904	31296,7
0,5	-5,4E-06	-0,6824		0,50540	-93513,5
0,1	1,69732E-05	-2,48859	-10,9839	0,08303	4891,64



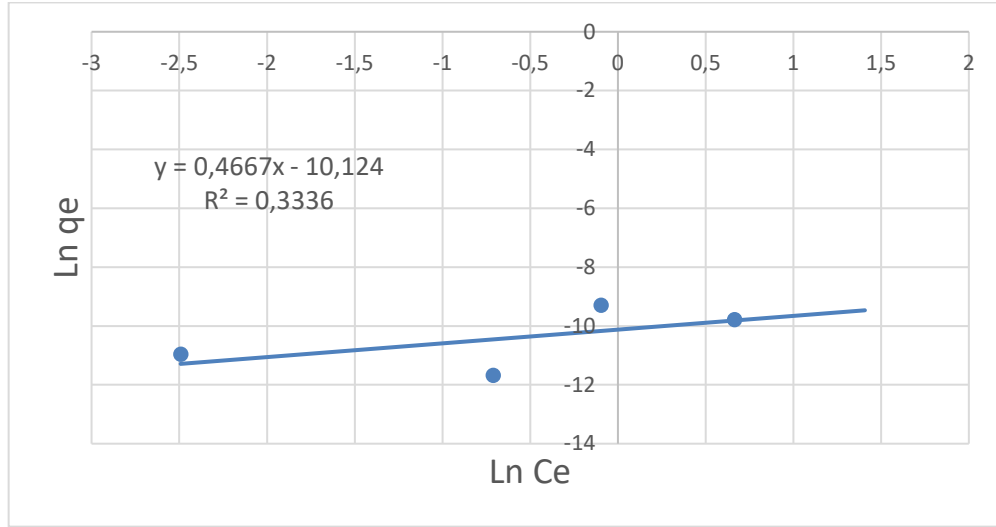
Şekil 4.83: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi.



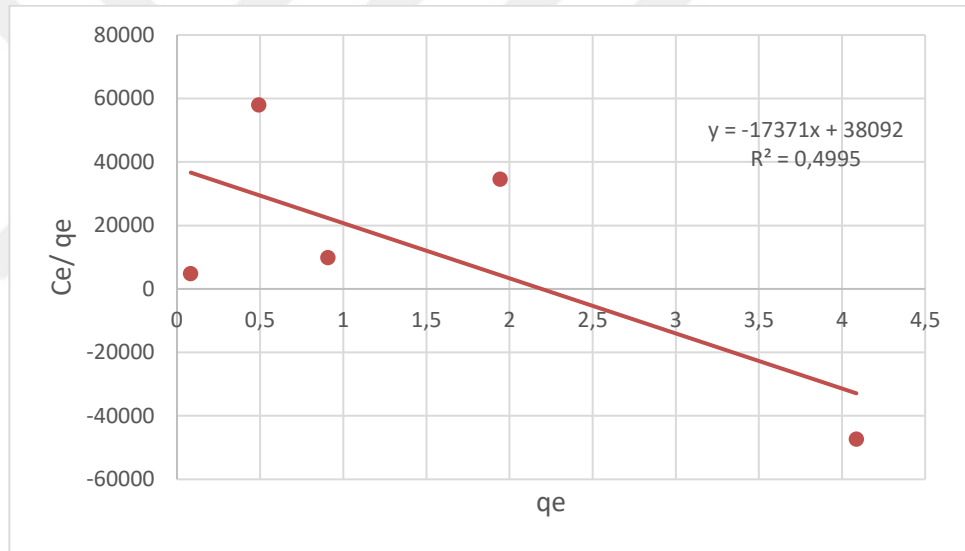
Şekil 4.84: HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi.

Tablo 4.43:  $Sr^{++}$  damgalı HEMA polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	-8,6E-05	1,40766		4,08640	-47295,8
2	5,62E-05	0,66463	-9,78607	1,94377	34568,63
1	9,19E-05	-0,09637	-9,29516	0,90813	9885,19
0,5	8,47E-06	-0,71024	-11,6787	0,49153	58017,24
0,1	1,72959E-05	-2,49249	-10,965	0,08270	4781,72



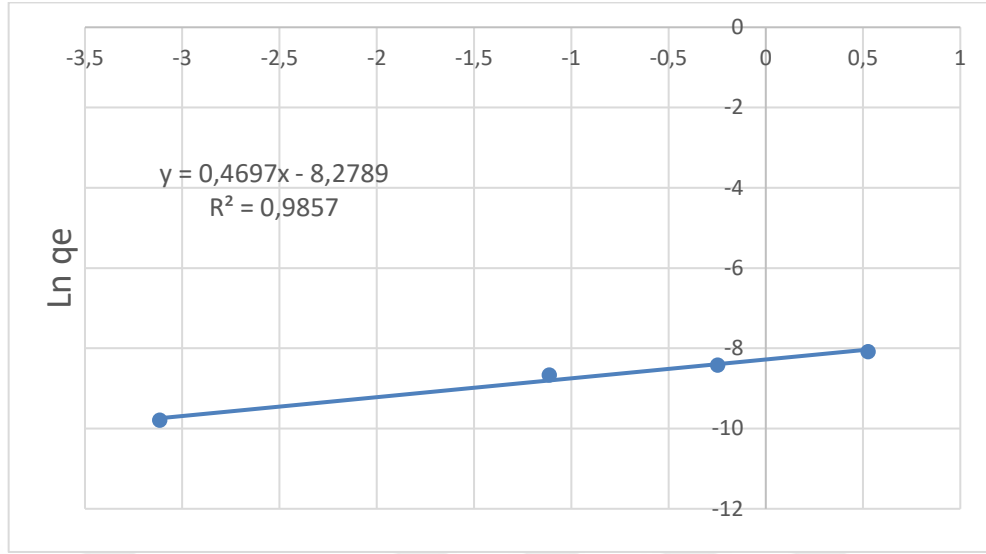
Şekil 4.85: Sr<sup>++</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi



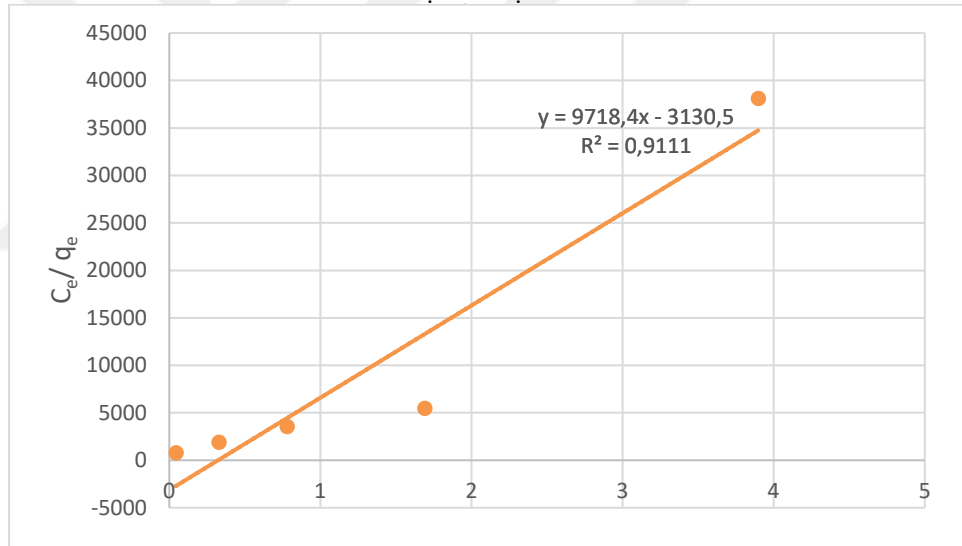
Şekil 4.86: Sr<sup>++</sup> damgalı HEMA polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

Tablo 4.44: AAm polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

AAm		İzoterm Freundlich		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>0</sub> / q <sub>e</sub>
4	0,00010	1,36041	-9,18837	0,00010	38130,95
2	0,00031	0,52549	-8,08311	0,00031	5478,57
1	0,00022	-0,24821	-8,42278	0,00022	3549,54
0,5	0,00017	-1,11362	-8,67015	0,00017	1913,19
0,1	5,56631E-05	-3,11594	-9,79619	5,5663E-05	796,52



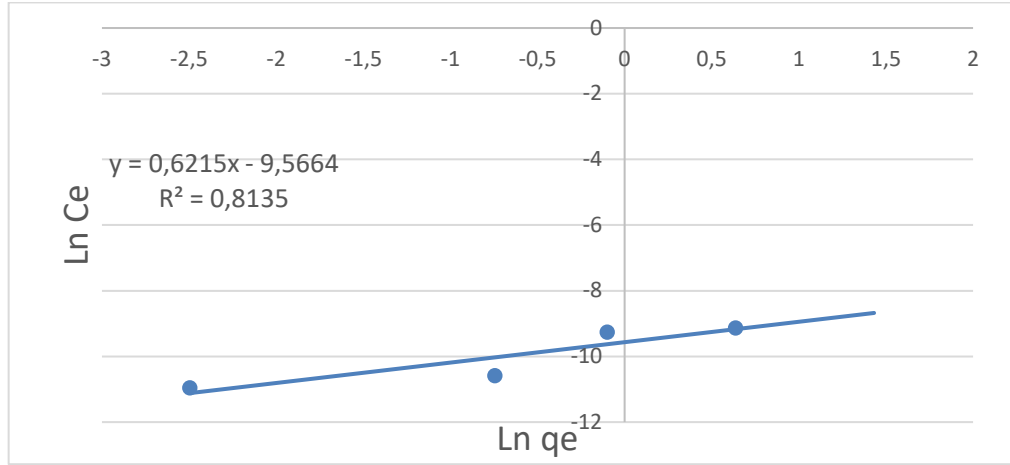
Şekil 4.87: AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich



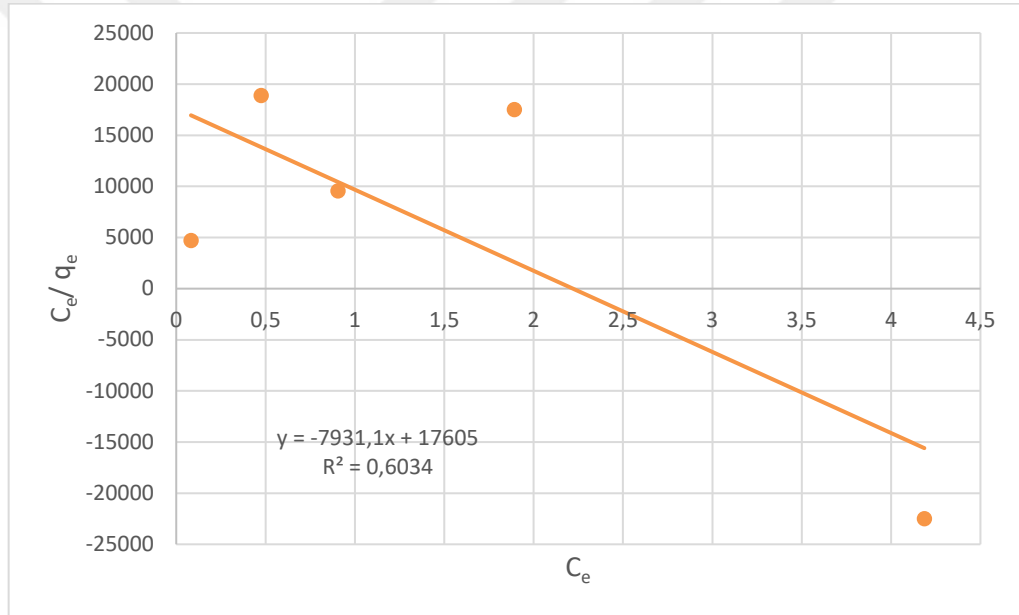
Şekil 4.88: AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi.

Tablo 4.45: Sr<sup>++</sup> damgalı AAm polimerine ait adsorpsiyon değerleri.

Sr <sup>++</sup> Damgalı AAm		Freundlich İzotermi		Langmuir İzotermi	
C <sub>0</sub>	q <sub>e</sub> = (C <sub>0</sub> -C <sub>e</sub> )*V/m	Ln C <sub>e</sub>	Ln q <sub>e</sub>	C <sub>e</sub>	C <sub>e</sub> / q <sub>e</sub>
4	-0,00019	1,43179		4,18619	-22483,7
2	0,00011	0,63761	-9,13293	1,89195	17510,2
1	9,46E-05	-0,09937	-9,26596	0,90541	9571,94
0,5	2,51E-05	-0,7447	-10,5917	0,47488	18901,16
0,1	1,7489E-05	-2,49483	-10,9539	0,08251	4717,71



Şekil 4.89: Sr<sup>++</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Freundlich izotermi



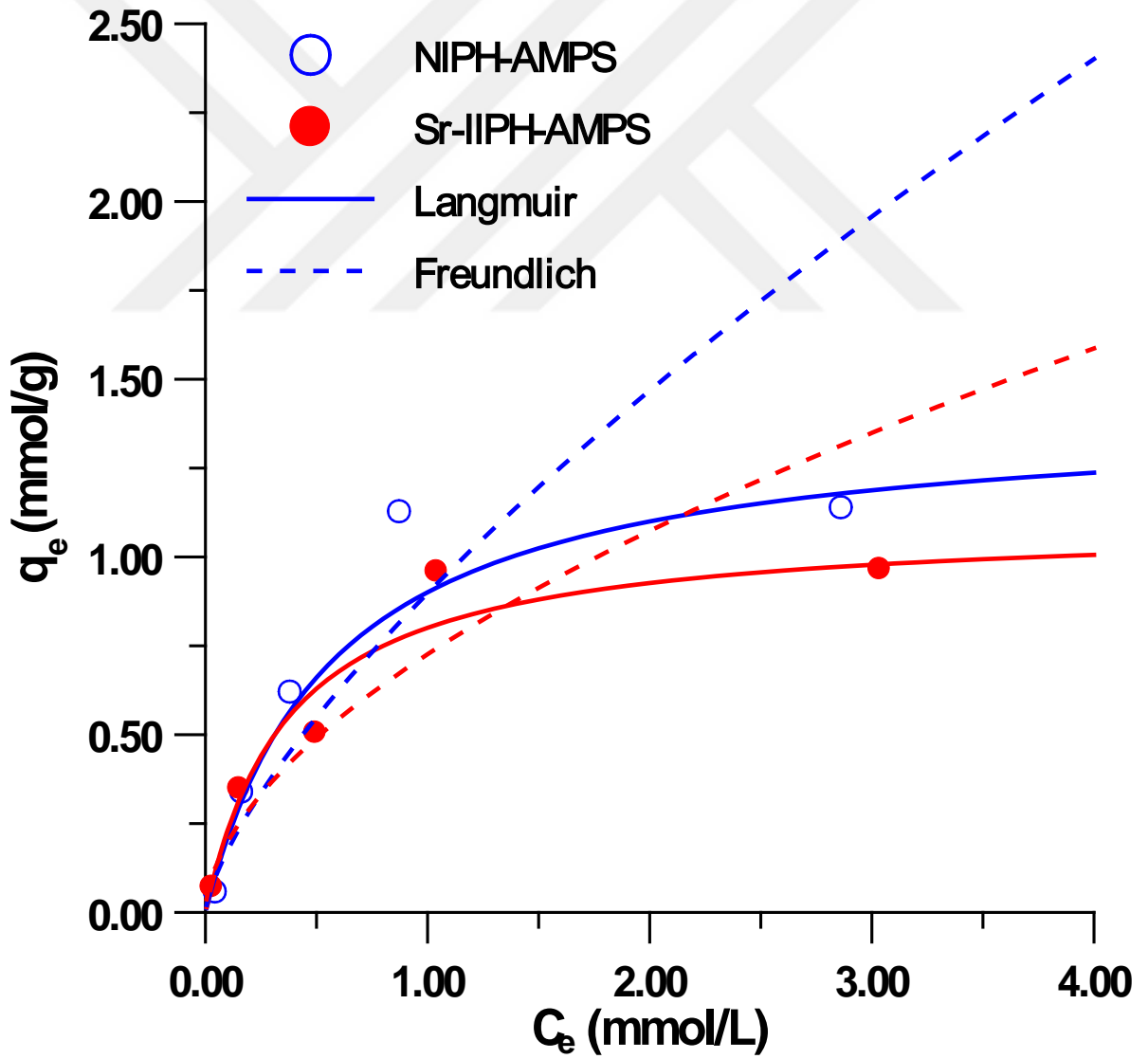
Şekil 4.90: Sr<sup>++</sup> damgalı AAm polimeri doğrusallaştırılmış Langmuir izotermi

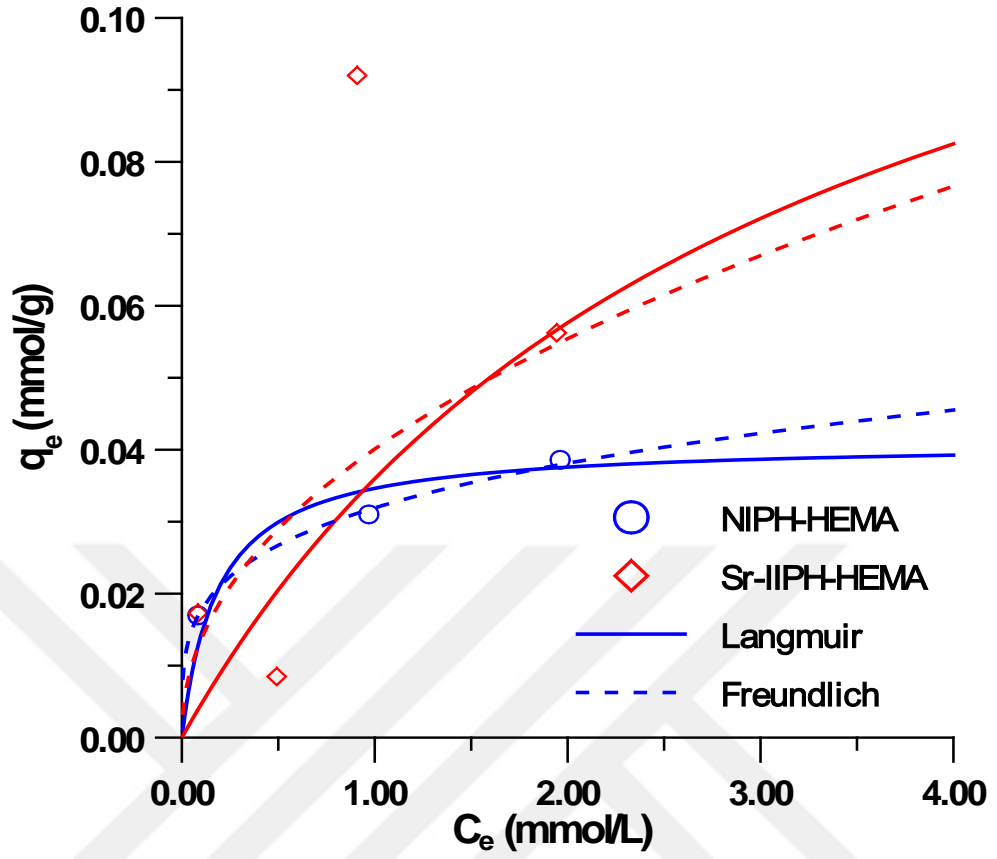
Her polimer için adsorpsiyon denge konsantrasyonu  $C_e$  değerlerine karşı adsorpsiyon kapasitesi  $q_e$  arasında çizilen grafikler ile adsorpsiyon izotermi elde edildi.



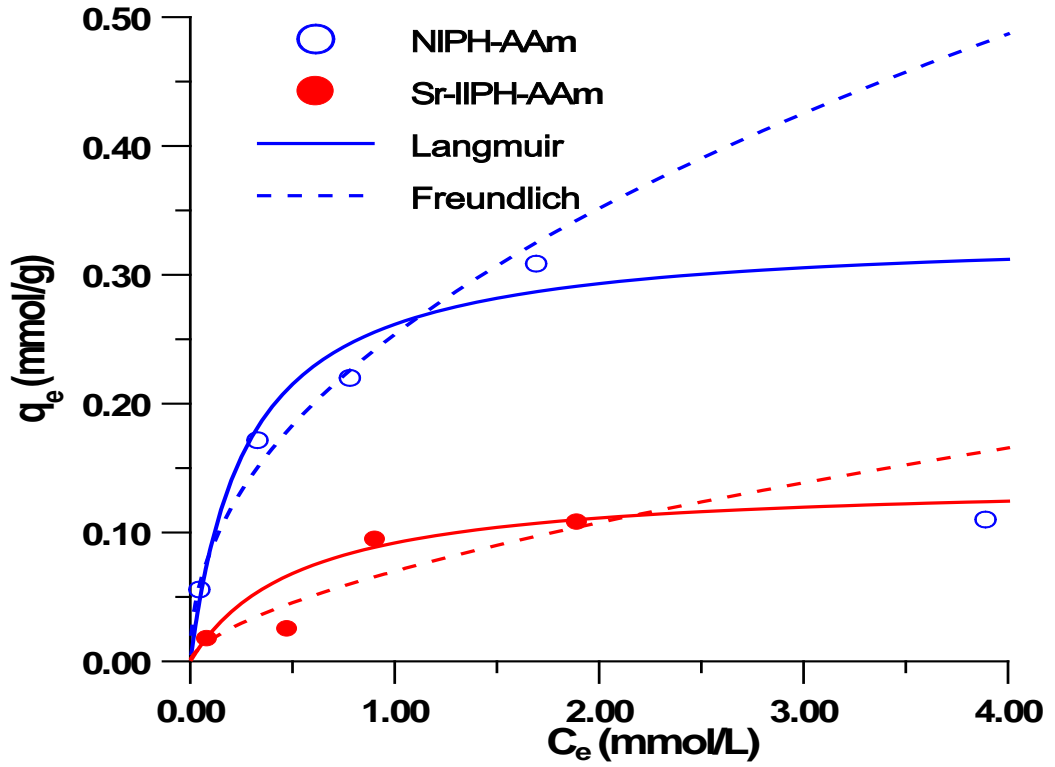
**Tablo 4.46:** Lineerleştirilmiş adsorpsiyon izotermine ait parametreleri

Polimerler	Freundlich Parametreleri			Langmuir parametreleri		
	$K_F$ (mmol/g)	n	$r^2$	$q_m$ (mmol/g)	$K_L$ (L/mmol)	$r^2$
NIPH-AAm	0,254	0,470	0,986	1,057	2,95	0,977
Sr-IIPH-AAm	0,070	0,621	0,813	0,264	1,88	0,993
NIPH-AMPS	0,898	0,709	0,869	2,488	1,76	0,949
Sr-IIPH-AMPS	0,726	0,564	0,917	2,950	2,68	0,984
NIPH-HEMA	0,032	0,256	0,998	2,211	53,87	0,986
S-IIPH-HEMA	0,040	0,469	0,333	0,048	0,33	0,050

**Şekil 4.91:** AMPS ve Sr damgalı AMPS polimerleri Sr<sup>++</sup> adsorpsiyon izotermi



Şekil 4.92: HEMA ve Sr damgalı HEMA polimerleri  $Sr^{++}$  adsorpsiyon izotermeleri



Şekil 4.93: AAm ve Sr damgalı AAm polimerleri  $Sr^{++}$  adsorpsiyon izotermeleri

#### 4.6. STRONSIYUM ADSORPSİYONU ÜZERİNE İYON ETKİSİ

Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine yabancı iyon etkisini çalışmak için  $Ba^{++}$  ve  $Ca^{++}$  çözeltileri hazırlandı. Eşit hacimlerde 0,004 M  $Ba^{++}$  ve 0,004 M  $Ca^{++}$  çözeltisi ile 0,004 M  $Sr^{++}$  çözeltisi karıştırılarak elde edilen çözelti radyoaktif Sr – 90 ile işaretlendi.

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL  $Sr^{++} / Ba^{++}$  (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir mL örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

50mL hacimli şilifli erlen içine alınan 50mL  $Sr^{++} / Ca^{++}$  (radyoaktif Sr - 90 ile işaretlenmiş) çözeltisi üzerine 50mg polimer ilave edilerek adsorpsiyon denemeleri yapıldı. Deneyler 25°C sıcaklıkta çalkantılı su banyosu içinde gerçekleştirildi. 180 dakikalık Adsorpsiyon denge süresi sonunda çözeltilerden mikro pipet kullanılarak bir ml örnek alındı. Alınan örneklerin aktiviteleri Beta Sintilasyon cihazında 10 dakika sayılarak tayin edildi. Elde edilen verilerden polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri hesaplandı.

**Tablo 4.47:** İyon etkisi ölçümleri.

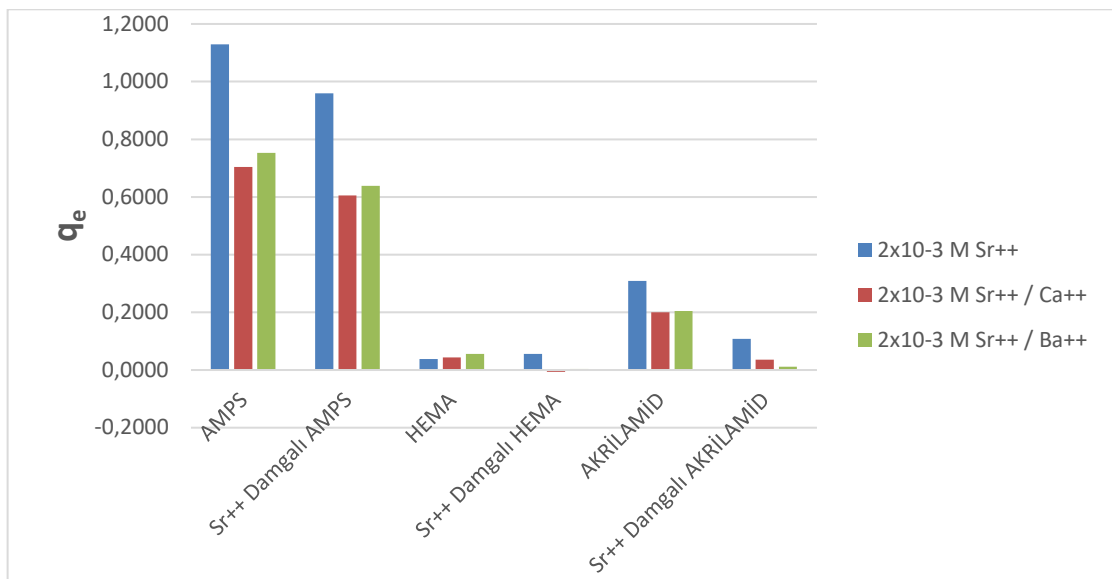
POLİMER	$4 \times 10^{-3}$ M $Sr^{++} / Ca^{++}$		$4 \times 10^{-3}$ M $Sr^{++} / Ba^{++}$	
	BAŞLANGIÇ	DENGE	BAŞLANGIÇ	DENGE
AMPS	4375	2835	4538	2829
$Sr^{++}$ Damgalı AMPS	4375	3051	4538	3088
HEMA	4375	4279	4538	4412
$Sr^{++}$ Damgalı HEMA	4375	4388	4538	4530
AAM	4375	3936	4538	4074
$Sr^{++}$ Damgalı AAM	4375	4297	4538	4511

**Tablo 4.48:** Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine baryum iyon etkisi.

POLİMER	$2 \times 10^{-3} \text{ M Sr}^{++}$		$2 \times 10^{-3} \text{ M Sr}^{++} / \text{Ba}^{++}$ ÇÖZELTİSİ				
	$C_e$	$q_e$	t=0	DENGE	$C_0$ mM	$C_e$ mM	$q_e$ mmol/g
AMPS	0,871	1,1290	4538	2829	2	1,247	0,0660
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	1,040	0,9598	4538	3088	2	1,361	0,0560
HEMA	1,961	0,0386	4538	4412	2	1,944	0,0049
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	1,944	0,0562	4538	4530	2	1,996	0,0003
AAM	1,691	0,3087	4538	4074	2	1,796	0,0179
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAM	1,892	0,1080	4538	4511	2	1,988	0,0010

**Tablo 4.49:** Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine kalsiyum iyon etkisi.

POLİMER	$2 \times 10^{-3} \text{ M Sr}^{++}$		$2 \times 10^{-3} \text{ M Sr}^{++} / \text{Ca}^{++}$ ÇÖZELTİSİ				
	$C_e$	$q_e$	t=0	DENGE	$C_0$ mM	$C_e$ mM	$q_e$ mmol/g
AMPS	0,871	1,1290	4375	2835	2	1,296	0,7040
Sr <sup>++</sup> Damgalı AMPS	1,040	0,9598	4375	3051	2	1,395	0,6053
HEMA	1,961	0,0386	4375	4279	2	1,956	0,0439
Sr <sup>++</sup> Damgalı HEMA	1,944	0,0562	4375	4388	2	2,006	-0,0059
AAM	1,691	0,3087	4375	3936	2	1,799	0,2007
Sr <sup>++</sup> Damgalı AAM	1,892	0,1080	4375	4297	2	1,964	0,0357

**Şekil 4.94:** Stronsiyum adsorpsiyonu üzerine iyon etkisi.

## 5. TARTIŞMA VE SONUÇ

### 5.1. XRD SONUÇLARI

XRD grafiklerinden elde edilen sonuçlar aşağıda verilmiştir.

#### 5.1.1. AMPS Hidrojelleri XRD Sonuçları

Şekil 4.1' de görülen damgalanmamış AMPS polimer hidrojelin (NIPH-AMPS) XRD grafiği  $2\theta$  12.5, 20 ve 40 değerlerinde maksimumlar göstermiştir. Bragg bağıntısından  $\lambda=1.54$  ve  $n=1$  kullanılarak polimer örgüsündeki karşılık olan  $d$  mesafeleri 7.07, 4.43 ve 2,25 Å olarak hesaplanmıştır.

Şekil 4.2' deki Sr iyonu ile damgalanmış fakat yıkama işlemi uygulanmamış polimerin (SrIIPH-AMPS-UL) grafiğinden görüldüğü gibi polimer ağındaki boşlukların tamamen Sr iyonları ile doldurulması sonucunda pikler bastırılmıştır.

Stronsiyumun literatürde verilmiş olan iyonik çapı 2.26 hidrate çapı ise 6.2 Å dur (Nightingale, 1959). Polimer yıkandıktan sonra elde edilmiş olan Sr iyon damgalı polimerin Şekil 4.3' deki XRD grafiği Sr un iyonik yarıçapı 2.25 Å a eşit olan  $2\theta =40$  daki pikin şiddetinde hafifçe artarak daha belirgin hale gelmiştir. Sr-IIPH-AMPS nin 7.07, 4.43 Å piklerinin şiddetindeki azalma Sr un yapıdan tamamen uzaklaştırılmadığını göstermektedir. Bu durum Şekil 4.4 ve 4.5 te ki karşılaştırmalı grafiklerden daha iyi görülebilir.

Cs-IIPH-AMPS nin XRD grafiği Şekil 4.6 da gösterilmiştir ve Şekil 4.7 de NIPH-AMPS ile karşılaştırılmıştır. Şekil 4.6, 7.07 ve 2.25 Å boşluklarının tamamen kaybolduğunu 4.43 Å a karşılık pikin ise şiddetinin azaldığını göstermektedir. Bu durum Cs un polimerin yapısındaki 7.07 ve 2.25 Å boşluklarından yıkama sonucunda geri alınmadığının 4.43 Å luk boşlukların polimer yapısında kalıcı olduğunun göstergesidir.

Şekil 4.8 deki Sr-IIPH-AMPS nin ve Cs-IIPH-AMPS XRD grafiklerindeki pik şiddetlerinin karşılaştırılmasından sezyumun yapıya stronsiyuma göre daha kuvvetli olarak bağlandığını ve daha az geri alınabildiğini göstermektedir.

### 5.1.2. HEMA Hidrojelleri XRD Sonuçları

NIPH-HEMA, Sr-IIPH-HEMA nin ve Cs-IIPH-HEMA nin Şekil 4.9, 4.10 ve 4.11 deki XRD sonuçları  $2\theta$  13, 18, 30 ve 40 değerlerinde d mesafeleri 6.80, 4.92, 2.98 ve 2.06 Å olan bir ağ yapının oluştuğunu göstermiştir. Şekil 4.12 de 3 polimerin karşılaştırılmasından hem Sr hem de Cs ile damgalamanın polimerin ağ yapısında bir değişiklik oluşturmadığı ortaya çıkmıştır.

### 5.1.3. AAm Hidrojelleri XRD Sonuçları

NIPH-AAm, Sr-IIPH-AA nin ve Cs-IIPH-AAm nin Şekil 4.13, 4.14 ve 4.15 deki XRD sonuçları  $2\theta$  15, 22 ve 38 değerlerinde d mesafeleri 5.90, 4.04 ve 2.37 Å olan bir ağ yapının oluştuğunu göstermiştir. Şekil 4.16 de üç polimerin karşılaştırılmasından Sr ile damgalı polimerin yapısında önemli bir değişiklik olmadığı görülmüştür. Oysa Cs-IIPH-AAm polimerinde  $2\theta$  15 pikinin kaybolması yıkama sonucunda hala Cs un 5.90 Å luk boşluklarda mevcut olduğunu göstermektedir. Cs-IIPH-AAm ne ait spektrumda 22 pikinin yükselmesi 4.04 Å luk boşlukların sayısında artış olduğunu göstermektedir.

## 5.2. FTIR SONUÇLARI

Polimerler ait infrared spektrumlarından elde edilen sonuçlar aşağıdaki gibidir.

### 5.2.1. Sr-AMPS Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Şekil 4.37 de NIPH-AMPS de  $3600-3000\text{ cm}^{-1}$  bant aralığındaki  $3533$  ve  $3279\text{ cm}^{-1}$  pikleri adsorplanmış su moleküllerindeki hidrojen bağlarının –OH ve amidin N-H gerilme ve deformasyon titreşimlerine aittir. Sr-IIPH-AMPS-UL nin DRIFT spektrumunda polimerin yapısına Sr katılması ile Sr mun oluşturduğu bağların –OH titreşimlerine karşılık  $3483$  ve  $3424\text{ cm}^{-1}$  keskin pikler ortaya çıkmıştır. Ayrıca polimerdeki stiren bandına atfedilen  $541\text{ cm}^{-1}$  deki pik kaybolmuştur.  $540\text{ cm}^{-1}$  civarında oluşan pik Sr un bu grupta etkileştiğini göstermektedir. Polimerin yıkanması ile Sr-IIPH-AMPS de  $3483$  ve  $3424$  pikleri kaybolmuş ve  $541\text{ cm}^{-1}$  deki pik yeniden ortaya çıkmıştır. Yani yıkama ile Sr un yapıdan ayrılması sonucunda polimer büyük ölçüde ilk hali olan NIPH-AMPS formuna yaklaşmıştır. Sr-IIPH-AMPS ve NIPH-AMPS nin spektrumları birbirine çok benzemesine rağmen tamamen aynı değildir. Yani tüm Sr iyonları yapıdan ayrılmamış ve NIPH-AMPS nin  $3483\text{ cm}^{-1}$  de piki ile etkileşerek polimerin yapısını kısmen değiştirmiştir.

### 5.2.2. Sr-HEMA Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Şekil 4.38 de NIPH-HEMA polimer hidrojelinde 3524 ve 3274  $\text{cm}^{-1}$  deki piklere ilave olarak Sr ile damgalanmış fakat yıkanmamış polimer Sr-IIPH-HEMA-UL de 3600-3000  $\text{cm}^{-1}$  bölgesinde (3563, 3485, 3416, 3304, 3201 ve 3298  $\text{cm}^{-1}$  de) Sr un polimer ile etkileşimi sonucu oluşan bağların titreşimine ait pikler ortaya çıkmıştır. Ayrıca 1620-1020  $\text{cm}^{-1}$  bölgesinde pek çok pik gözlenmektedir. Yıkanmış polimer Sr-IIPH-HEMA da ilk dört pik 3555, 3485, 3419 ve 3288  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenmiş 3201 ve 3298  $\text{cm}^{-1}$  deki pikler ise yok olmuştur. 1620-1020  $\text{cm}^{-1}$  bölgesindeki pikler de kaybolmuş olmasına rağmen Sr-IIPH-HEMA nın yapısı NIPH-HEMA dan oldukça farklıdır ve Sr yıkama ile polimerin yapısından çıkarılamamıştır.

### 5.2.3. Sr-AAm Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Şekil 4.39 daki NIPH-AA da 3600-3000  $\text{cm}^{-1}$  bölgesindeki pikler 3524 ve 3274  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenmektedir. Bu bölgedeki pikler Sr-IIPH-AAm-UL de 3561, 3485, 3413 ve 3288  $\text{cm}^{-1}$  de ortaya çıkmıştır. 3561, 3485, 3413  $\text{cm}^{-1}$  pikleri Sr un oluşturduğu bağlar sonucunda ortaya çıkmıştır. Ancak yıkama ile Sr un polimer yapısından uzaklaştırılması sonucu Sr-IIPH-AAm yapısı hemen hemen NIPH-AA yapısına dönüşmüştür.

### 5.2.4. Cs-AMPS Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Cs ile damgalanmış olan polimerlerin hazırlanma çalışmalarında elde edilen damgalanmamış polimerlerin yapısı Sr lu polimerlerin hazırlanmasında kullanılanlardan önemli ölçüde farklılıklar göstermektedir.

Şekil 4.40 NIPH-AMPS 1591 ve 1207  $\text{cm}^{-1}$  de pik göstermiştir. Cs-IIPH-AMPS-UL de 1591  $\text{cm}^{-1}$  piki 1608 ve 1569  $\text{cm}^{-1}$  de ikiye yarılmıştır. Bu durum sezyumun polimer hidrojelin yapısal -OH grupları ile etkileşimine atfedilebilir. Bu iki pik yıkama sonucunda elde edilen Cs-NIPH-AMPS de tamamen kaybolmuş ancak 1207  $\text{cm}^{-1}$  deki yeniden ortaya çıkmıştır. Bu durum Cs un yıkama sonucunda bağlanmış olduğu -OH grupları ile birlikte yapıdan koptuğunu göstermektedir. Ayrıca Cs-IIPH-AMPS-UL de Cs ile etkileşim sonucunda 803  $\text{cm}^{-1}$  de ortaya çıkan keskin bant da yarılmaya uğramış fakat Cs yapıdan uzaklaşmamıştır.

### 5.2.5. Cs-HEMA Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Şekil 4.41 de NIPH-HEMAda 1586 de gözlenen pik Cs-IIPH-HEMA-UL ve Cs-IIPH-HEMA de tamamen kaybolmuştur. Cs-IIPH-HEMA-ULde Cs ile etkileşim sonucunda 2939, 2878, 1733, 1274, 1084 ve 792  $\text{cm}^{-1}$  de oluşan pikler Cs-IIPH-HEMAda 1742, 1210, 1087, 870, 823 ve 789  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenmektedir. Yani damgalanmış polimerin yapısı polimerin ilk halinden tamamen farklıdır.

### 5.2.6. Cs-AAm Hidrojelleri DRIFT Sonuçları

Şekil 4.42 de NIPH-AAmda 1588  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pik Cs-IIPH-AAm-UL ve Cs-IIPH-AAmda tamamen kaybolmuştur. NIPH-AAmda 2936 ve 2780  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pikler Cs ile etkileşim sonucunda Cs-IIPH-AAm-ULde kaybolmuş fakat yıkama sonucunda Cs-IIPH-AAmda 2939 ve 2875  $\text{cm}^{-1}$  de ortaya çıkmıştır. NIPH-AAm ve Cs-IIPH-AAm-ULde 825 ve 789  $\text{cm}^{-1}$  de gözlenen pikler Cs-IIPH-AAmda tek pik olarak 797  $\text{cm}^{-1}$ de gözlenmektedir. Damgalanmış polimerin yapısının damgalanmamış olandan farklı olduğu anlaşılmaktadır.

## 5.3. SEM - EDS SONUÇLARI

Şekil 4.17 deki damgalanmamış AMPS polimerinin SEM görüntüsü malzemenin 50 - 100 mikron boyutlarında düzensiz parçacıklardan oluştuğunu göstermektedir. Şekil 4.19 da görülen Sr damgalı yıkanmamış AMPS polimerinin SEM görüntüsünde başlıca 500 – 600 mikron boyutunda çakıl taşı görünümünde taneciklerin yanında 100 mikron boyutuna kadar değişen aralıklarda taneciklerde rastlanmaktadır.

Şekil 4.21 deki damgalanmış polimerin yıkandıktan sonraki görüntüsünde başlangıçtaki AMPS' nin görüntüsü ile oldukça benzer bir yapı sergilemektedir.

Şekil 4.18, 4.20 ve 4.22 de görülen NIPH-AMPS, Sr -IIPH-AMPS UL ve Sr - IIPH-AMPS SEM EDS grafiklerinden elde edilen analiz sonuçları Tablo 4.2, 4.3 ve 4.4 de verilmektedir. Yıkanmamış polimerdeki Sr nin 5.386 lık ağırlıkça yüzdesi yıkandıktan sonra 2.804 e düşmüştür. Buradan Sr nin yaklaşık % 50 sinin polimere kimyasal olarak bağlandığını ancak fiziksel olarak bağlanan geri kalan % 50 lik kısmının su ile yıkama sonucunda polimerin ağ yapısından uzaklaştırılabildiği anlaşılmaktadır.



Şekil 4.23 deki sezyum damgalı AMPS polimerinde ortalama 100 mikron boyutundaki şekilsiz taneciklerden oluştuğu görülmektedir. Ancak yapıya bağlanmış olarak kalan sezyumun miktarının ağırlıkça %9,369 olduğu Şekil 4.24 EDS analizi sonuçlarının verdiği Tablo 4.4 de görülmektedir.

Şekil 4.25 deki NIIPH HEMA ve Şekil 4.27 deki Sr IIPH HEMA görüntüleri karşılaştırıldığında ortalama 50 mikron boyutunda taneciklerin arasında boyutunun 200 mikrona kadar çıkabildiği parçalarında olduğu görülmektedir. Şekil 4.26 daki NİP HEMA EDS spektrumundan kantitatif bir sonuç elde edilememiştir. Şekil 4.28 deki Sr IIPH HEMA'nın analizi sonucunu veren Tablo 4.5 den polimerin yapısına bağlanan Sr'nin % 10,982 oranında olduğu anlaşılmaktadır.

Şekil 4.29 daki Cs IIPH HEMA görüntüsü yaklaşık 50 mikron boyutunda kırık kaldırım taşları görünümündedir. Şekil 4.30 daki EDS analizi grafiğinde ise sezyuma ait bir pik gözlenmemektedir. Buradan Cs'nin yıkama sonucunda yapıdan tamamen uzaklaştığı anlaşılmaktadır.

Şekil 4.31 deki akrilamid polimerindeki tanecikler ortalama 100 mikron boyutundadır. Polimerin Şekil 4.32 deki EDS grafiğinden elde edilen analiz sonuçları Tablo 4.6 da görülmektedir. Şekil 4.33 de Sr IIPH AAm da ise tanecik boyutunun dağılımının düzensiz olduğu görülmekte ve 50 mikrondan 300 mikrona değişen taneciklere rastlanmaktadır. Şekil 4.34 deki EDS grafiğinden elde edilen verilerin gösterildiği Tablo 4.7 de yapıya bağlanmış olarak kalan Sr'nin ağırlıkça % si 0,418 olduğu görülmektedir.

Şekil 4.35 deki Cs IIPH AAm'nin EDS analizi sonuçları ise Tablo 4.8 de verilmiştir. Şekil 4.36 da verilen EDS analizi yapıya bağlanmış olan Cs'un % 1,527 olduğunu göstermektedir.

#### 5.4. KİNETİK SONUÇLARI

1 mmolar sezyum çözeltisi kullanılarak yapılan zamana bağlı deneylerin sonuçları NIIP AMPS, Cs IIP AMPS, NIP AAm, Cs NIP AAm, NIP HEMA, Cs IIP HEMA için sırasıyla 4.9, 4.10, 4.11, 4.12, 4.13, 4.14 ve 4.15 nolu tablolarda gösterilmiş olup deney sonuçları Şekil 4.43, 4.44, 4.45, 4.46, 4.47 ve 4.48 de yalancı birinci derece kinetik eşitliğine, Şekil 4.50, 4.51, 4.52, 4.53, 4.54

ve 4.55 de yalancı ikinci derece kinetik eşitliğine uygulanmıştır. Ayrıca 1. ve 2. derece grafikler karşılaştırılmak için sırasıyla Şekil 4.49 ve Şekil 4.56 da toplu verilmiştir.

Kinetik parametreler yine sırasıyla Tablo 4,15 ve Tablo 4,17 de 1. ve 2. derece kinetik modeli için özetlenmiştir.

Ayrıca kinetik veriler Vermeulen yaklaşımından yararlanılarak lineer olmayan regresyon yöntemi ile minimum standart sapma verecek şekilde hesaplanarak modellenmiştir. Deneysel değerlerin hesaplanmasında polimerlerin su tutma kapasiteleri hesaba katılarak gerekli düzeltmeler yapılmıştır. AMPS polimlerinin sezyum ve su için vermeulen yaklaşımına göre modellenmiş eğrileri Şekil 4,57 ve 4,58 de HEMA polimerininkiler Şekil 4,59 da gösterilmiştir. HEMA nın Şekil 4,61 de gösterilen kinetik sonuçları iki farklı difüzyon mekanizması çağrıştırmaktadır. Tek kademeli difüzyon için modelleme Şekil 4,61 de iki kademeli difüzyon için Şekil 4,62 de görülmektedir. Şekil 4,63 de görülen polimerin zamanla su tutmasına ait olan grafik sezyumun akrilamiddeki iki kademeli difüzyonu ile önemli bir paralellik göstermektedir. Bu durum hem sezyum hemde suyun polimerin farklı bölgelerinde farklı hızlarla difüzlendiğini düşündürmektedir. Modellemelerde kullanılmış olan parametreler sezyum ve suyun difüzyonu için Tablo 4.19 görülmektedir.

## 5.5. İZOTERM SONUÇLARI

Adsorpsiyon denge değerlerinin Freundlich ve Langmuir İzotermine uygunluğu çizilen grafiklerin analizi ile değerlendirildi.

### 5.5.1. Sezyum İzotermi

0.1, 0.5, 1.2, 2 ve 4 mmolar sezyum çözeltileri ile elde edilmiş deneysel verilerle hesaplanmış olan dengede adsorplanmış madde miktarı (mol/g) Tablo 4.20, 4.21, 4.22, 4.23 ve 4.24 de verilmiştir. Tablo 4.25 de hesaplanan verilerle çizilmiş olan NIIP AMPS ye ait doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermi Şekil 4.64 ve 4.65 de: Cs IIP AMPS ye ait olanlar Tablo 4.26 ile Şekil 4.66 ve 4.67 de verilmiştir.

Bu parametrelerden hareket edilerek non linner optimizasyon yöntemi ile izotermi modellenerek Şekil 4.76 de gösterilmiştir. Modellemelerde kullanılan parametreler Tablo 4.31de verilmektedir.

NIIP HEMA ve Cs IIP HEMA ya ait Freundlich ve Langmuir izotermelerini çizmek için kullanılan değerler Tablo.27 ve 28 de Freundlich ve Langmuir izotermi ise Şekil 4.68, 4.69, 4.70 ve 4.71 de verilmiştir.

Şekil 4.77 de görüldüğü üzere her iki polimerde (NIIPH HEMA ve Cs IIPH HEMA) bazı konsantrasyonlarda negatif adsorpsiyon verdiği için izotermi modellenememiştir.

Akrilamid ve Cs damgalı AAm polimerleri içinde benzer şekilde negatif adsorpsiyon gözlenmiş ve izoterm modellerine uyum görülmemiştir.

### 5.5.2. Sezyum Adsorpsiyonu Üzerine İyon Etkisi Sonuçları

Hazırlanan polimerlerin sezyum adsorpsiyonunda seçimlilik özelliğini incelemek amacıyla 2mMolar Cs<sup>+</sup> yanında 2mMolar K<sup>+</sup> içeren ve yine 2mMolar Cs<sup>+</sup> yanında 2mMolar Na<sup>+</sup> içeren çözeltilerde sezyum adsorpsiyonu çalışıldı. Polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri Tablo 4.33 ve Tablo 4.34 verilmiştir, buradaki değerlere göre çizilen karşılaştırmalı adsorpsiyon kapasiteleri grafiği Şekil 4.78 da gösterilmektedir.

Bu grafik incelendiğinde NIIP AMPS polimerinin adsorpsiyon kapasitesinde damgalama işlemi sonrasında bir miktar düşüş gözlenmektedir. Sodyum iyonu yanında sezyum ve potasyum iyonu yanında sezyum adsorpsiyon değerleri sezyumun tek başına adsorpsiyon değerinin yaklaşık yarısı kadardır. Bu durum AMPS polimerinin sezyum adsorpsiyonunda sodyum ve potasyumun eşit şartlara sahip olduğunu damgalama işleminin dahi sezyum adsorpsiyonunda bir öncelik sağlamadığını gösterir.

NIIP HEMA nın sodyumun yanında sezyumu azda olsa adsorpladığı görülmektedir. NIIP HEMA polimerinin negatif olan adsorpsiyon değerleri, Cs IIP HEMA nın potasyumun yanında sezyum adsorpsiyonunda pozitif geçtiği görülmektedir. Akrilamid polimerinin ise sezyumu adsorplamadığı değerlerin negatif olmasından anlaşılmaktadır.

### 5.5.3. Stronsiyum İzotermi

0,1, 0,5, 1,2, 2 ve 4 mMolar stronsiyum çözeltileri ile elde edilmiş deneysel verilerle hesaplanmış olan dengede adsorplanmış madde miktarı (mol/g) Tablo 4.35, 4.36, 4.37, 4.38, ve 4.39 da verilmiştir. Tablo 4.40 da hesaplanan verilerle çizilmiş olan NIIP AMPS ye ait

doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermi Şekil 4.79 ve 4.80 da: Sr IIP AMPS ye ait olanlar Tablo 4.41 ile Şekil 4.81 ve 4.82 de verilmiştir.

Bu parametrelerden hareket edilerek non linner optimizasyon yöntemi ile izotermier modellenerek Şekil 4.91 da gösterilmiştir. Modellemelerde kullanılan parametreler Tablo 4.46 da verilmektedir.

NIIP HEMA ve Sr IIP HEMA ya ait doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermierini çizmek için kullanılan değerler Tablo 4.42 ve 4.43 de, doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermier i se Şekil 4.83, 4.84, 4.85 ve 4.86 de verilmiştir.

Non linner optimizasyon yöntemi ile modellenmiş izotermier Şekil 4.92 da gösterilmiştir. Modellemelerde kullanılan parametreler Tablo 4.46 da verilmektedir.

NIIP AAm ya ait doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermierini çizmek için kullanılan değerler Tablo 4.44 de, Sr IIP AAm e ait doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermierini çizmek için kullanılan değerler Tablo 4.45 de ve doğrusallaştırılmış Freundlich ve Langmuir izotermier i se sırasıyla Şekil 4.87, 4.88, 4.89 ve 4.90 de verilmiştir.

Non linner optimizasyon yöntemi ile modellenmiş izotermier Şekil 4.93 da gösterilmiştir. Modellemelerde kullanılan parametreler Tablo 4.46 da verilmektedir.

#### 5.5.4. Stronsiyum Adsorpsiyonu Üzerine İyon Etkisi Sonuçları

Hazırlanan polimerlerin stronsiyum adsorpsiyonunda seçimlilik özelliğini icellemek amacıyla 2mMolar  $Sr^{++}$  yanında 2mMolar  $Ca^{++}$  içeren ve yine 2mMolar  $Sr^{++}$  yanında 2mMolar  $Ba^{++}$  içeren çözeltilerde stronsiyum adsorpsiyonu çalışıldı. Polimerlerin adsorpsiyon kapasiteleri Tablo 4.48 ve Tablo 4.49 da verilmiştir, buradaki değerlere göre çizilen karşılaştırmalı adsorpsiyon kapasiteleri grafiği Şekil 4.94 de gösterilmektedir.

Bu grafik incelendiğinde NIIP AMPS polimerinin adsorpsiyon kapasitesinde damgalama işlemi sonrasında bir miktar düşüş gözlenmektedir. Kalsiyum iyonu yanında stronsiyum ve baryum iyonu yanında stronsiyum adsorpsiyon değerleri stronsiyumun tek başına adsorpsiyon değerinin yarısından fazla olması AMPS polimerinin adsorpsiyonunda stronsiyum iyonlarını kalsiyum ve baryum göre daha fazla adsorpladığını göstermektedir. Bu durum AMPS polimerinin

stronsiyuma karşı doğal bir seçiciliği olduğu şeklinde yorumlanabilir. Damgalama işleminin sonucu stronsiyum adsorpsiyonunda genel bir düşüş görülsede kalsiyum ve baryumun yanındaki adsorpsiyon kapasitesi düşüşleri oransal olarak stronsiyumun adsorplanmasında azda olsa bir öncelik sağladığını gösterir.

NiIP HEMA'nın stronsiyumu kalsiyumun yanında daha fazla, baryumun yanında biraz daha fazla adsorpladığı görülmektedir. Sr IIP HEMA da ise adsorpsiyon değerleri negatife doğru gitmektedir.

NiIP AAm polimerinin ise kalsiyum ve baryumun yanında stronsiyum adsorpsiyon değerleri stronsiyum adsorpsiyon değerlerinin üçte ikisi kadardır. Bu durum AAm polimerinin stronsiyuma karşı doğal bir seçiciliği olduğunu düşündürmektedir. Ancak Sr IIP AAm da adsorpsiyon değerleri ciddi şekilde düşmektedir.

## 5.6. LİTERATÜR KARŞILAŞTIRMASI

**Tablo 5.1:** Sezyum Adsorpsiyon Kapasiteleri

ADSORBAN	Cs <sup>+</sup> (mmol/g)	Kaynaklar
Cu-ferrosiyandır –mezoporöz silika	0,131	Sangvanich ve diğ., 2010
Zeolit-A	1,604	El-Kamash ve diğ., 2008
Mağnetik PB/Grafen oksit	0,427	Yang ve diğ., 2014
Montmorillonit-demir oksit	0,404	Liu ve diğ., 2014
Konjuge adsorban	0,386	Awual ve diğ., (2014, a)
Konjuge adsorban	0,597	Awual ve diğ., (2014, b)
NH <sub>4</sub> .molibdato fosfat-PAN	0,625	Torad ve diğ., 2012
Cs-IIP-polimer nanotanecikleri	0,384	Shamsipur ve diğ, 2013
Poli (AA-B-18 C6 Am) kopolimeri	0,573	Yu ve diğ., 2017
NIPH-AMPS	0,804	Bu çalışma
Cs-IIPH-AMPS	0,973	Bu çalışma
NIPH-AAm	0,068	Bu çalışma
Cs-IIPH-AAm	0,038	Bu çalışma
NIPH-HEMA	0,026	Bu çalışma
Cs-IIPH-HEMA	0,033	Bu çalışma

**Tablo 5.2:** Stronsiyum Adsorpsiyon Kapasiteleri

ADSORBAN	Sr <sup>++</sup> (mmol/g)	Kaynaklar
Aljinat	1,25	Hong ve diğ., 2016
Çok duvarlı karbon nanotüp	1,22	Vipin ve diğ., 2016
Ti- nanotüp	1,11	Ryu ve diğ., 2016
Nano-klinoptilolit	0,89	Yousefi ve diğ., 2016
Grafen oksit	0,79	Romanchuk ve diğ., 2016
Mağnetik nanozeolit	0,69	Moamen ve diğ., 2016
Kemik kömürü	0,27	Smiciklas ve diğ., 2018
Sr-dekavanadat (A)	0,76	Ortaboy ve diğ., 2018
Sr-dekavanadat (B)	0,48	Ortaboy ve diğ., 2018
NIPH-AMPS	0,340	Bu çalışma
Sr-IIPH-AMPS	0,966	Bu çalışma
NIPH-AAm	0,309	Bu çalışma
Sr-IIPH-AAm	0,108	Bu çalışma
NIPH-HEMA	0,038	Bu çalışma
Sr-IIPH-HEMA	0,056	Bu çalışma

Tablo 5.1 ve Tablo 5.2 de, çeşitli araştırmacılar tarafından son zamanlarda yapılan çalışmalarda kullanılan bazı adsorbanların adsorpsiyon kapasiteleri bizim sentezlediğimiz polimerlerinkiler ile birlikte verilmektedir.

AMPS ile hazırlanan polimer hidrojellerin hem Sr hem de Cs için HEMA ve AAm ile hazırlananlardan daha yüksek kapasiteye sahip olduğu görülmüştür. Sr iyonu ile damgalanmış AMPS, AAm ve HEMA hidrojellerin kapasiteleri sırasıyla 0,966, 0,108 ve 0,056 mmol/g dır oysa karşılık olan Cs-iyon damgalı polimerler 0,973, 0,038 ve 0,033 mmol/g sırasını izler.

AMPS ile hazırlanan polimer hidrojellerin kapasitelerinin hem Sr hem de Cs için karşılaştırıldığında pek çok adsorbandan daha yüksek olduğu görülmektedir.

## KAYNAKLAR

- Acemioğlu, B., 2004, Removal of Fe (II) ions from aqueous solution by calabrian pinebark wastes. *Bioresource Technology* 93, 99-102.
- Awual, M.R., S. Suzuki, T. Taguchi, H. Shiwaku, Y. Okamoto, T. Yaita, 2014 (a), Radioactive cesium removal from nuclear wastewater by novel inorganic and conjugate adsorbents, *Chem. Eng. J.* 242 127–135.
- Awual M.R., T. Yaita, T. Taguchi, H. Shiwaku, S. Suzuki, Y. Okamoto, 2014 (b), Selective cesium removal from radioactive liquid waste by crown ether immobilized new class conjugate adsorbent, *J. Hazard. Mater.* 278 227–235.
- El-Kamash A.M., 2008, Evaluation of zeolite A for the sorptive removal of Cs<sup>+</sup> and Sr<sup>2+</sup> ions from aqueous solutions using batch and fixed bed column operations, *J. Hazard. Mater.* 151 432–445.
- Garg G., Chauhan G.S., Ahn J.H., 2009, Polysulfobetaines as extractants for Sr(II) ions from its aqueous solutions [online], *Polymers Advanced Technologies*, (www.interscience.wiley.com) DOI: 10.1002/pat.1673
- Ho Y.S., Mackay G., 1999. Pseudo Second Order model for sorption process. *Process Biochemistry* 34, 451-465.
- Hong H.J., J. Ryu, I.S. Park, T. Ryu, K.S. Chung, B.G. Kim, 2016, Investigation of the strontium (Sr(II)) adsorption of an alginate microsphere as a low-cost adsorbent for removal and recovery from seawater, *J. Environ. Manage.* 165 263–270.
- Li Q., Liu H., Liu T., Guo M., Qing B., Ye X., Wu Z., 2010, Strontium and calcium ion adsorption by molecularly imprinted hybrid gel., *Chemical Engineering Journal*, 157, 401-407
- Liu, X, G.R. Chen, D.J. Lee, T. Kawamoto, H. Tanaka, M.L. Chen, Y.K. Luo, 2014, Adsorption removal of cesium from drinking waters: a mini review on use of biosorbents and other adsorbents, *Bioresour. Technol.* 160 142–149.
- Moamen O.A.A, H.A. Ibrahim, N. Abdelmonem, I.M. Ismail, 2016, Thermodynamic analysis for the sorptive removal of cesium and strontium ions onto synthesized magnetic nano zeolite, *Micropor. Mesopor. Mat.* 223 187–195.
- Moon J., Kim K., Jung C., Shul Y., Lee E., 2000, Preparation of Organic-inorganic composite adsorbent beads for removal of radionuclides and heavy metal ions, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, Vol. 246, No. 2, 299-307
- Ortaboy S., Atun G., 2014, Kinetics and equilibrium modeling of uranium(VI) sorption by bituminous shale from aqueous solution, *Annals of Nuclear Energy* 73, 345 - 354

- Pan J., Zou X., Yan Y., Wang X., Guan W., Han J., Wu X., 2010 An ion-imprinted polymer based on palygorskite as a sacrificial support for selective removal of strontium(II). *Applied Clay Science*, 50, 260-265
- Rivas B., Peric I.M, Villegas S., 2010, Synthesis and metal ion uptake properties of water-insoluble functional copolymers: removal of metal ions with environmental impact, *Polym. Bull.*, 65, 917-928
- Romanchuk A.Y. A.S. Kuzenkova, A.S. Slesarev, J.M. Tour, S.N. Kalmykov, (2016) Cs(I) and Sr(II) Sorption onto graphene oxide, *Solvent Extr. Ion Exch.* 34 (7) 594–602.
- Ryu J., S. Kim, H.J. Hong, J. Hong, M. Kim, T. Ryu, I.S. Park, K.S. Chung, J.S. Jang, B.G. Kim, 2016, Strontium ion (Sr<sup>2+</sup>) separation from seawater by hydrothermally structured titanate nanotubes: removal vs. recovery, *Chem. Eng. J.* 304 503–510.
- Sangvanich T., V. Sukwarotwat, R.J. Wiacek, R.M. Grudzien, G.E. Fryxell, R.S. Addleman, C. Timchalk, W. Yantasee, 2010, Selective capture of cesium and thallium from natural waters and simulated wastes with copper ferrocyanide functionalized mesoporous silica, *J. Hazard. Mater.* 182 225–231. [
- Smiciklas I., S. Dimovic, M. Sljivic, I. Plecas, 2008, The batch study of Sr(2+) sorption by bone char, *J. Environ. Sci. Health A, Tox. Hazard. Subst Environ. Eng.* 43 (2) 210–217.
- Shamsipur M, H.R. Rajabi, 2013, Flame photometric determination of cesium ion after its preconcentration with nanoparticles imprinted with the cesium-dibenzo-24-crown-8 complex, *Microchim. Acta* 180 243–252.
- Torad N.L., M. Hu, M. Imura, M. Naito, Y. Yamauchi, 2012, Large Cs adsorption capability of nanostructured Prussian blue particles with high accessible surface areas, *J. Mater. Chem.* 22 18261–18267
- Vipin A.K., S. Ling, B. Fugetsu, 2016, Removal of Cs<sup>+</sup> and Sr<sup>2+</sup> from water using MWCNT reinforced Zeolite-A beads, *Micropor. Mesopor. Mat.* 224 84–88.
- Yang H.J., L. Sun, J.L. Zhai, H.Y. Li, Y. Zhao, H.W. Yu, 2014, In situ controllable synthesis of magnetic Prussian blue/graphene oxide nanocomposites for removal of radioactive cesium in water, *J. Mater. Chem. A* 2 326–332.
- Yu Hai-Rong, Jia-Qi Hu, Zhuang Liu, Xiao-Jie Ju, Rui Xie, Wei Wang, Liang-Yin Chu 2017, Ion-recognizable hydrogels for efficient removal of cesium ions from aqueous environment *Journal of Hazardous Materials* 323 632–640
- Yousefi T., M. Torab-Mostaedi, A. Charkhi, F. Ardestani, 2016, Sr(II) sorption by nano clinoptilolites, (Afrazand, Abyaneh, Toska and Negin powder): kinetic, thermodynamic and mechanism studies, *Mater. Focus* 5 (2) 137–145.
- Zhang A., Xiao C., Kuraoka E., Kumagai M., 2007, Preparation of a Novel Silica-Based DtBuCH18C6 Impregnated Polymeric Composite Modified by Tri-*n*-butyl Phosphate and Its Application in Chromatographic Partitioning of Strontium from High Level Liquid Waste, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 46, 2164-2171



Zhang A., Hu Q., Chai Z., 2010, Synthesis of a Novel Macroporous Silica-Calix[4]arene-Crown Polymeric Composite and Its Adsorption for Alkali Metals and Alkaline-Earth Metals, *Ind. Eng. Chem. Res.*, 49, 2047-2054

Zhang Z., Xu X., Yan Y., 2010, Kinetic and thermodynamic analysis of selective adsorption of Cs(I) by a novel surface whisker-supported ion-imprinting polymer, *Desalination*, 263, 97-106



## ÖZGEÇMİŞ

Kişisel Bilgiler	
Adı Soyadı	Kayhan KUBAT
Doğum Yeri	İstanbul
Doğum Tarihi	01.12.1966
Uyruğu	<input type="checkbox"/> T.C. <input type="checkbox"/> Diğer:
Telefon	5325259253
E-Posta Adresi	kayhankubat@gmail.com
Web Adresi	



Eğitim Bilgileri	
Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Fakülte	Mühendislik Fakültesi
Bölümü	Kimya Mühendisliği
Mezuniyet Yılı	18.10.1990

Yüksek Lisans	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri
Anabilim Dalı	Kimya
Programı	Fiziksel Kimya

Doktora	
Üniversite	İstanbul Üniversitesi
Enstitü Adı	Fen Bilimleri Enstitüsü
Anabilim Dalı	Kimya Anabilim Dalı
Programı	Fiziksel Kimya Programı

Makale ve Bildiriler	
Kubat K., Atun G., Bilgin B., 1994, Sodyum polyuranatlarda izotopik yer değiştirme reaksiyonlarının kinetiği ve mekanizması. <i>X. Ulusal Kimya Kongresi Uludağ Üniversitesi</i> 19 - 21 Eylül.	
Kubat K., Bilgin B., 1993, Sodyum polyuranatlarda izotopik yer değiştirme reaksiyonları. <i>IX. Kimya ve Kimya Mühendisliği Sempozyumu Karadeniz Teknik Üniversitesi</i> 20-24 Eylül	