

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

**AMBERLİTE XAD-1180 / SALİSİLALDOKSİM  
ŞELAT YAPICI REÇİNESİNİN SENTEZİ VE BAZI ESER  
METAL İYONLARININ ZENGİNLEŞTİRİLEREK  
FAAS İLE TAYİNİ**

**Tezi Hazırlayan  
Ersin KARA**

**Tezi Yöneten  
Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU**

**Kimya Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi**

**Ağustos 2006  
KAYSERİ**

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

**AMBERLİTE XAD-1180 / SALİSİLALDOKSİM  
ŞELAT YAPICI REÇİNESİNİN SENTEZİ VE BAZI ESER  
METAL İYONLARININ ZENGİNLEŞTİRİLEREK  
FAAS İLE TAYİNİ**

**Tezi Hazırlayan  
Ersin KARA**

**Tezi Yöneten  
Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU**

**KİMYA Anabilim Dalı  
Yüksek Lisans Tezi**

**Bu çalışma, Erciyes Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi  
Tarafından FBT-05-16 kodu ile desteklenmiştir.**

**Ağustos 2006  
KAYSERİ**

Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU danışmanlığında **Ersin KARA** tarafından hazırlanan “**Amberlite XAD-1180/Salisilaldoksim Şelat Yapıcı Reçinesinin Sentezi ve Bazı Eser Metal İyonlarının Zenginleştirilerek FAAS İle Tayini**” adlı bu çalışma, jürimiz tarafından Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalında **Yüksek Lisans** tezi olarak kabul edilmiştir.

11/09/2006

**JÜRİ:**Başkan : Prof. Dr. Ahmet ÜLGEN.....Üye : Prof. Dr. İsmail YILDIRIM.....Üye : Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU.....**ONAY:**

Bu tezin kabulü, Enstitü Yönetim Kurulunun **15/09/2006** tarih ve **2006/27-14** sayılı kararı ile onaylanmıştır.

**20/09/2006.**

**N. Ayyıldız**  
Prof. Dr. Nusret AYYILDIZ  
Enstitü Müdürü

## TEŞEKKÜR

Tez danışmanlığımı üstlenen ve tez çalışmalarım süresince benden hiçbir desteği esirgemeyerek bana her konuda yardımcı olan sayın hocam Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU'na teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmalarım sırasında yardımlarını esirgemeyen sayın hocam Prof. Dr. Şenol KARTAL'a teşekkürlerimi sunarım.

Sayın hocam Prof. Dr. Ahmet ÜLGEN'e teşekkürlerimi sunarım.

Laboratuar çalışmalarım sırasında bana yardımcı olan araştırma görevlisi arkadaşlarıma ve diğer yüksek lisans öğrencisi arkadaşlarıma teşekkür ederim.

Bana olan ilgi ve destekleri ile varlıklarından her zaman güç aldığım aileme teşekkür ederim.

**AMBERLİTE XAD-1180 / SALİSİLALDOKSİM  
ŞELAT YAPICI REÇİNESİNİN SENTEZİ VE BAZI ESER METAL  
İYONLARININ ZENGİNLEŞTİRİLEREK FAAS İLE TAYİNİ**

**Ersin KARA**  
**Erciyes Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü**  
**Yüksek Lisans Tezi, Ağustos 2006**  
**Tez Danışmanı: Doç. Dr. Şerife TOKALIOĞLU**

**ÖZET**

Bu çalışmada salisilaldoksim (SA) modifiye edilmiş Amberlite XAD-1180 (AXAD-1180) reçinesi sentez edildi. Bu amaçla AXAD-1180 reçinesi nitrolandı, amine indirgendi, sodyum nitrit ile diazonyum tuzu oluşturuldu ve AXAD-1180-SA şelat yapıcı reçineyi oluşturmak üzere SA ile reaksiyona sokuldu. AXAD-1180-SA reçinesi infrared spektroskopisi ile karakterize edildi. Bu şelat yapıcı reçine eser düzeydeki Pb, Ni, Co, Cu, Mn ve Cd elementlerinin zenginleştirilmesi için kullanıldı. Model çözelti ortamında geliştirilen yöntem için pH, örnek hacmi, reçine miktarı ve elüe edicinin cinsi ve hacmi gibi analitik parametrelerin eser elementlerin geri kazanma verimine (%R) etkisi araştırıldı. SA kompleksi olarak reçinede tutunan metaller 5 mL 1 M HNO<sub>3</sub> ile elüe edildi. Eser elementlerin geri kazanma değerleri üzerine farklı derişimlerde matriks iyonlarının etkisi de incelendi. Deneysel olarak belirlenen optimum şartlarda yöntemin tekrarlanabilirliği incelendi. Tüm elementler için geri kazanma değeri  $\geq$  %95 ve bağıl standart sapma değerleri  $\leq$  % 0.7 idi. Gözlenebilme sınırı (3s/b) Pb, Ni, Co, Cu, Mn ve Cd için sırasıyla 1.58, 0.20, 0.25, 0.31, 0.28 ve 0.08  $\mu\text{g/L}$ ' dir. Yöntemin doğruluğu için sulama suyunda geri kazanma çalışması ve standart referans madde (TMDA-62) analizi yapıldı. Geliştirilen yöntem sulama suyunda bulunan Pb, Ni, Co, Cu, Mn ve Cd elementlerinin zenginleştirilmesi ve FAAS ile tayini için kullanıldı.

**Anahtar Kelimeler:** Amberlite XAD-1180, Salisilaldoksim, Şelat Reçinesi, İmmobilizasyon, Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi

**SYNTHESIS OF AMBERLITE XAD-1180 / SALICYLALDOXIME  
CHELATING RESIN AND THE DETERMINATION OF SOME TRACE  
METAL IONS BY FAAS AFTER PRECONCENTRATING WITH THE RESIN**

**Ersin KARA**

**Erciyes University, Graduate School of Natural and Applied Sciences**

**M. Sc. Thesis, August 2006**

**Thesis Supervisor: Assoc. Prof. Şerife TOKALIOĞLU**

**ABSTRACT**

In this study, Amberlite XAD-1180 (AXAD-1180) resin functionalized by salicylaldoxime (SA) was synthesized. For this purpose, AXAD-1180 resin was nitrated, reduced to the corresponding amine, converted to the diazonium salt with sodium nitrite and reacted with SA to produce the AXAD-1180-SA chelating resin. AXAD-1180-SA resin was characterized by infrared spectroscopy. This chelating resin was used for preconcentration of Pb, Ni, Co, Cu, Mn and Cd elements at trace levels. For the described method using model solutions, the effect on the recovery value (R %) of trace elements of analytical parameters such as pH, sample volume, resin amount and volume and type of eluent was investigated. The metals retained on resin as SA complexes were eluted by 5 mL of 1 M HNO<sub>3</sub>. The influence of matrix ions in different concentrations on the recovery of trace elements was also examined. The repeatability of method at the optimum conditions determined experimentally was investigated. The recovery values for all the elements were found as  $\geq 95\%$  and relative standard deviations were  $\leq 0.7\%$ . The 3s/b detection limits for Pb, Ni, Co, Cu, Mn and Cd were 1.58, 0.20, 0.25, 0.31, 0.28 and 0.08  $\mu\text{g/L}$ , respectively. For the accuracy of the method, the recovery study for irrigation water and the analysis of certified reference material (TMDA-62) were performed. The developed method was utilized for preconcentration and determination by FAAS of Pb, Ni, Co, Cu, Mn and Cd elements found in irrigation water.

**Keywords:** Amberlite XAD-1180, Salicylaldoxime, Chelating Resin, Immobilization, Atomic Absorption Spectrometry

**İÇİNDEKİLER**

KABUL VE ONAY .....	i
TEŞEKKÜR .....	ii
ÖZET .....	iii
ABSTRACT .....	iv
TABLolar LİSTESİ .....	ix
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	x
1. BÖLÜM	
GİRİŞ .....	1
2. BÖLÜM	
ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ .....	3
2.1. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi .....	4
2.2. Işık Kaynakları .....	4
2.2.1. Oyuk Katot Lambaları .....	5
2.2.2. Çok Elementli Lambalar .....	6
2.2.3. Elektrotsuz Boşalım Lambaları .....	6
2.3. Kaynak Modülasyonu .....	6
2.4. Atomlaştırıcılar .....	7
2.4.1. Alevli Atomlaştırıcılar.....	7
2.4.2. Alevsiz Atomlaştırıcılar.....	8
2.5. Monokromatör .....	9
2.6. Alıcı.....	9
2.7. AAS'de Girişimler .....	10
2.7.1. Kimyasal Girişimler .....	10
2.7.2. Fiziksel Girişimler .....	11

2.7.3. İyonlaşma Girişimi .....	11
2.7.4. Spektral Girişimler .....	12
2.7.5. Zemin Girişimi.....	12
2.8. Zemin Düzeltme Teknikleri.....	12
2.8.1. Çift hat Yöntemi .....	12
2.8.2. Sürekli Işık Kaynağı Yöntemi .....	13
2.8.3. Zeeman Yöntemi.....	13
2.8.4. Smith-Hieftje Yöntemi .....	14
2.9. AAS'nin Analitik Performansı ile İlgili Terimler.....	14
2.9.1. Duyarlık .....	14
2.9.2. Doğruluk .....	15
2.9.3. Kesinlik.....	15
2.9.4. Gözlenebilme Sınırı (DL) .....	15
2.9.5. Tayin Sınırı (LOQ).....	15
2.9.6. Kalibrasyon Doğrusu ve Analitik Aralık.....	15
2.10. AAS ile Elementlerin Kantitatif Tayini .....	16
2.10.1. Kalibrasyon Grafiği Yöntemi .....	16
2.10.2. Standart Ekleme Yöntemi .....	16
3. BÖLÜM	
ESER ELEMENT ANALİZLERİ .....	18
3.1. Ayırma ve Zenginleştirme Yöntemleri .....	19
3.1.1 Ekstraksiyon ile Zenginleştirme .....	21
3.1.2. Birlikte Çöktürme ile Zenginleştirme .....	22
3.1.3. Elektrolitik Zenginleştirme .....	23
3.1.4. İyon Değiştirme .....	23
3.1.5. Uçurma ile Zenginleştirme .....	24



3.1.6. Adsorpsiyon ile Zenginleştirme .....	24
3.2. Amberlite XAD Reçinelerinin Özellikleri.....	25
3.2.1. Amberlite XAD –1180 Reçinesinin Bazı Fiziksel Özellikleri .....	26
3.3. Salisilaldoksimin Bazı Fiziksel Özellikleri .....	26
3.4. İmmobilizasyon Tekniği .....	26
3.4.1. İmmobilizasyon ile İlgili Çalışmalar.....	28
4. BÖLÜM	
DENEL BÖLÜM.....	31
4.1. Kullanılan Aletler.....	31
4.1.1. Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi .....	31
4.1.2. pH metre ve Infrared Spektrometresi.....	32
4.2. Kullanılan Reaktifler ve Hazırlanışları .....	32
4.3. Şelat Reçinesinin Sentezi .....	33
4.3.1. AXAD-1180-SA Şelat Yapıcı Reçinenin IR Spektrumunun Yorumlanması.....	34
4.4. AXAD-1180-SA İle Dolgulu Kolonda Eser Elementlerin Ayırması ve Zenginleştirilmesi .....	34
4.4.1. pH Etkisi.....	36
4.4.2. Elüent Cinsinin ve Hacminin Etkisi.....	40
4.4.3. Reçine Miktarının Etkisi.....	40
4.4.4. Örnek Hacminin Etkisi.....	41
4.4.5. Matris Bileşenlerinin Etkisi .....	42
4.4.6. Yöntemin İstatistiksel Değerlendirilmesi.....	42
4.5. Geliştirilen Yöntemin Doğruluğu .....	44
4.5.1. Sertifikalı Referans Madde (TMDA-62) Analizi.....	44

## 5. BÖLÜM

YÖNTEMİN ÖRNEKLERE UYGULANMASI .....45

5.1.Sulama Suyunda Eser Element Tayini ve % Geri Kazanma.....45

## 6. BÖLÜM

SONUÇLAR VE TARTIŞMA.....47

KAYNAKLAR.....50

ÖZGEÇMİŞ.....53

**TABLolar LİSTESİ**

Tablo 2.1. Alev Türleri .....	8
Tablo 4.1. Alevli AAS için Aletsel Değişkenler .....	31
Tablo 4.2. Elüent Cinsinin ve Hacminin Geri Kazanma Değerlerine Etkisi .....	40
Tablo 4.3. Reçine Miktarının Geri Kazanma Değerleri Üzerine Etkisi.....	41
Tablo 4.4. Örnek Hacminin Geri Kazanma Değerleri Üzerine Etkisi .....	41
Tablo 4.5. Elementlerin Geri Kazanma Değerlerine Matriks Bileşenlerinin Etkisi.....	43
Tablo 4.6. Optimum Şartlarda Uygulanan Zenginleştirme İşlemi Sonrası Yöntemin Tekrarlanabilirlik Sonuçları ve Gözlenebilme Sınırı Değerleri .....	44
Tablo 4.7. Sertifikalı Göl Suyunda (TMDA-62) Analiz Sonuçları .....	44
Tablo 5.1. Sulama Suyu Örneğindeki Elementlerin Geri Kazanma Değerleri ve Su Örneğinin Analiz Sonuçları .....	46

**ŞEKİLLER LİSTESİ**

Şekil 2.1. AAS'nin Blok Şeması .....	4
Şekil 2.2. Oyuk Katot Lambası .....	5
Şekil 2.3. Zeeman Etkisi .....	14
Şekil 3.1. Amberlite XAD-1180 Reçinesinin Kimyasal Formülü.....	26
Şekil 3.2. Salisilaldoksimin Yapısı.....	26
Şekil 3.3. Salisilaldoksim Bağlı XAD-1180 Reçinesinin Birim Yapısı .....	27
Şekil 3.4. Salisilaldoksim-Metal(II) Kompleksinin Yapısı.....	28
Şekil 4.1. AXAD-1180-SA Şelat Reçinesinin Sentezi .....	35
Şekil 4.2. Eser Elementlerin Geri Kazanılmasında pH Etkisi.....	36
Şekil 4.3. AXAD-1180 Reçinesinin Infrared Spektrumu .....	37
Şekil 4.4. Salisilaldoksim Reaktifinin Infrared Spektrumu .....	38
Şekil 4.5. AXAD-1180-SA Reçinesinin Infrared Spektrumu .....	39

## 1. BÖLÜM

### GİRİŞ

Eser element terimi genel olarak katılarda  $10^{-2}$ 'nin altındaki derişimlerde, çözeltide mg/L veya µg/L düzeyinde bulunan elementler için kullanılır. Modern teknolojinin gelişmesiyle yüksek saflıktaki maddelere olan ihtiyacın artması, öte yandan hava, su ve toprağın kirlenmesi bu kirlenmenin canlılar üzerindeki etkisi gibi çevre sorunlarının giderek önem kazanması eser element analizlerini analitik kimyanın en önemli dallarından biri haline getirmiştir. Bu sebeple çevre kirliliğinden elektronik sanayiye kadar birçok değışik alanda eser elementlerinin etkilerinin araştırılması ve bunların tayinlerinin yapılması büyük bir önem kazanmıştır. Yine eser düzeydeki elementlerin insan vücudu ve metabolizmasına etkileri eser element tayinlerini daha da önemli hale getirmiştir.

Eser elementlerin vücuttaki işlevleri çok yönlüdür. Bir kısmı enzimleri aktiflerken bir kısmı da enzimlerin yapısında bulunur. Bazı eser elementler hormon ve vitaminlerin yapı taşlarıdır, hatta bazıları bağışıklık sistemi için gereklidir. Vücuda bir eser elementin çok alınması, bir diğzerinin az ya da çok alınması doğrudan veya dolaylı olarak çeşitli hastalıklara neden olabilmektedir. Canlılar için hayati bir öneme sahip bir eser element çevre kirlenmesi sonucu biraz yüksek dozda alındığı takdirde organizma üzerinde zehir etkisi yapmaktadır.

Bu nedenle birçok alanda sistematik eser element tayinleri yapılmış olup günümüzde de çalışmalar yoğun bir şekilde devam etmektedir. Eser elementlerin tayinleri düşük derişim düzeyleri ve ortam bileşenlerinin bozucu etkileri dolayısıyla sorunludur. Bu problemin çözümü için genel olarak ayırma-zenginleştirme yöntemlerine

başvurulmaktadır. Bu yöntemler arasında ekstraksiyon, adsorpsiyon ve birlikte çöktürme yaygın olarak kullanılmaktadır. Zenginleştirme işleminde immobilizasyon tekniği de son zamanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır

Eser metal iyonlarının immobilizasyon ile zenginleştirilmesi çalışmalarında, kolon dolgu maddesi olarak bir çok doğal ve yapay maddeler kullanılmaktadır. Bunlar arasında silikajel, naftalin, sepiolit, Amberlite XAD türü reçineler vb. sayılabilir. Immobilizasyon ile zenginleştirme çalışmalarında şelat yapıcı, dolgu maddesi olarak kullanılacak türe kimyasal bağ ile bağlanmaktadır. Analit doğrudan model çözelti ortamına ilave edilerek kolondan geçirilmektedir. Kolonda analit şelat yapıcıyla kompleks oluşturarak tutunmaktadır. Kolonda tutunan kompleks uygun bir elüsyon çözeltisi ile elüe edildikten sonra elüsyon çözeltisinin içeriği atomik absorpsiyon spektroskopisi (AAS) indüktif eşlemeli plazmalı atomik emisyon spektroskopisi (ICP-AES) vb. enstrümantal yöntemlerle tayin edilmektedir [1-5].

Bu çalışmada eser düzeyde bulunan Pb, Ni, Co, Cu, Mn, ve Cd elementlerinin tayini için, şelat yapıcının immobilizi edildiği AXAD-1180-SA reçinesi üzerinde adsorpsiyona dayanan zenginleştirme yöntemi geliştirildi. Kolonda kompleks halinde tutunan eser elementler, 5mL 1 M HNO<sub>3</sub> ile elüe edilerek geri kazanıldı. Eluattaki elementler alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile tayin edildi. Geliştirilen bu yöntemde pH etkisi, reçine miktarının etkisi, örnek hacminin etkisi, elüentin cinsi, derişimi ve hacmi, ortam bileşenlerinin etkisi incelendi. Yöntemin doğruluğunu belirlemek amacıyla standart referans madde (TMDA-62) analizi yapıldı. Yöntem istatistiksel olarak değerlendirilerek gözlenebilme sınırı, doğruluk ve tekrarlanabilirlik değerleri incelenmiştir. Geliştirilen yöntem optimum şartlarda sulama suyu örneğindeki Pb, Ni, Co, Cu, Mn, ve Cd elementlerinin tayinine uygulanmıştır.

## 2. BÖLÜM

### ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ

Atomik absorpsiyon spektroskopisi, ışığın gaz halindeki atomlar tarafından absorpsiyonunun ölçülmesi ilkesine dayanır. Işığın absorplayan atomlar, temel enerji düzeyinden kararsız uyarılmış enerji düzeylerine geçerler ve absorpsiyon miktarı, temel düzeydeki atom sayısına bağlıdır. Dengeye bulunan bir sistemde, uyarılmış düzeydeki atom sayısının,  $N_1$ , temel düzeydeki atom sayısına,  $N_0$ , oranı Boltzman eşitliği ile verilir.

$$N_1/N_0 = A \times \exp(-\Delta E/kT)$$

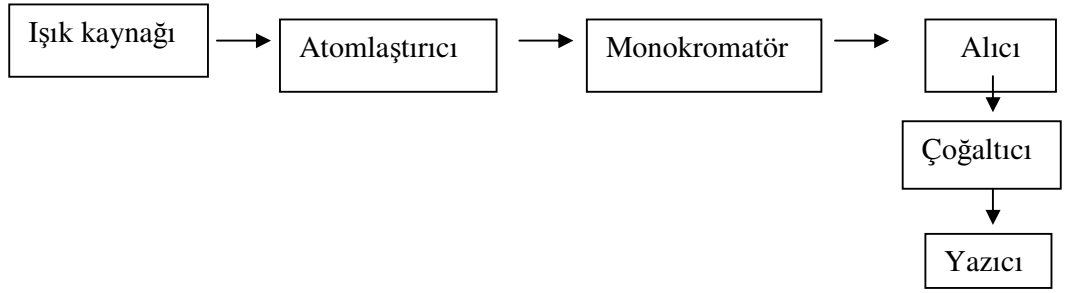
Burada A, belirli bir sistem için sabit, E: uyarılma enerjisi, k: Boltzman sabiti, T: mutlak sıcaklıktır. Eşitliğe göre artan sıcaklıkla uyarılmış atomların uyarılmamış atomlara oranı artar. Atomik absorpsiyonda temel düzeydeki atomların sayısının fazla olması istendiğinden  $N_1/N_0$  oranının küçük olması gerekir. 3000 K den düşük sıcaklıklarda uyarılmış düzeydeki atom sayısı, temel düzeydeki atom sayısı yanında ihmal edilebilir değerlerdedir. Absorpsiyon işlemi atom düşük bir enerji düzeyinden daha yüksek bir enerji düzeyine uyarılır. Atomların dönme ve titreşim düzeyleri olmadığı için ve bütün elektronik geçişleri temel düzeyde olduğu için atomik absorpsiyon spektrumları sadece birkaç dar çizgiden (hat spektrumu) ibarettir.

Atomik absorpsiyon spektroskopisi özellikle metallerin eser analizinde kullanılan bir yöntemdir. Örnekteki toplam metal miktarı ile ilgilenir. Fakat metalin örnekteki molekül şekli ile ilgilenmez. Örneğin, bir su örneğindeki toplam sodyum tayininde bu sodyumun hangi molekül şeklinde olduğu önemli değildir. Yöntem çok duyarlıdır. Bu nedenle elementlerin derişimlerini mümkün olduğu kadar düşük düzeylerde, genellikle 1 ppm'in altında tayin edebiliriz. Yöntemin en önemli avantajlarından birisi tayinlerin

diğer elementlerin varlığında da yapılabilmesidir. Bu serbestlik, örnekteki analiz elementini diğer elementlerden ayırmayı gereksiz kılmaktadır. Analiz elementini ayırma zorunluluğunun olmaması büyük zaman kazandırmaktadır ve yöntem birçok hata kaynağını gidermektedir. Atomik absorpsiyon spektroskopisi ile nicel analiz Beer-Lambert yasasına dayanır, yani ortama gelen ışımaya şiddetinin,  $I_0$ , ortamdan çıkan ışımaya şiddetine,  $I$ , oranının logaritması olarak tanımlanan absorbans,  $A$ , ilgilenilen elementin derişimiyle doğru orantılıdır ve  $A = \log(I_0/I)$  olarak bilinir [6,7].

## 2.1. Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Şekil 2.1'de atomik absorpsiyon spektrometresi şematik olarak gösterilmektedir. Atomik absorpsiyon spektrometresi ışık kaynağı, absorpsiyon ortamı (atomlaştırıcı), monokromatör ve alıcıdan oluşur.



Şekil 2.1. AAS'nin Blok Şeması

Düzenegin ilkesi diğer spektroskopik absorpsiyon yöntemlerine benzer. Kararlı bir kaynaktan gelen ışın doğrudan doğruya örneğe gönderilir. Bir alıcı (dedektör) örneğe gelen ışının ne kadarını absorpladığını, örnekten çıkan ışının yoğunluğunu ölçerek alır ve yazıcıya aktarır [6,8].

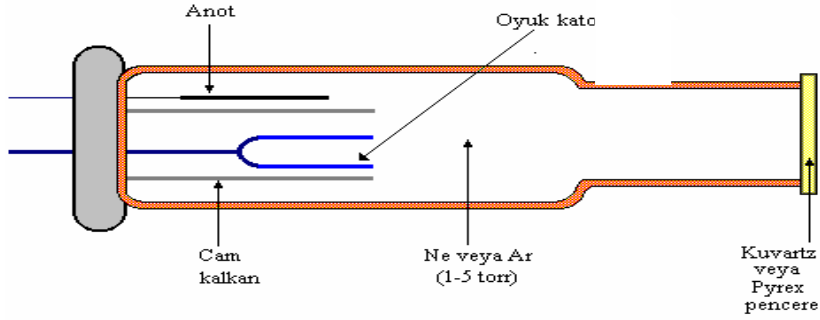
## 2.2. Işık Kaynakları

Absorpsiyon çizgileri çok dardır (yaklaşık  $0,02 \text{ \AA}$  genişliğinde). Bu hatlar sürekli ışık kaynakları için çok dardır ve bu ışık kaynakları kullanılırsa hatların gözlenmesi çok güç olur. Bu nedenle dar emisyon hatları veren ışık kaynakları kullanılır. Atomik absorpsiyon spektroskopisinde kullanılan ışık kaynakları aşağıda anlatılmaktadır [8].



### 2.2.1. Oyuk Katot Lambaları

Atomik absorpsiyonda en yaygın kullanılan ışık kaynağıdır. Oyuk katot lambası düşük basınçta inert bir gazla doldurulmuş bir katot ve anot içeren cam bir silindiridir (Şekil 2.2). Katot incelenen elementin çok saf metalinden veya o elementi içeren bir alaşımdan yapılmıştır. Anot ise nikel, tungsten gibi metallerden yapılmıştır.



Şekil 2.2. Oyuk Katot Lambası

Lambadaki katotla anot arasına belirli bir potansiyel uygulandığında, (600 volt kadar) lambadaki gaz atomları iyonlaşır. Pozitif yüklü gaz atomları katoda doğru büyük bir hız kazanırlar ve katoda çarpmaları sonucu katottaki metal atomlarını yerlerinden fırlatırlar. Böylece lambanın içi atomik gazla dolar ve atomlardan bazıları uyarılmış hale, oradan da temel hale geçerler. Bunun sonucu katodun yapılmış veya kaplanmış olduğu elementin karakteristik ışını yayılır. Oyuk katot lambaları uzun silindirik bir yapıda olduklarından, gaz haline geçmiş olan metal atomları genellikle tekrar katot üzerinde toplanırlar. Bunun sonucu lamba uzun süre kullanılır. Lambada gereğinden yüksek potansiyel kullanılmamalıdır. Yüksek potansiyel gaz halinde çok metal atomu oluşturur. Bunlardan pek çoğu uyarılmamış halde olduklarından, uyarılmış atomların yaydığı ışınları absorbe ederler ve ışın demetinin şiddetini düşürürler. Bundan başka doppler genişlemesini de artırırlar [6].

### 2.2.2. Çok Elementli Lambalar

Atomik absorpsiyon analizlerinde her element için ayrı bir lamba kullanma gereği çok elementli katotların yapılması düşüncesine yol açmıştır. Katot alaşımlardan, metaller arası bileşiklerden veya toz haline getirilmiş metal karışımlarından yapılabilir. Çok elementli lambalarda karşılaşılan sorunlar;

1. Bütün elementler kullanışlı bir biçimde birleştirilemezler.
2. Üç veya daha fazla element bir lambada birleştirildiğinde, her bir elementin emisyon şiddetinin tek elementli lambaya göre zayıflaması bunun sonucu olarak gözlenebilme sınırının büyümesidir.

### 2.2.3. Elektrotsuz Boşalım Lambaları

Elektrotsuz boşalım lambaları atomik hat spektrumlarının yararlı kaynaklarıdır ve oyuk katot lambalarından çok daha büyük ışın şiddeti oluşturur. Tipik bir lamba spektrumu ilgilenilen metalin (veya tuzun) küçük bir miktarını ve birkaç torr basınçta argon gibi inert bir gazı içeren kapalı kuvars tüpten yapılır. Bu lambalar elektrot içermez; onun yerine, şiddetli bir radyo-frekansı veya mikro dalga ışınının sağladığı alanla atomlar uyarılır. Önce argon atomları iyonlaşır; bu iyonlar uygulanan alanın yüksek frekans bileşeni tarafından hızlandırılır; hızlı iyonlar spektrumu istenen atomlara çarpıp onları uyarırlar. Elektrotsuz boşalım lambalarında tayin edilecek element yüksek frekans sarımlarına sıkıca yerleştirilmiş ve yalıtılmış bir ceket içinde bulunan kuvars bir tüp içine doldurulmuştur. Bu lambaların ışık şiddeti yüksek, ısınma süresi kısa ve kararlılığı iyidir. As, Se ve Sb gibi uçucu olan ve kısa dalga boylarında (<200 nm) absorpsiyon ve emisyon yapabilen elementler için geliştirilmişlerdir [1,6].

### 2.3. Kaynak Modülasyonu

Atomik absorpsiyon aletlerinde alev tarafından yayılan ışının sebep olduğu girişimleri gidermek gerekir. Monokromatörün alev ile alıcı arasına yerleştirilmesiyle bu ışının çoğu giderilir. Fakat alevdeki uyarılmış atomların emisyonu ile oluşan ve monokromatörün ayarlandığı dalga boyuna denk gelen ışınlar, dedektöre ulaşan ışın

şiddetini artırır. Alevden gelen ışınların etkisini gidermek için kaynaktan gelen ışını modüle etmek, yani şiddetini sabit frekansta periyodik olarak değiştirmek gerekir. Bu durumda dedektöre iki tip sinyal ulaşır; kaynaktan gelen modüle edilmiş ışınlar ve alevden gelen ışınlar. Bu sinyaller elektrik sinyallerine dönüştürülür [6].

## **2.4. Atomlaştırıcılar**

Atomlaştırıcının en önemli görevi örnekteki molekül veya iyonlardan temel haldeki element atomlarını oluşturmaktır. Bir analizin başarılı olup olmaması atomlaşmanın etkinliğine bağlıdır. Tayinin duyarlılığı incelenen elementin atomlaşma derecesi ile doğrudan orantılıdır. Atomlaştırıcılar alevli ve alevsiz olmak üzere ikiye ayrılır.

### **2.4.1. Alevli Atomlaştırıcılar**

Alevli atomlaştırıcılarda analitin bulunduğu örnek, aleve havalı bir sisleştirici yardımı ile püskürtülür. Çözelti aleve püskürtüldüğü zaman ilk olay, damlacıkların kuruması yani çözücünün buharlaşmasıdır. Buharlaşma hızı, damlacıkların büyüklüğüne çözücü türüne bağlıdır. Buharlaşma sonucu oluşan katı parçacıklar, alev sıcaklığının etkisiyle çeşitli değişimlere uğrarlar. Organik bileşikler yanarken, inorganik maddeler buharlaşır veya birbirleriyle ve alev gazları ile tepkimelere girerler. Çözeltideki taneciklerin buharlaşmasından sonra oluşan gaz moleküller, ısıl ayrışma ile atomlarına ayrılırlar. Atomlaşma alev içinde gerçekleştirilir. Bunun amaçla kullanılan sistemlere yakıcı denir [3-6].

- **Türbülent Yakıcılar:** Türbülent yakıcılarda yanıcı ve yakıcı gazlar ayrı ayrı taşınarak yakıcı başlığının hemen altında karışırlar. Örnek çözeltisi yakıcının merkezinden geçen dik bir kapilerden püskürtülerek doğrudan aleve sis şeklinde verilir.

- **Laminer Yakıcılar:** Laminer yakıcılarda ise yakıcı ve yanıcı gazlar karıştırma bölgesinde iyice karıştırılır. Örnek çözeltisi karıştırma bölgesine havalı sisleştirici ile püskürtülür ve gaz karışımı ile bir aerosol oluşur. Aerosol aleve girmeden önce belli bir yol alır ve bu sırada daha büyük örnek damlaları dışarı atılır [6-10].

En çok kullanılan alev türleri ve bunların maksimum sıcaklıkları Tablo 2.1’de verilmiştir. Bakır, kurşun, çinko ve kadmiyum gibi kolay atomlaşan elementler için düşük sıcaklığa sahip alevler, örneğin doğal gaz-hava alevi kullanmak yeterlidir. Toprak alkali metallere gibi kararlı oksitler oluşturan elementler için asetilen hava alevi ile duyarlı sonuçlar alınabilir. Alüminyum, berilyum, silisyum, vanadyum ve nadir toprak elementleri ise çok kararlı oksit oluştururlar. Bunların atomlaşması için ise çok yüksek sıcaklığa sahip asetilen-diazotoksit veya asetilen-oksijen alevlerinin kullanılması gerekir. Atomlaştırıcı olarak alev kullanıldığında, örnek çözeltisi aleve sürekli olarak gönderilir ve bir analiz için 0.3-1.0 mL çözelti kullanılır.

Alevli atomlaştırıcılarda tayin boyunca örnek bir kılcal ile yakıcıya taşınır. Alevde önce kuruyan damlacıklar katı bileşiklerine dönüşür. Sonra sıcaklık etkisiyle veya kısmen kimyasal etkiyle atomlarına ayrışır. Sonuçta alev içindeki analit öncelikle temel düzeyde atomlar haline gelir.

Tablo 2.1. Alev Türleri

Yanıcı Gaz	Yakıcı Gaz	Sıcaklık (°C)
Doğal Gaz	Hava	1800
Propan	Hava	1900
Asetilen	Hava	2300
Asetilen	Oksijen	3100
Asetilen	N <sub>2</sub> O	2800

#### 2.4.2. Alevsiz Atomlaştırıcılar

-Alevsiz atomlaştırıcılara elektrotermal atomlaştırıcılar da denir. Elektrotermal atomlaştırıcılar içinde en popüler olanı grafit fırındır. Grafit yüksek saflıktadır. Örnek 5–10 µl olarak mikropipet yardımı ile enjekte edilir. Sonra akım geçirilir. Geçen akım ayarlanarak istenilen sıcaklığa ulaşılabilir. Sıcaklık programı 4 basamaklıdır. [6-10]

1. Kurutma : Çözücü uçurulur (100 – 110 °C)

2. Kül etme : Ortam bileşenleri parçalanır, kül edilir. (200 – 700 °C)
3. Atomlaşma : Atomlaşma ısı etkisiyle veya grafitle indirgemeye olur.(1800–2500 °C)
4. Temizleme : Fırın ikinci kullanım için temizlenir. Sıcaklık atomlaşma sıcaklığından 100 – 200 °C daha fazladır.

Elektrotermal atomlaştırıcıların yapımı daha zor ve pahalıdır. Daha büyük ve gelişmiş güç kaynağı gerekli olduğundan fiziksel olarak daha fazla yer kaplarlar. Buna karşılık alevde göre birçok üstünlük sunarlar. Bunlar;

1. Elektrotermal atomlaştırıcılarda küçük örnek hacimleri kullanılır.
2. Alevde sisletmesi zor olan viskoz sıvılarla kolaylıkla çalışılabilir.
3. Elektrotermal atomlaştırıcılarda daha düşük gözlenebilme sınırı değerleri elde edilir.
4. Atomik buharın kimyasal ve ısısal çevresi daha iyi denetlenebilir.
5. Elektrotermal atomlaştırıcılarda buharlaşma ve atomlaşma verimleri alevde göre genellikle daha üstündür.
6. Duyarlık daha fazladır.
7. Katı örneklerin doğrudan analizi mümkündür

## 2.5. Monokromatör

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde, her element için o elemente özgü ışık yayan oyuk katot lambaları kullanılır. Bunun sonucu olarak monokromatörün başlıca görevi incelenen elementin emisyon hattını ışık kaynağının yaydığı öteki hatlardan ayırmaktır. AAS'de monokromatör olarak prizma veya şebeke kullanılır.

## 2.6. Alıcı

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde ışık sinyalinin elektrik sinyaline dönüştürülmesinde başlıca fotoçoğaltıcılar kullanılır. Fotoçoğaltıcılar ışığa duyarlı bir katot, ardarda daha pozitif bir potansiyel gösteren bir seri dinot ve arasında bir anottan ibaret bir vakum fotoseldir.

## 2.7. AAS'de Girişimler

Bir analitin sinyalinde sistematik bir sapmaya, dolayısıyla sonuçların hatalı çıkmasına neden olan etkilere girişim denir. Girişimler negatif veya pozitif hataya yol açabilir. Girişimler kaynaklarına göre kimyasal, fiziksel, iyonlaşma, zemin ve spektral girişimler olarak sınıflandırılır. Fiziksel ve kimyasal girişimler temel haldeki atom sayısını etkilerken, zemin ve spektral girişimler doğrudan sinyale etki eder. [6,9]

### 2.7.1. Kimyasal Girişimler

Kimyasal girişim, elementin nicel olarak atomlaşmasını önleyen herhangi bir bileşik oluşumu olarak tanımlanır. Bir numunede tayini yapılan elementin dışında kalanlara matriks denir. Matriks içinde bulunan bazı elementler veya gruplar tayini yapılacak elementin atomlaşma sıcaklığında atom veya gruplar halinde bulunurlar. Bunlardan birinin atomları veya grupları tayini yapılacak elementin atomlarıyla reaksiyona girerler ve yeni bir madde meydana getirirler. Bu yeni meydana gelen madde çalışma ortamındaki sıcaklıktan daha yüksek sıcaklıklarda atomlarına ayrıldığından, tayini yapılan madde daha düşük derişimde bulunur. Meydana gelen yeni madde metal-metal bileşigi olduğu gibi metal-ametal bileşigi de olabilir. Kimyasal girişimlerin ortaya çıkmasının başlıca iki nedeni vardır; ya zor eriyen veya buharlaşan tuz oluşur ve oluşan moleküller tam olarak ayrışmaz, ya da serbest atomlar ortamda bulunan diğer atom veya radikallerle tepkimeye girerek absorpsiyon için uygunluklarını kaybederler.

Bir çok kimyasal girişim alev sıcaklığının yükseltilmesi veya kimyasal çevrenin değiştirilmesi ile uzaklaştırılır. Eğer bu yöntemler pratik değilse ve istenmiyorsa aşağıdaki yöntemler uygulanabilir.

1. Girişim yapan iyon standart çözeltiye eklenir. Yani örnek matriksi ve standart çözeltiler birbirine benzetilir.
2. Girişim yapan anyon örnek çözeltisine aşırı eklenen başka bir kationla bağlanır.
3. Tayin edilecek element ayırma metotları uygulanarak numune ortamından ayrılır.
4. Standart ekleme yöntemi uygulanır.

Alevsiz atomlaştırmalarda inert ve indirgen bir ortam bulunduğundan alevin özellikleri sebebiyle ortaya çıkan bazı kimyasal girişimler görülmez.

### 2.7.2. Fiziksel Girişimler

Fiziksel girişimler çözeltilerin viskozite, yüzey gerilimi ve özgül ağırlık gibi fiziksel özelliklerinin örnek ve standart çözeltide farklı olmasından ortaya çıkar. Çünkü bu özellikler sisleşme verimini etkiler. Örneğin bir çözeltilinin viskozitesi fazla miktarda tuz eklenmesi ile artarsa daha az örnek emilir ve damlacıklar büyür, aleve ulaşan örnek miktarı azalır. Fiziksel girişimler, örnek ve standart çözeltilerin fiziksel özellikleri birbirine benzetilerek giderilebilir. Bu ya örneğin seyreltilmesi ya da standart çözeltiyi aynı matrikste hazırlayarak sağlanır. Standart ekleme yöntemi bu girişimleri yok etmenin en iyi yollarından biridir. Bu tür fiziksel girişimlerin nedeni sisleştirme işlemine bağlı olduğu için bunlar grafit fırında ortaya çıkmaz. Ancak pipetle enjeksiyon işleminin tekrarlanabilirliğini bir ölçüye kadar etkileyebilirler.

### 2.7.3. İyonlaşma Girişimi

Atomlaştırmalarda elementler sıcaklığa bağlı olarak iyonlaşabilir. İyonlaşma sonucu temel seviyedeki atom sayısı azalacağından ve de iyonların spektral hatları atomların spektral hatları ile aynı dalga boylarında olmadığından iyonlaşma, ölçülmesi gereken absorbandsdan daha küçük değerlerin elde edilmesine neden olur. İyonlaşma genellikle atomlaştırmacı sıcaklığının çok yüksek olduğu durumlarda gerçekleşir. Özellikle IA ve IIA gruplarının elementleri oldukça küçük iyonlaşma enerjilerine sahiptirler ve atomlaştırmacı sıcaklığında iyonlaşırlar. Atomlaştırmacı sıcaklığının düşürülmesi ile iyonlaşma bir ölçüde engellenebilir. Alevli atomlaştırmalarda, propan-hava alevi kullanılarak iyonlaşmanın analize etkisi azaltılabilir. Atomlaştırmacı sıcaklığının düşürülmesi, bir çok elementin tam olarak atomlaşmasını da engelleyebileceği için kesin bir çözüm değildir. İyonlaşma engellemesinin azaltılabilmesi için kullanılan diğer bir yöntem ise, standart ve örnek çözeltilerine, iyonlaşma enerjisi küçük bir başka elementin eklenmesidir. Ortama 500-5000 mg/mL derişiminde, kolay iyonlaşan lityum, sodyum veya potasyum eklenmesiyle, analizi yapılan metale ait,



dengesi, eklene bu alkali metallerin iyonlaşması sonucu oluşan elektron fazlalığı nedeni ile sola kaydırılır ve analizi yapılan metalin iyonlaşması önemli ölçüde engellenir.

#### **2.7.4. Spektral Girişimler**

Spektral girişim tayin elementinin hattının başka bir elementin hattı ile çakışmasıdır. Zemin girişimleri, dalga boyuna bağlı olmadan geniş bir band şeklinde ortaya çıkar ve tayinin yapılan maddenin konsantrasyonunun yüksek çıkmasına neden olur. Standart ilave etmekle bu tip girişimin önüne geçilemez. Bu tip girişimlerde standart ilave yöntemindeki doğrunun eğimi sabit kaldığı halde absorpsiyon büyüdüğünden, doğrunun kayması değişir. İki sebepten dolayı spektral girişim görülebilir. Bunlardan birincisi çok elementli oyuk katot lambaları kullanıldığında uygun yarı genişliğinde çalışılmamışsa birden fazla elementin emisyonunun aynı anda dedektöre ulaşmasından kaynaklanır. Bu durumda beklenenden fazla sinyal gözlenir. İkinci sebep ise analiz elementi absorpsiyonunun örnekteki başka bir elementin hattı ile çakışmasıdır.

#### **2.7.5. Zemin Girişimi**

Atomik absorpsiyon analizlerinde başlıca hata kaynaklarından biri de, ölçüm yapılan dalga boyunda, atomlaşma ortamında bulunan molekül ve radikallerin absorpsiyon yapması ve küçük parçacıkların ışığı saçmasıdır. Zemin girişimi olarak adlandırılan bu girişimler sonucu absorpsiyonda pozitif bir sapma olur.

Zemin girişimlerinin düzeltilmesinde kullanılan yöntemler, çift hat yöntemi, sürekli kaynak kullanılması yöntemi, Zeeman yöntemi ve Smith – Hieftje yöntemidir.

### **2.8. Zemin Düzeltme Teknikleri**

#### **2.8.1. Çift hat Yöntemi**

Absorbansın iki farklı dalga boyunda iki kez ölçülmesi ilkesine dayanır. Birinci ölçüm analizi yapılan elementin ışığı absorpladığı karakteristik dalga boyunda yapılır. Elde edilen absorbans, analizi yapılan elementin atomlarının absorbansı ile zemin girişimine



neden olan diğer türlerin absorpsiyonlarının toplamına eşittir. İkinci ölçüm ise analizi yapılan elementin atomlarının absorpsiyon yapmayacağı fakat birinci dalga boyuna çok yakın bir dalga boyunda yapılır. Bu dalga boyu bir asal gaz veya başka bir elementin oyuk katot lambasında elde edilen bir hat olabilir. İkinci dalga boyunda ölçülen absorpsiyon, sadece zemin girişimine neden olan türlere ait absorpsiyondur. İki ölçüm arasındaki fark, örneğe ait gerçek absorpsiyon değerini verir. [10]

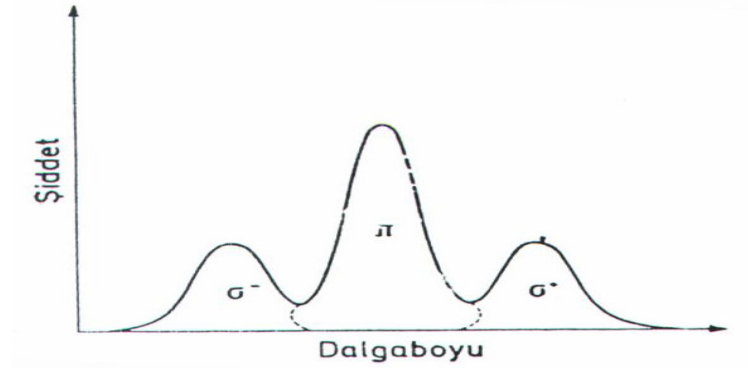
### 2.8.2. Sürekli Işık Kaynağı Yöntemi

Bu yöntemde oyuk katot lambasına ek olarak, döteryum veya hidrojen lambası gibi geniş bir dalga boyu aralığında ışınım yapabilen bir ışık kaynağı yerleştirilir. Bu iki kaynağın yaydığı ışınım bir ışık bölücü yardımıyla ardarda ulaştırılır. Oyuk katot lambasının yaydığı ışık atomlaştırıcıda bulunan analiz elementinin atomları ve zemin girişimlerine neden olan türler tarafından absorplanır. Sürekli ışık kaynağının yaydığı ışığın analiz elementinin atomları tarafından absorplanan kısmı, lambanın yaydığı ışığın şiddetine oranla ihmal edilebilecek kadar azdır. Böylece sürekli ışık kaynağının yaydığı ışınımın sadece zemin engellemelerine neden olan moleküller ve diğer türler tarafından absorplandığı kabul edilebilir. İki sinyal arasındaki fark örneğin gerçek absorpsiyon değerini verir.

### 2.8.3. Zeeman Yöntemi

Zeeman yöntemi, bir manyetik alanın uygulanması ile atomik enerji düzeylerinin yarılmaya uğraması olayıdır. Singlet enerji düzeyleri arasındaki geçişlerde manyetik alan varlığında spektral hatlar üçe veya üçlü gruplara yarılmakta ve bu olaya normal zeeman etkisi adı verilmektedir. Singlet düzeyler dışındaki düzeyler arasında gerçekleşen geçişlerde hatların daha fazla sayıda bileşenlere yarılmaya uğraması ise, kural dışı zeeman etkisi olarak adlandırılır. Şekil 2.3'de görüldüğü gibi normal zeeman etkisi olayında oluşan bu spektral bileşenlere  $\pi$ ,  $\sigma^-$ ,  $\sigma^+$  bileşenleri adı verilir. Oluşan bu bileşenlerden  $\pi$  bileşeni, söz konusu elementin manyetik alan yok iken absorpsiyon yapacağı dalga boyu ile aynı değere sahipken,  $\sigma^-$  ve  $\sigma^+$  bileşenleri  $\pi$  bileşenine göre sırasıyla daha büyük ve daha küçük dalga boylarındadır ve her biri  $\pi$  bileşeninin şiddetinin yarısına eşit bir şiddete

sahiptir. Manyetik alan varlığında böylece ayrılan bileşenler, ayrıca birbirine dik düzlem dalgalarıdır.  $\pi$  bileşeni manyetik alana paralel olarak yönelirken,  $\sigma^-$  ve  $\sigma^+$  bileşenleri manyetik alana dik yönde yönelirler. Zeeman etkisi ile zemin girişimlerinin düzeltilmesi, bu bileşenlerin farklı yönlerde polarize olması özelliğinden faydalanılır.



Şekil 2.3. Zeeman Etkisi

#### 2.8.4. Smith-Hieftje Yöntemi

Oyuk katot lambası normal akımda çalışırsa, ilgilenilen dalga boyunda tek bir pik verir. Eğer akım yükseltirse pik yarılr ve ikiye ayrılır. Normal akımda analit absorbansı ve zemin absorbansı toplam olarak ölçülür. Yüksek akımda yalnızca zemin absorbansı ölçülür. Aradaki fark düzeltilmiş analit absorbansıdır.

### 2.9. AAS'nin Analitik Performansı ile İlgili terimler

#### 2.9.1. Duyarlık

Okunan absorbans değerlerinin standart çözeltilerin derişimlerine karşı grafiğe geçirilmesiyle elde edilen kalibrasyon eğrisinin eğimi duyarlık olarak tanımlanır. Atomik absorpsiyonda duyarlık özel olarak analiz elementinin net % 1'lik absorpsiyonuna veya 0.0044'lük absorbans değerine karşılık gelen derişim olarak tanımlanmıştır [3-6].

### 2.9.2. Doğruluk

Ölçülen bir değerın gerçek bir değere ne kadar yakın olduğunu belirtir ve analitik işlemin çok sayıda tekrarlanmasıyla bulunan ortalama değerin gerçek değere yakınlığı olarak tanımlanır.

### 2.9.3. Kesinlik

Kesinlik, sonucun tekrarlanabilirliğın bir ölçüsüdür. Çalışma şartlarında uygulanan analitik işlemlerin tekrarlanması ile elde edilen sonuçların birbirine yakınlığı kesinliği belirler. Kesinliğin en yaygın kullanılan ölçüsü standart sapmadır.

### 2.9.4. Gözlenebilme Sınırı (DL)

Bir analitik yöntemin performansı genellikle gözlenebilme sınırı ile ölçülür. Gözlenebilme sınırı teorik olarak analitin tayin edilebilen en küçük derişimi olarak tanımlanır ve  $x = \bar{x}_{k\ddot{ö}r} + 3 \cdot s_{k\ddot{ö}r}$  ile bulunan derişimdir.  $\bar{x}_{k\ddot{ö}r}$ , kör çözeltinin ortalama sinyali ve  $s_{k\ddot{ö}r}$  de standart sapmasıdır, bulunan  $x$  absorbans biriminde olup, kalibrasyon doğrusundan karşılık gelen derişim bulunur. Bu gözlenebilme sınırıdır [11].

### 2.9.5. Tayin Sınırı (LOQ)

Gözlenebilme sınırında tekrarlanabilirlik çok düşük olduğundan, gerçek tayinler için sınır DL değerinin bazen 5 bazen de 10 katı olarak alınır ki, bu değere tayin sınırı (LOQ) denir. Bu sınır için önemli ölçüt, kabul edilebilir bir RSD değeridir. Sağlıklı tayinler için en az LOQ kadar bir derişim gereklidir [10].

### 2.9.6. Kalibrasyon Doğrusu ve Analitik Aralık

Derişim-sinyal ilişkisi düşük derişimlerde doğrusallık gösterirken yüksek derişim değerlerinde duyarlılık azalırken çalışma doğrusunda bükülme başlar. Sonuçta kalibrasyon eğrisinin küçük bir bölümü doğrusaldır. Standart ekleme, multi element analizinde eser, minör, majör elementlerin aynı anda tayini gibi faktörler, doğrusal

bölgenin belirlenmesinde zorunluluk gerektirmektedir. Ayrıca bu bölge en duyar bölgeyi kapsadığı için de önemlidir. Kalibrasyon eğrilerinin doğrusal bölgesinin bulunmasında artan derişime karşılık bağıl standart sapmanın grafiğe alınmasıyla elde edilen eğrinin incelenmesiyle tespit edilir [11,12].

## **2.10. AAS İle Elementlerin Kantitatif Tayini**

AAS ile genellikle metalik özellik gösteren elementlerin tayini yapılır. Bütün element atomları kendilerine özgü dalga boyundaki ışını absorplayıp uyarıldıkları zaman elektronların bulunduğu daha yüksek enerji seviyelerine bağıl olarak farklı şiddetlerde ve dalga boylarında absorpsiyon hatları oluşur. Spektroskopik analizlerde çalışılacak dalga boyu seçilirken en şiddetli absorpsiyonun olduğu dalga boyu belirlenir. Böylece seçilen dalga boyunda küçük derişimlerde bile absorbans değerleri okunabilir.

AAS'de elementlerin kantitatif tayini için kalibrasyon grafiği ve standart ekleme yöntemleri kullanılır.

### **2.10.1. Kalibrasyon Grafiği Yöntemi**

AAS'de kantitatif analiz Lambert – Beer yasasına dayanılarak yapılır. Bütün şartlar sağlandıktan sonra derişimleri bilinen standart çözeltilerin ölçülen absorbans değerleri derişimlerine karşı grafiğe geçirilerek uygun bir kalibrasyon eğrisi elde edilir. Daha sonra örneğin absorbansı okunarak grafik yardımıyla analiz elementinin derişimini bulunur.

### **2.10.2. Standart Ekleme Yöntemi**

Örneğin bulunduğu matriksten kaynaklanan fiziksel ve kimyasal girişimler sonuçlara etki eder. Örnekteki matriks tam olarak bilinmiyorsa matriksin etkisini standart çözeltilerle tamamen gidermek mümkün olmaz. Yani örnekteki absorbans derişim ilişkisi standart çözeltilerinkinden farklıdır. Bu gibi durumlarda standart ekleme yöntemi kullanılır. Bunun için numune en az üçe ayrılır. Birinci kısım belli bir hacme kadar çözücü ile seyreltilir. İkinci ve üçüncü kısımlara artan miktarlarda standart

çözümlerden eklemeler yapılır ve çözümler ile birincinin hacmine getirilir. Her çözeltinin absorbansı ölçülür ve eklenen element derişimlerine karşı absorbanslar grafiğe geçirilir. Kalibrasyon doğrusunun yatay eksenini kestiği noktanın negatif işaretlisi çözeltideki bilinmeyen derişimini verir.

### 3. BÖLÜM

#### ESER ELEMENT ANALİZLERİ

Eser derişimi olarak kabul edilen derişim aralıđı gelişen analiz tekniklerine bađlı olarak deđişim göstermiştir. 1940 yılına kadar  $10^{-1}$ - $10^{-2}$  çok seyrek olarak da  $10^{-3}$  eser olarak kabul edilirken 1950’de  $10^{-3}$  –  $10^{-5}$ , 1965’de ise  $10^{-6}$ –  $10^{-8}$  eser derişimi olarak belirtilmiştir. İlk isimlendirme ve sistematik yaklaşım 1973’de Kaiser tarafından yapılmış ppm ( $\mu\text{g/mL}$ ) ve ppb ( $\mu\text{g/L}$ ) tanımları verilmiştir. Bugünkü yaygın kullanım şekline göre ise  $10^{-2}$  –  $10^{-6}$  derişim aralıđı eser,  $10^{-6}$ ’nın altındaki derişimler ise ultra eser olarak bilinmektedir.

Son yıllarda analitik kimyanın en önemli dalı haline gelen eser element analizleri, eser elementlerin deđişik alanlardaki fonksiyonları anlaşıldıkça önem kazanmıştır. Bu sebeple elektronikten ziraat alanına kadar pek çok deđişik alanda, eser elementlerin etkileri araştırılmıştır. Eser element analizinin öneminin artmasının sebeplerinden birisi de modern teknolojinin gelişmesi ile yüksek saflıktaki malzemeye olan ihtiyaçtır. Bu sebeplerle pek çok alanda sistematik eser element analizleri yapılmış ve bu alandaki çalışmalar hızlanmıştır.

Eser element analizi terimi ise büyük miktarlardaki bileşenlerden oluşan ortam içinde çok küçük miktarlardaki elementlerin tayini için kullanılmaktadır. Bu ortamlar ise metaller, madenler, mineraller, bileşikler, su, sulu çözeltiler, organik ve biyolojik maddeler olabilir. Birçok durumda eser elementin içinde bulunduğu ortam, tayin üzerine olumsuz etki yapar. Böyle ortamlarda yeterli duyarlık, kesinlik ve doğrulukla sonuç alınamaz. Eser analizde örnek alma basamağında eser analiz problemi başlar. Özellikle katılar, homojen olmayan eser element dağılımı gösterebilir. Bu durumda örnek alma

başlı başına önemli bir problem olabilmektedir. Uygun örneğin alınması halinde, tayinde kullanılacak aletsel tekniğin tayin sınırındaki sınırlamalar diğer bir problemi oluşturur. Eser element derişiminin tayininde gözlenebilir sinyal elde edilebilmesi için eser derişimi tayin sınırının üzerinde olmalıdır. Aksi takdirde gözlenebilir bir sinyal elde edilemez. Böyle durumlarda analiti gerek uygun ortam içine almak gerekse küçük hacimde toplayarak deriştirmek amacıyla ayırma ve zenginleştirme işlemleri uygulanır [1,11]

### **3.1. Ayırma ve Zenginleştirme Yöntemleri**

Ayırma, bir maddenin temasta bulunan iki faz arasında değişik oranda dağılması esasına dayanır. Bütün ayırma yöntemlerinde katı – sıvı, sıvı – sıvı, sıvı – gaz ve katı – gaz şeklinde olabilen iki faz bulunmaktadır. Eser element analizinde genel olarak ayırma yöntemlerinin 3 ayrı uygulaması vardır. Bunlar;

**1.Makro – mikro ayırma :** Ana bileşen numuneden uzaklaştırılırken, eser bileşenler çözeltide kalır.

**2.Mikro– makro ayırma :** Eser bileşenler katı veya çözülmüş numuneden kurtarılırken ana bileşen çözeltide kalır.

**3. Mikro – mikro ayırma :** Eser bileşenler diğer eser bileşenlerden ayrılır.

Eser analizde ilk uygulama pek kullanılmaz. Çünkü ana bileşen ayrılırken, beraberinde eser elementleri de sürükleyebilir. Diğer iki uygulama eser analizde daha çok kullanılmaktadır.

Zenginleştirme yöntemleriyle eser elementler bozucu ortam bileşenlerinden ayrılarak daha küçük hacim içerisine alınıp deriştirilir. Zenginleştirme yöntemlerinin değerlendirilmesinde iki önemli kriter kullanılır. Bunlardan birincisi geri kazanma verimi dir (R) ve aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$\%R_A = \frac{Q_A}{Q_A^0} \times 100$$

Burada:

$Q_A^0$  : Numunede bulunan analiz elementinin miktarı

$Q_A$  : Zenginleştirme sonrası ikinci ortamdaki analiz elementinin miktarıdır.

İdeal bir ayırmada R, % 100 olmalıdır. Fakat büyük geri kazanma değerine ulaşmak her zaman mümkün değildir. Düşük derişimlerde çalışıldığında % 90 veya % 95'lik geri kazanma verimleri yeterlidir. Kantitatif geri kazanma verimidir.

İkinci terim ise zenginleştirme katsayısıdır. ( $R_{T/M}$ ) Aşağıdaki formülle hesaplanır.

$$R_{T/M} = \frac{Q_T / Q_T^0}{Q_M / Q_M^0}$$

Burada : M matriksi, T'de söz konusu elementi göstermek üzere;

$Q_T^0$  ve  $Q_M^0$ : Numunedeki T ve M miktarını

$Q_T$  ve  $Q_M$ : Zenginleştirme sonrası ikinci ortamdaki T ve M miktarıdır.

Eser analizde zenginleştirme yöntemleri önemli fonksiyonlar üstlenmektedir. Zenginleştirme teknikleriyle;

1. Eser element miktarının, ortam miktarına oranı artırılır.
2. Orijinal ortam bileşenleri (matriks) yerine, yeni ve tayin tekniği için uygun ortam oluşturulur.
3. Özellikle çözme işlemiyle kombine olarak kullanılan zenginleştirme işlemiyle, yeni ortamda analit homojen dağılma gösterir.
4. Kalibrasyon için gerekli standart hazırlaması kolaylaşır.

Eser element zenginleştirme yöntemleri seçilirken şu ölçütler dikkate alınmalıdır;

1. Zenginleştirme yöntemini takip eden tayin yöntemi



2. İstenilen eser element sayısı (tek element mi yoksa çok element tekniği isteniyor)
3. Eser elementlerin en düşük derişim sınırları
4. Yöntemin geri kazanma değeri
5. Zenginleştirme faktörü
6. Kontaminasyon
7. Örnek büyüklüğü
8. Örnek sayısı
9. Tekniğin karmaşıklığı
10. Zenginleştirme için geçen süre
11. Fiyat ve laboratuvar şartları

Eser element zenginleştirme yöntemlerinden bazıları aşağıda açıklanmıştır [13,14].

### **3.1.1. Ekstraksiyon İle Zenginleştirme**

Ekstraksiyon bir kimyasal bileşimin bir sıvı fazdan bununla karışmayan başka bir sıvı içerisine geçme işlemidir. Eser elementin organik faz içerisine özütlenmesi eser elementin nötral bir yapı içerisine alınmasını esas alır. Bu tip bir ekstraksiyonda kullanılan nötral yapılar; şelat, iyon çifti ve kovalent yapılarıdır.

1. Eser elementlerin şelat ekstraksiyonu: Doğal sular, atık sular, yüzey suları ve yer altı sularında bulunan çeşitli düzeylerdeki eser elementler uygun bir pH da şelatlarına çevrilerek örneğe göre küçük hacimli bir organik faz içerisine ekstrakte edilir. Organik faz içerisine alınan bu elementler deriştirilmiş olarak doğrudan veya tekrar sulu faza geri ekstrakte edilerek çeşitli tayin teknikleriyle tayin edilirler. Özellikle eser elementlerin daha fazla deriştirilmesi için geri ekstraksiyon yani organik fazdan sulu faza çekme işlemi tercih edilir. Ekstraksiyon sadece sıvı örneklerin değil katı örneklerin de matriksden kurtarılmasında kullanılır. Bunun için ilk basamak katı örneğin çözülmesidir. Şelat ekstraksiyonunda ilk işlem sulu fazdaki örneğin içerdiği elementlere bağlı olarak uygun reaktif seçimidir. Reaktif istenilen eser elementlerle şelat oluşturmalı, istenmeyen bileşenlerle de şelat oluşturmamalıdır. Bu anlamda

şelatlar özellikle alkali ve toprak alkali bileşiklerindeki veya bunları içeren örneklerdeki eser elementlerin ekstraksiyonunda tercih edilir. Çünkü şelat yapıcı ligandlar alkali ve toprak alkalilerle bazı istisnalar da olsa genelde şelat oluşturmazlar. Uygulamada ekstraksiyona başlamadan önce ortamın pH'sı ayarlanır, daha sonra ligand eklenir.

2. İyon çifti Ekstraksiyonu : İyon çifti kompleksleri de nötral yapılar olduğu için organik çözücüler içerisine ekstrakte edilebilirler. İyon çifti komplekslerinin ekstraksiyonunda kantitatif eşitlikler veya formüller üretmek zordur. Çünkü iyon çiftleri aşırı kuvvetli elektrolitler varlığında oluşur. Aynı zamanda çok sayıda denge ile farklı yapıları iyon çiftleri de bulunabilir. İyon çiftlerinden ekstraksiyonda en çok organik kompleksler kullanılır. İyon çiftleri genellikle inorganik ligandların oluşturduğu anyonik komplekslerle  $H^+$  iyonu arasında gerçekleşir  $[H^+, ML_{n+1}^-]$ .

Ekstraksiyon işleminde seçimlilik, pH, sulu fazdaki yan tepkimeler, ligand, çözücü türü ve sıcaklık gibi değişkenlerden yararlanarak sağlanır. Ekstraksiyon verimliliği, sulu fazdan organik faza geçen madde miktarının büyüklüğü olarak tanımlanır. Dağılım oranı D ile belirlenir.

$$D = \frac{\sum C_o}{\sum C_{aq}}$$

Denge kurulduğunda,  $C_o$  : analitin organik fazdaki toplam derişimi,  $C_{aq}$  : analitin sulu fazdaki toplam derişimi ifade etmektedir. Ekstraksiyon işleminde verimliliği artırmak için sinerjik etki, birlikte ekstraksiyon ve tuz etkisi işlemlerinden yararlanır [14].

### 3.1.2. Birlikte Çöktürme İle Zenginleştirme

Çöktürme metodlarının elementlerin ayrılmasında kullanımı sulu çözeltilerde bileşiklerin çözünürlüklerinin farklı olmasına dayanır. Eser elementlerin çözeltilerden birlikte çöktürme metodu ile kantitatif olarak ayrılmasında, kollektör denilen taşıyıcılar kullanılır. İnorganik veya organik karakterli büyük yüzeyli çökelek oluşturularak, eserlerin bu çökelek yüzeyinde adsorplanması sağlanır. Birlikte çöktürmenin mekanizması, eser element ile taşıyıcının fiziksel ve kimyasal özellikleri ve deneysel şartlara bağlıdır. Buna göre birlikte

çökme hapsolme, karışık kristal oluşumu veya adsorpsiyon şeklinde üç tür mekanizma gösterir.

Örnek çözeltisine, yeteri miktarda çökelek oluşmasını sağlayacak kadar taşıyıcı ilave edilmelidir. Girişim yapabilecek iyonların absorpsiyonunu engellemek için de taşıyıcı miktarının mümkün olduğu kadar az olması gerekir. Çöktürme yöntemleri çoğunlukla eser elementlerin tek başına ayrılmasında kullanıldığı gibi, ana bileşenin eser bileşenlerden ayrılmasında da kullanılır. Çöktürme pH'sı denetlenerek seçicilik sağlanır. Ana bileşeni eser bileşenden ayırmak için çöktürme işleminin kullanılması yaygın değildir. Çünkü ana bileşen çökerken eser bileşenleri de sürükleyip birlikte çöktürebilir. Bu da madde kaybına yol açar .

### **3.1.3. Elektrolitik Zenginleştirme**

Eser miktardaki ağır metallerin çeşitli çözeltilerden ayrılmasında elektroliz yöntemi kullanılır. Elektrolit ve numunenin bileşimi, elektrot türü ve şekli, elektroliz hücresi ve diğer deneysel değişkenler bir elementin elektrolitik biriktirilmesine büyük ölçüde etki eder. Eser elementlerin zenginleştirilmesinde çok kullanılan potansiyel kontrollü elektrolizin yanı sıra sıyırma yöntemleri de yaygın olarak kullanılır.

### **3.1.4. İyon Değiştirme**

İyon değiştirme tekniğinde eser element zenginleştirilmesinde çok geniş uygulama alanı bulunan bir yöntemdir. İyon değiştirme yöntemi pratikte üç şekilde yapılabilir. Bunlardan birincisi çözelti ve iyon değiştiricinin aynı kapta etkileştirildiği çalkalama tekniğidir. İkincisi örnek çözeltisinin iyon değiştirici kağıt ve membran filtreden geçirilerek eser elementlerin tutulduğu filtrasyon tekniğidir. Üçüncü teknik ise uygulamada en çok kullanılan ve iyon değiştirme yöntemi denince akla ilk gelen kolon tekniğidir.

Çalkalama tekniğinde eser element iyonunun bulunduğu çözelti reçine ile çalkalanır. Belli bir süre dağılma dengesinin kurulması beklenir. Sonucunda süzme ile reçine

çözültiden ayrılır. Reçine uygun çözültülerle etkileştirilip eser elementler çözülti teknikleri ile tayin edilebileceği gibi direkt katı analiz teknikleriyle de tayin edilebilir.

Filtrasyon tekniğinde örnek çözülti iyon deęiştirici kağıt veya membran filtreden geçirilir. Filtre doğrudan veya bozundurulurak eser elementler tayin edilir.

Kolon tekniğinde iyon deęiştirici veya adsorban reçine ile dolu kolondan eser elementleri içeren büyük hacimli çözültüler küçük bir kolondan geçirilerek seçimli olarak tutunmaları sağlanır. Tutunan bu eser elementler daha küçük hacimli bir elüent ile alınır. Bu son hacim buharlaştırma ile daha da azaltılabilir. İyon deęiştirici seçiminde fonksiyonel grupların seçimliliği, deęiştirme kapasitesi, deęiştirme hızı, iyon deęiştiricinin rejenerasyonu ve uygun elüent kullanılması dikkat edilecek hususlardır.

### **3.1.5. Uçurma İle Zenginleştirme**

Kolay uçucu veya kolaylıkla uçucu bileşenlerine dönüştürülebilen bazı elementler için son derece uygun bir yöntemdir. Uçurma ile zenginleştirmede matriks ile eser element arasında uçuculuk farkının büyük olması gerekir. Uçurma ile ayırma işlemi hem matriks hem de eser element uçurularak iki şekilde yapılabilir. Ancak inorganik analizde metallerin uçurma ile zenginleştirilmeleri yaygın değildir.

### **3.1.6. Adsorpsiyon İle Zenginleştirme**

Bir katının ya da bir sıvının sınır yüzeyindeki derişim deęişmesi olayına adsorpsiyon denir. Bu olay gaz sıvı ya da herhangi bir çözültiden çözüneneye ait molekül veya iyonların katı bir madde yüzeyinde tutunarak birikmesiyle ortaya çıkar. Derişimin artışı durumuna pozitif adsorpsiyon, azalışı durumuna da negatif adsorpsiyon denir.

Adsorpsiyon olayını etkileyen faktörlerin başında adsorban maddelerin fiziksel ve kimyasal özellikleri gelir. Katılar, metaller ve plastikler az veya çok adsorplama gücüne sahiptirler. Adsorplama gücü yüksek olan bazı doğal katılar kömürler, killer, zeolitler ve çeşitli metal filizleri, yapay katılar ise aktif kömürler, silikajeller ve özel polimerlerdir. Adsorplama gücü yüksek olan katılarda adsorplanan madde miktarı yüzey büyüklüğü ve gözenekli yapıya bağlı olarak deęişir [10,15].

### 3.2. Amberlite XAD Reçinelerinin Özellikleri

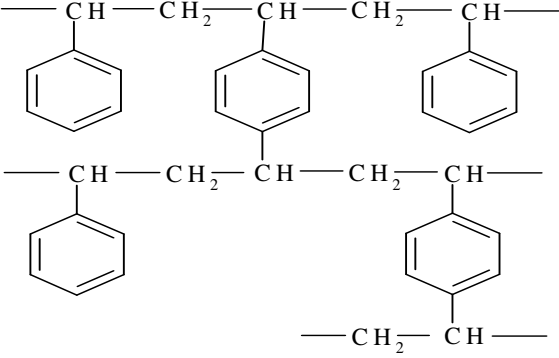
Farklı monomerler kullanılarak elde edilen Amberlite XAD kopolimerleri geniş yüzey alanlarına, sert ve homojen dağılımlı gözeneğe sahip, çapraz bağlı yapılardır. Elüent olarak organik maddelerin kullanılması bu tür reçinelerin üstünlüğüdür. Bununla birlikte organik çözücülere, asidik ve bazik ortamlara karşı kararlı olmaları ve gösterdikleri farklı polarite özellikleri ile son yıllarda ayırma ve zenginleştirme amacıyla sıklıkla kullanılmaktadır.

Organik esaslı, sentetik Amberlite reçinelerini, elde edilişleri ve kullanılışları bakımından iyon değiştirici ve adsorban olmak üzere iki grupta toplamak mümkündür. Her iki yapıdaki Amberlite reçineleri değiştirme/ayırma amaçlı kullanılmaktadır. Adsorban özellikte olanların daha yaygın olduğu literatürden anlaşılmaktadır. Herhangi bir adsorbanın verimi, genel olarak spesifik iç yüzey alanlarına olduğu kadar, spesifik gözenek hacmine ve gözenek büyüklüğü dağılımına da bağlıdır. Bu özellikleri gösteren Amberlite XAD kopolimerlerinden XAD-1, 2, 4, 5, 16 ve 1180 polistiren divinilbenzen reçinesi olup, apolar özelliktedir.

Metal şelatların adsorban üzerinde tutunmaları iki ayrı teknikle sağlanabilmektedir. Bu tekniklerden biri immobilizasyon tekniğidir. Bu teknikte, öncelikle şelat yapıcı, reçine ile reaksiyona girdirilerek kimyasal bağ ile reçine üzerinde tutunması sağlanır. Daha sonra metal çözeltileriyle işleme tabi tutularak, metal şelatlarının reçine üzerinde oluşması sağlanır. Uygun elüsyon vasıtaları kullanılarak reçine üzerinde tutulan metal şelatları elüe edilir. Immobilizasyon tekniğinde elüsyon ile şelat yapıcı ligandların da kolondan ayrılması sebebiyle kolonun çok sayıda deney için kullanımı mümkün olmaktadır. Diğer teknikte ise Amberlite XAD reçineleri dolgu maddesi olarak kolona yerleştirilir ve kolondan önceden oluşturulmuş metal şelatlarını içeren çözeltiler geçirilir. Amberlite XAD reçineleri metal şelatlarının adsorplanması şeklinde yaygın olarak kullanılabileceği gibi, çeşitli elementlerin değişik ortamlarda halojeno kompleksleri şeklinde de tutma özelliğine sahiptir. Bu çalışmada AXAD-1180 reçinesi kullanılmıştır [9,10].

### 3.2.1. Amberlite XAD-1180 Reçinesinin Bazı Fiziksel Özellikleri

Spesifik Yüzey Alanı (m <sup>2</sup> /g)	Gözenek Çapı(A°)	Gözenek Hacmi(mL/g %)	Dipol Moment(D)
650	140	65	—

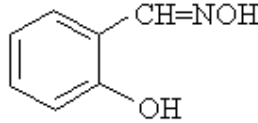
  


The chemical structure shows a cross-linked polymer network. It consists of two main horizontal chains of benzene rings. The top chain is connected to the bottom chain at three points. Each connection point is a methylene (-CH<sub>2</sub>-) group linked to a methine (-CH-) group on a benzene ring. The benzene rings are represented as hexagons with a circle inside, indicating aromaticity. The structure is shown as a repeating unit with bonds extending from the CH and CH<sub>2</sub> groups to indicate the polymer chain continues.

Şekil 3.1. Amberlite XAD -1180 Reçinesinin Kimyasal Formülü

### 3.3. Salisilaldoksimin Bazı Fiziksel Özellikleri

Beyaz renkli katı bir madde olan salisilaldoksimin reaktifi (2-hidroksibenzaldehitoksim) C<sub>7</sub>H<sub>7</sub>NO<sub>2</sub> molekül formülüne sahip olup, molekül ağırlığı 137.2 g/mol, erime noktası 56-59 °C ve 25 °C’de pKa değeri 9.18 ‘dir [16].

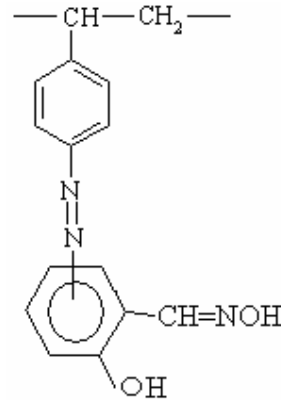


Şekil 3.2. Salisilaldoksimin Yapısı

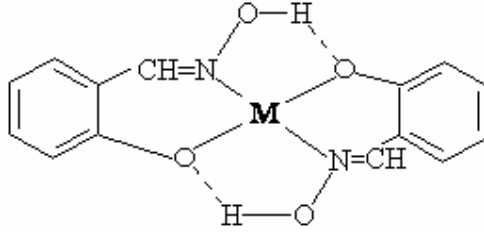
### 3.4. İmmobilizasyon Tekniği

Bütün sıvı kromatografi teknikleri arasında en yaygın olarak kullanılanı dağılıma kromatografisidir. Bu teknik sıvı-sıvı kromatografi ve sıvı bağlı faz kromatografi olmak

üzere iki alt sınıfa ayrılabilir. İki teknik arasındaki fark, katı parçacıklar yüzeyine durgun fazın tutturulmasındaki metot farkından kaynaklanır. Sıvı-sıvı tekniğinde durgun faz katı yüzeyine fiziksel adsorpsiyonla (impregnated); bağlı faz tekniğinde ise kovalent bağlarla (immobilizasyon) tutturulur. Önceleri sıvı-sıvı dağılma kromatografisi yaygın iken şimdi kararlı özelliğinden dolayı daha çok immobilizasyon tekniği yaygın kullanılmaktadır. Bu teknikte, öncelikle şelat yapıcı, reçine ile reaksiyona girdirilerek kimyasal bağ ile reçine üzerinde tutunması sağlanır. Bağlı faz oluşturmak için organik fonksiyonlu gruplar alifatik aminler, eterler, nitriller, ve aromatik hidrokarbonlar kullanılabilir. Böylelikle çok farklı polaritede durgun faz elde etmek mümkündür. Bağlı faz dolgu maddeleri, fiziksel olarak yüzeye tutturulmuş dolgulara göre daha kararlı olma gibi üstünlüğe sahiptir. Yüzeye fiziksel olarak tutturulmuş dolgular zamanla hareketli fazda çözünerek sürüklendikleri için sık sık yeniden kaplanmaları gerekir. Ayrıca bu dolgularla hareketli fazdaki çözünme problemi nedeniyle gradient elüsyon tekniğini uygulamak pratik değildir. Aşağıda bu çalışmada kullanılan salisilaldoksim immobilize edilmiş Amberlite XAD-1180 şelat yapıcı reçinenin muhtemel yapısı ve salisilaldoksim-metal(II) kompleksinin önerilen yapısı görülmektedir [17].



Şekil 3.3. Salisilaldoksim Bağlı AXAD -1180 Reçinesinin Birim Yapısı



Şekil 3.4. Salisilaldoksım-Metal(II) Kompleksinin Önerilen Yapısı

### 3.4.1. İmmobilizasyon ile İlgili Çalışmalar

Guo ve arkadaşları XAD-2 reçinesine kimyasal reaksiyonlar sonucu diazolama yaparak, reçinedeki diazo grubuna 2-Aminoasetiltiyofenoldeki  $-NH$  grubunun bağlanmasını sağlayıp, immobilizasyon işlemi gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri şelat yapıcı reçinenin yapısını elementel analiz, termogravimetrik analiz ve infrared spektrometresi ile aydınlatmışlardır. Adsorpsiyon kapasitesi, pH, örnek hacmi gibi bir çok parametreyi taramışlardır. Geliştirdikleri yöntemi çeşme suyu, nehir suyu ve sediment örneklerinde iyonik Cd, Hg, Ag, Ni, Co, Cu ve Zn'nun zenginleştirilmesi ve tayin edilmesinde kullanmışlardır [18].

Martelli ve arkadaşları anyon değiştirici reçineye yükseltgenme vasıtası olarak potasyumperoksidisülfatı immobilizasyon işlemi uygulayarak bağlamış ve çelik alaşımlarında nikel, su örneklerinde ise Fe(II)/Fe(III) türlemesinin spektrofotometrik tayininde kullanmışlardır [19].

Compano ve arkadaşları XAD-7 üzerine immobilizasyonla 8-(benzen sülfamido) kinolin şelat reçinesinin tutunmasını sağlayarak Zn ve Cd 'un spektroflorimetrik tayini için kullanmışlardır [20].

Masato ve arkadaşları Pd, Pt, Ag ve Au'ı immobilizasyon tekniği kullanarak AAS ile tayin etmişlerdir. Silikajel üzerine immobilizasyon ile ditiyokarbamatı bağlayıp, yöntemlerini 8 değişik silikajel kullanarak karşılaştırma yapmışlardır [21].

Landing ve arkadaşları silikajel üzerine 8-hidroksikinolin'in immobilizasyon ile bağlanmasını sağlayarak, doğal su ve deniz suyu örneklerinde Al, Mn, Fe, Co, Cu, Zn ve Cd tayini yapmışlardır. Yüksek pH'larda kullandıkları şelat yapıcı reçine kararlı



olmadığı için pH 6'da çalışmışlardır. Elüsyon için 5 mL 2M HCl ve 1 mL 0.1M HNO<sub>3</sub> kullanmışlardır [22].

Kumar ve arkadaşları XAD-2 reçinesine kimyasal reaksiyonlar sonucu diazolama yaparak, reçinedeki diazo grubunun Pirogaloldeki benzen halkasına bağlanmasını sağlayıp, immobilizasyon işlemini gerçekleştirmişlerdir. Elde ettikleri şelat yapıcı reçinenin yapısını elementel analiz, termogravimetrik analiz ve infrared spektrometresi ile aydınlatmışlardır. Geliştirilen yöntemi Cu(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Pb(II), Zn(II), Mn(II), Fe(III) ve U(VI)'nın ayrılması, zenginleştirilmesi ve FAAS'de tayin edilmesinde kullanmışlardır [23].

Lee ve arkadaşları XAD-16 reçinesine immobilizasyon ile TAN'ın bağlanmasını sağlayarak içerisinde Zr, Hf ve U'nunda bulunduğu 19 elementin tayin edilebilmesi için yöntem geliştirmişlerdir [24].

Tewari ve Singh Immobilizasyon tekniği kullanarak XAD-2 reçinesine kromotropik asitin bağlanmasını sağlamışlar ve geliştirdikleri yöntemi nehir suyunda Cu(II), Cd(II), Co(II), Ni(II), Zn(II) ve Fe(III) tayini, vitamin tabletlerinde Co(II) tayininde uygulamışlardır [25].

Tewari ve Singh Amberlite XAD-2 reçinesine diazo grubu üzerinden tiyosalisilik asitin immobilizasyonla tutunmasını sağlamışlardır. Elementel analiz, gravimetrik analiz ve infrared spektrumu ile şelat reçinesinin yapısını tayin etmişlerdir. pH 3.5-7, akış hızı 2-4 mL/dk ve elüsyon çözeltisi olarak 2M HNO<sub>3</sub> çözeltisi kullanmışlardır. Geliştirilen yöntemi deniz suyu ve çeşme suyundan eser element tayini için, vitamin tabletlerinde kobalt tayininde uygulamışlardır [26].

Elmahadi ve Greenway gözenekli cama yeşil yosunu immobilizasyonla tutturduktan sonra batch tekniği kullanarak eser elementlerin zenginleştirilmesi ve AAS'de tayininde kullanmışlardır [27].

Bağ ve arkadaşları sepiolit üzerine *saccharomyces cerevisiae* immobilizasyonla bağlanmasını sağlayarak su örneklerinde Cr(III)/Cr(IV) ayrılması, zenginleştirilmesi tayininde kullanmış ve Cr(III)/Cr(IV) türlemesi yapmışlardır [28].

Kumar ve arkadaşları o-Amino fenol Amberlite XAD-2 reçinesine  $-N=N-$  çift bağı üzerinden immobilizasyon ile bağlanması sağlamışlar ve su örneklerinde Co, Ni, Zn, Pb ve Cd tayini için yöntem geliştirmişlerdir [29].

Bağ ve arkadaşları sepiolit üzerine immobilizasyonla adsorban olarak aspergillus nigerin bağlanmasını sağlamış ve Fe(II)/Fe(III) türlemesinde kullanmışlardır [30].

Tokaloğlu ve arkadaşları Amberlite XAD-1180 reçinesine immobilizasyonla 1-(2-Piridilazo) 2-naftol reaktifini tutturmuş ve katı faz ekstraksiyonu tekniğini kullanarak doğal su örneklerinde Ni, Fe, Cd, Cu, Pb, Mn ve Cr tayinini FAAS ile yapmışlardır [31].

## 4. BÖLÜM

### DENEL BÖLÜM

Bu çalışmada eser düzeyde  $Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  elementlerinin tayini için bir ayırma zenginleştirme yöntemi geliştirildi. Amberlite XAD-1180 reçinesine (AXAD-1180) immobilizasyon işlemi ile bağlı salisilaldoksim (SA) dolgulu mini kolonda yapılan zenginleştirme sonrası  $Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  elementlerinin derişimleri FAAS ile belirlendi.

#### 4.1. Kullanılan Aletler

##### 4.1.1. Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Bu çalışmada eser elementlerin tayini için Perkin Elmer Marka AANALYST 800 model alevli atomik absorpsiyon spektrometresi kullanıldı. Hava/asetilen alevi ile çalışıldı. Tayinler kalibrasyon yöntemi ile gerçekleştirildi. Çalışma parametreleri Tablo 4.1'de verilmiştir.

Tablo 4.1. Alevli AAS için Aletsel Değişkenler

Element	Dalga boyu (nm)	Yarık Genişliği (nm)	Lamba Akımı (mA)	Alev Gazları Akış Hızı	
				Hava (L/dk)	Asetilen (L/dk)
Ni	232.0	0.2	30	17	2
Co	240.7	0.2	30	17	2
Cd	228.8	0.7	10	17	2
Mn	279.5	0.2	20	17	2
Cu	324.8	0.7	30	17	2
Pb	283.3	0.7	10	17	2

#### 4.1.2. pH metre ve IR Spektrometresi

Çözeltilerin pH ölçümleri için Consort C533 dijital pH metre kullanıldı. İmmobilizasyon tekniği kullanılarak oluşturulan şelat reçinesinin fonksiyonel gruplarının belirlenmesinde Jasco 460 FT-IR spektrofotometresi kullanıldı.

#### 4.2. Kullanılan Reaktifler ve Hazırlanışları

1 M HNO<sub>3</sub> çözeltisi : Yoğunluğu 1.40 kg/L olan %65'lik HNO<sub>3</sub>'den 17.25 mL alınıp 250 mL'ye saf su ile tamamlandı.

2 M HNO<sub>3</sub> çözeltisi : Yoğunluğu 1.40 kg/L olan %65'lik HNO<sub>3</sub>'den 34.5 mL alınıp 250 mL'ye saf su ile tamamlandı.

3 M HNO<sub>3</sub> çözeltisi : Yoğunluğu 1.40 kg/L olan %65'lik HNO<sub>3</sub>'den 51.75 mL alınıp 250 mL'ye saf su ile tamamlandı.

2 M NaOH çözeltisi : 8 g katı NaOH tartılıp, az miktar suda çözüldü ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

1 M HCl çözeltisi : Yoğunluğu 1.19 kg/L olan %37'lik HCl'den 8.3 mL alınıp 100 mL'ye saf su ile tamamlandı.

1 M NaNO<sub>2</sub> çözeltisi : 6.9 g katı NaNO<sub>2</sub> tartılıp az miktar suda çözüldü ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

%1 (w/v)'lik NaCl çözeltisi: Analitik saflıktaki 1g NaCl tartılıp az miktar suda çözüldü ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

%10'luk NaOH çözeltisi : 10 g NaOH tartıldı ve metanol ile 100 mL'ye tamamlandı.

pH 4 tamponu : 15.4 g CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> saf suda çözüldü. 57.6 mL 14.3 M CH<sub>3</sub>COOH ilave edilip saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

pH 6 tamponu : 11.7 g CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> saf suda çözüldü. 500 µL 14.3 M CH<sub>3</sub>COOH ilave edilip 100 mL'ye saf su ile tamamlandı.

pH 6 tamponu : 2.11 g NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>.2H<sub>2</sub>O ve 0.76 g Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub>.7H<sub>2</sub>O az miktar suda çözüldü ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

pH 7 tamponu : 1.25 g  $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ve 1.07 g  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  az miktar suda çözüldü ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

pH 8 tamponu : 1.07 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  suda çözüldü, üzerine 78  $\mu\text{L}$  14.7 M  $\text{NH}_3$  ilave edildi ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

pH 10 tamponu : 1.07 g  $\text{NH}_4\text{Cl}$  suda çözüldü, üzerine 800  $\mu\text{L}$  14.7 M  $\text{NH}_3$  ilave edildi ve saf su ile 100 mL'ye tamamlandı.

100  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Mn}^{2+}$  ve  $\text{Cd}^{2+}$  ara stok çözeltileri : 1000  $\mu\text{g/mL}$  derişimindeki  $\text{Pb}^{2+}$ ,  $\text{Ni}^{2+}$ ,  $\text{Co}^{2+}$ ,  $\text{Cu}^{2+}$   $\text{Mn}^{2+}$  ve  $\text{Cd}^{2+}$  stok çözeltilerinden 1 mL almp 10 mL'ye saf su ile tamamlandı.

5000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{K}^+$  stok çözeltisi : 2.3837 g  $\text{KCl}$  tartılıp, saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

5000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Mg}^{2+}$  stok çözeltisi : 13.1871 g  $\text{Mg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  tartılıp, saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

20000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Na}^+$  stok çözeltisi : 12.7609 g  $\text{NaCl}$  tartılıp, saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

5000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Ca}^{2+}$  stok çözeltisi : 7.3653 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  tartılıp, saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

20000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Cl}^-$  içeren stok çözelti : 8.2420 g  $\text{NaCl}$  tartılıp saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

200  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{Al}^{3+}$  stok çözeltisi : 0.1390 g  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$  tartılıp saf suda çözümlerek 50 mL'ye tamamlandı.

1000  $\mu\text{g/mL}$ 'lik  $\text{SO}_4^{2-}$  içeren stok çözelti : 0.3697 g  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  tartılıp saf suda çözümlerek 250 mL'ye tamamlandı.

### 4.3. Şelat Reçinesinin Sentezi

5 g AXAD-1180 reçinesi tartıldı. 105°C de kurutulduktan sonra nitrolama işlemine geçildi. Kurutulan reçine üzerine 10 mL derişik  $\text{HNO}_3$  ve 25 mL derişik  $\text{H}_2\text{SO}_4$  karışımı 30 dk içerisinde karıştırılarak yavaş yavaş ilave edildi. Karışım 60°C de 1 saat süreyle

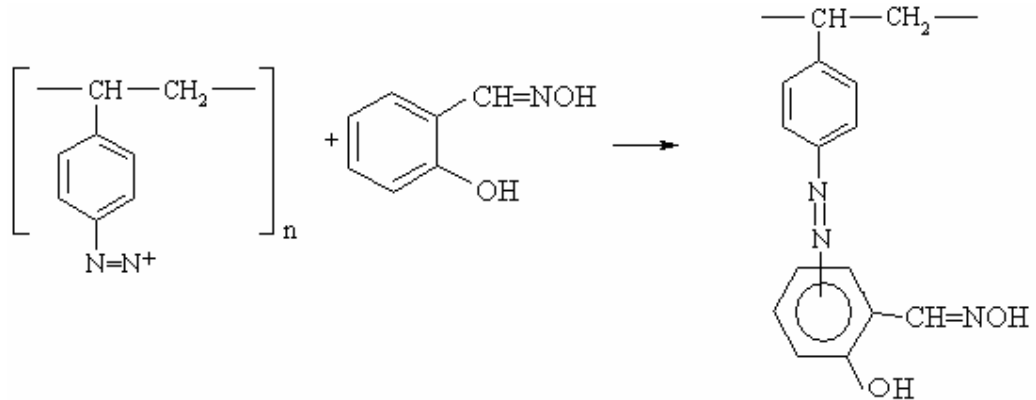
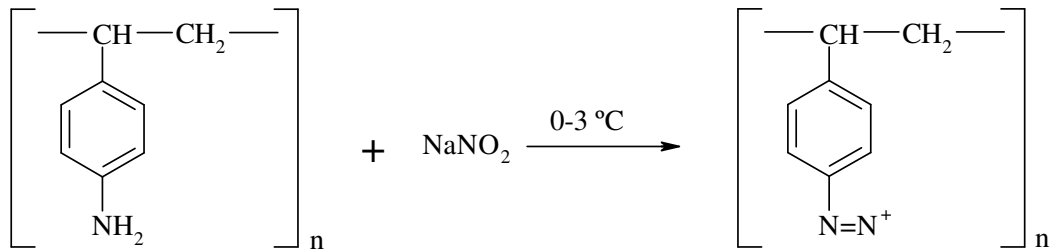
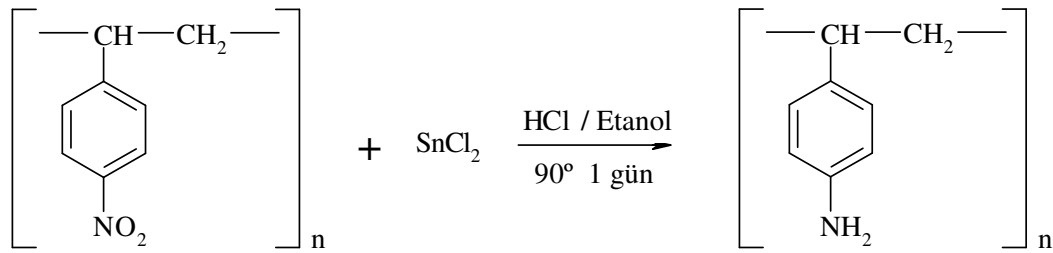
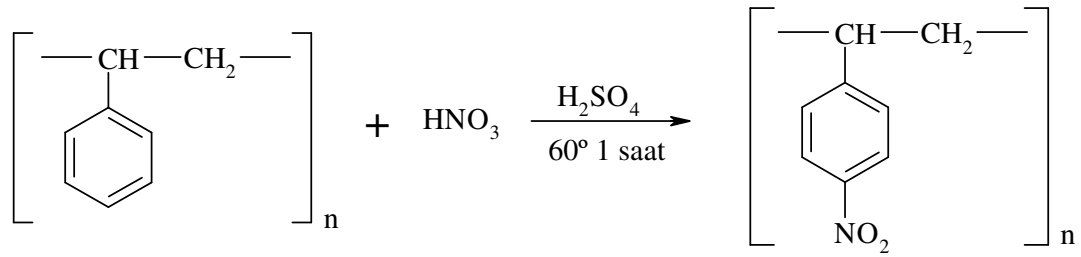
ısıtıldı. Buzlu su ile dolu behere alınarak süzüldü. Saf su ile yıkanarak pH 4-5'e ayarlandıktan sonra aminleme işlemine geçildi. Nitrolanmış reçineye 40g SnCl<sub>2</sub>, 45 mL derişik HCl ve 50 mL etanol içeren indirgeyici karışım ilave edilerek geri soğutucu altında 90°C de 12 saat süreyle indirgeme işlemi gerçekleştirildi. Karışım oda sıcaklığında süzüldü ve 50 mL 2 M NaOH ve 50 mL 2 M HCl ve sonra aşırı HCl uzaklaştırmak için saf su ile yıkandı. Aminlenmiş olan reçine 1 gün boyunca 1 M 100 mL HCl de oda sıcaklığında bekletildi. Bu çözeltiye 0-5°C de 1'er mL'lik kısımlar halinde 1M NaNO<sub>2</sub> ilave edildi. Hızla vakumda süzüldü. Buzlu su ile yıkandı. Böylece reçine diazolanmış oldu. 5 g salisilaldoksim, %10'luk 100 mL NaOH de çözülerek diazolanmış olan reçineye ilave edildi ve 0-5°C de 24 saat bekletildi. Karışım süzülerek bol miktarda saf su ile yıkandı ve havada kurutuldu. Bu şekilde immobilizasyon işlemi tamamlanmış oldu. Hazırlanan dolgu maddesinden belirli bir miktar tartıldı ve küçük bir beherde saf su ile süspansiyon haline getirildi. Bu süspansiyon rezervuar yardımıyla 1x10 cm ebatlarında cam kolona yerleştirildi. Kolon kullanıma başlamadan önce bol miktarda saf su ve 1 M HNO<sub>3</sub> ile yıkandı. Şekil 4.1.'de Şelat reçinesinin sentez basamakları görülmektedir.

#### **4.3.1. AXAD-1180-SA Şelat Yapıcı Reçinesinin Infrared Spektrumunun Yorumlanması**

AXAD-1180 reçinesinin (Şekil 4.3), salisilaldoksim reaktifinin (Şekil 4.4) ve AXAD-1180-SA şelat reçinesinin (Şekil 4.5) IR spektrumları incelendiğinde, AXAD-1180-SA şelat reçinesinde AXAD-1180 reçinesinin spektrumunda görülmeyen -OH grubuna ait 3442 cm<sup>-1</sup>de geniş bir pik gözlemlendi. Ayrıca -C=N- grubuna ait 1637 cm<sup>-1</sup>de bir pik ve muhtemelen -N=N- grubuna ait 1509 cm<sup>-1</sup>de bir pik görüldü.

#### **4.4. AXAD-1180- SA ile Dolgulu Kolonda Eser Elementlerin Ayrılması ve Zenginleştirilmesi**

0.2 g AXAD-1180-SA ile dolgulu kolonda ayırma ve zenginleştirme yönteminin geliştirilmesinde model çözeltiler kullanıldı. Son hacim olan 5mL'de Pb<sup>2+</sup> stok çözeltilerinden 8 µg/mL, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>stok çözeltilerinden 4 µg/mL; Cu<sup>2+</sup>ve Mn<sup>2+</sup>stok çözeltilerinden 2 µg/mL; ve Cd<sup>2+</sup> stok çözeltisinden 0,8 µg/mL olacak şekilde 50 mL'lik model çözeltiye ilave edildi. Çözeltiler NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>/NaHPO<sub>4</sub> tamponu kullanılarak

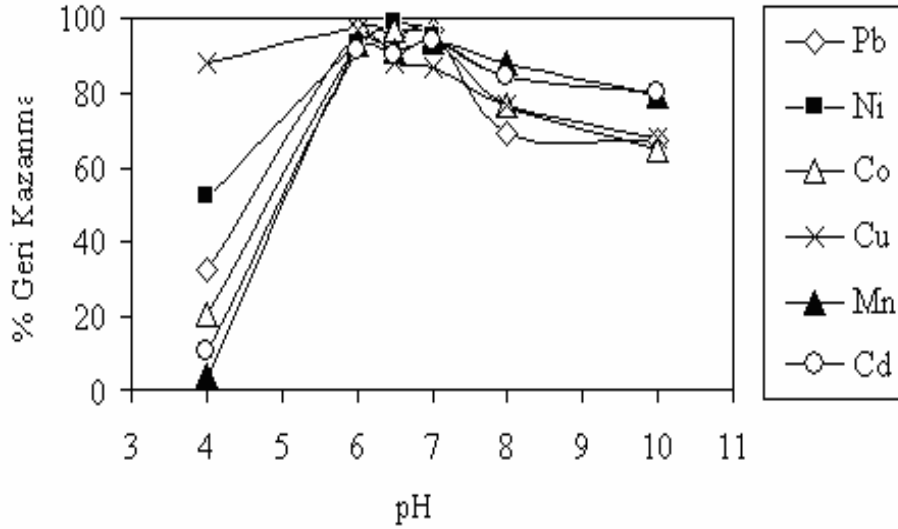


Şekil 4.1. AXAD-1180- SA Şelat Reçinesinin Sentezi

pH 6'ya ayarlandı. Model çözelti kolondan geçirildikten sonra 5 mL 1 M HNO<sub>3</sub> çözeltisi ile elüe edildi. Daha sonra elementlerin tayini alevli AAS ile yapıldı.

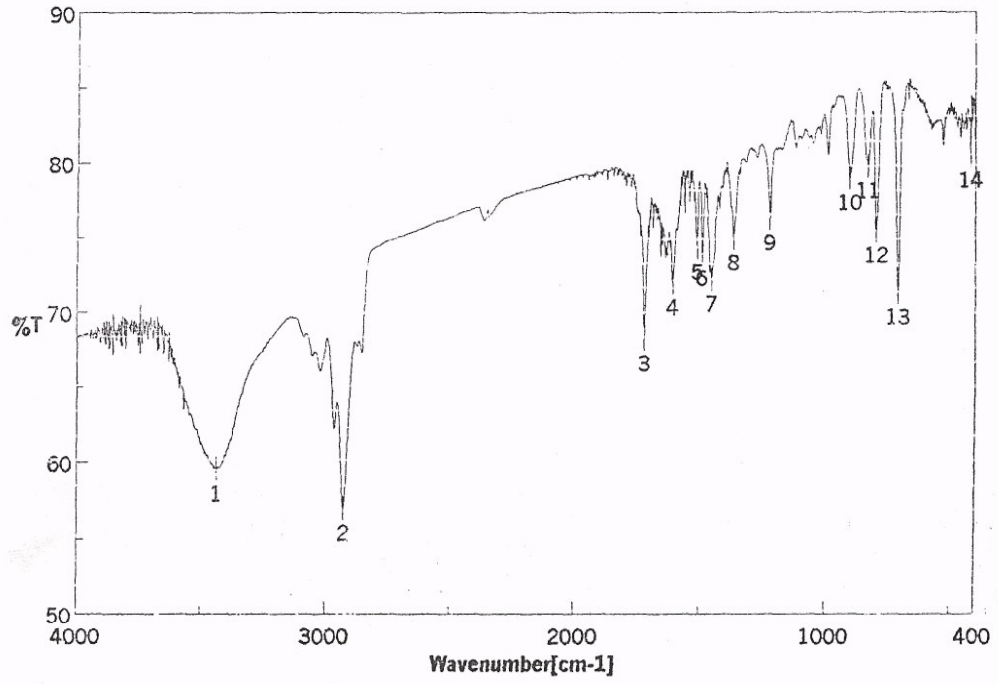
#### 4.4.1. pH Etkisi

Pb<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> ve Cd<sup>2+</sup> elementlerinin AXAD-1180-SA dolgulu kolon ile zenginleştirilmesinde çözelti pH'sının etkisi incelendi. Bunun için çalışılan elementlerden uygun miktarlarda 50 mL'lik model çözeltiye ilave edildi. Hazırlanan çözeltilerin pH değerleri pH: 4'e CH<sub>3</sub>COOH/CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> tamponu ile, pH: 6, 6.5 ve 7'ye NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>/Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> tamponu ile pH: 8 ve 10'a ise NH<sub>3</sub>/NH<sub>4</sub>Cl tamponu ile ayarlandı. Çözeltiler 1.5-2 mL/dk akış hızında kolondan geçirildi. Model çözelti kolondan geçirildikten sonra 5 mL, 1M HNO<sub>3</sub> çözeltisi ile elüe edildi. Herbir pH'da üç paralel çalışma yapıldı. Geri kazanma değerleri üç paralel çalışmanın sonucunun ortalaması olarak hesaplandı. Geri kazanma verimlerinin pH ile değişimi Şekil 4.2'de gösterilmiştir. pH 6'da bütün elementler kantitatif (%R≥95) olarak geri kazanıldı.



Şekil 4.2. Eser Elementlerin Geri Kazanılmasında pH Etkisi

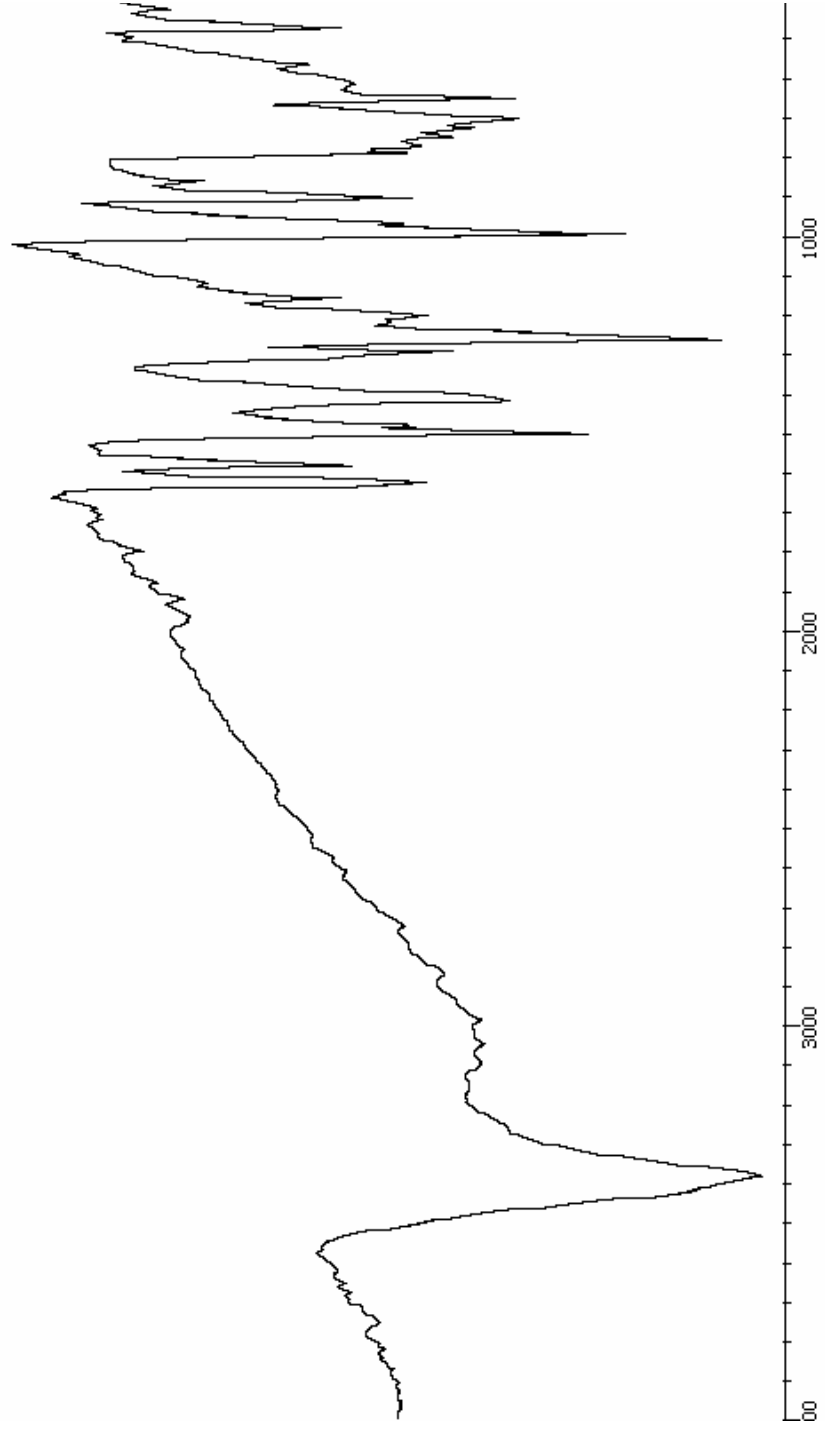




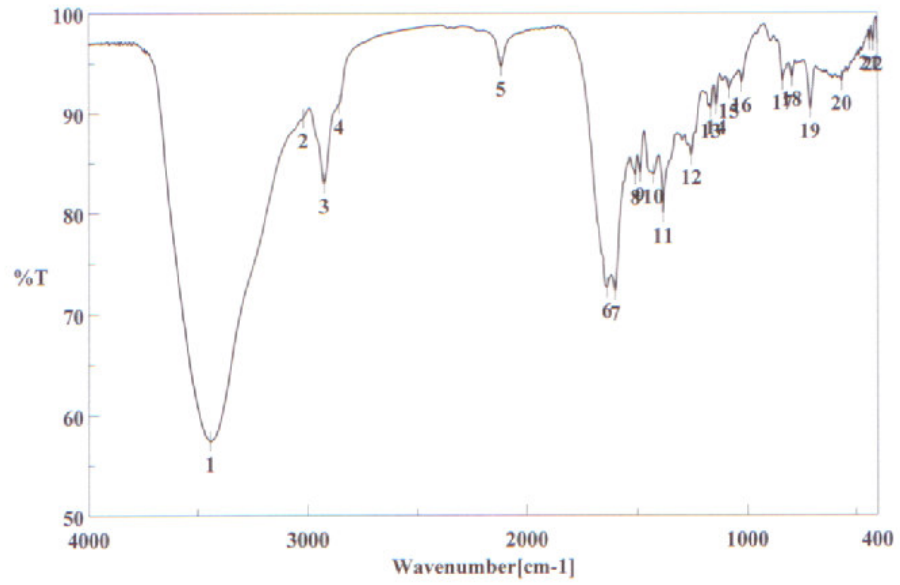
Accumulation 20  
 Resolution 2 cm-1  
 Zero Filling ON  
 Apodization Cosine  
 Gain 1  
 Scanning Speed 2 mm/sec  
 Date/Time 17.10.2003 11:35  
 Update 30.10.2003 14:22  
 Operator  
 File Name xad1180.rec  
 Sample Name  
 Comment

1: 3436.53, 59.574	2: 2926.45, 57.0209	3: 1717.3, 68.172
4: 1604, 71.9963	5: 1507.58, 74.3292	6: 1487.81, 73.9373
7: 1448.28, 72.2185	8: 1362.46, 74.9464	9: 1219.27, 76.2857
10: 903.487, 78.9756	11: 830.687, 79.8157	12: 796.939, 75.465
13: 708.712, 71.3391	14: 419.924, 80.5044	

Şekil 4.3. AXAD-1180 Reçinesinin Infrared Spektrumu



Şekil 4.4. Salisilaldoksim Reaktifinin Infrared Spektrumu



Accumulation 16  
 Resolution 4 cm-1  
 Zero Filling ON  
 Apodization Cosine  
 Gain 1  
 Aperture 7.077 mm  
 Scanning Speed 2 mm/sec  
 Date/Time 25.07.2006 16:45  
 Update 31.07.2006 14:27  
 Operator  
 File Name ersin  
 Sample Name  
 Comment

1: 3442.31, 57.4523	2: 3021.91, 89.4967	3: 2926.45, 82.9632
4: 2858.95, 90.9109	5: 2119.39, 94.724	6: 1637.27, 72.6496
7: 1602.56, 72.351	8: 1509.03, 83.8139	9: 1488.78, 84.0307
10: 1428.99, 83.8883	11: 1383.68, 80.0055	12: 1256.4, 85.8264
13: 1167.69, 90.4699	14: 1144.55, 90.8267	15: 1085.73, 92.4741
16: 1026.91, 93.1111	17: 838.803, 93.3524	18: 796.457, 93.6965
19: 710.64, 90.4894	20: 565.041, 93.2671	21: 435.834, 97.2838
22: 419.442, 97.1871		

Şekil 4.5. AXAD-1180- SA Reçinesinin Infrared Spektrumu

#### 4.4.2. Elüent Cinsinin ve Hacminin Etkisi

Elüent cinsi ve hacmini belirlemek için pH'sı 6 olan 50 mL hacmindeki model çözeltilerle çalışıldı. Tutunan metallerin kolondan elüsyonu 1 M HNO<sub>3</sub>, 2 M HNO<sub>3</sub>, 3 M HNO<sub>3</sub> ve 1 M HCl ile ve değişik hacimler kullanılarak yapıldı (Tablo 4.2). Elüsyon çözeltileri kuruluğa yakın buharlaştırıldı ve 1 M HNO<sub>3</sub> ile 5 mL'ye tamamlandı. HCl asit hariç, HNO<sub>3</sub>'in çalışılan derişim ve hacimleri için geri kazanma değerleri oldukça iyi idi. Geliştirilen yöntem için buharlaştırma işleminin zaman kaybı olmasından dolayı, minimum hacim ve derişimdeki HNO<sub>3</sub> ile elüsyon işleminin yapılmasına karar verildi. Bu amaçla elüe edici olarak 5 mL 1 M HNO<sub>3</sub> seçildi.

Tablo 4.2. Elüent Cinsinin ve Hacminin Geri Kazanma Değerlerine Etkisi  
(pH=6, V= 50 mL, n=3)

Elüent türü ve derişimi	Hacim mL	Geri Kazanma (%)					
		Pb	Ni	Co	Cu	Mn	Cd
<b>HNO<sub>3</sub></b>							
1 M	5	97	98	100	97	98	97
1 M	10	95	97	96	92	99	99
1 M	20	97	100	100	108	96	98
2 M	10	94	98	98	99	98	95
2 M	15	101	100	92	99	95	95
2 M	20	96	99	98	98	93	99
3 M	10	92	94	93	93	94	83
3 M	20	93	99	98	105	98	95
3 M	30	94	93	96	100	95	93
<b>HCl</b>							
1 M	5	92	96	93	88	92	93
1 M	10	96	94	91	89	92	93

#### 4.4.3. Reçine Miktarının Etkisi

50 mL'lik model çözeltilere bilinen miktarlarda Pb<sup>2+</sup>, Ni<sup>2+</sup>, Co<sup>2+</sup>, Cu<sup>2+</sup>, Mn<sup>2+</sup> ve Cd<sup>2+</sup> ilave edildi ve çözeltilerin pH sı 6'ya ayarlandı. Kullanılan şelat reçinesinin miktarı 0.1-0.4 g arasında değiştirilerek zenginleştirme işlemi uygulandı. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.3'de görülmektedir. 0.1 ve 0.2 g'lık reçine miktarları ile çalışıldığında tüm elementler için geri kazanma değerleri kantitatifti. 0.3 ve 0.4 g'lık reçine miktarlarında da Ni ve Co için geri kazanma değerleri ≥ 95 iken, Cd için kısmen kabul edilebilir geri

kazanma deęerleri elde edildi. Reęine miktarının artması ile Pb, Cu ve Mn için geri kazanma deęerlerinin düşmesi, 5 mL 1 M HNO<sub>3</sub>'ün elüsyon için yeterli olmadığını göstermektedir. Daha sonraki çalışmalar için 0.2 g reęine kullanılmasına karar verildi.

Tablo 4.3. Reęine Miktarının Geri Kazanma Deęerleri Üzerine Etkisi  
(pH=6, V= 50 mL, n=3)

Reęine Miktarı (g)	Geri Kazanma (%)					
	Pb	Ni	Co	Cu	Mn	Cd
0.1	95	95	97	95	98	96
0.2	97	98	100	97	98	97
0.3	79	96	97	84	88	93
0.4	79	95	96	80	88	91

#### 4.4.4. Örnek Hacminin Etkisi

Optimize edilen şartlarda 50, 100, 250, 500, 750 ve 1000 mL' lik hacimlerde model çözeltiler hazırlandı. Zenginleştirme işlemi sonrası, örnek hacminin elementlerin geri kazanma deęerleri üzerine etkisi Tablo 4.4'de verilmektedir. Elde edilen sonuçlardan görüldüğü gibi 0.2 g reęine ile Pb için 750 mL örnek hacmine kadar, Ni, Cu ve Mn için 1000 mL örnek hacmine kadar ve Co ve Cd için çalışılan tüm hacimlerde geri kazanma deęerleri kantitatifi. 5 mL'lik son hacim dikkate alındığında, Pb için 100 kat, Ni, Cu ve Mn için 150 kat, ve Co ve Cd için 200 katlık deriştirme faktörleri elde edildi.

Tablo 4.4. Örnek Hacminin Geri Kazanma Deęerleri Üzerine Etkisi  
(pH:6, n:3)

Örnek Hacmi (mL)	Geri Kazanım (%)					
	Pb	Ni	Co	Cu	Mn	Cd
50	97	100	100	93	99	99
100	102	99	98	98	100	97
250	96	96	100	94	97	98
500	93	99	100	95	97	100
750	86	97	98	98	96	98
1000	87	90	94	85	89	98

#### 4.4.5. Matriks Bileşenlerinin Etkisi

$Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  elementlerinin geri kazanım değerleri üzerine matriks iyonların etkisi incelendi. Bu amaçla  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Cl^-$  ve  $SO_4^{2-}$  iyonlarını ayrı ayrı farklı derişimlerde içeren ve pH 6 olan 50 mL'lik model çözeltilere ayırma zenginleştirme yöntemi uygulandı. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.5'de görülmektedir. 10.000  $\mu g/mL$   $Na^+$  iyonu, 500  $\mu g/mL$   $K^+$  iyonu, 250  $\mu g/mL$   $Mg^{2+}$  iyonu (Mn hariç), 50  $\mu g/mL$   $Ca^{2+}$  iyonu (Cu hariç), 10  $\mu g/mL$   $Mn^{2+}$ , 5  $\mu g/mL$   $Fe^{3+}$ , 10  $\mu g/mL$   $Zn^{2+}$ , 10  $\mu g/mL$   $Al^{3+}$ , 250  $\mu g/mL$   $SO_4^{2-}$  (Pb hariç) ve 5000  $\mu g/mL$   $Cl^-$  (Pb hariç) tayin edilen elementler üzerinde önemli bir girişim etkisi yapmadı.

#### 4.4.6. Yöntemin İstatistiksel Değerlendirilmesi

Optimum zenginleştirme şartlarında hazırlanan 50 mL'lik model çözeltiler, AXAD-1180-SA dolgulu kolondan geçirilerek zenginleştirme işlemi uygulandı. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.6'da verilmektedir. Elementlerin % BSS değerleri % 0.7-2.1 arasında değişmektedir.

Gözlenebilme sınırının (DL) tayini için hazırlanan kör çözeltilere (N=15) geliştirilen ayırma-zenginleştirme yöntemi uygulandı ve elementler için gözlenebilme sınırı değerleri  $3s/b$  (s: standart sapma, b: kalibrasyon doğrusunun eğimi) formülü ve Co ve Cd için 200, Ni, Cu ve Mn için 150 ve Pb için 100 katlık derişirme faktörleri dikkate alınarak hesaplandı. Gözlenebilme sınırı değerleri 0.08-1.58  $\mu g/L$  arasında değişmektedir. Sonuçlar Tablo 4.6.'da verilmektedir.

Tablo 4.5. Elementlerin Geri Kazanma Değerlerine Matriks Bileşenlerinin Etkisi (n=3)

İyon (tuzu)	Derişim (µg/mL)	Geri Kazanma (%)					
		Pb	Ni	Co	Cu	Mn	Cd
Na <sup>+</sup> [NaCl]	1000	95	94	95	94	96	99
	5000	87	98	98	97	101	94
	10000	94	97	98	94	94	97
K <sup>+</sup> [KCl]	500	91	97	97	92	96	97
	1000	88	102	90	105	98	91
	2500	82	96	96	87	94	97
Mg <sup>2+</sup> [Mg(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	250	93	95	98	94	38	99
	500	84	100	93	101	38	94
Ca <sup>2+</sup> [Ca(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	50	93	98	97	89	95	99
	100	89	98	98	82	95	96
	200	86	98	98	83	61	94
Mn <sup>2+</sup> [Mn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	10	97	99	98	98	-	96
Fe <sup>3+</sup> [Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]	5	92	96	95	90	98	86
Zn <sup>2+</sup> [Zn(NO <sub>3</sub> ) <sub>2</sub> ]	10	106	99	95	95	100	100
Al <sup>3+</sup> [Al(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> ]	10	95	95	91	95	88	94
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> [Na <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> ]	250	81	97	96	92	100	96
Cl <sup>-</sup> [NaCl]	5000	67	97	97	92	100	93

Tablo 4.6. Optimum Şartlarda, Uygulanan Zenginleştirme İşlemi Sonrası Yöntemin Tekrarlanabilirlik Sonuçları ve Gözlenebilme Sınırı Değerleri

	<b>Pb</b>	<b>Ni</b>	<b>Co</b>	<b>Cu</b>	<b>Mn</b>	<b>Cd</b>
N=7	96.0 ± 2.0 <sup>a</sup>	95.4 ± 0.8	98.6 ± 1.0	99.9 ± 0.7	99.4 ± 1.3	96.4 ± 1.5
%BSS	2.1	0.8	1.0	0.7	1.3	1.6
GS <sup>b</sup> , µg/L	1.58	0.20	0.25	0.31	0.28	0.08

<sup>a</sup>: % Geri kazanma (R) ± s <sup>b</sup>: Gözlenebilme sınırı (N=15)

#### 4.5. Geliştirilen Yöntemin Doğruluğu

##### 4.5.1. Sertifikalı Referans Madde (TMDA-62) Analizi

Geliştirilen yöntemin doğruluğunu belirlemek için sertifikalı referans madde (TMDA-62) analizi yapıldı. Bu sertifikalı göl suyu örneğine geliştirilen yöntem uygulandı. Elde edilen sonuçlar Co ve Cd hariç sertifikalı değerler ile uyumlu idi. (Tablo 4.7).

Tablo 4.7. Sertifikalı göl suyunda (TMDA-62) analiz sonuçları (n=3)

<b>Element</b>	<b>Sertifikalı Değerler (µg /L)</b>	<b>Bulunan Değerler (µg/L)</b>	<b>Geri Kazanma (%)</b>
Pb	99.3 ± 0.90 <sup>a</sup>	96.7 ± 3.8 <sup>b</sup>	97.4
Ni	97.7 ± 0.74	92.5 ± 3.4	94.7
Co	99.7 ± 0.78	72.9 ± 1.8	73.1
Cu	106 ± 0.92	102 ± 5	95.9
Mn	103 ± 0.80	102 ± 2	99.4
Cd	90.2 ± 0.70	72.1 ± 1.6	79.9

<sup>a</sup>: % 95 güven aralığı <sup>b</sup>: standart sapma



## 5. BÖLÜM

### YÖNTEMİN ÖRNEKLERE UYGULANMASI

#### 5.1. Sulama Suyunda Eser Element Tayini ve % Geri Kazanma

Geliştirilen yöntem AXAD-1180-SA dolgulu kolon kullanarak kuyu suyu örneğine uygulandı. Bunun için Kayseri ili Yeni Mahalle semtindeki evlerin bahçesinde bulunan ve sulama amacıyla kuyulardan motorlar yardımıyla çıkarılan su örneğinden numune alındı.

Alınan su numunelerinin saklanması amacıyla 5 L hacminde polietilenden imal edilmiş kaplar tercih edildi. Bu kaplar, önce deterjanlı su ile birkaç kez yıkanarak ön temizliği yapıldı. Sonra saf sudan geçirilerek bir gün süre ile nitrik asit çözeltisinde bekletildi. Daha sonra iki kere daha distile su ile yıkandı. Böylece numune kapları numune almaya hazır hale getirilmiş oldu. Alınan su örneği derişik HNO<sub>3</sub> ilave edilerek asitlendirildi.

Bu sulama suyu örneğine, geliştirilen ayırma zenginleştirme yöntemi uygulandı. 300 mL'lik örnek hacimleri kullanılarak element ilaveli ilavesiz çalışmalar yapıldı. Su örneklerinin analiz sonuçları ve % geri kazanma değerleri Tablo 5.1'de görölmektedir. Elde edilen % geri kazanma değerleri, geliştirilen yöntemin doğruluğunun iyi olduğunu göstermektedir.

Tablo 5.1. Sulama Suyu Örneğindeki Elementlerin Geri Kazanma Değerleri ve Su Örneğinin Analiz Sonuçları (pH= 6, V= 300 mL, son çözelti hacmi 5 mL, n=5)

<b>Sulama suyu</b>			
<b>Element</b>	<b>Eklene n <math>\mu\text{g L}^{-1}</math></b>	<b>Bulunan,<sup>a</sup> <math>\mu\text{g L}^{-1}</math></b>	<b>R (%)</b>
Pb	- 33.3	- $34.8 \pm 1.3$	104
Ni	- 20	$1.76 \pm 0.40$ $21.2 \pm 0.7$	97.2
Co	- 8.33	- $8.10 \pm 0.34$	97.2
Cu	- 8.33	$1.13 \pm 0.42$ $8.81 \pm 1.06$	92.2
Mn	- 250	$383 \pm 9$ $626 \pm 15$	97.2
Cd	- 1.13	- $1.11 \pm 0.11$	98.2

<sup>a</sup> :  $\bar{x} \pm s$

## 6. BÖLÜM

### SONUÇLAR ve TARTIŞMA

Bu çalışmada eser element tayini için AXAD-1180-SA dolgulu kolonda immobilizasyon tekniği kullanılarak zenginleştirme yöntemi geliştirilmiştir. Elementlerin kompleksleri halinde reçine yüzeyinde adsorplanması sağlanmış ve 5 mL 1 M HNO<sub>3</sub> ile elüsyon yapılmıştır. Sonuçlar aşağıda ayrıntılı olarak tartışılmıştır.

AXAD-1180 reçinesinin (Şekil 4.3), salisilaldoksim reaktifinin (Şekil 4.4) ve AXAD-1180-SA şelat reçinesinin (Şekil 4.5) IR spektrumları incelendiğinde, AXAD-1180-SA şelat reçinesinde AXAD-1180 reçinesinin spektrumunda görülmeyen –OH grubuna ait 3442 cm<sup>-1</sup>'de geniş bir pik gözlemlendi. Ayrıca –C=N- grubuna ait 1637cm<sup>-1</sup>'de bir pik ve –N=N- grubuna ait 1509 cm<sup>-1</sup>'de bir pik görüldü.

Model çözelti ortamının pH'sı tamponla ayarlanarak, pH 4-10 aralığında eser elementlerin geri kazanımları incelendi. Hazırlanan çözeltilerin pH değerleri pH: 4'e CH<sub>3</sub>COOH/CH<sub>3</sub>COONH<sub>4</sub> tamponu ile, pH: 6, 6,5 ve 7'ye NaH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>/Na<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> tamponu ile pH: 8 ve 10'a ise NH<sub>3</sub>/NH<sub>4</sub>Cl tamponuyla ayarlandı. pH 6'da çalışılan elementler kantitatif olarak (%>95) geri kazanıldı (Şekil 4.2).

pH'sı 6'ya ayarlanan model çözeltilerde elüent cinsi ve hacminin etkisi incelendi. Elüent olarak 5 ve 10 mL'lik hacimlerde 1 M HCl, 5, 10, ve 20 mL'lik hacimlerde 1 M HNO<sub>3</sub>, 10, 15, 20 mL'lik hacimlerde 2 M HNO<sub>3</sub> ve 10, 20, ve 30 mL'lik hacimlerde ise 3 M HNO<sub>3</sub>'in etkisi incelendi. 5 mL, 1 M HNO<sub>3</sub> 'de kantitatif sonuç elde edildi. Sonuçlar Tablo 4.2'de görülmektedir.

Belirlenen şartlarda, reçine miktarının geri kazanma değerine etkisi incelendi. 0.1 g, 0.2 g, 0.3 g ve 0.4 g reçine ile çalışıldı. Elde edilen sonuçlara göre 0.2 g reçine miktarı optimum reçine miktarı olarak belirlendi (Tablo 4.3).

Bir diğer parametre örnek hacmi olup, artan örnek hacminin elementlerin geri kazanma değeri üzerine etkisi incelendi (Tablo 4.4). 50 mL, 100 mL, 250 mL, 500 mL, 750 mL ve 1000 mL örnek hacimleri ile çalışıldı. Pb için 750 mL örnek hacmine kadar, Ni, Cu ve Mn için 1000 mL örnek hacmine kadar ve Co ve Cd için çalışılan tüm hacimlerde geri kazanma değerleri kantitatifi. 5 mL'lik son hacim dikkate alındığında, Pb için 100 kat, Ni, Cu ve Mn için 150 kat, ve Co ve Cd için 200 katlık deriştirme faktörleri elde edildi.

$Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  elementlerinin geri kazanma değerleri üzerine matriks iyonların etkisi incelendi. Bu amaçla  $Na^+$ ,  $K^+$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Ca^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Al^{3+}$ ,  $Cl^-$  ve  $SO_4^{2-}$  iyonlarını ayrı ayrı farklı derişimlerde içeren ve pH 6 olan 50 mL'lik model çözeltilere ayırma zenginleştirme yöntemi uygulandı. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.5'de görülmektedir. 10.000  $\mu g/mL$   $Na^+$  iyonu, 500  $\mu g/mL$   $K^+$  iyonu, 250  $\mu g/mL$   $Mg^{2+}$  iyonu (Mn hariç), 50  $\mu g/mL$   $Ca^{2+}$  iyonu (Cu hariç), 10  $\mu g/mL$   $Mn^{2+}$ , 5  $\mu g/mL$   $Fe^{3+}$ , 10  $\mu g/mL$   $Zn^{2+}$ , 10  $\mu g/mL$   $Al^{3+}$ , 250  $\mu g/mL$   $SO_4^{2-}$  (Pb hariç) ve 5000  $\mu g/mL$   $Cl^-$  (Pb hariç) tayin edilen elementler üzerinde önemli bir girişim etkisi yapmadı.

İmmobilizasyon tekniği kullanılarak, model çözeltilerle sulu ortamda optimize edilen yöntemin istatistiksel değerlendirilmesi Tablo 4.6'da verilmiştir. Yöntemin % BSS değerleri 0.7-2.1 arasında değişmektedir. Gözlenebilme sınırı (3s/b)  $Pb^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Mn^{2+}$  ve  $Cd^{2+}$  için sırasıyla 1.58, 0.20, 0.25, 0.31, 0.28 ve 0.08  $\mu g/L$  olarak bulunmuştur.

Yöntemin doğruluğunu ispatlamak amacıyla sertifikalı göl suyuna (TMDA-62) analiz edildi. Buna göre elde edilen sonuçlar Tablo 4.7'de görülmektedir. Elde edilen sonuçlar Co ve Cd hariç sertifikalı değerler ile uyumlu idi.

Yöntem Kayseri merkezden alınan bahçe sulama suyu örneklerinde eser element tayini ve geri kazanma değerlerini bulmak için kullanıldı. 300 mL'lik su numunelerine iyon eklemesi yapılmadan ve belli miktarlarda iyon eklemesi yapılarak eser element analizi ve geri kazanma çalışması uygulandı. Elementlerin % geri kazanma değerleri kantitatif idi. Elde edilen sonuçlar Tablo 5.1'de görülmektedir.

**KAYNAKLAR**

1. Oymak, T., Silikajel-Dimetilglioksim Katı Faz Ekstraksiyonu ile Çeşitli Örneklerdeki Palladyumun Atomik Absorpsiyon Spektrometrik Yöntemle Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2003.
2. Aydın, Z., Ardışık Ekstraksiyon Yöntemi (SM&T) Kullanarak Cadde Tozlarında ve Tarım Arazilerinde Bulunan Ağır Metallerin Alevli AAS ve Taramalı Elektron Mikroskobu ile Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2003.
3. Tunçeli, A., Altın, Gümüş ve Palladyum'un Amberlite XAD-16 ile Zenginleştirme Şartlarının Araştırılması ve Alevli AAS ile Tayini, Doktora Tezi, Gazi Üniversitesi, Ankara, 1998.
4. Büyükpatır, E., Altın, Palladyum ve Platinin Amberlite XAD-7 Dolgulu Kolonla Katı Faz Ekstraksiyonu, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2000.
5. Armağan, F., Kolonda Katı Faz Özütleme ile Bazı Eser Elementlerin Zenginleştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2000.
6. Kılıç, E., Köseoğlu, F., Yılmaz, H., Enstrümantal Analiz İlkeleri, 115-272, 673-695, Bilim Yayıncılık, Ankara, 1997.
7. Kartal, Ş., Elçi, L., Ülgen, A., Enstrümantal Analiz Laboratuvar Notları, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 2001.
8. Gündüz, T., İnstrümantal Analiz, 317-322, 326-329, Bilge Yayıncılık, Ankara, 1993.
9. Özdemir, N., Amberlit XAD-8 ile Dolgulu Bir Kolonda İnorganik Sb(III) ve Sb(V) İyonlarının Türlemesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1999.
10. Yıldız, A., Genç, Ö., Enstrümantal Analiz, Hacettepe Üniversitesi Yayınları, 181-203, Ankara, 1993.
11. Tokaloğlu, Ş., XAD-1180 Reçinesi İle Bazı Eser Elementlerin Zenginleştirilmesi ve AAS ile Tayini, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1993.
12. Kartal, Ş., Elçi, L., Ülgen, A., Enstrümantal Analiz Ders Notları, Kayseri, 1998.
13. Gündüz, T., Yarı Mikro Kalitatif Analiz, 65, 210, Bilge Yayıncılık, Ankara, 1993.

14. Mizuike, A., *Enrichment Techniques for Inorganic Trace Analysis*, Berlin, Heidelberg, New York, 1983.
15. Işıldar, S., *Altın ve Palladyumun Amberlit XAD-7 Reçinesinde Zenginleştirdikten Sonra Spektrofotometrik Tayinleri*, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, 1992.
16. Ueno, K., Imamura, T., Cheng, K.L., *Handbook of Organic Analytical Reagents*, 2nd Edition, CRC Press, Boca Raton, London, Tokyo, 1992.
17. Büyüктаş, B.Ş., Aktaş, Ö., *Monoksim ve vic-Dioksimlerin Bazı Metal Alkoksitlerle Komplekslerinin Sentezi ve Yapılarının Aydınlatılması*, XIX. Ulusal Kimya Kongresi, Kuşadası, 2005
18. Guo, Y., Din, B., Liu, Y., Chang, X., Meng, S., Liu, J., *Preconcentration and Determination of Trace Elements with 2-aminoacetylthiophenol Functionalized Amberlite XAD-2 by Inductively Coupled Plasma-Atomic Emission Spectrometry*, *Talanta*, 62, 209-215, 2004.
19. Martelli, P.B., Reis, B.F., Korn, M., Rufini, I.A., *The Use of Ion Exchange Resin for Reagent Immobilization of Nickel in Steel Alloys and Iron Speciation in Waters*, *J.Braz.Chem.Soc.*, 8, 479-485, 1997.
20. Compano, R., Ferrer, R., Guiteras, J., Prat, M.D., *Spectrofluorimetric Detection of Zinc and Cadmium with 8-(Benzenesulfamido)-quinoline Immobilized on a Polymeric Matrix*, *Analyst*, 119, 1225-1228, 1994.
21. Masato, A., Hideo, W., And Mitsuo, K., *Preconcentration / AAS Determination of Trace Metal Ions With Xanthate or Dithiocarbamate Immobilized Silica Gels*, *Analyst*, 7, 87-90, 1991.
22. Landing, W.M., Haraldsson, C., Paxeus, N., *Vinyl Polymer Agglomerate Based Transition Metal Cation Chelating Ion-Exchange Resin Containing the 8-hydroxyquinoline Functional Group*, *Anal. Chem.*, 58, 3031-3035, 1986.
23. Kumar, M., Rathore, D.P.S., Singh, A.K., *Pyrogallol Immobilized Amberlite XAD-2: A Newly Designed Collector for Enrichment of Metal Ions Prior to their Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry*, *Microchim. Acta*, 137, 127-134, 2001.

24. Lee, W., Lee, S., Lee, C., Kim, Y., Lee, Y., A Chelating Resin Containing 1-(2-Thiazolylazo)-2-Naphthol as the Functional Group; Synthesis and Sorption Behavior for Trace Metal Ions, *Microchemical Journal*, 70, 195-203, 2001.
25. Tewari, P.,K., Singh, A.,K., Amberlite XAD-2 Fuctionalized with Chromotropic Acid: Synthesis of a New Polymer Matrix and Its Applications in Metal Ion Enrichment for their Determination by Flame Atomic Absorption Spectrometry, *Analyst*, 124, 1847-1851, 1999.
26. Tewari, P.K., Sing, K., Thiosalicylic acid Immobilized Amberlite XAD-2: Metal Sorption Behaviour and applications in Estimation of Metal Ions by Flame Atomic Absorption Spectrometry, *Analyst*, 125, 2350-2355, 2000.
27. Elmahadi, H., Greenway, G.M., Immobilized Algae as a Reagent for Preconcentration in Trace Element Atomic Absorption Spectrometry, *J. Anal. At. Spectrom*, 6, 643-647, 1991.
28. Bağ, H., Türker, R., Lale, M., Tunçeli, A., Separation and Speciation of Cr(III) ve Cr(VI) with *Saccharomyces Cerevisiae* Immobilized on Sepiolite and Determination of Both Species in Water by FAAS, *Talanta*, 51, 895-902, 2000.
29. Kumar, M., Reathore, D.P.S., Singh, K., Amberlite XAD-2 Functionalized with o-Aminophenol: Synthesis and Applications as Extractant for Copper(II), Cobalt(II), Cadmium(II), Nickel(II), Zinc(II) and Lead(II), *Talanta*, 51, 1187-1196, 2000.
30. Bağ, H., Türker, R., Lale, M., Tunçeli, A., Determination of Fe(II) and Fe(III) in Water by Flame Atomic Absorption Spectrophotometry after Their Separation with *Aspergillus niger* Immobilized on Sepiolite, *Analytical Sciences*, 17, 901-904, 2001.
31. Tokalıoğlu, Ş. Büyükbaş, H. Kartal Ş., Preconcentration of Trace Elements by using 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol Functionalized Amberlite XAD-1180 Resin and Their Determination by FAAS, *J. Braz. Chem. Soc.*, 17(1), 98-106, 2006.



## ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Ersin KARA

Baba Adı : Kadir

Ana Adı : Kumru

Doğum Yeri : Yahyalı

Doğum Tarihi : 15.04.1978

1989 yılında Yahyalı Yahya Gazi İlköğretim okulunu, 1994 yılında ise Yahyalı Yahya Gazi Lisesini tamamladı. 1999 yılında Selçuk Üniversitesi Eğitim Fakültesi Kimya Öğretmenliği Bölümünü birincilikle bitirdi. Aynı yıl Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Öğretmenliği Ana Bilim Dalında yüksek lisans programına başladı fakat Hakkari'nin Şemdinli ilçesine öğretmen olarak ataması yapıldığı için yüksek lisans eğitimini bırakmak zorunda kaldı. Hakkari'nin Şemdinli ilçesinde 3 yıl öğretmenlik ve müdür yardımcılığı görevlerinde bulunduktan sonra 2002 yılında Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Ana Bilim Dalında yüksek lisans programını kazanarak Kayseri'ye geldi. Halen Kayserinin Talas ilçesinde kimya öğretmenliği yapmaktadır.

İletişim Bilgileri

Adres: Atatürk Ç.P.L.

Talas/KAYSERİ

e-mail: [ersinhoca@hotmail.com](mailto:ersinhoca@hotmail.com)