



Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

SULU ORTAMDA ESER MİKTARDAKİ GÜMÜŞ,
NİKEL İYONLARININ ZENGİNLİKLERİNİN ve
ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ İLE
TAYİNİ

Kimyager Gulnaz SADYKOVA

FBE Kimya Anabilim Dalı, Analitik Kimya Programında
Hazırlanan

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı: Doç. Dr. İbrahim KOYUNCU

STANBUL, 2008

S MGE L STES	vi
KISALTMA L STES	vii
EK L L STES	viii
Ç ZELGE L STES	x
ÖNSÖZ	xiii
ÖZET	xiv
ABSTRACT	xv
1. G R	1
2. GENEL BÖLÜM	2
2.1 Çal ,ım, Metaller Hakk,nda Genel Bilgi.....	2
2.1.1 Nikel	2
2.1.1.1 Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri	2
2.1.1.2 Tarihçesi.....	2
2.1.1.3 Do ada Bulunu u ve Bile ikleri.....	3
2.1.1.4 Üretimi ve Kullanım Alanlar,	3
2.1.1.5 Etkisi	4
2.1.2 Gümü	5
2.1.2.1 Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri	5
2.1.2.2 Tarihçesi.....	6
2.1.2.3 Do ada Bulunu u ve Bile ikleri.....	6
2.1.2.4 Üretimi ve Kullanım Alanlar,	7
2.1.2.5 Etkisi	7
2.2 Zenginleştirme Yöntemi	8
2.2.1 yon De i tiricilerin Tan,m,.....	8
2.2.2 yon De i tiricilerin Tarihçesi	9
2.2.3 yon De i tiricilerin Teorik Temelleri.....	10
2.2.4 yon De i tirici S,n,fland,r,lmas,.....	11
2.2.5 yon De i tiricilerin Özellikleri	14
2.2.5.1 Kapasite	14
2.2.5.2 yonik Güç.....	15
2.2.5.3 Yo unluk.....	15
2.2.5.4 Su çeri i.....	15
2.2.6 Fizikokimyasal Kararlılık	16
2.2.6.1 Yükseltgenme.....	16
2.2.6.2 S,çaklık	16
2.2.6.3 Zehirlenme	16
2.2.6.4 Osmotik Yükler	16
2.2.6.5 A ,nma.....	16

	Hazırlanan Özellikler	17
	17
	17
2.2.9.1	Reçine Hacmi, n, n Ölçülmesi	17
2.2.9.2	Reçinenin Yerleştirilmesi	17
2.2.9.3	Reçinenin Kurutulması,	18
2.2.10	Yon Değiştirme Kinetiği	18
2.2.11	Kinetiğe Etki Eden Faktörler	19
2.3	Metal Komplekleri	20
2.4	Analitiksel Uygulamalar	20
2.4.1	Çalınan Yon Değiştirici Reçinenin Yapı, s, ve Özellikleri	21
2.4.2	HMDTC'nin Yapı, s,	22
2.5	Adsorpsiyon İzotermi	23
2.5.1	Freundlich İzotermi	23
2.5.2	Langmuir İzotermi	23
2.6	Önceki Çalışmalar	24
3	DENEYSEL BÖLÜM	31
3.1	Kullanılan Aletler, Kimyasal Malzemeler, Hazırlanan Çözeltiler, AAS ile Çalışma Koşulları, Çalınma Etkisi ve Deney Düzeni	31
3.1.1	Aletler	31
3.1.2	Kimyasal Malzemeler	31
3.1.3	Hazırlanan Çözeltiler	31
3.1.4	AAS ile Çalışma Koşulları, ve Çalınma Etkisi	32
3.1.5	Deney Düzeni	33
3.2	DeneySEL Çalışmalar	34
3.2.1	Reçinenin Kolona Yerleştirilmesi ve Hazırlanması,	34
3.2.2	Reçinenin Nem Tayini	34
3.2.3	Reçinenin Yon Değiştirme Kapasitesinin Titrimetrik Tayini	34
3.3	Çalışma Koşullarının Belirlenmesi	35
3.3.1	Nikel	35
3.3.1.1	Nikel Tutulması, na pH Etkisi	35
3.3.1.2	Nikel Tutulması, na Metal Miktarı, n, n Etkisi	35
3.3.1.3	Nikel Tutulması, na Reçine Miktarı, n, n Etkisi	35
3.3.1.4	Nikel Tutulması, na Ak, H, z, n, n Etkisi	36
3.3.1.5	Geri Kazanım Çözeltisi Seçimi	36
3.3.1.6	Geri Kazanım Çözeltisi Miktarı,	36
3.3.1.7	Zenginleştirme Faktörü Tayini	36
3.3.1.8	Yabancı Yon Etkisi	37
3.3.1.9	Tanıma ve Tayin Sırası,	37
3.3.1.10	Örneklere Uygulanması,	37
3.3.2	Gümüş	38
3.3.2.1	Gümüş Tutulması, na pH Etkisi	38
3.3.2.2	Gümüş Tutulması, na Metal Miktarı, n, n Etkisi	38
3.3.2.3	Gümüş Tutulması, na Reçine Miktarı, n, n Etkisi	38
3.3.2.4	Gümüş Tutulması, na Ak, H, z, n, n Etkisi	38
3.3.2.5	Geri Kazanım Çözeltisi Seçimi	39
3.3.2.6	Geri Kazanım Çözeltisi Miktarı,	39
3.3.2.7	Zenginleştirme Faktörü Tayini	39
3.3.2.8	Yabancı Yon Etkisi	40

3.3.2.10.2	Radyolojik Film Örne i	40
3.3.3	Nikel-HMDTC Kompleksi	41
3.3.3.1	NikelóHMDTC Kompleksinin Olu turulmas,	41
3.3.3.2	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na pH Etkisi	41
3.3.3.3	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi	42
3.3.3.4	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi	42
3.3.3.5	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi	42
3.3.3.6	Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi	42
3.3.3.7	Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi	43
3.3.3.8	Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,	43
3.3.3.9	Zenginle tirme Faktörü Tayini	43
3.3.3.10	Yabanc, yon Etkisi	44
3.3.3.11	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	44
3.3.3.12	Örneklere Uygulanmas,	44
3.3.4	Gümü -HMDTC Kompleksi	45
3.3.4.1	Gümü óHMDTC Kompleksinin Olu turulmas,	45
3.3.4.2	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na pH Etkisi	45
3.3.4.3	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Reçine Miktar,n,n Etkisi	45
3.3.4.4	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi	46
3.3.4.5	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi	46
3.3.4.6	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi	46
3.3.4.7	Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi	46
3.3.4.8	Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,	47
3.3.4.9	Zenginle tirme Faktörü Tayini	47
3.3.4.10	Yabanc, yon Etkisi	47
3.3.4.11	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	48
3.3.4.12	Örneklere Uygulanmas,	48
3.3.4.12.1	çme Suyu	48
3.3.4.12.2	Radyolojik Film Örne i	48
4	SONUÇLAR ve TARTI MA	50
4.1	Nikel	50
4.1.1	Nikel Tutulmas,na pH Etkisi	50
4.1.2	Nikel Tutulmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi	51
4.1.3	Nikel Tutulmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi	51
4.1.4	Nikel Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi	52
4.1.5	Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi	53
4.1.6	Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,	54
4.1.7	Zenginle tirme Faktörü Tayini	54
4.1.8	Yabanc, yon Etkisi	54
4.1.9	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	55
4.1.10	Örneklere Uygulanmas,	55
4.2	Gümü	55
4.2.1	Gümü Tutulmas,na pH Etkisi	55
4.2.2	Gümü Tutulmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi	56
4.2.3	Gümü Tutulmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi	57
4.2.4	Gümü Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi	58

	Seçimi	59
	Miktar,	60
	Tayini.....	60
4.2.8	Yabancı, yon Etkisi	61
4.2.9	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	61
4.2.10	Örneklere Uygulanmas,	61
4.3	Nikel-HMDTC Kompleksi	62
4.3.1	NikelóHMDTC Kompleksinin Olu turulmas,	62
4.3.2	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na pH Etkisi	62
4.3.3	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi.....	63
4.3.4	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi	64
4.3.5	Nikel-HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi	65
4.3.6	Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi.....	66
4.3.7	Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi	67
4.3.8	Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,	68
4.3.9	Zenginle tirme Faktörü Tayini.....	68
4.3.10	Yabancı, yon Etkisi	69
4.3.11	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	69
4.3.12	Örneklere Uygulanmas,	70
4.4	Gümü -HMDTC Kompleksi.....	70
4.4.1	Gümü óHMDTC Kompleksinin Olu turulmas,	70
4.4.2	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na pH Etkisi	70
4.4.3	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Miktar,n,n Etkisi.....	71
4.4.4	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi.....	72
4.4.5	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi.....	73
4.4.6	Gümü -HMDTC Kompleksin,n Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi	74
4.4.7	Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi	75
4.4.8	Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,	76
4.4.9	Zenginle tirme Faktörü Tayini.....	76
4.4.10	Yabancı, yon Etkisi	77
4.4.11	Tan,ma ve Tayin S,n,r,	77
4.4.12	Örneklere Uygulanmas,	78
4.5	Çal, ma Ko ullar,	79
4.6	Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermleri.....	80
4.6.1	Nikel için Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermleri.....	80
4.6.2	Gümü için Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermleri.....	81
4.6.3	Nikel-HMDTC için Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermleri	82
4.6.4	Gümü -HMDTC için Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermleri.....	84
4.7	Tart, ma	85
	KAYNAKLAR.....	87
	ÖZGEÇM	92



*Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

g	Gram
L	Litre
M	Molar
mg	Miligram
mL	Mililitre
mm	Milimetre
ng	Nanogram
nm	Nanometre
cm	Santimetre
μg	Mikrogram
%	Yüzde

Spektrometrиси

- APDC : Amonyum Pirolidin ditiyokarbamat
- DDTC : Dietilditiyokarbamat
- ETAAS : Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Spektrometrиси
- FAAS : Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrиси
- HMDTC : Hekzametilditiyokarbamat
- Na-DDTC : Sodyumdietilditiyokarbamat
- pipDTC : Piperidin ditiyokarbamat

.....ap,lar,.....	12
ekil 2.2 Stiren ve divinilbenzen kopolimerizasyonu sonucu olu an yap,.....	12
ekil 2.3 Karboksilik bir katyon de i tiricinin haz,rılanmas,.....	13
ekil 2.4 Kuvvetli bazik anyon de i tirici reçine.....	13
ekil 2.5 yon de i tirme kineti i.....	18
ekil 2.6 Metal, do rudan (a), metal ó ligant kompleksin olu turarak (b) zenginle tirilme yönteminin emas,.....	21
ekil 2.7 Kullan,lm, Purolite-S940 reçinenin yap,s,.....	21
ekil 2.8 Kullan,lm, ligant HMDTCın yap,s,.....	22
ekil 2.9 HMDTCın Me ²⁺ ile kompleks olu umu.....	22
ekil 3.1 AAS ile haz,rılanan nikel çal, ma e risi.....	33
ekil 3.2 AAS ile haz,rılanan gümü çal, ma e risi.....	33
ekil 3.3 Deney düzene i.....	34
ekil 4.1 Nikel tutulmas,na pH etkisi.....	50
ekil 4.2 Nikel miktar,n,n tutulmaya etkisi.....	51
ekil 4.3 Nikel tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	52
ekil 4.4 Nikel tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	53
ekil 4.5 Gümü tutulmas,na pH etkisi.....	56
ekil 4.6 Gümü miktar,n,n tutulmaya etkisi.....	57
ekil 4.7 Gümü tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	58
ekil 4.8 Gümü tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	59
ekil 4.9 Ni-HMDTC ait absorpsiyon spektrumlar, (siyah Ni; k,rm,z, HMDTC; mavi Ni-HMDTC kompleksi; blank pH=4 tampon çözeltilisi).....	62
ekil 4.10 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi.....	63
ekil 4.11 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar, etkisi.....	64
ekil 4.12 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi.....	65
ekil 4.13 Nikel miktar,n,n adsorplanmaya etkisi.....	66
ekil 4.14 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	67
Sekil 4.15 Ag-HMDTC ait absorpsiyon spektrumlar, (siyah Ag; k,rm,z, HMDTC; mavi Ag-HMDTC kompleksi; blank pH=4 tampon çözeltilisi).....	70

.....	eksinin adsorplanmas,na pH etkisi.....	71
.....	eksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	72
ekil 4.18 Gümü	-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi.....	73
ekil 4.19 Gümü	miktar,n,n adsorplanmaya etkisi.....	74
ekil 4.20 Gümü	-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	75
ekil 4.21 Nikel için	Langmuir izotermi.....	80
ekil 4.22 Nikel için	Freundlich izotermi.....	80
ekil 4.23 Gümü	için Langmuir izotermi.....	81
ekil 4.24 Gümü	için Freundlich izotermi.....	82
ekil 4.25 Nikel-HMDTC	için Langmuir izotermi.....	83
ekil 4.26 Nikel-HMDTC	için Freundlich izotermi.....	83
ekil 4.27 Gümü	-HMDTC için Langmuir izotermi.....	84
ekil 4.28 Gümü	-HMDTC için Freundlich izotermi.....	84

Çizelge 2.1 Kullan,lm, Purolite S940 iyon de i tirici reçinenin özellikleri.....	22
Çizelge 3.1 Nikel ve gümü ün AAS ile çal, ma ko ullar,.....	33
Çizelge 3.2 Çal, lan reçinenin kapasite ve nem miktar,.....	35
Çizelge 4.1 Nikel tutulmas,na pH etkisi.....	50
Çizelge 4.2 Nikel tutulmas,na metal miktar,n,n etkisi.....	51
Çizelge 4.3 Nikel tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	52
Çizelge 4.4 Nikel tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	53
Çizelge 4.5 Tutulan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi.....	53
Çizelge 4.6 Tutulan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi miktar,.....	54
Çizelge 4.7 Zenginle tirme faktörü tayini.....	54
Çizelge 4.8 Yabanc, iyon etkisi.....	55
Çizelge 4.9 çme suyu.....	55
Çizelge 4.10 Gümü tutulmas,na pH etkisi.....	56
Çizelge 4.11 Gümü tutulmas,na metal miktar,n,n etkisi.....	57
Çizelge 4.12 Gümü tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	58
Çizelge 4.13 Gümü tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	59
Çizelge 4.14 Tutulan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi.....	59
Çizelge 4.15 Tutulan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi miktar,.....	60
Çizelge 4.16 Zenginle tirme faktörü tayini.....	60
Çizelge 4.17 Yabanc, iyon etkisi.....	61
Çizelge 4.18 çme suyu.....	61
Çizelge 4.19 Radyolojik film örne i.....	62
Çizelge 4.20 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi.....	63
Çizelge 4.21 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	64
Çizelge 4.22 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi.....	65
Çizelge 4.23 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na metal miktar,n,n etkisi.....	66
Çizelge 4.24 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	67
Çizelge 4.25 Adsorplanan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi.....	68
Çizelge 4.26 Adsorplanan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi miktar,.....	68

.....ü tayini.....	69
.....	69
Çizelge 4.29 çme suyu.....	70
Çizelge 4.30 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi.....	71
Çizelge 4.31 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi.....	72
Çizelge 4.32 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi.....	73
Çizelge 4.33 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na metal miktar,n,n etkisi.....	74
Çizelge 4.34 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi.....	75
Çizelge 4.35 Adsorplanan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi.....	76
Çizelge 4.36 Adsorplanan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi miktar,.....	76
Çizelge 4.37 Zenginle tirme faktörü tayini.....	77
Çizelge 4.38 Yabanc, iyon etkisi.....	77
Çizelge 4.39 çme suyu.....	78
Çizelge 4.40 Radyolojik film örne i.....	78
Çizelge 4.41 Çal, ma Ko ullar,.....	79
Çizelge 4.42 Nikelin adsorpsiyon izoterm verileri.....	80
Çizelge 4.43 Nikel için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	81
Çizelge 4.44 Gümü ün adsorpsiyon izoterm verileri.....	81
Çizelge 4.45 Gümü için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	82
Çizelge 4.46 Nikel-HMDTCın adsorpsiyon izoterm verileri.....	82
Çizelge 4.47 Nikel-HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	83
Çizelge 4.48 Gümü -HMDTCın adsorpsiyon izoterm verileri.....	84
Çizelge 4.49 Gümü -HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	85
Çizelge 4.37 Zenginle tirme faktörü tayini.....	73
Çizelge 4.38 Yabanc, iyon etkisi.....	73
Çizelge 4.39 çme suyu.....	74
Çizelge 4.40 Radyolojik film örne i.....	74
Çizelge 4.41 Çal, ma Ko ullar,.....	75
Çizelge 4.42 Nikelin adsorpsiyon izoterm verileri.....	76
Çizelge 4.43 Nikel için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	77
Çizelge 4.44 Gümü ün adsorpsiyon izoterm verileri.....	77



Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

Çizelge 4.47 Nikel-HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	78
Çizelge 4.48 Gümü -HMDTC için adsorpsiyon izoterm verileri.....	78
Çizelge 4.47 Nikel-HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	79
Çizelge 4.48 Gümü -HMDTC için adsorpsiyon izoterm verileri.....	80
Çizelge 4.49 Gümü -HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,.....	81



*Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.*

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

Çal, mamda de erli yorum ve önerileri ile katkıda bulunan tez dan, man,m say,n Doç. Dr. kbal Koyuncuø te ekkür ederim. Ayn, zamanda tez çal, malar,m süresince bana maddi ve manevi desteklerini esirgemeyen aileme, arkadaş lar,ma ve Analitik Kimya Bölümü Ö retim Üyelerine te ekkür ederim.

Çalınan metallerin en büyük sorumlusu yüksek ağırlıkta metal içeriğine sahip endüstriyel atıklar, r. Endüstriyel atıklar sular yeterli arıtıma tabi tutulmadan alıcı ortama verildiğinde yüksek ağırlıkta metal içeriğinden dolayı, insan ve çevre sağlığını tehdit etmektedir.

Bu çalınan maddeler; nikel ve gümüş iyonları, n, n sularından giderilmesi ve eser miktarda buldukları, su örneklerinde zenginleştirme için reçineye adsorpsiyon etkisi incelendi ve metal tayinleri atomik absorpsiyon spektrofotometresinde yapıldı.

Yapılan çalınma iki bölüme ayrılmıştır. Birinci bölümde seçilen Purolite-S940 reçinesi ile her metal için ayrı ayrı; pH, reçine miktarı, metal miktarı, akış hızı, geri kazanım çözeltisi seçimi, geri kazanım çözeltisi miktarı gibi çalınma koşulları, belirlemek amacıyla kesiksiz (kolon) yöntemiyle çalınmıştır. Çalınma koşulları, belirlendikten sonra yabancı iyon etkisi, zenginleştirme faktörü gibi özellikler incelendi.

İkinci bölümde ise kompleks oluşurucu olarak hekzametilditiyokarbomat kullanılarak seçilen Purolite-S940 reçinesi ile her metal için ayrı ayrı, kesiksiz yöntemle çalınma koşulları; pH, reçine miktarı, ligand miktarı, metal miktarı, akış hızı, geri kazanım çözeltisi seçimi, geri kazanım çözeltisi miktarı, belirlendikten sonra yabancı iyon etkisi, zenginleştirme faktörü incelendi.

Her iki yöntemin adsorpsiyon kinetikleri ve denge izoterm özelliklerine uygunluğu analiz edilerek izoterm sabitleri belirlenmiştir.

Kolon yönteminin çalınma koşulları, belirlendikten sonra, içme suyu ve radyolojik film örneklerinde gümüş ve nikelin geri kazanım ve zenginleştirilmesi yapıldı.

Anahtar kelimeler: yon değiştirme, hekzametilditiyokarbomat, nikel, gümüş, AAS

g the most important pollutants in source and treated water and are becoming a severe public health problem. These metal ions can be harmful to aquatic life, and water contaminated by toxic metal ions remains a serious public health problem for human health.

In the present work, a column separation

```
concentration method has been established for the flame atomic absorption spectrometric determination of trace amounts of silver, and nickel ions with onto resin.
```

There were two parts in this study: First part of study; the adsorption of silver and nickel ions from aqueous solution by ion exchanger Purolite-S940 resin was studied in a column adsorption system. Several parameters, pH, amount of metal and resin, flow rates of sample, type of eluent, volume of eluent, were evaluated. The preconcentration factor and effects of foreign ions on the preconcentration were also investigated.

Second part of study; The preconcentration/separation procedure is based on chelate formation of nickel and silver with hexametilenditithiocarbamate and on retention of the chelates on ion exchanger Purolite-S940 resin. Several parameters, such as pH, amount of resin, amount of ligand and metal, type of eluent, volume of sample and eluent, flow rates of sample, were evaluated. The effects of foreign ions on the preconcentration were also investigated.

The Langmuir and Freundlich adsorption models were applied to describe the isotherms and isotherm constants.

The proposed method was applied for the separation and preconcentration of the investigated ions in the drinking water and radiological samples.

Keywords: Ion-Exchange, hexametilenditithiocarbamate, nickel, silver, AAS

Antik ça larda metallerin cevherleri i lenmeye ba land, ndan beri metaller insan faaliyetleri sonucu olarak do al çevrimler d, nda atmosfere, hidrosfere ve pedosfere yay,lmaya ba lam, lard,r. Yüzy,llar boyunca insanlar a ,r metalleri etkilerini bilmeden tak,, silah, su borusu vb. çe itli amaçlar için kullanm, lard,r. Sanayile me ile birlikte a ,r metal içeren kömürlerin yak,lmaya ba lanmas, ile endüstri bölgelerindeki a ,r metal kirlili i a ,r, boyutlara ula m, ve a ,r metal kirlili inden kaynaklanan ilk tan,mılanan zehirlenmeler Japonya'da ortaya ç,km, t,r. Son zamanlarda a ,r metal tan,m, ile kimyasal maddelerin ekolojik sisteme verdikleri zarar genelle tirilerek gazete haberlerinde s,k s,k a ,r metallerin, çevresel problemlere neden olduklar,n, yer almaya ba lam, t,r. Bunun nedeni çevresel problemler söz konusu oldu unda -a ,r metaøtan,m, sanki çok tan,mı, ve kesin bir grupmu gibi bu kavram,n çok s,k önispeten yüksek yo unlu a sahip ve dü ük deri imlerde bile toksik veya zehirleyici olan metalö olarak kullan,lmad,r. Gerçekte a ,r metal tan,m, fiziksel özellik aç,s,ndan yo unlu u $5g/cm^3$ ten daha yüksek olan metaller için kullan,lr. Bu gruba kur un, kadmiyum, krom, demir, kobalt, bak,r, nikel, c,va, gümü ve çinko olmak üzere 60'dan fazla metal dahildir (Kartal vd., 2004).

Fakat a ,r metal iyonlar,n dü ük miktarda bulduklar, ve yabanc, iyonlar,n etkisi nedeniyle do rudan tayin etmek mümkün de ildir. Bu yüzden zenginle tirme i lemleri a ,r metallerin tayininde duyarlı,k ve seçicili i art,rmakta. Zenginle tirme i lemleri için çöktürme, buharla t,rma, s,v,-s,v, ekstraksiyonu, kat,-s,v, ekstraksiyonu gibi çe itli yöntemler uygulanmaktad,r ve çe itli iyon de i tirici reçine, zeolit, aktif karbon ve silika gel gibi adsorbanlar geli tirilmektedir.

Bu çal, mada: içme suyu ve radyoloj,k film örneklerinde eser miktarda bulunan nikel ve gümü metallerinin basit, h,zl, ve do ru bir yöntemle tayin edilebilmesi için zenginle tirme i lemlerinin incelenmesi amaçland,.

Genel Bilgi

2.1.1 Nikel

2.1.1.1 Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri

Sembölü : Ni

Oda ko ulla r,nda (25°C, 298 K) : gümü gibi parlak beyaz

Atom Numaras, : 28

Atom a ,rl, , : 58,6934g/mol

Elektron Düzeni : [Ar].3d⁸.4s²

Kabuk yap,s, : 2.8.16.2

zotoplar, : ⁵⁶Ni, ⁵⁷Ni, ⁵⁸Ni, ⁵⁹Ni, ⁶⁰Ni, ⁶¹Ni, ⁶²Ni, ⁶³Ni, ⁶⁴Ni, ⁶⁵Ni, ⁶⁶Ni

Yo unluk : 8,908g/mL

Erime noktas, : 1455°C

Kaynama noktas, : 2913°C

Molar hacim : 6,59mL/mol

Buharla ma entalpisi : 378kJ/mol

Atomla ma entalpisi : 431 kJ/mol

2.1.1.2. Tarihçesi

Nikel ilk olarak Axel Cronstedt (1751) adlı, bir sveçli minerolojist tarafından, gersdorfit (NiAsS) cevheri araştırılırken bulunmuştur. Nikelin ba lı ba şına bir element olduğu 1775'de Torbern Bergman ve arkadaşları tarafından kanıtlanmıştır, ancak 1804'e kadar herhangi bir üretimi yapılmamıştır. İlk saf metal üretimi Jeremias Richter (1804) tarafından yapılmıştır, t.r (Kartal vd., 2004).

ikleri

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

erinden biri garnierittir. Bu filiz nikel ile magnezyumun yanyana bulundu u bir silikatt,r (Ni, Mg) H_2SiO_4 . Di er yönden nikel blendi NiS, arsenikli nikel NiAs, NiAs₂ ve arsenikli nikel galeni NiAsS, önemli minerallerindendir. Dünyada bulundu u yerler: Rusya, Sibirya, Japonya, Kanada, Norveç, Yeni Kaledonya, Güney Afrika, Fransa, Kolombiya, ngiltere, Dominik Cumhuriyeti.

Bile ikleri:

- Nikel hidroksid, Ni(OH)₂, Ni²⁺ tuzlar,na alkali hidroksidler kat,lmas,yla ele geçen ye il renkli bir maddedir.
- Nikel klorür, NiCl₂, ye il renkli monoklinal sistemde ve 6 mol su ile kristallenen bir maddedir; susuz oldu u zaman sar, renklidir.
- Nikel sülfat, NiSO₄, 7 H₂O ile kristallenen ye il renkli bir maddedir (Baykut, 1981).

2.1.1.4 Üretimi ve Kullan,m Alanlar,

Üretim yöntemi, i lenen cevherlerin türüne göre de i ir. Nikeli hemen hemen ayn, kimyasal özellikleri ta ,d, , demir, bak,r ve kobalttan ay,rnak çok güç oldu undan uygulanan yöntemlerde son derece karma ,kt,r. Sülfürlü cevher önce yüzdürülerek zenginle tirilir elde edilen deri ki pirometalürji yoluyla nikel-bak,r mat,na dönü türülür. Daha sonra bu mat bak,r, nikel ve kobalt, özütlenmek üzere ya do rudan ya da bak,r ve nikel sülfürlerin tam olmayan ayr,lmas,ndan sonra uygulanan çe itli yöntemlerle i lenir. Ham nikel, nikel tetrakarbonil biçiminde buharla t,rma ya da sülfirik astili ortamda elektrikle ayr, t,rma yoluyla ar,la t,r,l,r. Nikel-bak,r mat, ayr,ca bas,nç alt,nda amonyakta ya da bas,nç alt,nda sülfirik asit içinde çözünebilir. Sülfirik asitte, oksijensiz ortamdan yaln,z nikel çözünür ve daha sonra hidrojenle çöktürülür. Yükselgenme i lemi sonunda geriye kalan art,k, sülfirik asite yeniden tepkimeye sokulur ve bu yolla elde edilen bak,rsülfat, elektrikle ayr, t,r,l,r. Özellikle son y,llarda geli tirilen yöntemlerle, mat, klor gaz, alt,nda hidroklorik asit ya da demir (III) klorür içinde çözüdürülmektedir.

Kullan,m alanlar,:

- Paramanyetik özelli inden dolayı, d, etkilere dayan,kl,d,r. Bu nedenle e yalar,n üzerlerinin elektrolitik kaplanmas,nda,
- A ,nmaya kar , dirençli ala ,mlar,n eldesinde,
- Pillerin ve akülerin yap,m,nda,

- Hidrojenasyon reaksiyonlarında katalizör olarak,
- Madeni paraların yapımında.

2.1.1.5 Etkisi

Nikelin bilinen biyolojik fonksiyonu olmamakla birlikte orta seviyede zehirleyici özelliği vardır. Doğal yayılımı, insan aktivitelerine bağlı olarak doğada bulunmaktadır. Nikelin organik formu, inorganik formundan daha zehirleyicidir. Deriyi tahriyetmesinin yanı sıra kalp-damar sistemine çok zararlı ve kanserojen bir metaldir. Zararlı etkilerine rağmen nikel ve tuzlarıyla zehirlenme nadir rastlanan bir vakadır.

Nikel yakıtlarının yanması, madencilik ve rafinasyon işlemleri ve kentsel atıkların küllü tirilmesi ile atmosfere yayılmaktadır. Bunun yanı sıra laçım çamuru karışım, toprakta ve sigarada (0-0.51 g/sigara) bulunmaktadır. Derideki etkileşim nikel içeren takı kullanımında ortaya çıkabilmektedir.

Bazı bitki türleri, örneğin; baklagiller için yararlı bir element olan nikel, belli bir dozda (0,18-5mg/L) zehirleyici olmaktadır.

Nikel hem altın için mükemmel bir beyazlaştırıcı, olduğu gibi hem de bakır ile birlikte kullanıldığında mekanik özellikleri, işlenebilirliği ve döküm özellikleri iyi olan bir alaşımdesini mümkün kılın önemli bir alaşım elementidir. Kompakt nikel ve nikel alaşımları, düşük oranda zehirli olmaları, rağmen metalik toz halindeki nikel ve nikelin kimyasal bileşikleri kanser yapıcı maddeler sınıfında A1 (kanserojen) kategorisinde yer almaktadırlar. Nikelin toksikolojik etkileri temel olarak 3 grupta incelenebilmektedir. Bunlar:

- Kanserojen etki,
- Solunum sistemine etki,
- Dermatolojik (alerjik) etkidir.

Kadınlar tarafından sık ve sürekli olarak kullanılan takılarının nikel veya nikel alaşımları içermesi nedeniyle özellikle kadınlar nikel alerjisi tehlikesi altındadır. İlk kez 1923 yılında tanımlanan ve 1930 yıllarında araştırmaya başlanan nikel alerjisi özellikle 1970'li yılların sonlarından itibaren bu alerjinin yaygınlaşarak artmakta olduğunu ve günümüzde bazı araştırmalara göre kadınlarda % 40, erkeklerde % 5-10 seviyelerine ulaştığını, ileri sürmektedir. Diğer ilginç bir bulgu ise kulağı delinmiş kişilerde nikel alerjisi görülme

ilere nazaran kesinlikle daha yüksek olmas,d,r. Ayn, etki
konusudur. Bu nedenle, küpe, kolye, bilezik, saat kay, ,
gibi deriyle sürekli ve yak,n temas, olan e yalarla ilgili olarak Avrupa'da bir tak,m yasal
düzenlemeler yap,lm, t,r. Örne in, Danimarka Haziran 1989'dan itibaren, çözünen nikel
miktar,n,n 0,5 g/cm² hafta de erinden fazla olan mücevherlerin sat, ,n, yasaklam, t,r.
Almanya küpe saplar,nda nikel kullan,m,n, yasaklamakla beraber di er ürünlerin sat,lm,as,n,
yanlar,nda uyar,c, bir etiket bulunmas, kayd,yla serbest b,rakm, t,r. sveç ise küpelerde
kullan,labilecek nikel miktar,n, maksimum % 0,05 ile s,n,rland,rm, t,r (Kartal vd., 2004).

2.1.2 Gümü

2.1.2.1 Kimyasal ve Fiziksel Özellikleri

Sembölü	: Ag
Oda ko ullar,nda (25°C, 298 K)	: parlak beyaz
Atom Numaras,	: 47
Atom a ,rl, ,	: 107,8682g/mol
Elektron Düzeni	: [Kr] 4d ¹⁰ 5s ¹
Kabuk yap,s,	: 2, 8, 18, 18, 1
zotoplar,	: ¹⁰³ Ag, ¹⁰⁴ Ag, ¹⁰⁵ Ag, ¹⁰⁶ Ag, ¹⁰⁷ Ag, ¹⁰⁸ Ag, ¹⁰⁹ Ag, ¹¹⁰ Ag, ¹¹¹ Ag, ¹¹² Ag, ¹¹³ Ag
Yo unluk	: 10,490g/mL
Erime noktas,	: 961,78°C
Kaynama noktas,	: 2162°C
Molar hacim	: 10,27mL/mol
Buharla ma entalpisi	: 255kJ/mol
Atomla ma entalpisi	: 285kJ/mol ⁻¹

eri bilinmekle birlikte yine de alt,n ve bak,r,dan sonra ke fedilmi tir. Alt,n az olmas,na ra men, dünyan,n her yan,na yay,lmas, sebebiyle daha önce kullan,lmaya ba lanm, t,r. Ayr,ca tabii halde gümü az olup, çok derinlerde bulunuyordu. Gümü ün M.Ö. 3100 y,llar,nda M,s,r,l,lar ve M.Ö. 2500 y,llar,nda Çinliler ve Persler taraf,ndan kullan,ld, , belirtilmi tir. M.Ö. 800 y,llar,na do ru gümü , Nil nehri havalisinde para olarak kullan,lmaya ba lanm, t,r. Gümü ü ilk olarak Romal,lar,n i lemeye ba lad,klar, iddia edilmektedir. Endüstri ilerledikçe daha kar, ,k ve saf olmayan gümü filizleri üzerinde çal, ,lmaya ba land,. Bugün gümü büyük bir nisbette bak,r, kur un ve çinko üretimindeki yan ürünlerden elde edilir.

2.1.2.3 Do ada Bulunu u ve Bile ikleri

Çok eskiden gümü , dünyan,n birçok yerlerinde az miktarda bulunan do al gümü kaynaklar,ndan elde ediliyordu. Do al gümü ; saf veya daha çok alt,n, bak,r, civa ve di er metallerle ala ,mlar halinde bulunuyordu. Norveçte, Güney Peruada, Coloradoada kaz,larda i lenmi büyük külçeler bulunmu tur. spanyada 1860ta sekiz tonluk bir külçe ç,kart,lm, t,r. Gümü , daha çok yer kabu una da ,lm, bile ikler halinde bulunur. En önemli mineralleri argenit Ag₂S, arsenikli gümü galeni Ag₃AsS₃. Antimonlu gümü galeni Ag₃SbS₃, keragirit AgClødür.

Bile ikleri:

Gümü (I) oksid, Ag₂O, gümü (I) tuzlar, çözeltilisine bazlar,n kat,lmas,yla siyah renkte çöker. Ag₂O nun sulu çözeltilisi AgOH içerdi inden bazik reaksiyon verir.

- Gümü nitrat, AgNO₃, en önemli gümü bile i idir, di er bütün gümü bile ikleri için ilkel madde rölü oynar. AgNO₃ metalik gümü ü nitrat asidine çözmek suretiyle ele geçer:



Güzel, rombik, 209⁰C de eriyen kristaller eklindedir, suda çok kolay çözünür.

- Gümü halojenürleri, yaln,z AgCl do ada bulunur, di er halojenürler gümü nitrat çözeltilisinin alkali halojenür çözeltilerine kat,lmas,yla ele geçer.
- Gümü (II) bile ikleri

Gümü (I) bile ikleri kompleks verici maddeler kar ,s,nda kuvvetli bir yükseltgen kat,lmas,yla olu ur. En uygun yükseltgen sodyum ve amonyum persülfatt,r:

(2.2)

, amaca eri ilir.



Kompleks verici olarak, O-fenantrolin ve piridin kullan,labilir. Örne in: yar, doymu bir potasyumpersülfat çözeltisine bir gümü nitrat çözeltisi ve piridin kat,l,rsa turuncu renkli bir tetra piridino-gümü (II) persülfat $[\text{Ag}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8]$ olur (Baykut, 1981).

2.1.2.4 Üretimi ve Kullan,m Alanlar,

Gümü , tarihte çe itli yöntemlerle cevherlerinden ayr,lm, t,r. En eski yöntemlerden biri, kur unla kar, t,rma yöntemidir. Bu yöntemde gümü cevherleri veya saf olmayan gümü ürünleri kur un veya kur un filizleriyle basit bir f,r,nda eritilir ve gümü -kur un kar, ,m, elde edilir. Buradan da kolay bir ekilde saf gümü kazan,l,r.

Di er bir yöntem de, amalgama yöntemidir. Çamur haline getirilen gümü cevherleri, tuz ve civayla muamele edilerek, elementel gümü elde edilir. Bundan ba ka, siyanat yöntemi gibi ba ka gümü elde etme yöntemleri de geli tirilmi tir.

Kullan,m Alanlar,:

- Metalik olarak kuyumculukta,
- AgBr bile i i foto rafç,l,akta,
- Di protezlerinin yap,m,nda,
- Elektrik kontaklar,nda,
- Gümü -çinko ve gümü -kadmiyum pillerin yap,m,nda,
- Aynalar,n kaplanmas,nda,
- Yükseltgenme reaksiyonlar,nda katalizör olarak,
- Yüzme havuzlar,nda dezenfektan olarak,
- Gümü klorür camlara effafl,k vermek için, bir çok ülkede bozuk para yap,m,nda.

2.1.2.5 Etkisi

Gümü , gözler ve derinin gri-mavi renk ald , argyria hastal ,na neden olur. 0,4-1,0mg/L aral ,ndaki deri imler böbrekler, karaci er ve dalakta patolojik de i melere neden olur. Genellikle suda 0-2mg/L de erleri aras,nda bulunur. Az miktardaki gümü ün bakterileri öldürücü etkisi vard,r. Hayvanlar sindirim yoluyla alman gümü ün yakla ,k % 10unu

Organlarda özellikle karaciğer ve dalakta, metal iyonlarında gümüşü alındıktan 16 gün sonra, alınan gümüşün % 50'den fazlası, karaciğerde saptanmıştır. Bazı enzim sistemlerinde ve biyolojik önemi olan kimyasal gruplarda sulfhidril komponent iyonlarında bulunarak, proteinlerin presipitasyonu ve bazı enzimlerin inaktivasyonunda rol oynamaktadır. Gümüşün yarım ömrü birkaç gün ile birkaç hafta arasında değişir. Çok yüksek dozlarda ölümlerle sonuçlanan gümüş zehirlenmelerine rastlanmıştır, bildirilmiştir. Gümüşün esas etkisi deri, saç ve tırnaklar üzerinde olup bunların rengi değişmektedir. Bu durum özellikle ilaç olarak gümüş arsfenamin'in uygulandığında, hallerde görülür. 1g gümüş arsfenamin enjekte edildiğinde bu etki çok açıktır. Bu etkiler endüstride çalışmalarda da görülebilsede, çok nadirdir. Alman gümüşü kanserojen olduğu hakkında bilgi yoktur. Litrede 400mg veya daha fazla gümüş içeren suların içilmesiyle rastlanan böbrek ve karaciğerlerinde bazı patolojik değişiklikler gözlenmiştir. Bunun insanlarda saptanması çok güçtür. Ancak tırnakların renk değişimi bir ölçü olabilir [1-5].

2.2 Zenginleştirme Yöntemi

Büyük miktardaki bir numunenin içinde mikrogram seviyesinde olan veya küçük miktardaki numune içinde çok küçük miktarlarda nanogram veya pikogram seviyesinde olan elementlere eser elementler denir. Ön işlemler sırasında eser elementlerin başka bir ortama alınarak, daha küçük bir hacimde deriştirilmesi ve uygun ortama alınması, zenginleştirme yöntemi olarak adlandırılır (Özgür, 2005).

Zenginleştirme işlemleri için çöktürme, buharlaştırma, sıvı-sıvı ekstraksiyonu, katı-sıvı ekstraksiyonu, flotasyon, kromatografi gibi çeşitli yöntemler uygulanmaktadır ve çeşitli iyon değişirici reçine, zeolit, aktif karbon ve silika gel gibi adsorbanlar kullanılmaktadır.

2.2.1 İyon Değiştiricilerin Tanımlanması,

Temasız geldikleri elektrolit çözeltilerinin aynı iyonlu anyon ve kationları, stokiometrik ve tersinir olarak değiştirilecek, oynak anyon ve kationlar içeren çözünmeyen katı veya karışım, mayan sıvı maddelerdir.

Bir kimyasal analiz sırasında bir iyonun miktarının tayinini veya onun diğer kationlardan ayrılması, çoğunlukla diğer bazı iyonların bulunmasını güçleştirir. Bu gibi durumlarda çözeltideki anyon ve kationların çok çabuk ayrılması, sızdıran ve çözeltilerdeki yabancı bir iyonu değiştirme yönteminden yararlanılır (Akçin, 2001).

arak zeolit, aktif karbon, kil, iyon de i tirici reçineler vb.

yon de i tiricilerin kullan,m alanlar,:

- Su ar,tmas,nda; su,y,n yum at,lmada, deiyonizasyonda, zenginle tirilmesinde, içme suyun ar,t,mas,nda, at,k suyun ar,t,mas,nda, sanay, at,k sular,ndan pahal, metallerin geri kazan,mas,nda, örne in alt,n, gümü , platin, krom, uryanum gibi,
- Hidrometeorolojide; pahal, metallerin zenginle tirilmesinde ve geri kazan,m,nda, toprak alkali ve a ,r metalleri ay,rmakta,
- G,da endüstrisinde; eker ve tatlı, yap,m,nda; bira yap,m,nda; meyva suyu; sitrik asit ve amino asitleri ay,rmakta, proteinin geri kazan,m,nda,
- Süt endüstrisinde; sütün demineralizasyonda, laktozdan ar,tmakta, süttten kalsiyum ve sodyumu gidermekte, temiz kazeinin haz,rlanması,nda,
- T,pta; serumdaki kolestrolu indirmekte, bipolar reçineler kan saklamakta,
- Biokimya ve biyoteknoloji; enzimleri hareketsizle tirmekte, mikro organizmalar, hareketsizle tirmekte, virüs ve proteini sorbe etmekte, biyolojik aktif maddelerin haz,rlanması,nda,
- Analitik kimyada; iyon de i tirme kromatografisinde, iyon kromatografisinde,
- Elektronik Endüstrisinde; elektronik ve farmasötik endüstri alanlar,nda kullan,lan ultra saf sular,n üretiminde,
- Foto rafç,ı,ıkta; fotoğrafl,ık banyolardaki gümü ü ay,rmakta, renk geli tiricilerin geri kazan,mas,da, heksakyanoferat, gidermekte,
- Kirlilik kontrolinde; detoksifikasyon, toksik gazlar,n giderilmesinde, sanayi at,klar,ndaki metalik kirleticileri stabil etmekte (Solak, 2006).

2.2.2 yon De i tiricilerin Tarihçesi

1850'de Thompson ve Way i lenmi toprakta amonyum gibi çe itli iyonlar,n, kalsiyum ve magnezyum iyonlar,yla yer de i tirebildikleri ekindeki gözlemlerini yay,nlad,lar. Thompson'un çal, mas,ndan yararlanarak Spence bir cam kolonda amonyum sülfatla i leme tabi tutulmu kumlu kil yatak haz,rlay,p yataktan suyu geçirdi i zaman, yatakta amonyum sülfat yerine alç, bulundu unu görmü tür. Laboratuvarında gerçekte en bu ilk iyon de i imi Henneberg ve Stohmann kimyasal süreç olarak yorumlam, ve bu süreçlerin tersinin oldu unu öne sürmü lerdir. Bu olaylar, killer ve zeolitlerde de meydana geldi ini önce Lenberg daha sonra ise Wiegner göstermi tir.

erilmesi ve di er amaçlara hizmet edebilen malzemelerin
eren ürünlerin sentezlenmesi çabalar,na , ,k tutmu tur. İlk
sentetik iyon de i tiriciler 1903'te Harm ve Rümpler ile 1905'te Gans taraf,ndan
haz,rlanm, t,r. Böylece örne in deniz suyundan alt,n tutulmas, gibi uygulamalar
gerçekle ebilecekti.

Modern iyon de i tirici teknolojisi 1935 y,l,nda Adams ve Holmes'ın imdiki klasik
ara t,rmlar,yla ba lad,. Adams ve Holmes genel olarak reçine diye bilinen iyonlar,
de i tirme özeli ine sahip olan sentetik polimerleri ke feden ki ilerdir. Bu ke fin patenti I.G.
Farbenindustrie irketi taraf,ndan 1936'da al,narak istenen özlelikte iyon de i tirici
reçinelerin sistematik üretimine ba lanm, t,r. Polycondensation yöntemiyle elde edilen ilk
iyon de i tiricileri yerini 1945'ten sonra d'Alalionun sülfonik asit gruplar,n,n çapraz
ba lanm, polistiren reçineye girdirilmesinde, izledi i yöntem kullan,larak elde edilen
polimerizasyon ürünleri al,nm, t,r. 1945'den günümüze de in, iyon de i tiricilerle ilgili
ara t,rmlar, çevresel sorunlar,n önem kazanmas,yla, giderek artan ilgiyle sürmektedir.

2.2.3 İyon De i Tiricilerin Teorik Temelleri

İyon de i tirici daima ya yüksek polimer anyon ya da yüksek polimer katyon içeren tuzlar
halinde bulunurlar. Bu yüksek polimerlerin a ekinde olan yap,s,ndan dolay, bu yap, içinde
yaln,z monomer olan z,t iyonlar de il ayn, zamanda su ve di er iyonlar da yer almaktad,r.
İyon de i tirme i lemi basit olarak öyle aç,klan,r; içerisinde yabanc, iyon girmi olan iyon
de i tiricinin bir hücresinden, hücrede elektrostatik olarak ba l, bulunan esas monomer iyon
ç,kar. Yani bir hücre esas olarak K^+ iyonu ihtiva ediyorsa Na^+ iyonu ile yer de i tirebilir.

Di er bir deyi le, bir iyon de i tirici reçine bir iyonik çözelti ile temas ettirildi inde iyon
reçine taneci inin içine girer, reçineyi saran çözültideki iyonlarla, reçine faz,ndaki ayn,
iyonlar aras,nda bir denge kuruldu unda;



Bu dengeye Donnan dengesi denir. Reçinede ba lang,çta bulunan z,t yüklü iyonlar çözültiden
gelen iyonlardan farklıdır. Eğer $NaCl$, H^+ formunda sülfonik bir reçine ile temas ettirilse;



Bu de i me bir dengeye ula ana kadar devam eder, reçine faz,n,ndaki çözelti vas,tas, ile
 Na^+ ve H^+ ın, belli bir fraksiyonunu içerecektir. Bu denge bir K sabit ile karakterize edilir.

reçinedeki ba lang,çta bulunan z,t iyona A dersek :

$$A + B \rightarrow A + B \quad (2.6)$$

$$K = \frac{(A)(\bar{B})}{(\bar{A})(B)} \quad (2.7)$$

(\bar{A}) : Dengede reçine üzerindeki A ϕ ,n deri imi

(\bar{B}) : Dengede reçine üzerindeki B ϕ ,n deri imi

(A) : Çözeltideki A ϕ ,n deri imi

(B) : Çözeltideki B ϕ ,n deri imi

2.2.4 yon De i tircilerin S,n,fland,r,lmas,

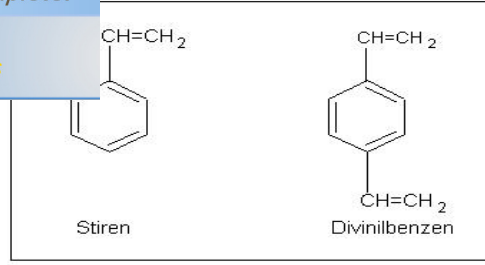
yon de i tircileri iskelet yap,s,na göre a adaki ekilde de s,n,fland,rnak mümkündür:

- Polistirenik iskelet yap,s,
- Poliaktilik iskelet yap,s,

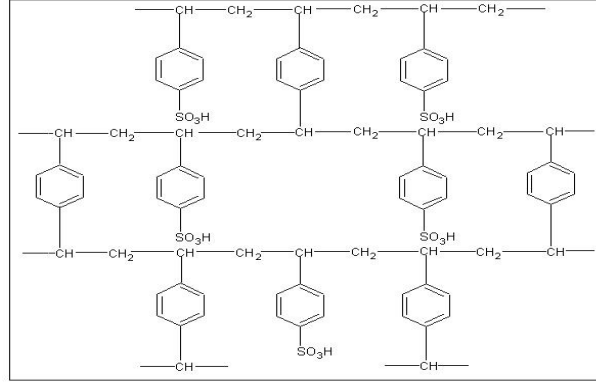
yon de i tircilerini kimyasal fonksiyonlar,na göre a adaki gibi de s,n,fland,rnak mümkündür:

- Katyon de i tirciler:
 - Kuvvetli asidik katyon de i tirciler
 - Zay,f asidik katyon de i tirciler
- Anyon de i tirciler:
 - Kuvvetli bazik anyon de i tirciler
 - Zay,f bazik anyon de i tirciler
- Amfoter iyon de i tirciler
 - Kuvvetli asidik katyon de i tirciler

Kuvvetli katyon de i tircilerin en önemlisi sülfürik asid (-SO₃H) tipli olanlar. Bunlar stiren ve divinilbenzenin kopolimerizasyonu sonucu olu ur.

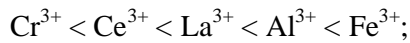
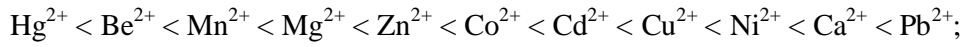
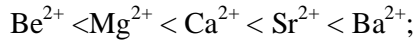
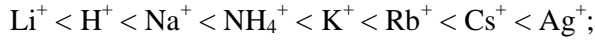


ekil 2.1 Stiren ve divinilbenzen yapıları,



ekil 2.2 Stiren ve divinilbenzen kopolimerizasyonu sonucu oluşan yapı,

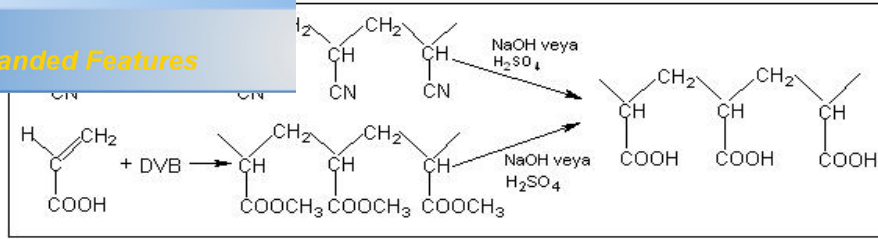
Kuvvetli asidik katyon de i tiriciler için seçicilik sırası, öyledir:



yonik yük ile afiniti artar. Aynı iyonik yükte i içinse, atom numarası ile artar.

- Zayıf asidik katyon de i tiriciler

Bunlar genellikle hidroliz edilen poliakrilik bir iskelet yapılarından elde edilir. Ayrıca bazıları maddesi olarak poliakrilat veya poliakrilonitril de kullanılabilir. Akrlonitril veya metil akrilat, n divinilbenzenle reaksiyonu sonucu karboksilik bir katyon de i tirici hazırlanmış, tır. Bu zayıf katyon de i tiricidir.



ekil 2.3 Karboksilik bir katyon de i tiricinin haz,rlanmas,

Genellikle seçicilik s,ras,: $Na^+ < Mg^{2+} < Ca^{2+} < H^+$

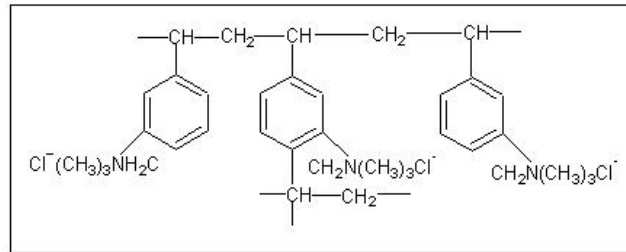
pH=7 ise $Mg^{2+} < Ca^{2+} < Ni^{2+} < Co^{2+} < Cu^{2+}$

- Kuvvetli bazik anyon de i tiriciler

Birinci tip kuvvetli bazik anyon de i tiricilerde fonksiyonel grup benziltrimetilamonyum gruplard,r ve bütün anyonlar,n uzakla t,r,lm,as,nda kullan,l,rlar. kinci tip kuvvetli bazik anyon de i tiricilerde fonksiyonel grup benzildimetiletanolamonyum gruplard,r. Bu reçineler ise, bütün anyonlar, tutacak kadar bazikli e sahiptirler ve NaOH ile geri kazan,ld,klar, zaman daha kolay tuttuklar, anyonlar, b,rak,rlar. Ayr,ca daha fazla bir i letme kapasitesine ve geri kazanma rand,man,na sahiptirler. Buna kar ,l,k kimyasal olarak daha az stabildirler.

Birinci tip için seçicilik s,ras,: $F^- < OH^- < COO^- < H_2PO_4^- < HCO_3^- < Cl^- < NO_2^- < HSO_3^- < CN^- < Br^- < NO_3^- < HSO_4^- < I^- < SO_4^{2-}$.

kinci tip için seçicilik s,ras,: $F^- < COO^- < H_2PO_4^- < HCO_3^- < OH^- < BrO_3^- < Cl^- < CN^- < NO_2^- < Br^- < CCl_3COO^- < SCN^- < HSO_4^- < I^- < ClO_4^-$.



ekil 2.4 Kuvvetli bazik anyon de i tirici reçine

- Zay,f bazik anyon de i tiriciler

Fonksiyonel gruplar, bir amin olan bazik anyon de i tiricilere zay,f bazik anyon de i tiriciler denir. Baziklik dereceleri çok de i kendir. Tersiyer amin içeren reçineler orta baziktir. Primer amin içeren reçineler çok az kullan,l,rlar, daha dü ük baziklik derecesine sahiptirler. En çok kullan,lan zay,f bazik reçineler tersiyer amin fonksiyonel gruplar, olanlard,r. lem görecek olan çözeltideki kuvvetli asitleri tutarlar, fakat nötral tuzlar ve zay,f asitler üzerinde hiçbir etkileri yoktur. Seçicilik s,ras,: $F^- < Cl^- < Br^- < I^- < asetat < MoO_4^{2-} < PO_4^{2-} < AsO_4^{3-} < NO_3^- <$

OH.

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

OH. k gösterirler, küresel tanecikler bir akrilik ester ve kopolimerize divinilbenzenden itibaren bir katalizörle süspansiyon halindeki bir ortamda ba lar. Bu e kilde meydana getirilen akrilik poliester genellikle primer, sekonder veya tersiyer bir aminle muamele edilip aktif hale getirilir. Primer aminler polimerin esterinin aminolizini meydana getirir ve onu amid haline sokar. skelete ba lanm, olan poliamin anyon de i tirici bir aktif grubu meydana getirir.

Genel olarak e er polistiren yap,da sülfonikasit yerine karboksil gruplar, geçerse zay,f asidik, kuartner amonyum gruplar, geçerse kuvvetli bazik, tersiyer amin gruplar, geçerse zay,f bazik iyon de i tiriciler elde edilir.

2.2.5 İyon De i Tiricilerin Özellikleri

İyon de i tiriciler çe itli özellikleri ile tan,n,rlar. Bu özellikler bilhassa kimyasal yap,lar, ile belirlenmi tir ve aralar,nda birbirlerine çok ba l,d,rlar.

2.2.5.1 Kapasite

Bir iyon de i tiricinin kapasitesi en önemli özelliklerinin biridir ve ne kadar iyon adsorblaya bildi inin bir ölçücüdür. Bir reçine önce de i tirme kapasitesi ile karakterize edilir. Toplam de i tirme kapasitesi demek reçine içinde mevcut olan ve ölçülebilen azami hareketli iyon miktar,d,r. Ekivalent-gram (e de er)/L olarak ifade edilir. Bu iyonik e kil belirlenmi bir litre nemli iyon de i tiriciye özgüdür.

İletme kapasitesi (dinamik kapasite) ise, seçilen ko ular alt,nda adsorblanabilen iyonlar,n say,s,n, verir. Bir iyon de i tirici reçinenin i letme kapasitesi daima toplam kapasitesinin alt,ndad,r. Belli artlar alt,nda belirli bir reaksiyonda ve denge halinde bir iyon de i tirici reçinenin performans,n, ölçer.

İyon de i tirme kapasitesi a a ,daki faktörlere ba l,d,r:

- İyon de i tirici malzemenin tabiat,na,
- Suyun iyon de i tirici yata ,ndan geçme h,z,na,
- Suyun (s,v,n,n) içindeki maddesel tuzlar,n miktar,na,
- Kullan,lan geri kazanma maddesinin miktar,na,
- Geri kazanma yöntemine.

Bu nedenle, hangi artlar alt,nda oldu u belirtilmeyen bir kapasite de erinin pek faydas,

ineler aras,nda bir ay,r,m yapmak için, bunlar,n maksimum
nemtedir. Maksimum kapasite; reçine ihtiyac,ndan oldukça
fazla geri kazanma maddesiyle, iyice geri kazanm,ld,ktan sonra içerisinden, iyonlar,n,
tamamen tüketinceye kadar, tuzlu su geçirilmek suretiyle tayin edilir.

Bu i lem esnas,nda, reçinenin tuttu u toplam iyon miktar, a ,rl, ,na maksimum kapasite
denir. En yüksek kapasite bu e kilde elde edilir.

2.2.5.2 yonik Güç

yon de i tirici reçinelerin davran, lar, aktif gruplar,n,n kimyasal özellikleri taraf,ndan
yönlendirilir. Bir iyon de i tirici reçinenin asit veya baz kuvveti gayet basit olarak bir asit-
baz titrasyon e risi taraf,ndan tayin edilir. Bu e rilere reçinelerin pKø,s, için bir fikir edinmeye
yarar.

- -SO₃H gruplar, ta ,yan kuvvetli asidik katyon de i tiricilerin aktiviteleri H₂SO₄øe benzer.
- -COOH gruplar, ta ,yan zayıf asidik katyon de i tiricilerin titrasyon e rileri asetik asit
fonksiyonlar, ile benzerlik gösterir.

Bu e rilere göre, bir katyon de i tirici pKø,ndan yukar, pHølarda bütün kapasitesini kullana
bilir. Bu olay hemen hemen bir çok defa pratikte øSO₃H tipi (pK=1) için geçerlidir. Fakat bir
karboksi grubu ta ,yan øCOOH bir zayıf katyonik için geçerli de ildir (pK=4-6 aras,ndad,r).

Bu olay,n tersi kuvvetli bazik anyon de i tiriciler (pK=13) ve zayıf bazik anyon de i tiriciler
içinde geçerlidir.

2.2.5.3 Yo unluk

yon de i tiricilerin gerçek yo unlu u en hafif anyonik reçineler için 1,07 civar,nda, en a ,r
katyon de i tiriciler için 1,36 civar,ndad,r.

2.2.5.4 Su çeri i

Bir iyon de i tiricinin su muhtevaz, onun en önemli karakteristiklerinden birisi olup baz,
iyonlara kar , afinitesini tayin etmeye ve uzun bir çal, ma süreci onunda yap,sal de i imini
takip etmeye yarar. Reçinenin cinsine göre su içeri i yakla ,k % 45- 60 aras,nda de i ir.

Bütün organik maddeler gibi iyon de i tirici reçineler yükseltgen maddelere kar , hassast,r ve tersinir olarak klor, hidrojen peroksit, nitrik asit v.s zarar verebilirler. Bir katyon de i tirici reçineye bir yükseltgenin etkisi ebeke yap,s,n,n de i mesi ve küçülmesi ile meydana ç,kar, bu da en çok çapraz ba içeren reçinenin neden daha fazla dayan,kl, oldu unu aç,klar. Anyonik reçinelere yükseltgenlerin etkisi kapasitenin dü mesi ile belli olur (aktif gruplar,n kayb,).

2.2.6.2 S,cakl,k

S,cakl, a kar , dayan,kl,l,k fonksiyonel gruplar,n kararlı,l, , ile s,n,rland,r,lm, t,r. Çok kararlı, olan katyon de i tiriciler 120°C- 150°Cøye kadar çal, abilirler. Anyon de i tiriciler e er uzun bir süre boyunca çal, acaklarsa 60°Cmin üzerinde s,cakl,ka çal, ,lmamal,dar.

2.2.6.3 Zehirlenme

yon de i tirici reçinelerin zehirlenme sebepleri içlerine çal, ma esnas,nda çöken yabanc, maddeler veya yüksek moleküler yap,ya sahip polielektrolitlerin reçinede tutulmalar,d,r. Bu olaya özellikle anyon de i tiricilerde rastlan,r, adsorpsiyon olay, denilen yüksek moleküler yap,ya sahip organik asidlerin tersinir bir reaksiyon vermemelerinden dolayı, meydana gelir.

2.2.6.4 Osmotik Yükler

yon de i tiriciler birbiri arkas, s,ra de i ik deri imli s,v, cisimlerle temasa gelirse devaml, olarak büzülüp genle mekten dolayı, iyon de i tirici tanecikler k,r,labilir. yon de i tirici reçinenin dayan,kl,l, , taneciklerin boyutlar,n,n gözeneklili inin ve a yap,s,n,n bir foksiyonudur.

2.2.6.5 A ,nma

yon de i tirici reçinenin mekanik dayan,kl, ,n, karakterize eder. Yüksek h,zl, debilerde ve reçinenin dola t, , sistemlerde çok büyükönemi vard,r. A ,nmaya kar , dayan,kl,l,k reçinenin a yap,s,na ba l,d,r.

Özellikler

Özellikler, içermesi,

- Malzemenin suda veya hangi s,v,da kullan,lacaksa o s,v,da erimemesi,
- Malzeme dokusunun süngerimsi olmas, ve hidrate olmu H^+ , Na^+ , K^+ , Ca^{2+} , Mg^{2+} , OH^- , Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} gibi iyonlar,n kolayca girip ç,kmas,na imkan vermesi,
- Aktif gruplar,n (de i ecek iyonlar,n bulundu u k,s,mlar,n) iyonik olmas,,
- Fiziksel ve kimyasal bak,mdan dayan,kl, olmas, (asitlere, s,ca a kar , dayan,kl, olmas, ve ufulanmamas,),
- Granül büyüklü ünün 0,3 ile 1,19mm kadar olmas,,
- Fiyat,n,n uygun olmas,.

2.2.8 Geri Kazanmak

Geri kazanman,n amac, iyon de i tirici taraf,ndan tutulan iyonlar, ç,karmak ve bunlar,n yerine muamele edilecek olan çözeltide olmas, istenen iyonlar, geçirmektir. Reçine yata ,n,n de i tirme kapasitesi tükendi i yani istenmeyen iyonlar ortaya ç,kmaya ba lad, , zaman i lem durdurulur ve de i tirici yata , tekrar seçici iyonlarla yüklemek gerekir buna geri kazanmak denir. Reçine, cinsine göre NaCl, NaOH, HCl, H₂SO₄, HNO₃ ile geri kazan,l,p eski i ler haline geri döndürülür.

2.2.9 İyon De i Tirici Reçinelerin Kullan,m Öncesi Haz,rl, ,

2.2.9.1 Reçine Hacmin,n Ölçülmesi

Hacim ölçüsü, iyon de i tiriciler için geçerlidir. Yo unlukla hacmin ilgisi yoktur. İyon de i tirici reçineler için uluslararası, kabul edilen hacm,n tan,m, öyledir; hangi iyonik formda olursa olsun, belli bir miktar tart,l,p ölçü kab, içerisine konarak ters y,kama ve dekantasyona b,rak,l,p (i lem bir iki kez tekrarlan,r) hacim tart,l,r. Bu tart,lan miktar,n hacmid,r ve \pm % 9 hata pay, kabul edilebilir. En sa l,kl, ölçüm i letme kolonunda yap,l,r.

2.2.9.2 Reçinenin Yerle tirilmesi

Reçine kullan,m,ndan önce yap,lmas, gereken i lemler:

- Reçine kuru kolona bo alt,lmaz. Yar,s,na kadar su doldurulup, reçinenin üçte biri aktar,l,r ve bu i lem en az üç kez yap,lmal,d,r. Reçine kuru ise 24 saat suda bekletilip kolona aktar,l,r. Su içinde bekletme kolonda yap,l,rsa kolonun çatlama olas,l, , vard,r.

50µsi geni leyecek ekilde y,kama yap,l,r. Bu i lem hava tozlar, temizler.

- Ters y,kama durdurulur, dekantasyona b,rak,l,r.
- Reçine yata ,n,n 3cm üzerine kadar su ile doldurulur, fazlas, ak,t,l,r. Reçine hacmi ölçülür.

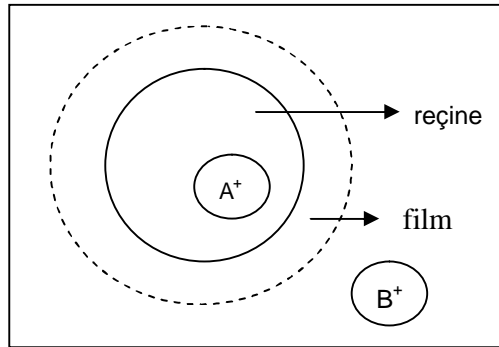
2.2.9.3 Reçinenin arland,r,lmas,

Amaç; tat, koku ve ekstrakte olabilen organik maddeleri uzakla t,r,makt,r. arland,rma yöntemleri standart kalite kimyasal madderlerde uygulanabilir, ayr,ca reçine geri kazan,lmas,nda kullan,labilir.

çme suyunda ve g,da maddelerinde kullanmak için s,cak su veya su buhar, ile uzun süre y,kan,lm, reçineler kullan,l,r. Hassas durumlarda reçine için bu i lem tekrarlan,r. Uygulamadan sonra seyreltik asit ve baz geçirilir ve böylece reçine bütün kal,nt,lardan uzakla m, olur.

Katyonik reçinelerde s,cak su ile 30⁰Cde y,kanabilir. Anyonik reçinelerde bu i lem uygulanmaz.

2.2.10 yon De i tirme Kineti i



ekil 2.5 yon de i tirme kineti i

ki çe it h,z ad,m, vard,r. Z,t yüklü iyonlarla, iyon de i tiricinin kendisi aras,ndaki difuzyon (tanecik difuzyon) ve reçine taneci inin etraf,ndaki film ile z,t yükler aras,ndaki difuzyondur (film difuzyonu).

yon de i tirmede bir A⁺ iyonu bulundu u iyon de i tiriciden d, çözeltiye göç eder. Reçine taneci inin etraf,nda sabit bir film çözeltisi vard,r. D, çözeltiden bir B⁺ iyonu bu çözeltiden geçerek reçine taneci inin yüzeyine do ru gider. Taneci in yüzeyindeki bu durumdan dolayı, reçine ve çözeltilinin su molekülleri aras,nda bir çekim kuvveti vard,r. Reçine taneciklerinin

mden dolay, bu çekim çözeltiye do ru yay,l,r. Filmin artar veya azal,r. B^+ iyonunun bu filme do ru difüzyon h,z,, sabit iyonik gruplar,n deri imi ve difüzyon katsay,s, ile do ru, film kal,nl, , ile ters orant,l,d,r. Sonraki ad,mda, B^+ iyonu reçine taneci inin içine A^+ de i im bölgesine do ru girer. Burada hem iyon de i tirici hemde çözelti aras,nda iyonlar,n transferi vard,r. B^{+0} ,n,n reçine taneci ine do ru difüzyon h,z,, sabit iyonik gruplar,n deri imi ve difüzyon katsay,s, ile do ru, taneci in yar,çap, ile ters orant,l,d,r. Bu seyreltik çözeltiler ve film kal,nl, ,n,n fazla oldu u durumlarda geçerlidir. Reçinenin sabit iyonik gruplar,n,n yüksek deri imlerinde ve dü ük çaprazlanma derecelerinde (reçine taneci inde büyük difüzyon katsay,s,) film difüzyonu tanecik difüzyonundan daha yava olur. Deri ike çözeltilerde, reçine taneci inin hareketi geri kazanma süresince oldu u gibi, s,n,rl,d,r.

2.2.11 Kineti e Etki Eden Faktörler

Kineti e Etki Eden Faktörler:

- yon de i tirici reçine taneciklerinin yüzey alan,:

Jel tipi reçineler için bunun anlam, tanecik büyüklü üdür. Küçük reçine tanecikleri, büyük taneciklerden daha h,zl, kinetik gösterirler. Film difüzyonunda de i tirme h,z, tanecik büyüklü üyle ters, tanecik difüzyonunda ise do ru orant,l,d,r.

- Dallanm, l, ,n derecesi:

Genellikle dallanman,n dü ük dallanma derecesi kineti i kolayla t,r,r. Bundan dolay, dü ük dallanman,n seçicili i de azaltt, ,n, görürüz. De i tirme oran, üzerine çapraz ba lanman,n etkisi, tanecik difüzyonu için film difüzyonundan daha olabilir.

- S,cakl,k:

Bu faktörün etkisi, olumsuz denge ve kinetiktir.

- Deri im:

Film difüzyonu, çözelti içindeki iyonlar,n deri imi dü ük oldu u zaman daha fazlad,r. Oysa tanecik difüzyonunda, yüksek çözelti deri imi daha etkilidir.

- Ak, h,z, veya kar, t,rma h,z,:

Film difüzyonu ak, h,z, ve kar, t,rma h,z,na ba l,d,r. De i tirme h,z, ak, veya kar, t,rma h,z,n,n artmas, ile artar. Tanecik difüzyonunda ise, ak, veya kar, t,rma h,z,ndan fazla etkilenmez (Akçin, 2001).

denilen elektron çifti verici moleküllerle oluşturulan metal kompleksleri, genel olarak Lewis (1938) anlamında bir asit-baz nötralleştirme mesinin ürünüdür ve bu durum:



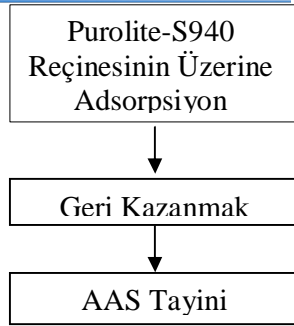
ekilde sembolle gösterilebilir. Burada M metal atomu veya iyonu elektron-çifti kabul ettiği için bir Lewis asidi, L ligand, elektron çifti verdiği için bir Lewis baz, ve oluşan ML kompleksinde bir Lewis tuzudur (Apak, 1995).

Merkez iyonuna yani metal atomuna bir çifti elektron ile bağlanan ligandlar tek diletli olarak adlandırılır. Merkez iyonuna iki veya daha fazla elektron çiftiyle bağlanan ligandlar çok diletli ligandlardır ve bunların oluşturduğu komplekslere kelat adı verilir.

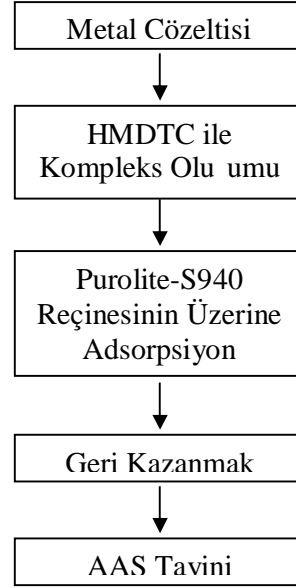
Her kompleks biriminde sadece tek bir metal iyonunun olduğu ML, ML₂ ve ML_n türündeki kompleksler tek çekirdekli komplekslerdir. Buna karşılık birden fazla merkez iyonun içeren M_nL_n (n > 1) tipindeki kompleksler çok çekirdekli kompleks olarak adlandırılır (Öztek, 1997)

2.4 Analitiksel Uygulamalar

iyon dediriciler; bazen doğrudan (ekil 2.7.a), bazen ligant ile modifiye edilerek, bazende metal iyon ligant kompleksini oluşturarak (ekil 2.7.b) metallerin zenginleştirilmesinde kullanılmaktadır.



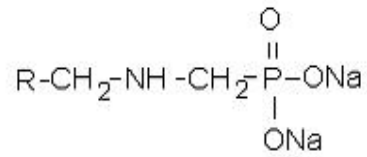
(a)



(b)

ekil 2.6 Metal do rudan (a), metal ó ligant kompleksin olu turarak (b) zenginle tirilme yönteminin emas,

2.4.1 Çal ,lan yon De i tirici Reçinenin Yap,s, ve Özellikleri



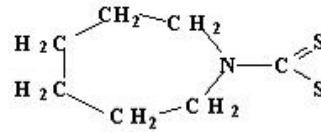
R- Makrogözenekli çaprazba l, polimer

ekil 2.7 Kulan,lm, Purolite-S940 reçinenin yap,s,

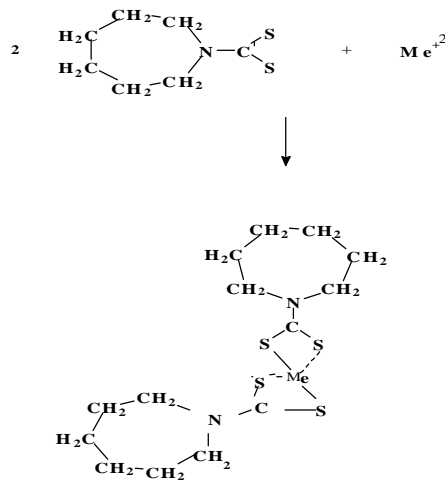
S940 iyon de i tirici reçinenin özellikleri (Purolite, 2007)

Yapı, s,	Makrogözenekli çaprazba l, polimer
Fonksiyonel grup	Aminofosfonik
yonik form	Na ⁺
Tanecik büyüklü ü	0,55-0,75mm
Yo unluk	1,13g/mL
Ta ,d, , a ,rl,k	710-745g/L
pH aral, ,	0-14
De i tirme kapasitesi	20(Ca ²⁺)eq/L
Nem tutma kapasitesi	55-65%
S,cakl,k	90 ⁰ C

2.4.2 HMDTC'n Yap,s,



ekil 2.8 Kullan,lm, ligant HMDTC'n yap,s,



ekil 2.9 HMDTC'nin Me²⁺ ile kompleks olu umu

Freundlich izotermi yakla mlara dayanmakta ve Langmuir adsorpsiyon izotermelerinin dag,l,mlar, toplam, olarak dü ünülebilmektedir. Gaz,n hacmi yerine çözünmü maddenin deri imi yer al,r ve e itlik; s,v,dan kat, yüzeye adsorpsiyon için a adaki ekilde düzenlenir.

$$X = KC^n \quad (2.9)$$

Bu e itlik, genellikle verilerin de erlendirilmesinde logaritmik/lineerle tirme ekliyle kullan,l,r.

$$\log X = \log K + n \log C \quad (2.10)$$

Burada; X: Gram adsorbant (adsorpla,y,c,) ba ,na adsorplanan madde miktar, (mg/g)

C: Dengedeki çözelti deri imi (mg/L)

K ve n: Freundlich adsorpsiyon izotermine ait sabit parametrelerdir.

2.5.2 Langmuir zotermi

Langmuir izotermi, kat, yüzeyinden uzakla ,ld, ,nda moleküller aras, (kat, s,v, veya gaz) etkile im kuvvetleri zayıflad, ,ndan adsorplanan tabakan,n bir molekül kal,nl, ,nda oldu u temeline dayan,r.

$$\frac{C}{X} = \frac{1}{KX_m} + \frac{C}{X_m} \quad (2.11)$$

Burada ; C: Dengedeki çözelti deri imi (mg/L)

X: Gram adsorbant (adsorplay,c,) ba ,na adsorplanan madde miktar, (mg/g)

X_m: Yüzeyde tam bir monomoleküler tabaka olu turabilmek için gerekli adsorbant miktar,n, gösteren sabit

K: Adsorpsiyon enerjisini belirten sabittir (Çokadar, 2003).

nden Nikel ve Kobalt, Geri Kazan,m,: Aminofosfonat Kelat Reçine ile Metal-Organik Kompleksinin Adsorpsiyon Mekanizmas,;

Bu çal, mada kelat aminofosfonat reçinesi Purolite S950 kullanarak organik asit komplekslerinden nikel ve kobalt,n geri kazan,m, incelenmi tir. Bu metaller heterofilik organizma ve onlar,n metabolit veya organik asit ürünlerinden, nikel maden cevherinden, ticari nikel ve kobalt mineral oksidlerinden metal-ligant kompleksi olu turularak zenginle tirilmi tir. Adsorpsiyon denge testlerinde, Ni ve Co (1562000mg/L) metal iyonlar,n,n pH0, 0,01 ve 0,1M asid çözeltileri ile ayrılarak sitrat, malat ve laktat ile kompleks olu turulmu tur. Ni ve Co kompleksleri için, s,ras,yla 16618 ve 5,469mg/g reçine ile çal, ,lm, t,r. Nikel iyonun Purolite S950 reçinesine adsorpsiyonu dü ük oldu u bulunmu tur. Langmuir ve Freundlich adsorpsiyon izotermleri incelenmi tir (Deepatana ve Valix, 2006).

2. Kelat Reçineler Üzerine Nikel ve Kobalt Sitrat Komplekslerinin Adsorpsiyonu ve zotermlerin Kar ,la t,r,lmas,;

Nikel ve kobalt organik komplekslerinin adsorpsiyon özellikleri iki ticari kelat reçinesi (Purolite S30 ve S950) üzerinde kar ,la t,r,l,m, t,r. Purolite S390 iminodiasetik ve S950 aminofosfonik asit içeren reçineler kullan,lm, t,r. Kesikli yöntem ile çal, ma ko ullar,; metal ve sitrit asit deri imleri (15-2000mg\L), pH incelenmi tir. Metal komplekslerin reçine üzerine tutulma özelli ini görmek için Langmuir, Freundlich ve Redlich-Peterson (R-P) adsorpsiyon izotermleri incelenmi tir. ki reçinenin mekanizmas,n,n asit deri imi ile de i ti i gözlenmi tir. Kobalt kompleksinin adsorpsiyonu asit deri iminden ba ,ms,z oldu u ama metalin tutulmas,n,n reçine do as,na göre de i ti i gözükümü tür (Deepatana ve Valix, 2008).

3. Aminometilfosfonik Purolite-S940 Reçine ile Pd (II) Adsorpsiyonun ncelenmesi;

Bu çal, mada aminometilfosfonik Purolite-S940 reçineye Pd (II) adsorpsiyonun incelenmi tir. Adsorpsiyona etki eden çal, ma ko ullar pH, Pd (II) deri imi ve s,cakl,k gibi faktörler ara t,r,l,m, t,r. Pd (II) en iyi adsorpsiyonu pH=3-5 aras,nda oldu u görülmü tür. Deri im art,kça metal adsorpsiyonu azalm, t,r. Sorbent ve çözelti aras,ndaki denge da ,l,m, Langmuir izotermi ile tan,mılanm, t,r. Pd (II) adsorpsiyonu için Purolite-S940 reçinesi uygun oldu u

4. Aminofosfanat Kelat Reçinesi ile Çinkonun İyon Deri İmi;

Aminofosfanat reçinesi olan Duolite C467 ile çalınan, 1M NaCl çözeltisi içindeki eser miktardaki çinkonun dağılım katsayısı, (K_D)nın pH arttıkça arttığı ve pH=6 civarında 200000mL/g maksimum değerlere ulaştığı, gözükümü tür. NaCl deri imi 1M oldu unda sodyum formundaki Duolite C467 tarafından çinko tutulması artmış, fakat yüksek deri imlerde K_D Zn^{2+}/Na^+ oranı yarımına, nedeniyle azaldığı, görülmü tür. EDTA 1mM'dan daha yüksek deri imlerde bulundu u zaman, sodyum siyanür 1mM'dan daha yüksek oldu u zaman ve sitrat deri imi 10 mM'dan fazla oldu unda çinko alınmasını engellemi tir (Levto vd., 1997).

5. Kadmiyum, Kurşun ve Çinkonun Amberlite IRC-718 Aminodiasetat Kelat Reçinesi ile Adsorpsiyonu ve Geri Kazanılması;

Aktif bölge olarak iminodiasetat grupları, içeren kelat tipi iyon deri imtirici reçine ile (Amberlite IRC6718) Cd, Zn ve Pb metal iyonların zenginleştirilmesinde kullanılmak üzere adsorpsiyon ve geri kazanım özellikleri incelenmiştir. Sorbentle doldurulmuş kolon yöntemi kullanılmış, tır. Geri kazanılan metaller FAAS ile tayin edilmiştir. pH, akış hızı, geri kazanım çözeltisi türü gibi çalınan koşullar incelenmiştir. Çalınan koşullar altındaki toplam kapasite ve çalınan kapasitesi ölçülmü tür ve sonuçlar Chelax6100 reçinesinin sonuçları ile karşılaştırılmış, tır. Metallerin kelat grupları ile oluşturdukları komplekslerin yapıları FTIR ile belirlenmiştir (Malla vd., 2002).

6. Alevli Atomik Adsorpsiyon Spektrometrisi (FAAS) ile Çevresel Örneklerden Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Cd(II) ve Pb(II) Katı-Faz Ekstraksiyonu;

Eser miktardaki Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Cd(II) ve Pb(II) zenginleştirme için sodyum dietilditiyokarbamat (Na-DDTC) ile kompleks oluşturulmuş katı-faz ekstrakt olarak Amberlite XAD62010 yerleştirilmiş kolon kullanılarak yeni yöntem geliştirilmiştir ve FAAS ile metal tayinleri yapılmıştır. Metal kompleksleri asetondaki 1M HNO₃ ile geri kazanılmış, tır. Metal iyonların zenginleştirme için pH, Na-DDTC miktarı, geri kazanım çözeltisi türü, örnek miktarı, akış hızı ve yabancı iyon etkisi gibi çalınan koşullar incelenmiştir. Tayin sonuçları,

Yöntem baz, çevresel örneklere uygulanm, t,r (Duran

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

7. Eser ve A ,r Metal İyonların Ayırma için Styren- Divinilbenzen Kopolymerine Adsorplanm, Poliditiyokarbamat Reçinenin Sentezi ve De erlendirilmesi;

Yeni kelat reçine styren-divinilbenzen (%2) kopolimeri ve ditiyokarbamat, birle tirerek yani modife edelerek sentezlenip alınm, t,r. Reçine elementel ve termal analiz ve IR ile karakterize edilmi tir. Sorbentin analitiksel özellikleri Cu, Ni, Pb, Fe, As ve Mn'ın adsorpsiyonu için çal, ma ko ullar tayin edilmi tir. Reçinenin adsorpsiyon kapasitesi Ni(II) için 37mg/g, Cu(II) için 35mg/g, Fe(III) için 29mg/g ve Pb(II) için 23mg/g olarak bulunmu tur. Metal iyonların ayırma için en iyi pH Ni(II) için 3-5, Cu(II) için 5, Fe(III) için 4 ve Pb(II) için 4-5 olarak bulunmu tur (Roy vd., 2003).

8. Su ve Sediment Örneklerdeki Eser Miktardaki Metalleri Kat,-faz Ekstraksiyon Kolon Yöntemin ve Chromosorbó102 Reçinesin Kullanarak Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi ile Tayini;

Kat, faz kolonu zenginle tirme yöntemi içme ve deniz suyundaki Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ni ve Pb metal iyonların alevli AAS ile tayin edebilmek için geli tirilmi tir. Pirolidin ditiyokarbamat ligand, ile Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ni ve Pb metal iyonların kompleks haline dönü türülmü tür ve Chromosorbó102 reçinesinin üzerine adsorbe edilmi tir. pH, reçine ve ligant miktar,, örnek ve geri kazan,m çözeltisi hacmi, geri kazan,m çözeltisi türü, örne in ve geri kazan,m çözeltisinin ak, h,z, gibi çal, ma ko ullar, incelenmi tir. Ayn, zamanda yabancı, iyonların da etkisi ara t,r,lm, t,r. Geri kazan,m >%95 olarak bulunmu tur. Yöntem içme ve deniz suyuna uygulanm, t,r, tayin s,n,r, Cd, Cu, Fe, Ni ve Pb için 0,10, 0,44, 11, 3,6 ve 10µg/L, s,ras,yla bulunmu t,r (Saraço lu ve Elçi, 2002).

9. Eser Miktardaki Gümü ü Kolonda Hareketsizle tirilmi DDTC ile Zenginle tirme ve Ak, Enjeksiyon Atomik Absorpsiyon ile Tayini;

Gümü ü zenginle tirilmesi tayini için ak, enjeksiyon sistemi kullan,lm, t,r. Alumina ile kaplanm, hareketsizle tirilmi DDTC içeren kolon AAS ile birle tirilmi ve kesintisiz sistem

tirilmis ve pH 3,64 aras,nda ayarlanm, t,r. Geri kazan,m
m, t,r. Örnek miktar, 20mL, zenginle tirme faktörü 125
olarak bulunmu t,r. Yöntem musluk suyuna, kuyu suyuna, ya mur suyuna, deniz suyuna,
radyoloji suyuna uygulanm, t,r (Dadfarnia vd., 2004).

10. Tiourakil ile Modife Edilmi Aktiv Karbon Baz, Pahal, ve A ,r Metaller için Sorbent;

Yeni sorbent olarak kay,s, çekirde i al,nm, , 2-hydroxyó2-mercaptopyrimidin (2-tiourakil) ile aktiv karbon modife edilmi tir. Ürünün yüzey alan,, gözenek büyüklü ü, IR spektrometrisi ile, kükürtün içeri i karakterize edilmi tir. Baz, pahal, (Au(III), Ag(I), Pt(II)) ve a ,r (Cu(II), Mn(II), Ni(II), Hg(II)) metaller için pH=1ó8 aras,nda ve kar, t,r,ma zaman, 1ó24 saat aral, ,nda adsorpsiyon özelli i ara t,r,lm, t,r. Ara t,r,man,n sonucunda iyi adsorpsiyon geni pH aral, ,nda gerçekte mi tir, orijinal karbon ile kar ,la t,r,ld, ,nda metaller için yeni sorbentin adsorpsiyon kapasitesinin daha yüksek oldu u görülmü tür (Vassileva vd., 2006).

11. Dökme Demir, Granit ve Su Örneklerdeki Eser Miktardaki Metalleri Poliüretan Köpü ün -naftol ile Modife Ederek Zenginle tirilmesi ve Tayini;

Poliüretane köpü ün -naftol (-Nap-PUK) ile modife etmek óN=N- grubu ile gerçekte tirilmis tir. -Nap- PUK elemental analizi, UV-görünür bölge, IR spektroskopisi, termel analiz ile karakterize edilmi tir, yo unlu u ve dayan,kl, , bulunmu t,r. -Nap-PUK dökme demir, granit ve sulu örneklerdeki nikel, bak,r, gümü ve civa metal iyonlar,n zenginle tirmek ve tayini için uygun oldu u bulunmu tur. Çe itli çal, ma ko ullar, ara t,r,lm, t,r. Ni²⁺, Cu²⁺, Ag⁺ ve Hg²⁺ -Nap-PUF maksimum adsorpsiyonu s,ras,yla pH 3ó9, 4ó10, 9ó10 ve 1ó5 aral,klar,nda gerçekte tirilmis tir. Sonuçlar Freundlich, Langmuir ve Dubinin Radushkevich adsorpsiyon izotermleri ile analiz edilmi tir. H, S, G ve E 21,4kJ/mol, 47,8J/Kmol, 5,9kJ/mol ve 9,1kJ/mol olarak bulunmu tur, s,ras,yla. -Nap-PUK kapasitesi 0,2, 0,2, 0,1 ve 0,07mmol/g Ni²⁺, Cu²⁺, Ag⁺, Hg²⁺, s,ras,yla. Zenginle tirme faktörü >50 ve ba ,l standart sapma 3,67 olarak bulunmu t,r (Moawed vd., 2005).

2-aminoasetiltiofenol ile Modife Ederek Eser tirilmesi ve ndüktif E le mi Plazma Atomik Emisyon Spektrometresi ile Tayini;

Amberlite XAD62 iyon de i tirici reçineyi 2-aminoasetiltiofenol ligand, modife etmek için $\text{N}=\text{N}(\text{NH}_2)$ grubu kullanılm, t,r. Sentezlenen reçine termogravimetrik analiz (TGA) ve infrared (IR) ile karakterize edilmi tir, Cd, Hg, Ag, Ni, Co, Cu ve Zn metal iyonlar, n, n zenginle tirilmesinde kullanılm, d,. pH, reçinenin adsorpsiyon kapasitesi, da l, m katsay, s,, ak, h, z,, örne in ve geri kazanılm çözeltilisinin hacmi gibi çal, ma ko ullar, incelenmi tir. Aynı zamanda yabancı iyonlar, n da etkisi ara t,r, lm, t,r. Geri kazanılm >96 olarak bulunmu tur. Yöntem musluk ve nehir suyuna uygulanm, t,r. Çözeltildeki metal miktar, indüktif e le mi plazma atomik emisyon spektrometresi ile tayin edilmi tir. Tayin s, n, r, Cd, Hg, Ag, Ni, Co, Cu ve Zn için 0,10, 0,23, 0,41, 0,13, 0,25, 0,39 ve $0,58 \mu\text{g/L}$, s, ras, yla olarak bulunmu t,r. Standart sapma ise <10 olarak bulunmu t,r (Guo vd., 2004).

13. Silika Geli 2,4,6-trimorfolin1,3,5-triazin ile Modife Ederek Gümü yonun Sulu Çözeltilerden Ay,r, lmas,, Zenginle tirilmesi ve Tayini;

Silika gel 2,4,6-trimorfolin1,3,5-triazin ile modife edilerek gümü yonun sulu çözeltilerden ay,r, lmas,, zenginle tirilmesi için kullanılm, t,r ve tayini AAS ile yapılm, t,r. Çal, ma ko ullar, kolon yöntemi ile belirlenmi tir. Gümü iyonlar, n, n tam adsorpsiyonu için pH 3,5 olarak belirlenmi tir. Zenginle tirme faktörü 130, ba l standart sapma (R.S.D.) $\%3,03$ ($n=5$) olarak bulunmu t,r. Yöntemin do rulu u musluk suyuna uygulanarak de erlendirilmi tir. Adsorpsiyon izotermi yapılm, t,r. Çal, ma ko ullarda 1g sorbentin kapasitesi $384 \mu\text{g}$ olarak bulunmu t,r (Madrakian vd., 2006).

14. Tuz Örneklerindeki Eser Elementlerin Ditiyokarbamat ile Kaplanm, Amberlite XAD64 Kullanarak Zenginle tirilmesi ve ndüktif E le mi Plazma Atomik Emisyon Spektrometresi ile Tayini;

Tuz örneklerindeki Cd(II), Cu(II), Mn(II), Ni(II), Pb(II) ve Zn(II) amonyum piperidin ditiyokarbamat veya piperidin ditiyokarbamat ile kaplanm Amberlite XAD64 ile zenginle tirilmi tir ve indüktif e le mi plazma atomik emisyon spektrometresi ile tayini

ri geri kazanmak için HNO_3 miktar, gibi çal, ma ko ullar, berlite XAD64 reçinesinde; $0,16200\mu\text{g/L}$ aral, nda metal iyonlar,n,n geri kazan,m,n,n, APDC ile kaplanm, reçinede pipDTC ile kaplanm, reçineye göre daha iyi oldu u bulunmu t,r. APDC ile kaplanmı reçine için tayin edilebilme s,n,r, Cd(II), Cu(II), Mn(II), Ni(II), Pb(II), Zn(II) için $0,1, 0,4, 0,3, 0,4, 0,6, 0,5\mu\text{g/L}$, pipDTC ile kaplanmı reçine için tayin edilebilme s,n,r, Cd(II), Cu(II), Mn(II), Ni(II), Pb(II), Zn(II) için $0,7, 1,0, 0,8, 0,9, 1,7, 1,2\mu\text{g/L}$ olarak bulunmu tur (Ramesh vd., 2002).

15. Deniz Suyundaki Eser Elementlerin Poli (akrilaminofosfonik ó ditiyokarbamat) Kelat Fiber ile Zenginle tirmesi ve ndüktif E le mi Plazma Kütle Spektrometrisi ile Tayini;

Aminofosfonik ve ditiyokarbamat gruplar,n içeren yeni iyon de i tirici kelat fiber ayn, anda deniz suyundaki berilyum, bizmut, kobalt, galyum, gümü , kur un, kadmiyum, bak,r, manganez ve indiyum zenginle tirilmesinde kullan,lm, t,r. Fiberin kapasitesi, pH, örnek ve geri kazan,m çözeltisinin ak, h,z, ve hacmi, yabanc, iyon etkisi gibi çal, ma ko ullar incelenmi tir. Yöntem deniz suyuna uygulanm, t,r (Wen vd., 1999).

16. Dolomit ve Kireç Ta ,ndaki Eser Elementlerin Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi ile Tayini için Flotasyonla Ay,rma Yap,larak Matriks Etkisinin Giderilmesi;

Dolomit ve kireç ta ,ndaki Ag, Cd, Cr, Mn, Tl ve Zn metallerin ETAAS ile tayini için Ca ve Mgün matriks etkisinin giderilmesi çal, ,lm, t,r. Sonuçlar Ca ve Mgün Zn ve Mn tayini üzerine engelleyici etkisinin olmad, ,n, ama Cd, Ag, Tl ve Crün adsorbans,n, azaltt, ,n, göstermi tir. Matriks etkisini gidermek için flotasyon yöntemi uygulanm, t,r. Kollektör olarak demir (III) heksametilenditiyokarbamat, $\text{Fe}(\text{HMDTC})_3$ kullan,lm, t,r. Hidrofobik olan ditiyokarbamat anyonunun her analit için flotasyonu üzerine etkisi incelenmi tir. Flotasyon için dolomit ve kireç ta ,n,n uygun deri imi incelenmi tir. Flotasyondan sonra ETAAS ile tayin s,n,r, Ag için $0,021\mu\text{g/g}$, Cd için $0,019\mu\text{g/g}$, Cr için $0,014\mu\text{g/g}$, Tl için $0,11\mu\text{g/g}$ olarak bulunm, t,r. Mn ve Zn AAS ile tayin edilebilir ve tayin s,n,r, Mn için $1,5\mu\text{g/g}$, Zn için $0,8\mu\text{g/g}$ olarak bulunmu t,r (Stafilov vd., 2002).

Bakır, Kurun ve Nikelin Flotasyon ve Ekstraksiyon ile Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi ile Tayini;

Argonit içinde nanogram seviyesinde olan Co, Cu, Pb ve Ni'nin tayini için bir yöntem geli tirilmi tir. Kalsiyumun matriks etkisini gidermek için Co, Cu, Pb and Ni'nin flotasyon ve ekstraksiyonu yap,lm, t,r. Flotasyonda kollektor olarak demir (III) heksametilditiyokarbamat, Fe(HMDTC)₃ kullan,lm, t,r. Co, Cu, Pb ve Ni'nin s,v,-s,v, ekstraksiyonu metilzobutilketon içinde kompleks olu turucu sodyumditiyokarbamat ile yap,lm, t,r, ETAAS'isi tayini için kullan,lm, t,r. Flotasyon ile ETAAS tan,mlama s,n,r,: Co için 7,8ng/g, Cu için 17,1ng/g, Pb için 7,2ng/g ve Ni için 9,0mg/g ve ekstraksiyon ile ETAAS tan,mlama s,n,r,: Co için 12,0ng/g, Cu için 51,0ng/g, Pb için 24,0ng/g ve Ni için 21,0ng/g olarak bulunmu tur (Zendelovska vd., 2001).

18. Çevresel Örneklerdeki Gümü (I) ve Kurun (II)'ün Selüloz Nitrat Membran ile Zenginle tirmesi, Ayır,mas, ve Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi ile Tayini;

Eser miktardaki gümü (I) ve kurun (II)'ü zenginle tirme yöntemi AAS ile tayininden önce gerçekleştirilmi tir. Zenginle tirme, ayırma i lemi Ag(I) ve Pb(II)'ün amonyum pirolidin ditiyokarbamat kompleksleri eklinde selüloz nitrat membran üzerine tutularak gerçekleştirilmi tir. pH, örnek miktar, gibi çal, ma ko ullar, ve yabanc, iyonlar,n etkisi incelenmi tir. Tayin s,n,r, (k=3, N = 11) Ag için 4,6µg/L, Pb için 15,3µg/L olarak bulunmu tur. Ba ,l standart sapma %3'den az bulunmu tur. Yöntem çevresel örneklere uygulanm, t,r ve zenginle tirmenin %95'ten daha büyük oldu u görülmü tür. (Soylak ve Cay, 2007).

19. Su, Sofra Tuzu, Çay ve Üre Örneklerindeki Nikel (II), Kadmiyum (II), Bakır (II) ve Kurun (II) iyonlar,n Pirolidin Ditiyokarbamat Kelatlar, eklinde Membran Filtrasyon Yöntemi ile Zenginle tirmesi ve Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometrisi ile Tayini;

Nikel (II), kadmiyum (II), bakır (II) ve kurun (II) iyonlar,n membran filtrasyon yöntemi ile zenginle tirilmi tir ve FAAS ile tayin edilmi tir. Analitler APDC kompleksleri eklinde selüloz nitrat membran üzerine adsorplanm, t,r. Daha sonra adsorplanan metaller nitrik asit ile çözülmü tür. Çözeltideki analit miktar, FAAS ile tayin edilmi tir. pH, APDC miktar,, örnek hacm,, yabanc, iyon etkisi gibi çal, ma ko ullar, incelenmi tir (Narin ve Soylok, 2003).

Koşulların, Çalınma Erişimi ve Deney Düzeni

3.1.1 Aletler

- Atomik Absorpsiyon Spektrometresi (Analytikjena),
- pH-metresi (WTW),
- Mill-Q distile su cihazı,,
- Analitik terazi (Çec Avery),
- UV /Vis spektrofotometre (Unicam),
- Peristaltik pompa (Watson Marlow 302S),
- Magnetik karıştırıcı,,
- Magnet,
- Mikro kuvars küvet,
- Yon denetim kolonu (0,8x25cm).

3.1.2 Kimyasal Malzemeler

- Nikel (II) nitrat heksahidrat (Merck),
- Gümüş (I) nitrat (Fluka),
- Purolite S940 aminofosfonik reçine (Purolite),
- Hekzametilditiyokarbamat,
- Hidroklorik asit % 37 (Merck),
- Nitrik asit %65 (Merck),
- KH_2PO_4 (Merck),
- H_3PO_4 (Merck),
- K_2HPO_4 (Merck),
- Asetik asit (Merck),
- Sodyum asetat %99 (Merck),
- Aseton (Merck),
- Etanol (Merck),
- Sodyum hidroksit (Merck).

3.1.3 Hazırlanan Çözeltiler

Çalınma çözeltilerinin hazırlanması:

95g Ni(NO₃)₂·6H₂O tart,larak al,nd,, bir miktar distile suda
Løye tamamland,.

- Ag stok çözeltilisi (1000mg/L): 0,1575g AgNO₃ bir miktar distile suda çözüldü ve distile su ile 100mLøye tamamland,.
- HMDTC çözeltilisi (3,4·10⁻³M): 0,0148g HMDTC bir miktar etanolde çözüldü ve etanol ile 25mLøye tamamland,.
- HMDTC çözeltilisi (3,4·10⁻⁴M): 0,0014g HMDTC bir miktar etanolde çözüldü ve etanol ile 25mLøye tamamland,.
- 0,1M HNO₃ çözeltilisi: Yo unlu u 1,37g/cm³ olan %65dik HNO₃ çözeltilisinin 0,71mLøsi 100mLdik ölçü kab,na al,nd, ve distile su ile hacmine tamamland,.
- 0,1M NaOH çözeltilisi: 0,4g NaOH bir miktar suda çözüldü ve distile su ile 100mLøye tamamland,.

Tampon çözeltilerinin haz,rlanmas,:

- pH=2 ve pH=3 tamponu: 0,1M KH₂PO₄ çözeltilisine 0,1M H₃PO₄ çözeltilisi ilave edildi ve pH metre ile pH ayarland,.
- pH=4-6 tamponu: 0,1M CH₃COONa çözeltilisine 0,1M CH₃COOH çözeltilisi ilave edildi ve pH metre ile pH ayarland,.
- pH=7 tamponu: 0,05M K₂HPO₄ çözeltilisine 0,05M KH₂PO₄ çözeltilisi ilave edildi ve pH metre ile pH ayarland,.

Geri kazan,m çözeltilerinin haz,rlanmas,:

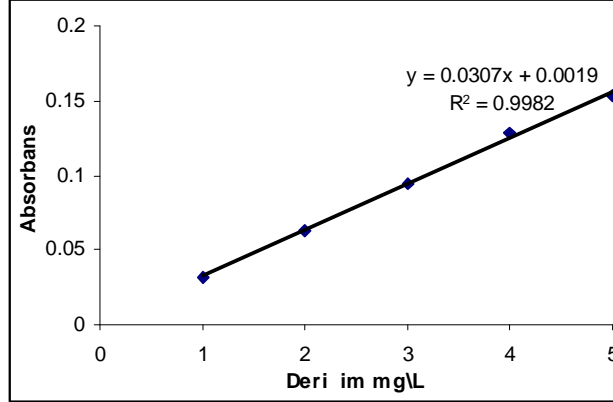
- 1M HCl çözeltilisi: Yo unlu u 1,19g/cm³ olan %37dik HCl çözeltilisinin 8,2mLøsi 100 mLdik ölçü kab,na al,nd, ve distile su yada aseton ile hacmine tamamland,.
- 1M HNO₃ çözeltilisi: Yo unlu u 1,37g/cm³ olan %65dik HNO₃ çözeltilisinin 7,1mLøsi 100mLdik ölçü kab,na al,nd, ve distile su ya da aseton ile hacmine tamamland,.

3.1.4 AAS ile Çal, ma Ko ullar, ve Çal, ma E risi

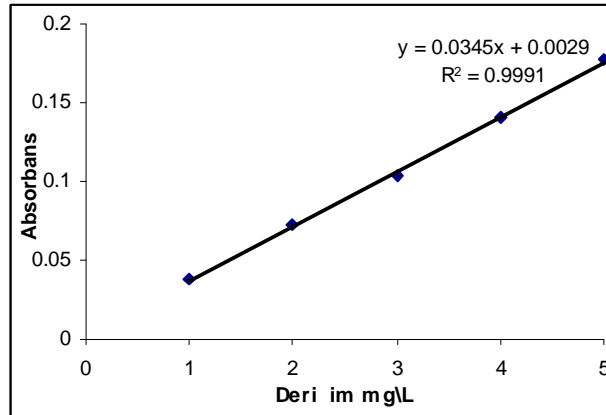
Ni için 232nmøde, Ag için 328,1nmøde absorbsanlar ölçüldü. AASøde çal, ma ko ullar, Çizelge 3.1øde, çal, ma e rileri ise ekil 3.1 ve 3.2øde verilmekte.

S ile al, ma ko ullar,

	nm	nm	li i	Yak,t	Uygun al, ma aral, , mg/mL	Lamba ak,m,
Ni	232,0	0,2		Hava- asetilen	0,07- 1,7	5 mA
Ag	328,1	1,2		Hava- asetilen	0,025-0,5	4 mA



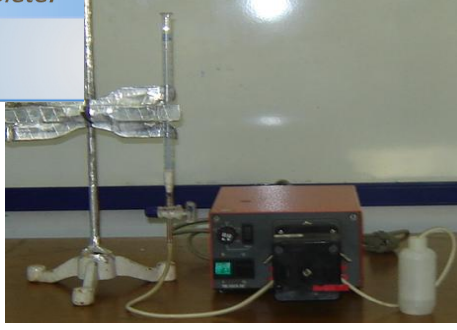
ekil 3.1 AAS ile haz,rlanan nikel al, ma e risi



ekil 3.2 AAS ile haz,rlanan gümü al, ma e risi

3.1.5 Deney Düzene i

Kesiksiz (kolon) yöntem için haz,rlanan deney düzene inde ap, 0,8cm, yüksekli i 25cm olan kolon ve sabit ak, h,z,n ayarlaya bilmek için Watson Marlow 302S marka peristaltik pompa kullan,ld,. Deney düzene i ekil 3.3 verildi.



ekil 3.3 Deney düzene i

3.2 Deneysel Çal, malar

3.2.1 Reçinenin Kolona Yerle tirilmesi ve Haz,rlanmas,

Reçinenin kolona yerle tirilmesi kolonun 1/3ü distile su ile dolduruldu ve reçine beherde su ile ,slat,larak bir huni yard,m,yla kolona aktar,ld,. Bu ekilde kolonun %60ü reçine ile dolduruldu. Reçinenin üstüne su ilave edilerek kolonun %80ü doldurulmu oldu. Reçine yata ,n,n oturmas, için biraz beklendi ve ters ak,m,la y,kama yap,ld,. Kolonun alt,ndaki musluk aç,larak kolon içindeki suyun fazlas, reçinenin üzerinde biraz su kalacak ekilde bo alt,ld,. Reçinenin istenilen forma geçirilmesinde 0,5M (1000mL) HNO₃ çözeltisi kullan,ld,. Ay,rma hunisi yard,m,yla düz y,kama yap,ld,. Y,kamadan önce pH kontrol edildi. Asit çözeltisi geçirildikten sonra pH dü tü. 1-2L kadar distile su geçirilerek reçine tekrar ba lang,ç pHna getirildi. Bu ekilde reçine uygulanacak i lem için uygun hale getirildi (Rohm and Haas 1999).

3.2.2 Reçinenin Nem Tayini

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 1g tart,larak al,nd,. 105⁰Cde 2 saat etüvde kurutuldu. Desikatörde so utulduktan sonra tart,ld, ve bu i lem sabit bir a ,rl, a gelene kadar devam edildi. Reçinenin nem yüzdesi hesapland, ve sonuç Çizelge 3.2de verildi.

3.2.3 Reçinenin yon De i tirme Kapasitesinin Titrimetrik Tayini

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,5g tart,larak al,nd, ve kuru 300mLdik ilifli erlen içerisine yerle tirildi. Üzerine 200mL 0,1M NaOH çözeltisi ilave edildi. Erlenin a z, kapat,ld, ve bütün gece reçine ile NaOHün temas, sa land,. Erleniden 50mL örnek al,narak 0,1M HCl ile titre edildi. Titrasyon i lemi üç kez tekrarland, ve iyon

sonuç Çizelge 3.2'de verildi.

ion de i tirme kapasitesi ve nem miktar,

Nem Miktar, %	59,67
Kapasite (Titrimetrik) eq/L	16,78

3.3 Çal, ma Ko ular,n Belirlenmesi

3.3.1 Nikel

3.3.1.1 Nikel Tutulmas,na pH Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 klat reçinesinden 0,5g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 25mL'lik ölçü kaplar,na 100mg/L olan Ni²⁺ çözeltisinden 0,25mL konuldu ve pH 2, 3, 4, 5, 6, 7 tampon çözeltileri ile hacimlerine tamamland,. Bu çözeltilerden ba lang,ç deri iminin belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltinin ba lang,çdaki deri imi ve çözeltide kalan nikel miktar, AAS ile tayin edildi. yon de i tiricide nikellin tutulma miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.1 ve ekil 4.1'de verildi.

3.3.1.2 Nikel Tutulmas,na Metal Miktar,n Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 klat reçinesinden 0,5g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 25mL'lik ölçü kaplar,na deri imi 1, 3, 5, 7, 9mg/L olacak ekilde stok nikel çözeltisinden aktar,ld, ve pH= 4 tampon çözelti ile hacmine tamamland,. Haz,rlanan çözeltilerden ba lang,ç deri imi belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltide kalan nikel miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.2 ve ekil 4.2'de verildi.

3.3.1.3 Nikel Tutulmas,na Reçine Miktar,n Etkisi

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rland, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 klat reçinesinden 0,3, 0,5, 0,7, 0,9, 1,1g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,.

S ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesapland,. Sonuçlar

3.3.1.4 Nikel Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

pH= 4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rlandı, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alınd,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g alınarak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Watson Marlow 302S marka peristaltik pompa yard,m,yla ak, h,z, 0,5, 2, 3,5, 5mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarlandı,. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.4 ve ekil 4.4øde verildi.

3.3.1.5 Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g alınd, ve iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. pH= 4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rlandı,. bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alınd,. ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi nikeli geri kazanabilmek için çe itli geri kazan,m çözeltileri ile çal,ıldı,. 1M HCl, 1M ve 2M HNO₃ çözeltilerinin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarlandı,. Geri kazan,m çözeltilerindeki nikel miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.5øde verildi.

3.3.1.6 Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g alınd, ve kolonlara yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rlandı,. bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alınd,. ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi nikeli geri kazanabilmek için en uygun geri kazan,m çözeltisi olarak 1M HNO₃ alınd, ve bu çözeltiden 5, 10, 15mLøsi kolondan geçirildi.

lem 3 kere tekrarlandı,. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.6øda verildi.

3.3.1.7 Zenginle tirme Faktörü Tayini

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rlandı,. çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alınd,. haz,rlanan çözeltiler 100, 250, 500, 750mLødik

çözeltisi ile hacmine tamamlandı. H^+ formuna getirilmi
,9g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak,
h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanabilmek için 1M HNO_3 çözeltisinin 10mL'isi kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı. Geri kazan,lan çözeltilerdeki nikel miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.7'de verildi.

3.3.1.8 Yabancı İyon Etkisi

Su örneklerinde ana bile en olarak bulunan Na^+ , Mg^{2+} gibi katyonlar,n, Cl^- , NO_3^- gibi anyonlar,n ve Al^{3+} , Cu^{2+} , Ag^+ gibi metal iyonlar,n,n geli tirilen yöntemle zenginle tirilen analitlerin geri kazanma de erlerine etkileri ara tırıldı. H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 kavat reçinesinden 0,9g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 25mL'lik ölçü kaplar,na 100mg\L'lik Ni^{2+} çözeltisinden 0,25mL konuldu, seçilen yabancı iyonlar,n istenilen deri imleri (her iyon için ayrı, ayrı) eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile 25mL tamamlandı. Bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanabilmek için suda hazırlanm, 1M HNO_3 çözeltisinin 10mL'isi kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.8'de verildi.

3.3.1.9 Tanıma ve Tayin Sınırları

Yöntemin tanıma ve tayin sınırlar,n,n belirlenmesi için, bo deneme çözeltisinin nikel için absorpsiyon de erleri 10 kez okunarak standart sapması hesaplandı. Standart sapma,n,n tanıma sınırları için 3 kat,na, tayin sınırları için 10 kat,na kar şıl gelen metal deri imleri hesaplandı. Sonuçlar Bölüm 4.1.9'da verildi.

3.3.1.10 Örneklerle Uygulanması

H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 kavat reçinesinden 0,9g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 100mg\L'lik Ni^{2+} çözeltisinden 50mL'lik ölçü kaplar,na 0,2mL konuldu, pH=4 olan 40mL içme suyu eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile hacmine tamamlandı, ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanabilmek için suda hazırlanm, 1M HNO_3 çözeltisinin 10mL'isi kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltideki nikel miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m

3.3.2 Gümü

3.3.2.1 Gümü Tutulmas,na pH Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,5g alınarak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 25mLdik ölçü kaplar,na 100mg/L stok gümü çözeltilerinden 0,25mL aktarıldı, ve pH=2-7 aras,nda olacak ekilde tampon çözeltilerle hacmine tamamladı,. Hazırlanan çözeltilerden ba lang,ç deri imin belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.10 ve ekil 4.5de verildi.

3.3.2.2 Gümü Tutulmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,5g alınarak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1, 3, 5, 7, 9mg/L Ag⁺ çözeltileri hazırlandı, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.11 ve ekil 4.6da verildi.

3.3.2.3 Gümü Tutulmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri hazırlandı, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,3, 0,5, 0,7, 0,9, 1,1g alınarak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. İlem 3 kere tekrarlandı,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.12 ve ekil 4.7de verildi.

3.3.2.4 Gümü Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri hazırlandı, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri iminin belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 reçinesinden 0,9g alınarak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Watson Marlow 302S marka peristaltik

2, 3,5, 5mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve tutulma miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.13 ve ekil 4.8øde verildi.

3.3.2.5 Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g al,narak, kolonlara yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe olan gümü ü geri kazanabilmek için çe itli geri kazan,m çözeltileri ile çal, ld,. 1M HCl, 1M ve 2M HNO₃ çözeltilerin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. Geri kazan,m çözeltilerindeki gümü miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.14øde verildi.

3.3.2.6 Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g al,nd,. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi gümü ü geri kazanabilmek için en uygun geri kazan,m çözeltisi olarak 1MHNO₃ al,nd, ve bu çözeltiden 10, 15, 20, 25mLøsi kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.15øde verildi.

3.3.2.7 Zenginle tirme Faktörü Tayini

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, haz,rlanan çözeltiler 50, 100, 200, 400mLødik ölçü kaplar,na aktar,ld, ve tampon çözeltisi ile hacmine tamamland,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,9g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolondan geçirildi. Gümü ü geri kazanabilmek için 1M HNO₃ çözeltisinin 20mLøsi kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.16øda verildi.

Çözümlenerek bulunan Na^+ , Mg^{2+} gibi katyonlar, Cl^- , NO_3^- gibi anyonlar, Al^{3+} , Cu^{2+} , Ni^{2+} gibi metal iyonlar, n, n geli tirilen yöntemle zenginleştirilen analitlerin geri kazanma değerlerine etkileri araştırıldı. H^+ formuna getirilmiş Purolite-S940 kum reçinesinden 0,9g alınarak iyon değiştirme kolonları ile yerleştirildi. 25mL'lik ölçü kaplarına 100mg/L'lik Ag^+ çözeltisinden 0,25mL konuldu, seçilen yabancı iyonların istenilen derinlikleri (her iyon için ayrı ayrı) eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile 25mL tamamlandı. Bu çözeltilerden başlangıç derinliği olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı. Ak, hız, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümüyü geri kazanabilmek için suda hazırlanmış 1M HNO_3 çözeltisinin 20mL'si kolonlardan geçirildi. İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki gümüş miktarı, AAS ile tayin edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.17'de verildi.

3.3.2.9 Tanıma ve Tayin Sırası,

Yöntemin tanıma ve tayin sıralarının belirlenmesi için, bu deneme çözeltisinin gümüş için absorptans değerleri 10 kez okunarak standart sapması hesaplandı. Standart sapmanın, tanıma sırası için 3 katına, tayin sırası için 10 katına çıkarılarak gelen metal derinlikleri hesaplandı. Sonuçlar Bölüm 4.2.9'da verildi.

3.3.2.10 Örneklerle Uygulanması,

3.3.2.10.1 İçme Suyu

H^+ formuna getirilmiş Purolite-S940 kum reçinesinden 0,9g alınarak iyon değiştirme kolonları ile yerleştirildi. 100mg/L'lik Ag^+ çözeltisinden 50mL'lik ölçü kaplarına 0,2mL konuldu, pH=4 olan 40mL içme suyu eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile hacmine tamamlandı. Ak, hız, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolondan geçirildi. Gümüyü geri kazanabilmek için suda hazırlanmış 1M HNO_3 çözeltisinin 20mL'si kolonlardan geçirildi.

İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltideki gümüş miktarı, AAS ile tayin edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.18'de verildi.

3.3.2.10.2 Radyolojik Film Örneği

0,6 g radyolojik film tartılarak alındı, 6M HNO_3 çözeltisinin 10mL'sinde çözüldü, süzülme ve 100mL hacme su ile tamamlandı. Bu çözeltiden 2,5mL alındı, ve 250mL'lik ölçü kaplarına

tamamland,. H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katyon değişim reçinesinden 0,5g alınarak iyon değişim kolonları ile hazırlanmış kolonlar,na yerleştirildi. 50mL'lik ölçü kapları,na pH=4 olan 40mL hazırlanmış radyolojik film örnekleri konuldu ve pH= 4 tampon çözeltisi ile hacmine tamamlandı,. Bu çözeltiden başlangıç derimi olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı,. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümüşü geri kazanabilmek için suda hazırlanmış 1M HNO_3 çözeltisinin 20mL'si kolonlardan geçirildi. Ölçüm 3 kere tekrarlandı,. Çözeltideki gümüş miktarı, AAS ile tayin edildi ve % geri kazanım hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.19'da verildi.

3.3.3 Nikel-HMDTC Kompleksi

3.3.3.1 Nikel-HMDTC Kompleksinin Oluşturulması,

10mL'lik ölçü kabına 100mg/L'lik Ni stok çözeltisinden 0,1mL alındı, ve hacmi pH=4 olan tampon çözeltisi ile tamamlandı, (1mg/L Ni).

10mL'lik ölçü kabına $3,4 \cdot 10^{-4}$ M HMDTC çözeltisinden 0,05mL alındı, ve hacmi pH=4 olan tampon çözeltisi ile tamamlandı,.

10mL'lik ölçü kabına 100mg/L'lik Ni stok çözeltisinden 0,1mL alındı, ve $3,4 \cdot 10^{-4}$ M HMDTC çözeltisinden 0,05mL eklendi, hacmi pH=4 olan tampon çözeltisi ile tamamlandı,.

Bu çözeltilerin 215 nm ve 350nm dalga boyu arasındaki spektrumları, alındı,. Sonuçlar Çizelge 4.9'da verildi,.

3.3.3.2 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanması,na pH Etkisi

H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katyon değişim reçinesinden 0,5g alınarak iyon değişim kolonları,na yerleştirildi. 25mL 1mg/L Ni^{2+} çözeltileri pH=2-7 arasında olacak şekilde hazırlandı, bu çözeltilerden başlangıç derimi belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, ve çözeltilere $3,4 \cdot 10^{-3}$ M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı,. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve hazırlanan Ni-HMDTC çözeltileri kolonlardan geçirildi.

Ölçüm 3 kere tekrarlandı,. Çözeltide kalan nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan nikel miktarı, hesaplandı,. Sonuçlar Çizelge 4.20 ve Çizelge 4.10'da verildi.

3.3.3.3 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

Çözeltileri hazırlanmış, bu çözeltilerden bağımlı olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, $3,4 \cdot 10^{-3}$ M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katı reçinesinden 0,1, 0,3, 0,5, 0,7g alınarak iyon değişim kolonlarına yerleştirildi. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı ve hazırlanan Ni-HMDTC çözeltisi kolonlardan geçirildi. Deney 3 kere tekrarlandı. Çözeltide kalan nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan nikel miktarı hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.21 ve Ekil 4.11'de verildi.

3.3.3.4 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi

H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katı reçinesinden 0,1g alınarak iyon değişim kolonlarına yerleştirildi. pH= 4 olan 25mL 1mg/L Ni^{2+} çözeltileri hazırlanmış, bu çözeltilerden bağımlı olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, $3,4 \cdot 10^{-3}$ M HMDTC çözeltisinden 0,1, 0,5, 1, 2, 3, 4mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Deney 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan nikel miktarı hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.22 ve Ekil 4.12'de verildi.

3.3.3.5 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katı reçinesinden 0,1g alınarak iyon değişim kolonlarına yerleştirildi. pH= 4 olan 25mL 1, 3, 5, 7, 9mg/L Ni^{2+} çözeltileri hazırlanmış, ve bu çözeltilerden bağımlı olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, $3,4 \cdot 10^{-3}$ M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı ve hazırlanan Ni-HMDTC çözeltileri kolonlardan geçirildi. Deney 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan nikel miktarı hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.23 ve Ekil 4.13'de verildi.

3.3.3.6 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Akış Hızı,n,n Etkisi

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni^{2+} çözeltileri hazırlanmış, ve bu çözeltilerden bağımlı olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, $3,4 \cdot 10^{-3}$ M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 katı reçinesinden 0,1g alınarak iyon değişim kolonlarına yerleştirildi. Akış hızı, 1, 2, 4, 6, 8, 10mL/dak olarak ayarlandı ve hazırlanan Ni-HMDTC çözeltileri kolonlardan geçirildi. Deney 3 kere tekrarlandı.

ile tayin edildi ve adsorplanan nikel miktar, hesapland., 4øde verildi.

3.3.3.7 Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,nd, ve kolonlara yerle tirildi. pH= 4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi nikeli geri kazanabilmek için çe itli geri kazan,m çözeltileri, suda ve asetonda haz,rlanm, 1M HCl, 1M ve 2M HNO₃ çözeltilerinin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. Asetonlu çözeltiler yakla ,k 50⁰Cøde buharla t,r,ld, ve kendi çözeltileri ile 10mLøye tamamland,. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.25øde verildi.

3.3.3.8 Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,nd, ve kolonlara yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi nikeli geri kazanabilmek için en uygun geri kazan,m çözeltisi olarak asetonda haz,rlanm, 1M HNO₃ al,nd, ve bu çözeltinin 10, 15, 20mLøsi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yakla ,k 50⁰Cøde buharla t,r,ld, ve suda haz,rlanm, 1M HNO₃ çözeltisi ile 10mL hacmine tamamland,. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.26øda verildi.

3.3.3.9 Zenginle tirme Faktörü Tayini

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ni²⁺ çözeltileri haz,rland,, çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd,, bu çözeltiler 50, 100, 300, 450mLødik ölçü kaplar,na aktar,ld,, tampon çözeltisi ile hacmine tamamland,, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanabilmek için asetonda haz,rlanm, 1M HNO₃ çözeltisinin 15mLøsi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yakla ,k

hazırlanmış, 1M HNO₃ çözeltisi ile 10mL hacmine
tamamlandı. Çözeltilerdeki nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve %
geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.27'de verildi.

3.3.3.10 Yabancı İyon Etkisi

Su örneklerinde ana bileşen olarak bulunan Na⁺, Mg²⁺ gibi katyonlar, Cl⁻, NO₃⁻ gibi anyonlar ve Al³⁺, Cu²⁺, Ag⁺ gibi metal iyonlar, geli tirilen yöntemle zenginleştirilen analitlerin geri kazanım değerlerine etkileri araştırıldı. H⁺ formuna getirilmiş Purolite-S940 kum reçinesinden 0,1g alınarak iyon değiştirme kolonları yerleştirildi. 25mL'lik ölçü kaplarına 100mg/L'lik nikel çözeltisinden 0,25mL konuldu, seçilen yabancı iyonlar istenilen derişimlerde (her iyon için ayrı ayrı) eklendi ve pH=4 olan tampon çözeltisi ile 25mL tamamlandı. Bu çözeltilerden başlangıç derişim olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı ve 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi, 10 dakika karıştırıldı. Akış hızı 2mL/dak olarak ayarlandı ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanabilmek için asetonda hazırlanmış 1M HNO₃ çözeltisinin 15mL'si kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yaklaşık 50°C'de buharlaştırıldı ve suda hazırlanmış 1M HNO₃ çözeltisi ile 10mL hacmine tamamlandı. İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki nikel miktarı, AAS ile tayin edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.28'de verildi.

3.3.3.11 Tanımlama ve Tayin Sensitivitesi

Yöntemin tanımlama ve tayin sensitivitesi belirlenmesi için, bu deneme çözeltisinin nikel için absorptans değerleri 10 kez okunarak standart sapması hesaplandı. Standart sapmanın tanımlama sensitivitesi için 3 katına, tayin sensitivitesi için 10 katına karşılık gelen metal derişimleri hesaplandı. Sonuçlar Bölüm 4.3.11'de verildi.

3.3.3.12 Örneklerin Uygulanması

H⁺ formuna getirilmiş Purolite-S940 kum reçinesinden 0,1g alınarak iyon değiştirme kolonları yerleştirildi. 100mg/L'lik nikel çözeltisinden 50mL'lik ölçü kaplarına 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5mL konuldu, pH=4 olan 40mL içme suyu eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile hacmine tamamlandı ve 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi, 10 dakika karıştırıldı. Akış hızı 2mL/dak olarak ayarlandı ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Nikeli geri kazanmak için asetonda hazırlanmış 1M HNO₃ çözeltisinin 15mL'si kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yaklaşık 50°C'de buharlaştırıldı ve suda hazırlanmış 1M HNO₃ çözeltisi ile 10mL

re tekrarland,. Çözeltilerdeki nikel miktar, AAS ile tayin
d,. Sonuçlar Çizelge 4.29'da verildi.

3.3.4 Gümü -HMDTC Kompleksi

3.3.4.1 Gümü ó HMDTC Kompleksinin Olu turulmas,

10mL'lik ölçü kab,na 100mg\L'lik Ag^+ çözeltilisinden 0,1mL al,nd, ve hacmi pH=4 olan tampon çözeltilisi ile tamamland, (1mg\L Ag).

10mL'lik ölçü kab,na $3,4 \cdot 10^{-4}M$ HMDTC çözeltilisinden 0,03mL al,nd, ve hacmi pH=4 olan tampon çözeltilisi ile tamamland,.

10mL'lik ölçü kab,na 100mg\L'lik Ag^+ çözeltilisinden 0,1mL al,nd, ve $3,4 \cdot 10^{-4}M$ HMDTC çözeltilisinden 0,03mL eklendi, hacmi pH=4 olan tampon çözeltilisi ile tamamland,.

Bu çözeltilerin 220nm ve 340nm dalga boylar, aras,ndaki spektrumlar, al,nd,. Sonuçlar ekil 4.15'de verildi.

3.3.4.2 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na pH Etkisi

H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,5g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. pH=267 olacak ekilde 25mL 1mg/L Ag^+ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözeltili pipetle al,nd,, $3,4 \cdot 10^{-3}M$ HMDTC çözeltilisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan gümü miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.30 ve ekil 4.16'da verildi.

3.3.4.3 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag^+ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözeltili pipetle al,nd,, bu çözeltilere $3,4 \cdot 10^{-3}M$ HMDTC çözeltilisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. H^+ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1, 0,3, 0,5, 0,7g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan gümü miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.31 ve ekil 4.17'de verildi.

ksinin Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi

S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak iyon de i tirme

kolonlar,na yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözeltiler pipetle al,nd,, bu çözeltilere 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltilisinden 0,1, 0,5, 1, 2, 3mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve haz,rlanan Ag-HMDTC çözeltileri kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan gümü miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.32 ve ekil 4.18øde verildi.

3.3.4.5 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. pH= 4 olan 25mL 1, 3, 5, 7, 9mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland, ve bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözeltiler pipetle al,nd,, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltilisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve haz,rlanan Ag-HMDTC çözeltileri kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan gümü miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.33 ve ekil 4.19øda verildi.

3.3.4.6 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözeltiler pipetle al,nd,, bu çözeltilere 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltilisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 1, 2, 4, 6, 8, 10mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve adsorplanan gümü miktar, hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.34 ve ekil 4.20øda verildi.

3.3.4.7 Geri Kazan,m Çözeltilisi Seçimi

H⁺ formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,nd, ve kolonlara yerle tirildi. pH= 4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri haz,rland,, bu çözeltilerden ba lang,ç deri im olarak belirlenmesi için 5mL çözeltiler pipetle al,nd,, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltilisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmi gümü ü geri kazanabilmek için çe itli geri kazan,m

da hazırlanmış, 1M HCl, 1M HNO₃ çözeltilerinin 10mL'isi çözeltiler yaklaşık 50°C'de buharlaştırıldı, ve kendi çözeltileri ile hacmine tamamlandı. İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki gümüş miktarı, AAS tayini edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.35'de verildi.

3.3.4.8 Geri Kazanım Çözeltisi Miktarı,

H⁺ formuna getirilmiş Purolite-S940 kavat reçinesinden 0,1g alındı, ve iyon deiyonizasyon kolonlarına yerleştirildi. pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri hazırlandı, bu çözeltilerden başlangıç deriyim olarak belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Reçineye adsorbe edilmiş gümüşü geri kazanabilmek için en uygun geri kazanım çözeltisi olarak asetonda hazırlanmış, 1M HCl alındı, ve bu çözeltinin 5, 10, 15mL'isi kolondan geçirildi. Bu çözeltiler yaklaşık 50°C'de buharlaştırıldı, ve suda hazırlanmış, 1M HCl çözeltisi ile 10mL hacmine tamamlandı. İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki gümüş miktarı, AAS tayini edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.36'da verildi.

3.3.4.9 Zenginleştirme Faktörü Tayini

pH=4 olan 25mL 1mg/L Ag⁺ çözeltileri hazırlandı. Çözeltilerden başlangıç deriyim belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle alındı, ve hazırlanan çözeltiler 50, 100, 300, 450mL'dik ölçü kaplarına aktarıldı, tampon çözeltisi ile hacmine tamamlandı. 3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi ve 10 dakika karıştırıldı. H⁺ formuna getirilmiş Purolite-S940 kavat reçinesinden 0,1g alınarak iyon deiyonizasyon kolonlarına yerleştirildi. Akış hızı, 2mL/dak olarak ayarlandı, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümüşü geri kazanabilmek için asetonda hazırlanmış, 1M HCl çözeltisinin 10mL'isi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yaklaşık 50°C'de buharlaştırıldı, ve suda hazırlanmış, 1M HCl çözeltisi ile 10mL hacmine tamamlandı. İşlem 3 kere tekrarlandı. Çözeltilerdeki gümüş miktarı, AAS ile tayini edildi ve % geri kazanım hesaplandı. Sonuçlar Çizelge 4.37'de verildi.

3.3.4.10 Yabancı İyon Etkisi

Su örneklerinde ana bileşen olarak bulunan Na⁺, Mg²⁺ gibi katyonlar, Cl⁻, NO₃⁻ gibi anyonlar, ve Al³⁺, Cu²⁺, Ni²⁺ gibi metal iyonlar, geliştirilen yöntemle zenginleştirilen analitlerin geri kazanım değerlerine etkileri araştırıldı. H⁺ formuna getirilmiş Purolite-S940

iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 25mLdik ölçü 10mL konuldu, seçilen yabanc, iyonlar istenilen deri imlerde (her iyon için ayr, ayr,) eklendi ve pH=4 olan tampon çözeltisi ile 25mL tamamland,. Bu çözeltilerden ba lang,ç deri im belirlenmesi için 5mL çözelti pipetle al,nd, ve $3,4 \cdot 10^{-3}M$ HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi, 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümü ü geri kazanabilmek için asetonda haz,rlanm, 1M HCl çözeltisinin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yakla ,k $50^{\circ}C$ de buharla t,r,ld, ve suda haz,rlanm, 1M HCl çözeltisi ile 10mL hacmine tamamland,. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.38øde verildi.

3.3.4.11 Tan,ma ve Tayin S,n,r,

Yöntemin tan,ma ve tayin s,n,rlar,n,n belirlenmesi için, bo deneme çözeltisinin gümü için absorbans de erleri 10 kez okunarak standart sapmas, hesapland,. Standart sapman,n, tan,ma s,n,r, için 3 kat,na, tayin s,n,r, için 10 kat,na kar ,l,k gelen metal deri imleri hesapland,. Sonuçlar Bölüm 4.4.11øde verildi.

3.3.4.12 Örneklere Uygulanmas,

3.3.4.12.1 çme Suyu

H^{+} formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak iyon de i tirme kolonlar,na yerle tirildi. 100mg\Ldik Ag^{+} çözeltisinden 50mLdik ölçü kaplar,na 0,1, 0,2 0,3, 0,4, 0,5mL konuldu, pH=4 olan 40mL içme suyu eklendi ve pH=4 tampon çözeltisi ile hacmine tamamland, ve $3,4 \cdot 10^{-3}M$ HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi, 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümü ü geri kazanabilmek asetonda haz,rlanm, 1M HCl çözeltisinin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yakla ,k $50^{\circ}C$ de buharla t,r,ld, ve suda haz,rlanm, 1M HCl çözeltisi ile 10mL hacmine tamamland,. lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.39øda verildi.

3.3.4.12.2 Radyolojik Film Örne i

0,6g radyolojik film tart,larak al,nd,, 10mL 6M HNO_3 çözeltisinde çözüldü, süzüldü ve 100mL hacmine destile su ile tamamland,. Bu çözeltiden 2,5mL al,nd, ve destile su ile 250mLøye tamamland,. H^{+} formuna getirilmi Purolite-S940 kelat reçinesinden 0,1g al,narak

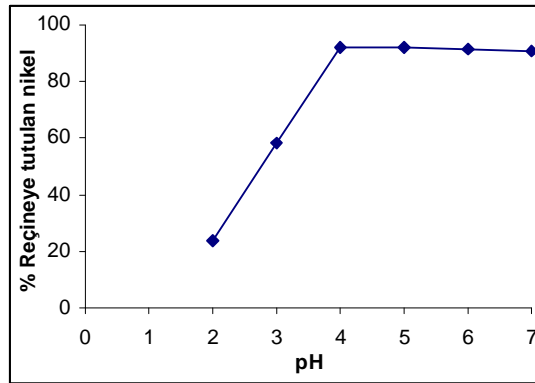
le tirildi. 50mLdik ölçü kaplar,na pH=4 olan 40mL
i konuldu ve tampon çözeltisi ile hacmine tamamland, ve
3,4·10⁻³M HMDTC çözeltisinden 1mL ilave edildi, 10 dakika kar, t,r,ld,. Ak, h,z, 2mL/dak
olarak ayarland, ve çözeltiler kolonlardan geçirildi. Gümü ü geri kazanabilmek için asetonda
haz,r,lanm, 1M HCl çözeltisinin 10mLøsi kolonlardan geçirildi. Bu çözeltiler yakla ,k
50⁰Cøde buharla t,r,ld, ve suda haz,r,lanm, 1M HCl çözeltisi ile 10mL hacmine tamamland,.
lem 3 kere tekrarland,. Çözeltilerdeki gümü miktar, AAS ile tayin edildi ve % geri kazan,m
hesapland,. Sonuçlar Çizelge 4.40øda verildi.

4.1.1 Nikel Tutulmas,na pH Etkisi

Bölüm 3.3.1.1’de anlatıldı, , gibi nikelin pH=2-7 aralığında Purolite-S940 katı reçinesine tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.1 ve ekil 4.1’de gösterilmektedir. Bu sonuçlardan en iyi tutulma pH=4’ten sonra olduğu görülmektedir. Çalınma pH olarak pH=4 seçildi.

Çizelge 4.1 Nikel tutulmas,na pH etkisi (n=3)

pH	Bağlanmış Deriim mg/L	Çözeltide Kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Nikel Miktar,
2	1,12	0,85	24,08
3	1,02	0,43	58,10
4	1,13	0,09	92,32
5	1,01	0,08	91,88
6	1,06	0,09	91,72
7	1,19	0,11	90,99



ekil 4.1 Nikel tutulmas,na pH etkisi

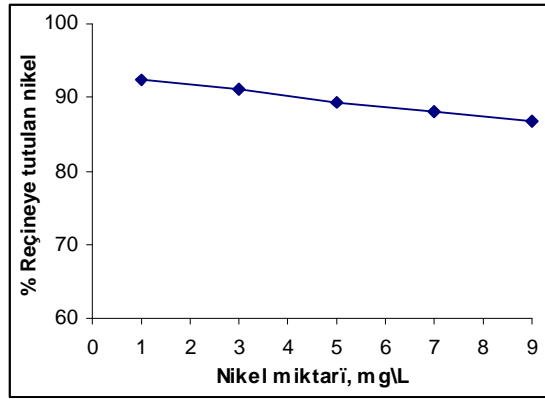
Nikel miktar, n, n Etkisi

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

Nikel miktar, de i tirilerek Purolite-S940 kelat reçinesine tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.2 ve ekil 4.2de gösterilmektedir. En uygun nikel miktar, olarak 1 mg/L seçildi.

Çizelge 4.2 Nikel tutulmas, na metal miktar, n, n etkisi (n=3)

Haz, rlanan Nikel mg/L	Ba lang, ç Deri im mg/L	Çözültide Kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçinede Tutulan Nikel Miktar,
1	1,16	0,09	92,33
3	2,81	0,25	91,08
5	4,96	0,53	89,36
7	6,98	0,84	87,96
9	8,83	1,16	86,84



ekil 4.2 Nikel miktar, n, n tutulmaya etkisi

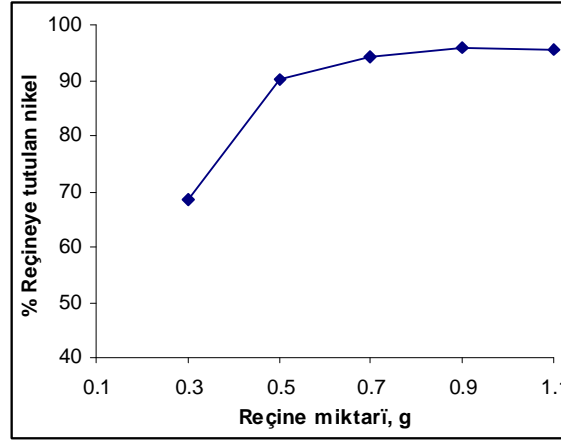
4.1.3 Nikel Tutulmas, na Reçine Miktar, n, n Etkisi

Bölüm 3.3.1.3de anlat, ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesinin miktar, de i tirilerek nikelin tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.3 ve ekil 4.3de gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi tutulma 0,7gdan sonra oldu u görölmektedir. En uygun reçine miktar, olarak 0,9g seçildi.

ne miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Reçine miktar, g	Ba lanç Deri im mg/L	Çözültide Kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Nikel Miktar,
0,3	1,03	0,33	68,39
0,5	0,99	0,10	90,10
0,7	1,11	0,06	94,30
0,9	1,01	0,04	96,03
1,1	1,14	0,05	95,58



ekil 4.3 Nikel tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi

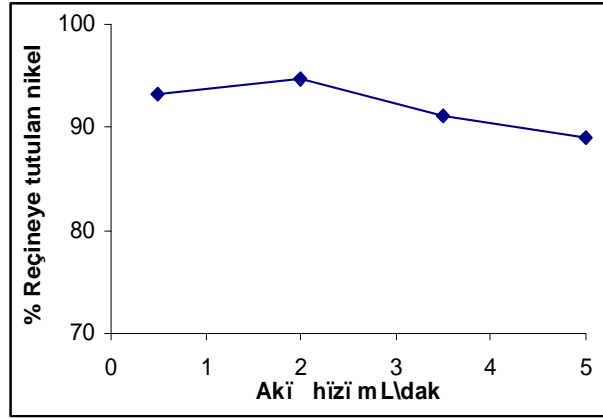
4.1.4 Nikel Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.1.4'de anlat,ld, , gibi nikelin Purolite-S940 kelat reçinesine tutulma etkisi ak, h,z,n de i tirilerek incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.4 ve ekil 4.4'de gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi tutulma 2mL/dak'dan yava oldu u zamanda görülmektedir. En uygun ak, h,z, olarak 2mL/dak seçildi.

h,z,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Ak, h,z, mL/dak	Ba lang,ç Deri im mg/L	Çözeltide kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Nikel Miktar,
0,5	1,18	0,08	93,22
2	1,12	0,06	94,64
3,5	1,14	0,11	91,22
5	1,09	0,12	88,99



ekil 4.4 Nikel tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi

4.1.5 Geri Kazan,m Çözeltisi Seçimi

Bölüm 3.3.1.5'de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesine tutulan nikeli geri kazanmak için çe itli geri kazan,m çözeltileri ile çal, ld,. Sonuçlar Çizelge 4.5'de gösterilmektedir. En uygun geri kazan,m çözeltisi olarak 1M HNO₃ seçildi.

Çizelge 4.5 Tutulan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi (n=3)

Geri Kazan,m Çözeltisi Türü 10mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltisindeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
1M HCl	1,09	2,04	93,84
1M HNO ₃	1,18	2,25	94,97
2M HNO ₃	1,18	2,26	95,94

iktar,

Purolite-S940 kelat reçinesine tutulan nikeli geri kazanmak

için en uygun geri kazanım çözeltilisi olarak seçilen 1M HNO₃ çözeltilisinin en uygun miktarını, bulmak için de iki miktarlardaki geri kazanım çözeltilisi ile çalışıldı. Sonuçlar Çizelge 4.6'da gösterilmektedir. En uygun geri kazanım çözeltilisi miktarı, olarak 10mL seçildi.

Çizelge 4.6 Tutulan nikeli geri kazanabilmek için geri kazanım çözeltilisi miktarı, (n=3)

1M HNO ₃ Miktar, mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltilisindeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
5	1,06	4,05	95,23
10	1,01	1,98	98,08
15	0,98	1,27	97,45

4.1.7 Zenginleştirme Faktörü Tayini

Bölüm 3.3.1.7'de anlatıldı, gibi zenginleştirme faktörü bulundu. Sonuçlar Çizelge 4.7'de gösterilmektedir. 500mL'den sonra tutulmanın azaldığı görülmektedir. Geri kazanım çözeltilisi miktarı, 10mL olduğu için zenginleştirme faktörü 50'dir.

Çizelge 4.7 Zenginleştirme faktörü tayini (n=3)

Çözelti Hacmi mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltilisindeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
100	1,14	2,24	97,86
250	0,97	1,92	98,67
500	1,12	2,22	99,11
750	1,18	2,26	95,76

4.1.8 Yabancı İyon Etkisi

Bölüm 3.3.1.8'de anlatıldı, gibi nikel için yabancı iyonlar etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.8'de gösterilmektedir.

=3)

Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features

Tabanc, yon	Tabanc, yonun Deri imi mg/L	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltilisindeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
Na ⁺	500	1,14	2,18	95,12
Mg ²⁺	1	1,18	2,00	89,66
Cl	50	1,20	2,30	95,44
NO ₃	50	1,15	2,16	94,29
Al ³⁺	1	1,03	1,73	84,17
Cu ²⁺	1	1,09	1,95	89,58
Ag ⁺	1	1,02	2,01	98,73

4.1.9 Tan,ma ve Tayin S,n,r,

Bölüm 3.3.1.9'da anlat,ld, , gibi nikel için tan,ma ve tayin s,n,r, incelendi. Nikel için tan,ma s,n,r, 0,02mg/L, tayin s,n,r, 0,06mg/L olarak bulundu.

4.1.10 Örneklere Uygulanmas,

Bölüm 3.3.1.10'da anlat,ld, , gibi çal, ma ko ullar sa lanarak yöntem ve içme suyuna uyguland,. Sonuçlar Çizelge 4.9'da gösterilmektedir.

Çizelge 4.9 çme suyu (n=3)

Eklene Nikel Miktar mg/L	% Geri Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,40	97,00	1,32	1,36	97,00±3,39

4.2 Gümü

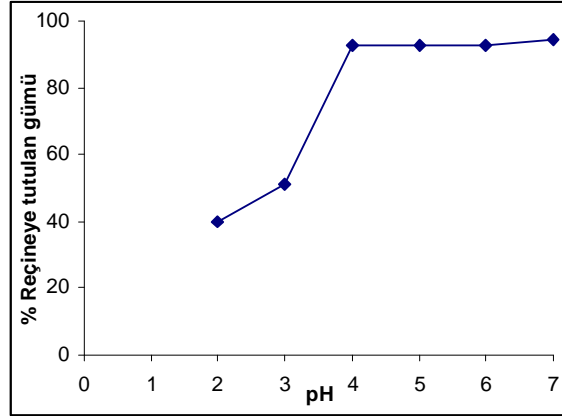
4.2.1 Gümü Tutulmas,na pH Etkisi

Bölüm 3.3.2.1'de anlat,ld, , gibi gümü ün pH=2-7 aral, ,nda Purolite-S940 kelat reçinesine tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.10 ve ekil 4.5'de gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi tutulma pH=4'ten sonra oldu u görülmektedir. En uygun pH olarak pH=4 seçildi.

H etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

pH	Ba lanç,ç Deri im mg/L	Çözeltilde Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Gümü Miktar,
2	1,08	0,65	39,65
3	1,08	0,53	50,97
4	1,07	0,08	92,48
5	1,03	0,08	92,54
6	1,03	0,07	92,86
7	1,03	0,06	94,14



ekil 4.5 Gümü tutulmas,na pH etkisi

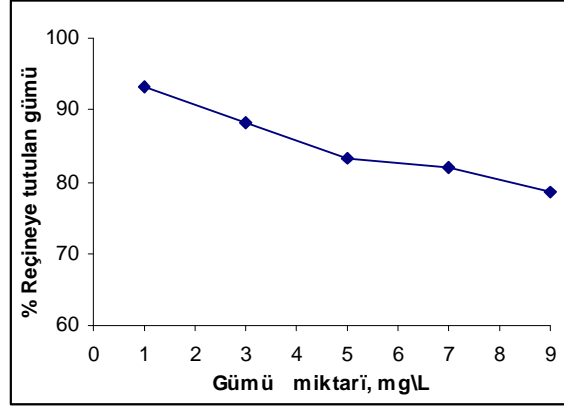
4.2.2 Gümü Tutulmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.2.2'de anlatıldı, , gibi gümü miktar, de i tirilerek Purolite-S940 kelat reçinesine tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.11 ve ekil 4.6'da gösterilmektedir. En uygun gümü miktar, olarak 1mg/L seçildi.

metal miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Haz, Hanaar Gümü mg/L	Da rang,ç Deri im mg/L	Çözeltide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Gümü Miktar,
1	1,14	0,08	93,29
3	2,89	0,34	88,21
5	4,98	0,84	83,14
7	6,99	1,26	81,96
9	8,88	1,91	78,51



ekil 4.6 Gümü miktar,n,n tutulmaya etkisi

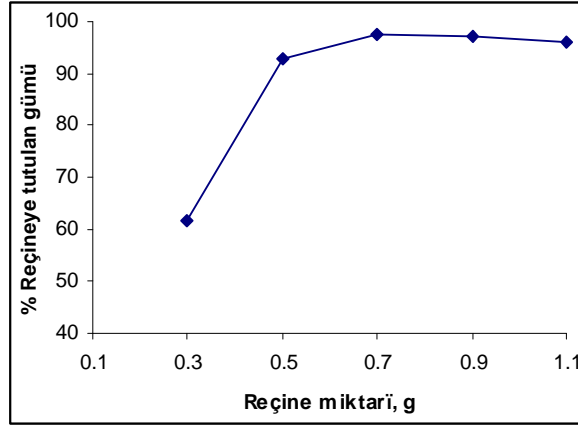
4.2.3 Gümü Tutulmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.2.3'de anlatıldı, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesinin miktar, de i tirilerek gümü ün tutulma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.12 ve ekil 4.7'de gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi tutulma 0,7g'dan sonra oldu u görülmektedir. En uygun reçine miktar, olarak 0,9g seçildi.

reçine miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Reçine miktar, g	Bağlanç Deri im mg/L	Çözültide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Gümü Miktar,
0,3	1,03	0,39	61,70
0,5	1,04	0,08	92,63
0,7	1,07	0,03	97,54
0,9	1,02	0,03	97,05
1,1	1,03	0,04	96,10



ekil 4.7 Gümü tutulmas,na reçine miktar,n,n etkisi

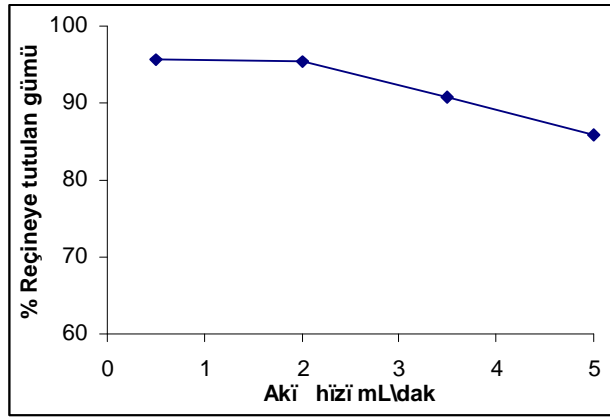
4.2.4 Gümü Tutulmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.2.4'de anlatıldı, gibi gümü ün Purolite-S940 kelat reçinesine tutulma etkisi ak, h,z,n de i tirilerek incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.13 ve ekil 4.8'de gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi tutulma 2mL/dak'dan yava oldu u zamanda görülmektedir. En uygun ak, h,z, olarak 2mL/dak seçildi.

ak, h,z,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Ak, H,z, mL/dak	Ç Deri im mg/L	Çözültide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Tutulan Gümü Miktar,
0,5	1,08	0,05	95,70
2	1,04	0,05	95,26
3,5	1,01	0,09	90,74
5	1,07	0,15	85,76



ekil 4.8 Gümü tutulmas,na ak, h,z,n,n etkisi

4.2.5 Geri Kazan,m Çözültisi Seçimi

Bölüm 3.3.2.5'de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesine tutulan gümü ü geri kazanmak için en uygun geri kazan,m çözülti türünü seçmek için çal, ,ld,. Sonuçlar Çizelge 4.14'de gösterilmektedir. En uygun geri kazan,m çözülti türü olarak 1M HNO₃ seçildi.

Çizelge 4.14 Tutulan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazan,m çözültisi seçimi (n=3)

Geri Kazan,m Çözültisi Türleri 10mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözültisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
1M HCl	1,13	1,67	73,92
1M HNO ₃	1,11	1,81	81,82
2M HNO ₃	1,08	1,76	81,94

ktar,

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

1M HNO₃ çözeltisi için en uygun geri kazanım çözeltisi türü olarak seçilen 1M HNO₃ çözeltinin en uygun miktarını bulmak için çalışıldı. Sonuçlar Çizelge 4.15'de gösterilmektedir. En uygun geri kazanım çözeltisi miktarı olarak 20mL seçildi.

Çizelge 4.15 Tutulan gümüyü geri kazanabilmek için geri kazanım çözeltisi miktarı (n=3)

1M HNO ₃ Miktar, mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
10	1,03	1,71	82,72
15	1,06	1,27	89,65
20	1,10	1,05	96,08
25	0,98	0,75	95,40

4.2.7 Zenginleştirme Faktörü Tayini

Bölüm 3.3.2.7'de anlatıldı, gibi zenginleştirme faktörünü bulmak için çalışıldı. Sonuçlar Çizelge 4.16'da gösterilmektedir. 200mL'den sonra tutulmanın azaldığı görülmektedir. Geri kazanım çözeltisi miktarı 20mL olduğu için zenginleştirme faktörü 10'dır.

Çizelge 4.16 Zenginleştirme faktörü tayini (n=3)

Çözelti Hacmi mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
50	1,15	1,09	97,11
100	1,04	1,01	97,47
200	1,05	1,07	96,29
400	1,12	0,84	75,03

Çizelge 4.17 Yabancı iyon etkisi (n=3) için yabancı iyonlar etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.17'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.17 Yabancı iyon etkisi (n=3)

Yabancı iyon	Yabancı iyonun Deri im mg/L	Ba lan g,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
Na ⁺	500	0,99	0,96	96,58
Mg ²⁺	1	1,10	0,99	90,89
Cl	1	1,08	0,72	66,58
NO ₃	50	1,03	0,97	94,74
Al ³⁺	1	1,06	0,98	92,24
Cu ²⁺	1	1,12	1,02	91,60
Ni ²⁺	1	1,09	1,02	93,31

4.2.9 Tan,ma ve Tayin S,n,r,

Bölüm 3.3.2.9'da anlat,ld, , gibi gümü için tan,ma ve tayin s,n,r, incelendi. Gümü için tan,ma s,n,r, 0,03mg/L, tayin s,n,r, 0,09mg/L olarak bulundu.

4.2.10 Örneklere Uygulanmas,

Bölüm 3.3.2.10'da anlat,ld, , gibi çal, ma ko ullar, belirlenen yöntem içme suyu ve radyolojik film örne ine uyguland,. Sonuçlar Çizelge 4.18 ve 4.19'da gösterilmektedir.

Çizelge 4.18 içme suyu (n=3)

Eklenen Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,40	96,33	1,16	1,20	96,33±2,89

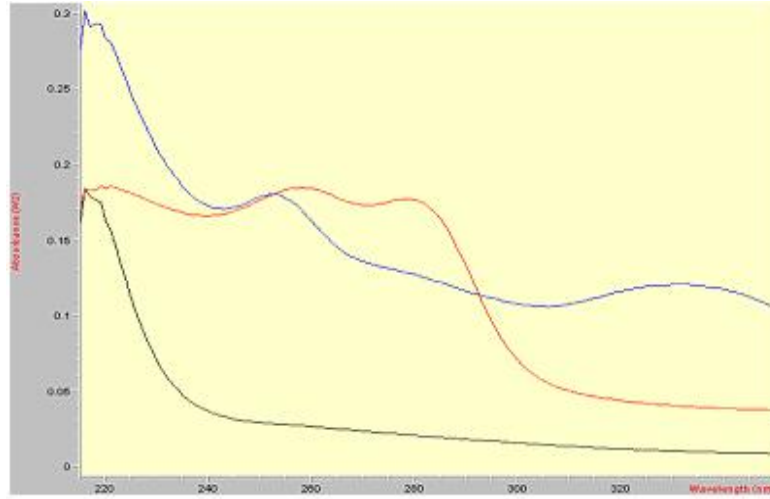
i (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Örne indeki Ag ⁺ mg\L	Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,41	81,33	1,67	2,05	81,33±4,16

4.3 Nikel ó HMDTC Kompleksi

4.3.1 Nikel ó HMDTC Kompleksinin Olu turulmas,



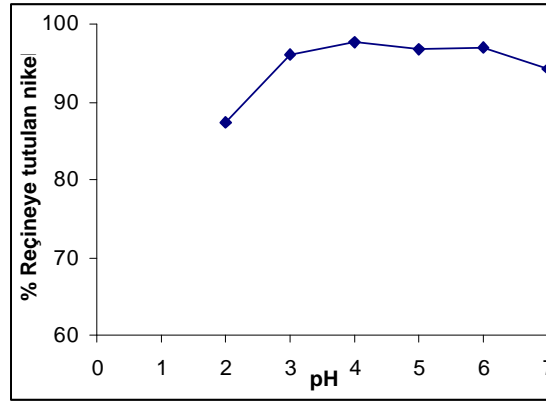
ekil 4.9 Ni-HMDTC ait absorpsiyon spektrumlar, (siyah Ni; k,rm,z, HMDTC; mavi Ni-HMDTC kompleksi; blank pH=4 tampon çözeltilisi)

4.3.2 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na pH Etkisi

Bölüm 3.3.3.2de anlat,ld, , gibi nikel-HMDTC kompleksinin pH=2-7 aral, ,nda Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.20 ve ekil 4.10da gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi adsorplanma pH=4ten sonra oldu u görölmektedir. En uygun pH olarak pH=4 seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi (n=3)

pH	Çözeltide Kalan Nikel Miktar, mg/L	Çözeltide Kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Nikel Miktar,
2	1,06	0,13	87,35
3	1,11	0,04	96,14
4	1,07	0,03	97,59
5	0,99	0,03	96,71
6	1,12	0,03	97,07
7	1,12	0,06	94,34



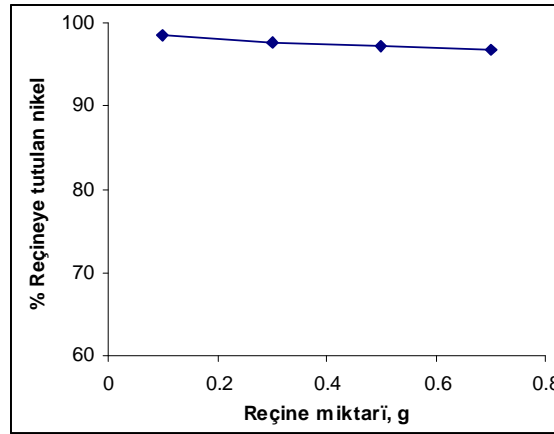
ekil 4.10 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi

4.3.3 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.3.3'de anlatıldı, , gibi Purolite-S940 katı reçinesinin miktar, de i tirilerek nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.21 ve ekil 4.11'de gösterilmektedir. En uygun reçine miktar, olarak 0,1g seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi (n=3)

Reçine miktarı, g	Çözeltide Kalan Nikel Miktarı, mg/L	% Reçineye Adsorlanan Nikel Miktarı,
0,1	1,05	98,41
0,3	1,15	97,65
0,5	0,99	97,09
0,7	1,10	96,66



ekil 4.11 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar, etkisi

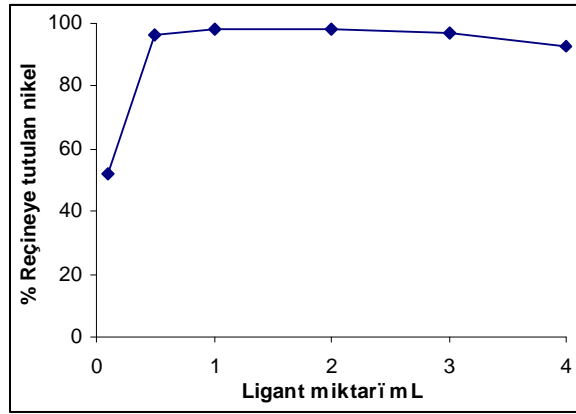
4.3.4 Nikel-HMTDC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.3.4'de anlatıldı, , gibi HMDTC miktar, de i tirilerek nikel-HMDTC kompleksinin Purolite-S940 katı reçinesine adsorplanmas,na etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.22 ve ekil 4.12'de gösterilmektedir. En uygun HMDTC miktar, olarak 1 mL seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Deri im mL	mg/L	Çözültide kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorlanan Nikel Miktar,
0,1	0,98	0,47	52,38
0,5	1,19	0,04	96,64
1,0	1,05	0,02	98,40
2,0	0,98	0,02	98,00
3,0	1,17	0,03	97,07
4,0	1,20	0,09	92,78



ekil 4.12 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi

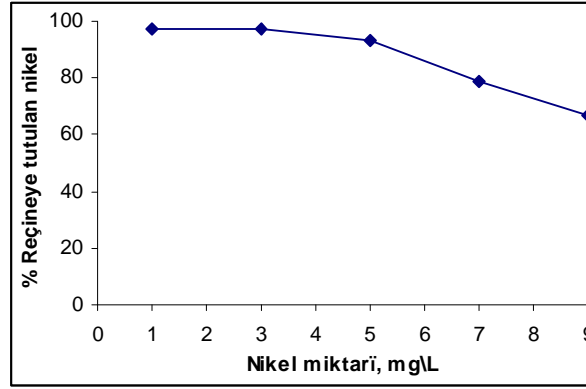
4.3.5 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.3.5'de anlat,ld, , gibi nikel miktar, de i tirilerek nikel-HMDTC kompleksinin Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.23 ve ekil 4.13'de gösterilmektedir. En uygun nikel miktar, olarak 1mg/L seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na metal miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

	Deri im mg/L	Çözültide kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Nikel Miktar,
1	1,13	0,03	97,09
3	3,07	0,09	97,04
5	4,93	0,33	93,34
7	7,03	1,49	78,81
9	9,01	3,01	66,57



ekil 4.13 Nikel miktar,n,n adsorplanmaya etkisi

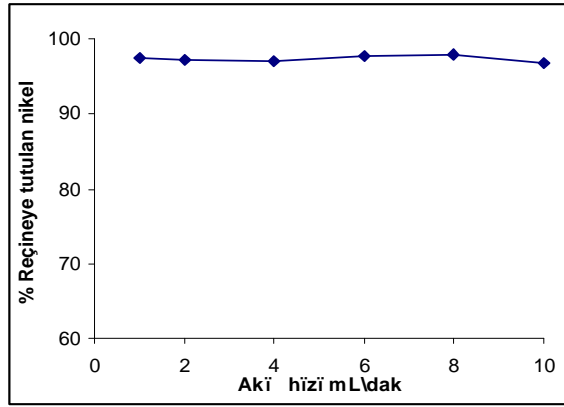
4.3.6 Nikel-HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.3.6'da anlat,ld, , gibi nikel-HMDTC kompleksinin Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi ak, h,z,n de i tirilerek incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.24 ve ekil 4.14'de gösterilmektedir. En uygun ak, h,z, olarak 2mL/dak seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Ak, H,z, mL/dak	Deri im mg/L	Çözültide kalan Nikel Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorlanan Nikel Miktar,
1	1,05	0,03	97,49
2	1,10	0,03	97,26
4	1,18	0,04	96,90
6	1,12	0,03	97,66
8	1,09	0,02	97,86
10	1,02	0,03	96,67



ekil 4.14 Nikel-HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi

4.3.7 Geri Kazan,m Çözültisi Seçimi

Bölüm 3.3.3.7'de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanan nikeli geri kazanmak için en uygun geri kazan,m çözelti türünü seçmek için çal, ,ld,. Sonuçlar Çizelge 4.25'de gösterilmektedir. En uygun geri kazan,m çözelti türü olarak asetondaki 1M HNO₃ seçildi.

eri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi seçimi (n=3)

Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features

Çözeltisi Türleri 10mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltideki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
1M HCl (suda)	1,12	0,35	15,61
1M HCl (asetonda)	1,04	1,,70	81,56
1M HNO ₃ (suda)	1,13	0,44	19,61
2M HNO ₃ (suda)	0,99	0,38	19,31
1M HNO ₃ (asetonda)	1,01	1,67	82,94
2M HNO ₃ (asetonda)	1,15	1,93	83,50

4.3.8 Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar,

Bölüm 3.3.3.8'de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanan nikeli geri kazanmak için en uygun geri kazan,m çözeltisi türü olarak seçilen çözeltilinin en uygun miktar,n, bulmak için çal, ,ld,. Sonuçlar Çizelge 4.26'da gösterilmektedir. En uygun geri kazan,m çözeltisi miktar, olarak 15mL seçildi.

Çizelge 4.26 Adsorplanan nikeli geri kazanabilmek için geri kazan,m çözeltisi miktar, (n=3)

Geri Kazan,m Çözeltisi mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltideki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
10	1,12	1,87	83,87
15	1,07	2,09	98,10
20	1,13	2,22	98,08

4.3.9 Zenginle tirme Faktörü Tayini

Bölüm 3.3.3.9'da anlat,ld, , gibi zenginle tirme faktörünü bulmak için çal, ,ld,. Sonuçlar Çizelge 4.27'de gösterilmektedir. 300mL'den sonra tutlman,n azald, , görülmektedir. Geri kazan,m çözeltisi miktar, 15mL oldu u için zenginle tirme faktörü 20'dir.

ü tayini (n=3)

Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features

	Deri im mL	mg/L	Geri Kazan,m Çözeltildeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
	50	1,13	2,22	97,90
	100	1,11	2,17	97,61
	300	1,13	2,21	98,25
	450	1,12	2,06	92,09

4.3.10 Yabanc, yon Etkisi

Bölüm 3.3.4.10'da anlat,ld, , gibi nikel-HMDTC kompleksinin Purolite-S940 katlat reçinesine adsorplanmas, için yabanc, iyonlar etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.28'de gösterilmektedir.

Çizelge 4.28 Yabanc, iyon etkisi (n=3)

Yabanc, yon	Yabanc, yonun Deri im mg/L	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltildeki Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
Na ⁺	1000	1,08	2,06	95,49
Mg ²⁺	1000	1,11	2,13	95,69
Cl	300	1,10	2,08	94,42
NO ₃	300	1,12	2,12	94,61
Al ³⁺	1	1,09	2,01	93,40
Cu ²⁺	1	1,14	2,09	91,83
Ag ⁺	1	1,15	2,18	96,44

4.3.11 Tan,ma ve Tayin S,n,r,

Bölüm 3.3.3.11'de anlat,ld, , gibi nikel-HMDTC için tan,ma ve tayin s,n,r, incelendi. Nikel-HMDTC için tan,ma s,n,r, 0,01mg/L, tayin s,n,r, 0,03mg/L olarak bulundu.

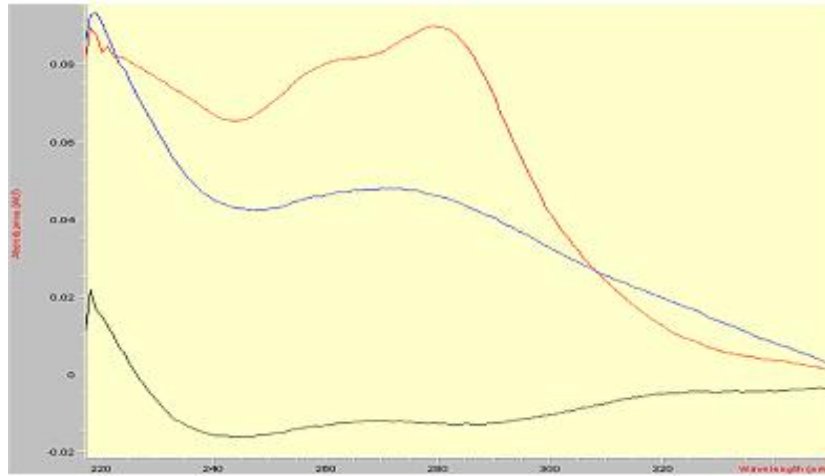
gibi çal, ma ko ullar sa lanarak yöntem içme suyuna uyguland,. Sonuçlar Çizelge 4.29da gösterilmektedir.

Çizelge 4.29 çme suyu (n=3)

Eklenen Nikel Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,20	101,49	0,86	0,85	101,49±2,14
0,40	98,25	1,15	1,17	98,25±2,86
0,60	98,83	0,58	0,59	98,83±1,44
0,80	99,63	1,62	1,63	99,63±4,04
1,00	96,19	0,70	0,73	96,19±1,74

4.4 Gümü ó HMDTC Kompleksi

4.4.1 Gümü ó HMDTC Kompleksinin Olu turulmas,



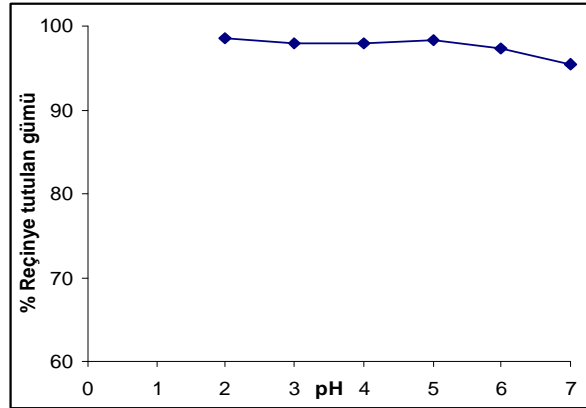
Sekil 4.15 Ag-HMDTC ait absorpsiyon spektrumlar, (siyah Ag; k,rm,z, HMDTC; mavi Ag-HMDTC kompleksi; blank pH=4 tampon çözeltilisi)

4.4.2 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na pH Etkisi

Bölüm 3.3.4.2de anlat,ld, , gibi gümü -HMDTC kompleksinin pH=2-7 aral, nda Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.30 ve ekil 4.16da gösterilmektedir. Bu sonuçtan en iyi adsorplanma pH=4ten sonra oldu u görülmektedir. En

çinko kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi (n=3)

pH	Ba lang,ç Deri im mg/L	Çözeltilde Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Gümü
2	0,89	0,01	98,53
3	0,93	0,02	97,84
4	0,94	0,03	97,96
5	1,01	0,02	98,32
6	0,94	0,03	97,34
7	0,95	0,05	95,40



ekil 4.16 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na pH etkisi

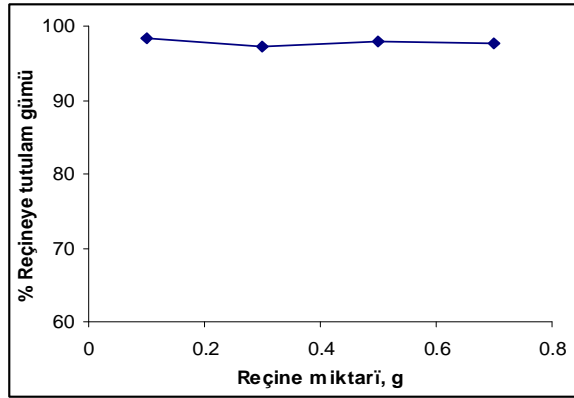
4.4.3 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Reçine Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.4.3'de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesinin miktar, de i tirilerek gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.31 ve ekil 4.17'de gösterilmektedir. En uygun reçine miktar, olarak 0,1g seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Reçine Miktar, g	Çözeltide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Gümü Miktar,
0,1	1,03	98,41
0,3	1,11	97,26
0,5	1,03	97,90
0,7	1,14	97,64



ekil 4.17 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na reçine miktar,n,n etkisi

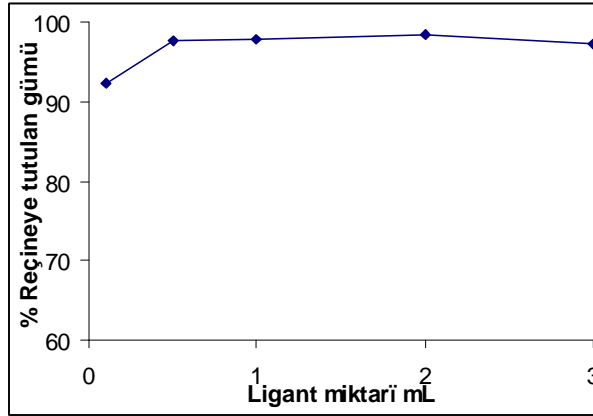
4.4.4 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ligant Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.4.4de anlat,ld, , gibi HMDTC miktar, de i tirilerek gümü -HMDTC kompleksinin Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.32 ve ekil 4.18de gösterilmektedir. En uygun HMDTC miktar, olarak 1mL seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Deri im mL	mg/L	Çözültide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Gümü Miktar,
0,1	1,12	0,09	92,26
0,5	1,09	0,03	97,56
1,0	1,09	0,02	97,90
2,0	1,08	0,02	98,48
3,0	1,06	0,03	97,19



ekil 4.18 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ligant miktar,n,n etkisi

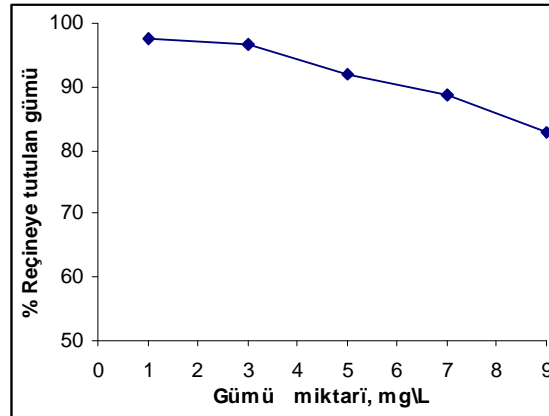
4.4.5 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Metal Miktar,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.4.5'de anlatıldı, , gibi gümü miktar, de i tirilerek gümü -HMDTC kompleksinin Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanma etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.33 ve ekil 4.19'da gösterilmektedir. En uygun gümü miktar, olarak 1mg/L seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na metal miktar,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Gümü miktarı, mg/L	Çözeltide Kalan Gümü Miktarı, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Gümü Miktarı,
1	1,10	97,51
3	2,89	96,78
5	4,85	91,92
7	6,87	88,80
9	8,76	82,92



ekil 4.19 Gümü miktar,n,n adsorlamaya etkisi

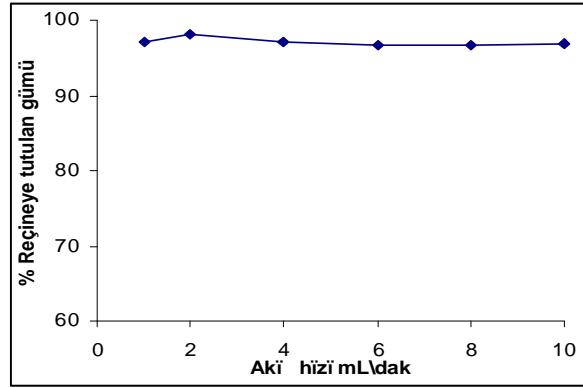
4.4.6 Gümü -HMDTC Kompleksinin Adsorplanmas,na Ak, H,z,n,n Etkisi

Bölüm 3.3.4.6'da anlatıldı, , gibi gümü -HMDTC kompleksinin Purolite-S940 katı reçinesine adsorplanma etkisi ak, h,z,n de i tirilerek incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.34 ve ekil 4.20'de gösterilmektedir. En uygun ak, h,z, olarak 2mL/dak seçildi.

kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi (n=3)

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

ml/dak	Ç Deri im mg/L	Çözültide Kalan Gümü Miktar, mg/L	% Reçineye Adsorplanan Gümü Miktar,
1	1,04	0,03	97,13
2	1,05	0,02	98,09
4	1,04	0,03	97,14
6	1,09	0,04	96,64
8	1,11	0,04	96,66
10	1,08	0,03	96,89



ekil 4.20 Gümü -HMDTC kompleksinin adsorplanmas,na ak, h,z,n,n etkisi

4.4.7 Geri Kazan,m Çözültisi Seçimi

Bölüm 3.3.4.7de anlat,ld, , gibi Purolite-S940 kelat reçinesine adsorplanan gümü ü geri kazanmak için en uygun geri kazan,m çözelti türünü seçmek için çal, ,ld,. Sonuçlar Çizelge 4.35de gösterilmektedir. En uygun geri kazan,m çözeltisi türü olarak asetonadaki 1M HCl seçildi.

geri kazanabilmek için geri kazanım çözeltisi seçimi (n=3)

Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features

Çözeltisi Türleri 10mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
1M HCl (suda)	1,06	0,64	30,08
1M HCl (asetonda)	1,13	2,19	97,06
1M HNO ₃ (asetonda)	1,03	0,73	35,44

4.4.8 Geri Kazanım Çözeltisi Miktarı,

Bölüm 3.3.4.8'de anlatıldı, , gibi Purolite-S940 katı reçinesine adsorplanan gümü ü geri kazanmak için en uygun geri kazanım çözeltisi türü olarak seçilen çözeltinin en uygun miktarını bulmak için çalışıldı. Sonuçlar Çizelge 4.36'da gösterilmektedir. En uygun geri kazanım çözeltisi miktarı olarak 10mL seçildi.

Çizelge 4.36 Adsorplanan gümü ü geri kazanabilmek için geri kazanım çözeltisi miktarı,

Geri Kazanım Çözeltisi mL	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazanım Çözeltisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazanım
5	1,08	1,58	73,12
10	1,00	1,97	98,29
15	1,03	2,00	96,74

4.4.9 Zenginleştirme Faktörü Tayini

Bölüm 3.3.4.9'da anlatıldı, , gibi zenginleştirme faktörünü bulmak için çalışıldı. Sonuçlar Çizelge 4.37'de gösterilmektedir. 300mL'den sonra adsorplanma azaldı, , görülmektedir. Geri kazanım çözeltisi miktarı 10mL oldu u için zenginleştirme faktörü 30'dir.

ü tayini (n=3)

Deri im	Deri im	Geri Kazan,m	% Geri
mL	mg/L	Çözeltilisindeki Gümü	Kazan,m
		Miktar, mg/L	
50	1,12	2,21	98,54
100	1,10	2,17	98,20
300	1,06	2,10	98,82
450	1,09	1,92	88,37

4.4.10 Yabanc, yon Etkisi

Bölüm 3.4.4.10da anlat,ld, , gibi gümü için yabanc, iyonlar etkisi incelendi. Sonuçlar Çizelge 4.38de gösterilmektedir.

Çizelge 4.38 Yabanc, yon etkisi (n=3)

Yabanc, yon	Yabanc, yonun Deri im mg/L	Ba lang,ç Deri im mg/L	Geri Kazan,m Çözeltilisindeki Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m
Na ⁺	1000	0,84	1,61	96,01
Mg ²⁺	1000	0,78	1,53	98,52
Cl	300	0,80	1,54	95,64
NO ₃	300	0,83	1,64	98,99
Al ³⁺	1	0,75	1,44	95,53
Cu ²⁺	1	0,76	1,39	91,13
Ni ²⁺	1	1,06	2,08	98,26

4.4.11 Tan,ma ve Tayin S,n,r,

Bölüm 3.3.4.11de anlat,ld, , gibi gümü -HMDTC için tan,ma ve tayin s,n,r, incelendi. Gümü -HMDTC için tan,ma s,n,r, 0,01mg\L, tayin s,n,r, 0,03mg\L olarak bulundu.

ibi çal, ma ko ullar sa lanarak yöntem içme suyu ve radyolojik film örne ine uyguland,. Sonuçlar Çizelge 4.39 ve 4.40da gösterilmektedir.

Çizelge 4.39 çme suyu (n=3)

Eklenen Gümü Miktar, mg/L	% Geri Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,20	98,67	1,15	1,17	98,67±2,86
0,40	99,67	1,52	1,53	99,67±3,78
0,60	99,33	1,04	1,05	99,33±2,59
0,80	97,50	1,17	1,20	97,50±2,91
1,00	96,80	0,92	0,95	96,80±2,29

Çizelge 4.40 Radyolojik film örne i (n=3)

Radyolojik Film Örne indeki Ag ⁺ mg\L	% Geri Kazan,m	Standart Sapma	% RSD	Güven Aral, ,
0,46	97,81	1,16	1,19	97,81±2,89

verildi

Çizelge 4.41 Çal, ma Ko ullar,

Faktör	Ni	Ag	Ni-HMDTC	Ag-HMDTC
pH	4	4	4	4
Metal Miktar, mg\L	1	1	1	1
Reçine Miktar, g	0,9	0,9	0,1	0,1
Ligant Miktar, ($3,4 \cdot 10^{-3}M$) mL			1	1
Ak, H,z, mL\dak	2	2	2	2
Geri Kazan,m Çözeltisi Türü	1M HNO ₃ (su)	1M HNO ₃ (su)	1M HNO ₃ (aseton)	1M HCl (aseton)
Geri Kazan,m Çözeltisi Miktar, mL	10	20	15	10
Zenginle tirme Faktörü	50	10	20	30
Tan,ma S,n,r, mg\L	0,02	0,03	0,01	0,01
Tayin S,n,r, mg\L	0,06	0,09	0,03	0,03

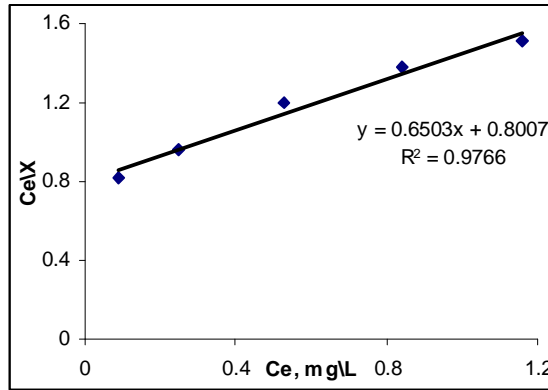
Adsorpsiyon izotermi

Freundlich Adsorpsiyon izotermi

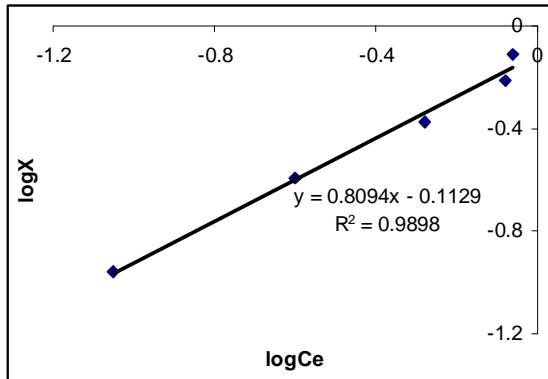
Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

Çizelge 4.42 Nikelin adsorpsiyon izoterm verileri

C ₀ mg/L	C _e mg/L	C mg/L	X mg/g	C _e \X	logX	logC _e
1,16	0,09	1,07	0,11	0,82	-0,96	-1,05
2,81	0,25	2,56	0,26	0,96	-0,59	-0,60
4,96	0,53	4,43	0,44	1,20	-0,37	-0,28
6,98	0,84	6,14	0,61	1,38	-0,21	-0,08
8,83	1,16	7,67	0,77	1,51	-0,11	-0,06



ekil 4.21 Nikel için Langmuir izotermi



ekil 4.22 Nikel için Freundlich izotermi

n izoterm sonuçlar,

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features

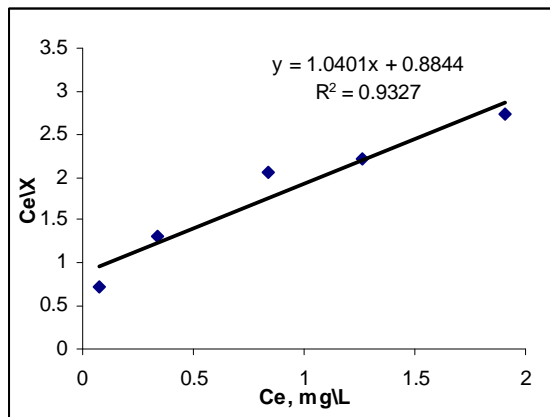
Langmuir			Freundlich		
r	K	X _m	r	K	n
0,99	0,81	1,54	0,99	0,18	0,81

Nikel için Langmuir izoterminin daha uygun olduğu görülmektedir.

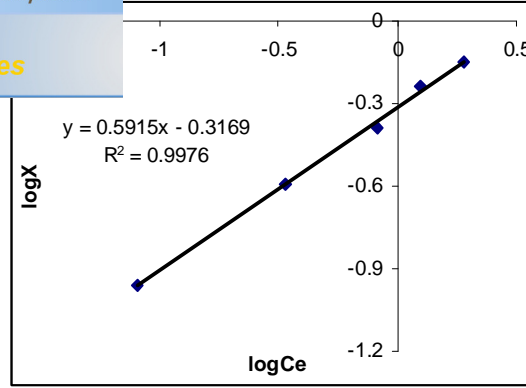
4.6.2 Gümü için Langmuir ve Freundlich Adsorpsiyon izotermi

Çizelge 4.44 Gümü ün adsorpsiyon izoterm verileri

C ₀ mg/L	C _e mg/L	C mg/L	X mg/g	C _e \X	logX	logC _e
1,14	0,08	1,06	0,11	0,73	-0,96	-1,09
2,89	0,34	2,55	0,26	1,31	-0,59	-0,47
4,98	0,84	4,14	0,41	2,05	-0,39	-0,08
6,99	1,26	5,73	0,57	2,21	-0,24	0,10
8,88	1,91	6,97	0,70	2,73	-0,15	0,28



ekil 4.23 Gümü için Langmuir izotermi



ekil 4.24 Gümü için Freundlich izotermi

Çizelge 4.45 Gümü için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,

Langmuir			Freundlich		
r	K	X _m	r	K	n
0,97	1,18	0,96	0,99	0,32	0,59

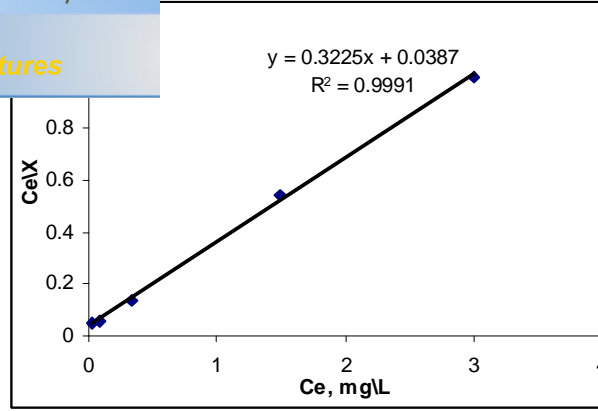
Gümü için Langmuir izoterminin daha uygun oldu u görülmektedir.

4.6.3 Nikel-HMDTC için Langmuir ve Freudlich Adsorpsiyon zotermi

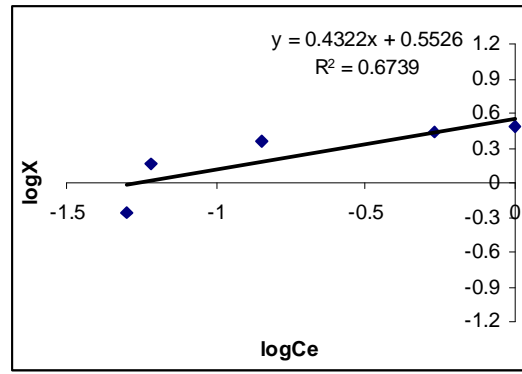
Çizelge 4.46 Nikel-HMDTC'n adsorpsiyon izoterm verileri

C ₀ mg/L	C _e mg/L	C mg/L	X mg/g	C _e \X	logX	logC _e
1,13	0,03	1,10	0,55	0,05	-0,26	-1,30
3,07	0,09	2,98	1,49	0,06	0,17	-1,22
4,93	0,33	4,60	2,30	0,14	0,36	-0,85
7,03	1,49	5,54	2,77	0,54	0,44	-0,27
9,01	3,01	6,00	3,00	1,00	0,48	0,00

Click Here to upgrade to Unlimited Pages and Expanded Features



ekil 4.25 Nikel-HMDTC için Langmuir izotermi



ekil 4.26 Nikel-HMDTC için Freundlich izotermi

Çizelge 4.47 Nikel-HMDTC için adsorpsiyon izoterm sonuçlar,

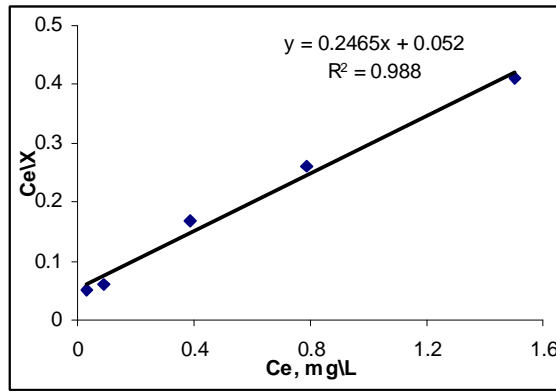
Langmuir			Freundlich		
r	K	X _m	r	K	n
0,99	8,33	3,1	0,82	0,55	0,43

Nikel-HMDTC için Langmuir izoterminin daha uygun oldu u görülmektedir.

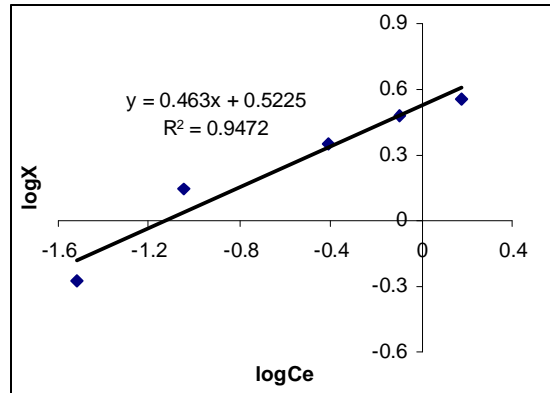
Langmuir ve Freundlich Adsorpsiyon izotermi

adsorpsiyon izoterm verileri

C ₀ mg/L	C _e mg/L	C mg/L	X mg/g	C _e /X	logX	logC _e
1,10	0,03	1,07	0,54	0,05	-0,27	-1,52
2,89	0,09	2,80	1,40	0,06	0,15	-1,05
4,85	0,39	4,46	2,23	0,17	0,35	-0,41
6,87	0,79	6,08	3,04	0,26	0,48	-0,10
8,76	1,50	7,26	3,63	0,41	0,56	0,18



ekil 4.27 Gümü -HMDTC için Langmuir izotermi



ekil 4.28 Gümü -HMDTC için Freundlich izotermi

adsorpsiyon izoterm sonuçları,

Langmuir			Freundlich		
r	K	X _m	r	K	n
0,99	4,74	4,05	0,97	0,52	0,46

Gümü -HMDTC için Langmuir izoterminin daha uygun olduğu görülmektedir.

4.7 Tartışma

Yapılan çalışmada, Purolite-S940 katı reçinesi kullanılarak sulu ortamlarda nikel ve gümü metallere ayrılmasında ve zenginleştirilmesi gerçekleştirildi. Birinci bölümde metal iyonlarının reçine üzerine adsorpsiyonundan, ikinci bölümde ise metal ligand kompleksi olarak zenginleştirilmesi üzerine etkisi incelendi. Tablo 4.9 ve 4.15'te verilen Ni-HMDTC ve Ag-HMDTC'e ait adsorpsiyon spektrumlarından belirlenen metallere seçilen ligand ile kompleks oluşturdukları görüldü. Metal-ligand kompleksinin reçine üzerine tutulmasında en uygun pH değeri bulundu. Her iki yöntemde de nikel ve gümü için en iyi tutunma pH 4'te belirlendi. Artan pH'da tutulan metal miktarında önemli bir değişim olmadı, gözlemlendi. Reçine miktarı incelendiğinde; ortamda bulunan ekvivalent gram metal iyonu kadar reçine gerektiğinde birinci çalışmada 0,9g reçine gerekirken, Me-Ligand kompleksi olarak yapılan adsorpsiyon sonucunda 0,1g'dü. $3,4 \cdot 10^{-3} M$ HMDTC ligand çözeltisinin artan miktarları incelendiğinde 1mL ligandın metal iyonunun zenginleştirilmesi için yeterli olduğu gözlemlendi. Her iki çalışmada için akış hızı, 2ml/dak. olarak belirlendi. Tutulan metal iyonunu geri kazanabilmek için çeşitli çözeltiler denendi. Nikel için; suda hazırlanan 1M HNO₃ asidinin 10mL'isi, gümü için; 1MHNO₃ asidinin 20mL'isi kullanıldı, burada en iyi geri kazanım sağlandı. İkinci çalışmada ise nikel için asetonda hazırlanan 1M HNO₃'ün 15mL'isi ve gümü için asetonda hazırlanan 1M HCl'in 10mL'isi ile çalışıldı, burada en iyi geri kazanım sağlandı. Yapılan ilk çalışmada zenginleştirme faktörü nikel için 50, gümü için 10, ikinci çalışmada ise nikel için 20, gümü için 30 olarak bulundu.

Suda bulunan diğer iyonların zenginleştirme üzerine etkisi incelendi. Çizelge 4.8'de nikel için; 500mg/L Na⁺, 50mg/L Cl⁻, 50mg/L NO₃⁻, 1mg/L Ag⁺, iyonların belirtilen derişimlerde zenginleştirilmeyi fazla etkilemediği, ancak 1mg/L Mg²⁺, 1 mg/L Al³⁺, 1mg/L Cu²⁺ iyonların, belirtilen derişimlerde zenginleştirilmeyi azalttığı gözlemlendi. Çizelge 4.17'de gümü için;

klorür di erlerinden daha fazla zenginle tirmeyi azalt,c, gant kompleksi olu turldu unda ise; nikel ve gümü için Çizelge 4.28 ve 4.38de görüldü ü gibi; sodyum ve magnezyum iyonlar, 1000mg/L klorür ve nitrat iyonlar, 300mg/L ve alüminyum, bak,r ve nikel iyonlar, 1mg/L çal ,ld, ,nda bile geri kazan,m üzerine etkilerinin fazla olmad, ,, en fazla %20'lik bir azalma gözlendi. Bunun nedeni HMTDC miktar,n,n yeterli olmamas, veya reçine kapasitesinin a ,lmas, olabilir.

Belirlenen çal, ma ko ullar, içme suyu ve radyolojik film örneklere uyguland,. Her iki yöntemle bulunan sonuçlar Çizelge 4.9, 4.18, 4.19, 4.29, 4.39 ve 4.40da verildi. Radyolojik film örneklerinde de Ag-HMDTC için zenginlemenin art, , gözlendi. Tayin s,n,r, ve tan,ma s,n,r, nikel için 0,02mg/L ve 0,06mg/L, gümü için 0,03mg/L ve 0,09mg/L, ikinci yöntemde ise iki metal içinde 0,01mg/L ve 0,03mg/L bulundu.

Adsorbsiyon izoterm e rileri elde etmek için Langmuir ve Freundlich adsorbsiyon denklemleri ç,kar,ld,. Her iki metal için Langmuir izoterminin daha uygun oldu u gözlendi.

Aouarram, A., Galindo-Riano, M.D., Garc,a-Vargas, M., Stitou, M. ve Yousfi, F., (2007), "A permeation liquid membrane system for determination of nickel in seawater", *Talanta*, 71:1656170.

Apak, R., (1995), "Temel Analitik Kimya", stanbul.

Baykut, F., (1981), *Anorganik Kimya Uygulamas,, Fatih Yay,nevi Matbaac,l,k*, stanbul.

Çokadar, H., Ieri, R., Ate , A. ve zgi, B., (2003), "Nikel(II) yonunun Sulu Ortamdan Granül Aktif Karbon (GAK) ile Giderilmesi", *Ekoloji Çevre Dergisi*, 46:38-42.

Dadfarnia, S., Haji Shabani, A.M. ve Gohari, M. (2004), "Trace enrichment and determination of silver by immobilized DDTc microcolumn and flow injection atomic absorption spectrometry", *Talanta* 64:6826687.

Dadfarnia, S., Haji Shabani, A.M. ve Gohari, M., (2004), "Trace enrichment and determination of silver by immobilized DDTc microcolumn and flow injection atomic absorption spectrometry", *Talanta*, 64:6826687.

Dakova, I., Karadjova, I., Ivanov, I. ve Georgieva, V., (2007), "Solid phase selective separation and preconcentration of Cu(II) by Cu(II)-imprinted polymethacrylic microbeads", *Analytica Chimica Acta*, 584:1966203.

Daorattanachai, P., Unob, F. ve Imyim, A., (2005), "Multi-element preconcentration of heavy metal ions from aqueous solution by APDC impregnated activated carbon", *Talanta*, 67:59664.

Deepatana, A. ve Valix, M., (2008), "Comparative adsorption isotherms and modeling of nickel and cobalt citrate complexes onto chelating resins", *Desalination*, 218:3346342.

Deepatana, A. ve Valix, M., (2006), "Recovery of nickel and cobalt from organic acid complexes: Adsorption mechanisms of metal-organic complexes onto aminophosphonate chelating resin", *Journal of Hazardous Materials*, B137:9256933.

Donati, G.L., Nascentes, C.C., Nogueira A.R., Arruda M.A.Z. ve Nobrega, J., (2006), "Acid extraction and cloud point preconcentration as sample preparation strategies for cobalt determination in biological materials by thermospray flame furnace atomic absorption spectrometry", *Microchemical Journal*, 82:1896195.

Duran, C., Gundo du, A., Bulut, V.N., Soylak, M., Elci, L., Sentürk, H.B. ve Tüfekci, M., (2007), "Solid-phase extraction of Mn(II), Co(II), Ni(II), Cu(II), Cd(II) and Pb(II) ions from environmental samples by flame atomic absorption spectrometry (FAAS)", *Journal of Hazardous Materials*, 146:3476355.

Guo, Y., Din, B., Liu, Y., Chang, X., Meng, S. ve Liu, J., (2004), "Preconcentration and determination of trace elements with 2-aminoacetylthiophenol functionalized Amberlite XAD-2 by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry", *Talanta*, 62:2096215.

Gurnani, V., Singh, A.K. ve Venkataramani, B., (2003), "Cellulose functionalized with 8-hydroxyquinoline: new method of synthesis and applications as a solid phase extractant in the determination of metal ions by flame atomic absorption spectrometry", *Analytica Chimica*

..., Aihara, M., Honda, K., Shikino, O. ve Nakayama, E., (2005), "Determination of trace metals in seawater by on-line column preconcentration inductively coupled plasma mass spectrometry using metal alkoxide glass immobilized 8-quinolinol", *Analytica Chimica Acta*, 499:157-165.

Hu, W., Hu, B. ve Jiang, Z., (2006), "On-line preconcentration and separation of Co, Ni and Cd via capillary microextraction on ordered mesoporous alumina coating and determination by inductively plasma mass spectrometry (ICP-MS)", *Analytica Chimica Acta*, 572:55-62

Kartal, G., Güven, A., Kahvecio lu, Ö., Timur, S., (2004), "Metallerin Çevresel Etkileri ó Iö, .T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisli i Bölümü.

Kartal, G., Güven, A., Kahvecio lu, Ö., Timur, S., (2004), "Metallerin Çevresel Etkileri ó IIö, .T.Ü. Metalurji ve Malzeme Mühendisli i Bölümü.

Katarina, R. K., Takayanagi, T., Oshima, M. ve Motomizu, S., (2006), "Synthesis of a chitosan-based chelating resin and its application to the selective concentration and ultratrace determination of silver in environmental water samples", *Analytica Chimica Acta*, 558: 246-253.

Koivula, R., Lehto, J., Pajo, L., Gale, T. ve Leinonen, H., (2000), "Purification of metal plating rinse waters with chelating ion exchangers", *Hydrometallurgy*, 56:93-108.

Lemos, V.A., Silva, D.G., Carvalho, A.L., Santana, D.A., Novaes, G.S. ve Passos, A.S., (2006), "Synthesis of amberlite XAD-2-PC resin for preconcentration and determination of trace elements in food samples by flame atomic absorption spectrometry", *Microchemical Journal*, 84:14-21.

Li, Q., Zhao, X., Guan, X. ve Liu, G., (2006), "A novel method of the separation/preconcentration and determination of trace molybdenum(VI) in water samples using microcrystalline triphenylmethane loaded with salicyl fluorine", *Analytica Chimica Acta*, 562:44-50.

Long, X., Hansen, E.H. ve Miro, M., (2005), "Determination of trace metal ions via on-line separation and preconcentration by means of chelating Sepharose beads in a sequential injection lab-on-valve (SI-LOV) system coupled to electrothermal atomic absorption spectrometric detection", *Talanta*, 66:132-133.

Madrakian, T., Afkhami, A., Zolfigol, M.A. ve Solgi, M., (2006), "Separation, preconcentration and determination of silver ion from water samples using silica gel modified with 2,4,6-trimorpholino-1,3,5-triazin", *Journal of Hazardous Materials*, B128:67-72.

Malla, M.E., Alvarez, M.B., ve Batistoni, D.A., (2002), "Evaluation of sorption and desorption characteristics of cadmium, lead and zinc on Amberlite IRC-718 iminodiacetate chelating ion exchanger", *Talanta*, 57:277-287.

Manzoori, J.L. ve Karim-Nezhad, G., (2004), "Development of a cloud point extraction and preconcentration method for Cd and Ni prior to flame atomic absorption spectrometric determination", *Analytica Chimica Acta*, 521:173-177.

Matoso, E., Kubota, L.T. ve Cadore, S., (2003), "Use of silica gel chemically modified with zirconium phosphate for preconcentration and determination of lead and copper by flame atomic absorption spectrometry", *Talanta*, 60:1105-1111.

- , \pm Determination of trace metals by ICP-OES in plant
of 1,10-phenanthroline complexes on activated carbon
- Moawed, E.A., Zaid, M.A.A., ve El-Shahat, M.F., (2005), \pm Preconcentration and
determination of trace amounts of metal ions in cast iron, granite, and water using
polyurethane foam functionalized with -naphthol, *Acta Chromatographica*, 15.
- Narin, I. ve Soylak, M., (2003), \pm Enrichment and determinations of nickel(II), cadmium(II),
copper(II), cobalt(II) and lead(II) ions in natural waters, table salts, tea and urine samples as
pyrrolydine dithiocarbamate chelates by membrane filtration flame atomic absorption
spectrometry combination, *Analytica Chimica Acta*, 493:2056212.
- Özgür, M., (2005), Yüksek Lisans Ders Notlar,, Y.T.Ü. stanbul.
- Öztekin, N., (1997), Doktora Tezi, stanbul.
- Paduraru, G., Bilba, D., Sarhie, I. ve Tofan, L., (2005), \pm A sorption study of Pd(II) on
aminomethylphosphonic purolite resin S-940, *J.Serb.Chem.Soc.*, 70:120561212.
- Pohl, P.ve Prusisz, B., (2004), \pm Pre-concentration of Cd, Co, Cu, Ni and Zn using different
off-line ion exchange procedures followed by the inductively coupled plasma atomic emission
spectrometric detection, *Analytica Chimica Acta* , 502: 83690.
- Purolite Company, (2007), Resin Information.
- Rohm and Haas Company, (1999), Resin Information, USA.
- Pozebon, D., Dressler, V.L. ve Curtius, A.J., (1998), \pm Determination of copper, cadmium,
lead, bismuth and selenium in seawater by electrothermal vaporization inductively coupled
plasma mass spectrometry after on-line separation, *J. Anal. Atom. Spectrom.*, 13:363-369.
- Pramanik , S., Dhara, S., Bhattacharyya, S. S. ve Chattopadhyay, P., (2006), \pm Separation and
determination of some metal ions on new chelating resins containing N, N donor sets, *Analytica Chimica Acta*, 556:4306437.
- Ramesh, A., Mohan, K.R. ve Seshaiyah, K., (2002), \pm Preconcentration of trace metals on
Amberlite XAD-4 resin coated with dithiocarbamates and determination by inductively
coupled plasma-atomic emission spectrometry in saline matrices, *Talanta*, 57:2436252.
- Roy P.K., Rawat, A.S. ve Rai, P.K., (2003), \pm Synthesis, characterisation and evaluation of
polydithiocarbamate resin supported on macroreticular styrene-divinylbenzene copolymer for
the removal of trace and heavy metal ions, *Talanta*, 59:239-246.
- Sabarudin, A., Lenghor, N., Oshima, M., Hakim, L., Takayanagi, T., Gao, Y.H. ve Motomizu,
S., (2007), \pm Sequential-injection on-line preconcentration using chitosan resin functionalized
with 2-amino-5-hydroxy benzoic acid for the determination of trace elements in
environmental water samples by inductively coupled plasma-atomic emission spectrometry, *Talanta*, 72:160961617.
- Saraço lu, S. ve Elçi, L., (2002), \pm Column solid-phase extraction with Chromosorb-102 resin
and determination of trace elements in water and sediment samples by flame atomic
absorption spectrometry, *Analytica Chimica Acta*, 452:77683.
- Say, R., Ersöz, A., Türk, H. ve Denizli, A., (2004), \pm Selective separation and
preconcentration of cyanide by a columnpacked with cyanide-imprinted polymeric

ification Technology, 40:9614.

n, M. ve Demirel, N., (2007), "Solid phase extractive preconcentration of trace metals using *p-tert*-butylcalix [4] arene-1,2-crown-4-anchored chloromethylated polymeric resin beads", *Analytica Chimica Acta*, 584:4626468.

Solak, Ö., (2006), "Investigation of Ni and Co recover from leach solutions by solid ion exchange resins", *Yüksek Lisans Tezi (D.E.Ü.)*.

Soliman, E.M., Saleh, M.B. ve Ahmed, S.A., (2006), "Alumina modified by dimethyl sulfoxide as a new selective solid phase extractor for separation and preconcentration of inorganic mercury (II)", *Talanta*, 69:55660.

Soliman, E.M., Saleh, M.B. ve Ahmed, S.A., (2004), "New solid phase extractors for selective separation and preconcentration of mercury (II) based on silica gel immobilized aliphatic amines 2-thiophenecarboxaldehyde Schiff bases", *Analytica Chimica Acta*, 523:1336140.

Soylak, M. ve Cay R.S., (2007), "Separation/preconcentration of silver(I) and lead(II) in environmental samples on cellulose nitrate membrane filter prior to their flame atomic absorption spectrometric determinations", *Journal of Hazardous Materials*, 146:1426147.

Suvaradhan, K., Suresh Kumar, K., Rekha D., Jayaraj, B., Krishnamurthy Naidu, G. ve Chiranjeevi, P., (2006), "Preconcentration and solid-phase extraction of beryllium, lead, nickel, and bismuth from various water samples using 2-propylpiperidine-1-carbodithioate with flame atomic absorption spectrometry (FAAS)", *Talanta*, 68:7356740.

Stafilov, T., Zendelovska, D., Pavlovska, G. ve Cundeva, K., (2002), "Determination of trace elements in dolomite and gypsum by atomic absorption spectrometry: overcoming the matrix interference by flotation separation", *Spectrochimica Acta Part, B* 57:9076917.

Vassileva, P., Tzvetkova, P., Lakov, L. ve Peshev, O., (2007), "Thiouracil modified activated carbon as a sorbent for some precious and heavy metal ions", *J Porous Mater.*

Venkatesh, G. ve Singh, A.K., (2007), "4-[(2-Hydroxyphenyl)imino]methyl-1,2-benzenediol (HIMB) anchored Amberlite XAD-16: Preparation and applications as metal extractants", *Talanta*, 71:2826287.

Wen, B., Shan, X.Q., Liu, R.X. ve Tang, H.X., (1999), "Preconcentration of trace elements in sea water with poly (acrylamino-phosphonic acid dithiocarbamate) chelating fiber for their determination by inductively coupled plasma mass spectrometry", *Fresenius J Anal Chem*, 363:2516255.

Yin, J., Jiang, Z., Chang, G. ve Hu, B., (2005), "Simultaneous on-line preconcentration and determination of trace metals in environmental samples by flow injection combined with inductively coupled plasma mass spectrometry using a nanometer-sized alumina packed micro-column", *Analytica Chimica Acta*, 540:3336339.

Zhang, Q., Minami, H., Inoue, S. ve Atsuya, I., (2004), "Differential determination of trace amounts of arsenic(III) and arsenic(V) in seawater by solid sampling atomic absorption spectrometry after preconcentration by coprecipitation with a nickel-pyrrolidine dithiocarbamate complex", *Analytica Chimica Acta*, 508:996105.

Zendelovska, D., Pavlovska, G., Cundeva, K. ve Stafilov, T., (2001), "Electrothermal atomic absorption spectrometric determination of cobalt, copper, lead and nickel traces in aragonite



Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

INTERNET KAYNAKLARI

- [1] <http://ekimya.com>
- [2] <http://tr.wikipedia.org>
- [3] <http://www.hm.saglik.gov.tr>
- [4] www.kimyaevi.org
- [5] www.teknolojekarastirmalar.com



Your complimentary
use period has ended.
Thank you for using
PDF Complete.

[Click Here to upgrade to
Unlimited Pages and Expanded Features](#)

Do um tarihi	29.08.1981	
Do um yeri	KAZAK STAN	
Lise	1995-1998	I. Alt,nsarin Lisesi, KAZAK STAN
Lisans	1998-2002	Karaganda Devlet Üniversitesi, Kimya Bölümü KAZAK STAN
Yüksek Lisans	2005-devam	Y,ld,z Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Analitik Kimya Program,