

154514

**YILDIZ TEKNİK ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ**

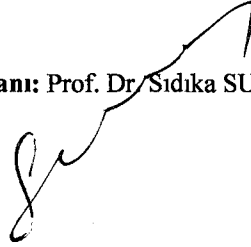
**BAKIRIN KİNOLİN SARISI ve MÜREKSİD KAPLANMIŞ
XAD REÇİNELERİ ÜZERİNDE
ZENGİNLEŞTİRİLMESİ**

Kimyager Ayfer ÇORBACIOĞLU

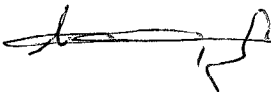
**F.B.E. Kimya Anabilim Dalı Analitik Kimya Programında
Hazırlanan**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Sıdika SUNGUR



Prof. Dr. Hüseyin AFGAR



Prof. Dr. Esma TÜTEM



İSTANBUL, 2004

İÇİNDEKİLER

	Sayfa
ŞEKİL LİSTESİ	iv
ÇİZELGE LİSTESİ	v
ÖNSÖZ	vi
ÖZET	vii
ABSTRACT	viii
1 GİRİŞ	1
2 GENEL BİLGİLER	2
2.1 Özenleştirme	2
2.1.1 Metallerin Kompleksleri Halinde Sorpsiyon Yoluyla Zenginleştirilmesi	3
2.1.2 Çeşitli Ligandların Tutunduğu Fazlar Üzerinde Zenginleştirme	5
2.2 XAD Reçineleri	11
2.2.1 Özellikleri	11
2.2.2 Analitik Uygulamaları	14
2.3 Müreksid	15
2.3.1 Özellikleri	15
2.3.2 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar	16
2.4 Kinolin Sarısı	17
2.4.1 Özellikleri	17
2.4.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar	18
3 DENEYSEL ÇALIŞMALAR	19
3.1 Kimyasal Maddeler, Çözücüler ve Çözeltiler	19
3.1.1 Kimyasal Maddeler ve Çözücüler	19
3.1.2 Çözeltiler	19
3.2 Aletler ve Diğer Gereçler	21
3.3 Yöntemler	22
3.3.1 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar	22
3.3.1.1 Müreksid için Adsorban Türü ve pH	22
3.3.1.2 Reçinenin Müreksid ile Kaplanması	22
3.3.1.3 Bakırın Müreksid Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi	23
3.3.1.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (müreksid)	23
3.3.1.5 Eluent Hacminin Etkisi (müreksid)	23
3.3.1.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (müreksid)	24
3.3.1.7 Zenginleştirme Faktörü (müreksid)	24
3.3.1.8 Kolon Kapasitesi (müreksid)	24
3.3.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar	25
3.3.2.1 Kinolin Sarısı için Adsorban Türü ve pH	25
3.3.2.2 Reçinenin Kinolin Sarısı ile Kaplanması	25
3.3.2.3 Bakırın Kinolin Sarısı Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi	26
3.3.2.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (Kinolin Sarısı)	26

3.3.2.5 Eluent Hacminin Etkisi (Kinolin Sarısı).....	26
3.3.2.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (Kinolin Sarısı)	26
3.3.2.7 Zenginleştirme Faktörü (Kinolin Sarısı).....	27
3.3.2.8 Kolon Kapasitesi (Kinolin Sarısı).....	27
 4 SONUÇLAR ve TARTIŞMA.....	 28
4.1 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar	28
4.1.1 Müreksid için Adsorban Türü ve pH	28
4.1.2 Reçinenin Müreksid ile Kaplanması.....	29
4.1.3 Bakırın Müreksid Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi	30
4.1.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (Müreksid)	31
4.1.5 Eluent Hacminin Etkisi (Müreksid).....	31
4.1.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (Müreksid)	32
4.1.7 Zenginleştirme Faktörü (Müreksid).....	33
4.1.8 Kolon Kapasitesi (Müreksid).....	34
4.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar	35
4.2.1 Kinolin Sarısı için Adsorban Türü ve pH	35
4.2.2 Reçinenin Kinolin Sarısı ile Kaplanması.....	36
4.2.3 Bakırın Kinolin Sarısı Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi	36
4.2.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (Kinolin Sarısı)	37
4.2.5 Eluent Hacminin Etkisi (Kinolin Sarısı).....	38
4.2.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (Kinolin Sarısı)	39
4.2.7 Zenginleştirme Faktörü (Kinolin Sarısı).....	40
4.2.8 Kolon Kapasitesi (Kinolin Sarısı).....	41
 KAYNAKLAR.....	 43
 ÖZGEÇMİŞ.....	 49

ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 2.1	Metal katyonlarının kompleksleri halinde zenginleştirilmesi	3
Şekil 2.2	Bazı Amberlit XAD reçinelerinin kimyasal yapısı	12
Şekil 2.3	Müreksidin yapısı	15
Şekil 2.4	Kinolin sarısının yapısı	17
Şekil 4.1	Müreksidin kesikli yöntem ile kaplanması	29
Şekil 4.2	Bakırın müreksid kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi	30
Şekil 4.3	Eluent hacminin etkisi (müreksid)	32
Şekil 4.4	Adsorban miktarına göre geri kazanım (müreksid)	33
Şekil 4.5	Kinolin sarısının kesiksiz yöntem ile kaplanması	36
Şekil 4.6	Bakırın kinolin sarısı kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi	37
Şekil 4.7	Eluent hacminin etkisi (kinolin sarısı)	39
Şekil 4.8	Adsorban miktarına göre geri kazanım (kinolin sarısı)	40



ÇİZELGE LİSTESİ

Çizelge 4.1	Mürekşid için adsorban türü ve pH	28
Çizelge 4.2	Mürekşidin kesikli yöntem ile kaplanması.....	29
Çizelge 4.3	Bakırın mürekşid kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi	30
Çizelge 4.4	Bakırın elusyonu için en uygun çözelti (mürekşid)	31
Çizelge 4.5	Eluent hacminin etkisi (mürekşid)	32
Çizelge 4.6	Adsorban miktarına göre geri kazanım (mürekşid).....	33
Çizelge 4.7	Zenginleştirme faktörü (mürekşid).....	34
Çizelge 4.8	Kolon kapasitesi (mürekşid).....	34
Çizelge 4.9	Kinolin sarısı için adsorban türü ve pH.....	35
Çizelge 4.10	Kinolin sarısının kesiksiz yöntemle kaplanması	36
Çizelge 4.11	Bakırın kinolin sarısı kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi	37
Çizelge 4.12	Bakırın elusyonu için en uygun çözelti (kinolin sarısı)	38
Çizelge 4.13	Eluent hacminin etkisi (kinolin sarısı).....	38
Çizelge 4.14	Adsorban miktarına göre geri kazanım (kinolin sarısı).....	39
Çizelge 4.15	Zenginleştirme faktörü (kinolin sarısı).....	40
Çizelge 4.16	Kolon kapasitesi (kinolin sarısı).....	41



ÖNSÖZ

Çalışmalarımı bilgi ve fikirleri ile destekleyen, tecrübeleri ile yol gösteren değerli hocam sayın Prof. Dr. Sıdika SUNGUR' a, laboratuvar çalışmalarında bilgi ve emeğini esirgemeyen sayın Yrd. Doç. Dr. Güzin ALPDOĞAN' a, maddi manevi her zaman yanımda olan aileme, başta Elmas KALKANLI, Tuna ECE olmak üzere sevgili dostlarıma teşekkür ve saygılarımı en içten dileklerle sunarım.



ÖZET

Müreksid ve kinolin sarısı ile kaplanmış Amberlit XAD-4 ve XAD-16 reçineleri hazırlandı ve sulu çözeltilerden bakır iyonunun zenginleştirilmesine uygulanması incelendi.

Kaplama, reçineler müreksid ve kinolin sarısının sulu çözeltileriyle muamale edilerek gerçekleştirildi. En uygun koşulların saptanması için kesikli ve kesiksiz teknikler, adsorbanın türü ve pH gibi parametreler incelendi. En yüksek adsorpsiyon müreksid için $\text{pH}=8$ ' de XAD-4 üzerinde, kinolin sarısı için ise $\text{pH}=2$ ' de XAD-16 üzerinde gerçekleşti. Müreksidin kaplanması için yapılan çalışmalarda kesikli teknik ile daha iyi sonuçlar elde edildi. Kinolin sarısında ise her iki teknik ile benzer sonuçlar elde edildi, ancak kolaylık yönünden kesiksiz yöntem tercih edildi.

Bakırın tutulmasına pH' ın etkisi incelendiğinde, tutulmanın her iki madde için $\text{pH}=8-9$ ' da en yüksek olduğu görüldü. Bu deneylerde eluentteki bakır konsantrasyonu atomik absorpsiyon spektrofotometrisi ile tayin edildi.

Kaplanmış reçine üzerinde tutulmuş olan bakırın desorpsiyonunu incelemek için aseton ve suda hazırlanmış 1 M HCl ve HNO_3 çözeltileri kullanıldı. En yüksek geri kazanım (% 95) 15 mL aseton ve 15 mL 1 M HCl çözeltisi ile elde edildi.

0,5 g reçine içeren 10 cm uzunluğunda 0,7 cm iç çaplı kolon kullanılarak müreksid için en fazla 100 μg bakır ve 150 mL sulu çözeltide zenginleştirme faktörü 30 , kinolin sarısında ise yine 100 μg bakır ve 250 mL sulu çözeltide zenginleştirme faktörü 50 olarak hesaplandı.

Anahtar Kelimeler: Müreksid, Kinolin Sarısı, Bakır, Önzenginleştirme, AAS

ABSTRACT

Amberlite XAD-4 and XAD-16 resins impregnated with murexide and quinoline yellow were prepared and they were investigated for the preconcentration of copper ion from aqueous solutions.

In order to impregnate the resins, aqueous solutions of murexide or quinoline yellow were contacted with resins. Optimal conditions were studied such as batch and column technique, adsorbent type, pH and equilibration time for batch technique. Maximum adsorption was achieved at pH=8 on XAD-4 for murexide and at pH=2 on XAD-16 for quinoline yellow. For the impregnation of murexide, better results were obtained by batch technique. For quinoline yellow, similar results were obtained using both techniques, and column technique was preferred because of its convenience.

The effect of pH on the sorption of copper was studied and the results showed that sorption is maximum at pH=8-9. In these experiments copper concentration in the eluate was determined by atomic absorption spectrophotometry.

In order to investigate the desorption of copper from impregnated resins, 1 M HCl and HNO₃ solutions in water and acetone were used.

Maximum recoveries (% 95) were obtained with 15 mL of 1 M HCl solution in acetone. Using a column (10 cm long and 0,7 cm inner diameter) containing 0,5 g of resin (2,5 cm bed height), a preconcentration factor of 30 was obtained upto 100 µg of copper and 150 mL of aqueous solution for murexide impregnated resin. For quinoline yellow impregnated resin, preconcentration factor was calculated as 50 upto 100 µg of copper and 250 mL of aqueous solution.

Key Words: Murexide, Quinoline Yellow, Copper, Pre-concentration, AAS

1. GİRİŞ

Ağır metal iyonlarının çeşitli ortamlardaki eser miktarlarının analizinde hem konsantrasyonu yükseltmek hem de matriks etkisini önlemek için çeşitli zenginleştirme teknikleri kullanılmaktadır.

Günümüzde katı faz ekstraksiyonu bu amaçla çok yaygın olarak kullanılan bir tekniktir. Metal katyonlarının katı faz ekstraksiyonu ile önzenginleştirilmesinde, uygun ligandların bir destek üzerine tutturulmasıyla hazırlanan fazlar metallere karşı seçici davranmakta ve yüksek zenginleştirme oranları sağlamaktadır.

Bu çalışmada müreksid ve kinolin sarısının XAD reçinelerin üzerine kaplanmasıyla hazırlanan katı fazlar üzerinde bakır iyonunun sulu çözeltilerden zenginleştirilmesi incelenmiştir.



2. GENEL BİLGİLER

2.1 ÖNZENGİNLEŞTİRME

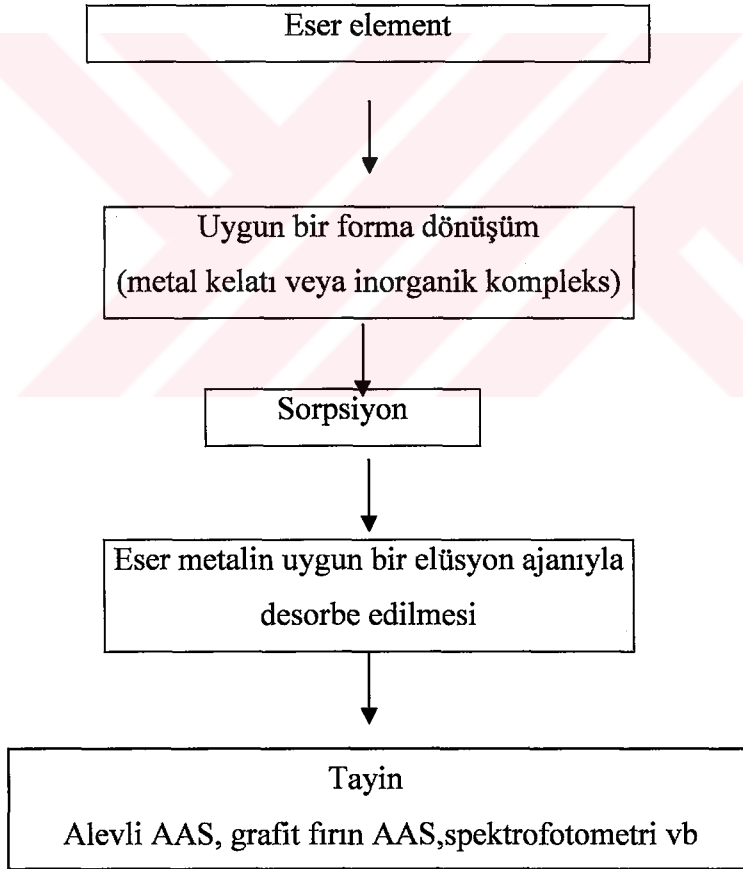
Eser metallerin spektrofotometrik, atomik absorpsiyon spektrometrisi ve ICP-AES (indüktif eşleşmiş plazma-atomik emisyon spektrometrisi) gibi yöntemlerle analizinde başlıca zorluklar, az miktardaki metal konsantrasyonu ve fazla miktardaki matriks iyonlarıdır. Bu sebeple hem matriks etkisini azaltmak hem de çözeltideki metal konsantrasyonunu artırmak ve dolayısıyla duyarlılığı iyileştirmek için önzenginleştirme işlemi veya seçici bir ayırma kademesi uygulanır. Zenginleştirme yöntemleri eser metal iyonlarının rutin analizinde değişik alanlarda basit, hızlı ve ucuz bir şekilde kullanılabilir.

Zenginleştirme amacı ile uzun yıllardan beri çeşitli teknikler kullanılmaktadır.

Bunlar arasında başlangıçta kullanılmış olan çözücünün buharlaştırılması ve çöktürme teknikleri günümüzde hemen hemen terkedilmiştir. Sıvı-sıvı ekstraksiyonu eski bir teknik olmakla birlikte kompleks oluşumu ve pH ayarlamasının sağladığı avantajlar sebebiyle hala kullanılmaktadır. Yine eski bir teknik olan elektrolizin anodik sıyırma tekniğiyle kombinasyonu halen sıkça kullanılan popüler bir zenginleştirme yöntemidir. Günümüzde metallerin zenginleştirilmesinde en fazla kullanılan teknikler iyon-değiştirme ve adsorpsiyondur. Bu uygulamalarda kesikli (batch) ve kesiksiz (kolon) tekniklerinin her ikisi de kullanılmaktadır. Ayrıca; ticari olarak temin edilen katı-faz ekstraksiyon kartuşları da sıkça kullanılmaktadır. Son yıllarda katı-faz mikro ekstraksiyon tekniği de dikkat çekmektedir. Gerek iyon değiştirme gerekse adsorpsiyon tekniklerinde kompleks oluşumundan da yararlanılmakta böylece daha iyi bir seçicilik sağlanmaktadır. Bu uygulamalarda ilk önceleri metal katyonları uygun ligandlarla kompleksleri haline dönüştürüldükten sonra çeşitli adsorbanlar yada yüklü kompleksler durumunda iyon değiştiriciler üzerinde sorbe edilmekte ya da ligandın polimer adsorban veya silikajel gibi uygun bir destek üzerine immobilize edilmesiyle hazırlanan kelat reçineleri üzerinde metal katyonu kompleks oluşturarak tutunmaktadır.

2.1.1 Metallerin Kompleksleri Halinde Sorpsiyon Yoluyla Zenginleştirilmesi

Çeşitli metal katyonlarının uygun ligantlarla kompleksleri haline dönüştürüldükten sonra çeşitli materyal üzerinde zenginleştirilmesi ile ilgili teknikler çok yaygın kullanılmıştır. Bu çalışmalarda aktif karbon, polietilen, naftalen, selüloz nitrat ve çeşitli XAD reçineleri gibi adsorbanlar ve çok çeşitli ligandlar kullanılmıştır. Zenginleştirmeden sonra metallerin kantitatif ölçümü başta AAS olmak üzere çeşitli yöntemlerle yapılmıştır. Bu tekniğin dayandığı prensip Şekil 2.1’ de gösterilmektedir. Bu prosedürde metal kompleksi materyal üzerinde sorbe edilmekte, daha sonra küçük bir hacimde uygun bir elüsyon çözeltisi ile geri kazanılmaktadır. Elüentteki metal konsantrasyonları spektrofotometri, atomik absorpsiyon spektrofotometrisi, ICP-MS gibi yöntemlerle tayin edilmektedir. Çizelge 2.1’ de bu konuda yapılmış olan çalışmalar görülmektedir.



Şekil 2.1 Metal katyonlarının kompleksleri halinde zenginleştirilmesi

Çizelge 2.1 Metallerin kompleksleri halinde önzenginleştirilmesi

Adsorban	Ligand	Metal	Örnek	Kaynak
Polietilen Tozu	Krom Azurol S	Be		Donascimento, Schwedt (1993)
Aktif Karbon	Ditiyofosforikasid-0-0-dietil ester	Cu, Cd, Pb	Zn metali	Elci (1993)
Aktif Karbon	8- hidrosi kinolin	Cd, Pb	Sebze	Yaman, Gücer (1995)
XAD-4	Bis(2-hidroksietil) ditiyokarbamat	Ag, Bi, Co, Cu, Hg	Deniz suyu	King, Fritz (1985)
XAD-16	4-2 Tiyoazolilazo resorsinol	Cu, Ni, Fe	Endüstriyel gübre	Soylak vd. (1997)
XAD-16	Hexametil ditiyo karbamat	Çeşitli	Göl suyu	Tokelioglu (1997)
XAD-2	Tiyazolilazonaftol	Zn, Cu	Maden suyu	Ferreira vd. 1998)
Naftalen	Eriokrom siyahı R	Al	Sertifikalı ref.metaryel	Pourreza, Behpour (1999)
Aktif Karbon	Pirokatekol Viyole	Cu, Mn, Co, Cd, Pb, Ni	Su	Narin vd. (2000)
XAD-16	Borat	Çeşitli	Göl suyu	Tokalioglu (2000)
XAD-7	8- hidrosi kinolin	Bi	İnsan kanı	Moyano vd. (2001)
Aktif Karbon	Pirogallol	Sb	Maden suyu	Kubota vd. (2001)
Seluloz nitrat	Kalmagit	Cr, Co, Cu, Fe, Pb	Mineral ve içme suyu	Soylak vd. (2002)

2.1.2 Çeşitli Ligandların Tutturulduğu Fazlar Üzerinde Zenginleştirme

Metal katyonlarının ayrılması ve zenginleştirilmesinde seçiciliği artırmak üzere çeşitli ligandların tutturulmasıyla (immobilize edilmesiyle) hazırlanan fazlarla ilgili çalışmalar son yıllarda oldukça yaygınlaşmıştır. Bu çalışmalarda immobilizasyon iki türlü gerçekleştirilmektedir.

- a) Ligandın fiziksel olarak adsorblanması.
- b) Ligandın uygun bir reaksiyon ile bağlanması

a) Fiziksel Kaplama

Ligandın çözeltisi ile kesikli yada kesiksiz yöntemle muamele ile gerçekleştirilen bu teknikte Amberlit reçineleri, silikajel, anyon değiştirici reçineler, C18 membran yada kartuş ve agaroz kullanılmıştır. Kesikli yöntemde kaplanacak olan materyel ligandın farklı çözücülerdeki çözeltisi ile ya bir süre hareketsiz bekletilmekte yada magnetik karıştırıcı ile karıştırılmakta veya çalkalayıcıda çalkalanmaktadır.

Deniz suyundan eser metallerin zenginleştirilmesi amacıyla Japonya’ da yapılmış olan bir çalışmada (Isshiki vd.,1987) XAD-4 reçinesi 7-dodesenil-8-kinolin ile bu ligandın HCl’ li asetondaki çözeltisiyle magnetik karıştırıcıda karıştırılması yoluyla kaplanmıştır. Çeşitli metallerin deniz suyuna ng / L düzeyinde katılmasıyla hazırlanan analiz örneklerinin bu kelat reçinesi üzerinde zenginleştirilmesinden sonra alevli yada grafit fırın atomik absorpsiyon spektrometrisi ile analizi sonucunda geri kazanım değerlerinin % 63 ile 107 arasında değiştiği belirtilmiştir.

Hoshi ve çalışma arkadaşları (1994) XAD-7 üzerine glioksal ditiyosemikarbazon, glioksal bis (4-fenil-3-tiyosemikarbazon) ve dimetilglioksal bis(4-fenil-3-tiyosemikarbazon)’ u empenye ederek hazırladıkları kelat reçineleri üzerinde bakır, kadmiyum, kurşun, palladyum ve civa katyonlarını zenginleştirmişlerdir.

Aynı araştırmacılar (1997) bir başka çalışmada, dimetilglioksal bis(4-fenil-3-tiyosemikarbazon)’ u Amberlit XAD-7 üzerine immobilize ederek sulu çözeltilerdeki

palladyum (II) ve platin (II)' nin önzenginleştirilmesinde kullanmışlardır. Metal iyonları immobilize edilmiş reçine üzerine pH=2' de yüklenmiş ve N-N-dimetil formamid ile kompleksleri halinde elue edilip HPLC ile tayin edilmiştir.

Nadir toprak elementlerinin X-ray floresans spektrometrisi ile analizinden önce önzenginleştirilmesi için torin (o-(3,6-disülfo-2-hidroksi-1-naftilazo)-benzen arsenik asit) adlı azo bileşiğinin 5.10^{-3} M sulu çözeltisiyle bir gece çalkalamak suretiyle kapladıkları XAD-7' yi kullanmışlardır. (De Vito vd., 1999)

Gerçek deniz suyundaki eser elementlerin ICP-MS (indüktif eşleşmiş plazma kütle spektrometrisi) ile tayininde metallerin zenginleştirilmesinde kullanılmak üzere Amberlit XAD-7, (Kelex-100) (7-(4-etil-1-metiloktil)-8-hidroksikinolin) ile ligandın HCl içeren metanoldeki çözeltisiyle bir gün çalkalanarak kaplanmıştır. (Ferrarello vd., 2001)

Merdivan, Düz ve Hamamcı' nın yaptıkları bir çalışmada (2001) ise XAD-16 üzerine N,N-dibutil-N'-benzoiltiyoüre (DBBT) etanoldeki 0,1 M çözeltisi ile 1 saat bekletilerek kaplanmıştır. Hazırlanan bu reçine üzerinde uranyum (VI) iyonunun sorpsiyonu pH=5' de yine kesikli yöntem ile gerçekleştirilmiş, desorpsiyon için ise 0,1 M HNO₃ çözeltisi kullanılmıştır. Bu çözeltideki U (VI) iyonunun tayini ise arsenazo (III) kompleksinin absorbansı okunarak spektrofotometrik yöntemle yapılmıştır. Çeşitli örneklerle yapılan uygulamalarda % geri kazanım 95-97 arasında bulunmuştur.

Tewari ve Singh (2002) kurşunun önzenginleştirilmesi amacıyla yaptıkları bir çalışmada XAD-7 üzerine ksilenol oranj kaplamışlardır.

Silikajel kullanılarak yapılan çalışmalarda Pd ve Pt için Nitrozo-R-tuzu (3-hidroksi-4-nitrozo-2,7-naftalen disulfonik asit disodyum tuzu) (Flieger ve Przeszlakowski , 1985), Fe³⁺ ün seçici olarak tutulması ve türlendirmesi için 2-merkapt benzimidazol (Bagheri vd., 2000), nehir suyunda civa (II) ve metil civa türlerinin tayini için yine 2-merkapt benzimidazol (Bagheri ve Gholami, 2001), Sn (IV) için kuersetin (Zaporozhetz vd., 2001) ligandları ile ligandın çözeltisiyle bir süre karıştırılarak kaplama yapılmıştır.

Kuvvetli anyon değiştirici reçine üzerine 2-(tetraazolilazo)-1,8-dihidroksinaftalen-3,6-disulfonik asit ve 1-(tetrazolilazo)-2 hidroksinaftalen-3,6-disulfonik asit kaplanarak bakır,

çinko, kadmiyum ve toryum iyonlarının (Pesovento vd., 1994); Nitrozo-R-tuzu (3-hidroksi-4-nitrozo-2,7-naftalen disulfonik asit disodyum tuzu) kaplanarak kobalt (II) ve demir (III) (Moldovan vd., 1998) iyonlarının önzenginleştirilmesi incelenmiştir.

Oktadesil silika (C 18) membran disk veya kartuşun da permanent kaplama tekniğiyle kaplanmasıyla ilgili çalışmalar yapılmıştır. Shamsipur ve arkadaşları (2001), membran disk üzerinden 11-hidroksinaftalen-5,12-kinon' un metanoldeki çözeltisini geçirerek, Yamini ve çalışma grubu (2002) ise kartuşun içinden kinalizarinin asetondaki çözeltisini geçirerek oluşturdukları seçici fazlar üzerinde bakır (II) ve berilyum (II) iyonlarını zenginleştirdikten sonra alevli atomik absorpsiyon spektrofotometrisi ile tayin etmişlerdir.

Nadir toprak elementlerinin ekstraksiyonunu sağlamak amacıyla (Matsunaga vd., 2001) 2-etilhekzil hidrojen 2-etilhekzil fosfonat (PC-88A)' ın Amberlit XAD-2, XAD-4, XAD-16 ve XAD-7 üzerine immobilize edilmesiyle hazırlanan bu reçineye metal iyonları pH=3,5' da yüklenmiştir.

Bir diğer çalışmada ise destek olarak agaroz, ligand olarak iminodiasetik asit kullanılmış, bakır ve kadmiyum iyonları kesikli yöntem ile zenginleştirilmiştir. (Noressan vd., 1998)

b) Kimyasal Kaplama

Bu çalışmalarda silikajel, çeşitli reçineler, C 18 ve çeşitli fiberler gibi materyal üzerine çok çeşitli ligandlar farklı kimyasal reaksiyonlar ile bağlanmıştır. Çizelge 2.2' de bu tür uygulamalardan örnekler verilmiştir.

Çizelge 2.2 Kimyasal kaplama ile yapılan çalışmalar

Adsorban	Ligand	Metal	Örnek	Kaynak
XAD-4	Hegzil tiyoglikolat	Ag(I),Bi(III), Hg(II),Au(III)		Mayers ve Fritz, 1976
XAD-4	Tiyo glikol oksiloksi metil	Ag(I),Bi(III),Sn (IV),Sb(III),Hg (II),Au(III)	Salamura suyu	Phillips ve Fritz, 1978
Silikajel	8- hidrosi kinolin	Cu, Mn, Co, Cd, Pb, Ni,Zn,Fe	Deniz suyu	Willie vd., 1998 Sturgeon vd. , 1981
Porları kontrollü cam	Etilen diamin	Cu(II)		Kwitek vd., 1982
Silikajel	2-Pridin karboksi aldehid fenil hidrazon	Fe,Co,Ni,Cu		Watanesk ve Schilt, 1986
Silikajel	Merkapto	Zn,Cu, Cd, Pb	Deniz suyu	Volkan ve Ataman , 1987
Silikajel	İminosalisil	Cu, Co, Cd, Ni,Zn,Fe		Kubota ve Moreira, 1989
Silikajel	Taç eter	Pd,Au,Ag, Hg(II)		Bruening ve Tarbet, 1991
Porları kontrollü cam	Desferri oksamin	Al		Ljunggren vd., 1992
XAD-2	Alizarin Red-s	Pb,Cd,Zn,Ni	Su	Saxena vd. , 1994
Silikajel	3-Hidroksi-2-metil- 1,4-naftakinon	Fe,Cu,Co,Zn	Süt,çelik, vitamin preparatları	Garg vd. , 1996

Silikajel	Eriokromsiyahı-T	Zn,Mg,Ca		Mahmoud, 1997
Silikajel	5-Formil-3-arilazo-salisilik asit	Fe(III) (seçici)		Mahmoud ve Soliman, 1997
PS-DVB %2	Azobenzil fosforikasit	Pb,U,Cu	Nehir ve deniz suyu	Ueda vd. , 1998
Polivinilpiridin	Ditizon	Cu,Ni,Zn		Shah ve Surekha, 1998
Poliakrilonitril	Amino fosforik asit ve ditiyokarbamat	Nadir toprak elementleri	Deniz suyu	Zhang vd., 1998
XAD-4	N-Hidroksi etilen diamin	Fe(III) ve toplam Fe	Standart deniz suyu	Hirata vd. , 1999
Silikajel	Ditiyokarbamatlar	Hg(II)		Mahmoud, 1999
XAD-2	Tiyosalisilik asid	Cu,Cd,Zn,Ni,Co Fe(III)	Nehir ve musluk suyu	Tewari ve Singh, 2000
XAD-2	o-Amino fenol	Cu, Co, Cd, Ni,Zn,Pb	Su	Kumar vd., 2000
Polisitiren	PAN	Toplam Hg	Su,süt ve idrar	Hafez vd., 2001
XAD-2	Prokatekol	Cu, Co, Cd, Ni,Zn,Fe	Su	Tewari ve Singh, 2001

PS-DVB (%8)	6-merkaptopurin	Hg(II),Ag	Çevre örnekleri	Mondal vd. , 2001
XAD-4 XAD-2	o-Vanilin semikarbazon	La(III),Ce(III), Th(IV),U(VI), Cu(II),Zn(II),Pb(II)	Jeolojik materyel, Nehir suyu	Jain vd. , 2001
Poliakrilo nitril fiberi	Fenil hidrazid ve fenil amidrazone	Ga(III),In(III),Bi(III) Sn(IV),Cr(III),VO(I) Ti(IV)		Chang vd. , 2001
Pamuk fiber	Tiyol	Ag(I),Bi(III),Sn(IV), Cu(II),In(III),Pb(II), Cd(II),(II),Co(II), Ni(II),TL(I)		Yu vd. , 2001
C 18	7-(4-etil-1-metiloktil)-8-hidroksikinolin (Kelex 100)	Pb ve Hg	Deniz suyu	Bravo- Sanchez vd., 2001
Silikajel	Şif bazları	Cu,Ni,Fe,Zn,Cd,Pb		Soliman vd. , 2001
Silikajel	2,4-Dikloro asetik asit	Cu,Ni,Zn, Cd		Prado ve Airoidi, 2001
Silikajel	Purpurogallin	Fe(III) (seçici)	Musluk suyu	Mahmoud ve Al saadi, 2001
Poliakrilonitril fiberi	8-Hidroksi kinolin	Cr(III)-Cr(VI) ayrılması	Nehir suyu	Wen vd. , 2002

2.2 XAD REÇİNELERİ

2.2.1 Özellikleri

Polimerik adsorbanlardan olan Amberlit XAD reçinelerinin fiziksel özellikleri ve yüksek adsorbsiyon kapasiteleri nedeniyle bu reçinelerin sulu çözeltilerdeki metal komplekslerini adsorplamasından eser metal zenginleştirilmelerinde geniş çapta yararlanılmıştır. Metal komplekslerinin adsorbsiyonunda bu reçinelerin kullanımı giderek artmaktadır.

Amberlit XAD adsorbsiyon reçine ailesi iki ana gruba ayrılır. Polistiren - divinil benzen (PS- DVB) temelli reçineler ve poliakrilik asit esteri (PAA-E) temelli reçineler. Amberlit XAD reçineleri asidik ve alkali çözeltilerde ve tüm organik çözücülerde C 18, silikajel ve benzer sorbentlere göre daha karardır. Bu maddeler makro gözenekli yapılarından ileri gelen organofilik karakterleri nedeniyle organik materyeller ve organik metal kompleksleri için adsorban olarak geniş ölçüde kullanılır. Amberlit XAD reçinelerinin bazı özellikleri Çizelge 2.3'de; kimyasal bileşimleri ise Şekil 2.2' de verilmiştir.

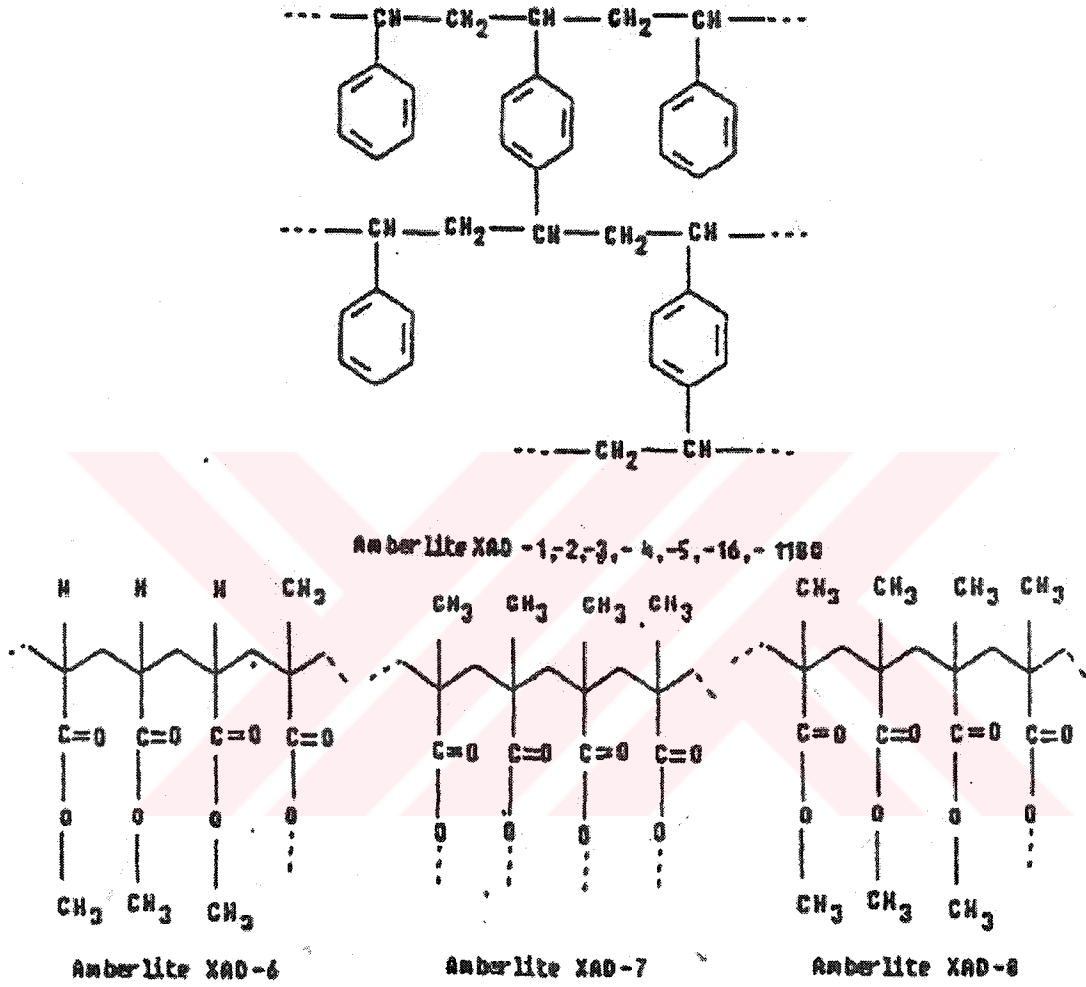
XAD-1, -2, -3, -4, -5, -16, ve -1180 reçineleri hidrofobik nonpolar bir yüzeye sahip polistiren-divinil benzen kopolimerleridir (PS-DVB). Bunlar XAD reçineleri arasında en düşük yüzey polaritesine sahiptir. Bu seri içerisinde artan yüzey alanıyla birlikte reçine kapasitesinde de göze çarpan bir yükselme görülür. PS-DVB kopolimerleri kolayca ıslanmazlar ve hidrofobik yapıları nedeniyle ancak az miktarda su adsorblayabilirler. Aromatik bir karaktere sahiptirler ve iyon değiştirme kapasiteleri yoktur.

Amberlit XAD-6, -7, -8, -9 ve -11 reçineleri hidrofilik bir yüzeye ve orta derece polariteye sahip poliakrilik asit ester polimerleridir (PAA-E). Daha kolay ıslanırlar ve daha çok su adsorplarlar. Bu reçineler aromatik değildir ve çok düşük iyon değiştirme kapasitesine sahiptirler(Amberlit XAD-8 için gram başına yaklaşık 10^{-2} milieşdeğergram).

PS-DVB reçineleri ve PAA-E reçinelerinin kimyasal bileşimindeki farklılıklar reçinelerin ıslanabilirliğini ve elüsyon verimini etkiler. Amberlit XAD reçinelerinin adsorblanabilen bileşiklere karşı affinitesi; spesifik yüzey alanları, polariteleri ve spesifik por hacimleri ile ilişkilidir. Genellikle aynı yapıdaki reçinelerden XAD-4, XAD-16 gibi geniş yüzey alanına sahip olanlar tercih edilir.

Geniş yüzey alanlı ve makro gözenek yapıları dolayısıyla önzenginleştirme, izolasyon ve çeşitli bileşiklerin kromatografik ayrılması için uygun olan Amberlit XAD reçinelerinin kullanımı aktif karbon kullanımına karşı üstündür. Çünkü bu reçineler elüsyon için daha

uygundur ve kontaminasyon riski taşımazlar. Ayrıca XAD reçineleri daha büyük adsorbsiyon kapasitesine sahiptirler ve elüsyon alümina, silikajel vb.den daha kolaydır.



Şekil 2.2 Bazı Amberlit XAD reçinelerinin kimyasal yapıları

Çizelge 2.3 Amberlit XAD reçinelerinin karakteristik özellikleri

	Spesifik Yüzey Alanı (m ² / g)	Por çapı (Å)	Por hacmi (mL/ g %)	Dipol momenti (D)
A-Polistirendivinilbenzen				
Amberlit XAD-1	100	200	35,2	0,3
Amberlit XAD-2	330	90	42	
Amberlit XAD-3	526	44	38,7	
Amberlit XAD-4	750	50	51	0,3
Amberlit XAD-5	415	68	43,4	
Amberlit XAD-16	825	100	60	
Amberlit XAD-1180	650	140	65	
B-Poliakrilik asit esteri				
Amberlit XAD-6	663	498	49,3	
Amberlit XAD-7	450	80	55	1,8
Amberlit XAD-8	140	250	52	1,8
Amberlit XAD-9	70	370		
Amberlit XAD-11	170	350		

2.2.2 Analitik Uygulamaları

Daha önceki bölümlerde görüldüğü gibi XAD reçineleri gerek doğrudan gerekse bazı ligandlar immobilize edilmiş olarak hem organik bileşiklerin hem de metal katyonlarının zenginleştirilmesi için kullanılmaktadır.

Metal katyonlarının zenginleştirilmesi ile ilgili uygulamalar daha önce ayrıntılı olarak verilmiştir.

Organik maddelerin zenginleştirilmesine örnek olarak Kim ve çalışma gurubunun (1999) bir porfirin ile kimyasal olarak modifiye ettikleri XAD reçinelerini sudaki fenol ve klorofenollerin zenginleştirilmesinde kullandıkları çalışma gösterilebilir.

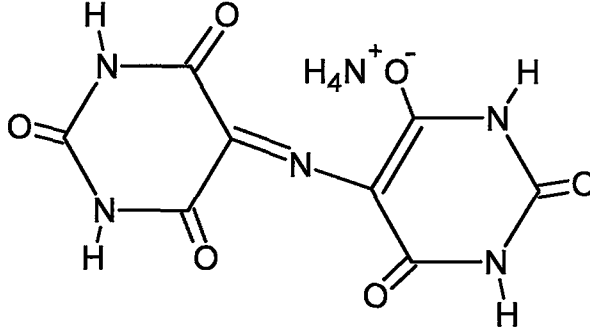
XAD reçinelerinin diğer bir analitik uygulaması ise spektrofotometrik sensörlerin yapımıdır. Metal iyonlarının kantitatif analizi için XAD reçineleri üzerine çeşitli ligandların immobilize edilmesi spektrofotometrik sensörlerin yapımına da temel oluşturmaktadır. Vaughan ve Narayanswamy (1998) ise ağır metal iyonlarının tayini için XAD-4 üzerine Br-PADAP' ı (2-(5-Bromo-2-piridilazo)-5-(diethylamino)fenol) immobilize etmişler. İmmobilizasyonu Br-PADAP' ın metanollü çözeltisinin XAD-4 ile 4 saat bekletilmesiyle sağlamışlardır. Malcık ve arkadaşlarının yaptıkları çalışmada (1998), 1-nitrozo-2-naftol (NN), 4-(2-piridilazo) resorsinol (PAR), 2,4-dinitrozo-resorsinol (DNR) ve 1-(2- piridilazo)-2-naftol (PAN) ligandlarını XAD-4, XAD-7 gibi iyon değiştirici reçineler üzerine immobilize ederek hazırladıkları optik sensörleri, suda bulunan ağır metal iyonlarının tayininde kullanmışlardır.

Bir diğer araştırmada ise, bakır (II) iyonunun analizi için XAD-7 üzerine fast sulphon black F immobilize edilmiştir. İmmobilizasyon ligandın sulu çözeltisinin reçine ile iki saat süreyle çalkalanmasıyla sağlanmıştır. (Mahendra vd. , 2002)

Yusof ve Ahmet (2003) gallosiyaninin XAD-7 üzerine immobilize edilmesiyle hazırladıkları spektrofotometrik sensörü eser miktardaki kurşun tayininde kullanmışlardır.

2.3 MÜREKSİD

2.3.1 Özellikleri



Şekil 2.3 Müreksidin yapısı

Amonyum purpurat, 5,5'-nitrilodibarbiturik asit monoamonyum tuzu

Molekül formülü : $C_8H_8N_6O_6$

Elementel Analizi : C (%33,81) H (%2,84) N (%29,57) O (%33,78)

Molekül ağırlığı : 284,2 g/mol

Mor kırmızı kristal yapıdadır. Suda az çözünür, sulu çözeltisinin absorpsiyon yaptığı λ_{max} değeri 520 nm' dir. Alkol ve eterde çözünmez.(Merck&CO., INC 1989)

2.3.2 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar

Çok uzun zamandır metal katyonlarının kompleksometrik titrasyonunda metalokromik indikatör olarak kullanılmakta olan müreksidin katyonlarla oluşturduğu kompleksler bu metallerin titrimetrik ve spektrofotometrik analizinde kullanılmaktadır.

Jain ve Gupta-Bhaya (1992), Eu(III)-müreksid kompleksinin oluşum sabitini spektrofotometrik yöntemle saptamışlardır. Shamsipur ve çalışma grubunun (1993) araştırmalarında ise müreksidin Co^{2+} , Ni^{2+} , Cu^{2+} , Zn^{2+} , Cd^{2+} ve Pb^{2+} katyonlarıyla oluşturduğu komplekslerin farklı çözücü ortamlarındaki spektroskopik özellikleri ve oluşum sabitleri incelenmiş ve ayrıca komplekslerdeki metal/müreksid mol oranı saptanmıştır.

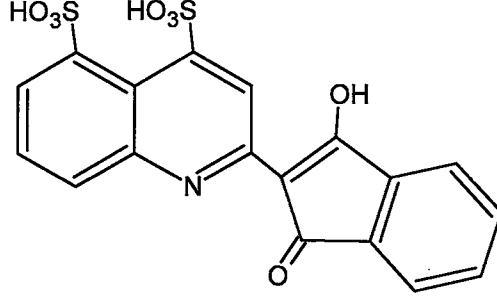
Spektroskopik çalışmalara bir örnek olarak kalsiyumun biyolojik örneklerdeki (Ettori ve Seoggan, 1961) ve zirkonyum tuzundaki (Gordon ve Norwitz, 1972) tayini gösterilebilir. Ayrıca Russell ve arkadaşları (1961) Sr^{2+} , Malik ve Ashraf (1968) V^{2+} , Th^{4+} ve Ce^{3+} 'un müreksidle komplekslerinin hem mol oranı saptamış hem de bu iyonların spektrofotometrik tayinini yapmışlardır.

Müreksid için Bölüm 3.3.1.1' de yapılan çalışmalarda elde edilen spektrum değerleri aşağıda verilmiştir. ($\lambda_{\text{max}}=519 \text{ nm}$)

	pH=4	pH=6	pH=8	pH=10
XAD-4	0,73	0,96	0,83	0,82
XAD-7	0,68	0,97	0,87	0,94
XAD-16	0,75	0,95	0,83	0,82
Silika jel	0,64	0,99	0,94	0,95
Boş Deneme	0,63	1,01	0,93	0,92

2.4 KİNOLİN SARISI

2.4.1 Özellikleri



2-(3-hidroksi-1-okso-1*H*-inden-2-yl)kinolin-4,5-disulfonik asit

Şekil 2.4 Kinolin sarısının yapısı

Moleküler Formülü	= C ₁₈ H ₁₁ N O ₈ S ₂
Molekül Ağırlığı	= 433,414 g / mol
Elementel Analizi	= (%49,88) H (%2,56) N (%3,23) O (%29,53) S (%14,80)
Molar Hacim	= 238,3 ± 3,0 cm ³
Kırılma İndisi	= 1,784 ± 0,02
Yüzey Gerilimi	= 102,7 ± 3,0 din/cm
Yoğunluk	= 1,818 ± 0,06 g/cm ³

2.4.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar

Kinolin sarısı ile ilgili olarak yapılan kaynak araştırmasında bu maddenin analitik kimyada sadece redoks titrasyonlarında indikatör olarak kullanılmış olduğu görülmüştür. Bu çalışmalarda titrant olarak dikloramin-B, kloramin-T, hipoklotit ve As(III) kullanılmıştır. (Belcher (1951), Gowda vd. (1980), Gowda ve Gurumurthy (1981))

Kinolin sarısı için Bölüm 3.3.2.1' de yapılan çalışmalarda elde edilen spektrum değerleri aşağıda verilmiştir. ($\lambda_{\max}=413 \text{ nm}$)

	pH=2	pH=4	pH =6	pH =8	pH =10
XAD-4	0,04	0,61	1,61	0,91	0,68
XAD-7	0,64	1,37	1,80	1,38	1,06
XAD-16	0,11	0,41	0,89	0,53	0,69
Silikajel	2,23	2,29	2,21	2,27	2,16
Boş deneme	2,21	2,31	2,20	2,26	2,16

3. DENEYSEL ÇALIŞMALAR

3.1 KİMYASAL MADDELER, ÇÖZÜCÜLER VE ÇÖZELTİLER

3.1.1 Kimyasal Maddeler ve Çözücüler

Müreksid (Merck), kinolin sarısı (Merck), XAD-4 (Fluka), XAD-7 (Fluka), XAD-16 (Fluka), bakır (II) klorür, glasiyel asetik asit (Merck), sodyum asetat (Merck), amonyak (Merck), amonyum klorür (Merck), nitrik asit, hidroklorik asit, aseton ve bidistile su.

3.1.2 Çözeltiler

1. Müreksid Çözeltisi (10^{-3} M) : 28,4 mg müreksid tartıldı, suda çözüldü ve çözeltinin hacmi su ile 100 mL' ye tamamlandı.

2. Kinolin Sarısı Çözeltisi (10^{-3} M) : 43,3 mg kinolin sarısı tartıldı, suda çözüldü ve çözeltinin hacmi su ile 100 mL' ye tamamlandı.

3. Cu^{2+} çözeltisi (100 μg / mL) : 26,9 mg $\text{CuCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ tartıldı suda çözülerek 100 mL' ye tamamlandı.

4. Cu^{2+} çözeltisi (2 μg / mL) : 100 μg / mL Cu^{2+} çözeltisinden 100 mL' lik balonjojeye 2 mL alındı su ile hacmine tamamlandı.

5. Tampon Çözeltiler

pH=2 tamponu 0,2 M KCl üzerine 0,2 M HCl;

pH=4, pH=6 ve pH=7 tamponu 0,05 M CH_3COONa üzerine 0,05 M CH_3COOH ;

pH=8, pH=9 ve pH=10 tamponu 0,05 M NH_3 üzerine 0,05 M NH_4Cl

eklenip ilgili pH'a pHmetre ile ayarlanarak hazırlandı.

6. Eluent Çözeltileri

1 M HCl (suda) : Yoğunluğu 1,2 g / cm^3 olan %37' lik HCl' den 8,2 mL alınarak 100 mL' ye su ile tamamlandı.

1 M HCl (asetonda): Yoğunluğu $1,2 \text{ g / cm}^3$ olan %37' lik HCl' den 8,2 mL alınarak 100 mL' ye aseton ile tamamlandı.

1 M HNO₃ (suda): Yoğunluğu $1,4 \text{ g / cm}^3$ olan %65' lik HNO₃' den 6,9 mL alınarak 100 mL' ye su ile tamamlandı.

1 M HNO₃ (asetonda): Yoğunluğu $1,4 \text{ g / cm}^3$ olan %65' lik HNO₃' den 6,9 mL alınarak 100 mL' ye aseton ile tamamlandı.

3.2 ALETLER ve DİĞER GEREÇLER

Metrohm Herisau Präzisions – pH- metre E 510 ve cam elektrot

Chiltren Hotplate Magnetik karıştırıcı H 531

Spectra AA Varian Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Unicam UV-Vis Spektrometre

Kuvartz küvet



3.3 YÖNTEMLER

3.3.1 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar

Bakırın müreksid kompleksi halinde adsorbsiyon yoluyla önzenginleştirilmesi için adsorban olarak kullanılabilecek XAD reçineleri ve silikajel ile ön çalışmalar yapıldı. Optimum koşulları saptamak amacıyla aşağıdaki parametreler incelendi.

3.3.1.1 Müreksid için Adsorban Türü ve pH

Kesikli yöntem kullanılarak adsorbsiyonun sağlandığı en uygun pH değeri ve adsorban türünü bulmak için; 50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M müreksid çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 4, 6, 8, 10 olan tampon çözeltiler ile hacmine tamamlandı. 0,5 g XAD reçineleri ve silikajel hazırlanan çözeltiler ile 120 dk bekletildi. Siyah bantlı süzgeç kağıdından süzüldü. Süzüntülerin absorbansı müreksidin ilgili pH' daki λ_{max} ' da ölçüldü. Daha önceden aynı pH için hazırlanmış ölçü eğrileri yardımıyla müreksid konsantrasyonu bulundu ve % adsorpsiyonu hesaplandı. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.1'de belirtilmiştir.

3.3.1.2 Reçinenin Müreksid ile Kaplanması

a) Kesikli Yöntem

50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M müreksit çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 8 olan tampon çözeltisi ile hacimlerine tamamlandı. Bu çözeltiler 0,5 g XAD-4 reçinesi ile 0,5; 1; 2; 4 saat bekletildi. Siyah bantlı süzgeç kağıdından süzüldü. Süzüntülerin müreksid konsantrasyonları Bölüm 3.3.1.1' deki gibi belirlendi. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.2'de belirtilmiştir. Bu şekilde hazırlanan adsorban bakır zenginleştirme denemelerinde kullanılmak üzere kuruması için bir gün bekletildi. Yaklaşık 15-20 mL su ile yıkandı. Tekrar bir gün bekletildi.

b) Kesiksiz Yöntem

50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M müreksid çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 8 olan tampon çözeltisi ile hacimlerine tamamlandı. 0,5 g XAD-4 reçinesi çapı 0,7 cm boyu 10 cm olan kolona 2,5 cm yüksekliğinde dolduruldu. Kolon pH = 8 ile şartlandı. Hazırlanan çözeltiler kolondan 0,5 mL / dk akış hızı ile geçirildi. Geçirilen çözeltilerin müreksid konsantrasyonları Bölüm 3.3.1.1' deki gibi belirlendi.

3.3.1.3 Bakırın Müreksid Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi

Bölüm 3.3.1.2 (a)'daki gibi kurutulan adsorban çapı 0,7 cm boyu 10 cm olan kolona 2,5 cm yüksekliğinde dolduruldu. 50 mL'lik balonjojelere 2 μg / mL Cu^{2+} çözeltisinden 10 mL alınarak, pH'sı 6, 7, 8, 9 olan tampon çözeltileri ile hacmine tamamlandı. Kolonlar kullanılacak tampon çözeltileri ile şartlandırıldı. Hazırlanan Cu^{2+} çözeltileri 5 mL / dk hızla geçirildikten sonra adsorblanan bakırı elue etmek için; 15 mL asetonda hazırlanmış 1 M HCl 2,5 mL / dk akış hızı ile kolondan geçirildi. Eluentler $\sim 60^\circ$ de kuruluğa yakın buharlaştırıldı ($\sim 0,5$ mL). Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'lik balonjojeye alındı. Bu çözeltideki bakır konsantrasyonu 324,7 nm' de AAS ile tayin edildi. Bunun için ölçü eğrisi hazırlanmasında 1,2-2,8 μg Cu^{2+} içeren 1 M HCl çözeltileri kullanıldı. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.3' de belirtilmiştir.

3.3.1.4 Bakırın Elusyonu İçin En Uygun Çözelti (müreksid)

Bölüm 3.3.1.3' deki gibi pH=8' de kolonda adsorblanan bakırı elue etmek için suda ve asetonda hazırlanmış 1 M HCl ve 1M HNO_3 'den 15' er mL 2,5 mL/dk olacak şekilde kolondan geçirildi. Eluantlar $\sim 60^\circ$ de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. 1 M HCl ile elue edilenler suda hazırlanmış 1 M HCl, 1M HNO_3 ile elue edilenler suda hazırlanmış 1 M HNO_3 çözeltileriyle çözülerek 5 mL'lik balonjojelere alındı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.1.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.4' de belirtilmiştir.

3.3.1.5 Eluent Hacminin Etkisi (müreksid)

Bölüm 3.3.1.3' deki gibi pH=8' de kolonda adsorblanan bakırı elue etmek için asetonda hazırlanmış 1M HCl çözeltisinin 5-10-15-20 mL'si 4 ayrı kolondan 2,5 ml/dk akış hızıyla geçirildi. Eluantlar $\sim 60^\circ$ de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'likbalonjojelere alındı. Bu çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.1.3' deki gibi tayin edildi. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.5' de belirtilmiştir.

3.3.1.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (müreksid)

Bakırın % geri kazanımının en yüksek olduğu yeterli adsorban miktarını tayin etmek amacıyla Bölüm 3.3.1.3' de yapılan çalışma adsorban miktarının 0,3; 0,5; 0,75 g olduğu değerler için tekrarlandı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu yine Bölüm 3.3.1.3' deki gibi tayin edildi. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.6' da belirtilmiştir

3.3.1.7 Zenginleştirme Faktörü (müreksid)

2 $\mu\text{g} / \text{mL}$ Cu^{2+} içeren çözeltiden 10 mL alınarak 50, 100, 150, 200, 500' lük balonjojelerde hacmine pH=8 tamponu ile tamamlandı. Böylelikle 20 μg bakır içeren ancak hacimleri farklı bir seri çözelti hazırlanmış oldu. Bölüm 3.3.1.3.' de anlatıldığı gibi hazırlanan kolon pH=8 tamponu ile şartlandırıldı. Bu çözeltiler kolondan 5 mL / dk akış hızı ile geçirildi. Herbirinde adsorplanmış bakır elue edebilmek için asetonda hazırlanmış 1M HCl çözeltisinin 15 mL'si 2,5 mL / dk akış hızı ile kolondan geçirildi. Eluantlar $\sim 60^\circ$ de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'lik balonjojelere alındı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.1.3' deki gibi tayin edilmiştir. Sonuçlar Bölüm 4.1.7' dedir.

3.3.1.8 Kolon Kapasitesi (müreksid)

Kolon kapasitesini belirlemek amacıyla 50 mL' lik balonjojelere 100 $\mu\text{g} / \text{mL}$ Cu^{2+} çözeltisinden 0,5; 1; 1,5; 2,5 mL alınarak hacmine pH=8 tamponu ile tamamlandı. Böylece 50, 100, 150, 250 μg bakır içeren 50 mL' lik çözeltiler hazırlanmış oldu. Bölüm 3.3.1.3' de anlatıldığı gibi hazırlanan kolon pH=8 tamponu ile şartlandırıldıktan sonra bu çözeltiler 5 mL / dk akış hızı ile kolondan geçirildi. Geçirilen çözeltilerdeki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.1.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.1.8' de belirtilmiştir

3.3.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar

Bakırın adsorbsiyon yoluyla önzenginleştirilmesi için adsorban olarak kullanılabilecek XAD reçineleri ve silikajel ile ön çalışmalar yapıldı. Optimum koşulları saptamak amacıyla aşağıdaki parametreler incelendi.

3.3.2.1 Kinolin Sarısı için Adsorban Türü ve pH

Kesikli yöntem kullanılarak adsorbsiyonun sağlandığı en uygun pH değeri ve adsorban türünü bulmak için; 50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M kinolin sarısı çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 2, 4, 6, 8, 10 olan tampon çözeltiler ile hacmine tamamlandı. 0,5 g XAD reçineleri ve silikajel hazırlanan çözeltiler ile 120 dk bekletildi. Siyah bantlı süzgeç kağıdından süzüldü. Süzüntülerin absorbansı kinolin sarısının ilgili pH' daki λ_{max} ' da ölçüldü. Daha önceden aynı pH için hazırlanmış ölçü eğrileri yardımıyla kinolin sarısı konsantrasyonu bulundu ve % adsorpsiyon hesaplandı. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.1'de belirtilmiştir.

3.3.2.2 Reçinenin Kinolin Sarısı ile Kaplanması

a) Kesikli Yöntem

50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M kinolin sarısı çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 2 olan tampon çözeltisi ile hacimlerine tamamlandı. Bu çözeltiler 0,5 g XAD-16 reçinesi ile 0,5; 1; 2; 4 saat bekletildi. Siyah bantlı süzgeç kağıdından süzüldü. Süzüntülerin kinolin sarısı konsantrasyonları Bölüm 3.3.2.1' deki gibi belirlendi. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.2'de belirtilmiştir.

b) Kesiksiz Yöntem

50 mL'lik balonjojelere 1.10^{-3} M kinolin sarısı çözeltisinden 5 mL alınarak pH'sı 2 olan tampon çözeltisi ile hacimlerine tamamlandı. 0,5 gr XAD-16 reçinesi çapı 0,7 cm boyu 10 cm olan kolona 2,5 cm yüksekliğinde dolduruldu. Kolon pH = 2 tampon çözeltisiyle ile şartlandı. Hazırlanan çözeltiler kolondan 0,5 mL / dk olacak şekilde geçirildi. Geçirilen çözeltilerin kinolin sarısı konsantrasyonları Bölüm 3.3.2.1' deki gibi belirlendi. Bu şekilde hazırlanan adsorban bakır zenginleştirme denemelerinde kullanılmak üzere kuruması için bir gün bekletildi. Yaklaşık 15-20 mL su ile yıkandı. Tekrar bir gün bekletildi.

3.3.2.3 Bakırın Kinolin Sarısı Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi

50 mL'lik balonjojelere 2 µg / mL Cu^{2+} çözeltisinden 10 mL alınarak, pH'sı 4, 6, 7, 8, 9 olan tampon çözeltileri ile hacmine tamamlandı. Bölüm 3.3.2.2 (b)' de anlatıldığı gibi kesiksiz yöntemle hazırlanan kolonlar kullanılacak tampon çözeltileri ile şartlandırıldı. Hazırlanan Cu^{2+} çözeltileri kolondan 1 mL / dk akış hızıyla geçirildikten sonra adsorblanan bakırı elue etmek için; 15 mL asetonda hazırlanmış 1 M HCl 1 mL / dk olacak şekilde kolondan geçirildi. Eluentler ~ 60° de kuruluğa yakın buharlaştırıldı (~ 0,5 mL). Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'lik balonjojeye alındı. Bu çözeltideki bakır konsantrasyonu 324,7 nm' de AAS ile tayin edildi. Bunun için ölçü eğrisi hazırlanmasında 1,2-2,8 µg Cu^{2+} içeren 1 M HCl çözeltileri kullanıldı. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.3' de belirtilmiştir.

3.3.2.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (kinolin sarısı)

Bölüm 3.3.2.3' deki gibi pH=8' de kolonda adsorblanan bakırı elue etmek için suda ve asetonda hazırlanmış 1 M HCl ve 1M HNO_3 'den 15' er mL 1 mL/dk olacak şekilde kolondan geçirildi. Eluantlar ~ 60 °de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. 1 M HCl ile elue edilenler suda hazırlanmış 1 M HCl, 1M HNO_3 ile elue edilenler suda hazırlanmış 1 M HNO_3 çözeltileri ile çözülerek 5 mL'lik balonjojelere alındı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.2.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.4' de belirtilmiştir.

3.3.2.5 Eluent Hacminin Etkisi (kinolin sarısı)

Bölüm 3.3.2.3' deki gibi pH=8' de kolonda adsorblanan bakırı elue etmek için asetonda hazırlanmış 1M HCl çözeltisinin 5-10-15-20 mL'si 4 ayrı kolondan 1 ml/dk akış hızıyla geçirildi. Eluantlar ~ 60°de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'lik balonjojelere alındı. Bu çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.2.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.5' de belirtilmiştir.

3.3.2.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (kinolin sarısı)

Bakırın % geri kazanımının en yüksek olduğu yeterli adsorban miktarını tayin etmek amacıyla Bölüm 3.3.2.3' de yapılan çalışma adsorban miktarının 0,3; 0,5; 0,75 g olduğu

değerler için tekrarlandı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu yine Bölüm 3.3.2.3' deki gibi tayin edildi. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.6' da belirtilmiştir

3.3.2.7 Zenginleştirme Faktörü (kinolin sarısı)

2 μg / mL Cu^{2+} içeren çözeltiden 10 mL alınarak 50, 100, 250, 350, 500 mL' lik balonjojelerde hacmine pH=8 tamponu ile tamamlandı. Böylelikle 20 μg bakır içeren ancak hacimleri farklı bir seri çözelti hazırlanmış oldu. Bölüm 3.3.2.3.' de anlatıldığı gibi hazırlanan kolon pH=8 tamponu ile şartlandırıldı. Bu çözeltiler kolondan 1 mL/dk akış hızı ile geçirildi. Herbirinde adsorplanmış bakırı elue edebilmek için asetonda hazırlanmış 1M HCl çözeltisinin 15 mL'si 1 mL / dk akış hızı ile kolondan geçirildi. Eluantlar $\sim 60^\circ$ de kuruluğa yakın buharlaştırıldı. Suda hazırlanmış 1M HCl çözeltisi ile çözülerek 5 mL'lik balonjojelere alındı. Çözeltideki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.2.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.7' de belirtilmiştir.

3.3.2.8 Kolon Kapasitesi (kinolin sarısı)

Kolon kapasitesini belirlemek amacıyla 50 mL' lik balonjojelere 100 μg / mL Cu^{2+} çözeltisinden 0,5; 1; 1,5; 2,5 mL alınarak hacmine pH=8 tamponu ile tamamlandı. Böylece 50, 100, 150, 250 μg bakır içeren 50 mL' lik çözeltiler hazırlanmış oldu. Bölüm 3.3.2.3' de anlatıldığı gibi hazırlanan kolon pH=8 tamponu ile şartlandırıldıktan sonra bu çözeltiler 1 mL / dk akış hızı ile kolondan geçirildi. Geçirilen çözeltilerdeki bakır konsantrasyonu Bölüm 3.3.2.3' deki gibi tayin edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Bölüm 4.2.8' de belirtilmiştir

4. SONUÇLAR ve TARTIŞMA

4.1 Müreksid ile Yapılan Çalışmalar

Optimum koşulların belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmaların sonuçları aşağıda verilmiştir.

4.1.1. Müreksid için Adsorban Türü ve pH

Kesikli yöntem kullanılarak adsorbsiyonun sağlandığı en uygun pH değeri ve adsorban türünü bulmak amacıyla pH =4 – 10 arasında hazırlanmış bir seri tampon çözeltisiyle Bölüm 3.3.1.1’ de anlatıldığı gibi çalışıldı. Yapılan denemelerin sonuçları Çizelge 4.1’de görülmektedir. Elde edilen veriler incelendiğinde en uygun adsorban türünün XAD-4 en uygun pH değerinin ise pH = 8 olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.1 Müreksid için adsorban türü ve pH

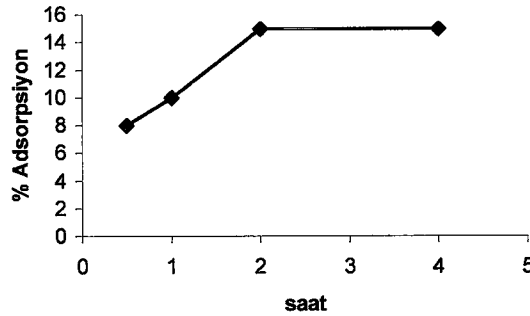
Adsorban	% ADSORPSİYON			
	pH=4	pH=6	pH=8	pH=10
XAD- 4	0	7	15	12
XAD -7	0	4	6	0
XAD-16	0	6	14	10
Silikajel	0	2	0	0

4.1.2 Reçinenin Müreksid ile Kaplanması

Müreksidin pH=8' de XAD-4 reçinesi üzerinde adsorblanması için gerekli süreyi ve adsorplanan miktarları belirlemek amacıyla Bölüm 3.3.1.2 (a) ve (b)' de anlatıldığı gibi yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlara göre, 2 saatte en yüksek orana ulaşılmıştır. Bölüm 3.3.1.2 (b)' deki kesiksiz yöntem ile yapılmış olan incelemelerde adsorplanan müreksid miktarı en fazla % 10 iken Bölüm 3.3.1.2 (a)' da uygulanmış olan kesikli yöntem ile 2 saatte daha yüksek adsorplanma sağlanmıştır. Bu sebeple kesikli yöntem ile çalışmalara devam edilmiştir. Sonuçlar Çizelge 4.2 ve Şekil 4.1' de verilmiştir.

Çizelge 4.2 Müreksidin kesikli yöntem ile kaplanması

Bekleme Süresi (saat)	0,5	1	2	4
% Adsorpsiyon	8	10	15	15



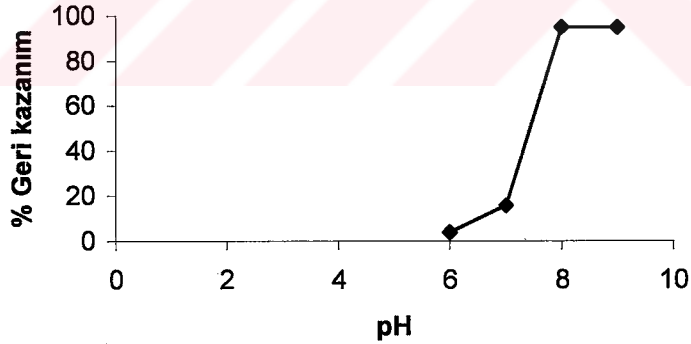
Şekil 4.1 Müreksidin kesikli yöntem ile kaplanması

4.1.3 Bakırın Müreksid Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi

Bakırın müreksid kompleksi halinde adsorbsiyon yoluyla özenginleştirilmesinde en uygun pH değerini belirlemek için Bölüm 3.3.1.3’ de anlatıldığı gibi pH 6, 7, 8, 9 tamponları ile denemeler yapıldı. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.3 ve Şekil 4.2’ de gösterilmiştir. Bu sonuçlara göre en uygun pH değeri $pH = 8$ ’ dir.

Çizelge 4.3 Bakırın müreksid kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi

pH	6	7	8	9
% Geri Kazanım	4	16	95	95



Şekil 4.2 Bakırın müreksid kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi

4.1.4 Bakırın Elusyonu İçin En Uygun Çözelti (müreksid)

Uygun adsorban üzerinde müreksid kompleksi halinde adsorblanmış bakırın geri kazanımında en uygun çözelti cinsinin belirlenmesi için Bölüm 3.3.1.4' de anlatıldığı gibi denemeler yapılmıştır. Bu denemelere göre asetonda hazırlanmış 1 M HCl en uygun çözeltidir. Sonuçlar Çizelge 4.4' de verilmiştir.

Çizelge 4.4 Bakırın elusyonu için en uygun çözelti (müreksid)

Çözelti Cinsi	1 M HCl (s)	1 M HCl (a)	1 M HNO ₃ (s)	1 M HNO ₃ (a)
% Geri Kazanım	49	95	55	80

(s) : suda

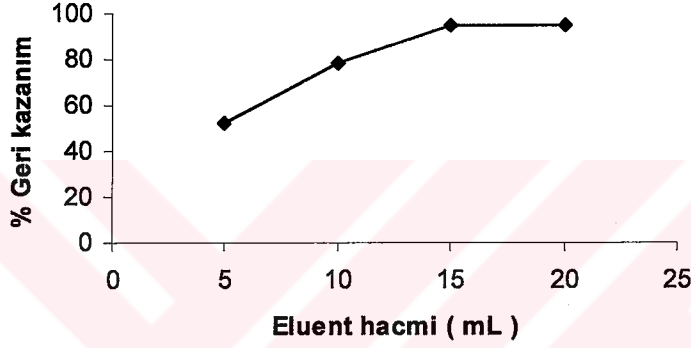
(a) : asetonda

4.1.5 Eluent Hacminin Etkisi (müreksid)

Yapılan çalışmalar sonucunda bakırın geri kazanımı için en uygun çözelti cinsinin asetonda hazırlanmış 1 M HCl olduğu görüldü. Bakırın elue edilmesinde yeterli çözelti hacmini bulmak için Bölüm 3.3.1.5' de belirtilen çalışmalar yapıldı. Asetonda hazırlanmış 1 M HCl çözeltisinin 15 mL' sinin yeterli olduğu görüldü. Sonuçlar Çizelge 4.5 ve Şekil 4.3' de verilmiştir.

Çizelge 4.5 Eluent hacminin etkisi (müreksid)

Eluent Hacmi (mL)	5	10	15	20
% Geri Kazanım	52	78	95	95



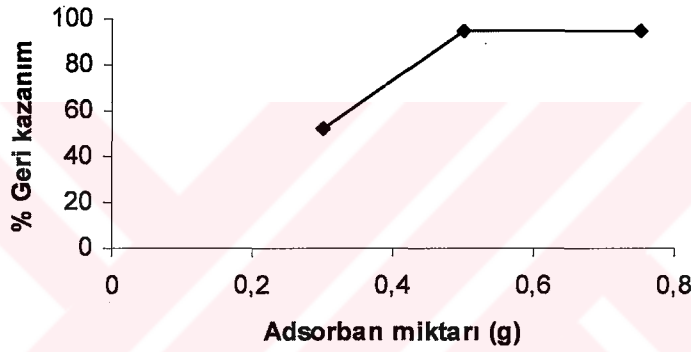
Şekil 4.3 Eluent hacminin etkisi (müreksid)

4.1.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (müreksid)

Bakırın % geri kazanımının en yüksek olduğu adsorban miktarını tayin etmek amacıyla Bölüm 3.3.1.6' da anlatıldığı gibi yapılan çalışmalarda 0,5 g XAD-4 reçinesinin yeterli olduğu görüldü. Yapılan denemelerin sonuçları Çizelge 4.6 ve Şekil 4.4' de verilmiştir.

Çizelge 4.6 Adsorban miktarına göre geri kazanım (müreksid)

Adsorban Miktarı (g)	0,3	0,5	0,75
% Geri Kazanım	52	95	95



Şekil 4.4 Adsorban miktarına göre geri kazanım (müreksid)

4.1.7 Zenginleştirme Faktörü (müreksid)

Zenginleştirme faktörünü belirlemek amacıyla herbiri eşit miktarda (20) μg bakır içeren ancak hacimleri 50 ile 500 mL arasında değişen sulu çözeltilerle müreksid kaplanmış reçine üzerinde Bölüm 3.3.1.7' de yapılmış olan çalışmalarda elde edilen sonuçlar 150 mL' den daha yüksek hacimlerde artık bakır iyonunun % 100 tutulmadığını göstermiştir. Bu durumda 150 mL örnek çözeltisindeki bakır iyonları kolonda tutulduktan ve elue edildikten sonra 5 mL çözeltiye alınmış olduğuna göre zenginleştirme faktörü 30 olmaktadır. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.7' de verilmiştir.

Çizelge 4.7 Zenginleştirme faktörü (müreksid)

Çözelti hacmi (mL)	50	100	150	200	500
% Geri Kazanım	100	100	100	67	18

4.1.8 Kolon Kapasitesi (müreksid)

Kolon kapasitesini belirlemek amacıyla herbiri farklı miktarlarda (50, 100, 150, 250 μg) bakır içeren ancak hacimleri 50 mL olan sulu çözeltilerle Bölüm 3.3.1.8’ de yapılmış olan çalışmalarda elde edilen sonuçlar kolonda tutulan en yüksek bakır miktarının 100 μg olduğunu göstermiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.8’ de verilmiştir.

Çizelge 4.8 Kolon kapasitesi (müreksid)

Bakır Miktarı (μg)	50	100	150	250
% Geri Kazanım	100	100	58	24

4.2 Kinolin Sarısı ile Yapılan Çalışmalar

Optimum koşulların belirlenmesi amacıyla yapılan çalışmaların sonuçları aşağıda verilmiştir.

4.2.1 Kinolin Sarısı için Adsorban Türü ve pH

Kesikli yöntem kullanılarak adsorbsiyonun sağlandığı en uygun pH değeri ve adsorban türünü bulmak amacıyla pH 2 – 10 arasında hazırlanmış bir seri tampon çözeltisiyle Bölüm 3.3.2.1’ de anlatıldığı gibi çalışıldı. Yapılan denemelerin sonuçları Çizelge 4.9’ da görülmektedir. Elde edilen veriler incelendiğinde en uygun adsorban türünün XAD-16 en uygun pH değerinin ise pH = 2 olduğu belirlenmiştir.

Çizelge 4.9 Kinolin sarısı için adsorban türü ve pH

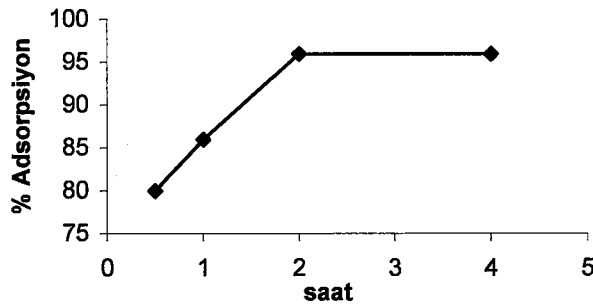
Adsorban	% ADSORPSİYON				
	pH=2	pH=4	pH=6	pH=8	pH=10
XAD- 4	94	73	28	59	68
XAD -7	71	40	19	39	50
XAD-16	96	80	60	76	67
Silikajel	0	1	0	0	0

4.2.2 Reçinenin Kinolin Sarısı ile Kaplanması

Kinolin sarısının pH=2' de XAD-16 reçinesi üzerinde adsorplanması için gerekli süreyi ve adsorplanan miktarları belirlemek amacıyla Bölüm 3.3.2.2 (a) ve (b)' de anlatıldığı gibi yapılan çalışmalardan elde edilen sonuçlara göre 2 saatte en yüksek orana ulaşıldığı görülmüştür. Bölüm 3.3.2.2 (a)' daki kesikli yöntem ve 3.3.2.2 (b)' deki kesiksiz yöntemle % 96 oranında adsorplanma sağlanmıştır. Bu sebeple kolaylık yönünden kesiksiz yöntem tercih edilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.10 ve Şekil 4.5' de verilmiştir.

Çizelge 4.10 Kinolin sarısının kesiksiz yöntem ile kaplanması

Bekleme Süresi (saat)	0,5	1	2	4
% Adsorpsiyon	80	86	96	96



Şekil 4.5 Kinolin sarısının kesiksiz yöntem ile kaplanması

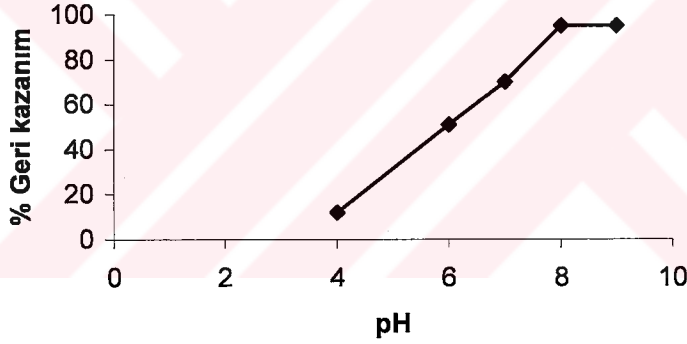
4.2.3 Bakırın Kinolin Sarısı Kaplı Reçinede Tutulmasına pH Etkisi

Bakırın kinolin sarısı kaplanmış kolonda önzenginleştirilmesinde en uygun pH değerini belirlemek için Bölüm 3.3.2.3' de anlatıldığı gibi pH 4, 6, 7, 8, 9 tamponları ile denemeler

yapıldı. Görüldüğü gibi pH= 8 ve 9’ da enyüksek değere ulaşılmıştır. Optimum değer olarak pH= 8’ e karar verilmiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.11 ve Şekil 4.6’ da gösterilmiştir.

Çizelge 4.11 Bakırın kinolin sarısı kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi

pH	4	6	7	8	9
% Geri Kazanım	12	51	70	95	95



Şekil 4.6 Bakırın kinolin sarısı kaplı reçinede tutulmasına pH etkisi

4.2.4 Bakırın Elusyonu için En Uygun Çözelti (kinolin sarısı)

Uygun adsorban üzerinde adsorblanan bakırın geri kazanımında en uygun çözelti cinsinin belirlenmesi için Bölüm 3.3.2.4’ de anlatıldığı gibi denemeler yapılmıştır. Bu denemelere göre aseton da hazırlanmış 1 M HCl en uygun çözelti cinsidir. Sonuçlar Çizelge 4.12’ de verilmiştir.

Çizelge 4.12 Bakırın elusyonu için en uygun çözelti (kinolin sarısı)

Çözelti Cinsi	1 M HCl (s)	1 M HCl (a)	1 M HNO ₃ (s)	1 M HNO ₃ (a)
% Geri Kazanım	13	95	10	73

(s) : suda

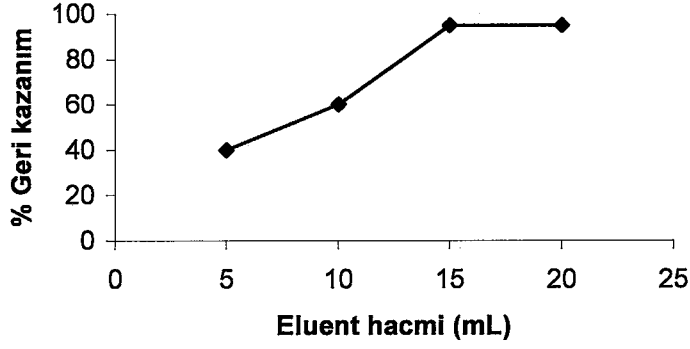
(a) : asetonda

4.2.5 Eluent Hacminin Etkisi (kinolin sarısı)

Yapılan çalışmalar sonucunda bakırın geri kazanımı için en uygun çözelti cinsinin asetonda hazırlanmış 1 M HCl olduğu görüldü. Bakırın elue edilmesinde yeterli çözelti hacmini bulmak için Bölüm 3.3.2.5' de belirtilen çalışmalar yapıldı. Asetonda hazırlanmış 1 M HCl çözeltisinin 15 mL' sinin yeterli olduğu görüldü. Sonuçlar Çizelge 4.13 ve Şekil 4.7' de verilmiştir.

Çizelge 4.13 Eluent hacminin etkisi (kinolin sarısı)

Eluent Hacmi (mL)	5	10	15	20
% Geri Kazanım	40	60	95	95



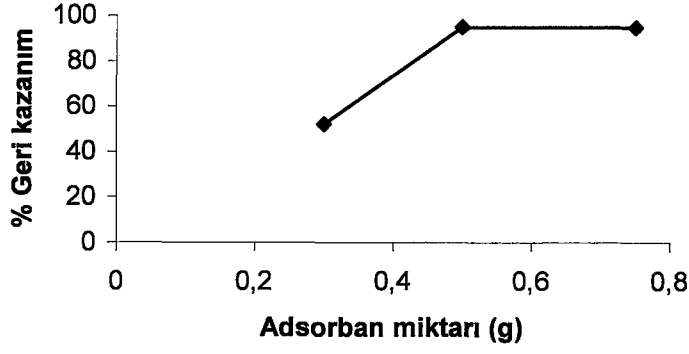
Şekil 4.7 Eluent hacminin etkisi (kinolin sarısı)

4.2.6 Adsorban Miktarına Göre Geri Kazanım (kinolin sarısı)

Bakırın % geri kazanımının en yüksek olduğu adsorban miktarını tayin etmek amacıyla Bölüm 3.3.2.6' da anlatıldığı gibi yapılan çalışmalarda 0,5 g XAD-16 reçinesinin yeterli olduğu görüldü. Yapılan denemelerin sonuçları Çizelge 4.14 ve Şekil 4.8' de verilmiştir.

Çizelge 4.14 Adsorban miktarına göre geri kazanım (kinolin sarısı)

Adsorban Miktarı (g)	0,3	0,5	0,75
% Geri Kazanım	52	95	95



Şekil 4.8 Adsorban miktarına göre geri kazanım (kinolin sarısı)

4.2.7 Zenginleştirme Faktörü (kinolin sarısı)

Zenginleştirme faktörünü belirlemek amacıyla herbiri eşit miktarda (20 µg) bakır içeren ancak hacimleri 50 ile 500 mL arasında değişen sulu çözeltilerle Bölüm 3.3.2.7’ de yapılmış olan çalışmalarda elde edilen sonuçlar 250 mL’ den daha yüksek hacimlerde artık bakır iyonunun % 100 tutulmadığını göstermiştir. Bu durumda 250 mL örnek çözeltisindeki bakır iyonları kolonda tutulduktan ve elue edildikten sonra 5 mL çözeltiye alınmış olduğuna göre zenginleştirme faktörü 50 olmaktadır. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.15’ de verilmiştir.

Çizelge 4.15 Zenginleştirme faktörü (kinolin sarısı)

Çözelti hacmi (mL)	50	100	250	350	500
% Geri Kazanım	100	100	100	59	23

4.2.8 Kolon Kapasitesi (kinolin sarısı)

Kolon kapasitesini belirlemek amacıyla herbiri farklı miktarlarda (50, 100, 150, 250 μg) bakır içeren ancak hacimleri 50 mL olan sulu çözeltilerle Bölüm 3.3.2.8' de anlatıldığı gibi yapılan çalışmalarda elde edilen sonuçlar kolonda tutulan en yüksek bakır miktarının 100 μg olduğunu göstermiştir. Elde edilen sonuçlar Çizelge 4.16' da verilmiştir.

Çizelge 4.16 Kolon kapasitesi (kinolin sarısı)

Bakır Miktarı (μg)	50	100	150	250
% Geri Kazanım	100	100	54	28

TARTIŞMA

Sonuçların incelenmesinden görüldüğü gibi her iki reçine ile de % 95 oranında bir geri kazanımla bakır iyonunun zenginleştirilmesi sağlanmıştır. 0,5 g reçine ile çalışılabilen en yüksek örnek hacmi müreksid kaplı reçine için 150 mL olarak saptanmıştır ki bu hacim literatürdeki verilere göre küçük bir hacimdir. Literatürde 2 L'ye varan hacimlere rastlanmaktadır. Zenginleştirme faktörünün ise müreksidle yapılan çalışmalarda 30, kinolin sarısı ile yapılan çalışmalarda 50 olduğu görülmüştür. Bu değerlerin de yine literatürde verilmiş olan değerlere göre düşük olduğu görülmektedir. Yine de bu çalışma müreksid ile 0,06; kinolin sarısı ile 0,03 ppm' e kadar bakır içeren çözeltilerin zenginleştirilerek atomik absorpsiyon spektrofotometresi ile tayinine imkan sağlamaktadır.

Bakır iyonunun kolonlarda tutulma mekanizması yönünden yapılan araştırmaların değerlendirilmesi sonucunda şu sonuçlara varılmıştır: Müreksid, uzun yıllardan beri bakır ve diğer birçok metal iyonu ile kompleks oluşturduğu bilinen bir ligandır. Laboratuvar

alışmalarımızda, mreksid kaplanmış olan reinenin bakır iyonu zeltisiyle temas ettiėinde renginin pembeden turuncuya deėiřtiėi ve ayrıca mreksidin ve kompleksin absorpsiyon spektrumlarının λ_{max} deėerlerinin bu renklerle uyumlu olduėu gzlenmiřtir. Bu durumda bakır iyonunun mreksid ile kaplanmış olan XAD-4 reinesi zerinde mreksid ile kompleks oluřumuyla tutulduėu kanıtlanmaktadır.

Kinolin sarısı ile ilgili literatr arařtırmasında bu maddenin metallerle kompleks oluřturduėuyla ilgili bir bilgiye rastlanmamıřtır. Bununla ilgili olarak yaptığımız laboratuvar alışmalarında da bunu teyid eden sonular elde edilmiřtir: eřitli pH' larda yapılan denemelerde kinolin sarısı zeltisinin absorpsiyon spektrumunun bakır iyonu eklenmesiyle bir deėiřiklik gstermediėi ve kinolin sarısı ile kaplanmış reine bakır iyonu zeltisiyle muamele edildiėinde renginde bir deėiřiklik olmadıėı gzlenmiřtir. Bu durumda kinolin sarısının sulfonik asit gruplarının iyon deėiřtirici gibi davranarak bakır iyonunu tuttuėu dřnlmřtr. NaOH zeltisiyle yapılan denemelerde bu maddenin Na^+ iyonunu tuttuėunun grlmesi de bu kanıyı glendirmiřtir.

Bu alışmada kullanılan XAD reineleri tek bir kullanım iin uygundur.

KAYNAKLAR

Bagheri H., Gholami A., Najafi A. (2000), 'Simultaneous preconcentration and speciation of iron (II) and iron (III) in water samples by 2-mercaptobenzimidazole-silica gel sorbent and flow injection analysis system', *Analytica Chimica Acta* 424 (233-242), Iran

Bagheri H., Gholami A. (2001), 'Determination of very low levels of dissolved mercury (II) and methylmercury in river waters by continuous flow with on-line UV decomposition and cold-vapor atomic fluorescence spectrometry after pre-concentration on a silicagel-2-mercaptobenzimidazol sorbent', *Talanta* 55 (1141-1150), Iran

Belcher R. (1951), "Quinoline yellow as a reversible indicator in hypochlorite arsenite titrations", *Analytica Chimica Acta* 5 (27-29), England

Bravo-Sanchez L. R., Vicente de la Riva B., Costa-Fernandez J. M., Pereiro R. Ve Sanz-Mendel A. (2001), 'Determination of lead and mercury in sea water by preconcentration in a flow injection system followed by atomic adsorption spectrometry detection', *Talanta* 55 (1071-1078) Spain

Bruening R. L., Tarbet B. J. (1991), 'Quantitation of cation binding by silica gel bound thiamocrocycles and the design of highly selective concentration and purification columns for palladium (II), gold (III), silver (I) and mercury (II)', *Analytical Chemistry* 63 (1014-1017), Utah

Chang X., Yang X., Wei X., Wu K. (2001), 'Efficiency and mechanism of new poly(acryl-phenylamidrazone phenylhydrazide) chelating fiber for adsorbing trace Ga, In, Bi, V and Ti from solution', *Analytica Chimica Acta* 450 (231-238), China

De Vito I. E., Masi A. N., Olsina R. A. (1999), 'Determination of trace rare earth elements by X-ray fluorescence spectrometry after preconcentration on a new chelating resin loaded with thorin', *Talanta* 49 (929-935), Argentina

Donascimento- DB Schwedt-G (1993), 'Off-line and on-line preconcentration of trace levels of beryllium using complexing agents with atomic, spectrometric and fluorometric detection' *Analytica Chimica Acta* 283 (2) (909-915)

Elçi L. (1993), 'Determination of copper, cadmium and lead in zinc metal by preconcentration onto activated carbon combined with direct-current Arc Atomic-Emission Spectrography', *Analytical Letters* 26 (12) (2667-2677)

Ettori J. ve Seoggan S.M. (1961), "A determination of ionized calcium in serum by two-wavelength spectrophotometry of a metal indicator", *Clinica Chimica Acta* 6 (6) (861-865), Canada

Ferrarello C. N., Bayon M. M. , Alonso J. I. G., Sanz-Mendel M. (2001), 'Comparison of metal pre-concentration on immobilized Kelex-100 and quadruple inductively coupled plasma mass spectrometric cetection with direct double focusing inductively coupled plasma mass spectrometric measurements for ultra traca multi-element determination in sea-water' , *Analytica Chimica Acta* 429 (227-233), Spain

Ferreira SLC., dos Santos HC, Ferreira JR, de Araujo NML, Costa ACS, de Jesus DS (1998), 'Preconcentration and determination of copper and zinc in natural water samples by ICP-AES after complexation and sorption on Amberlite XAD-2' , *Journal of the Brazilien Chemical Society* 9 (6) (525-530) , Brazil

- Flieger A., Przeszlakowski S. (1985), 'Extraction chromatography of palladium and platinum complexes with Nitroso-R-Salt, *Talanta* 32 (1141-1144), Poland
- Garg B. S., Sharma R. K., Bhojak N. (1996), 'Solid-phase extraction of metal ions and their estimation in vitamins, steel and milk using 3-hydroxy-2-methyl-1,4-naphthoquinone-immobilised silica gel', *Talanta* 43 (2093-2099), India
- Gordon H. Ve Norwitz G. (1972) " Spectrophotometric determination of calcium in zirconium powder by use of murexide", *Talanta* 19 (1) (1-6), U.S.A
- Gowda H.S., Sharkunthala R. ve Subrahmanya U. (1980), "Redox indicators in titrations with dicloramine-B", *Talanta* 27 (1081-1083), India
- Gowda H.S., Gurumurthy S. (1981), "Redox indicators in titrations with chloramine-T" *Analytica Chimica Acta* 131 (315-321), India
- Hafez M. A. H., Kenawy I. M. M. ve Lashein R. R. (2001), 'Preconcentration and separation of total mercury in environmental samples using chemically modified chloromethylated polystyrene-PAN (ion-exchanger) and its determination by cold vapour atomic absorption spectrometry', *Talanta* 53 (749-760), Egypt
- Hirata S. , Yoshihara H. ve Aihara M. (1991), 'Determination of iron (II) and total iron in environmental water samples by flow injection analysis with column preconcentration of chelating resin functionalized with N-hydroxyethylenediamine ligands and chemiluminescence detection', *Talanta* 49 (1059-1067), Japon
- Hoshi S., Fujisava H., Nakamura K., Nakata S., Uta M. ve Akatsuka K. (1994), 'Preparation of Amberlite XAD resins coated with dithio semicarbazone compounds and preconcentration of some metal ions', *Talanta* 41 (4) (503-507), Japan
- Hoshi S., Higashihara K., Suzuki M., Skurada Y., Sugawara K., Uto M. ve Akatsuka K. (1997), 'Simultaneous determination of platinum (II) and palladium (II) by reversed phase high-performance liquid chromatography with spectrophotometric detection after collection on and elution from resin coated with dimethylglyoxal bis (4-phenyl-3-thiosemicarbazone' , *Talanta* 44 (571-576), Japan
- Isshiki K., Tsuji F. , Kuwamoto T. (1987), 'Preconcentration of trace metals from seawater with 7-Dodeceny-8-quinolinol impregnated macroporous resin' , *Analytical Chemistry* 59 (20) (2491-2495), Japan
- Jain S. Ve Gupta- Bhaya P.(1992), "Spectrophotometric determination of the stability constant of the Eu(III)- Murexide Complex", *Talanta* 39 (12) (1647-1652), India
- Jain V. K. , Honda A. ,Sait S. S. , Shrivastav P. ve Agrawl Y. K. (2001), ' Pre-concentration, separation and trace determination of Lanthanum (III), Cerium (III), Thorium (IV) and Uranium (VI) on polymer supported o-vanilin semicarbazone ' , *Analytica Chimica Acta* 429, (237-246), India
- Kim D., Jung M., Paeng I.R., Rhee J., paeng K. (1999), "Solid-Phase extraction of phenol and chlorophenols in water with a chemically modified polymer-supported tetrakis (p-carboxyphenyl)Porphyrin (H₂TCP)" , *Microchemical Journal* 63 (131-139), Korea
- King J. N. ve Fritz J. S. (1985), 'Concentration of metal ions by complexation with sodium bis(2-hydroxyethyl)dithiocarbamate and sorption on XAD-4 resin' *Analytical Chemistry* 57 (1016-1020) , Iowa

Kubota L. T. , Moreira J. C. (1989), 'Adsorption of metal ions from ethanol on an imino salicyl-modified silica gel' , *Analyst* 114 (1385-1388), Brazil

Kubota L. T., Kawakami A., Sagara T., Ookubo N., Okutani T. (2001), 'Determination of antimony content in natural water by graphite furnace atomic absorption spectrometry after collection as antimony (III)-pyrogallol complex on activated carbon' , *Talanta* 53 (1117-1126), Japan

Kumar M. , Rathore D. P. S. ve Singh A. K. (2000), 'Amberlite XAD-2 functionalized with o-aminophenol: synthesis and applications as extractant for Copper (II), Cobalt (II), Cadmium (II), Nickel (II), Zinc (II) and Lead (II)' , *Talanta* 51 (1187-1196), India

Kvitek R. , Evans J. , Carr P. W. (1982), 'The covalent attachment reaction from aqueous solution and mechanism of reaction of bound diamine with Copper (II)' , *Analytica Chimica Acta* 144 (93-106), USA

Ljunggren L. , Altrell I. ,Risinger L. Ve Johansson G. (1992), 'Trace enrichment of aluminium ions on immobilized desferrioxamine ' ,*Analytica Chimica Acta* 256 (75-80), Sweden

Mahendra N., Gangaiya P., Sotheeswaran S.ve Narayanswamy R.(2002), "Investigation of a Cu(II) fibre optic chemical sensor using fast sulphon black F (FSBF) immobilised onto XAD-7", *Sensors and Actuators B* 81 (196-201), Manchester

Mahmoud M. (1997), 'Silicagel immobilised eriochrome black-T as potential solid phase extractor for Zinc(II) and magnesium (II) from Ca (II)' , *Talanta* 45 (309-315), Egypt

Mahmoud M. , Soliman E. M. (1997), ' Study of the selective extraction of Iron (III) by silica-immobilised 5-Formly-3-Arylaza-salicylic acid derivatives' , *Talanta* 44 (1063-1071), Egypt

Mahmoud M. (1999), 'Selective solid phase extraction of mercury (II) by silica gel immobilised-dithiocarbamate derivatives', *Analytica Chimica Acta* 398 (297-304), Egypt

Mahmoud M. , Al Saadi M. S. M. (2001), ' Selective solid phase extraction and preconcentration of iron (III) based on silica gel-chemically immobilised purpurogallin' , *Analytica Chimica Acta* 450 (239-346), Saudi Arabia

Malcik N., Oktar O., Ozser M.E., Çağlar ve arkadaşları (1998), "Immobilised reagents for optical heavy metal ions sensing", *Sensors and Actuators B* 53 (211-222), Turkey

Malik W.U. ve Ashraf Y. (1968), "Studies on the murexide complexes of vanadium, thorium and cerium and their colorimetric determination with murexide", *Journal of the Less Common Metals* 16 (4) (385-391), India

Matsunaga H., Ismail A.A., Wakui Y ve Yokoyama T. (2001), "Extraction of rare earth elements with 2-ethylhexyl hydrogen 2-ethylhexylphosphonate impregnated resins having different morphology and reagent content", *Reactive&Functional Polymers* 49 (189-195), Japan

Merck&CO., INC. (1989), *The Merck Index* 11. ed

Merdivan M. , Düz M. Z. , Hamamcı C. (2001), 'Sorption behaviour of Uranium (VI) with N,N-dibutyl-N'-benzoylthiourea impregnated in Amberlite XAD-16' ,*Talanta* 55 (639-645), Turkey

- Moldovan Z. , Vladescu L. , Neague E. (1998), 'Retention of Nitroso R-Salt on anionic resins: Application to the preconcentration and separation of metal ions' , *Revue Roumaine de Chimie* 43 (3) (193-196), Romania
- Mondal B. , Das D. , Das A. K. (2001), ' Application of a new resin functionalised with 6-mercaptopurine for mercury and silver determination in environmental samples by atomic absorption spectrometry' , *Analytica Chimica Acta* 450 (223-230), India
- Moyano S., Wuilloud R.G., Olsina R.A., Gasquez J.A., Martinez L.D. (2001), 'On-line preconcentration system for bismuth determination in urine by flow injection hydride generation inductively coupled plasma atomic emission spectrometry', *Talanta* 54 (2) (211-219), Argentina
- Mayers E. M., Fritz J.S. (1976), 'Separation of metal ions using a hexylthioglycolate resin' , *Analytical Chemistry* 48 (8) (1117-1120), Iowa
- Narin İ., Soylak M., Elci L. , Doğan M. (2000), 'Determination of trace metal ions by AAS in natural water samples after preconcentration of pyrocatechol violet complexes on an activated carbon column' *Talanta* 52 (1041-1046) ,Turkey
- Noressan B. , Hashemi P. , Olin A. (1998), 'Effects of capacity on the preconcentration of trace metals and matrix elimination by on iminodiacetate chelating adsorbent' *Talanta* 46 (1051-1063),Sweden
- Pesovento M. , Profumo A. , Sastre A. (1994), 'Chromatographic behaviour of trace metal ions on a strong base anion exchange resin functionalised by azo ligands', *Talanta* 41 (10) (1689-1697), Italy
- Phillips R. J. , Fritz J. S. (1978), 'Chromatography of metal ions with a thioglycolate chelating resin', *Analytical Chemistry* 50 (11) (1504-1508), Iowa
- Pourreza N. , Behpour M. (1999), 'Column preconcentration of aluminum using eriochrome cyanine R and methyltriethylammonium chloride adsorbent supported on naphthalene with subsequent spectrophotometric determination' *Microchemical Journal* 63 (2) (250-256)
- Prado A. G. S. , Airolidi C. (2001), 'Adsorption , preconcentration and separation of cations on silica gel chemically modified with the herbicide 2,4-dichlorophenoxyacetic acid' , *Analytica Chimica Acta* 432 (201-211), Brazil
- Russell D.S., Campbell J.H. ve Bermaban S.S. (1961), "The spectrophotometric determination of strontium with murexide(ammonium purpurate)", *Analytica Chimica Acta* 25 (1) (81-84), Canada
- Saxena R. , Singh A. K. ve Sami S. S. (1994) , 'Synthesis of a chelating polymer matrix by immobilising alizerin red -S on Amberlite XAD-2 and its application to the preconcentration of Lead (II), Cadmium (II), Zinc (II) and Nickel (II)', *Analytica Chimica Acta* 295(199-204), India
- Shah R. , Surekha D. (1998), 'Chelating resin containing s-bonded dithizone for the separation of Copper (II), Ni (II) and Zinc (II)' , *Talanta* 45 (1089-1096), India
- Shamsipur M.ve Alizadeh N.(1993), "Spectrophotometric study of Co(III), Ni(II), Cu(II), Zn(II), Cd(II) and Pb(II) complexes with some crown ethers in dimethylsulphoxide solution using murexide as a metallochromic indicator", *Talanta* 40 (4) (503-506), Iran

Shamsipur M., Avanes A., Rofouei K. , Sharghi H. , Aghopour G. (2001), ‘Solid phase extraction and determination of ultra trace amounts of Copper (II) using octadecyl silica membrane disks modified by 11-hydroxynaphthacene-5, 12-quinone and flame atomic absorption spectrometry’ , Talanta 54 (863-869) , Iran

Soliman E. , Mahmoud M. E. , Ahmed S. A. (2001), ‘Synthesis, characterization and structure effects on selectivity properties of silica gel covalently bonded diethylenetriamine Mono-and bis-salicylaldehyde and naphthaldehyde schiff’ s bases towards some heavy metal ions’, Talanta 54 (243-253), Egypt

Soylak M., Divrikli U., Dogan M. (1997) , ‘ Column separation and enrichment of trace amounts of Cu, Ni and Fe on XAD-16 resin in industrial fertilisers after complexation with 4-(2-thiazolylazo) Resorcinol’ , J. Trace Microprobe Tech. (15) (197-204) , Turkey

Soylak M., Divrikli U., Elci L., Dogan M. (2002) , ‘Preconcentration of Cr (III), Co (II), Cu (II), Fe (III) ve Pb (II) as calmagite chelates or cellulose nitrate membrane filter prior to their flame atomic absorption spectrometric determinations’ Talanta 56 (565-570) , Turkey

Sturgeon R. E. , Berman S. S. , Willie S. N. ve Desoulniers J. A. H. (1981), ‘Preconcentration of trace elements from seawater with silica immobilised 8-hydroxyquinoline’ ,Analytical Chemistry 53 (2337-2340) , Canada

Tewari P. K. , Singh A. K. (2000), ‘Thiosalicylic acid-immobilised Amberlite XAD-2: Metal sorption behaviour and application in estimation of metal ions by flame atomic absorption spectrometry’ , Analyst 125 (12) (2350-2355)

Tewari P. K. , Singh A. K. (2001), ‘ Synthesis characterization and application of pyrocatechol modified Amberlite XAD-2 resin for preconcentration and determination of metal ions in water samples by flame atomic absorption spectrometry’ , Talanta 53 (823-833) , India

Tewari P. K. , Singh A. K. (2002), ‘Preconcentration of Lead with Amberlite XAD-2 and Amberlite XAD-7 based chelating resins for its determination by flame atomic absorption spectrometry’ Talanta 56 (735-744), India

Tokalioglu S. (1997), ‘ Sultan sazlığı ve sediment örneklerinde metal türlemesi ve faktör analizi’ Phd. , Kayseri

Tokalioglu S., Kartal S., Elci L. (2000), ‘Speciation and determination of heavy metals in lake water by atomic absorption spectrometry after sorption on Amberlite XAD-16 resin’ Analytical Science 16 (1169-1173)

Ueda K. , Sato Y. , Yoshimura O. Ve Yamamoto Y. (1998), ‘Separation and concentration of Lead, Uranium and Copper using polystyrene resins functionalised with azobenzylphosphonic acid ligands’ , Analyst 113 (773-777) , Japan

Vaughan A.A, Narayanaswamy R.(1998), “Optical fibre reflectance sensors for the detection of heavy metal ions based on immobilised Br-PADAP”, Sensors and Actuators B 51 (368-376), Manchester

Volkan M., Ataman Y. O. (1987), ‘Pre-concentration of some trace metals from seawater on a mercapto-modified silica gel’ , Analyst 112 (1409-1412) , Turkey

Watanesk S. , Schilt A. A. (1986), ‘Separation of some transition-metal ions on silica-immobilised 2-pyridine carboxyaldehyde phenylhydrazone’ , Talanta 33 (11) (895-899) , U.S.A

Wen B., Shan X. Q. , Lian J. (2002), 'Separation of Cr (III) and Cr (VI) in river and reservoir water with 8-hydroxyquinoline immobilised polyacrylnitrile fiber for determination by inductively coupled plasma mass spectrometry', *Talanta* 56 (681-687), China

Willie S. N. , Tekgul H. , Sturgeon R. E. (1998), 'Immobilization of 8-hydroxyquinoline onto silicone tubing for the determination of trace elements in seawater using flow injection ICP-MS', *Talanta* 47 (439-445), Turkey

Yaman M., Gücer S. (1995), 'Determination of cadmium and lead in vegetables after activated-carbon enrichment by atomic absorption spectrometry', *Analyst* 120 (101-105) Turkey

Yamini Y. , Massan J. , Mohandesi R. , Bahramifar N. (2002), ' Preconcentration of trace amounts of Beryllium in water samples on octadecyl silica cartridges modified by quinolizarine and its determination with atomic absorption spectrometry', *Talanta* 56 (375-381), Iran

Yu M. , Tian W. , Sun D. , Shen W. , Wang G. ve Xu N. (2001), 'Systematic studies on adsorption of trace heavy metals on thiol cotton fiber', *Analytica Chimica Acta* 428 (209-218), China

Yusof N.A., Ahmad M. (2003)"A flow through optical fibre reflectance sensor for the detection of lead ion based on immobilised gallocynine", *Sensors and Actuators B* 94 (201-209), Malaysia

Zaporozhets O. A. , Ivanko L. S. , Marchenko I. V. , Orlichenko E. V. , Sukhan V. V. (2001), ' Quercetin immobilised on silica gel as a solid phase reagent for Tin (IV) determination by using the sorption-spectroscopic method' , *Talanta* 55 (313-319)

Zhang T. , Shan X. , Liu R. , Tang H. , Zhang S. (1998), 'Preconcentration of rare earth metal elements in seawater with poly(acrylamino phosphonic dithiocarbamate) chelating fiber prior to determination by inductively coupled plasma mass spectrometry' , *Analytical Chemistry* 70 (3964-3968), China

ÖZGEÇMİŞ

Doğum Tarihi	07-10-1977	
Doğum Yeri	Giresun	
Lise	1992-1995	Adapazarı Ali Dilmen Lisesi
Lisans	1996-2000	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen – Edebiyat Fak. Kimya Bölümü
Yüksek Lisans	2001-2003	Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı, Analitik Kimya Programı

