

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



**TOKSİK ESER ELEMENTLERİN UZAKLAŞTIRILMASINDA  
KULLANILACAK AKTİF KARBONUN ANANAS KABUĞUNDAN  
SENTEZİ İÇİN OPTİMUM ŞARTLARIN BELİRLENMESİ**

**Sevda GÜLTEKİN**

Yüksek Lisans Tezi

KİMYA ANABİLİM DALI

Analitik Kimya Bilim Dalı

OCAK 2021

T.C.  
Fırat Üniversitesi  
Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

**TOKSİK ESER ELEMENTLERİN UZAKLAŞTIRILMASINDA  
KULLANILACAK AKTİF KARBONUN ANANAS KABUĞUNDAN  
SENTEZİ İÇİN OPTİMUM ŞARTLARIN BELİRLENMESİ**

Tez Yazarı  
**Sevda GÜLTEKİN**

Danışman  
Prof. Dr. Mehmet Yaman

OCAK 2021  
ELAZIĞ

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

Kimya Anabilim Dalı

Yüksek Lisans Tezi

---

Başlığı: Toksik Eser Elementlerin Uzaklaştırılmasında Kullanılacak Aktif Karbonun Ananas Kabuğundan Sentezi İçin Optimum Şartların Belirlenmesi

Yazarı: Sevda GÜLTEKİN

İlk Teslim Tarihi: 04.01.2021

Savunma Tarihi: 21.01.2021

---

**TEZ ONAYI**

Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına göre hazırlanan bu tez aşağıda imzaları bulunan jüri üyeleri tarafından değerlendirilmiş ve akademik dinleyicilere açık yapılan savunma sonucunda OYBİRLİĞİ ile kabul edilmiştir.

Danışman:	Prof. Dr. Mehmet Yaman Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi	<i>İmza</i> Onayladım
Başkan:	Prof. Dr. Mustafa Karatepe Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi	Onayladım
Üye:	Prof. Dr. Yusuf Dilgin Çanakkale 18 Mart Üniversitesi, Fen Fakültesi	Onayladım

Bu tez, Enstitü Yönetim Kurulunun ...../...../20..... tarihli toplantısında tescillenmiştir.

*İmza*

Doç. Dr. Kürşat Esat ALYAMAÇ  
Enstitü Müdürü

## **BEYAN**

Fırat Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım “ Toksik Eser Elementlerin Uzaklaştırılmasında Kullanılacak Aktif Karbonun Ananas Kabuğundan Sentezi İçin Optimum Şartların Belirlenmesi ” Başlıklı Yüksek Lisans Tezimin içindeki bütün bilgilerin doğru olduğunu, bilgilerin üretilmesi ve sunulmasında bilimsel etik kurallarına uygun davrandığımı, kullandığım bütün kaynakları atıf yaparak belirttiğimi, maddi ve manevi desteği olan tüm kurum/kuruluş ve kişileri belirttiğimi, burada sunduğum veri ve bilgileri unvan almak amacıyla daha önce hiçbir şekilde kullanmadığımı beyan ederim.

21.01.2021

**Sevda GÜLTEKİN**



## ÖNSÖZ

Bu çalışmada, toksik metallerle kirlenmiş suların temizlenmesinde kullanılabilir aktif karbonun bitkisel temelli ananas kabuğu atıklarından elde edilmesi amaçlanmıştır. Ayrıca, çok amaçlı kullanım alanına sahip bu kimyasalın hem ekonomik hem de çevre dostu olarak sentezlenmesi ve aynı zamanda kimyasal analizde önderiştirme aracı olarak kullanılması da bu çalışmanın hedefleri arasındadır. Ölçümlerde ICP-MS kullanılmıştır.

Deneysel ve teorik olarak bana rehberlik eden akademik danışmanım değerli hocam Sayın Prof. Dr. Mehmet YAMAN' a teşekkür ediyorum. Başta annem, babam ve eşim olmak üzere desteklerini hep yanımda hissettiğim tüm aileme şükranlarımı sunuyorum. Deneysel çalışmalarımda bana yardımcı olan bölümdeki asistan arkadaşlarıma ve aynı laboratuvarı paylaştığımız arkadaşlara teşekkür ediyorum.

Yüksek lisans kapsamında FF.19.11 nolu proje ile tezimizi destekleyen Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Proje Birimi 'ne teşekkür ediyorum

Bu tez çalışması, Fırat Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimi (FÜBAP) tarafından FF.19.11 protokol numaralı proje ile desteklenmiştir. Çalışmalar ..... Etik Kurulunun .../.../20... tarih ve ..... sayılı izni ile gerçekleştirilmiştir.

**Sevda GÜLTEKİN**  
ELAZIĞ, 2021

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖNSÖZ.....	iv
İÇİNDEKİLER .....	v
ÖZET .....	vii
ABSTRACT .....	viii
ŞEKİLLER LİSTESİ .....	ix
TABLolar LİSTESİ .....	x
KISALTMALAR .....	xi
<b>1. GİRİŞ .....</b>	<b>1</b>
<b>2. GENEL BİLGİLER .....</b>	<b>3</b>
2.1. Eser Metallerin Canlılardaki Rolü .....	3
2.2. Önderiştirme .....	5
2.2.1. Eser Verimi .....	5
2.2.2. Önderiştirme Faktörü .....	6
2.2.3. Adsorpsiyon Üzerine Etkili Olabilen Faktörler .....	6
2.2.4. Önderiştirme Üzerine Örnek Miktarının Etkisi .....	6
2.2.5. İnorganik Eser Element Analizlerinde Önderiştirme Metotları .....	6
2.2.5.1. Katı Faz Ekstraksiyonu .....	7
2.2.6. Aktif Karbon .....	8
2.2.6.1. Aktif Karbonun Tarihsel Gelişimi .....	8
2.2.6.2. Aktif Karbon Sentezinde Kullanılan Maddeler .....	8
2.2.6.3. Aktivasyon İşlemi .....	9
2.3. Karakterizasyon ve Ölçüm Yöntemleri. ....	11
2.3.1. Karakterizasyon.....	11
2.3.1.1. Kızılötesi Spektrofotometresi (FT-IR) .....	11
2.3.1.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM)' nin Kullanılması.....	12
2.3.1.3. SEM' de Görüntü Alma Teknikleri.....	12
2.3.1.4. Adsorpsiyon İzotermi.....	13
2.3.1.5. Brunauer, Emmett ve Teller(BET) ile karakterizasyon.....	13
2.4. Nicel analiz yöntemleri.....	15
2.3.2.1. İndüktif Olarak Eşleşmiş Plazma – Kütle Spektrometresi (ICP-MS) .....	15
2.5. Analizin Performans Kriterleri .....	16
2.6. Doğruluk.....	16
2.6.1. Duyarlık.....	17
2.6.2. Çalışma Aralığı .....	17
2.6.3. Kesinlik .....	17
2.6.4. İstatistikte Student (t) testi.....	18
2.7. Katı Faz Ekstraksiyonuyla İlgili Yapılmış Çalışmalar .....	18
<b>3. MATERYAL-METOD .....</b>	<b>20</b>
3.1. Ölçümlerde Kullanılan Cihazlar .....	20
3.2. Deneysel Parametreler .....	20
3.3. İlgili Çözeltilerin Hazırlanması .....	21
3.4. Örneklerin Temini .....	21

3.5. Biyokütlenin Aktivasyonu Ve Adsorban Sentezi .....	22
3.6. Biyokütlelerin Karakterizasyonu .....	22
3.6.1 İletkenlik Ölçümleri .....	22
3.6.2. FTIR İle Karakterizasyon.....	22
3.6.3. SEM ile AC nin Karakterizasyonu .....	23
3.6.4. BET ile Karakterizasyon .....	23
3.8. Önderiştirme için Optimizasyon Çalışması.....	27
3.8.1. Önderiştirme İşlemi.....	28
3.9. Optimum Değerlerin Bulunması Çalışmaları.....	28
3.9.1. Optimum PH Aralığının Belirlenmesi.....	28
3.9.2. Karıştırma Süresinin Belirlenmesi .....	29
3.9.3. Başlangıç Hacminin Önderiştirme Üzerine Etkisi .....	29
<b>4. BULGULAR VE TARTIŞMA.....</b>	<b>30</b>
4.1. Sentezlenen Adsorbanların FTIR İle Karakterizasyonu .....	30
4.2. Elde Edilen Aktif Karbonların SEM İle Karakterizasyonu .....	34
4.3. Sentezlenen Adsorbanın BET İle Karakterizasyonu.....	36
4.4. Önderiştirme Üzerine pH Etkisi .....	36
4.5. Önderiştirme İşlemine Karıştırma Süresinin Etkisi .....	37
4.6. Optimize Edilmiş Metodun Doğal Örneklerle Uygulanması.....	38
<b>5. SONUÇLAR.....</b>	<b>40</b>
ÖNERİLER .....	42
KAYNAKLAR.....	43
ÖZGEÇMİŞ.....	A

## ÖZET

---

### Toksik Eser Elementlerin Uzaklaştırılmasında Kullanılacak Aktif Karbonun Ananas Kabuğundan Sentezi İçin Optimum Şartların Belirlenmesi

**Sevda GÜLTEKİN**

Yüksek Lisans Tezi

FIRAT ÜNİVERSİTESİ  
Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

Ocak 2021, Sayfa: xi + 67

---

Ananas yapraklarını da içeren biyoatıkların aktif karbon sentezinde kullanılması daha önceki çalışmalarda yayınlanmıştır. Ancak, bu amaçla, sentez basamağında kimyasal aktivasyon aracı olarak H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> derişimi, karıştırma süresi ve piroliz sıcaklığının optimize edilmesi araştırılmamıştır.

Bu çalışmada, ananas kabukları inert gaz ortamında termal olarak aktif karbona dönüştürüldü. Optimizasyon amacıyla, %25 ten %70 e varan aralıkta H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> derişimi, 5-15 saat aralığında karıştırma süresi ve 500-600 oC aralığında sıcaklık parametreleriyle çalışılarak sentezlenen aktif karbonlar değerlendirilmiştir. Elde edilen adsorbanlar, iletkenlik ölçümü, FTIR, SEM ve BET metodları ile karakterize edildi.

Toksik eser elementlerin önderiştirilmesi basamağında, analitik parametrelerin optimizasyonu için çalışma pH 'ı, karıştırma süresi ve ilk hacim gibi şartlar değiştirilerek çalışılmıştır. Sentezlenen ve amaca uygun olarak bulunan adsorban (%25 lik sülfürik asitle modifiye edilmiş, 9 saat karıştırılmış ve 600 oC de elde edilmiş AC), yine optimize edilen önderiştirme şartlarında (Pb ve Ni için sırasıyla pH=3 ve pH =4.5), doğal sulardaki toksik eser metallerin ppb düzeylerinde bulunan derişimlerinin tayininde kullanılmıştır. Elde edilen verilerden, 45 dakikalık karıştırma süresinin hem Pb hem de Ni için optimum olduğu bulunmuştur. Ölçüm için, aynı anda birden fazla elementin tayininin mümkün olduğu ICP - MS yöntemi kullanılmıştır.

Optimum şartlardaki önderiştirme işlemlerinin uygulanmasıyla, doğal sulardaki Pb ve Ni derişimleri sırasıyla 1.8-8.0 ve 0.6-22.0 ppb (ng/mL) aralığında bulundu. Ölçüm yapılan Pb ve Ni için bulunan konsantrasyonlar, Dünya Sağlık Örgütünce müsaade edilen sınır değerlerinin altında gözlenmiştir.

**Anahtar Kelimeler:** Biyoatık, Önderiştirme, Toksik element, Katı faz ekstraksiyonu, ICP-MS...

## ABSTRACT

---

### Determination Of Optimum Conditions For The Synthesis Of Activated Carbon From The Pineapple Peels To Be Used To Remove Toxic Elements

Sevda GÜLTEKİN

Master's Thesis

FIRAT UNIVERSITY  
Graduate School of Natural and Applied Sciences

Department of Chemistry

January 2021, Pages: xi + 67

---

Usage of biowastes in activated carbon synthesis including pineapple leaves has been published in previous studies. However, optimization of H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> concentration, mixing time and pyrolysis temperature as a chemical activation tool in the synthesis step has not been investigated, up to now.

In this study, pineapple peels were transformed into activated carbon thermally in an inert gas media. In optimization studies, the active carbons synthesized by treatment with H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> in the ranges of concentration from 25% to 70%, mixing time between 5-15 hours, and temperatures between 500-600 °C were evaluated. The adsorbents obtained were characterized by methods such as conductivity measurement, FTIR, SEM and BET.

In the preconcentration step, conditions including pH, stirring time and initial volume were changed for optimization of analytical parameters. The adsorbent synthesized using optimum parameters (modified with 25% sulfuric acid, mixed for 9 hours and obtained at 600 °C) were used for determination of toxic elements in natural waters at the optimized preconcentration pH conditions (pH 3 for Pb and pH 4.5 for Ni) and 45 minutes of stirring time as optimum for both Pb and Ni. In the measurements, the ICP - MS method, in which multiple elements can be determined simultaneously, was used.

By applying preconcentration processes under optimum conditions, Pb and Ni concentrations in natural waters were observed in the range of 1.8-8.0 and 0.6-22.0 ppb (ng / mL), respectively. The concentrations found were below the limit values permitted by the World Health Organization for all the elements studied.

**Keywords:** Biowaste, Preconcentration, Toxic element, Solid phase extraction, ICP-MS

## ŞEKİLLER LİSTESİ

Sayfa

- 
- Şekil 2.1.** Aktif karbonun gözeneklerinde gerçekleşen reaktiflerin adsorpsiyonu ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 2.2.** Stil galerisinden “Başlık 1” seçilerek ana bölüm başlığı için otomatik numara alma ve başlık yazımı yapılandırma işlemi..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 3.1.** Bir şeklin öğeleri; nesne alanı, etiket ve başlık..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 3.2.** Otomatik şekil etiketi eklemek için Word programında “Başvuru” kullanımı **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 3.3.** İki satırdan oluşan bu şekil başlık yazısı 10 punto yazı büyüklüğü ve tek aralık ayarı ile yazılmıştır. Ayrıca, Girinti-Özel-Asılı = 1,7 cm olarak ayarlanmıştır. .... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Şekil 5.1.** Bulguların sunulmasında kullanılabilir bir şekil için örnek ölçeklendirme .... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**

# TABLULAR LİSTESİ

Sayfa

- Tablo 2.1.** WHO'ya göre gıdalar yoluyla alınabilecek toksik eser elementlerin günlük konsantrasyonları 5
- Tablo 5.1.** Numunelerin hesaplanan bant aralıkları (Örnektir) ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Tablo 5.2.** Güneş pili numunelerine ait ölçülen ve hesaplanan elektriksel parametreler (Örnektir) ... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Tablo 5.3.** Numara sistemiyle kaynak gösterimleri içeren bir tablo örneği ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**
- Tablo 5.4.** Soyadı-Yıl sistemiyle kaynak gösterimleri içeren bir tablo örneği ..... **Hata! Yer işareti tanımlanmamış.**

## KISALTMALAR

<b>AAS</b>	: Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi
<b>FT-IR</b>	: Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi
<b>g</b>	: Gram
<b>ICP-MS</b>	: İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektroskopisi
<b>µg</b>	: Mikrogram
<b>kg</b>	: Kilogram
<b>mg</b>	: Miligram
<b>mL</b>	: Mililitre
<b>ng</b>	: Nanogram
<b>pg</b>	: Pikogram
<b>ppb</b>	: Milyarda bir
<b>ppm</b>	: Milyonda bir
<b>t.s</b>	: Tayin sınırı
<b>WHO</b>	: Dünya Sağlık Örgütü

# 1. GİRİŞ

Analitik amaçlı hazırlanan numunelerin analiz metodlarında yaşanan gelişmelere rağmen önderiştirme işlemlerine olan ilgi beklenenin aksine artmaktadır. Bu durumun başlıca sebepleri arasında; grafit fırınlı AAS ve ICP-MS gibi metotlarının duyarlıklarının daha iyi olmasının yanısıra maliyet ve analiz sarfiyatının yüksek olması ve uzman kullanıcı gerektirmeleridir. Alevli AAS ye kıyasla GFAAS de matriks girişimlerinin fazla olması da dezavantajları arasında sayılmaktadır. Özellikle, su ve biyolojik temelli örneklerde ppb düzeyinde bile zararlı olan Pb, Cd, Ni, Cr ve Sb gibi inorganik eser elementlerin bu numunelerden uzaklaştırılmasında önderiştirme parametrelerinden yararlanılması bu yöntemin çokça kullanıldığının göstergelerinden biridir.

Aktif karbon, güçlü adsorpsiyon yapabilme özelliği kazandıran çok iyi gözenekli yapı ve geniş yüzey alanı olan karbonlu bir maddedir. Aktif karbon üretimi için en çok kullanılan materyal odun ve kömürdür. Son yıllarda aktif karbonlar, badem kabuğu, fındık kabuğu, pirinç kabuğu, kayısı çekirdeği kabuğu, şeftali çekirdeği, ve şeker kamışı gibi doğal atıklardan elde edilen karbonların aktive edilmesiyle üretimi sağlanmaktadır. Bu amaçla kullanılan fiziksel yöntem; ham maddeye 700 – 1100 °C aralığında su buharı, karbondioksit veya hava verilerek gerçekleştirilir [1]. Kimyasal yöntem ise; materyalin kimyasal aktivasyonu için asidik ve bazik kimyasallar kullanılarak 400 – 900 °C aralığında piroliz edilir [2].

Fiziksel veya kimyasal yöntemler ile elde edilen aktif karbonun yapısındaki karbon taneciğinin yüzeyi sıvı veya gaz maddeleri çekerek yüzeyinde adsorplar. Aktif karbonun adsorban olarak kullanılmasında iki faktör etkilidir. Bunlar;

1. Belli maddeleri çekebilme yeteğine sahip olan çekici bir yüzeye,
2. Çok miktarda maddeyi tutabilme özelliğine sahip geniş bir yüzeyinin bulunmasıdır.

Suda bulunan toksik eser elementlerinkonsantrasyonları her geçen gün artmakta, bu da ciddi sağlık problemlerine neden olmaktadır [4]. Kirlenmiş sulardan Ni, Pb, Cu, Co ve Cd gibi element iyonlarının uzaklaştırılmasına ilişkin olarak; çöktürme, ekstraksiyon, elektrokimyasal yöntemlerle iyi sonuçlar alınmış olmakla birlikte, düşük derişimlerdeki ağır metal iyonlarının uzaklaştırılmasında çok fazla etkili değillerdir. Son 50 yılda , seyreltik sulu çözeltilerden toksik eser elementlerin uzaklaştırılmasında, aktif karbonun kullanılması, avantajlı bir yöntem olduğu kabul edilmiştir [5]

Bu çalışmada, doğal atık olarak ananas kabukları sülfürik asit ile modifiye edildi. İnert azot gazı ortamında 500 ve 600 °C de piroliz işlemleri uygulanarak farklı gözenekli aktif karbonlar sentezlendi. Aktif karbonların karakterizasyonu için iletkenlik, Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi (FT-IR), Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM) ve Brunauer – Emmett – Teller(BET) metodları kullanıldı.

Bu alıřmanın avantajlarından biri de, ananas kabuęu zirai atıęının H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifikasyonu sonucu elde edilen adsorbanın kullanılmıř olmasıdır.



## 2. GENEL BİLGİLER

Bu bölümde çalışılan eser elementlerin canlılardaki rolü özetlenmiştir.

### 2.1. Eser Metallerin Canlılardaki Rolü

Yüksek konsantrasyonda alınan doğadaki ağır metallerin bazıları canlıların biyolojik fonksiyonlarını negatif yönde etkilemektedirler. Bunlardan bir kısmına uzun süre maruz kalındığında kansere varıncaya kadar çeşitli hastalıklara neden olabilmekte veya kısa süreli de olsa yüksek konsantrasyonlarda ölümle sonuçlanabilmektedir.

İnsan dokularında bulunan 40'tan fazla elementten organizmada önemli metabolik etkileri olanlar gerekli elementler olarak tanımlanırlar. Çeşitli matrikslerdeki, bileşikler derişimlerine bağlı olarak major, minör ve eser bileşenler olmak üzere 3 e ayrılırlar. Majör bileşenler; derişimleri % 0.1'den daha büyük bileşenleri tanımlarken, minör bileşen; derişimleri % 0.1 – 100 ppm aralığında olan derişimler için kullanılmaktadır. Derişimleri 100 ppm'den küçük olanları ise eser bileşenler olarak tanımlamaktadır. Son zamanlarda kullanılan ultra eser terimi, ppb düzeyindeki konsantrasyonlar için kullanılmaktadır.

- İnsan dokularında majör seviyede bulunan elementler Mg, Cl, Na, Ca, S ve P 'dir.
- Eser elementler (< 100 ppm ) üç grupta sınıflandırılabilir:
- Gerekli olan eser elementler: Co, Mn, Cr, Cu, Fe, Zn, Se, V.
- Tedavi maksadıyla kullanılan ancak gerekli olmayan, eser elementler:, Li, Pt, Bi, Al, Ga, Au.
- Hem gerekli olmayan hem de toksik olan elementler: Ni, Cd, Te, Ti, As, Pb, Sb, Hg, Ag [6].

Gerekli elementler, yapılarında metal bulunan enzimlerin gerekli bileşeni olarak veya enzim – metal komplekslerinde aktivatör olarak işlev görürler.

Eser düzeydeki elementlerin canlılarda müsaade edilen konsantrasyonlarından daha yüksek olması istenmeyen veya tanımlanamayan etkilerinin olduğu belirtilmiştir [7].

Toksik eser elementlerden kurşun; hava, toprak ve su yoluyla gıdalara girerek biyolojik sistemler için oldukça zararlı etkilere sahip ve sanayide de çok yaygın kullanılan toksik metallere dendir. Günümüzde yaygın olarak Pb yayan kaynaklar aşağıdaki sıralanmıştır:

- İçme suyu şebeke boruları (yavaş yavaş yerini plastik borulara bırakmaktadır),
- Kurşun kalay alaşımlı kaplar (yoksul ülkeler ve kırsal kesimlerde hala kullanılabilir),
- Benzine katkı (yakın zamanda kaldırıldı),

- Pb içeren boyalar (1940 yılına kadar  $Pb(OH)_2 \cdot 2PbCO_3$ ), formunda duvar boyalarında kullanılan beyaz yağlı boya
- $SiO_2$ 'e PbO formunda katkı olarak kullanılan seramik sırlama tabakası
- Metal sanayi ve akü üretimi,
- Gıda ambalajlarında kullanılan teneke kutuların lehimlenmesi .

Kurşunun insan metabolizmasında kan enzimlerinin değişmesine, beyinde birikerek toksik etki gösterip IQ değerinin düşmesine de sebep olduğu rapor edilmiştir [8]. Dünya Sağlık Örgütü (WHO) tarafından haftalık geçici olarak tolere edilebilen Pb alım miktarı 0.025 mg/kg vücut ağırlığı olarak belirlenmiştir [9].

Vücuda ağız yoluyla giren kurşunun absorpsiyonu, yetişkin insanlarda % 5-10 aralığında iken 8 yaşına kadar olan çocuklarda %7.5-15 (yetişkinlere göre % 50 daha fazla) olabileceği belirtilmiştir [7]. Solunum yoluyla alınan Pb'nin ise absorplanma düzeyi % 30-70 arasında olup küçük çaplı partiküller olması halinde bu oran daha da büyüür.

Kurşunun vücutta birikerek kronik zehirlenmeyle sonuçlaması potansiyeli, bu elementin gıdalardaki ve içeceklerdeki derişimlerinin tayinine olan ilgiyi arttırmıştır önemli kılmıştır [6, 10-11]. Bu nedenle, Dünya Sağlık Örgütü (WHO) içme suyunda 20 ppb kurşunu müsaade edilen sınır değer olarak belirlemiştir.

Toksik eser elementlerden bir diğeri olan Cd, paslanmaya karşı dayanıklı ve yumuşak olması nedeni ile metal endüstrisinde kullanılmaktadır. Ayrıca, sanayide nikel, gümüş, bakır gibi çeşitli metallerle alaşım oluşturulmasında, elektrikli kaplama işlerinde, lehim ve kaynak olarak, uçak sanayinde, nötron tutucu olarak nükleer reaktörlerde, cam üretiminde kullanılan boyalar ve CdS sarı pigmenti gibi pigmentlerde ve kuru akülerde katot olarak kullanılmaktadır.

Mesleki zorunlu alım dışında Cd un insanlara geçmesi en fazla gıdalar yoluyla olmaktadır. Sigara Cd alımın en önemli kaynağıdır. Kadmiyumun en çok zarar verdiği organ böbreklerdir [12, 13]. Kanserojen olan kadmiyumun haftalık geçici olarak tolere edilebilen miktarı Dünya Sağlık Örgütü tarafından 0.007 mg / kg vücut ağırlığı olarak belirlenmiştir [9]. Bu da haftalık geçici olarak 50 µg kadmiyum alımı ile sınırlandırmıştır [9].

Nikel metali vücutta alerjiye sebep olmasının yanısıra bazı inorganik nikel türevleri ile kanser arasında potansiyel ilişki olduğu rapor edilmiştir [14-18]. Bu nedenle, Ni in çevre ve gıda örneklerindeki derişimlerinin tayinine olan ilgi gittikçe artmaktadır. .

İçme sularında müsaade edilen Ni derişimi Avrupa Birliği ülkelerinde 50 µg/L iken Dünya Sağlık Örgütü (WHO) bu değeri 70 µg/L (ppb) olarak belirlemiştir. Yetişkin bir insanın günde en az 2 L su içtiğini düşünülüğünde, bu tayinlerin ne kadar önemli olduğu açıkça anlaşılmaktadır. Tablo 2.1'de Dünya Sağlık Örgütü'nce belirlenen günlük sınır derişimleri verilmiştir.

**Tablo 2.1.** WHO'ya göre gıdalar yoluyla alınabilecek toksik eser elementlerin günlük konsantrasyonları

Toksik Metal Adı	Gıda Yoluyla Alınabilecek Günlük Sınır miktarları ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ )
Cd	7.0
As	15.0
Pb	0,5
Ni	2,8

Eser seviyedeki metal derişimlerini tayin için en çok kullanılan analiz yöntemleri, AAS, AES, UV – Görünür Bölge Spektoksorpsi, ICP–MS, ve NAA gibi yöntemlerdir. Bu yöntemlerden AAS, AES ve UV-Görünür bölge spektroskopi lerin duyarlığı  $\mu\text{g}/\text{kg}$  veya  $\mu\text{g}/\text{L}$  düzeyindeki tayinler için uygun değildir. Bu dezavantajı gidermek için önderiştirme prosedürlerinin kullanılması güncelliğini korumaktadır.

## 2.2. Önderiştirme

Zenginleştirme olarak ta tanımlanabilen önderiştirme , ölçüm yöntemin duyarlığından çok düşük konsantrasyonlarda bulunan bileşenlerin yüksek hacimlerden daha düşük hacme büyük bir verimle alınması sonucu ölçülebilecek kadar yüksek konsantrasyonlara çıkarılmasına olarak açıklanır. Önderiştirme işlem basamakları boyunca genellikle ilk örnekteki bazı maddeler uzaklaştırıldığından ve yabancı maddeler örneğe eklendiğinden, ilk matriks, ölçümlerde daha uygun olan yeni bir bileşime dönüştürülür.

### 2.2.1. Eser Verimi

Eser verimi; aşağıdaki formülle ifade edilir.

$$R_T = \frac{Q_T}{Q_{T^0}} \cdot 100$$

Eşitlikteki  $R_T$  eser verimi,  $Q_T$  önderiştirmeden sonraki,  $Q_{T^0}$  önderiştirmeden önceki eser element miktarını ifade eder.

Verim yüzdesi, önderiştirmeden sonraki eser element miktarının önderiştirmeden önceki eser element miktarına bölünmesiyle bulunan değer 100 ile çarpılır [6].

Genellikle eser verimi, farklı kaynaklardan oluşan kayıplar gibi nedenlerle % 100'den daha küçüktür.

Standart referans maddelerin kullanılması veya standart ekleme metodu eser verimini ölçmek için kullanılır.

### 2.2.2. Önderiştirme Faktörü

Eser elementlerin önderiştirme katsayısı veya önderiştirme faktörü (Preconcentration Coefficient), aşağıdaki eşitlik ile tanımlanır.

$$F = \frac{Q_T/Q_M}{Q_{T^0}/Q_M^0}$$

Eşitlikteki F, önderiştirme faktörü,  $Q_M^0$  ve  $Q_M$  sırasıyla önderiştirmeden önceki ve sonraki matriksin miktarı,  $Q_{T^0}$  ve  $Q_T$  sırasıyla önderiştirmeden önceki ve sonraki eser elementin miktarlarıdır.

### 2.2.3. Adsorpsiyon Üzerine Etkili Olabilen Faktörler

Adsorpsiyonu etkileyen en önemli faktörlerden biri pH tır. Özellikle önderiştirmede kullanılan ligandların pH a bağımlılığı yüksek olduğunda optimum pH belirlenmesi büyük öneme sahiptir. Sıcaklık: Azalan sıcaklık ile adsorpsiyon büyüklüğü artar. Çünkü, adsorpsiyon işlemi genellikle ekzotermik bir tepkimedir. Adsorpsiyonu etkileyen diğer etkenler arasında, büyük yüzey alanı, küçük tanecik boyutu ve gözenek yapılı olması gibi faktörler sayılabilir.

### 2.2.4. Önderiştirme Üzerine Örnek Miktarının Etkisi

Bir analizde gerekli örnek miktarı, kullanılan ölçüm metodunun duyarlığına (LOD) ve analitin konsantrasyonuna bağlıdır.

$\mu\text{g}/\text{kg}$  veya  $\mu\text{g}/\text{L}$  ve daha düşük derişimlerdeki bileşenlerin zenginleştirilmesi için genellikle 1.0 – 10 g' lık katılar veya 10 – 100 mL' lik sıvı örnekler alınır. Teorik olarak çok çok büyüklükte bir örnek miktarına önderiştirme metodu uygulayarak eser elementlerin oldukça küçük derişimlerini tayin etmek mümkün gibi görünse de, kayıp, kirlenme ve girişimlerle bu durum sınırlıdır.

### 2.2.5. İnorganik Eser Element Analizlerinde Önderiştirme Metotları

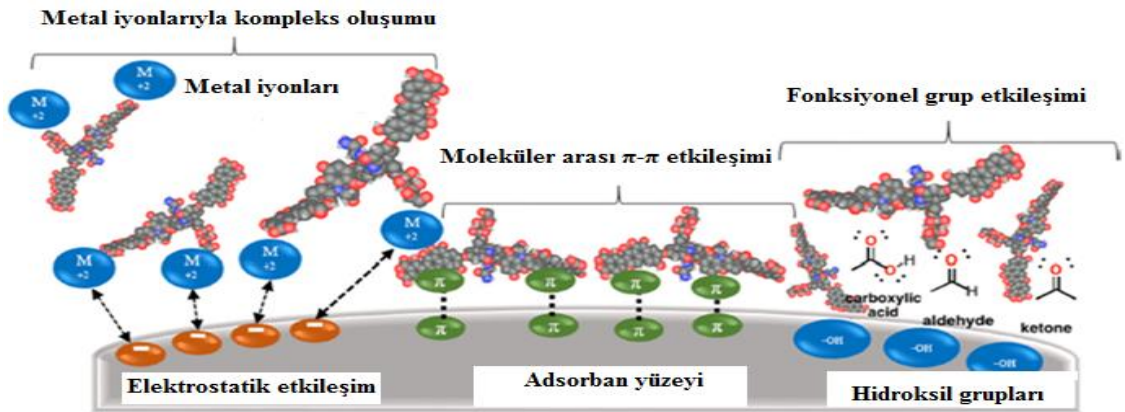
Son yıllarda bilimdeki gelişmelere paralel olarak ppb ( $\mu\text{g}/\text{kg}$ ) veya ng/kg düzeyindeki eser elementlerin tayin edilmesi daha popüler hale gelmiştir. Önderiştirme işleminde, büyük hacimdeki analit miktarı büyük bir verimle küçük hacme alınması şeklinde tanımlanabilir. Önderiştirme için yaygın olarak kullanılan metotlar:

1. Buharlaştırma ile zenginleştirme,

2. Seçici çözme ile önderiştirme,
  3. Sıvı-sıvı ekstraksiyonuyla önderiştirme,
  4. Elektrokimyasal çözme ve toplama ile önderiştirme,
  5. Çöktürme ile önderiştirme ve
  6. Adsorpsiyon,
  7. Sıvı ve iyon deęişim kromatografisi ile önderiştirme
  8. Dondurma ile önderiştirme,
  9. Yüzdürme ile önderiştirme
- şeklinde sınıflandırılabilir.

### 2.2.5.1. Katı Faz Ekstraksiyonu

Yüksek hacimdeki bir çözeltiden katı bir adsorbanla analitin ekstraksiyonuna, katı faz ekstraksiyonu denir [19-20]. Aktif karbonun gözenekli yapısı ve yapılarında oluşan kimyasalların adsorpsiyonu Şekil 2.1. ve 2.2 de gösterilmiştir.



Şekil 2.1. Aktif karbonun gözeneklerinde gerçekleşen reaktiflerin adsorpsiyonu

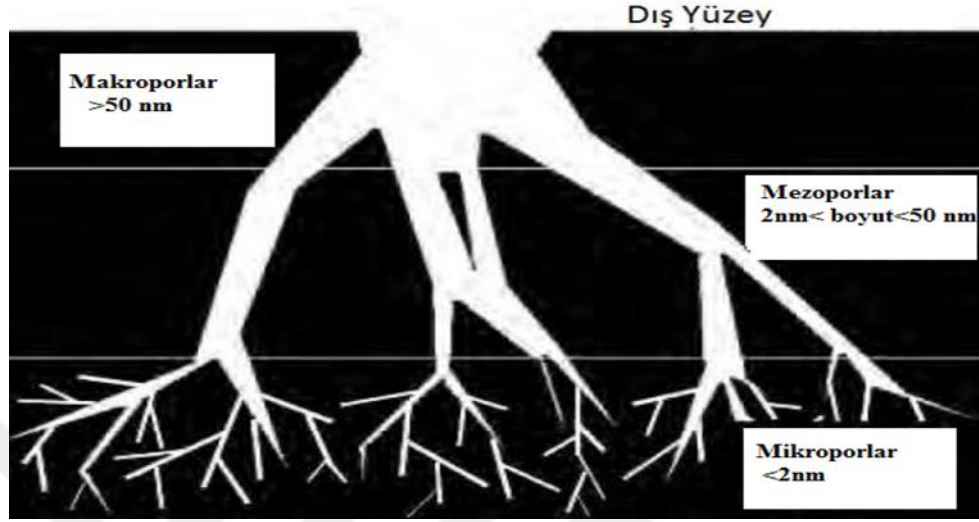
Çözeltiden adsorpsiyona etkileyen önemli bir faktör sıcaklıktır [21].

The International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC) a göre adsorbanların gözenek boyutları genellikle yarıçaplarına göre üçe aşağıdaki şekilde ayrılırlar [1].

- 1) Makro boyutta gözenekler (  $r > 50$  nm )
- 2) Mezo boyutta gözenekler (  $2 < r < 50$  nm )
- 3) Mikro boyutta gözenekler (  $r < 2$  nm )
  - a) Süper – mikro boyutta gözenekler (  $1 < r < 2$  nm )
  - b) Ultra – mikro boyutta gözenekler (  $r < 0.5$  nm )

## 2.2.6. Aktif Karbon

Çok eski yıllardan beri adsorban olarak kullanılan aktif karbon son yıllarda daha geniş alanlarda kullanımı gittikçe artmaktadır.



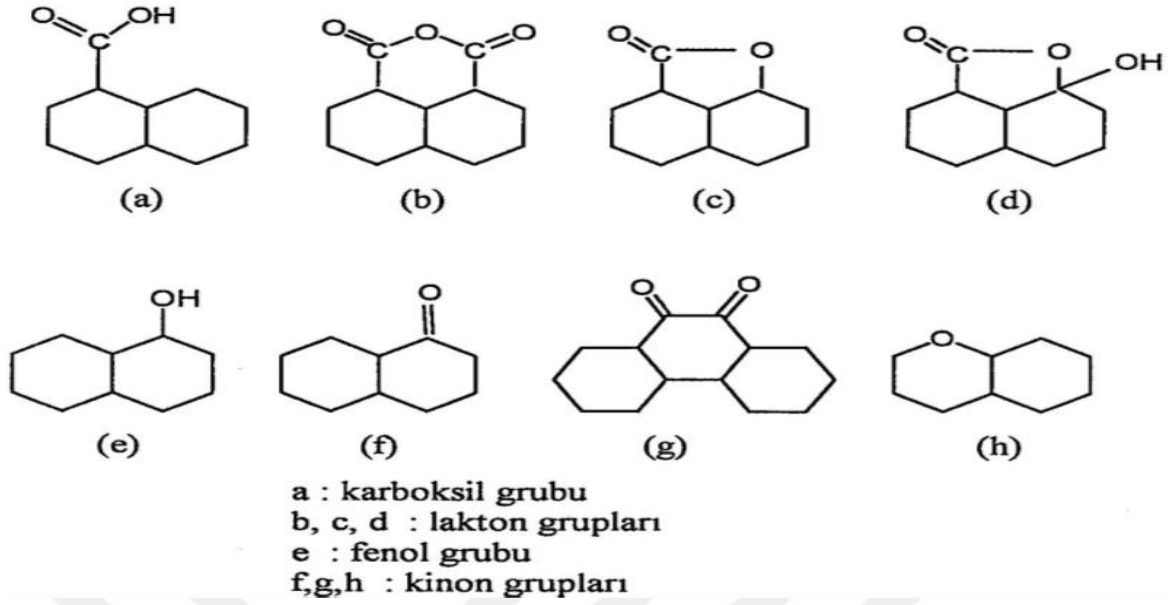
Şekil 2.2. Aktif karbona ait gözeneklerin şekilsel gösterimi [28]

### 2.2.6.1. Aktif Karbonun Tarihsel Gelişimi

Kullanımı MÖ 3000 yıllarına kadar varan aktif karbon, 1. Dünya savaşı sırasında zehirli gazların korunmak maksadıyla üretilen gaz maskelerinin yaygın olarak kullanılmış ve bu alanda büyük bir gelişme yaşanmıştır [2]

### 2.2.6.2. Aktif Karbon Sentezinde Kullanılan Maddeler

Çevre örneklerinde bulunan istenmeyen maddelerin uzaklaştırılmasında yaygın olarak kullanılan AC pürüzlü yüzeye ve geniş yüzey alanına sahip olması nedeniyle oldukça popülerdir [22-23]. Aktif karbon ham maddeleri, kullanılacak alan, prosesin yapısı, adsorplanması istenen maddenin özellikleri ve maliyete göre seçilmektedir. Bu amaçla, odun (%35), kömür (%28), linyit (%14), Hindistan cevizi kabuğu (%10), pirinç kabuğu, fındık kabuğu, şeker kamışı, mısır sapı ve koçanı, içki imalathanesi atığı, kösele atığı, kahve çekirdekleri, meyve çekirdeği, meyve özü atığı, kauçuk atığı, testere talaşı, mısır şekeri, kömür, linyit, odun, kemik, balık, melas ve grafit gibi farklı türdeki ham maddeler aktif karbon üretimi amacıyla kullanılmıştır [24-31]. Bitkilerde olası fonksiyonel gruplar içeren halkalı bileşikler Şekil 2.3 te verilmiştir.



Şekil 2.3. Bitkilerde olası fonksiyonel gruplar içeren halkalı bileşikler [30].

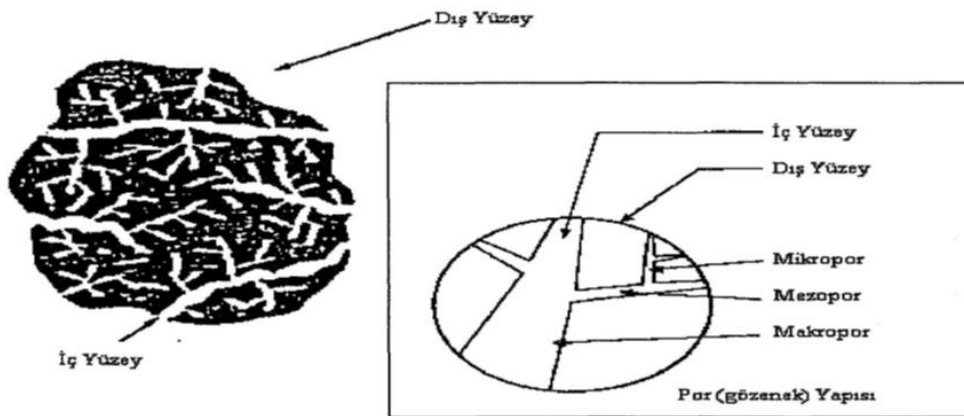
### 2.2.6.3. Aktivasyon İşlemi

Bu amaçla, fiziksel ve kimyasal aktivasyon işlemleri uygulanır [32-33].

Fiziksel aktivasyon işlemi, 700 – 1100 °C sıcaklık aralığında gerçekleştirilir [2].

Kimyasal aktivasyon işlemi için, fosforik asit, sülfürik asit, potasyum hidroksit, çinko klorür, karbonatlar, sodyum hidroksit benzeri kimyasal maddelerle etkileştirme işlemi yapıldıktan sonra aktivasyon işlemi uygulanır. Piroliz basamağında uygulanan sıcaklık aralığı 500 – 900 °C' dir [2].

Ham materyalin yapısı , piroliz sıcaklığı , azot gaz akış hızı , karbonun partikül büyüklüğü ve piroliz süresi gibi faktörler üretilen aktif karbonların gözeneklerinin gelişimini oldukça etkilerler [28, 34-43]. Aktif karbonun dış ve iç yüzeyine ait ayrıntılı gözenek yapısı Şekil 2.4. te verilmiştir. Aktif karbonun yaygın olarak kullanılan alanları Tablo 2.2 'de verilmiştir.



Şekil 2.4. Aktif karbonun dış ve iç yüzeyine ait ayrıntılı gözenek yapısı [21].

**Tablo 2.2.** Aktif Karbonun Yaygın Kullanım Alanları.

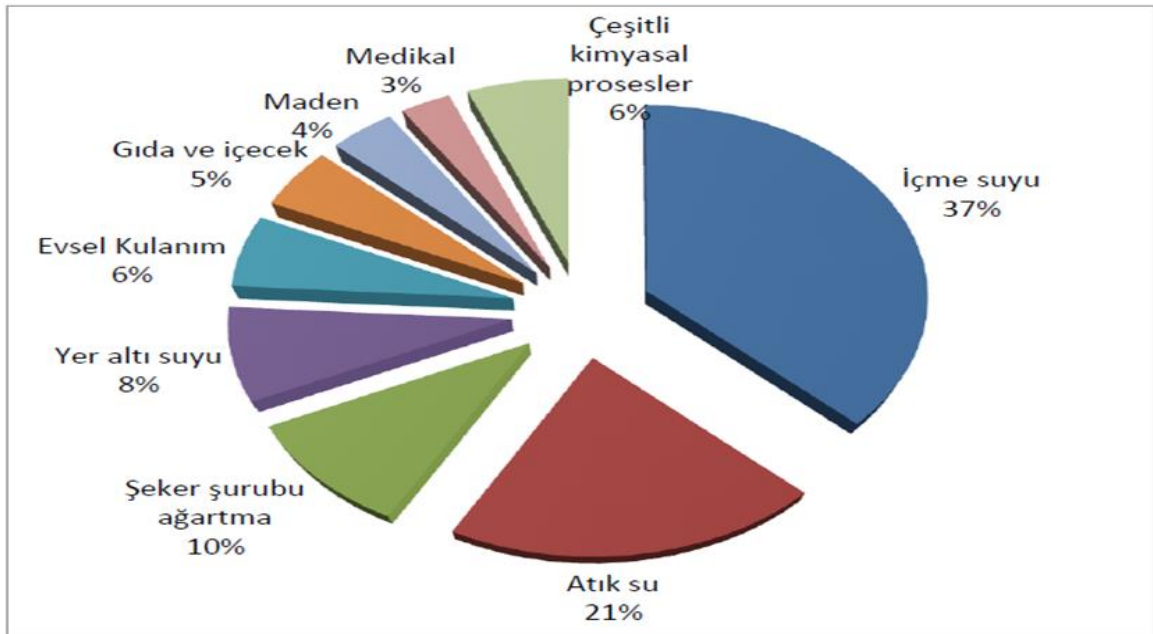
Sıvı Faz	Gaz Faz
Endüstriyel suların işlenmesi	Çözücü geri kazanımı
İçme sularının işlenmesi	Gaz maskesi
Yeraltı sularının işlenmesi	Kumaş
Renk giderimi	Klima
Kimyasal ve farmakolojik saflaştırma	Hava saflaştırma
Metallerin geri kazanımı ( Altın )	

### 2.8.1. Önderiştirme Ve Zenginleştirme İşlemlerinde Aktif Karbonun Kullanılması

Kirlenmiş suların temizlenmesi için genellikle kullanılan aktif karbonun toz veya granül halinde olması gerekir [44-45]. Toz haldeki aktif karbonun kullanımı ise bir temas havuzunda gerçekleşmektedir [46-47].

Aktif karbon ile temizlenecek kirli suyun etkili bir antibakteriyal ön arıtma işleminden geçmiş olması gerekmektedir [48]. Şeker ve benzeri ürünlerden rengin uzaklaştırılması işleminde aktif karbonun kullanımı ikinci büyük alandır. Aktif karbonun sıvı fazdaki uygulamalarının bağlı oranlarını gösterilmesi Şekil 2.5 te verilmiştir.

Altın üretiminde toksik olan civa yerine, aktif karbonun kullanılmasına da günümüzde büyük rağbet vardır [49,50]. Aktif karbonun ülkelere göre tüketimi Tablo 2.3 te verilmiştir.



**Şekil 2.5.** Aktif karbonun sıvı fazdaki uygulamalarının bağlı oranlarını gösterilmesi [30]

**Tablo 2.3.** Ülkelere göre aktif karbonun tüketim yüzdesi [5].

Kullanım alanları	İngiltere %	Rusya %	Almanya %	Fransa %	Çin %	Japonya %	Diğerleri %	Toplam tüketim (ton)
Adsorpsiyon	66.1	17.7	3.0	1.6	3.8	4.2	3.6	134.300
İyon değişimi	56.0	22.6	4.1	1.8	4.4	4.9	6.2	38.517
Kromatografi	69.6	7.9	4.6	1.7	5.5	5.4	5.3	230.130
Adsorbant	51.1	26.2	3.7	1.0	5.1	7.1	5.8	16.074
Gaz Adsorpsiyonu	61.2	18.9	5.2	1.8	3.6	5.0	4.3	8.473
Sıvı Adsorpsiyonu	68.1	17.7	2.6	1.6	3.3	3.4	3.3	4.835

## 2.3. Karakterizasyon ve Ölçüm Yöntemleri.

### 2.3.1. Karakterizasyon

#### 2.3.1.1. Kızılötesi Spektrofotometresi (FT-IR)

2500-15000 nm ( $4000-650\text{ cm}^{-1}$ ) aralığındaki kızılötesi ışınlarının moleküller tarafından absorplaması temeline dayanan bu yöntem FT-IR spektroskopisi olarak tanımlanır. Moleküllerin üzerine belirli bir dalga boyundaki ışın gönderildiğinde molekülde dönme, titreşim veya elektronik özelliklerinde değişimler meydana gelir. Bunlardan, dönme ve titreşim seviyelerindeki değişimleri FTIR incelemektedir [51-52]. Dönme ve titreşim geçişlerinin enerjisi elektronik geçişlerin enerjisinden çok daha düşük olduğundan, dönme ve titreşim geçişlerine sebep olan IR ışınları daha düşük enerjilidirler. FT-IR spektrofotometreleri genellikle dalga sayısına karşı geçirgenliği veya absorpsiyonu kaydeder. Normal FT-IR spektrofotometreleri 2500 – 25000 nm aralığında olduklarından  $4000 - 400\text{ cm}^{-1}$  aralığında bir spektrum oluşur. Bu spektrumun 7500-15000 nm ( $1300-650\text{ cm}^{-1}$ ) arası moleküle özgü titreşimlerin gözleendiği parmak izi bölgesi adını alır. 2500-7500 nm ( $4000-1300\text{ cm}^{-1}$ ) arasında ise organik fonksiyonel grupların her birinin ayrı ayrı titreşimleri gözlenir. IR ışınları; uzak, orta ve yakın IR olmak üzere 3 bölgeye ayrılır [52]. Genellikle orta IR bölgesi kullanılmaktadır. IR ışınları absorplandığında eğilme ve gerilme titreşimi olmak üzere iki tür moleküler titreşim hareketi gözlenir. Bunlar Eğilme titreşimleri düzlem içi (makaslama ve sallanma) ve düzlem dışı (dalgalanma ve burulma) olmak üzere iki

türlüdür. Moleküldeki eksenler boyunca kısalma ve uzamaların olması Gerilme titreşimi olarak adlandırılır [53].

FTIR absorpsiyon Spektroskopisi, yapısal analizde yaygın olarak uygulanan fazla örnek miktarı gerektirmeyen, ekonomik ve hızlı bir yöntemdir. Her bir Kimyasal maddenin FTIR spektrumu o maddeye özgüdür. FTIR' nin kullanım alanları şunlardır:

a) Kalitatif Analiz: FTIR spektrumu her bir madde için özgün olduğundan binlerce kimyasalın spektrumları çekilerek büyük sayıda arşivler yapılmıştır. Maddenin spektrumu bu arşivlerdeki özgün yapılar ile karşılaştırılarak kalitatif analiz yapılır.

b) Yapı Aydınlatılması: Her bir madde için alınan FTIR spektrumu özgün pikler elde edilir. Bu şekilde çekilen spektrumuda hangi organik fonksiyonel grupların olduğu belirlenerek maddenin yapısı aydınlatılmaya çalışılır. Aynı zamanda madde yapısının değişmesi ile özgün piklerin yerinin de değişmesi oldukça önemlidir. [54].

### **2.3.1.2. Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM)' nin Kullanılması**

Son zamanlarda, SEM, birçok araştırma ve çalışmada çok fazla kullanılan bir metod olarak yerini almıştır. Böylece, çalışılan örneklerin yüzey özellikleri daha ayrıntılı, daha kısa sürede ve daha güvenilir ortaya çıkmaktadır.

Bu yöntemde, görüntü iletimini sağlayan, ışık yollarını merceklerle değiştirerek daha küçük ayrıntıların gözlenebilmesine imkan veren aygıtlar vardır. Bu nedenle, Elektron – optik kurallar çerçevesinde üretilen taramalı elektron mikroskobu (SEM) çok yaygın kullanılan bir aygıt olmuştur. SEM' de elektron demetinin kullanılmasıyla örneğin uyarılması sonucunda oluşan sinyaller algılanır ve görüntüye dönüştürülür. Geri saçılan elektronlar ise örneğin değişik bölgelerindeki bileşen farkını gösterir.

### **2.3.1.3. SEM' de Görüntü Alma Teknikleri**

SEM' de, örnek üzerine gönderilen elektron demetinin örnekten yansması ve yansıyan sinyallerin algılanması sonucu görüntü oluşur. Böylece, görüntülerde harika bir alan derinliğini görülür [55].

Tarama işlemi: Bir elektron demeti örnek kabına gönderildiğinde örnek yüzeyiyle tek bir noktada çarpışır. Bu çarpışma sonucunda ikincil, geri saçılan ve soğurulmuş elektronlar ile kaydedilebilen sinyaller oluşur. Elde edilen sinyallerin uygun algılayıcılar tarafından toplanması ile bu tek noktanın bileşimi ve topoğrafisi gibi farklı özellikleri belirlenebilir. Taramalı elektron mikroskopunda büyültme işlemi cihazdaki tarama bobinleri ile yapılır.

Kontrast: Herhangi bir görüntüde bir objenin bulunup bulunmadığını, eğer bulunuyorsa özelliklerini belirleyebilmek için objeden algılanan sinyallerde kontrast olarak tanımlanan

farklılıklar oluşur. Bir bileşim görüntüsünde atom numarası büyük olan bölgeler her zaman daha büyük sinyal değerine sahiptir.

Görüntü kalitesi: Görüntü kalitesini belirleyen en önemli etken, algılayıcılara ulaşan sinyalin kalitesidir. Görüntü belirginliğinin bozulması, görüntü sinyalleri üzerine düşen gürültüden kaynaklanır. Gürültü ise yeterli olmayan görüntü sinyallerinin her tarama periyodunda değişken olması ve oynamasıdır.

#### **2.3.1.4. Adsorpsiyon İzotermi**

Deneysel olarak bulunan adsorpsiyon izotermelerinin diğer adsorpsiyon verileriyle birlikte değerlendirebilmek için Langmuir ve Freundlich izotermeleri türetilmiştir [60].

##### **Langmuir İzotermi**

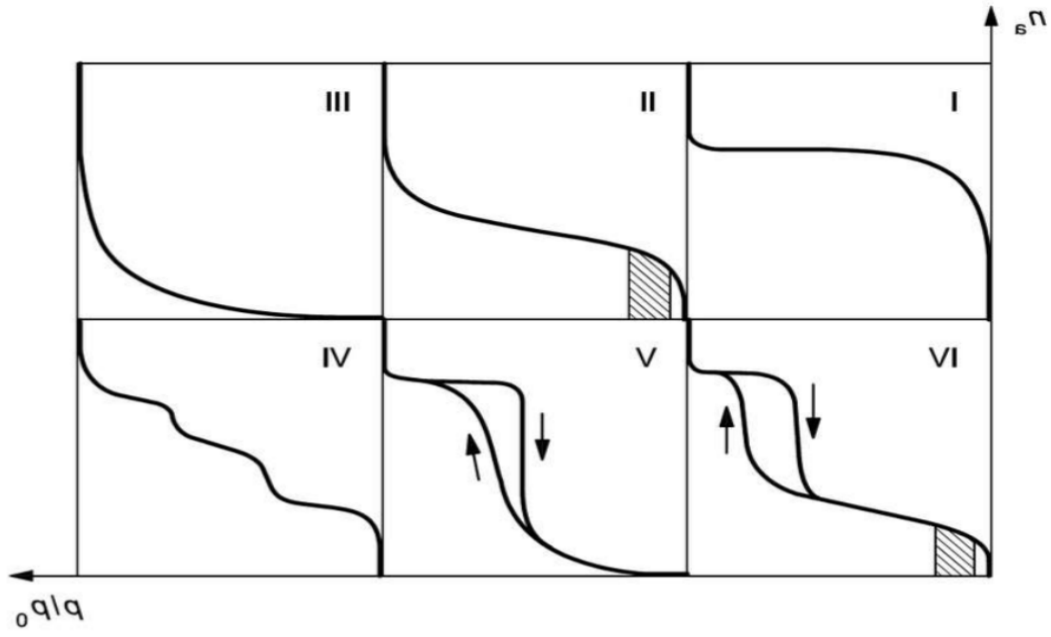
Bu izoterme göre tutulan madde tek tabakalıdır (yanımonomolekülerdir). Bir dt zamanında adsorplanan gaz miktarının, katı yüzeyinden ayrılan gaz miktarına eşit olmasını ifade eden adsorpsiyon dinamik dengesi vardır. Buna göre, yüzeydeki tüm noktalar eşit duyarlılıktadır ve tutunmuş olan moleküller arasındaki çekme kuvvetlerinin ihmal edilmesi kabulüne dayanır [60].

##### **Freundlich İzotermi**

Freundlich izotermi olarak bu üstel izotermde, orta düzeydeki derişim veya basınçlarda adsorpsiyon tamamen ampirik olarak verilir. Bilinen miktardaki adsorplayıcı tarafından adsorplanan madde miktarı, derişimle ya da basıncın artmasıyla artar.

#### **2.3.1.5. Brunauer, Emmett ve Teller(BET) ile karakterizasyon**

Brunauer, beş çeşit izoterm ileri sürmüştür. Şekil 2.6'da P, denge basıncını, P<sub>0</sub>, adsorplananın doygun buhar basıncı, n<sub>a</sub>, adsorplanan gaz miktarını gösterir.



Şekil 2.6. Brunauer, Emmett ve Teller'e göre izoterm tipleri [28].

En az karmaşık olan Tip I izotermde, adsorplanan madde miktar yüksek bağıl basınç ( $p/p_0$ ) değerlerinde sınır değere yaklaşması ile karakterize edilir. Çok ince gözenekli yapıda olan katılar bu izoterm biçimindedirler. Adsorpsiyon basıncın çizgisel bir fonksiyonu olarak başlar, sonra daha az hızlı olarak yükselir. Tip 1 izotermi tek tabaka adsorpsiyonunun gösterirken diğer tip izotermeler çok tabakalı yapıyı gösterir.

S biçiminde (sigmoidal) bir izoterm olan Tip II izotermde gözenekli olmayan veya makrogözenekli pek çok katılar diğer buharlar için geçerlidir. BET kuramına göre ilk tabaka dışındaki bütün tabakalarda adsorplananın miktarları aynıdır. Burada ilk tabaka dolmadan ikinci tabaka da biraz dolmaktadır.

Adsorpsiyon ısısının yoğunlaşma ısısına eşit veya daha küçük olduğu hallerde görülen Tip III izotermi, izotermi basınç eksenine göre dış bükeydir. Adsorpsiyon ısısının pozitif veya negatif oluşuna bağlı olarak çok tabakalı adsorpsiyon, sırasıyla Tip II ve Tip III yapısındadır [28].

Mezogözenekli veya gözenek çapı 2 nm ile 50 nm arasında olan bir katı için Tip IV izotermi, başlangıçta Tip II izotermine benzer yolu izler. Doygunluk basıncına doğru basınç eksenine paralellik gösterir.

En zor yorumlanabilen Tip V izotermde, Tip III izotermde olduğu gibi adsorplayıcı-adsorplanan ilgisi zayıftır.

Düzenli bir yüzey üzerinde basamaklı çok tabakalı adsorpsiyon sonucu gözlenebilen Tip VI izotermde, d Başlangıçtaki birkaç tabakanın her biri bağıl basıncın sınırlanmış bir bölgesi üzerinde adsorplanır ve çok düşük bağıl basınçta izoterm basınç eksenine dış bükeydir. BET izoterm denklemi genellikle;

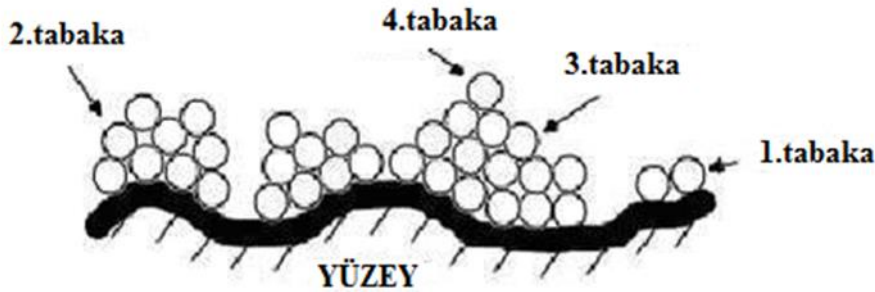
$$\frac{P}{V(P_0 - P)} = \frac{1}{V_m c} + \frac{(c - 1)P}{V_m c P_0}$$

doğrusal biçimiyle verilir. Eşitlikte,  $P_0$  adsorplananın deney sıcaklığındaki doymuş buhar basıncını,  $P$  adsorpsiyonun ölçüldüğü andaki doymuş buhar basıncını ve  $V_m$  tek tabaka kapasitesi olup;  $C = e^{E_1 - E_L/RT}$

bağıntısıyla verilir.. Bağıntıdaki  $(E_1 - E_L)$  net adsorpsiyon ısısı olup  $P/P_0$  bağıl basınç değerine karşı  $P/V(P_0 - P)$  değerleri grafiğe geçirilirse eğimi  $(c - 1)/(V_m c)$  kayması ise  $1/V_m c$  bir doğru elde edilir.

Çok tabakalı adsorpsiyon kuramı kritik sıcaklığın altındaki sistemlere yani buharlara uygulanır. Kritik sıcaklığın üzerinde yalnız tek tabakalı adsorpsiyon oluşur.

Çok tabakalı adsorpsiyonda etkili olan kuvvetler yoğunlaşma kuvvetleri olup kritik sıcaklığın üzerinde yalnızca tek moleküllü adsorpsiyon cereyan eder (Şekil 2.7) [61]



Şekil 2.7. BET izotermine göre adsorpsiyonun gerçekleştiği tabakaların şekilsel gösterimi [30]

## 2.4. Nicel analiz yöntemleri

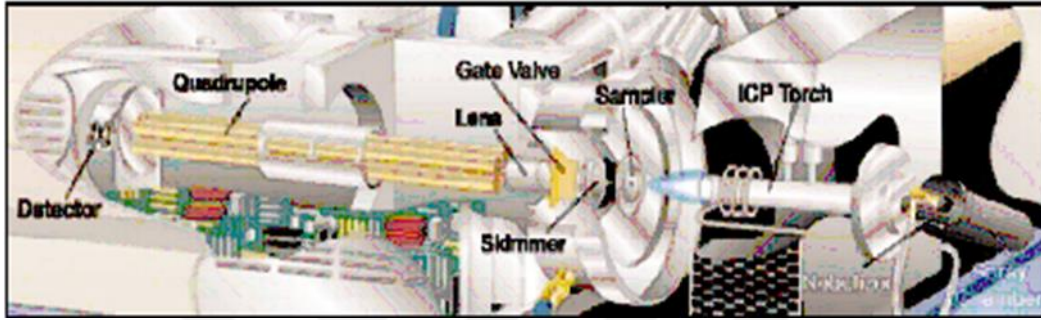
### 2.3.2.1. İndüktif Olarak Eşleşmiş Plazma – Kütle Spektrometresi (ICP-MS)

ICP-MS; katı ve sıvı örneklerde 60 yakın elementin hızlı, ucuz, duyarlı ve güvenilir olarak tayin edilebildiği analitik bir cihazdır.

Çok sayıda elementi aynı anda tayin edebilmesinin yanısıra izotop oranlarının belirlenmesinde de kullanılabilmesi ICP-MS e büyük üstünlük kazandırmaktadır.

Analiz edilecek örnekte bulunan metaller İndüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma bölümünde iyonlarına ayrıldıktan sonra kütle spektrometresine ulaşır. Elementler kütle spektrometresinde kütle/yük (m/z) oranlarına göre ayrılarak ölçülürler. Optik emisyon spektrometresinde kullanılan Argon (Ar) plazması ile ICP – MS deki plazma aynıdır. Birçok elementin 1. İyonlaşma enerjisi Argon (15.76 Ev) asal gazından küçük olduğundan ötürü elementler plazma ortamında pozitif iyonlarına dönüşür.

ICP – MS cihazı başlıca aşağıdaki bölümlerden oluşmaktadır



- Örnek verme,
- Aktarıcı koniler,
- ICP,
- İyon lens sistemi
- Kütle seçici (Kuadropol),
- Dedektör

Çözeltide eser düzeyde bulunan element derişimlerinin tayin edilmesinde ICP-MS, direk olarak kullanılabilir. Birçok element için gözlenebilir sınırları ppb (ng/L) veya daha düşük derişimlerin altındadır. ICP-MS' in dinamik (çalışma) aralığı diğer yöntemlere göre oldukça geniştir. Farklı derişimlere sahip birçok elementin eş zamanlı tayinine imkan sağlamanın başlıca nedeni geniş bir konsantrasyon aralığında dinamik aralığa sahip olmasıdır. Başka tekniklerle de eşleştirilebilen numune gönderme sistemleri (akışa enjeksiyon sistemi hidrür oluşturma, lazerle parçalama, elektrotermal ısıtma, çeşitli sisleştiriciler gibi) benzer şekilde ICP-MS ile de kullanılabilir ve bu durum katı numunelerle de çalışabilme imkanını sağlar

## 2.5. Analizin Performans Kriterleri

Bu bölümde analiz sonuçlarının güvenilirliğiyle ilgili parametreler özetlenmiştir.

## 2.6. Doğruluk

Analiz sonuçlarının gerçek veya doğru kabul edilen sonuca yakın olmasına doğruluk denir. Doğruluk net bir şekilde tayin edilemediğinden, doğru değer yerine doğru kabul edilen sonuç kullanılır. Doğruluğun ölçüsü, hatadır. Doğruluk, mutlak ve bağıl hata olarak 2 ye ayrılır.

Mutlak hata: Bir  $X_i$  değeri için mutlak hata (H), aşağıdaki eşitlikteki gibidir.

$$H = X_i - X_t$$

Eşitlikteki  $X_t$ , kabul edilen veya gerçek değerdir. Bu nedenle, bir ölçümün mutlak hatası, ölçülen değer ile gerçek kabul edilen değer arasındaki farktır. Bulunan değer büyük ise işareti pozitif, ölçülen değer küçük ise işaret negatiftir.

Bağıl hata: mutlak hatanın gerçek değere oranı ile tanımlanan bağıl hata genellikle %bağıl hata olarak verilir ve şu eşitlikle tanımlanır;

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

Genellikle mutlak hataya göre bağıl hatanın kullanılması daha yararlıdır.

### 2.6.1. Duyarlık

Gözlenebilme sınırı (LOD) ve tayin sınırı (LOQ) ile tanımlanan duyarlık, C ye karşı, sinyal (I) değişiminin eğimi (dS/dC) şeklinde de açıklanır. Duyarlıktaki, gözlenebilme sınırı, kör değer in standart sapmasının 3 katı (3S ile) ve tayin sınırı ise yaklaşık 10 katıdır. Tayin sınırı (LOQ) olarak ifade edilen. güvenilir en düşük konsantrasyonlar, kalibrasyon grafiğinden de bulunabilir.

### 2.6.2. Çalışma Aralığı

Sinyalin derişim ile doğrusal değıştiğı derişim aralığına dinamik aralık, doğrusal aralık veya çalışma aralığı denir. Yöntemden yonteme değışmekle birlikte, sinyal – konsantrasyon eğrisi yüksek derişimlerde doğrusallıktan uzaklaşır ve eğim azalır. Tayin sınırı ile doğrusallığın bozulmaya başladığı derişim arasındaki aralık da dinamik aralığı ifade eder.

### 2.6.3. Kesinlik

Kesinlik; ölçümlerin tekrarlanabilirliği, yani aynı örnek alt parçalarının aynı işlemler sonucu elde edilen sonuçların birbirine yakınlığı kesinlik olarak tanımlanır. Genellikle standart sapma ile verilir. Ölçüm sayısı 20 'den az olan durumlarda, standart sapma; aşağıdaki eşitlikle verilir.

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - X)^2}{N - 1}}$$

$\bar{X}$ = ortalama deęer

Analiz sayısı 20 'den fazla ise, standart sapma;;

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^N (X_i - \bar{X})^2}{N}}$$

eşitlięi ile tanımlanır.

Özetle, kesinlik ve doęruluk aynı deęildir.

#### 2.6.4. İstatistikte Student (t) testi

Yeni geliştirilen veya modifiye edilen bir metodun güvenilirlięinin belirlenmesinde bu test uygulanır. Bu testte, X1: yeni yöntem ile elde edilen verilerin ortalamasını, X2: güvenilir yöntem ile elde edilen verilerin ortalaması olmak üzere göster, X1 ile X2 karşılaştırılır.

X1-X2 farkı  $t_{s\sqrt{(N1+N2)/N1XN2}}$  istatistiksel deęerinden daha küçük veya bu sonuca eşit ise iki ortalama arasındaki farkın belirli bir hatadan kaynaklanmadıęı dięer bir ifade ile anlamsız olduęu şeklinde deęerlendirilir. X1-X2 farkının  $t_{s\sqrt{(N1+N2)/N1XN2}}$  istatistiksel deęerinden daha büyük bulunması halinde ise iki ortalama arasındaki farkın belirli bir hatadan kaynaklandığı veya anlamlı olduęu ve bu yeni metodun güvenilir olmadığı sonucuna varılır.

Eşitlikteki t büyüklüğü serbestlik derecesine baęlı olarak tablolardan bulunur. Standart sapma s ise ortak standart sapma olup ,

$$s_{ortak} = \sqrt{(\sum x1^2 - (\sum x1)^2/N1 + (\sum x2^2 - (\sum x2)^2/N2)/(N1+N2)-2}$$

eşitlięiyle verilir.

Eşitlikteki N1 ve N2 sırasıyla yeni teknik ve güvenilir yöntemle elde edilen verilerin sayısıdır.

$\sum x1^2$  ise yeni teknik ile elde edilen her bir sonucun karelerinin toplamını,  $(\sum x1)^2$  da yeni metod ile elde edilen sonuçların toplamının karesini ifade etmektedir. Benzer tanım  $\sum x2$  için de geçerlidir.

#### 2.7. Katı Faz Ekstraksiyonuyla İlgili Yapılmış Çalışmalar

2003 yılında Soylak ve Narin tarafından yapılan bir çalışmada, PAN ligandı ve Ambersorb 563 reçine adsorbantı kullanılmıştır. Bu çalışmada, musluk sularındaki Ni derişimi 1.8 – 4.2 ppb, Pb ise <DL – 21 ppb, Şişelenmiş mineral sularda Ni 1.6 – 9.4 ppb, Pb ise 2.8 – 20 ppb aralığında bulunmuştur [55]. Yöntem standart referans maddelere de uygulanmıştır.

2005 yılında Malcı ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada, numunelerdeki toksik metal tayinleri için, önderiştirme ve seçici ekstraksiyon yöntemleri uygulanmıştır [56].

2006 yılında Yaman ve İnce tarafından yapılan bir çalışmada, PAR ligandı ve XAD-7 reçinesi önderiştirme amacıyla kullanılarak mineralli sularda nikel FAAS ile tayin edilmiştir. Bu çalışmada, örneklerdeki nikel derişimi 2.04–21.03 ppb aralığında bulunmuştur [57].

Kaya ve ark. tarafından 2008 yılında yapılan çalışmada, PAR ligandı ve aktif karbon adsorbantı kullanarak su örneklerindeki ultraeser nikel önderiştirilmiş ve FAAS ile tayin edilmiştir [58].

2008 yılında Ghaedi ve arkadaşları bakır ve kurşunun modifiye edilmiş katı faz ekstraksiyonuyla tayini için, aktif karbonu değişik ligandlar kullanarak alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile çalışma yapmışlardır. [59].



### 3. MATERYAL-METOD

#### 3.1. Ölçümlerde Kullanılan Cihazlar

Deneysel çalışmalarda kullanılan Cihazlar ve düzenekler aşağıda verilmiştir.

İndüktif Eşleşmiş Plazma-Kütle Spektrometresi (ICP-MS -Perkin Elmer Elan9000),

Taramalı Elektron Mikroskopisi (SEM), (JEOL JSM-7001F- Field Emission Scanning Electron Microscope ve Zeiss Evo Scanning Electron Microscope),

Manyetik Karıştırıcı (VELP Multiposition heating magnetik stirrer),

Fourier Transform İnfrared Spektrofotometresi (FT-IR - Perkin Elmer),

Pressleme Cihazı (Graseby/Specac),

Elektronik terazi (Gec-Avery),

Santrifüj (NF 200 Nüve),

pH metre (SCHOTT LabStar Ph),

Destile Su Cihazı (Milipore Direct-Q),

Etüv (M 6040 P Hot Air Sterilizer Laboratoryovan),

BET cihazı ( Micromeritics Asap 2020 Surface Area And Porosity Analyzer)

Raman Spektrometresi

Değişik büyüklükte beher, pipet, erlen, balon joje, mezür, huni, cam malzeme.

#### 3.2. Deneysel Parametreler

ICP-MS ile ölçümlerde uygulanan şartlar Tablo 3.1 de verilmiştir.

**Tablo3.1.** ICP-MS ile metal tayininde uygulanan şartlar

İndüktif Eşleşmiş Plazmalı Kütle Spektroskopisi Modeli(ICP-MS)	Perkin-Elmer Elan 9000
RF	1000W
Sprey haznesi	Ryton, çift geçişli
Nebulizatör	Çapraz akım
Taşıyıcı gaz akış oranı	0,9 L min <sup>-1</sup>
Yardımcı gaz akış oranı	1,0 L min <sup>-1</sup>
Plazma gaz akış oranı	15 L min <sup>-10</sup>
Örnek alım oranı	1,0 Ml min <sup>-1</sup>
Dedektör modu	Otomatik
İç standart	İr

Entegrasyon zamanı	Bağımlı eleman
--------------------	----------------

FT-IR spektrofotometresi ile spektrumlar:

- (1) Ananas kabukları bitki öğütme makinasında öğütüldükten ve 270 mesh eleklerle elendikten sonra kimyasal modifikasyondan önce;
- (2) Farklı derişimlerdeki H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile kimyasal modifikasyondan sonra ve
- (3) Piroliz ve HCl ile aktifleştirmeden sonra sentezlenen aktif karbonların agat havanda öğütülmesiyle elde edilen aynı örneğe ait 3 ayrı alt örnek için alındı.

Taramalı elektron mikroskobu (SEM) için optimum şartlarda elde edilen aktif karbonun SEM görüntüleri için altın kaplama uygulandı. Vakum altında farklı oranlarda büyütülerek elde edilen SEM görüntüleri için 15 kw' luk güç uygulandı.

### 3.3. İlgili Çözeltilerin Hazırlanması

Nicel analiz amacıyla çalışma eğrilerini elde etmek için belirli derişimlerde stok ve seyreltik çözeltiler hazırlandı.

1000 ppm 'lik stok metal çözeltileri: 100 mg metal içeren metal nitrat tuzları seyreltik nitrik asitte çözülerek 100 mL 'ye tamamlandı.

Model çözelti: 10 ppb Cd, 20 ppb Cr, Ni ve U, ve 30 ppb Pb içeren çözeltiler.

%18 'lik HCl çözeltisi: d=1,19 g/mL olan %36' lık derişik asitten 10 mL alınarak 20 mL 'ye seyreltildi.

0.1 M CH<sub>3</sub>COONa: 2.05g katı CH<sub>3</sub>COONa alınıp suda çözünürleştirildikten sonra saf suyla 250 mL 'ye seyreltildi.

0.1M CH<sub>3</sub>COOH: Yd=1,05 g/mL olan %100' lük derişik asitten 0.6 mL alınarak 100 mL 'ye seyreltildi

pH 3-6 Aralığında Tampon Çözeltilerinin Hazırlanması

pH 3 tamponu: 0,1 M sodyum sitrat çözeltisine 0.1 M HCl in eklenip pH ölçülmesiyle hazırlandı.

pH 4 tamponu: 10 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COONa ile 40 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COOH karıştırılarak hazırlandı.

pH 5 tamponu: 35 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COONa ile 15 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COOH karıştırılarak hazırlandı.

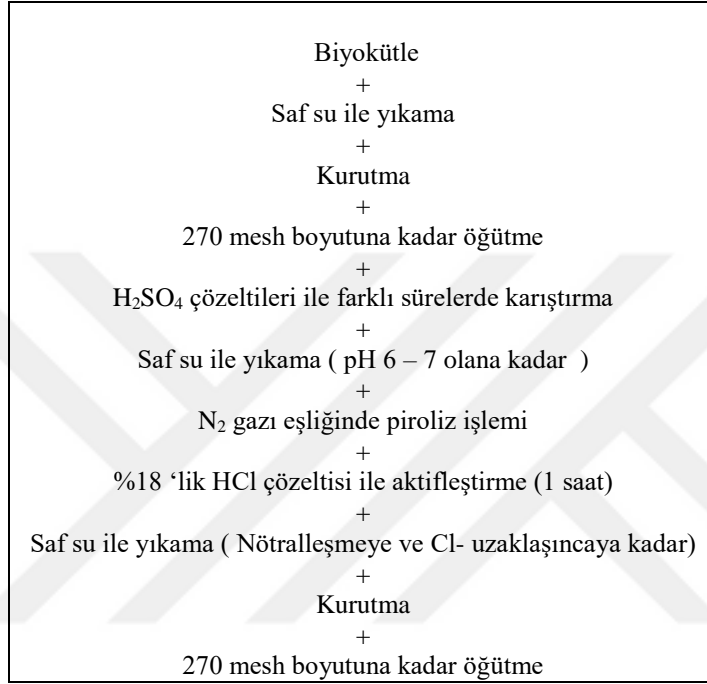
pH 6 tamponu: 47.5 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COONa ile 2.5 mL 0,1 M CH<sub>3</sub>COOH karıştırılarak hazırlandı.

### 3.4. Örneklerin Temini

Bu çalışmada, marketlerden bitki temelli biyoatık olan ananas kabukları (Ananas sativa Lindl.) numune olarak kullanıldı. Tez kapsamında analizi yapılacak numuneler Elazığ civarından temin edildi. Su örnekleri alınır alınmaz pH = 2 olacak şekilde nitrik asit eklendi. Böylece, çökme meydana gelmemesi sağlandı.

### 3.5. Biyokütlenin Aktivasyonu Ve Adsorban Sentezi

Ananas kabukları musluk suyuyla yıkanarak saf su ile durulandıktan sonra etüvde kurutuldu. sülfürik asitle kimyasal modifikasyon işleminden sonra piroliz yapıldı. Sülfürik asidin ile selülöze sulfonat grupları bağlanarak adsorpsiyonda artış sağlanması öngörülmektedir. Sülfürik asitle modifikasyon işlemine ilişkin basamaklar Şekil 3.1 'de verilmiştir.



Şekil 3.1. Ananas kabuklarının H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifiye edilmesi ve aktif karbon eldesi şeması

### 3.6. Biyokütlelerin Karakterizasyonu

Karakterizasyon işlemi, İletkenlik, FTIR spektroskopisi, SEM ve BET kullanılmasıyla yapıldı.

#### 3.6.1 İletkenlik Ölçümleri

Farklı H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> derişimi ve farklı sıcaklıklarda elde edilen AC lerin iletkenlik ölçümleri yapıldı

#### 3.6.2. FTIR İle Karakterizasyon

Ananas kabuğu örneklerinden, ham, modifikasyondan sonrası ve son basamakta sentezlenen aktif karbonun karakterizasyonu için FTIR (Fourier Transform İnfrared Spectroscopy) spektrumları alındı. Bu amaçla, örnek / KBr = 1 / 100 olacak şekilde havanda karıştırıldıktan sonra 10 Ton basınç altında disk oluşturuldu[62-64]. Hazırlanan disklerin FTIR spektroskopisi ile 400 – 4000 cm<sup>-1</sup> aralığında spektrumları alındı.

### 3.6.3. SEM ile AC nin Karakterizasyonu

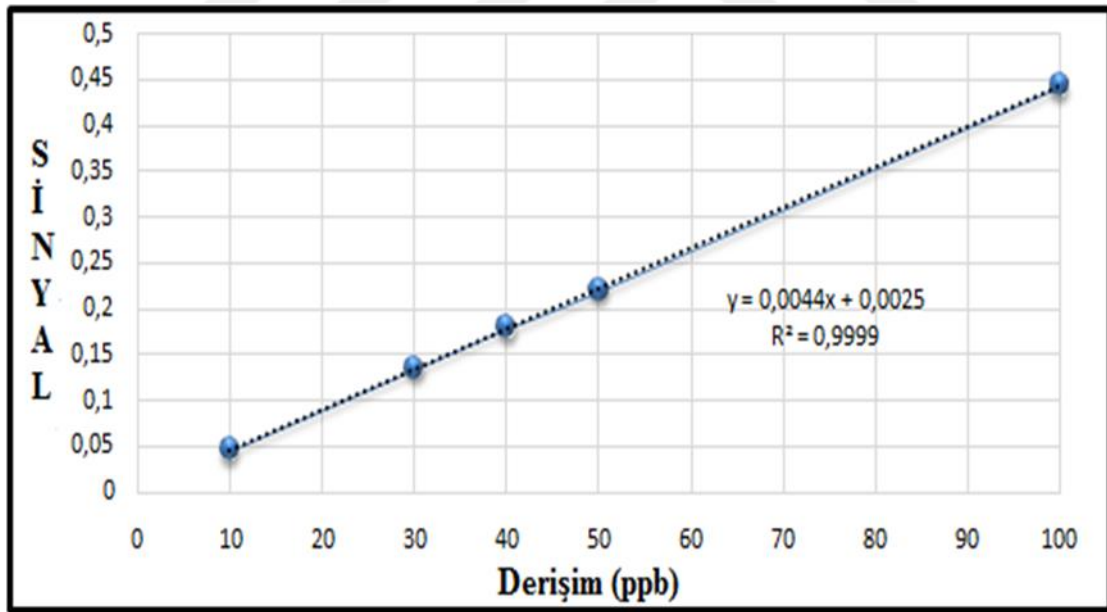
Bu çalışmada, elde edilen aktif karbonlardan iletkenlik değerleri en yüksek bulunan 9 saat karıştırma ve 600 °C de piroliz sonucu elde edilen AC lerin SEM ile görüntüleri alındı. Bu amaçla, özel spatül ile alınan küçük miktardaki numune disk üzerinde altın kaplanarak hazırlandı.

### 3.6.4. BET ile Karakterizasyon

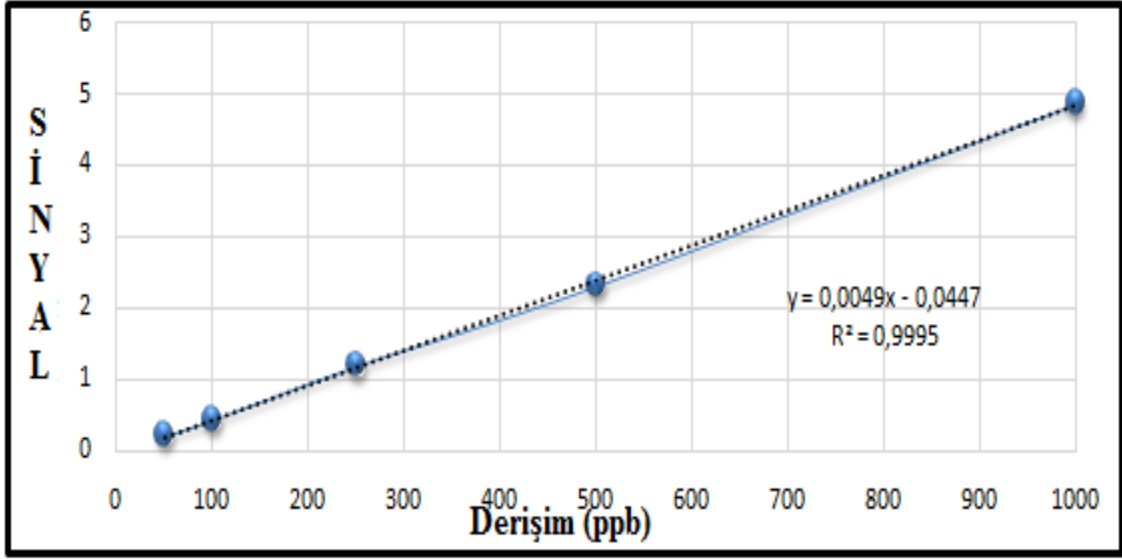
İletkenlik ölçümü en yüksek bulunan 9 saat karıştırma, %25 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifikasyon ve 600 °C de elde edilen AC dan 0.2 - 1.0 g arasında örnek BET cihazına yerleştirilerek adsorplanan gaz miktarından ve basınç değişiminden BET grafikleri elde edildi.

### 3.7. ICP–MS ile Metallerin Tayini

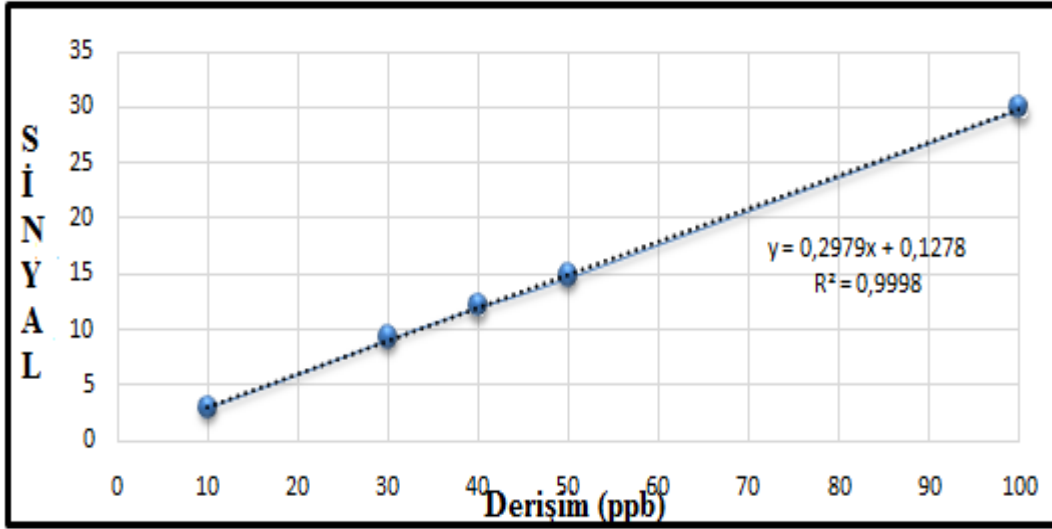
ICP – MS yöntemi çoklu element analizi imkanı sağladığından tercih edildi. Bu aşamada 10 – 1000 ppb aralığında bir dizi standart çözeltileri (Cd, Pb, Ni, Cr ve Cu çözeltileri) kullanılarak çizilen kalibrasyon grafikleri Şekil 3.2 – 3.10 aralığında verildi. Her bir numune için önderiştirme aşamasından sonra süzüntüdeki metallerin derişimleri bu kalibrasyon grafiklerinden faydalanarak ICP – MS cihazı ile ölçüldü.



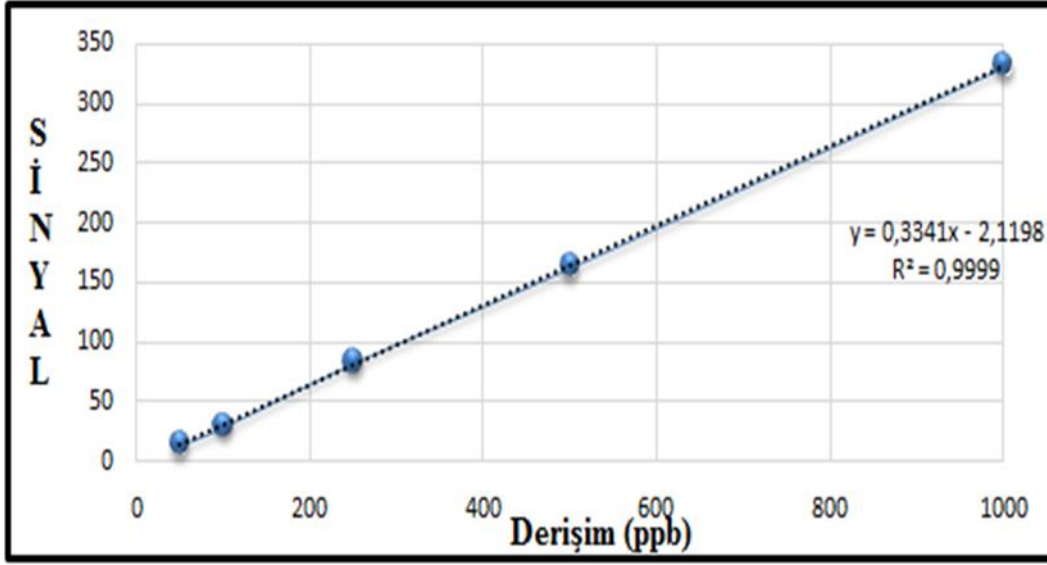
Şekil 3.2. Cd için 10 – 100 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiği



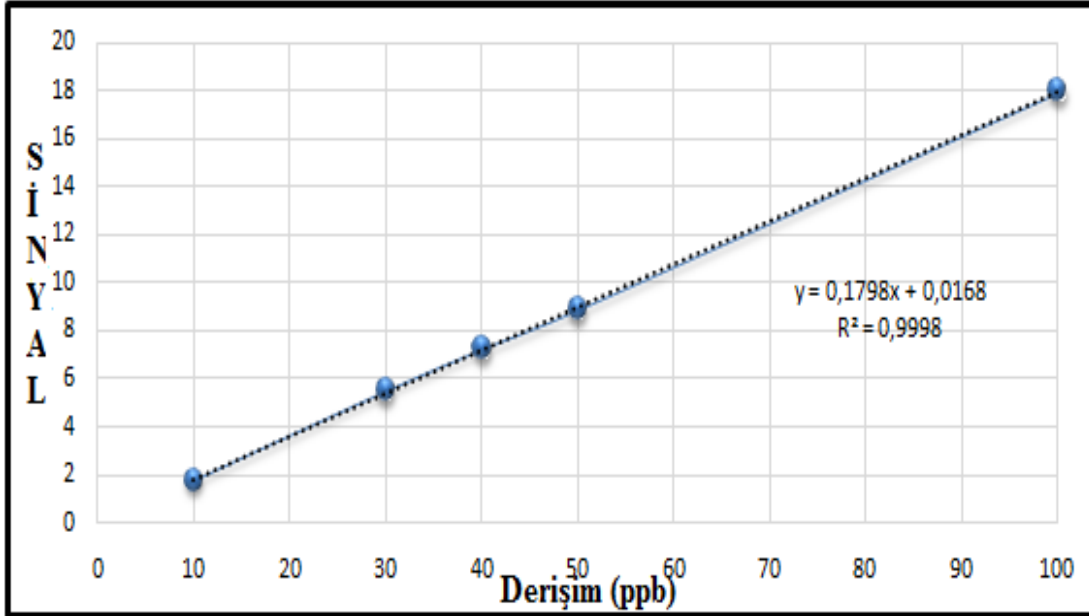
Şekil 3.3. . Cd için 50 – 1000 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiğı



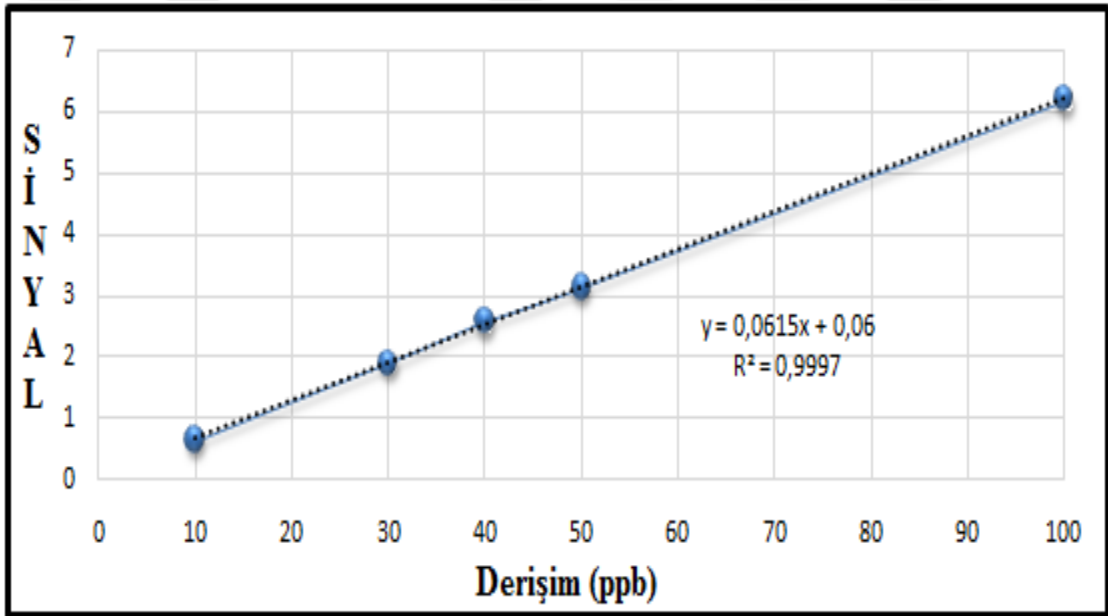
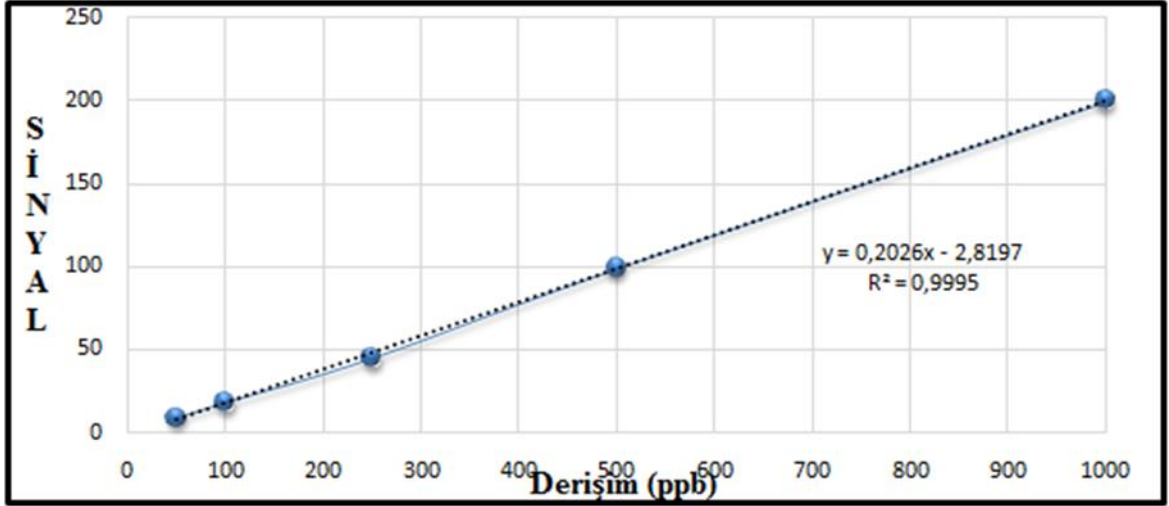
Şekil 3.4. Cr için 10 – 100 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiğı

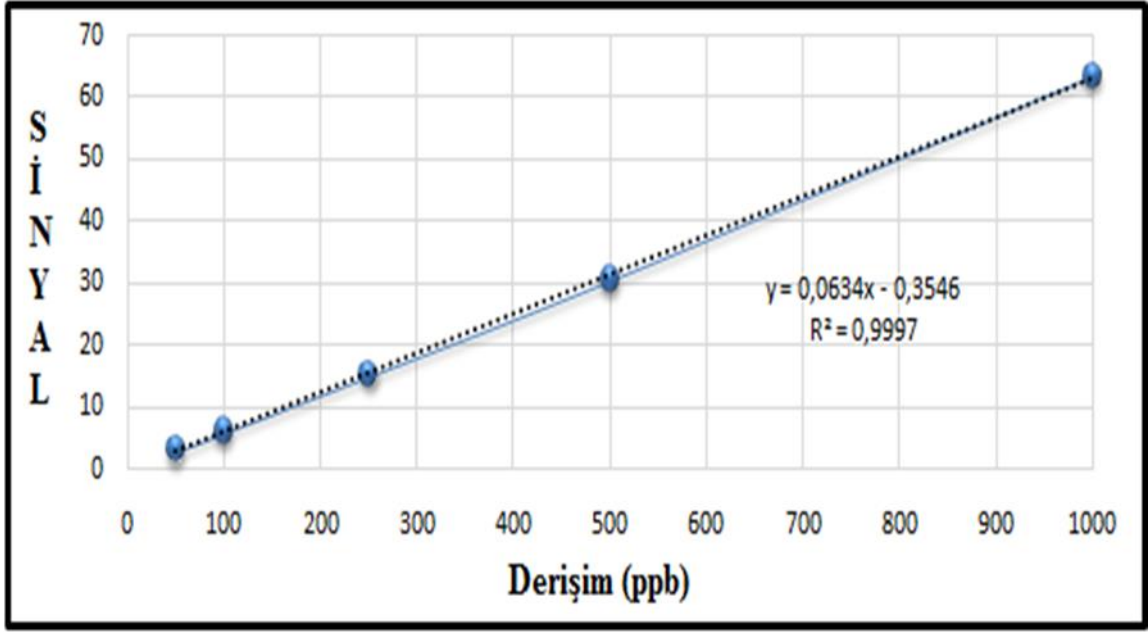


Şekil 3.5. Cr için 50 – 1000 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiği

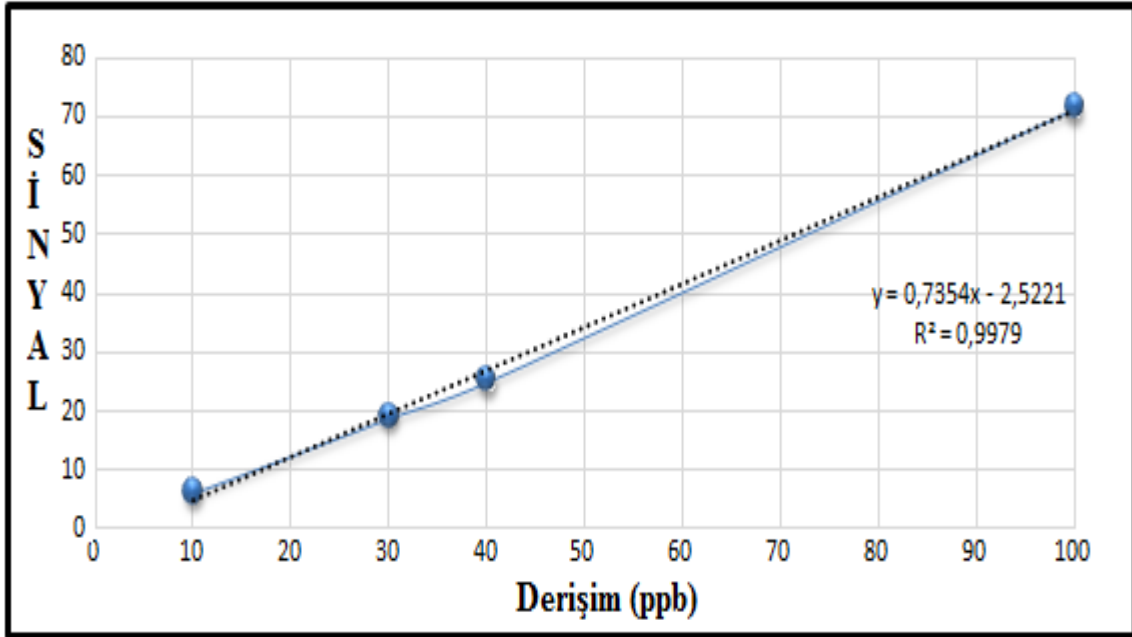


Şekil 3.6. Ni için 10 – 100 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiği





Şekil 3.9. Pb için 50 – 1000 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiği



Şekil 3.10. U için 10 – 100 ppb aralığındaki ICP – MS kalibrasyon grafiği

Yukarıdaki kalibrasyon grafiklerinin elde edildiği ICP-MS için Cd, Cr, Ni, Pb ve U için LOD - LOQ değerleri, sırasıyla 0,0085 - 0,0285, 0,0108 - 0,036, 0,024 - 0,081, 0,016 - 0,055 ve 0,021 - 0,070 ppb olarak bulundu.

### 3.8. Önderiştirme için Optimizasyon Çalışması

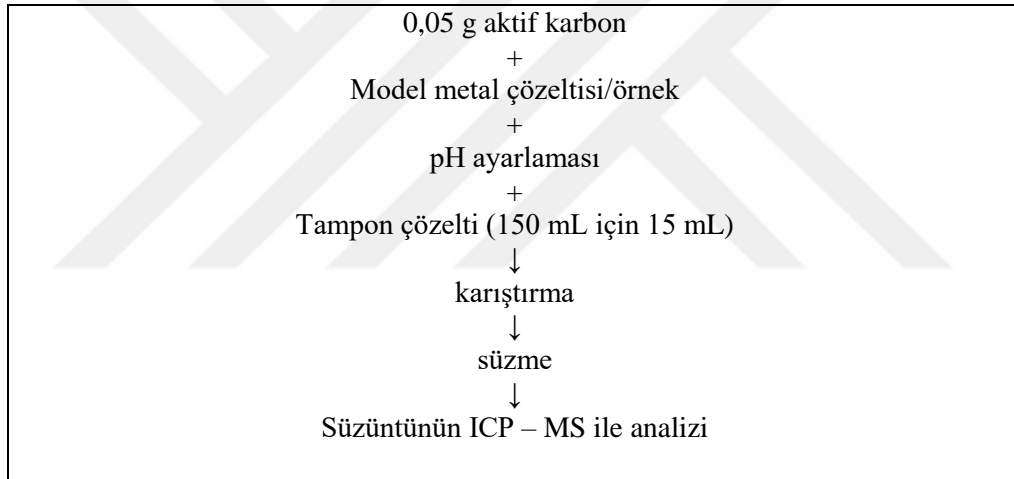
Elde edilen aktif karbonlardan iletkenliği en yüksek bulunan adsorbandan, önderiştirme işleminde kullanılmak üzere alınan 0,05 g adsorban 150 mL 'lik farklı derişimlerdeki metal çözeltilerine

(Cd, Pb, Ni, Cr ve Cu çözeltileri) eklenip gerekli pH ayarlamaları da yapılarak optimum değerlerin aralığı belirlendi.

### 3.8.1. Önderiştirme İşlemi

Bu amaçla, 10 ppb Cd ve Cu, 20 ppb Cr ve Ni ve 30 ppb Pb içeren 150 mL 'lik model çözeltilere (bu çözeltiler bundan sonra model çözelti olarak adlandırılacaktır) 0,05 g adsorbandan ilave edildi. pH 3 - 6 aralığında çalışılacak değere ayarlandı. Böylece, pH 'ı ayarlanan 150 mL lik çözeltilere 15 mL tampon çözelti eklendi. 30 dk. lık karıştırma işleminden sonra önderiştirme prosedürü uygulandı. Şekil 3.11 'de verilen işlem basamakları optimum pH larda 15 - 60 dk. aralığında (150 mL 'lik çözeltiler) karıştırılarak deneyler yapıldı.

Önderiştirme işlem basamakları aşağıdaki gibidir.



Şekil 3.11. Biyokütle temelli aktif karbon için önderiştirme işlem basamakları

## 3.9. Optimum Değerlerin Bulunması Çalışmaları

Bu bölümde önderiştirme basamağındaki parametrelerin optimizasyon çalışmaları anlatılmıştır.

### 3.9.1. Optimum PH Aralığının Belirlenmesi

Optimum pH aralığının belirlenmesi için 150 mL lik model çözeltilere optimum AC olarak değerlendirilen 0.05 g adsorbandan eklendi. Çözeltilerin pH' ları (3 - 6 aralığında) 0,1 M NaOH ve 0,1 M HCl ile ayarlandı. Tampon çözelti ilavesinden sonra Şekil 3.11 deki önderiştirme işlem basamakları uygulandı ve berrak çözeltiler ICP – MS ile analiz edildi. Optimum değerleri içeren pH - % verim grafikleri Bulgular kısmında verilmiştir.

### **3.9.2. Karıştırma Süresinin Belirlenmesi**

Optimum karıştırma süresinin belirlenmesi için 150 mL lik model çözeltilere optimum AC olarak değerlendirilen 0.05 g adsorban eklendi. Optimum pH' a ayarlanan çözeltilere (Pb için 3.0 ve Ni için 4.5) 15 mL tampon çözelti eklendikten sonra 15-60 dk arasında Şekil 3.11 deki önderiştirme işlem basamakları uygulandı. Önderiştirme sonrası elde edilen çözeltiler ICP – MS ile analiz edildi. Karıştırma süresi ICP-MS' ten okunan sinyalle orantılı olan konsantrasyon değerlerine karşı grafiğe geçirildi. Bulunan sonuçlar bulgular kısmında verildi.

### **3.9.3. Başlangıç Hacminin Önderiştirme Üzerine Etkisi**

Optimum ilk hacim miktarını bulmak için uygun bulunan diğer parametrelerle birlikte (optimum pH ve karıştırma süresi) 50 – 100, 150 ve 300 mL lik ilk hacim çözeltileri ile çalışılarak model metal çözeltileri önderiştirme işlem basamaklarına tabi tutuldu. İşlem sonunda süzüntülerin metal derişimleri ICP – MS ile tayin edildiğinde verimin çalışılan tüm hacimler için yeterli bulunduğundan optimizasyon çalışmalarında 150 mL ilk hacim ile çalışılırken, doğal su örneklerine uygulama çalışmalarında 300 ml lik örnekler önderiştirildi.

## 4. BULGULAR VE TARTIŞMA

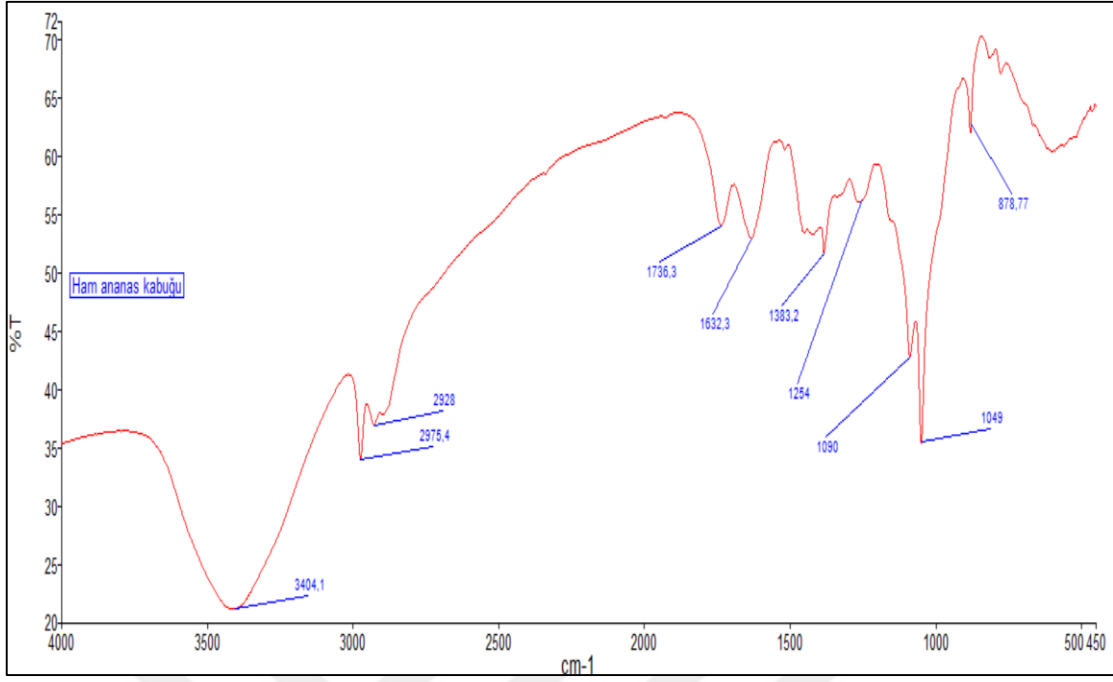
Elde edilen AC ların iletkenlik ölçümleri yapıldı. Veriler Tablo 4.1 dedir.

**Tablo 4.1.** Ananas kabuğundan elde edilen AC ler için bulunan iletkenlik değerleri.

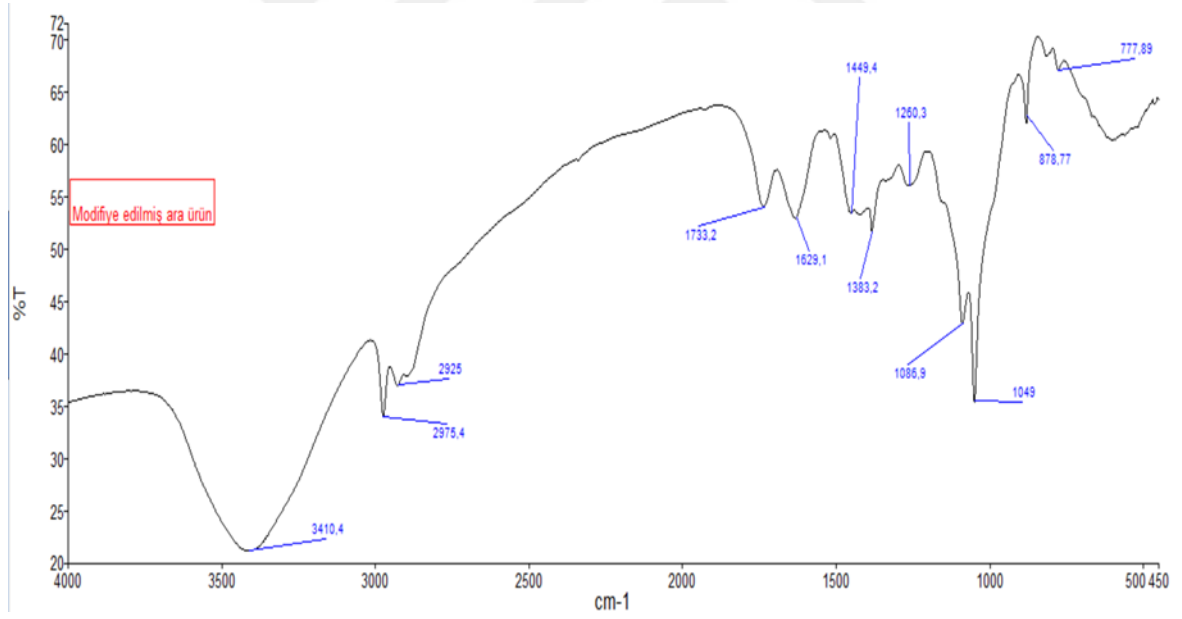
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> derişimi, %	Karıştırma süresi, saat	Piroliz sıcaklığı, °C	İletkenlik Siemens
25	5	500	4x10 <sup>-8</sup>
50			<1.0x10 <sup>-8</sup>
66			<1.0x10 <sup>-8</sup>
25	9		5x10 <sup>-8</sup>
50			<1.0x10 <sup>-8</sup>
66			<1.0x10 <sup>-8</sup>
25	15		4.5x10 <sup>-8</sup>
50			<1.0x10 <sup>-8</sup>
66			<1.0x10 <sup>-8</sup>
25	5	600	4.4x10 <sup>-7</sup>
50			3.5x10 <sup>-7</sup>
66			4.3x10 <sup>-7</sup>
25	9		<b>6.7x10<sup>-7</sup></b>
50			2.5x10 <sup>-7</sup>
66			6.3x10 <sup>-8</sup>
25	15		5.1x10 <sup>-7</sup>
50			2.9x10 <sup>-7</sup>
66			5.0x10 <sup>-7</sup>

### 4.1. Sentezlenen Adsorbanların FTIR İle Karakterizasyonu

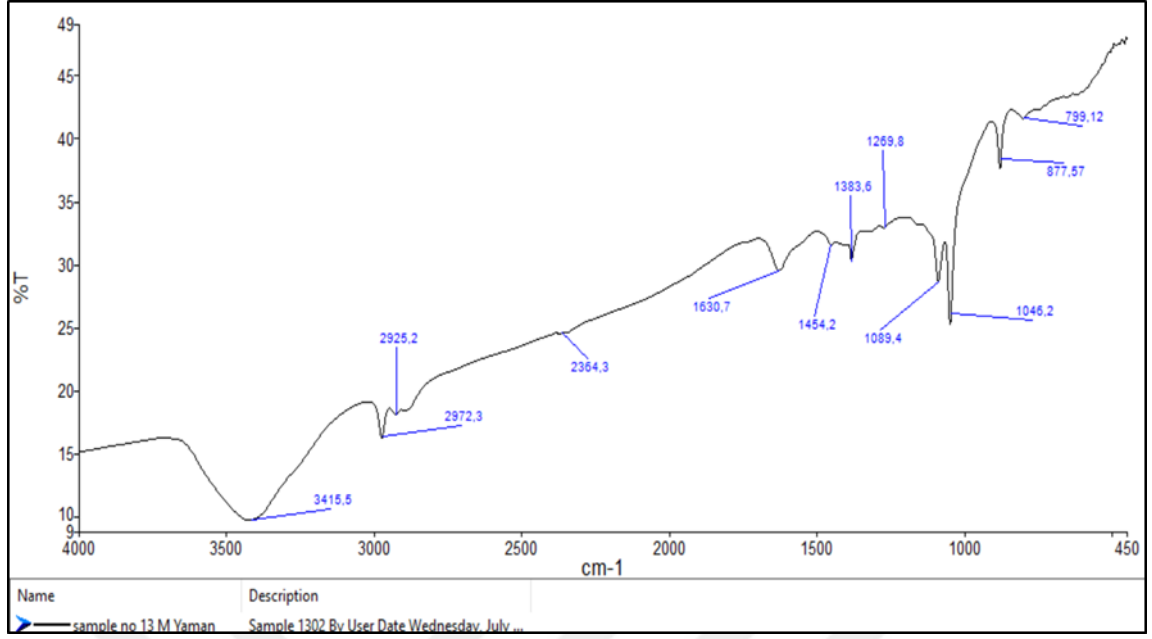
Ham, sülfürik asitle modifiye edilen ve pirolizle işleminden sonra sentezlenen biyoatıklardan üretilmiş aktif karbonlar ve ticari aktif karbon için FTIR ile alınan spektrumları Şekil 4.1-4.10 'da verildi.



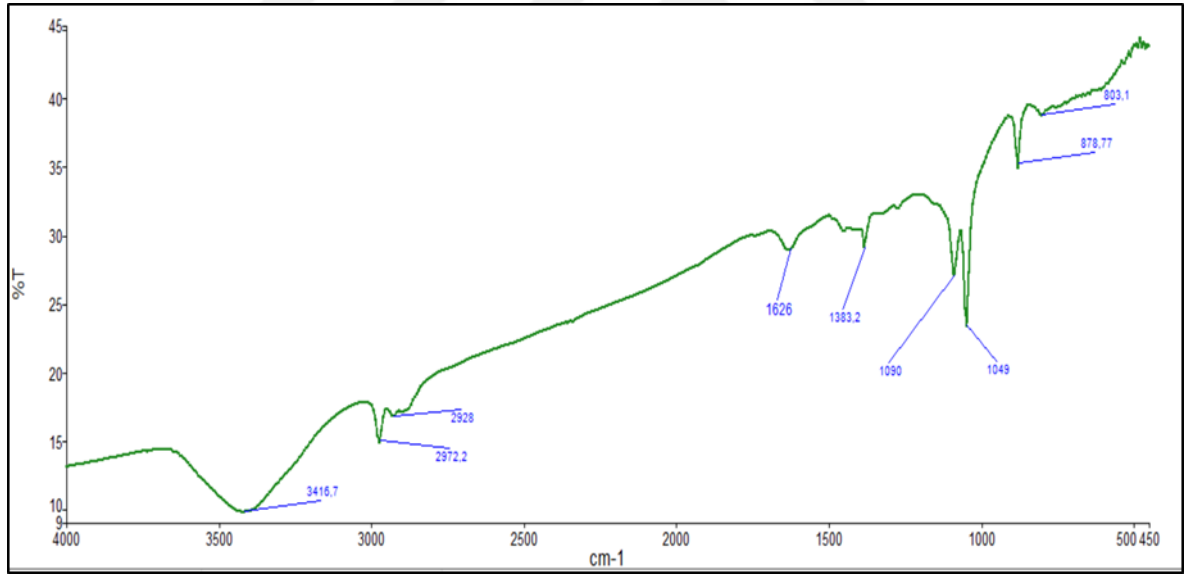
Şekil 4.1. . Ham Ananas kabuğunun FTIR spectrumu



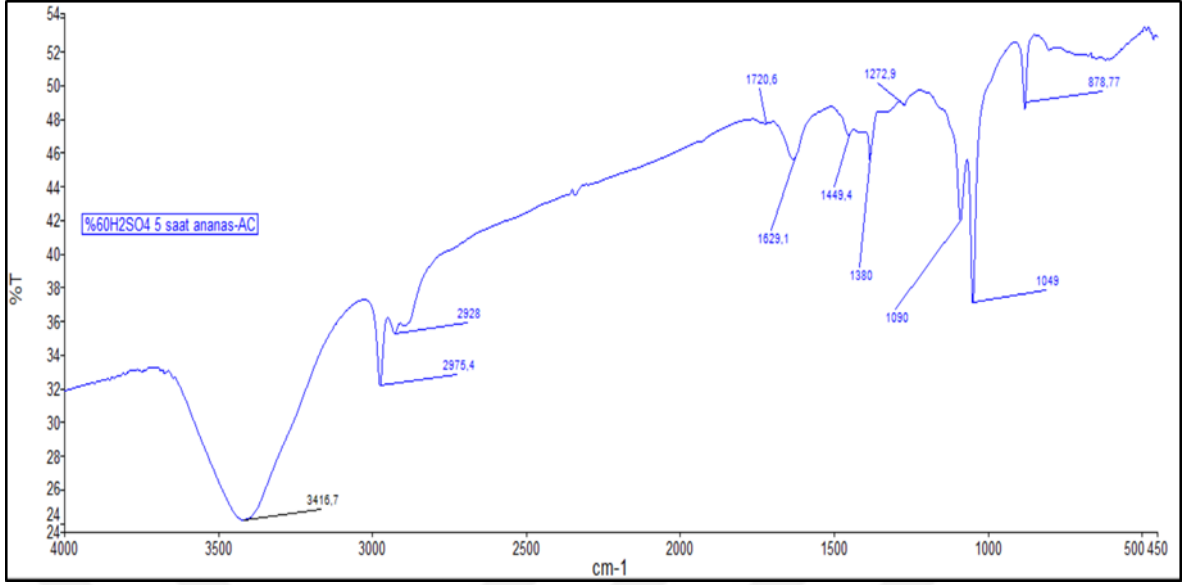
Şekil 4.2. %25 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 9 saat H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifiye edilmiş ananas kabuğunun ara ürünü FTIR spectrumu



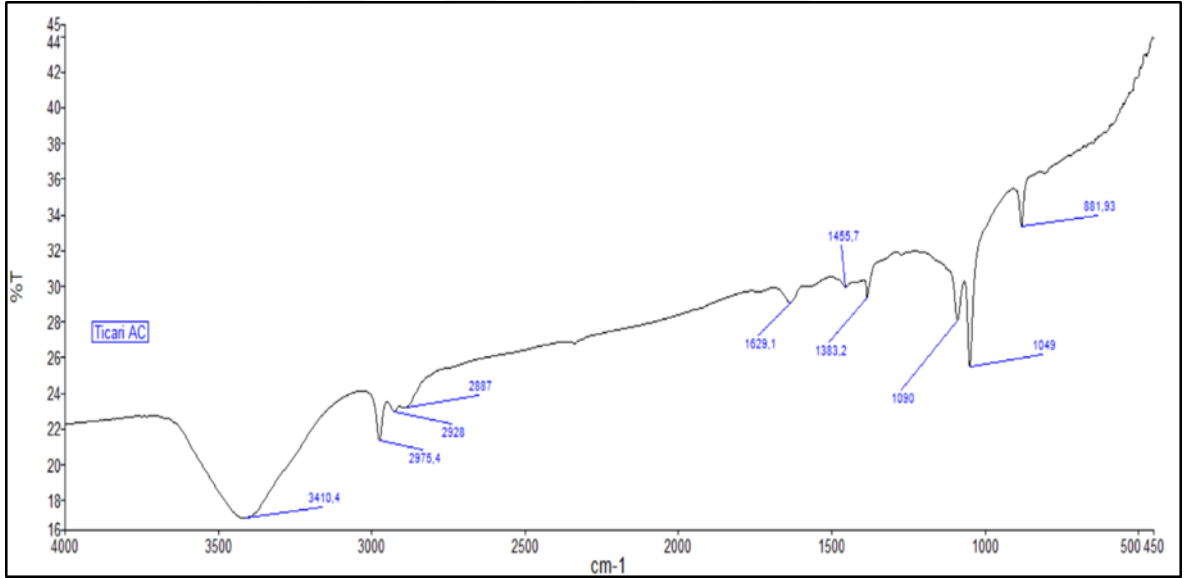
**Şekil 4.3.** Ananas kabuğundan %25 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 9 saat modifikasyon sonucu elde edilen AC un FTIR spectrumu



**Şekil 4.4.** Ananas kabuğundan %50 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 5 saat modifikasyon sonucu elde edilen AC un FTIR spectrumu



**Şekil 4.5.** Ananas kabuğundan %60 lik H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ve 5 saat modifikasyon sonucu elde edilen AC un FTIR spectrumu



**Şekil 4.6.** Ticari AC FTIR spectrumu

Şekil 4.1 'deki ham ananas kabuğu FTIR spektrumunda, 1049, 1090, 1254, 1303, 1532, 1736, 2975 ve 3404 pikleri belirgindir.

Şekil 4.3-4.5 teki FTIR spektrumları birbirlerinin aynı olup ticari aktif karbona ilişkin şekil 4.6 daki spektrumla benzerdir.

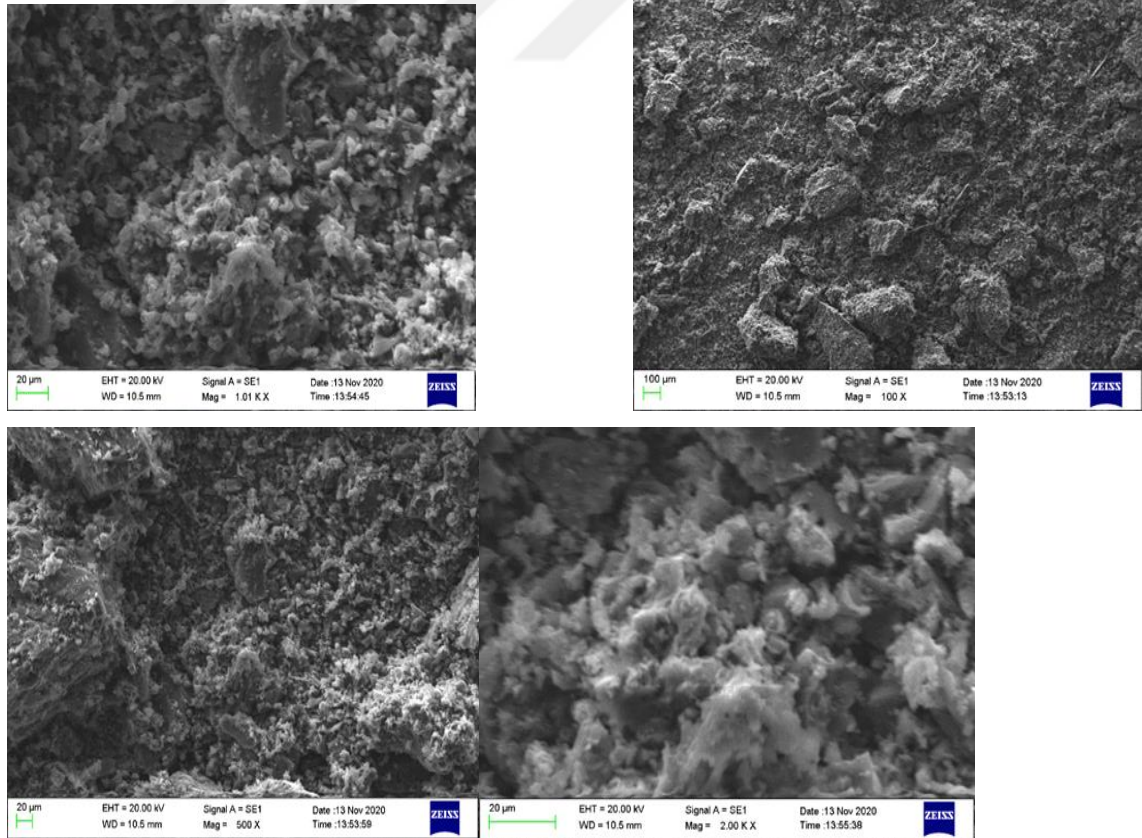
H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifiye edilmiş ananas kabuğundan elde edilmiş AC yeait FTIR spektrumlarından 3000 - 3600 cm<sup>-1</sup> aralığındaki kalın bant OH- piki, 2900 – 3000 cm<sup>-1</sup> aralığında alifatik C – H gerilme titreşimlerine ait pik, 1600 cm<sup>-1</sup> 'civarındaki C = O (keton, aldehit, lakton ve benzeri

karboksil grupları) gerilme titreşimi ve C=C aromatik gerilme titreşimi, 1400 cm<sup>-1</sup> 'civarındaki C – N gerilme titreşimine ilave olarak aktif karbon oluşumu sonucu aromatik C=C gerilme titreşimi görülmektedir. Bu pikler biyoatığın yapısında bulunan proteinlerin peptit bağlarından kaynaklanmış olup aktivasyondan sonra şiddeti azalmaktadır. Ham ananas kabuğuna ilişkin 1270 cm<sup>-1</sup> 'de ise selülozik yapıdan kaynaklı C – O – C eterik gerilme titreşimleri görülmektedir. Yine aktivasyon sonrasında, C – C gerilme titreşimlerinin şiddetinin artmış olması ve büyük frekansa kaymış olması aktif karbon oluşumuyla uyumludur.

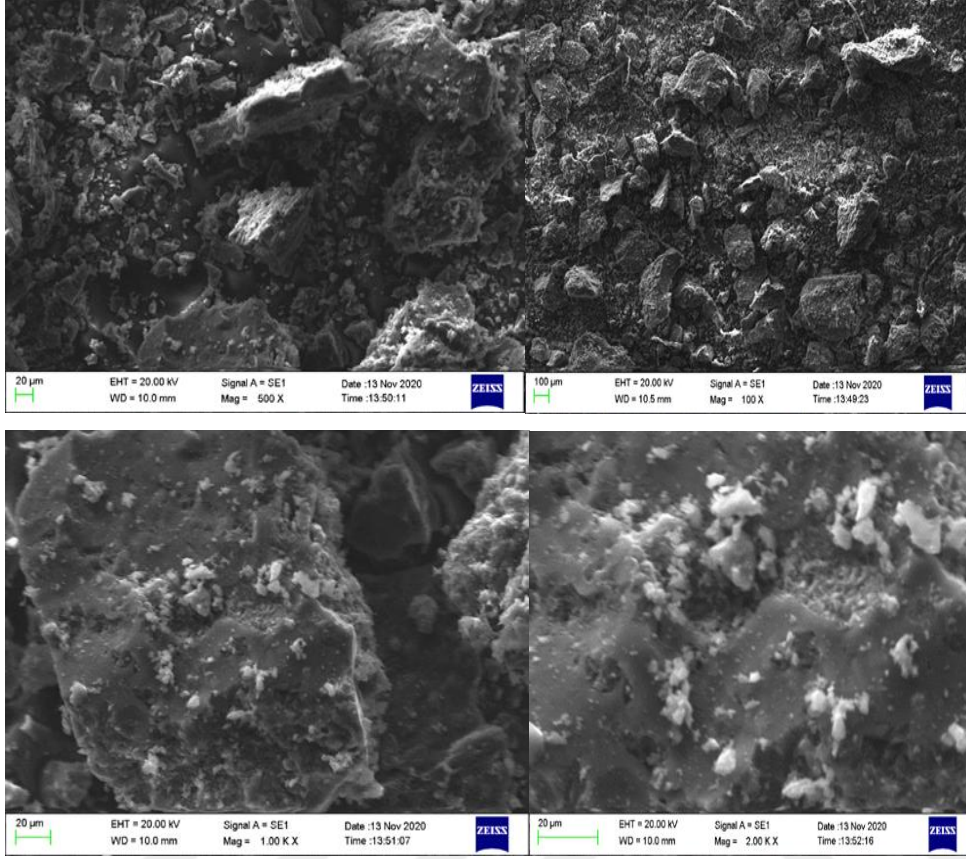
Ticari aktif karbona ait FTIR spektrumu Şekil 4.6 'da verilmiştir. Bu spektrumla tezden bulunan aktif karbonlar FTIR spektrumları açısından karşılaştırıldığında bu aktif karbonların neredeyse hepsinde yaklaşık 3400 cm<sup>-1</sup> 'de OH- titreşimi, 2850 cm<sup>-1</sup> 'de alifatik C – H gerilme titreşimi, 1650 cm<sup>-1</sup> 'de C = O titreşimi ve 1100 cm<sup>-1</sup> 'de C – O titreşimi bulunmaktadır.

#### 4.2. Elde Edilen Aktif Karbonların SEM İle Karakterizasyonu

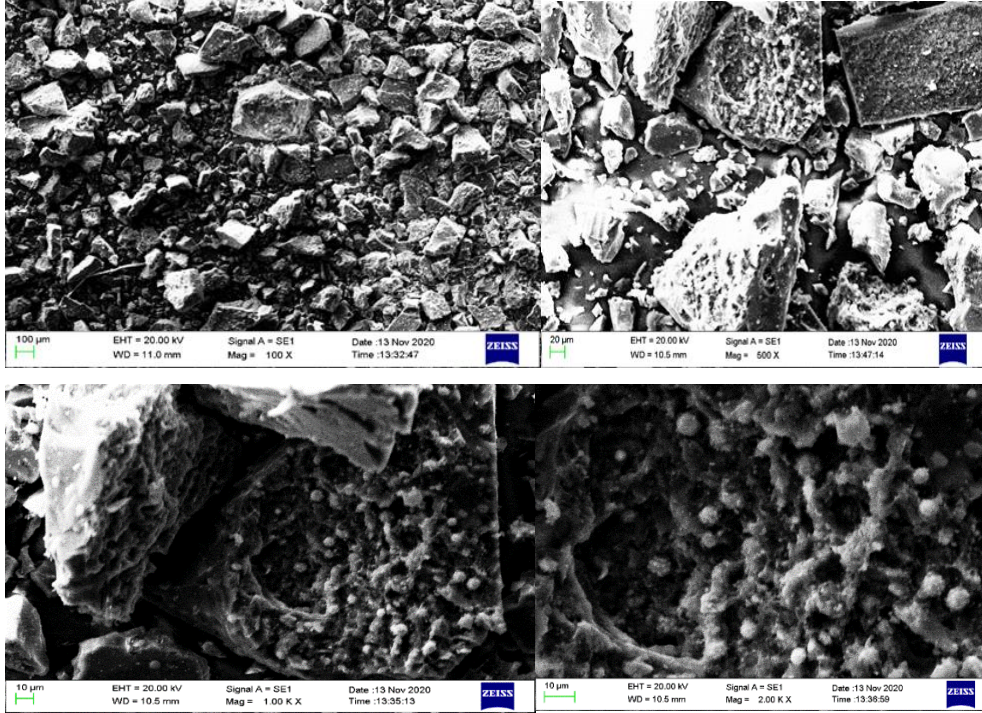
Bu çalışmada, sülfürik asitle modifiye sonrası pirolizle sentezlenen aktif karbonun adsorbanının SEM görüntüleri Şekil 4.7-4.9 da verildi.



Şekil 4.7. %25 lık H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile 9 saat modifiye edilmiş AC-SEM görüntüleri



Şekil 4.8. %50 lık H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile 9 saat modifiye edilmiş AC-SEM görüntüleri

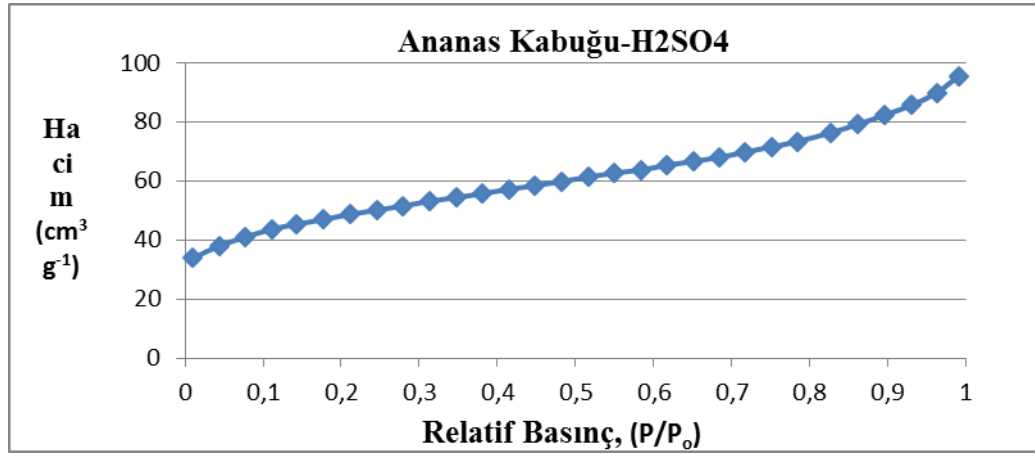


Şekil 4.9. %66 lık H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile 9 saat modifiye edilmiş AC-SEM görüntüleri

Bu SEM görüntülerinde 100 kattan 2000 kat büyütme oranına kadar en düşük büyütmede bile yapıda boşlukların bulunduğu görülmektedir. Artan büyütme oranlarında bu boşlukların görüntüleri daha da belirginleşmektedir. İlave olarak, farklı bölgelerde mikro düzeyde boşluklar tespit edilmiştir.

### 4.3. Sentezlenen Adsorbanın BET İle Karakterizasyonu

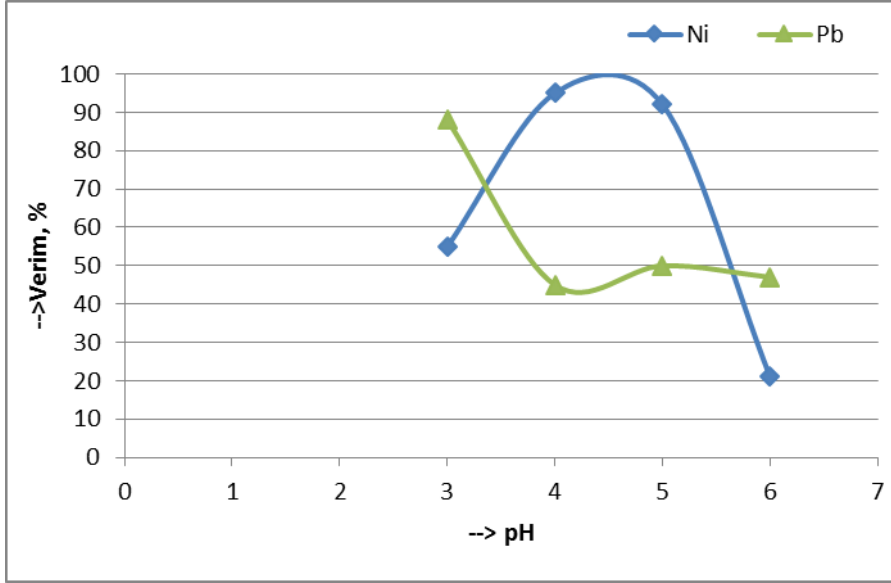
Şekil 4.10 da, ananas kabuğu + H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifiye edilmiş ve piroliz sonucu sentezlenmiş aktif karbonun BET grafiği S biçiminde (sigmoid) izotermine uygun olup Tip II yani çok tabakalı BET adsorpsiyonunu göstermektedir. Buna göre, ilk tabaka dolmadan ikinci tabaka da biraz dolmaktadır.



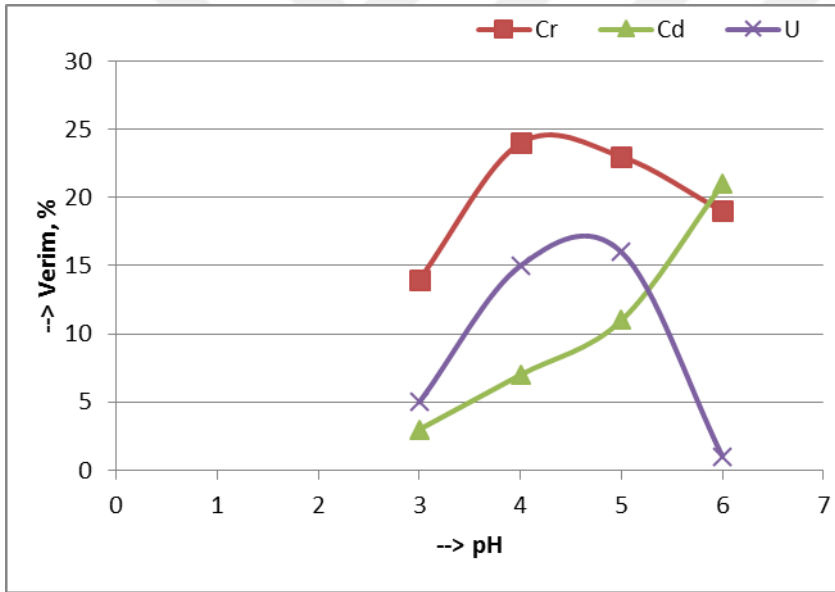
Şekil 4.10. H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> ile modifiye edilmiş ananas kabuğu-aktif karbon BET grafiği

### 4.4. Önderiştirme Üzerine pH Etkisi

Şekil 3.11 'teki işlem basamakları, optimum şartlarda elde edilen aktif karbon örneklerine model metal çözeltileri farklı pH larda eklenerek ayrı ayrı uygulanmıştır. Verim değeri yüksek olan elementlerin (Pb ve Ni) çalışmaları detaylandırılmıştır. Verimi düşük bulunan Cr, Ni ve U için daha fazla çalışma yapılmamıştır.



Şekil 4.11. Pb ve Ni için pH-verim değişimi

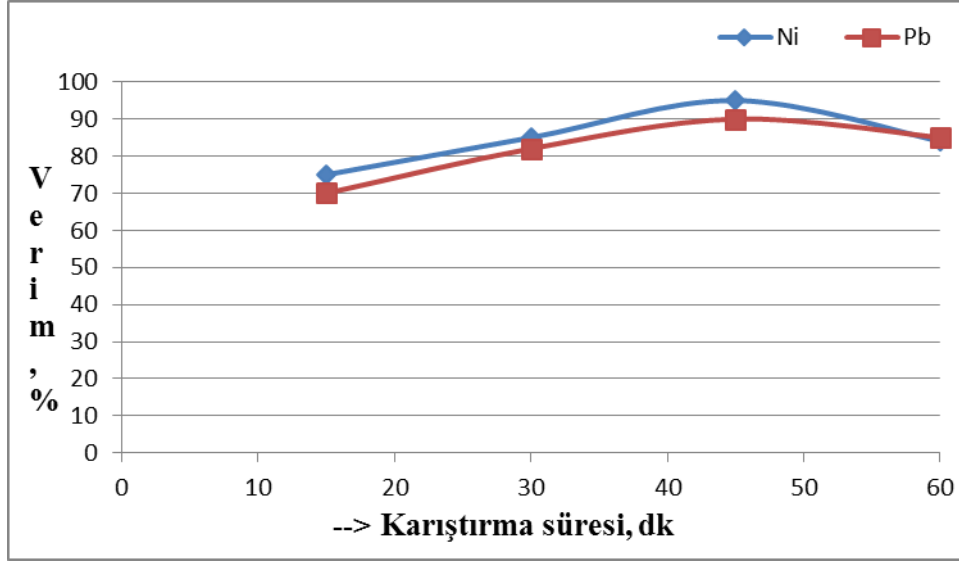


Şekil 4.12. Cd, Cr ve U için pH-verim değişimi

#### 4.5. Önderiştirme İşlemine Karıştırma Süresinin Etkisi

Optimum pH değerleri ile ilgili grafiklerden sadece Ni ve Pb için daha ileri çalışmalar yapılmasına karar verilmiş

tir. Böylece Pb için pH=3 ve Ni için pH=4.5 sabit değerlerinde 15-60 dk arasında farklı karıştırma süreleri Şekil 3.11 'deki işlem basamaklarıyla uygulanmıştır. Şekil 4.13 de görüldüğü gibi 45 dk lık karıştırma süresinin her iki element için de yeterli olduğu anlaşılmaktadır.



Şekil 4.13. Karıştırma süresinin verim üzerine etkisi

#### 4.6. Optimize Edilmiş Metodun Doğal Örneklerle Uygulanması

Farklı bölgelerden temin edilen su örneklerine Ni ve Pb için optimize edilen şartlarda Şekil 3.1 'de gösterilen şema uygulandı. Bu amaçla 300 mL 'lık su örnekleriyle çalışıldı.. Şekil 3.2 – 3.10 aralığında verilen kalibrasyon grafikleri kullanılarak numunelerdeki element derişimleri hesaplandı. Bulunan sonuçlar Tablo 4.2 'de verildi.

Bulunan sonuçlardan, Ni ve Pb derişimlerinin Dünya sağlık örgütünün müsaade ettiği sınır seviyelerinin altında gözlenmiştir.

Tablo 4.2. Bazı doğal sularda ICP-MS ile bulunan element derişimleri (ppb), n=3

Örnek Adı	Ni	Pb
Hazar gölü suyu	20,0±3,0	3,7±0,4
Karakaya baraj gölü Suyu	5,0±0,6	3,0±0,3
Maden çayı suyu	22,0±3,0	1,8±0,3
Van gölü suyu	8,0±0,90	8,0±0,9
Musluk suyu	0,60±0,11	5,0±0,6

Tablo 4.2 deki verilerden maden çayı için diğerlerine göre bulunan yüksek Ni konsantrasyonu Maden bakır fabrikasından kaynaklanmaktadır.



## 5. SONUÇLAR

Şehirleşmenin artmasına bağlı olarak, endüstri ürünlerinin yaygın olarak kullanılması sonucu ppb düzeyindeki toksik eser metallerin derişimlerinin bulunması sağlık risklerinden dolayı zorunlu görülmektedir. Birçok laboratuvarda varolan AAS ve AES yöntemlerinin duyarlılıkları ppb düzeyindeki birçok toksik metali tayin etmek için yetersizdir. Dolayısıyla, önderiştirme metodlarını kullanılması güncelliğini korumaktadır.

Bu çalışmada, ekonomik olmasının yanısıra çevre dostu da olan ananas kabuklarının kullanılmasını içeren ve önderiştirme aşamasında ligand kullanılmadan katı faz ekstraksiyonu temelli bir önderiştirme yöntemi geliştirildi. Bu amaçla, ananas kabukları, farklı derişimlerdeki sülfürik asit ile ve farklı karıştırma sürelerinde modifiye edildi. Azot gazı ortamında 500 ve 600 oC 'de aktif karbona dönüştürülen modifiye edilmiş biyokütleler iletkenlik, FTIR, SEM ve BET yöntemlerinin kullanılmasıyla karakterize edildi. Yine, önderiştirme basamağında, ppb düzeyindeki toksik metal iyonlarının tayini için pH ve karıştırma süresine benzer etkenler araştırıldı.

Sentezlenen aktif karbonların karakterizasyonu FTIR ile aydınlatılarak bağlardaki değışimler yorumlandı ve karbon oluşumları doğrulandı. Ham ananas ve Kimyasal olarak modifiye edilmiş ara ürün FTIR spektrumlarından özellikle 1730 cm<sup>-1</sup> deki pikler AC a ait FTIR spektrumlarında yok olmuştur. SEM kullanılarak yapılarıdaki boşluklar ve metal adsorpsiyonunana uygun bölgeler görüntüledi. BET grafiğinden elde edilen adsorbanın tip II yapısında olduğu bulundu. Elde edilen SEM görüntülerinde en düşük büyütmede bile yapıda boşlukların bulunduğu, ve artan büyütmelerde bu boşlukların görüntüleri daha da belirginleşmektedir.

Bulunan sonuçlardan, Pb un pH 3 te, Ni in ise pH 4.5 ta kantitatif düzeyde maksimum adsorplandığı gözlenirken, Cd, Cr ve U elementlerinin verimlerinin çalışılan tüm pH değerlerinde %30 dan daha düşük olduğu bulundu. Bu nedenle, sadece Pb ve Ni için daha detaylı çalışmalar yapıldı.

Optimize edilen diğere parametre olan karıştırma süresi için, hem Pb hem de Ni için 45 dakikalık sürenin yeterli olduğu gözlemlendi.

Optimum ilk hacmin bulunması için yapılan çalışmalarda 300 mL hacmi verim açısından çalışılan diğere hacimler ile aynı olduğundan, optimizasyon çalışmalarında 150 mL, doğal sulardaki Pb ve Ni tayini çalışmalarında ise 300 mL'lik hacim uygulandı. Analiz tekniğı olarak ICP-MS kullanıldı. 300 mL lik çözeltinin (veya doğal suyun) 5 mL lik son hacme önderiştirmesini de içeren ICP-MS kullanılmasıyla, yöntemin LOD ve LOQ değerleri sırasıyla Pb için 0.02 ve 0.06 ppb, Ni için ise 0.03 ve 0.09 ppb olarak bulundu. Böylelikle geliştirilen bu teknik, Elazığ civarından toplanan baraj, göl, nehir ve içme sularındaki Pb ve Ni tayinlerine uygulandı. Bulunan sonuçlardan, çalışılan sulardaki eser metal derişimlerinin Pb için 1.8 – 8.0 ppb, Ni için 0.6 - 22.0 ppb aralığında olduğu gözlemlendi. Bu veriler dikkate alındığında, Dünya Sağlık Örgütü (WHO) ve Sağlık Bakanlığınca müsaade edilen sınır konsantrasyonların altında olduğu anlaşıldı.

Sonuç olarak, çalışılan örneklerde gözlenen sonuçlar literatürle uyumludur. Biyoatıklardan temin edilen biyokütlelerin kullanılmasıyla geliştirilen önderiştirme metoduyla Pb ve Ni in  $\mu\text{g}/\text{kg}$  veya  $\mu\text{g}/\text{L}$  derişimlerinin ppm düzeyine %90 verimle önderiştirildiği bulundu. Geliştirilen metod, gerek çevre dostu gerekse ekonomik olmasının yanısıra doğal atıkların değerlendirilmesi yönü ile de avantajlı bir metod olarak değerlendirilmektedir.



## ÖNERİLER

Geliştirilen bu metod, bitki ve toprak örneklerine ilave olarak gıda ve çevre örneklerindeki Pb ve Ni metallerrinin ppb seviyesindeki derişimlerinin tayininde de kullanılabilir. Fakat daha güvenilir sonuç almak için bu numunelerde, doğal sulardan farklı olarak varolabilecek bileşenlerin analit örneğini temsil edecek şekilde model çözeltilere eklenmesi önerilir.



## KAYNAKLAR

- [1] T. Tsai , C. Y. Chang and S.L. Lee, (1998). A Low Cost Adsorbent From Agricultural Waste Corn Cob By Zinc Chloride Activation, *Bioresource Tech.* 64, 211-217.
- [2] J.W. Patrick , (1995). Porosity in Carbons , Edward Arnold, London .
- [3] F. Akkurt, A. Alicılar ve O. Şendil, (2002). Sularda Bulunan Nitratın Adsorpsiyon Yoluyla Uzaklaştırılması, *Gazi Üniv. Müh. Mim. Fak. Der.* 17, 4, 83-91.
- [4] A.M. Youssef, Th. El-Nabarawy and S.E. Samra, (2004). Sorption properties of chemically activated carbons 1. Sorption of cadmium(II) ions, *Colloids and Surfaces A:Physicochem. Eng. Aspects* 235, 153-163.
- [5] H. Ekinci, N. Kabay, M. Yüksel ve M. Sağlam,(1996). Tarımsal atıklardan Aktif Karbon Üretimi ve Sulu Çözeltilerdeki Cd (II) İyonlarının Giderilmesinde Kullanılması, *UKMK-2 Bildiri Kitabı*, İstanbul, 9-13 Eylül, 1159-1163.
- [6] Mertz W. , (1987). Trace Elements in Human and Animal Nutrition, Fifth Ed., Academic Press, Newyork.
- [7] Delves H.T. , The Analysis of Biological and Clinical Materials Prog., *Analyst. Atom Spections.*, 4, 1-48.
- [8] Flora S.J.S. , (2002). Lead Exposure: Health Effects, Prevention and Treatment, *J. Environ. Biol.*, 23 (1), 25-41.
- [9] World Health Organisation, (2000). Fifty-Third Report Of The Joint FAO/WHO Expert Committee on Food Additives, WHO Technical Report Series 896, Geneva, Switzerland
- [10] Coutate T.P. , (1992). Food, The Chemistry of its Components, 2nd. Ed. Royal Society Chemistry
- [11] Dilgin Y. (1999). Elazığ ve Yöresinde Yetişen Sebze-Meyve ve Bunların Yetiştirildiği Topraklardaki Pb ve Cd'un AAS İle Tayini, F.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü Yüksek Lisans Tezi, Elazığ
- [12] Nordberg G. ,( 2003). Cadmium And Human Health: A Perspective Based On Recent Studies In China, *J. Trace Elem. Exp. Med. Ban.* 16 (4), 307-319.
- [13] Waalkes M.P. , (2000). Cadmium Carcinogenesis In Review, *J. Inorganic Chem.*, 79, 241-244.
- [14] Nriagu J.O. , (1980). Nickel in Environment, Wiley, New York.833.
- [15] Doll R. ve arkadaşları., (1990). Report of the International-Committee-on-Nickel-Carcinogenesis in Man, *Scandinavian Journal of Work Environment & Health*, 16, 1-82.
- [16] Sedykh EM. , et. al. , (1980). Matrix Effects During the Electrothermal Atomic-Absorption Determination of Silver , Tellurium , Lead, Cobalt, and Nickel in Materials of Complex Composition, *Zh. Anal* , 35,1398-1404.
- [17] Yaman M. , Gucer S. (1998). Determination Of Nickel İn Vegetable Matrices By Atomic Absorption Spectrometry After Precocentration On Activated Carbon, *Ann . Chim . (Rome) (Annali Di Chimica)* , 88 (7-8), 555.
- [18] Yaman M. , (2000). Nickel Speciation in Soil and Relation With its Concentration in Fruits, *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 65(4), 545 - 552.
- [19] Coutate T.P. , (1992). Food , The Chemistry of its Components, 2nd. Ed. Royal Society Chemistry.
- [20] Ovari M. Et. Al. , (2001). Speciation Of Beryllium, Nickel And Vanadium İn Soil Samples From Csepel Island, Hungary, *Fresenius J. Anal. Chem.*, 270, 768-775.
- [21] Mattson, J. S., Mark., H.B., (1971). Activated Carbon: Surface Chemistry and Adsorption from Solution, Marcell Dekker, New York.

- [22] A.R. Berkem, (1980). Fizikokimya, Fatih Yayınevi Matbaası, İstanbul.
- [23] Y. Şahin, (2003). “Bazı Organik Asitlerin Sulardan İyon Değiştirici ve Aktif Karbonla Uzaklaştırılması”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi, İstanbul.
- [24] V. Gomez - Serrano, J. Pastor- Villegas and A. Perez- Florindo, C.D. Vale, C.V. Calahorro, (1996). FT-IR study of rockrose and of char and activated carbon, J. Analytical and App. Pyrolysis 36, 71-80.
- [25] H. Teng and T.S. Yeh, (1998). Preparation of Activated Carbons from Bituminous Coals with Zinc Chloride Activation, Ind. Eng. Chem. Res. 37, 58-65.
- [26] F.R. Reinoso and M.M. Sabio, (1992). Activated Carbons from Lignocellulosic Materials by Chemical and/or Physical Activation: an Overview, Carbon 30, 1111.
- [27] A.C. Lua and J. Guo, (2001). Preparation and characterization of activated carbons from oil-palm stones for gas-phase adsorption, Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects 179, 151-162.
- [28] Ç. Sarıcı, (2001). “Bazı Türk Linyitlerden Aktif Karbon Hazırlanabilirliğinin İncelenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, İnönü Üniversitesi , Malatya.
- [29] Bandosz, T. J. ,( 2006). Activated carbon surfaces in environmental remediation, Elsevier Ltd., 571.
- [30] Gündoğdu, A. , (2010). Fabrika çay atıklarından aktif karbon üretimi, karakterizasyonu ve adsorpsiyon özelliklerinin incelenmesi, Doktora Tezi, K.T.Ü., Fen Bilimleri Enstitüsü, 197, Trabzon .
- [31] A. Ahmadpour and D.D. Do, (1997). The Preparation of Activated Carbon from Macadamia Nutshell by Chemical Activation, Carbon, 35, 1723-1732.
- [32] N. Yalçın and V. Sevinç, (2000). Studies of the surface area and porosity of activated carbons prepared from rice husk , Carbon, 38, 1943-1945.
- [33] J.W. Kim, M.H. Sohn, D.S. Kim, S.M. Sohn and Y.S. Kwon, (2001). Production of granular activated carbon from waste walnut shell and its adsorption characteristics for Cu<sup>2+</sup> ion, J. Hazardous Materials, B85, 301-315.
- [34] Z. Yue, C.L. Mangun and J. Economy, (2002). Preparation of fibrous porous materials by chemical activation 1. ZnCl<sub>2</sub> activation of polymer-coated fibers, Carbon, 40, 1181-1191.
- [35] J.W. Hassler, (1974). Activated Carbon, Chemical Publishing Company, New York, 99-100.
- [36] Dertli, H. , (2004). Farklı Aktivasyon Yöntemlerinin Aktif Karbon Özelliklerine Etkisi, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Teknik Ü. Fen Bil. Ens., İstanbul.
- [37] E.C. Bernardo, R. Egashira and J. Kawasaki, (1997). Decolorization of Molasses Wastewater Using Activated Carbon Prepared from Cane Bagasse, Carbon 35, 1217-1221.
- [38] G. Annadurai, R.S. Juang and D.J. Lee, (2002). Use of cellulose-based wastes for adsorption of dyes from aqueous solutions, J. Hazardous Materials B92, 263-274.
- [39] J.B. Castro, P.R. Boneli, E.G. Cerrella and A.L. Cukierman, (2000). Phosphoric Acid Activation of Agricultural Residues and Bagasse from Sugar Cane: Influence of the Experimental Conditions on Adsorption Characteristics of Activated Carbons, Ind. Eng. Chem. 39, 4166-4172.
- [40] R. Kailappan, L. Gothandapani and R. Viswanathan, (2000). Production of activated carbon from prosopis, Bioresource Tech. 75, 241-243.
- [41] P. Galiatsatou, M. Metaxas, D. Arapoglou and V.K. Rigopoulou, (2002). Treatment of olive mill waste water with activated carbons from agricultural by-products, Waste Management 22, 803-812.
- [42] ASTM D, 4607-94, Standard Test Metod For Determination of Iodine Number of Activated Carbon.

- [43] H.Yalçın ve M. Gürü, (2002). Su Teknolojisi, Palme Yayıncılık, Ankara, 1.
- [44] V. Atlı ve İ. Belenli, 22-24 Haziran, (1998). 1. Atık Su Sempozyumu, Bildiri Kitabı, Kayseri, 6.
- [45] J. Hanzlik, J. Jehlicka, O. Sebek, Z. Weishauptova and V. Machovic, (2004). Multicomponent adsorption of Ag(I), Cd(II), Cu(II) by natural carbonaceous materials, *Water Research* 38, 2178-2184.
- [46] Su Kirliliği Kontrolü Yönetmeliği Teknik Usuller Tebliği, Madde 35, 7 Ocak 1991 tarihli ve 20748 sayılı Resmi Gazete’ de yayınlanmıştır .
- [47] T. Akgün, (1999). “Adsorpsiyon Teknikleriyle Tekstil Atık Sularının Renklerinin Giderilmesi ”, Yüksek Lisans Tezi, İstanbul Üniversitesi.
- [48] TMMOB Maden Mühendisleri Odası Yayını, Madencilik Bülteni, Sayı: 21, Eylül, (1992), 5.
- [49] Kirscher, M. , (2003), Activated Carbon, *Chemical Market Reporter*, 264-22, 27.
- [50] K. Okada, N. Yamamoto, Y. Kameshima and A. Yasumori, (2003). Porous Properties of Activated carbon from waste newspaper prepared by chemical and physical activation, *J. Colloid and Interface Science*, 262, 179-193.
- [51] Erdik E. , (1993). Organik Kimyada Spektroskopik Yöntemler, Gazi Büro Kitapevi, Ankara
- [52] Arkles B. and Othmer I. K., (1982). *Encyclopedia of Chemical Technology*, 20, Wiley New York
- [53] Schubert U. S. , Hien O., Eschbaumer C., (2000). Functionalized polymers with metal complexing segments: a simple and high-yield entry towards 2,2':6',2''-terpyridine-based oligomers, *Macromol. Rapid Commun.*, 21, 1156–1161.
- [54] Yanez, M. ve Barbosa, S.E. , (2003). Changes in particle area measurements due to SEM accelerating voltage and magnification, *Microsc Res Tech.* 61, 463–468.
- [55] Narin I. , Soylak M. , (2003). The uses of 1-(2-pyridylazo) 2-naphtol (PAN) impregnated Amborsorb 563 resin on the solid-phase extraction of traces heavy metal ions and their determinations by atomic absorption spectrometry, *Talanta*, 60, 215-221.
- [56] Malci S, Kavakli C, Tuncel A, Salih B., (2005). Selective adsorption, pre-concentration and matrix elimination for the determination of Pb(II), Cd(II), Hg(II) and Cr(III) using 1,5,9,13-tetrathiacyclohexadecane-3,11-diol anchored poly (p-chloromethylstyrene-ethyleneglycoldimethacrylate) microbeads, *Analytica Chimica Acta*, 550, 24-32.
- [57] Yaman M. , Ince M.,( 2006). Solid Phase Extraction and Preconcentration of Nickel in Mineral Waters with Amberlite XAD-7 PAR-loaded and Flame Atomic Absorption Spectrometry, *Atomic Spectroscopy*, 27(6), 186-192.
- [58] Kaya G. , Akdeniz I., Yaman M., (2008). Solid phase extraction and preconcentration of nickel in water samles with activated carbon-PAR and flame atomic absorption spectrometry, *Atomic Spectroscopy*, 29(4), 150-155.
- [59] Ghaedi M. , Ahmadib F. , Tavakoli Z. , Montazerozohori M. , Khanmohammadic A. , Soylak M. , (2008). Three modified activated carbons by different ligands for the solid phase extraction of copper and lead, *Journal of Hazardous Materials*, 152, 1248–1255.
- [60] Y. Sarıkaya, (1993). *Fizikokimya*, Gazi Büro Kitabevi, Ankara.
- [61] P. Galiatsatou, M. Metaxas, D. Arapoglou and V.K. Rigopoulou, (2002). Treatment of olive mill waste water with activated carbons from agricultural by-products, *Waste Management* 22, 803-812.
- [62] Aziz Şencan and Mehmet Kılıç, (2015). Investigation of the Changes in Surface Area and FT-IR Spectra of Activated Carbons Obtained from Hazelnut Shells by Physicochemical Treatment Methods, *Journal of Chemistry*.

- [63] Wang Z, Nie E, Li J, Yang M, Zhao Y, Luo X, Zheng Z, (2012). Equilibrium and kinetics of adsorption of phosphate onto iron-doped activated carbon, *Environ. Sci. Pollut. Res.*, 19, 2908-2917.
- [64] Jong-Goo Kim, Yang-Soon Park, Yeong-Keong HA and Kyuseok Song, (2009). Infrared Spectra of Uranium Oxides Measured by ATR-FTIR, *Journal of Nuclear Science and Tech.*, 46, 12, 1188-1192.



# ÖZGEÇMİŞ

## KİŞİSEL BİLGİLER

---

## ARAŞTIRMACI BİLGİLERİ

---

## EĞİTİM BİLGİLERİ

---

**Yüksek Lisans** : “.....Tez Başlığı....”

..... Üniversitesi, ..... Enstitüsü, ..... Anabilim Dalı, YIL

Danışman: Unvan Adı SOYADI

**Lisans** :Cumhuriyet Üniversitesi, Eğitim Fakültesi, . Fen Bilimleri/Fen Ve Teknoloji  
Öğretmenliği Bölümü, YIL:2013.

**Lise** :Elazığ Gazi Anadolu Lisesi, Şehir, Elazığ YIL : 2009

## ARAŞTIRMA DENEYİMİ

---

- ✓ Mikrodalga fırın ile örnek çözünürleştirilmesi
- ✓ Bildiğiniz bilgisayar programlama dillerini yazınız (C-C++, MATLAB, LABVIEW, vb.)
- ✓ Kullanabildiğiniz bilgisayar programlarını yazınız (CAT/CAM, PROTEUS, CALCULUS, vb.)

## AKADEMİK FAALİYETLER

---

### Makaleler:

1. ....

2. ....

### Bildiriler:

1. ....

2. ....

### Projeler:

1. FF.19.11 nolu FÜBAP projesi