

T.C.
TRAKYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**İZMİR-ULUCAK KAZISINDAN ÇIKARILAN BAZI ARKEOLOJİK
MALZEMELERİN KİMYASAL ANALİZLERİ**

ALİ DEMİRKAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI

EDİRNE-2018

ALİ DEMİRKAN' ın hazırladığı "İZMİR ULUCAK KAZISINDAN ÇIKARILAN BAZI ARKEOLOJİK MALZEMELERİN KİMYASAL ANALİZLERİ" başlıklı bu tez, tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından Kimya Anabilim Dalında bir Yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

Jüri Üyeleri (Ünvan, Ad, Soyad):

Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI

Doç. Dr. Aylin YILDIZ

Dr. Öğr. Üyesi Kenan SEZER

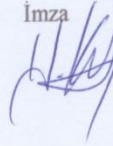
İmza


Tez Savunma Tarihi: 29/05/2018

Bu tezin Yüksek Lisans tezi olarak gerekli şartları sağladığını onaylarım.

Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI

Tez Danışmanı

İmza


Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü onayı

Prof. Dr. Murat YURTCAN

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü



T.Ü.FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA ANABİLİM DALI YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

DOĞRULUK BEYANI

ÖZET

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada, tüm verilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini, kullanılan verilerde tahrifat yapılmadığını, tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını, kullanılan tüm literatür bilgilerinin bilimsel normlara uygun bir şekilde kaynak gösterilerek ilgili tezde yer aldığını ve bu tezin tamamı ya da herhangi bir bölümünün daha önceden Trakya Üniversitesi ya da farklı bir üniversitede tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

29/05/2018

Ali Demirkan

İmza



Yıl 2018

Sayfa Sayısı 70

Analiz Kelimeleri AAS, Mikrodalga, Enerji element, Arkeolojik örnek

Yüksek Lisans Tezi

İzmir Ulucak Kazısından Çıkarılan Bazı Arkeolojik Malzemelerin Kimyasal Analizleri

T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

ÖZET

Bu çalışmanın amacı; İzmir Ulucak'ta yapılan arkeolojik kazıdan çıkarılan çeşitli arkeolojik numunelerin içerisindeki eser elementlerin tayini için Alevli Atomik Absorpsiyon kullanılarak kimyasal analizlerini yapmaktır.

Bu çalışmada İzmir Ulucak'ta yapılan arkeolojik kazılar sonucu bulunan sıva, duvar, kerpiç, toprak, cüruf, boya ve kireç gibi arkeolojik numuneler kullanılmıştır. Alınan numuneler toz haline gelinceye kadar steril bir şekilde parçalandı. Parçalama işleminden sonra filtre kağıdında etüvde 1 gün boyunca 130°C'de kurutulup homojenize edildi. Ardından çözünürleştirme işlemleri yapılana kadar küçük polietilen kaplara yerleştirilip -25°C'de saklandı. Her örnekten yaklaşık 0.4 gr numune alınıp üzerine 8 ml HNO₃ eklenerek mikrodalga çözünürleştirme yapıldı. Yaş çözünürleştirme için ise her örnekten 0.4 gr numune alındı ve ısıtıcı tabla üzerinde yaş çözünürleştirme işlemi gerçekleştirildi. Çözünürleştirme işlemi yapılan tüm numuneler 50 ml'ye seyreltildi ve polietilen kaplara konularak analize kadar saklandı. Tüm numunelerin AAS (Perkin Elmer-Analyst-AA800) cihazı ile analiz edildi.

Yıl : 2018

Sayfa Sayısı : 70

Anahtar Kelimeler : AAS, Mikrodalga, Eser element, Arkeolojik örnek

Master Thesis

Chemical Analysis of Some Archaeological Materials Excavated from İzmir Ulucak
Cave

Trakya University Institute of Natural Sciences

Department of Chemistry

ABSTRACT

The purpose of this study is to carry out the chemical analyzes using the Flammable Atomic Absorption for the determination of the trace elements in various archaeological samples taken from the archaeological excavations in İzmir Ulucak.

In this study, archaeological samples such as plaster, wall, adobe, soil, slag, paint and lime were found at the end of archaeological excavations made in İzmir Ulucak were used. The samples were sterilized until the powder became dusty. After shredding, the filter paper was dried at 130°C for 1 day and homogenized. Then, the dissolution was carried out in small polyethylene containers until stored and stored at -25°C. Approximately 0.4 g of each sample was sampled and microwave-solubilized by adding 8 ml of HNO₃. For the dissolution, 0.4 g of sample was taken from each sample and wet dissolution was performed on the heating plate. All samples that had undergone resolution were diluted to 50 ml and stored in polyethylene containers until analysis. All samples were analyzed with AAS (Perkin Elmer-Analyst-AA800) instrument.

Year : 2018

Number of Pages : 70

Keywords : AAS, Microwave, Trace element, Archaeological sample

ÖNSÖZ

Yüksek lisans eğitimim, tez çalışmalarım ve iş hayatımda, tecrübe bilgi birikim ve önerileri ile yardımlarını esirgemeyen her zaman desteğini gördüğüm, tezin hazırlanmasında yardımlarından sürekli olarak yararlandığım hocam Sayın Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI' ya sonsuz saygı ve teşekkürlerimi sunarım.

Çalışmada kullanılan arkeolojik buluntuları bizimle paylaşan Ulucak Höyüğü kazı başkanı Sayın Prof. Dr. Özlem ÇEVİK hocamıza ve kazı ekibine sonsuz teşekkür ederim.

Laboratuvar çalışmalarım sırasında her konuda yardımlarını esirgemeyen Gökhan GÜNDOĞAN ve Gültekin ÖZDEMİR' e çok teşekkür ederim.

Ayrıca iş hayatım boyunca her türlü desteği sağlayan Sayın Hocam Prof. Dr. İrfan ÇİÇİN' e ve çalışma arkadaşım Sinem ÜNSALAN' a çok teşekkür ederim.

Hayatımın her anında olduğu gibi yüksek lisans eğitim ve iş hayatımda bana her türlü maddi ve manevi desteklerini sağlayan, her zor anımda yanımda olan aileme sonsuz teşekkür ederim.

Desteğini her zaman arkamda hissettiğim hayat arkadaşım Merve ERMİŞ DEMİRKAN' a sonsuz teşekkür ederim.

Yüksek lisans çalışmam sırasında yardımlarını esirgemeyen değerli dostlarım Kimyager Yusuf KARAÇAM ve Yüksek Kimyager Yusuf KAYAALP'e sonsuz teşekkür ederim.

Yüksek lisans çalışmam sırasında ve tüm hayatım boyunca maddi ve manevi desteklerini sakınmayan dostlarıma teşekkür ederim.

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET	i
ABSTRACT.....	ii
ÖNSÖZ	iii
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	iv
SİMGELER DİZİNİ	vi
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	vii
ÇİZELGELER DİZİNİ	viii
BÖLÜM 1	1
GİRİŞ	1
BÖLÜM 2	2
AĞIR METALLER.....	2
2.1 Ağır Metallerin Genel Özellikleri	2
2.2 Ağır Metallerin Taşınması.....	3
2.3 Ağır Metallerin Zehirliliğini Etkileyen Etmenler.....	4
2.4 Ağır Metal Kirliliğine Neden Olan Etmenler.....	4
2.5 Eser Elementler	4
BÖLÜM 3	5
MATERYAL VE METOT	5
3.1 Kazı Bölgesi ve Coğrafi Konumu	5
3.2 Arkeolojik Numunelerin Toplanması.....	8
3.3 Numune Parçalama Yöntemleri	8
3.3.1 Yaş Yakma.....	9
3.3.2 Kuru Yakma.....	9
3.3.3 Mikrodalgayla Parçalama	9
3.4 Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi	10
3.5 Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi.....	10

3.5.1 Işın Kaynakları.....	10
3.5.2 Atomlaştırıcılar	12
3.5.3 Monokromatörler	15
3.5.4 Dedektörler	15
3.6 Atomik Absorpsiyon Spektrometresinde Kantitatif Analiz	15
3.6.1 Lineer Kalibrasyon Yöntemi	16
3.6.2 Standart Ekleme Yöntemi.....	16
BÖLÜM 4	18
SONUÇLAR VE TARTIŞMA	18
4.1 Numunelerin toplanması	18
4.2 Numunelerin Hazırlanması.....	19
4.3 Numunelerde Nem Tayini	19
4.4 Numunelerde İletkenlik Tayini	20
4.5 Numunelerde pH Tayini.....	22
4.6 Numunelerin Çözünürleştirilmesi	24
4.6.1 Numunelerin Mikrodalga İle Çözünürleştirilmesi.....	24
4.6.2 Numunelerin Yaş Çözünürleştirme İle Çözünürleştirilmesi.....	25
4.7 Eser Element Analizleri.....	28
4.7.1 Bakır Analizleri	28
4.7.2 Çinko Analizleri.....	32
4.7.3 Kadmiyum Analizleri	35
4.7.4 Nikel Analizleri	38
4.7.5 Mangan Analizleri	41
4.7.6 Krom Analizleri	44
4.7.7 Kobalt Analizleri	47
4.7.8 Kurşun Analizleri.....	50
4.7.9 Demir Analizleri	55
4.8 İstatistik	60
4.9 Tartışma.....	65
4.10 Daha Önce Yapılan Çalışmalar	66
KAYNAKÇA.....	67
ÖZGEÇMİŞ	70

SİMGELER DİZİNİ

AAS: Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi

°C: Santigrat Derece

mL: Mililitre

mg: Miligram

ppm: Milyonda bir birim

g: gram

µg: Mikrogram

µs: Mikrosaniye

cm: Santimetre

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 2.1 Besin Zinciri	3
Şekil 3.1 Ulucak Höyük	6
Şekil 3.2 Höyükte Yapılan Kazı Çalışmaları	6
Şekil 3.3 Höyükte Yapılan Kazı Çalışmaları	7
Şekil 3.4 Kazı Çalışmaları Sonucu Ortaya Çıkarılan Buluntular	7
Şekil 3.5 Kazı Çalışmaları Sonucu Ortaya Çıkarılan Buluntular	8
Şekil 3.6 Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi Bileşenleri	10
Şekil 3.7 Oyuk Katot Lambası	11
Şekil 3.8 Oyuk Katot Lambasında Atomun İyonlaşma Mekanizması	11
Şekil 3.9 Elektrotsuz Boşalım Lambaları	12
Şekil 3.10 Laminar Akışlı Bek	13
Şekil 3.11 Bir Grafit Fırının Kesiti (Skoog D. , Holler, West, & Crouch, 2003)	14
Şekil 3.12 L'vov Platform ve Grafit Fırındaki Durumu	14
Şekil 3.13 Standart Ekleme Kalibrasyon Grafiği (Bilinmeyen Numunenin Derişimi) ..	17
Şekil 4.1 CEM MARSXpress 5 Mikrodalga Çözme Sistemi	24
Şekil 4.2 Balonjojelere Süzülen Numuneler	25
Şekil 4.3 Isıtıcı Tabla Üzerinde Yaş Çözünürleştirme İşlemi	26
Şekil 4.4 Numunelerde Bakır Analizi Sonuçları	31
Şekil 4.5 Çinko Analizi Sonuçları	34
Şekil 4.6 Kadmiyum Analizi Sonuçları	37
Şekil 4.7 Nikel Analizi Sonuçları	40
Şekil 4.8 Mangan Analizi Sonuçları	43
Şekil 4.9 Krom Analizi Sonuçları	46
Şekil 4.10 Kobalt Analizi Sonuçları	49
Şekil 4.11 Kurşun Analizi Sonuçları	54
Şekil 4.12 Demir Analizi Sonuçları	59

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 4.1 Numune Türleri.....	18
Çizelge 4.2% Nem Miktarı	19
Çizelge 4.3 Numunelerde İletkenlik Tayini	21
Çizelge 4.4 Numunelerin pH değerleri	22
Çizelge 4.5 Çözünürleştirmede Kullanılan Numune Miktarları	26
Çizelge 4.6 Numunelerde bakır analizi sonuçları	28
Çizelge 4.7 Çinko Analizi Sonuçları.....	32
Çizelge 4.8 Kadmiyum Analizi Sonuçları	35
Çizelge 4.9 Nikel Analizi Sonuçları.....	38
Çizelge 4.10 Mangan Analizi Sonuçları	41
Çizelge 4.11 Krom Analizi Sonuçları	44
Çizelge 4.12 Kobalt Analizi Sonuçları.....	47
Çizelge 4.13 Kurşun Analizi Sonuçları.....	50
Çizelge 4.14 Hesaplamalar Sonucu Bulunan Kurşun Miktarları	52
Çizelge 4.15 Kurşun Analizi Sonuçları.....	55
Çizelge 4.16 Hesaplanan Demir Miktarları	57
Çizelge 4.17 Elementlerin Metot İstatistikleri	60
Çizelge 4.18 Elementlerin Metot İstatistikleri	62
Çizelge 4.19 Elementlerin Metot İstatistikleri	63

BÖLÜM 1

GİRİŞ

Arkeolojik buluntuların kimyasal içeriklerinin bulunması ve kaynak analizleri ile teknolojik düzey, kültürel ilişkiler, ticaret ilişkilerinin ortaya çıkarılabileceği gibi dolaylı olarak da doğal çevre ve iklim hakkında da bilgi edinilebilir. Bu bilgileri toplamak amacıyla genellikle taş, obsidiyen, mermer, kil, çanak çömlek, metal, cüruf, toprak ve sıva örnekleri kimyasal olarak analiz edilirler.

Arkeolojik buluntuların kimyasal analiz sayesinde metal alaşımlarının nasıl yapıldığı, kaynakların nerelerden toplandığı, malzemelerin nasıl yapıldığı gibi birçok soruya cevap verilebilir. Buluntuları kullanan insanların diyetleri seramik kaplarda bulunan gıda kalıntıları sayesinde belirlenebilir (Lambert, McLaughlin, Shaw, & Xue, 1999).

Arkeolojik buluntuların kimyasal analizi geçmişten günümüze kadar ulaşılmış olan kültürel varlıkların korunması açısından da oldukça önemli bir rol üstlenmiştir. Kimyasal analizlerle arkeolojik buluntuların içerdiği mineral ve elementler tespit edilir. Buluntuların hasar görmesi veya onarılması gereken durumlarda bu kimyasal içeriğe uyularak arkeolojik buluntular orjinaline uygun olarak restore edilir ve geçmişten geleceğe bir miras olarak aktarılır.

Bu çalışmada İzmir Ulucak'ta yapılan arkeolojik kazı çalışmaları sonucunda bulunan kerpiç, duvar, sıva, toprak, boya, kireç ve cüruf buluntularında eser element tayini yapılarak mikrodalga çözünürleştirme ve yaş çözünürleştirme metotlarının karşılaştırılması esas alınmıştır.

BÖLÜM 2

AĞIR METALLER

Metaller tarihin ilk çağlarından beri uygarlığın ve medeniyetin gelişmesinde önemli bir rol oynamışlardır. Günümüze kadar insanoğlu metallere şekil vererek her türlü amaca kullanıma uygun hale getirmişlerdir. İlk çağlardan beri süregelen bu kullanım ile aynı zamanda yeryüzünde metal kirlilikleri de oluşmaya başlamıştır.

2.1 Ağır Metallerin Genel Özellikleri

Yeryüzünde yaklaşık 90 farklı kimyasal element doğal formlarda kendiliğinden bulunur ve bunlardan canlılar için elzem olanları yaklaşık 25 farklı elementtir (Fennema, 1996). Günümüzde kullanılan binlerce kimyasal madde vardır. Kullanılan kimyasal maddelerin büyük çoğunluğunu ise ağır metaller oluşturur. Canlı bir organizmanın doğal olarak büyümesi ve gelişmesi için organizmanın bünyesinde bulunması gereken ve miktar olarak organizmanın ağırlığının % 0,01'inden daha az olan elemente ağır metal denir (Çınar, 2008).

Ağır metaller biyolojik olarak üçe ayrılır:

Esansiyel metaller: Canlı bir organizmanın yaşamını sürdürebilmesi için elzem olan metallerdir. Kalsiyum, magnezyum, potasyum ve sodyum gibi metaller esansiyel metallere örnek olarak verilebilir.

Geçiş elementleri: Düşük derişimlerde esansiyel lakin yüksek derişimlerde toksik olan elementlerdir. Demir, bakır, mangan, çinko ve kobalt geçiş elementlerine örnek olarak gösterilebilir.

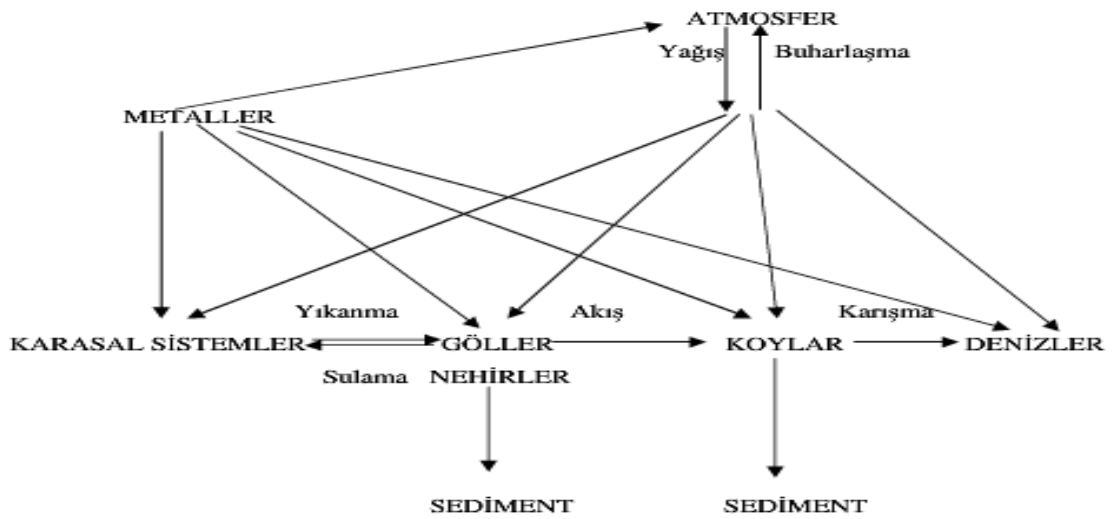
Eser elementler: Düşük konsantrasyonları bile toksik olan ve organizma için gerekli olmayan elementlerdir. Arsenik, kurşun, selenyum, berilyum, kalay, civa, gibi elementler eser elementlere örnek olarak gösterilebilir (Skoog D. , Holler, West, & Crouch, 2003).

2.2 Ağır Metallerin Taşınması

Ağır metaller ekosistemdeki diğer tüm maddeler gibi besin zinciriyle taşınırlar. Ekosistemde bulunan canlıların birbirleriyle beslenmesiyle oluşan döngüye besin zinciri denir.

Besin zincirinde döngüyü oluşturan üç grup vardır:

1. Üreticiler: Güneş enerjisi yardımıyla fotosentez yaparak inorganik maddelerden organik maddeler sentezleyen tüm canlılar olarak tanımlanır.
2. Tüketiciler: Üretici grubun ürettiği besinlerle beslenen bu grup tüketiciler olarak tanımlanır.
3. Ayrıştırıcılar: Ölü bitki ve hayvanların atık maddeleriyle beslenen bakteri ve mantar gibi mikroorganizmalardır.



Şekil 2.1 Besin Zinciri

2.3 Ağır Metallerin Zehirliliğini Etkileyen Etmenler

Canlıların organizmalarında yüksek konsantrasyonlarda bulunan ağır metaller canlıların tahribata uğramasına yol açarlar. Ağır metal içeren çözeltilerin zehirliliğini etkileyen bazı etmenler, su ortamının; tuzluluk, oksijen, ısı, ışık, pH, sertlik değerine bağlıdır. Ayrıca organizmanın türüne, beslenme şekline, metalin cinsine göre de değişiklik gösterdiği söylenebilir (Farid & Enani, 2010).

2.4 Ağır Metal Kirliliğine Neden Olan Etmenler

Soluduğumuz havadan bastığımız toprağa kadar her yerde kirlilik mevcuttur. Sanayileşme, hızla artan trafik, çarpık kentleşme, yanlış arazi kullanımı, tarım arazilerinde kullanımı artan gübre ve pestisit kirlilikte çok büyük rol oynamaktadır. Kirleticilerin başında ise yüksek oranda ağır metal bulunduran atık maddeler gelmektedir. Bu atık maddeler doğada toprak üzerinde veya içerisinde kalıcı olarak birikmektedir. Toprakta biriken ağır metaller beslenme zincirindeki tüm canlılara ciddi seviyede zarar vermektedir. Ekosistemin en önemli kaynaklarından olan su ve toprağın bilinçsizce kullanımı da kirliliği önemli ölçüde arttırmaktadır. Ağır metallerin çevrede bulunan konsantrasyonları sürekli takip edilmeli ve kontrol altında tutulmalıdır.

2.5 Eser Elementler

Bir örnek içerisinde çok düşük konsantrasyonlarda bulunan ve oldukça zor tayin edilen elementler eser element sınıfına girmektedir (Bertini, Gray, Lippard, & Valentine, 1994). İnorganik ve organik numunelerde konsantrasyonu 100 µg/g altında olan elementlerin analizi eser element analizi olarak tanımlanabilir (Mizuike, 1982)

BÖLÜM 3

MATERYAL VE METOT

3.1 Kazı Bölgesi ve Coğrafi Konumu

Ulucak Höyüğü, İzmir kent merkezinin doğusunda yer almaktadır. (38°28'00.5"N 27°21'07.5"E) Höyüğün rakımı 220 m'dir. Günümüzde höyüğün batı ve güneyinde Nif Çayı bulunmaktadır. Höyüğün güneyinde Nif Dağı, kuzeyinde Spil Dağı yükselir (Gürelli, 2013).

Höyüğün arazi üzerinde 120 x 140 m'lik bir alana yayıldığı düşünülse de yapılan derin araştırmalar sonucunda 3 hektarlık bir alana yayıldığını ortaya çıkarılmıştır. (Kemalpaşa Belediyesi).

Yapılan analizler sonucunda en eski yerleşim günümüzden 8500 yıl öncesine tarihlenmektedir. Yoğun olarak yerleşilmiş ve planlanmış köy yerleşimlerine ait mekanlar açığa çıkarılmıştır. (<http://www.izmirkulturturizm.gov.tr>, 2018). Höyüğün çizimi Şekil 3.1' de verilmiştir.

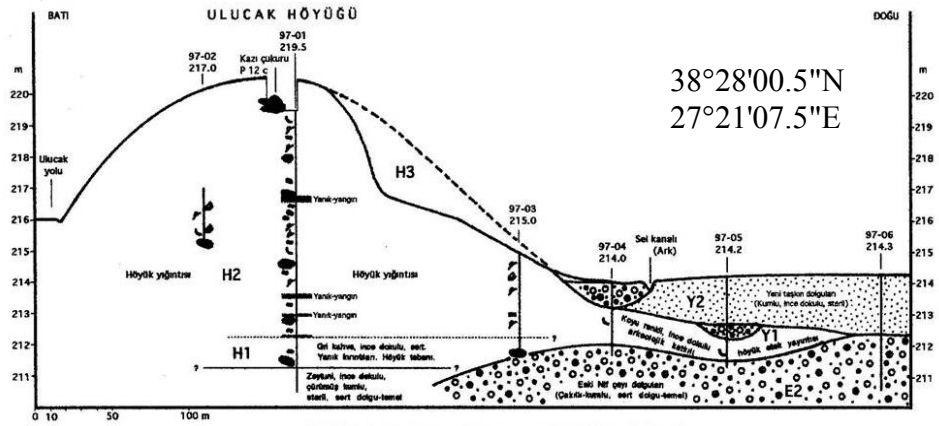


FIGURE 4. The east-west cross-section of Ulucak Höyük and stratigraphical correlation with the eastern sediment units. E (Earlier), H (Höyük, mound), L (Later) indicate depositional units. They can be compared with the units on Figure 5.

Şekil 3.1 Ulucak Höyük

Evler genel olarak birbirlerine bitişik olarak yapılmıştır ve genellikle tek mekanlıdır. Yerleşim bölgesinin ani bir yangınla terk edildiği ortaya çıkarılmıştır. Bu yüzden de o günkü yaşamı olduğu gibi yansıtan eserler yapıların içine bulunmuştur. (İzmir Müzesi)

Höyükte yapılan kazı çalışmaları Şekil 3.2 ve Şekil 3.3 'te, kazı çalışmaları sonucu bulunan buluntular ise Şekil 3.4 ve Şekil 3.5'te verilmiştir.



Şekil 3.2 Höyükte Yapılan Kazı Çalışmaları



Şekil 3.3 Höyükte Yapılan Kazı Çalışmaları



Şekil 3.4 Kazı Çalışmaları Sonucu Ortaya Çıkarılan Buluntular



Şekil 3 5 Kazı Çalışmaları Sonucu Ortaya Çıkarılan Buluntular

3.2 Arkeolojik Numunelerin Toplanması

Kazı çalışmaları sonucu höyüklerden seramik, kerpiç, sıva, duvar, boya, toprak, cüruf, bitki, galen ve kireç gibi bir çok buluntu çıkarılabilir. Arkeologlar tarafından öncelikle höyüğün varlığı saptanmalıdır. Höyüklerdeki ilk tabakaya ulaşınca kadar kazı makinaları kullanılabilir. Yalnız ilk tabaka kaldırılınca sivri uçlu mala, kürek ve kova kullanılması gerekmektedir. Ele geçen eşyalar özenle temizlenip, buldukları bölgeyi, tabakayı belirtecek şekilde numaralandırılırlar. Buluntuların çıktığı andaki durumları her aşamada yazı, ölçüm, çizim ve fotoğraflarla tespit edilir. Kazıda çıkan toprak elenerek toplanan parçalar numaralarına göre sınıflandırılır. Kazı esnasında çıkan mimari kalıntıların planları çizilip fotoğrafları çekilir. Daha sonra ise bir alt tabakaya bakmak için bu kalıntılar kaldırılır. Kazı evine getirilen buluntular uygun bir biçimde yıkanarak fırçalarla temizlenir. Üzerlerine kazı yerinin adı, buluntu yılı, açma ve tabaka numaraları yazılıp envanter defterine işlenir.

3.3 Numune Parçalama Yöntemleri

Numune parçalama işlemlerinde genellikle üç yöntem kullanılır.

1. Yaş Yakma
2. Kuru Yakma
3. Mikrodalga ile parçalama

3.3.1 Yaş Yakma

Bu yöntemde öncelikle parçalanacak numuneler barındırdıkları su tamamen uzaklaşmaya kadar etüvde kurutulurlar. Homojenize hale getirilen numuneler analizde kullanılacak miktarları kadar teker teker beherler içerisine, hassas tartılar kullanılarak tartılırlar. Ardından çeker ocakta üzerlerine kullanılacak inorganik asit veya inorganik asit karışımları ilave edilir. İnorganik asitlerin ilavesinden sonra beherlerin üzeri saat camı ile kapatılır ve ısıtıcı üzerinde çözünürleştirilir. Çözünürleştirme işlemi çözelti berraklaşmaya kadar çeker ocak içerisinde devam eder. Berraklaşan çözelti oda sıcaklığına soğutur ve deiyonize su kullanılarak seyreltilir. Seyreltilen çözeltiler son olarak süzülür analiz edilir (Welna, Szymczycha-Madeja, & Poh, 2011)

3.3.2 Kuru Yakma

Bu yöntem genellikle katı numuneler için kullanılır. Homojenize hale getirilen numuneler krozeler içerisine konur. Ardından 500-700°C'ye ayarlanmış kül fırınının içerisine yerleştirilirler. Krozeler içerisindeki numuneler açık gri renkli küle dönüşüncüye kadar devam edilir. Açık gri renkli kül oluşumu numunemizin tamamen yandığını işaret eder. Yakma işlemi tamamlanınca krozeler fırından çıkarılır ve oda sıcaklığına soğutulur. Oda sıcaklığına gelince inorganik asitlerle çözülüp deiyonize su kullanılarak seyreltilir ve süzülür. Seyreltilen çözeltiler analiz edilir (Milasic & Kralij, 2003).

3.3.3 Mikrodalgayla Parçalama

Bu yöntemde kurutulmuş homojenize hale getirilen numuneler hassas tartılarda tartılır. Tartılan numuneler teflon kaplara aktararak üzerlerine numunenin parçalanabilmesi için uygun asitler eklenir. Ardından teflon kaplar mikrodalgaya yerleştirilir ve uygun sıcaklık-basınç ayarlanarak program başlatılır. Mikrodalga programı tamamlanınca teflon kaplar içerisinde bulunan çözeltiler süzülüp seyreltilerek

analiz edilir. Mikrodalga ile parçalama sırasında verilen enerji teflon kapları ısıtmaya ihtiyaç duymaksızın içerisindeki çözeltiyi ısıtıp parçalar. Bu yüzden zaman bakımından diğer geleneksel yöntemlere göre oldukça avantajlıdır (Welna, Szymczycha-Madeja, & Poh, 2011).

3.4 Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi

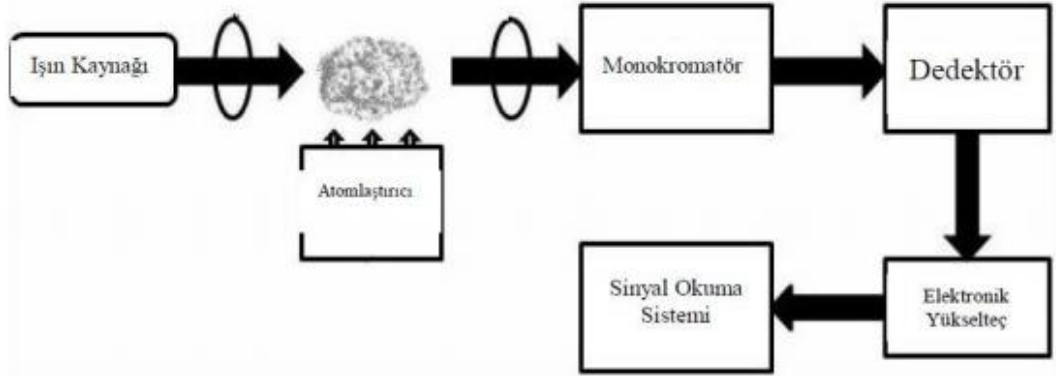
Bu yöntem elektromanyetik ışının eser element atomları tarafından absorplanması ilkesi ile çalışır (Welz & Sperling, 1999).

Atomik absorpsiyon spektrometrelerinin yaygınlaşmaya başlamasıyla biyolojik numunelerdeki az miktarda bulunan eser elementler, gıda analizleri, beslenme ve toksikoloji gibi farklı dallarda kullanımı da ortaya çıkmıştır (Lajunen, 1992).

3.5 Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi

Atomik absorpsiyon spektrofotometreleri temel olarak ışın kaynağı, monokromatör, atomlaştırıcı ve dedektörden oluşur (Gündüz, 1993).

Atomik Absorpsiyon Spektrofotometrelerin oluştuğu kısımlar Şekil 3.6’ da verilmiştir.



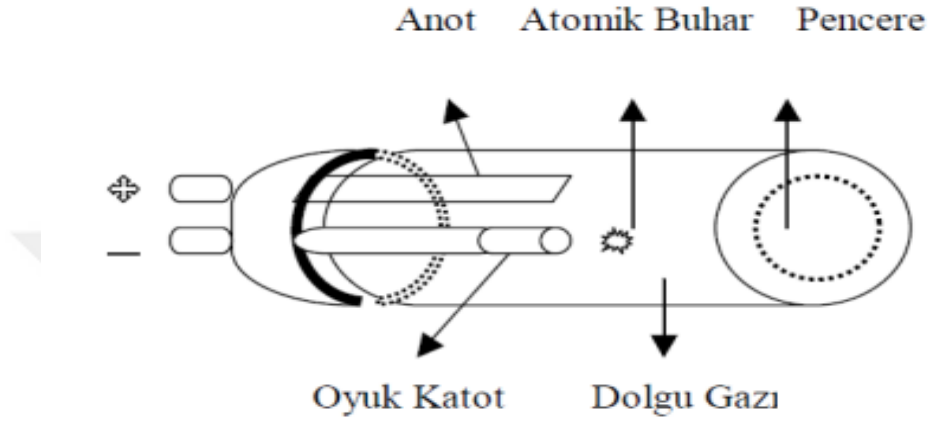
Şekil 3.6 Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi Bileşenleri

3.5.1 Işın Kaynakları

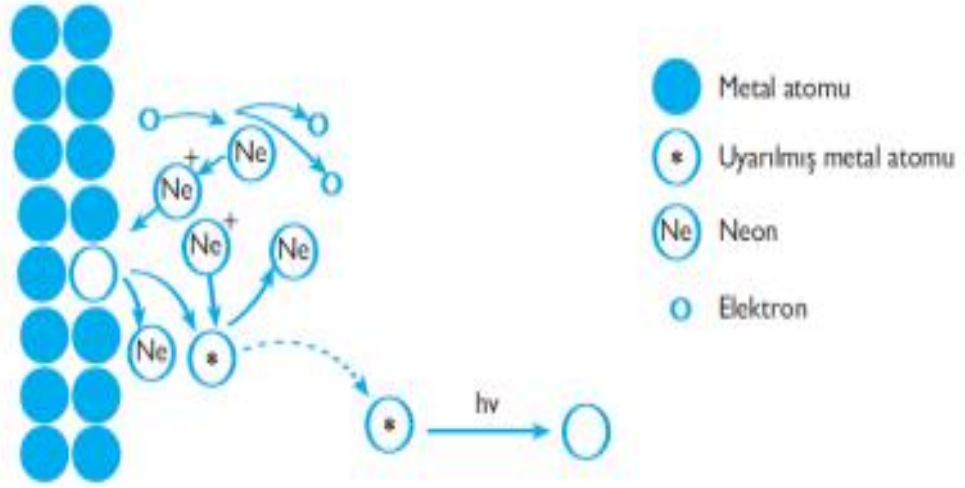
Atomik absorpsiyon spektrofotometresinde analizi yapılacak elementlerin yaydıkları ışınlar çok spesifikdir. Işın kaynaklarının buradaki ana görevi analizi yapılan elemente özgü spektrumunu yaymaktır.

3.5.1.1 Oyuk Katot Lambası

En yaygın kullanılan ışık kaynağıdır ve asal gazlarla doldurulmuştur. Anot tungstenden yapılırken, katot ise analizi yapılacak elementten yapılmıştır. Katot analizi yapılacak elementten oluşacağı için her element için ayrı ayrı lamba gereklidir. Bu durum da en önemli dezavantajıdır (Welz B. , 1985).



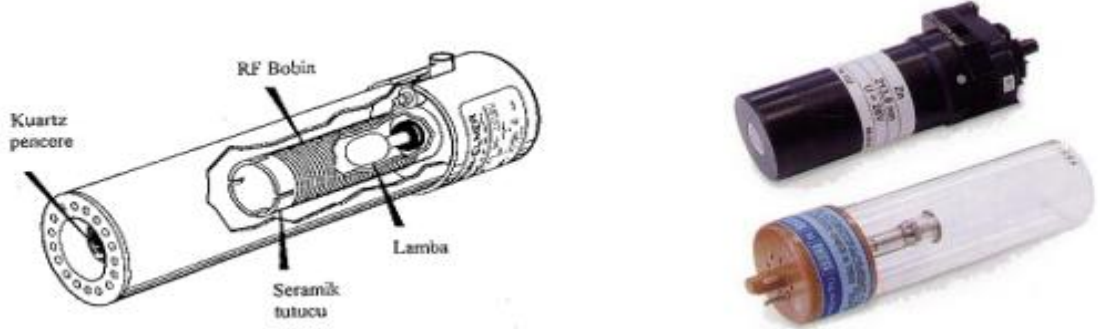
Şekil 3.7 Oyuk Katot Lambası.



Şekil 3.8 Oyuk Katot Lambasında Atomun İyonlaşma Mekanizması

3.5.1.2 Elektrotsuz Boşalım Lambaları

Kuvarz bir tüpün içerisinde inert bir gaz ve analizi yapılacak elementin tuzu konularak yapılan lambalardır (Gündüz, 1993).



Şekil 3.9 Elektrotsuz Boşalım Lambaları

3.5.1.3 Yüksek Işımalı Lambalar

Ekstra bir güç kaynağına ihtiyaç duymaları ve karmaşık bir yapıya sahip olmalarından dolayı özel çalışmalar dışında tercih edilmez.

3.5.1.4 Sürekli Işın Kaynakları

Sürekli ışın kaynaklarının; absorpsiyon hatlarının dar olması, analitik sapma göstermesi, yüksek absorbanlarla çalışamaması gibi nedenlerle çok fazla kullanılmazlar (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997).

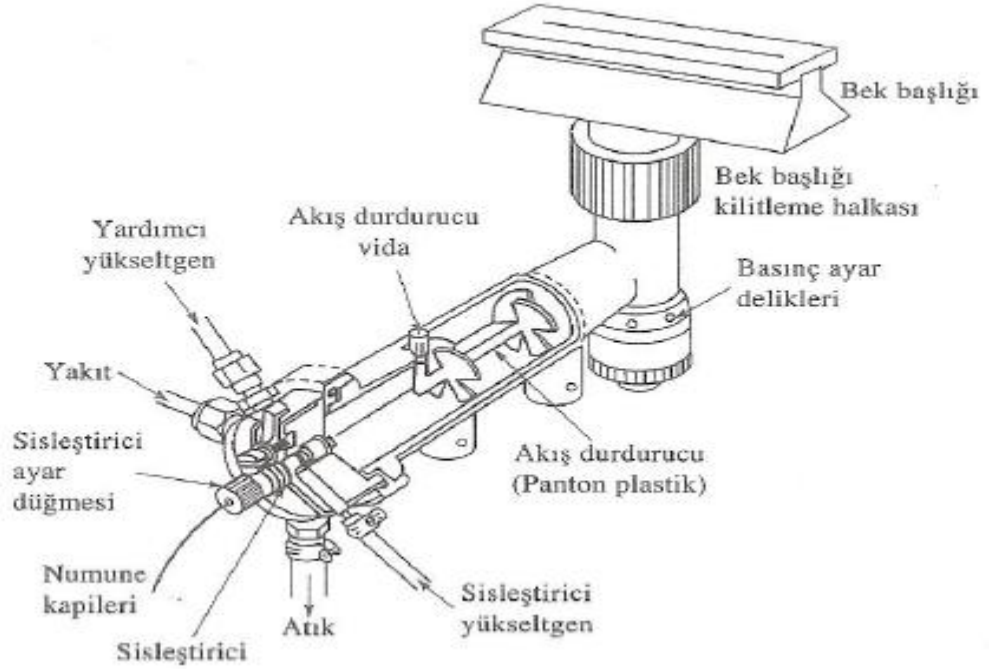
3.5.2 Atomlaştırıcılar

Atomlaştırıcının temel görevi, numunede bulunan iyon veya molekülerden derişimi tespit edilecek elementin temel haldeki atomlarını oluşturmaktır. Temel haldeki atomların oluşturulma işlemi, tayin duyarlılığının atomlaştırıcılara bağlı olmasından dolayı atomik spektroskopik tekniklerde en zor ve en önemli işlemdir. Genellikle örneğin çözelti halinde aleve püskürtülmesi tekniği kullanılır. (Welz B. , 1985).

3.5.2.1 Alevli Atomlaştırıcılar

Alevli atomlaştırıcılarda numune çözeltisi doğrudan aleve püskürtülür. Aleve püskürtülen numunede ilk olarak çözücü buharlaşır. Buharlaşma hızı; çözücünün türüne ve püskürtülen çözeltinin damlacık büyüklüğüne bağlıdır. Buharlaşma sonucu organik

bileşikler yanar. İnorganik bileşikler ise buharlaşır ve oluşan gaz moleküller atomlarına ayrılırlar (Gündüz, 1993).

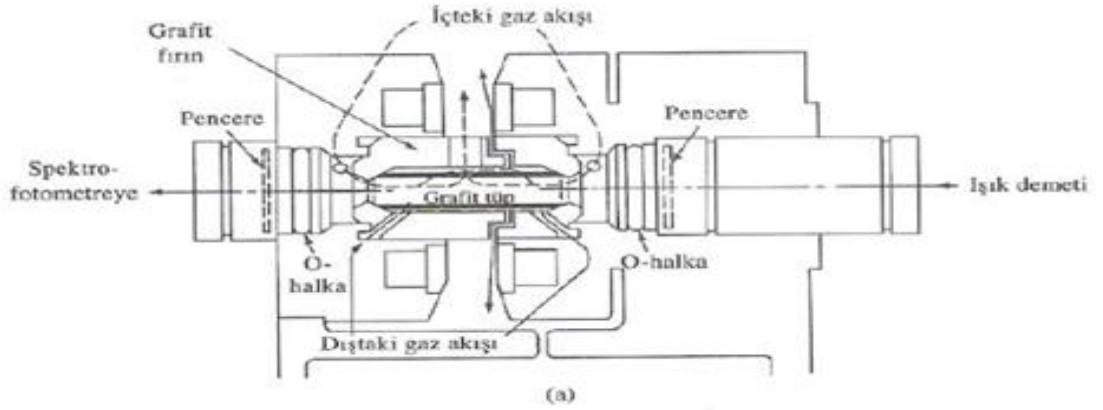


Şekil 3.10 Laminar Akışlı Bek

Alev sıcaklığı alevli atomlaştırıcılarda en önemli unsurdur. Her element farklı sıcaklıklarda tam olarak atomlaşmaktadır. Analizi yapılacak elementin tam olarak atomlaştırılması yanıcı/yakıcı gaz oranına bağlıdır.

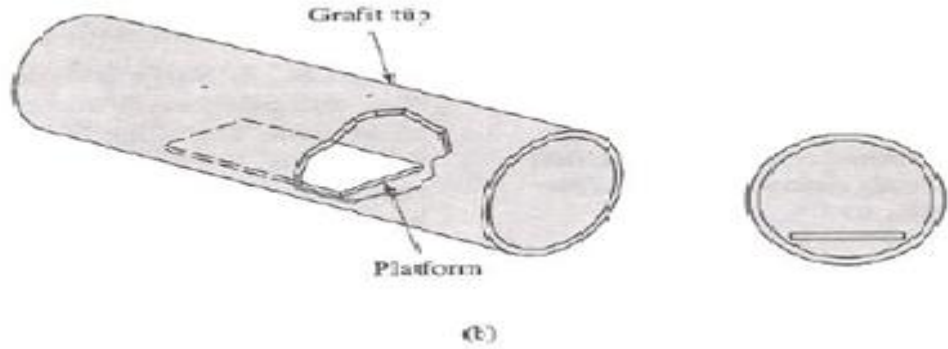
3.5.2.2 Elektrotermal Atomlaştırıcılar

Grafit tüplerin, serbest halde bulunan metal atomları oluşturmak için, elektrikle ısıtılması sonucu oluşturulur. Atomlaştırıcı olarak grafit tüpler kullanılan AAS' ler grafit fırınlı olarak isimlendirilir. Şekil 3.11' de grafit fırının kesiti gösterilmiştir



Şekil 3.11 Bir Grafit Fırının Kesiti (Skoog D. , Holler, West, & Crouch, 2003)

L'vov ve arkadaşları tarafından tüpün orta ve uç bölümleri arasında 2500°C ile 800°C arasında değişen sıcaklıklar ölçülmüştür. Numunenin konulacak bir platform üzerinden atomlaşması; sıcaklık kararlı hale gelene kadar analit atomlaşmasını geciktirmiştir. Konulan bu platform sayesinde atomlaşmanın başladığı sıcaklıkta analiz elementinin atomlaşmasına etki eden matriks etkileri böylece ortadan kaldırılmış olur.



Şekil 3.12 L'vov Platform ve Grafit Fırındaki Durumu

Elektrotermal atomlaştırıcıların alevli atomlaştırıcılara göre üstünlükleri aşağıdaki gibi sıralanabilir:

1. 5-50 mL gibi düşük miktarlarda numunelerle çalışılabilir.
2. Akışkanlığı zor olan yüksek viskoziteli sıvılarla çalışılabilir.
3. Atomik buhar oluşumu için sıcaklık daha kontrollü olduğundan atomlaşma verimi yüksektir.
4. Az sayıda da olsa katı numuneler analiz edilebilirler.

5. Alevli atomlařtırıcılarda oksijenin kuvvetli absorpsiyonundan dolayı tayin edilemeyen numunler elektrotermal atomlařtırıcılarda inert gaz ortamı sayesinde tayin edilebilirler. (Broekaert, 2002)

3.5.3 Monokromatörler

AAS'de monokromatör olarak prizma veya optik ađ kullanılır. Prizmalar, kuvars malzemeden üretilmiřtir. Absorbansın ölçülmesi esnasında, ışık kaynađından gelen polikromatik ışıktan tayin elementin rezonans hattına uygun tek bir dalga boyunda ışık seçilerek örneđe gönderilir. Bu yüzden monokromatörler ayırıcılık ve ışık miktarı dikkate alınarak kullanılırlar.

AAS'de elementleri ayırmak ve spektral girřimleri engellemek monokromatörden bađımsız olarak; ışık kaynađının emisyon hatlarının genişliđine ve analiz elementinin emisyon hatlarının genişliđine bađlıdır.

3.5.4 Dedektörler

İşık sinyalinin elektrik sinyaline dönüřtürülmesi için kullanılırlar. AAS'de dedektör olarak fotoçođaltıcılar kullanılır. Bir fotoçođaltıcının hassasiyeti, katodun kaplama maddesine bađlıdır (Welz & Sperling, 1999).

Bir dedektörün,

- 1- Işıđa karşı hassas olması,
- 2- Işık şiddetiyle dođru orantılı sinyal üretmesi,
- 3- Hızlı bir şekilde sinyal üretebilmesi,
- 4- Kararlı olması istenir.

3.6 Atomik Absorpsiyon Spektrometresinde Kantitatif Analiz

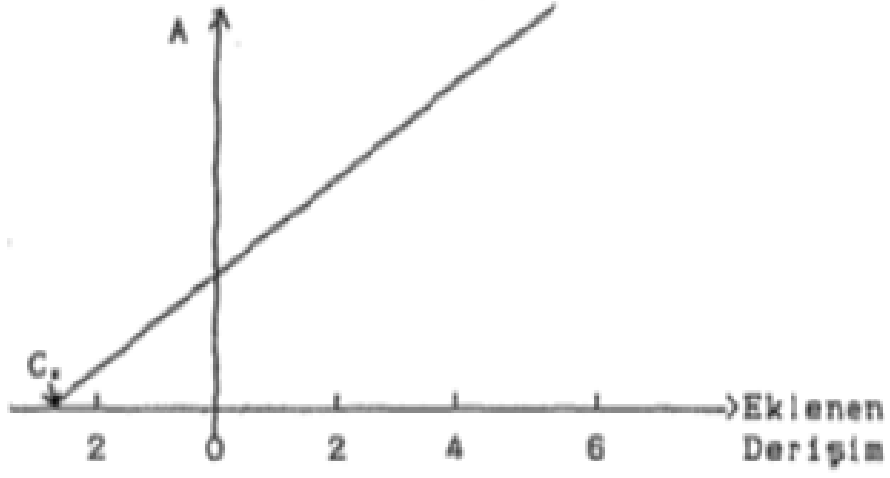
Atomik absorpsiyon spektrometresinde kantitatif analiz yapmak için lineer kalibrasyon ve standart ekleme yöntemi olmak üzere iki farklı yöntem kullanılır.

3.6.1 Lineer Kalibrasyon Yöntemi

Analizi yapılacak olan elementin saf bileşiminden hazırlanan ve derişimi tam olarak bilinen farklı konsantrasyonlardaki çözeltilerin absorbanları ölçülür. Derişim sonuçları x eksenine, okunan absorban sonuçları y eksenine işaretlenerek kalibrasyon grafiğı olarak isimlendirilen bir grafik çizilir. Analiz bu grafiğın doğrusal olduğı aralıkta yapılır. Grafiğın doğrusal olduğı bu aralık, analizi yapılacak elementin tayin sınırlarını belirler. Grafik oluşturulduktan sonra derişimi bilinmeyen örneklerin absorbanları okutulur. Daha sonra kalibrasyon grafiğı kullanılarak örneklerin içerisindeki analit miktarları saptanır.

3.6.2 Standart Ekleme Yöntemi

Örnek çözeltilisinde matriksten kaynaklanan bazı kimyasal ve fiziksel etkiler olabilir. Analizi yapılacak örneğın matriksi tam olarak bilinemiyorsa matriksten gelen bu etkileri ortadan kaldırmak yalnızca standart çözeltilerle mümkün olmaz. Örneklerdeki absorban-derişim ilişkisi standartlardaki absorban-derişim ilişkisinden farklı olduğı durumlarda standart ekleme yöntemi kullanılır. Öncelikle analiz edilecek çözeltili uygun oranlarda seyreltildikten sonra balonjojelere eşit hacimlerde alınır. Birinci kısım balonjojenin hacmine seyreltilip absorbanı okunur. Diğer kısımlara çeşitli miktarlarda analiz edilecek elementin standardı eklenerek balonjojelerin hacmine seyreltilip absorban okunur. Eklenen standart konsantrasyonları x eksenine, okunan absorban değerleri ise y eksenine işaretlenerek bir grafik çizilir. Çizilen bu grafikte doğru x eksenini kesecek şekilde uzatılır. Doğrunun x eksenini kestiğı noktanın y eksenine olan uzaklığı bize numune içerisindeki analit derişimini sunar. Şekil 3.13'de standart ekleme kalibrasyon grafiğı gösterilmiştir.



Şekil 3.13 Standart Ekleme Kalibrasyon Grafiđi (Bilinmeyen Numunenin Derişimi)

BÖLÜM 4

SONUÇLAR VE TARTIŞMA

4.1 Numunelerin toplanması

Bu çalışmada kullanılan numuneler Ulucak Höyüğü'nde yürütülen kazıdan kurallara uygun olarak çıkarılarak sıva, duvar, kerpiç, toprak, cüruf, boya ve kireç gibi numuneler tarafımıza analiz amaçlı teslim edilmiştir.

Çizelge 4.1 Numune Türleri

Numune	İçerik	Numune	İçerik	Numune	İçerik	Numune	İçerik
1	Kül	12	Bitki	23	Kireç	34	Çömlek
2	Kül	13	Silo	24	Kireç	35	Çömlek
3	Kül	14	Kerpiç	25	Kireç	36	Çömlek
4	Sıva	15	Kerpiç	26	Sıva	37	Çömlek
5	Boya	16	Kerpiç	27	Sıva	38	Çömlek
6	Boya	17	Kerpiç	28	Sıva	39	Çömlek
7	Boyalı sıva	18	Curuf	29	Sıva	40	Çömlek
8	Boyalı sıva	19	Metal	30	Sıva	41	Çömlek
9	Boya	20	Galen	31	Sıva	42	Çömlek
10	Boya	21	Galen	32	Çömlek	43	Toprak
11	Boya	22	Kireç	33	Çömlek		

4.2 Numunelerin Hazırlanması

Alınan numuneler toz haline gelinceye kadar steril bir şekilde parçalandı. Parçalama işleminden sonra filtre kağıdında etüvde 1 gün boyunca 130°C’de kurutulup homojenize edildi. Ardından çözünürleştirme işlemleri yapılanaya kadar küçük polietilen kaplara yerleştirilip -25°C’de saklandı.

4.3 Numunelerde Nem Tayini

Tüm numunelerden yaklaşık 4'er gram alınarak içerdikleri nem miktarı % olarak bulunmuştur. Numuneler 130 °C’de nem tayin cihazında içerdikleri tüm su uçana kadar bekletilmiştir.

Çizelge 4.2% Nem Miktarı

Numune	% Nem miktarı
1	%0,96
2	%1,78
3	%1,48
4	%1,84
5	%12,28
6	%1,20
7	%0,60
8	%2,28
9	%2,20
10	%5,08
11	%2,06
12	%1,20
13	%2,93
14	%2,60
15	%2,57
16	%2,62
17	%2,27
18	%14,06
19	%0,41

Numune	% Nem miktarı
20	%0,54
21	%2,90
22	%1,46
23	%0,61
24	%2,52
25	%4,25
26	%1,86
27	%2,21
28	%1,38
29	%2,30
30	%1,87
31	%1,82
32	%1,06
33	%2,01
34	%1,33
35	%1,68
36	%1,29
37	%1,71
38	%3,35
39	%0,83
40	%3,19
41	%2,25
42	%1,20
43	%20,15

4.4 Numunelerde İletkenlik Tayini

Her örnekten 1'er gram alındı ve 100 mL'ye su ile seyreltildi. 24 saat bekleddikten sonra ölçümler alındı.

Çizelge 4.3 Numunelerde İletkenlik Tayini

Numune	İletkenlik ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
1	61,7
2	61,2
3	77,5
4	60,5
5	51,5
6	66,3
7	46,5
8	207,0
9	50,0
10	26,8
11	52,3
12	55,2
13	51,4
14	53,7
15	47,9
16	56,6
17	50,8
18	80,4
19	75,6
20	54,5
21	68,1
22	52,5
23	61,7
24	46,3
25	53,1
26	114,3
27	62,0
28	54,4

Numune	İletkenlik ($\mu\text{s}/\text{cm}$)
29	60,7
30	58,7
31	58,0
32	14,3
33	48,7
34	53,7
35	15,1
36	16,9
37	51,6
38	22,6
39	12,4
40	51,8
41	37,1
42	46,9
43	50,9

4.5 Numunelerde pH Tayini

İletkenlik bakılması için hazırlanan numuneler pH tayininde de kullanılmıştır.

Çizelge 4.4 Numunelerin pH değerleri

Numune	pH
1	8,62
2	8,94
3	8,81
4	9,0
5	8,65
6	8,74
7	8,80
8	8,29
9	9,07
10	7,65

Numune	pH
11	8,95
12	8,63
13	8,43
14	8,60
15	8,90
16	9,02
17	9,22
18	8,85
19	7,96
20	8,14
21	8,27
22	8,34
23	8,86
24	8,99
25	8,73
26	8,84
27	9,01
28	9,03
29	8,88
30	8,92
31	8,99
32	8,98
33	7,10
34	8,55
35	8,86
36	7,83
37	7,87
38	8,90
39	8,05
40	7,77

Numune	pH
41	8,55
42	8,45
43	8,70

4.6 Numunelerin Çözünürleştirilmesi

Steril bir şekilde parçalanıp polietilen kaplarda -25°C 'de saklanan numuneler dolaptan çıkarılıp analiz için iki farklı çözünürleştirme yöntemi kullanılarak çözünürleştirildi.

4.6.1 Numunelerin Mikrodalga İle Çözünürleştirilmesi

Numunelerden yaklaşık 0,4'er gram alınarak üzerine 8 mL HNO_3 ilave edilerek Şekil 4.1'deki gibi CEM MARSXpress 5 mikrodalga çözme sistemi kullanılarak mikrodalgada çözünürleştirme işlemi uygulandı. Çözünen numuneler Şekil 4.2'deki gibi balonjojelere süzildükten sonra balonjojelerde 50 mL'ye saf su ile seyreltildi.

Mikrodalga yakma programı:

- 1.Basamak: 1200W güçte 5 dakika
- 2.Basamak: 1200W güçte 15 dakika



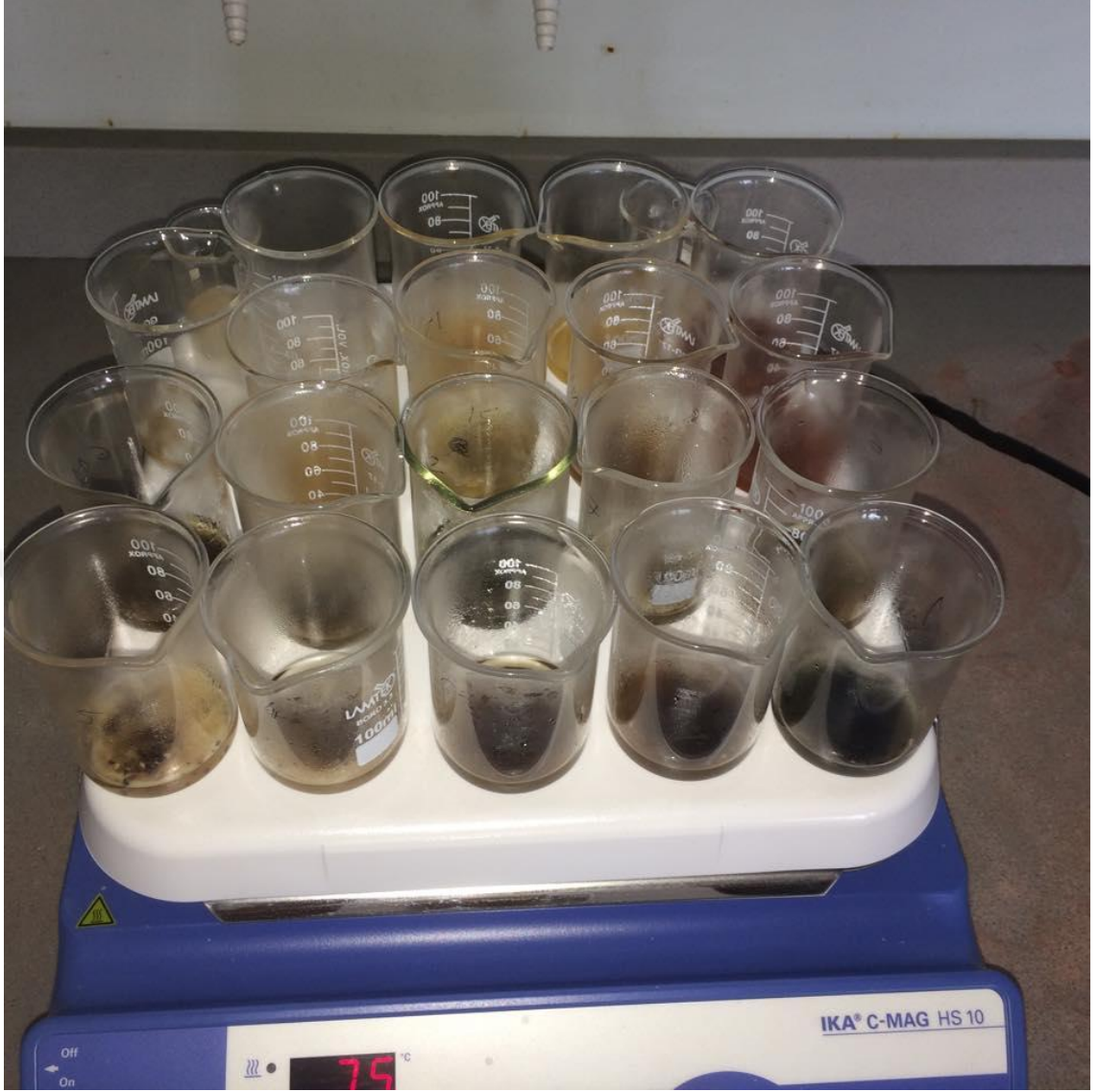
Şekil 4.1 CEM MARSXpress 5 Mikrodalga Çözme Sistemi



Şekil 4.2 Balonjojelere Süzülen Numuneler.

4.6.2 Numunelerin Yaş Çözünürleştirme İle Çözünürleştirilmesi

Numunelerden 0,4'er gram alınarak üzerine 8 mL HNO_3 ilave edildi ve Şekil 4.3'deki gibi ısıtıcı tabla üzerinde yaş çözünürleştirme işlemi uygulandı. Çözünürleştirme tamamlandıktan sonra numuneler balonjojelere süzülüp 50 ml'ye balonjojelerde tamamlandı.



Şekil 4.3 Isıtıcı Tabla Üzerinde Yaş Çözünürleştirme İşlemi

Çizelge 4.5 Çözünürleştirmede Kullanılan Numune Miktarları

Numune	Yaş Çözünürleştirme Miktar (gr)	Mikrodalga Çözünürleştirme Miktar (gr)
1	0,4006	0,4004
2	0,4008	0,4010
3	0,4005	0,4010
4	0,4007	0,4010
5	0,4009	0,4000
6	0,4012	0,4009

Numune	Yaş Çözünürleştirme Miktar (gr)	Mikrodalga Çözünürleştirme Miktar (gr)
7	0,4007	0,4009
8	0,4008	0,4005
9	0,4010	0,4013
10	0,4000	0,4000
11	0,4004	0,4005
12	0,4010	0,4014
13	0,4011	0,4013
14	0,4010	0,4011
15	0,4007	0,4004
16	0,4009	0,4020
17	0,4002	0,4000
18	0,4004	0,4006
19	0,4012	0,4038
20	0,4016	0,4057
21	0,4018	0,4095
22	0,4004	0,4000
23	0,4005	0,4004
24	0,4006	0,4004
25	0,4007	0,4009
26	0,4005	0,4003
27	0,4004	0,4001
28	0,4008	0,4009
29	0,4006	0,4007
30	0,4004	0,4005
31	0,4002	0,4000
32	0,4020	0,4042
33	0,4014	0,4031
34	0,4010	0,4020
35	0,4015	0,4042

Numune	Yaş Çözünürleştirme Miktar (gr)	Mikrodalga Çözünürleştirme Miktar (gr)
36	0,4018	0,4020
37	0,4008	0,4014
38	0,4007	0,4008
39	0,4010	0,4015
40	0,4006	0,4000
41	0,4014	0,4015
42	0,4016	0,4015
43	0,4004	0,4005

4.7 Eser Element Analizleri

Yapılan eser element analizlerinde Perkin Elmer marka EDL lamba ve Hava/Asetilen alevi kullanılmıştır.

4.7.1 Bakır Analizleri

Numunelerde yapılan bakır analizi sonuçları Çizelge 4.6 ve Şekil 4.4'de verilmiştir.

Çizelge 4.6 Numunelerde bakır analizi sonuçları

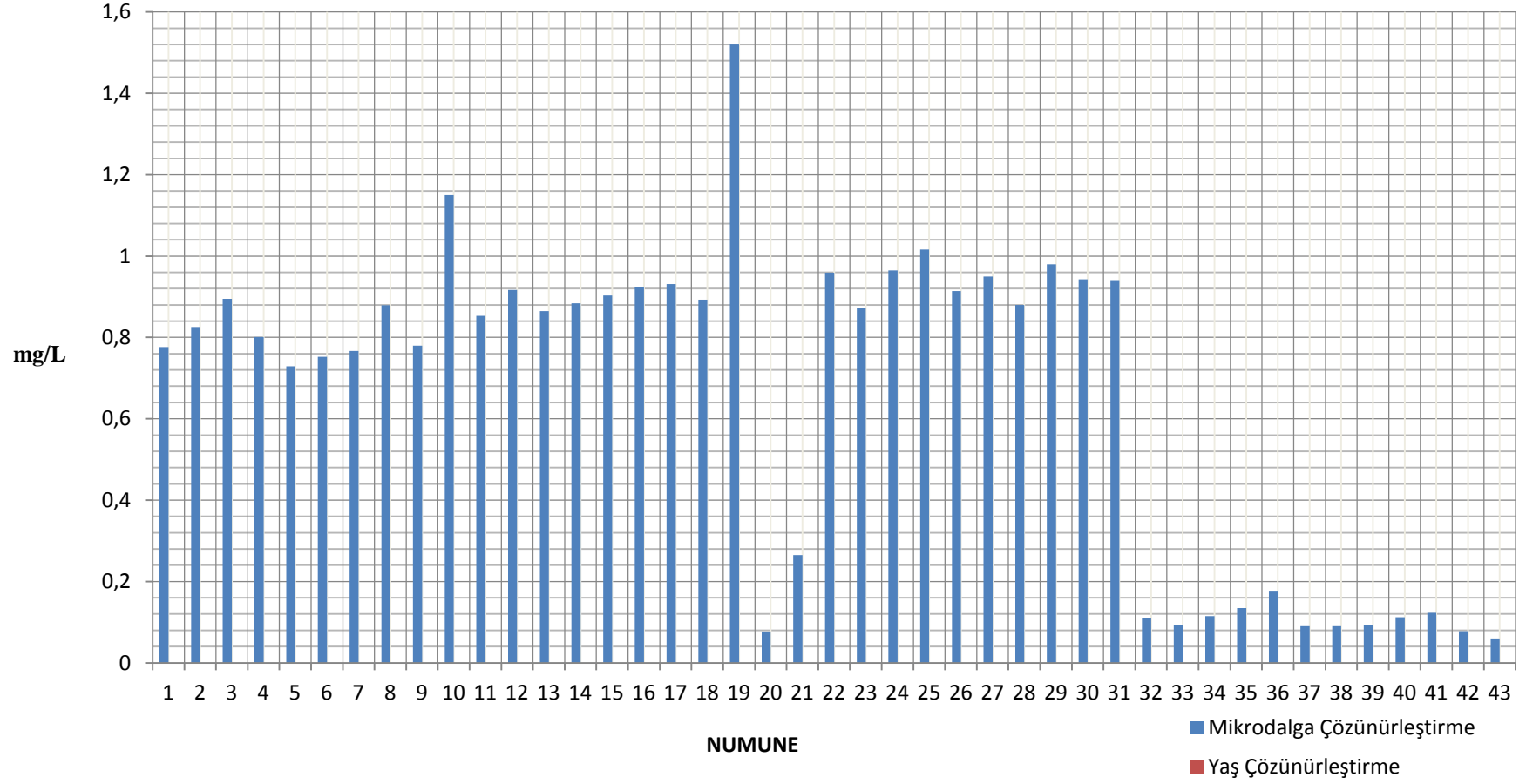
Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,776	Negatif
2	0,826	Negatif
3	0,895	Negatif
4	0,801	Negatif
5	0,729	Negatif
6	0,752	Negatif
7	0,767	Negatif
8	0,879	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
9	0,780	Negatif
10	1,150	Negatif
11	0,853	Negatif
12	0,917	Negatif
13	0,865	Negatif
14	0,884	Negatif
15	0,903	Negatif
16	0,923	Negatif
17	0,931	Negatif
18	0,893	Negatif
19	1,520	Negatif
20	0,077	Negatif
21	0,265	Negatif
22	0,959	Negatif
23	0,872	Negatif
24	0,965	Negatif
25	1,016	Negatif
26	0,914	Negatif
27	0,950	Negatif
28	0,880	Negatif
29	0,980	Negatif
30	0,943	Negatif
31	0,939	Negatif
32	0,110	Negatif
33	0,093	Negatif
34	0,115	Negatif
35	0,135	Negatif
36	0,175	Negatif
37	0,090	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
38	0,090	Negatif
39	0,092	Negatif
40	0,112	Negatif
41	0,123	Negatif
42	0,078	Negatif
43	0,060	Negatif



Bakır Analizi Sonuçları



Şekil 4.4 Numunelerde Bakır Analizi Sonuçları

4.7.2 Çinko Analizleri

Numunelerde yapılan çinko analizi sonuçları Çizelge 4.7 ve Şekil 4.5 de verilmiştir.

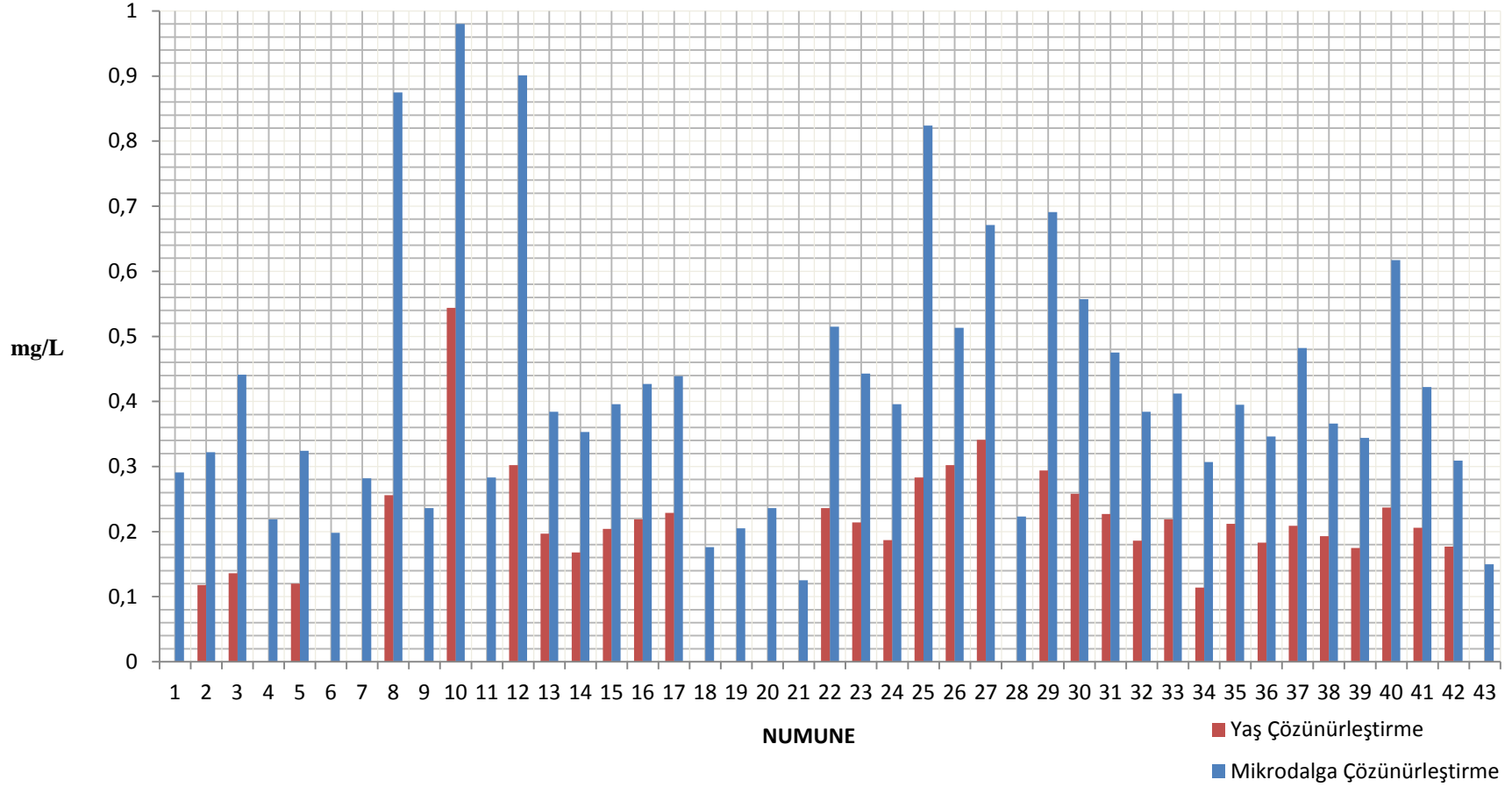
Çizelge 4.7 Çinko Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,291	Negatif
2	0,322	0,118
3	0,441	0,136
4	0,219	Negatif
5	0,324	0,120
6	0,198	Negatif
7	0,282	Negatif
8	0,875	0,256
9	0,236	Negatif
10	0,980	0,544
11	0,283	Negatif
12	0,901	0,302
13	0,384	0,197
14	0,353	0,168
15	0,396	0,204
16	0,427	0,219
17	0,439	0,229
18	0,176	Negatif
19	0,205	Negatif
20	0,236	Negatif
21	0,125	Negatif
22	0,515	0,236
23	0,443	0,214
24	0,396	0,187

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
25	0,824	0,283
26	0,513	0,302
27	0,671	0,341
28	0,223	Negatif
29	0,691	0,294
30	0,557	0,258
31	0,475	0,227
32	0,384	0,186
33	0,412	0,219
34	0,307	0,114
35	0,395	0,212
36	0,346	0,183
37	0,482	0,209
38	0,366	0,193
39	0,344	0,175
40	0,617	0,237
41	0,422	0,206
42	0,309	0,177
43	0,150	Negatif



Çinko Analizi Sonuçları



34

Şekil 4.5 Çinko Analizi Sonuçları

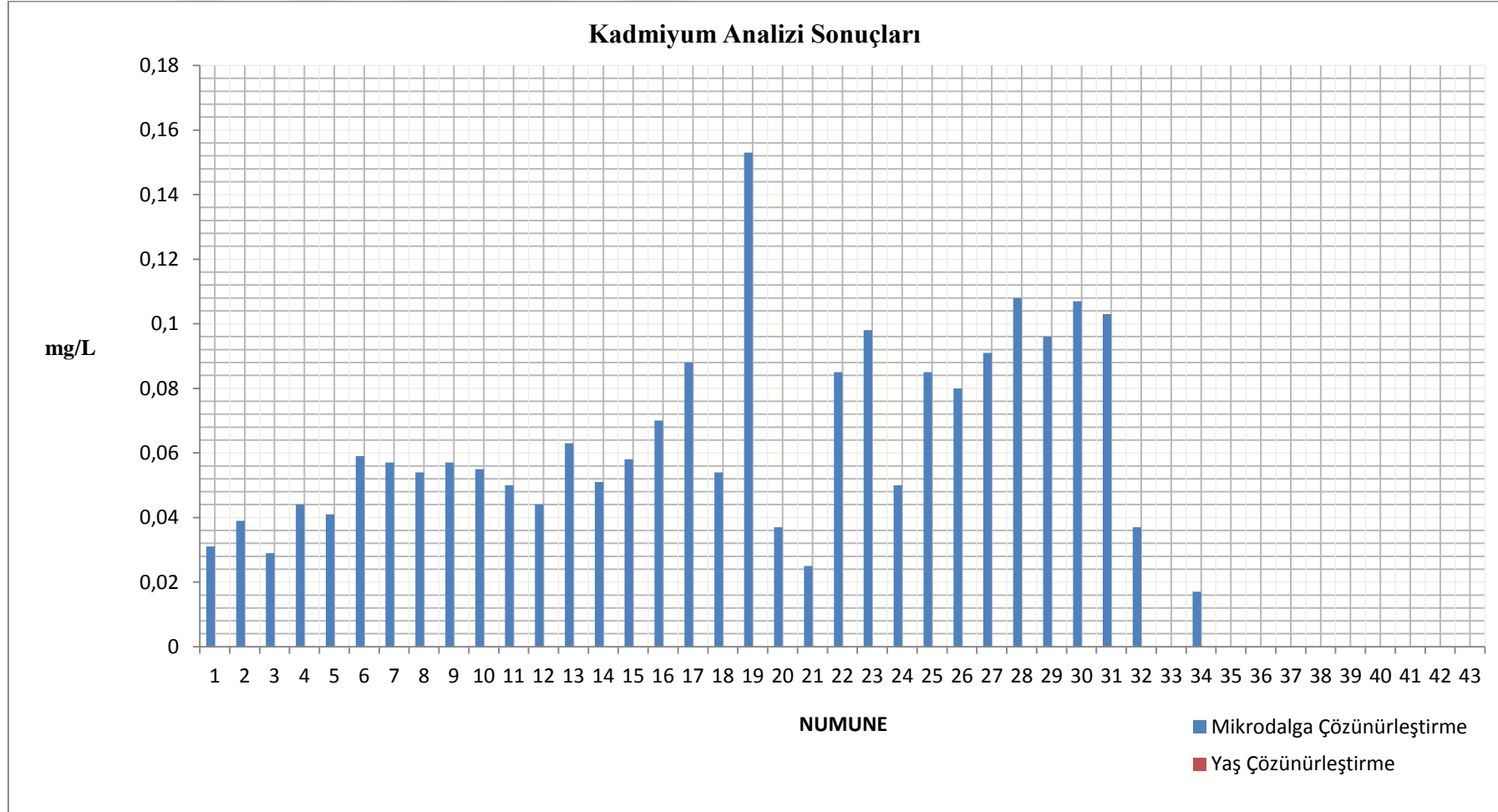
4.7.3 Kadmiyum Analizleri

Numunelerde yapılan kadmiyum analizi sonuçları Çizelge 4.8 ve Şekil 4.6'da verilmiştir.

Çizelge 4.8 Kadmiyum Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,031	Negatif
2	0,039	Negatif
3	0,029	Negatif
4	0,044	Negatif
5	0,041	Negatif
6	0,059	Negatif
7	0,057	Negatif
8	0,054	Negatif
9	0,057	Negatif
10	0,055	Negatif
11	0,050	Negatif
12	0,044	Negatif
13	0,063	Negatif
14	0,051	Negatif
15	0,058	Negatif
16	0,070	Negatif
17	0,088	Negatif
18	0,054	Negatif
19	0,153	Negatif
20	0,037	Negatif
21	0,025	Negatif
22	0,085	Negatif
23	0,098	Negatif
24	0,050	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
25	0,085	Negatif
26	0,080	Negatif
27	0,091	Negatif
28	0,108	Negatif
29	0,096	Negatif
30	0,107	Negatif
31	0,103	Negatif
32	0,037	Negatif
33	Negatif	Negatif
34	0,017	Negatif
35	Negatif	Negatif
36	Negatif	Negatif
37	Negatif	Negatif
38	Negatif	Negatif
39	Negatif	Negatif
40	Negatif	Negatif
41	Negatif	Negatif
42	Negatif	Negatif
43	Negatif	Negatif



Şekil 4.6 Kadmiyum Analizi Sonuçları

4.7.4 Nikel Analizleri

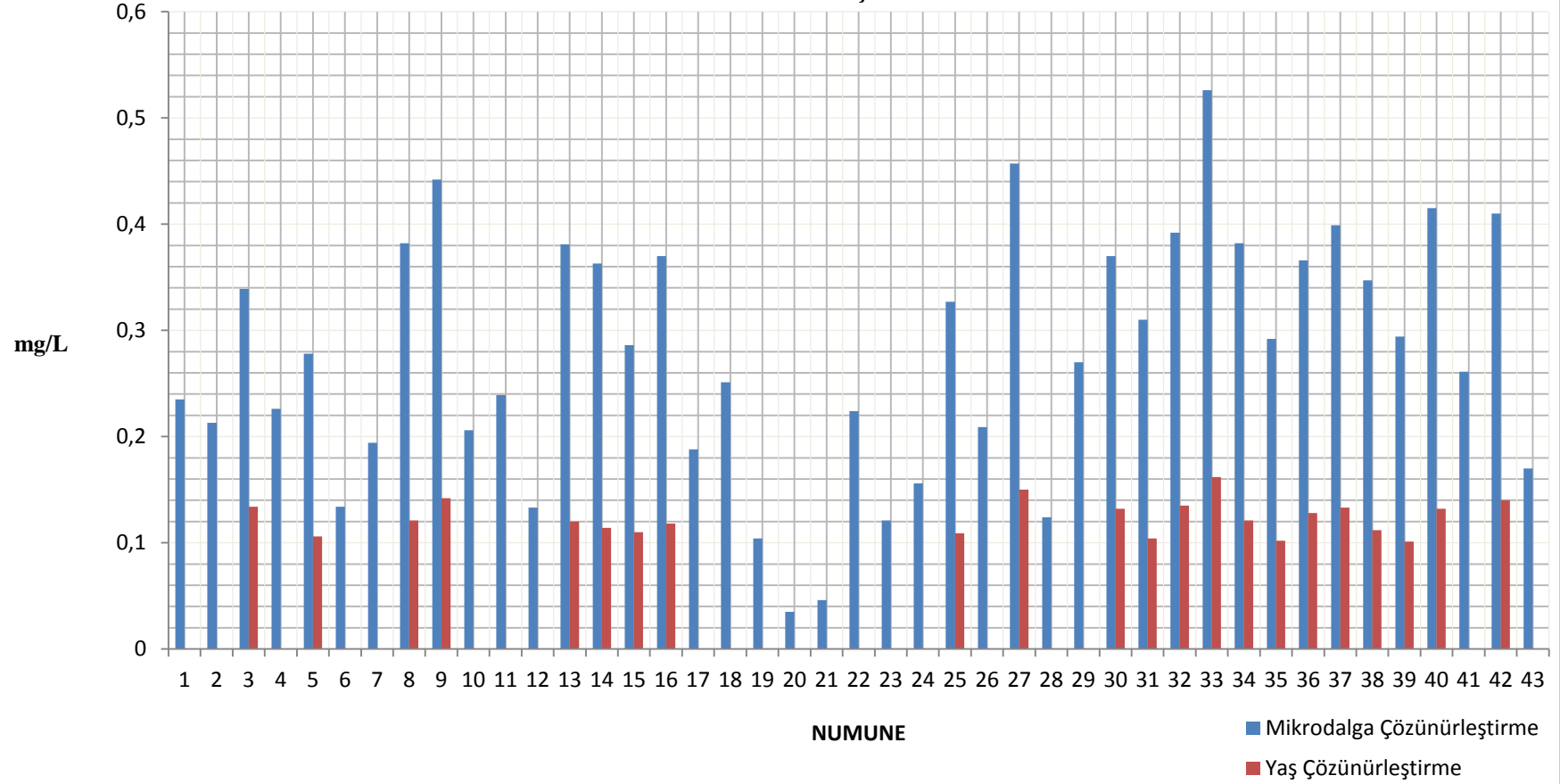
Numunelerde yapılan nikel analizi sonuçları Çizelge 4.9 ve Şekil 4.7’de verilmiştir.

Çizelge 4.9 Nikel Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,235	Negatif
2	0,213	Negatif
3	0,339	0,134
4	0,226	Negatif
5	0,278	0,106
6	0,134	Negatif
7	0,194	Negatif
8	0,382	0,121
9	0,442	0,142
10	0,206	Negatif
11	0,239	Negatif
12	0,133	Negatif
13	0,381	0,120
14	0,363	0,114
15	0,286	0,110
16	0,370	0,118
17	0,188	Negatif
18	0,251	Negatif
19	0,104	Negatif
20	0,035	Negatif
21	0,046	Negatif
22	0,224	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
23	0,121	Negatif
24	0,156	Negatif
25	0,327	0,109
26	0,209	Negatif
27	0,457	0,150
28	0,124	Negatif
29	0,270	Negatif
30	0,370	0,132
31	0,310	0,104
32	0,392	0,135
33	0,526	0,162
34	0,382	0,121
35	0,292	0,102
36	0,366	0,128
37	0,399	0,133
38	0,347	0,112
39	0,294	0,101
40	0,415	0,132
41	0,261	Negatif
42	0,410	0,140
43	0,170	Negatif

Nikel Analizi Sonuçları



40

Şekil 4.7 Nikel Analizi Sonuçları

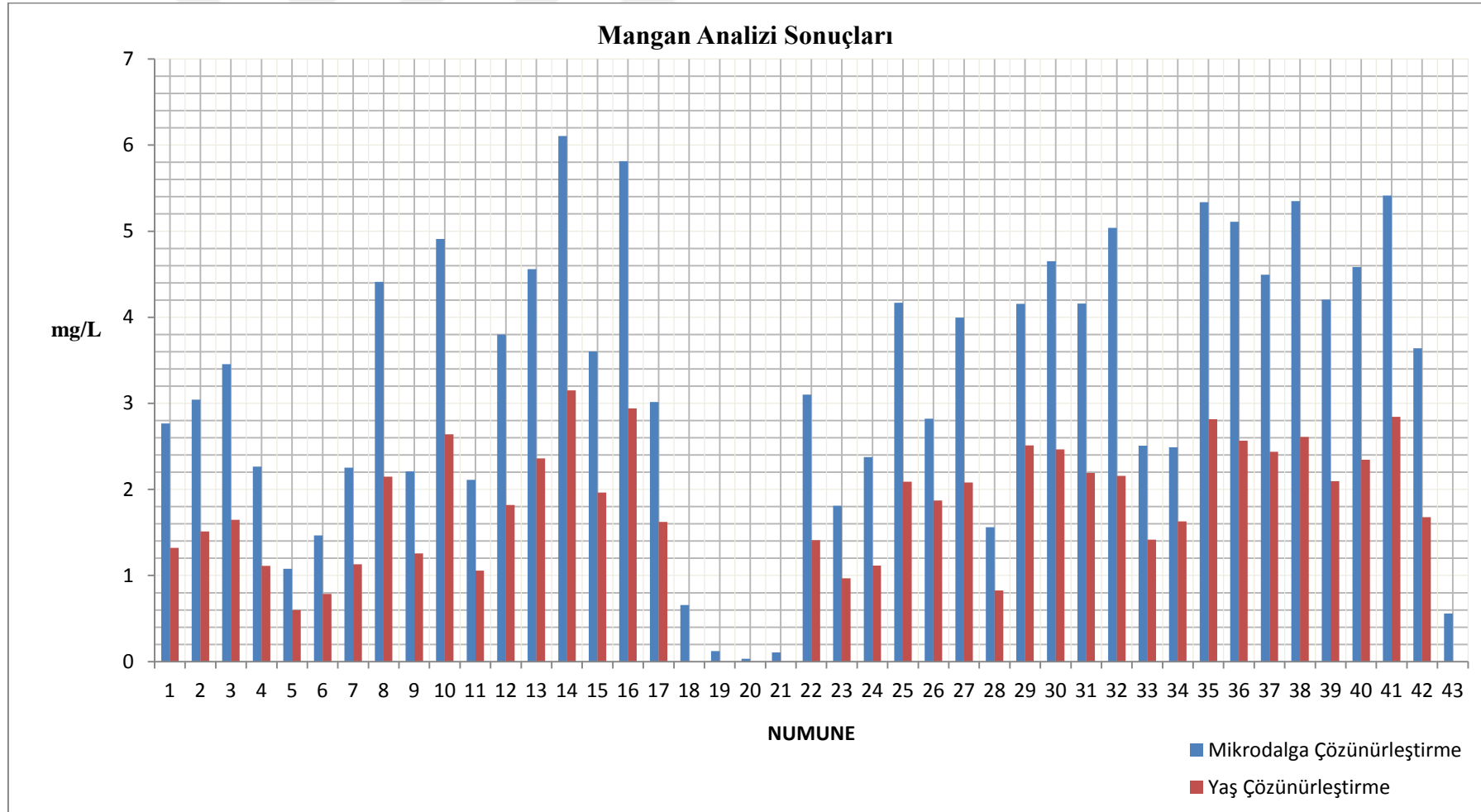
4.7.5 Mangan Analizleri

Numunelerde yapılan nikel analizi sonuçları Çizelge 4.10 ve Şekil 4.8'de verilmiştir.

Çizelge 4.10 Mangan Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	2,766	1,321
2	3,043	1,512
3	3,456	1,648
4	2,264	1,111
5	1,079	0,598
6	1,465	0,786
7	2,254	1,131
8	4,412	2,147
9	2,211	1,256
10	4,910	2,641
11	2,112	1,058
12	3,800	1,820
13	4,558	2,362
14	6,105	3,152
15	3,604	1,964
16	5,812	2,941
17	3,015	1,624
18	0,656	Negatif
19	0,122	Negatif
20	0,034	Negatif
21	0,106	Negatif
22	3,101	1,410
23	1,810	0,968
24	2,377	1,114

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
25	4,169	2,090
26	2,821	1,873
27	3,997	2,080
28	1,560	0,825
29	4,157	2,510
30	4,651	2,465
31	4,158	2,192
32	5,039	2,157
33	2,508	1,418
34	2,491	1,630
35	5,338	2,817
36	5,108	2,567
37	4,495	2,438
38	5,350	2,610
39	4,204	2,095
40	4,585	2,345
41	5,415	2,842
42	3,640	1,678
43	0,560	Negatif



Şekil 4.8 Mangan Analizi Sonuçları

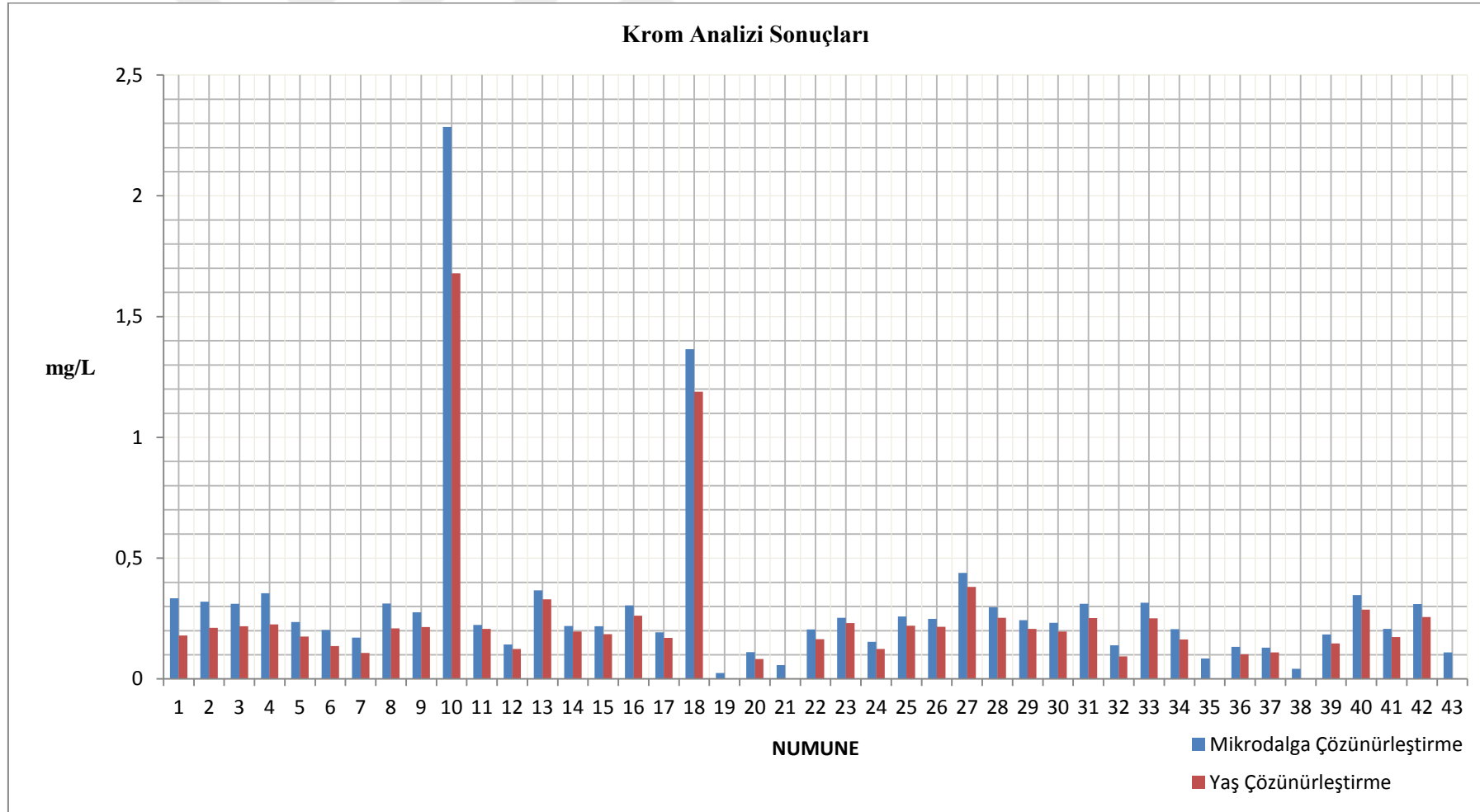
4.7.6 Krom Analizleri

Numunelerde yapılan krom analizi sonuçları Çizelge 4.11 ve Şekil 4.9'da verilmiştir.

Çizelge 4.11 Krom Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,334	0,180
2	0,320	0,212
3	0,311	0,218
4	0,355	0,226
5	0,236	0,175
6	0,203	0,136
7	0,171	0,108
8	0,312	0,209
9	0,276	0,215
10	2,285	1,679
11	0,223	0,207
12	0,143	0,124
13	0,367	0,330
14	0,219	0,196
15	0,218	0,185
16	0,304	0,262
17	0,193	0,170
18	1,365	1,189
19	0,024	Negatif
20	0,111	0,082
21	0,057	Negatif
22	0,205	0,164
23	0,253	0,231
24	0,153	0,124

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
25	0,258	0,220
26	0,249	0,216
27	0,439	0,381
28	0,297	0,253
29	0,243	0,207
30	0,232	0,196
31	0,311	0,252
32	0,139	0,093
33	0,315	0,251
34	0,206	0,163
35	0,085	Negatif
36	0,133	0,102
37	0,129	0,110
38	0,042	Negatif
39	0,184	0,147
40	0,347	0,287
41	0,207	0,173
42	0,310	0,256
43	0,110	Negatif



Şekil 4.9 Krom Analizi Sonuçları

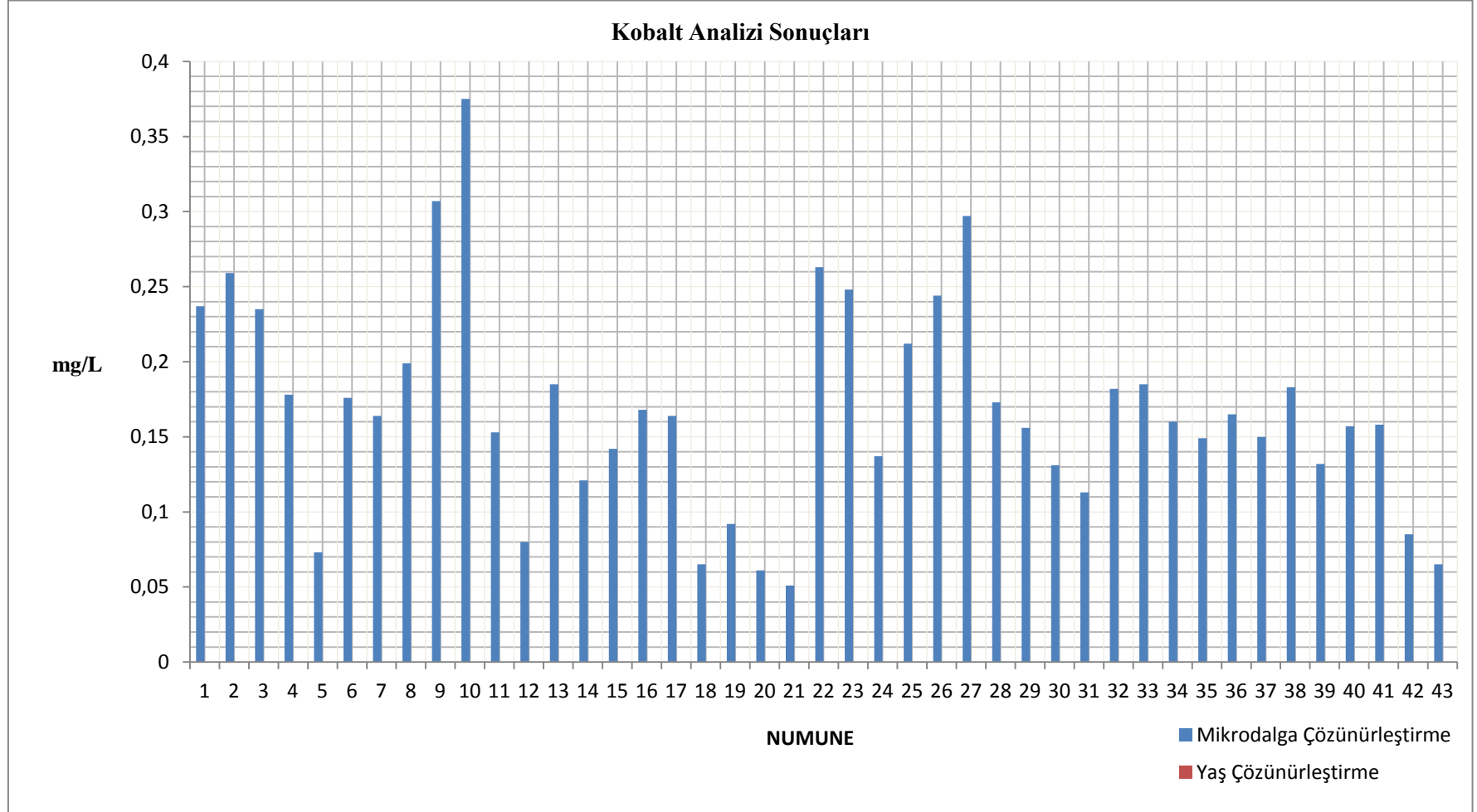
4.7.7 Kobalt Analizleri

Numunelerde yapılan kobalt analizi sonuçları Çizelge 4.12 ve Şekil 4.10'da verilmiştir.

Çizelge 4.12 Kobalt Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,237	Negatif
2	0,259	Negatif
3	0,235	Negatif
4	0,178	Negatif
5	0,073	Negatif
6	0,176	Negatif
7	0,164	Negatif
8	0,199	Negatif
9	0,307	Negatif
10	0,375	Negatif
11	0,153	Negatif
12	0,080	Negatif
13	0,185	Negatif
14	0,121	Negatif
15	0,142	Negatif
16	0,168	Negatif
17	0,164	Negatif
18	0,065	Negatif
19	0,092	Negatif
20	0,061	Negatif
21	0,051	Negatif
22	0,263	Negatif
23	0,248	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
24	0,137	Negatif
25	0,212	Negatif
26	0,244	Negatif
27	0,297	Negatif
28	0,173	Negatif
29	0,156	Negatif
30	0,131	Negatif
31	0,113	Negatif
32	0,182	Negatif
33	0,185	Negatif
34	0,160	Negatif
35	0,149	Negatif
36	0,165	Negatif
37	0,150	Negatif
38	0,183	Negatif
39	0,132	Negatif
40	0,157	Negatif
41	0,158	Negatif
42	0,085	Negatif
43	0,065	Negatif



Şekil 4.10 Kobalt Analizi Sonuçları

4.7.8 Kurşun Analizleri

Numunelerde yapılan kurşun analizi sonuçları Çizelge 4.13'te verilmiştir.

Çizelge 4.13 Kurşun Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1*	10,59	Negatif
2*	10,13	Negatif
3*	10,73	Negatif
4*	9,803	Negatif
5*	10,57	Negatif
6*	10,30	Negatif
7*	10,51	Negatif
8*	10,86	Negatif
9*	10,80	Negatif
10*	10,93	Negatif
11*	10,52	Negatif
12*	11,55	Negatif
13*	10,90	Negatif
14*	11,00	Negatif
15*	11,42	Negatif
16*	11,40	Negatif
17*	11,36	Negatif
18*	10,73	Negatif
19*	11,89	Negatif
20*	10,51	Negatif
21*	10,10	Negatif
22*	10,77	Negatif
23*	10,88	Negatif
24*	10,75	Negatif
25*	10,31	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
26*	10,74	Negatif
27*	10,63	Negatif
28*	12,21	Negatif
29*	10,32	Negatif
30*	10,83	Negatif
31*	11,06	Negatif
32*	10,21	Negatif
33*	10,69	Negatif
34*	10,25	Negatif
35*	10,93	Negatif
36*	10,48	Negatif
37*	10,36	Negatif
38*	10,43	Negatif
39*	10,51	Negatif
40*	10,48	Negatif
41*	10,12	Negatif
42*	10,46	Negatif
43*	9,971	Negatif

* 1 ml örnek ve 20 ppm 1 ml kurşun standardı ile deriştirilmiştir. Hazırlanan 20ppm'lik kurşun örneğinin okuma sonrasında derişimi 19,60 ppm olarak bulunmuştur.

Standart ilave edilmeden önceki konsantrasyonları aşağıdaki formüllerle hesaplandı:

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$19,6 \times 1 = C_2 \times 2$$

$$C_2 = 9,8$$

$$C_n = C_x - 9,8$$

C_n : Numunenin Konsantrasyonu

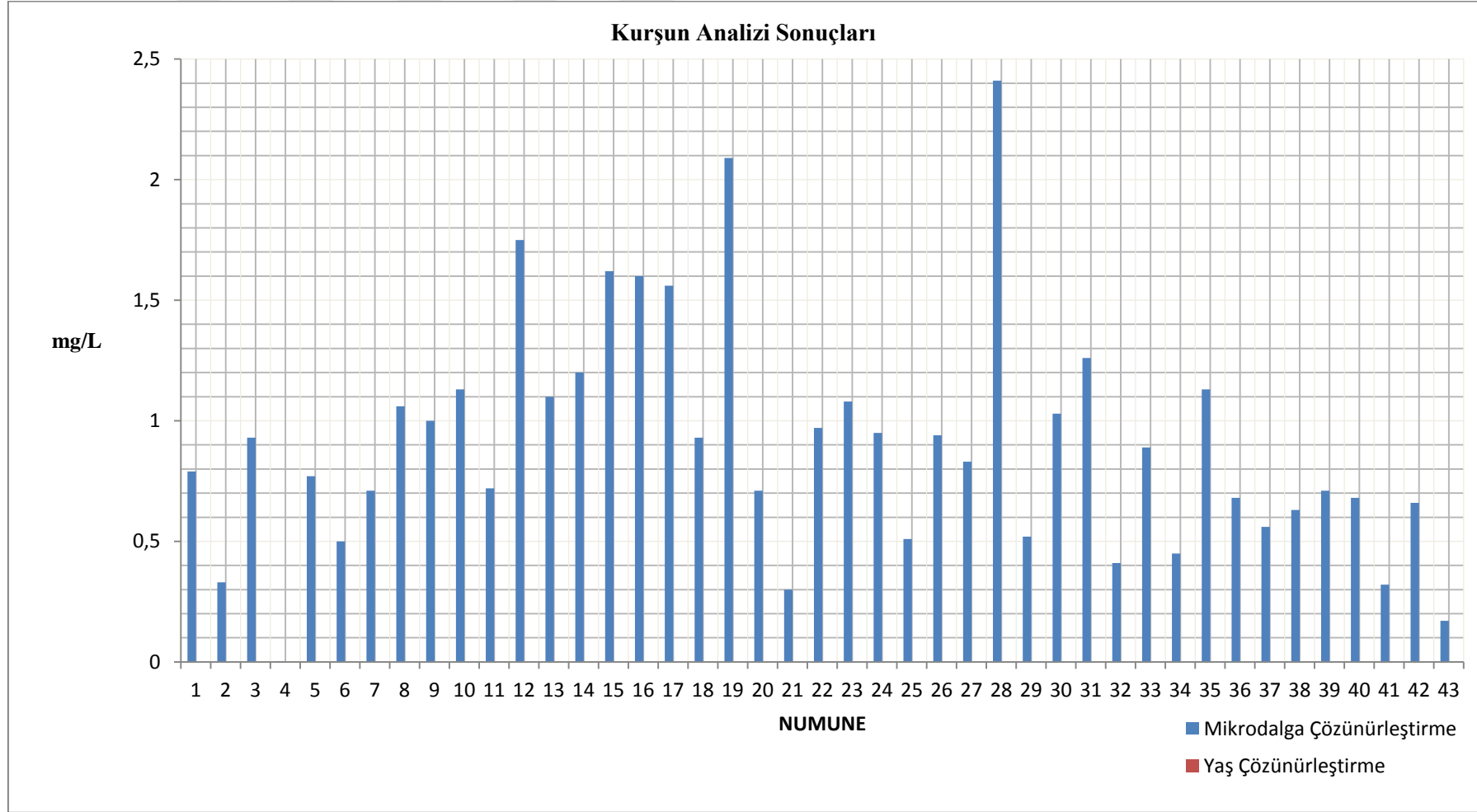
C_x : Ölçülen Konsantrasyon

Yapılan hesaplamalar sonucu numunelerde bulunan kurşun miktarları Çizelge 4.14 ve Şekil 4.11’de verilmiştir.

Çizelge 4.14 Hesaplamalar Sonucu Bulunan Kurşun Miktarları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	0,790	Negatif
2	0,330	Negatif
3	0,930	Negatif
4	0,003	Negatif
5	0,770	Negatif
6	0,500	Negatif
7	0,710	Negatif
8	1,060	Negatif
9	1,000	Negatif
10	1,130	Negatif
11	0,720	Negatif
12	1,750	Negatif
13	1,100	Negatif
14	1,200	Negatif
15	1,620	Negatif
16	1,600	Negatif
17	1,560	Negatif
18	0,930	Negatif
19	2,090	Negatif
20	0,710	Negatif
21	0,300	Negatif
22	0,970	Negatif
23	1,080	Negatif
24	0,950	Negatif
25	0,510	Negatif

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
26	0,940	Negatif
27	0,830	Negatif
28	2,410	Negatif
29	0,520	Negatif
30	1,030	Negatif
31	1,260	Negatif
32	0,410	Negatif
33	0,890	Negatif
34	0,450	Negatif
35	1,130	Negatif
36	0,680	Negatif
37	0,560	Negatif
38	0,630	Negatif
39	0,710	Negatif
40	0,680	Negatif
41	0,320	Negatif
42	0,660	Negatif
43	0,171	Negatif



Şekil 4.11 Kurşun Analizi Sonuçları

4.7.9 Demir Analizleri

Numunelerde yapılan kurşun analizi sonuçları Çizelge 4.15'te verilmiştir.

Çizelge 4.15 Kurşun Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1*	1,047	0,950
2*	1,084	0,960
3*	2,342	1,875
4*	3,484	2,684
5**	2,981	2,512
6*	1,464	0,640
7*	3,137	2,237
8*	4,231	3,469
9*	6,898	5,736
10**	6,323	5,780
11*	2,291	1,862
12*	2,464	1,970
13*	5,131	4,982
14*	4,176	3,823
15*	3,260	3,024
16*	5,742	5,114
17*	1,210	0,868
18*	0,288	0,157
19*	3,115	2,890
20*	0,130	0,080
21*	0,266	0,179
22*	1,608	1,410
23*	0,581	0,267
24*	2,525	2,118

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
25*	3,344	2,967
26*	2,838	2,548
27*	5.733	5,249
28*	0,884	0,641
29*	3,784	3,462
30*	4,605	4,056
31*	4,621	4,233
32**	5,123	4,678
33**	5.070	4,562
34**	2,681	2,421
35**	3,198	2,967
36**	2,618	2,256
37**	2,662	2,330
38**	3,305	2,846
39**	3,412	2,978
40**	3,665	3,148
41**	5,982	5,564
42**	4,947	4,526
43*	1,950	1,786

* Numunelerden 1 mL alındı ve üzerine 25 mL'ye ultra saf su ile seyreltildi.

** Numunelerden 1 mL alındı ve üzerine 50 mL'ye ultra saf su ile seyreltildi.

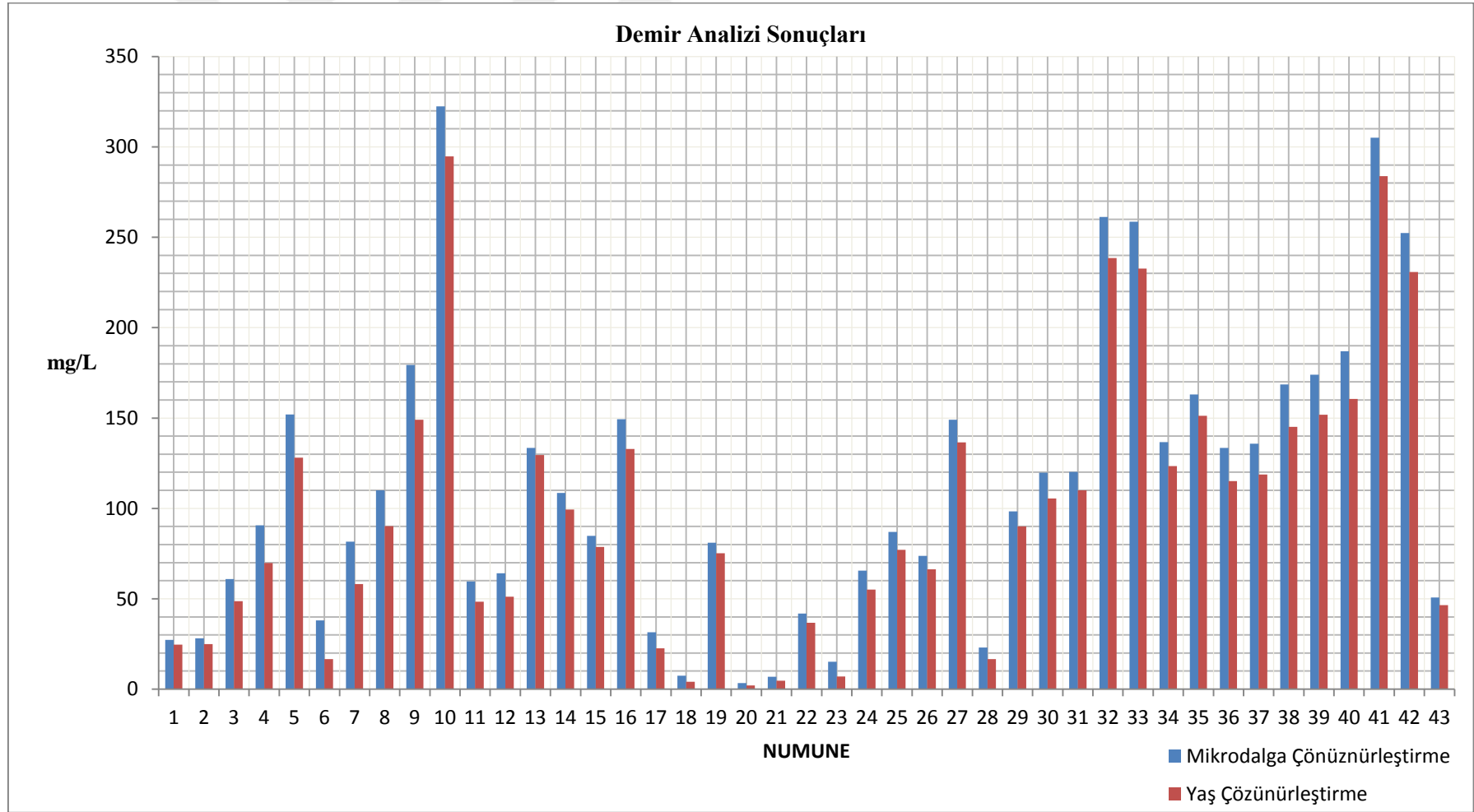
$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

Formülü kullanılarak seyreltilmeden önce numunede bulunan demir miktarları hesaplandı. Hesaplanan demir miktarları Çizelge 4.16 ve Şekil 4.12'de verilmiştir.

Çizelge 4.16 Hesaplanan Demir Miktarları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
1	27,222	24,700
2	28,184	24,960
3	60,892	48,750
4	90,584	69,784
5	152,031	128,112
6	38,064	16,640
7	81,562	58,162
8	110,006	90,194
9	179,348	149,136
10	322,473	294,780
11	59,566	48,412
12	64,064	51,220
13	133,406	129,532
14	108,576	99,398
15	84,760	78,624
16	149,292	132,964
17	31,460	22,568
18	7,488	4,082
19	80,990	75,14
20	3,380	2,080
21	6,916	4,654
22	41,808	36,660
23	15,106	6,942
24	65,650	55,068
25	86,944	77,142
26	73,788	66,248
27	149,058	136,474
28	22,984	16,666

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme	Yaş Çözünürleştirme
29	98,384	90,012
30	119,730	105,456
31	120,146	110,058
32	261,273	238,578
33	258,570	232,662
34	136,731	123,471
35	163,098	151,317
36	133,518	115,056
37	135,762	118,830
38	168,555	145,146
39	174,012	151,878
40	186,915	160,548
41	305,082	283,764
42	252,297	230,826
43	50,7	46,436



Şekil 4.12 Demir Analizi Sonuçları

4.8 İstatistik

Kullanılan mikrodalga çözünürleştirme ve yaş çözünürleştirme yöntemlerinin birbirlerinden üstün olup olmadıklarını belirlemek adına istatistik yapıldı.

$|X_{ort1} - X_{ort2}| \leq t s [(1/N_1) + (1/N_2)]^{1/2}$ ise iki yöntem arasında anlamlı bir fark yoktur.

X_{ort1}: Mikrodalga ortalaması

X_{ort2}: Yaş çözünürleştirme ortalaması

t: İstatistiksel faktör

s: Standart sapma

N₁: Mikrodalga ölçüm sayısı

N₂: Yaş çözünürleştirme ölçüm sayısı

Burada:

$$s = [(N_1 - 1) (s_1)^2 + (N_2 - 1) (s_2)^2 / (N_1 + N_2 - 2)]^{1/2}$$

$$t = 2.00 \text{ (} N_1 + N_2 \text{ için \%95 güvenirlilik düzeyinde)}$$

değerleri deneysel verilerden ve istatistik tablolardan hesaplanmaktadır (t değeri). Bir numaralı numune ile bakır için bu iki yöntemin karşılaştırılması bu formül kullanılarak aşağıdaki şekilde hesaplanmıştır.

$$|X_{ort1} - X_{ort2}| \leq t s [(1/N_1) + (1/N_2)]^{1/2}$$

$$|0,776 - 0| \leq 2 \times 0,022 [(1/3) + (1/3)]^{1/2}$$

$$|0,776 - 0| \leq 0,036$$

$$0,776 \geq 0,036$$

sonucu bulunmuştur. Çalışmada tayin edilen diğer elementlerin istatistiklerinin sonuçları Çizelge 4.17 Çizelge 4.18 ve Çizelge 4.19'da verilmiştir.

Çizelge 4.17 Elementlerin Metot İstatistikleri

Numune	Bakır	Çinko	Kadmiyum
1	0,776 ≥ 0,036	0,291 ≥ 0,066	0,031 ≥ 0,016
2	0,826 ≥ 0,044	0,204 ≥ 0,097	0,039 ≥ 0,010
3	0,895 ≥ 0,060	0,305 ≥ 0,117	0,029 ≤ 0,039

Numune	Bakır	Çinko	Kadmiyum
4	0,801 ≥ 0,046	0,219 ≥ 0,093	0,044 ≥ 0,035
5	0,729 ≥ 0,031	0,204 ≥ 0,056	0,041 ≥ 0,035
6	0,752 ≥ 0,056	0,198 ≥ 0,075	0,059 ≥ 0,029
7	0,767 ≥ 0,035	0,282 ≥ 0,071	0,057 ≥ 0,026
8	0,879 ≥ 0,113	0,619 ≥ 0,117	0,054 ≥ 0,026
9	0,780 ≥ 0,034	0,236 ≥ 0,034	0,057 ≥ 0,044
10	1,150 ≥ 0,041	0,436 ≥ 0,101	0,055 ≥ 0,048
11	0,853 ≥ 0,067	0,283 ≥ 0,099	0,050 ≥ 0,018
12	0,917 ≥ 0,096	0,599 ≥ 0,051	0,044 ≤ 0,052
13	0,865 ≥ 0,104	0,187 ≥ 0,046	0,063 ≥ 0,026
14	0,884 ≥ 0,062	0,185 ≥ 0,057	0,050 ≤ 0,058
15	0,903 ≥ 0,109	0,192 ≥ 0,102	0,058 ≥ 0,043
16	0,923 ≥ 0,144	0,208 ≥ 0,109	0,070 ≥ 0,034
17	0,931 ≥ 0,113	0,210 ≥ 0,109	0,088 ≥ 0,039
18	0,893 ≥ 0,054	0,176 ≥ 0,042	0,054 ≥ 0,041
19	1,520 ≥ 0,092	0,205 ≥ 0,078	0,153 ≥ 0,023
20	0,070 ≤ 0,099	0,236 ≥ 0,088	0,037 ≥ 0,035
21	0,265 ≥ 0,115	0,125 ≥ 0,038	0,025 ≥ 0,017
22	0,959 ≥ 0,117	0,279 ≥ 0,052	0,085 ≥ 0,028
23	0,872 ≥ 0,097	0,229 ≥ 0,060	0,098 ≥ 0,035
24	0,965 ≥ 0,058	0,209 ≥ 0,076	0,050 ≥ 0,034
25	1,016 ≥ 0,063	0,541 ≥ 0,109	0,085 ≥ 0,025
26	0,914 ≥ 0,052	0,211 ≥ 0,033	0,080 ≥ 0,045
27	0,950 ≤ 0,105	0,330 ≥ 0,034	0,091 ≥ 0,042
28	0,880 ≤ 0,118	0,223 ≥ 0,057	0,108 ≥ 0,038
29	0,980 ≤ 0,106	0,397 ≥ 0,082	0,096 ≥ 0,025
30	0,943 ≥ 0,105	0,299 ≥ 0,046	0,107 ≥ 0,024
31	0,939 ≥ 0,121	0,248 ≥ 0,020	0,103 ≥ 0,026
32	0,110 ≤ 0,123	0,198 ≥ 0,091	0,037 ≥ 0,032
33	0,093 ≥ 0,068	0,193 ≥ 0,086	0,000 ≤ 0,039

Numune	Bakır	Çinko	Kadmiyum
34	$0,115 \geq 0,098$	$0,193 \geq 0,104$	$0,017 \leq 0,040$
35	$0,135 \geq 0,060$	$0,183 \geq 0,066$	$0,000 \leq 0,031$
36	$0,175 \geq 0,141$	$0,163 \geq 0,034$	$0,000 \leq 0,054$
37	$0,090 \geq 0,069$	$0,273 \geq 0,053$	$0,000 \leq 0,044$
38	$0,090 \leq 0,094$	$0,173 \geq 0,074$	$0,000 \leq 0,035$
39	$0,092 \geq 0,056$	$0,169 \geq 0,118$	$0,000 \leq 0,036$
40	$0,112 \geq 0,081$	$0,380 \geq 0,095$	$0,000 \leq 0,029$
41	$0,123 \leq 0,136$	$0,216 \geq 0,100$	$0,000 \leq 0,026$
42	$0,078 \leq 0,092$	$0,132 \geq 0,088$	$0,000 \leq 0,036$
43	$0,060 \leq 0,146$	$0,150 \geq 0,064$	$0,000 \leq 0,044$

Çizelge 4.18 Elementlerin Metot İstatistikleri

Numune	Nikel	Mangan	Krom
1	$0,235 \geq 0,041$	$1,445 \geq 0,035$	$0,154 \geq 0,045$
2	$0,213 \geq 0,053$	$1,531 \geq 0,025$	$0,108 \geq 0,037$
3	$0,205 \geq 0,042$	$1,808 \geq 0,031$	$0,093 \geq 0,058$
4	$0,226 \geq 0,062$	$1,153 \geq 0,035$	$0,129 \geq 0,065$
5	$0,172 \geq 0,055$	$0,481 \geq 0,032$	$0,061 \geq 0,042$
6	$0,134 \geq 0,059$	$0,679 \geq 0,037$	$0,067 \geq 0,029$
7	$0,194 \geq 0,060$	$1,123 \geq 0,021$	$0,063 \geq 0,055$
8	$0,261 \geq 0,042$	$2,265 \geq 0,030$	$0,103 \geq 0,062$
9	$0,300 \geq 0,044$	$0,955 \geq 0,034$	$0,061 \geq 0,035$
10	$0,206 \geq 0,061$	$2,269 \geq 0,024$	$0,606 \geq 0,059$
11	$0,239 \geq 0,036$	$1,054 \geq 0,021$	$0,016 \leq 0,022$
12	$0,133 \geq 0,047$	$1,980 \geq 0,033$	$0,019 \geq 0,019$
13	$0,261 \geq 0,047$	$2,196 \geq 0,026$	$0,037 \geq 0,032$
14	$0,249 \geq 0,073$	$2,953 \geq 0,032$	$0,023 \leq 0,032$
15	$0,176 \geq 0,030$	$1,640 \geq 0,031$	$0,033 \geq 0,026$
16	$0,252 \geq 0,036$	$2,871 \geq 0,030$	$0,042 \geq 0,035$
17	$0,188 \geq 0,033$	$1,391 \geq 0,022$	$0,023 \leq 0,024$
18	$0,251 \geq 0,034$	$0,656 \geq 0,024$	$0,176 \geq 0,067$

Numune	Nikel	Mangan	Krom
19	$0,104 \geq 0,044$	$0,122 \geq 0,028$	$0,024 \leq 0,032$
20	$0,035 \leq 0,040$	$0,034 \geq 0,021$	$0,029 \geq 0,021$
21	$0,046 \geq 0,045$	$0,106 \geq 0,018$	$0,057 \geq 0,046$
22	$0,224 \geq 0,056$	$1,691 \geq 0,035$	$0,041 \geq 0,034$
23	$0,121 \geq 0,047$	$0,842 \geq 0,039$	$0,022 \leq 0,036$
24	$0,156 \geq 0,037$	$1,263 \geq 0,031$	$0,029 \geq 0,054$
25	$0,218 \geq 0,051$	$2,079 \geq 0,029$	$0,038 \geq 0,027$
26	$0,209 \geq 0,042$	$0,948 \geq 0,028$	$0,033 \geq 0,031$
27	$0,307 \geq 0,027$	$1,917 \geq 0,017$	$0,058 \geq 0,057$
28	$0,124 \geq 0,051$	$0,735 \geq 0,032$	$0,044 \geq 0,043$
29	$0,270 \geq 0,036$	$1,647 \geq 0,029$	$0,036 \leq 0,057$
30	$0,238 \geq 0,031$	$2,186 \geq 0,029$	$0,036 \leq 0,059$
31	$0,206 \geq 0,039$	$1,966 \geq 0,024$	$0,059 \geq 0,058$
32	$0,257 \geq 0,059$	$2,882 \geq 0,022$	$0,046 \geq 0,039$
33	$0,364 \geq 0,045$	$1,090 \geq 0,023$	$0,064 \geq 0,037$
34	$0,261 \geq 0,039$	$0,861 \geq 0,024$	$0,043 \leq 0,063$
35	$0,190 \geq 0,037$	$2,521 \geq 0,018$	$0,085 \geq 0,045$
36	$0,238 \geq 0,039$	$2,541 \geq 0,035$	$0,031 \leq 0,049$
37	$0,266 \geq 0,025$	$2,057 \geq 0,025$	$0,019 \leq 0,058$
38	$0,235 \geq 0,036$	$2,740 \geq 0,023$	$0,042 \leq 0,065$
39	$0,193 \geq 0,027$	$2,109 \geq 0,034$	$0,037 \leq 0,059$
40	$0,283 \geq 0,029$	$2,240 \geq 0,026$	$0,060 \leq 0,060$
41	$0,261 \geq 0,037$	$2,573 \geq 0,032$	$0,034 \leq 0,044$
42	$0,270 \geq 0,040$	$1,962 \geq 0,036$	$0,054 \geq 0,029$
43	$0,170 \geq 0,049$	$0,560 \geq 0,038$	$0,110 \geq 0,030$

Çizelge 4.19 Elementlerin Metot İstatistikleri

Numune	Kobalt	Kurşun	Demir
1	$0,237 \geq 0,034$	$0,790 \geq 0,030$	$2,522 \geq 0,038$
2	$0,259 \geq 0,022$	$0,330 \geq 0,028$	$3,224 \geq 0,031$
3	$0,235 \geq 0,065$	$0,930 \geq 0,033$	$12,142 \geq 0,037$

Numune	Kobalt	Kurşun	Demir
4	0,178 \geq 0,052	0,003 \geq 0,003	20,800 \geq 0,024
5	0,073 \geq 0,044	0,770 \geq 0,031	23,919 \geq 0,024
6	0,176 \geq 0,057	0,500 \geq 0,023	21,424 \geq 0,038
7	0,164 \geq 0,041	0,710 \geq 0,020	23,400 \geq 0,043
8	0,199 \geq 0,027	1,060 \geq 0,023	19,812 \geq 0,038
9	0,307 \geq 0,062	1,000 \geq 0,026	30,212 \geq 0,047
10	0,375 \geq 0,057	1,130 \geq 0,040	27,693 \geq 0,044
11	0,153 \geq 0,057	0,720 \geq 0,048	11,154 \geq 0,039
12	0,080 \geq 0,032	1,750 \geq 0,040	12,844 \geq 0,030
13	0,185 \geq 0,031	1,100 \geq 0,132	3,874 \geq 0,035
14	0,121 \geq 0,037	1,200 \geq 0,050	9,178 \geq 0,037
15	0,142 \geq 0,034	1,620 \geq 0,027	6,136 \geq 0,041
16	0,168 \geq 0,038	1,600 \geq 0,022	16,328 \geq 0,038
17	0,164 \geq 0,046	1,560 \geq 0,018	8,892 \geq 0,030
18	0,065 \geq 0,029	0,930 \geq 0,031	3,406 \geq 0,031
19	0,092 \geq 0,027	2,090 \geq 0,020	5,850 \geq 0,035
20	0,061 \geq 0,041	0,710 \geq 0,037	1,300 \geq 0,026
21	0,051 \geq 0,028	0,300 \geq 0,011	2,262 \geq 0,026
22	0,263 \geq 0,041	0,970 \geq 0,039	5,148 \geq 0,034
23	0,248 \geq 0,045	1,080 \geq 0,038	8,164 \geq 0,031
24	0,137 \geq 0,049	0,950 \geq 0,030	10,582 \geq 0,033
25	0,212 \geq 0,049	0,510 \geq 0,029	9,802 \geq 0,030
26	0,244 \geq 0,065	0,940 \geq 0,025	7,540 \geq 0,038
27	0,297 \geq 0,058	0,830 \geq 0,020	12,584 \geq 0,038
28	0,173 \geq 0,055	2,410 \geq 0,014	6,318 \geq 0,042
29	0,156 \geq 0,050	0,520 \geq 0,027	8,372 \geq 0,031
30	0,131 \geq 0,038	1,030 \geq 0,047	14,274 \geq 0,044
31	0,113 \geq 0,063	1,260 \geq 0,072	10,088 \geq 0,045
32	0,182 \geq 0,042	0,410 \geq 0,047	22,695 \geq 0,033
33	0,185 \geq 0,044	0,890 \geq 0,047	25,908 \geq 0,036

Numune	Kobalt	Kurşun	Demir
34	0,160 \geq 0,050	0,450 \geq 0,042	13,260 \geq 0,051
35	0,149 \geq 0,066	1,130 \geq 0,049	11,781 \geq 0,033
36	0,165 \geq 0,045	0,680 \geq 0,037	18,462 \geq 0,038
37	0,150 \geq 0,047	0,560 \geq 0,052	16,932 \geq 0,032
38	0,183 \geq 0,043	0,630 \geq 0,043	23,409 \geq 0,034
39	0,132 \geq 0,034	0,710 \geq 0,041	22,134 \geq 0,035
40	0,157 \geq 0,037	0,680 \geq 0,034	26,367 \geq 0,037
41	0,158 \geq 0,046	0,320 \geq 0,033	21,318 \geq 0,054
42	0,085 \geq 0,047	0,660 \geq 0,049	21,471 \geq 0,056
43	0,065 \geq 0,048	0,171 \geq 0,030	4,264 \geq 0,026

4.9 Tartışma

Ortaya çıkan analiz sonuçlarına yapılan istatistik ile metotların birbirlerine üstünlükleri bulunmuştur. Yapılan istatistik sonuçları genellikle mikrodalga çözünürleştirme yönteminin yaş çözünürleştirme yöntemine göre daha üstün ve daha verimli bir yöntem olduğunu göstermiştir.

Kazı bölgesinden alınan toprak numunesindeki eser element derişimleri ile kazıdan çıkarılan çömlek parçalarındaki eser element derişimleri birbirlerine yakın bulunmuştur. Bu sonuca göre çömlek yapımında kullanılan toprağın o bölgeden alınan toprak olduğu, çömleklerin o bölgede yapıldığı söylenebilir.

Çömleklerdeki demir miktarına bakılacak olursa, çömleklerin kırmızı renginin demir elementinden kaynaklandığı söylenebilir.

Boyalı sıva örnekleri ile boya örnekleri karşılaştırıldığında sıvaların boyanması için bu boya numunelerinin kullanıldığı söylenebilir.

Element analizlerinde 10 numaralı boya örneğinin diğer boya örneklerinden oldukça farklı sonuçlar vermesi, bu boya örneğinin farklı bir yöntemle yapılmış olduğu veya ticaret yoluyla kazı bölgesine gelmiş olduğu söylenebilir.

pH analizlerinde kerpiç ve sıva örneklerinin bazik olmasına, kerpiç ve sıvanın yapımında kullanılan kirecin neden olduğu söylenebilir.

Sıva ve kireç numunelerinin eser element analizlerinin karşılaştırılması sonucu; sıva malzemesi olarak kullanılan harç yapılırken kazı bölgesinde bulunan kireç numunelerinin kullanıldığı söylenebilir.

4.10 Daha Önce Yapılan Çalışmalar

D. PAPADOPOULOU tarafından hazırlanan ve 2007 yılında yayınlanan bir makalede dekore edilmiş arkeolojik seramikler X ışını spektrometresiyle incelenmiştir. Yapılan inceleme sonucunda yüzeyi kırmızı olan seramiklerdeki rengin demir elementinden geldiği ortaya çıkarılmıştır. Yüzeyi siyah olan seramiklere ise rengi mangan elementinin verdiği ortaya çıkarılmıştır.

Abdullah ZARARSIZ tarafından hazırlanan ve 2013 yılında yayınlanan “Uşak Müzesi Lidya Eserleri (Karun Hazinesi), Metal Analizleri” isimli makalede X Işınlı Floresans Spektrometresi ile eser element analizleri yapılmıştır. Ortaya çıkan sonuçlar ile istatistik değerlendirme yapılmış ve arkeolojik buluntular sınıflandırılmıştır.

Tamer KORALAY tarafından hazırlanan “Tarihi Harç Ve Sıva Örneklerinin Çoklu Analitik Yöntemler Kullanılarak İncelenmesi: Tripolis (Yenice/Denizli) Örneği” isimli makalede sıva ve harç numunelerinin element analizleri yapılarak ortaya çıkan sonuçlar yorumlanmıştır. Çalışılan sıva ve harç numunelerinin benzer özellikler gösterdiği ortaya çıkarılmıştır. Ayrıca numunelerin genel olarak bakıldığında bazik ortam şartlarında olması harç yapımında kullanılan kirece dayandırılmıştır.

Saadet KAYMAZ tarafından hazırlanan “Side Tiyatrosu Duvar Resimlerinde Arkeometrik Ön Çalışmalar” isimli makalede X Işınlı Floresans Spektrometresi ile eser element analizleri yapılmıştır. Ortaya çıkan sonuçlar neticesinde duvar resimlerinin aynı dönemde yapılmış olabileceği söylenmiştir.

Billur TEKKÖK tarafından hazırlanan “Thyatira Seramik Çalışmaları 2013-2014 Arkeometrik Analiz Sonuçları” isimli makalede, çıkarılan seramiklere X Işınlı Floresans Spektrometresi ile element tayini yapılmıştır. Kazı bölgesinden alınan kil numuneleri ile seramiklerin eser element derişimleri birbirlerine yakın bulunmuştur. Bu sonuçla seramiklerin üretiminde o bölgede bulunan kil kaynaklarının kullanıldığı söylenmiştir.

KAYNAKLAR

- Asri, F. Ö., Sönmez, S., & Çıtak, S. (2007). Kadmiyumun Çevre ve İnsan Sağlığı Üzerine Etkisi. *Derim Dergisi*, 34-41.
- Aydoğdu, N., Erbaş, H., & Kaymak, K. (2007). Taurin, Melatonin ve N-Asetilsisteinin. *Trakya Üniversitesi Tıp Fakültesi Dergisi*, 43-48.
- Bertini, I., Gray, H., Lippard, S., & Valentine, J. (1994). *Bioinorganic Chemistry*. California: University Science Books Mill Valley California.
- Broekaert, J. A. (2002). *Analytical Atomic Spectrometry With Flames and Plasmas*. Weinheim: WILER-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA.
- Çınar, Ö. (2008). *Çevre kirliliği ve kontrolü* (s. 201). içinde Ankara: Nobel yayın dağıtım.
- Duffus, J. H., & Worth, H. G. (1996). *Fundamental toxicology for chemists*. Cambridge: Royal Society of Chemistry Information Services.
- Farid, S., & Enani, M. (2010). Levels Of Trace Elements In Commercial Fruit Juices In Jeddah, Saudi Arabi. *Medical Journal Of Islamic World Acamedy Of Sciences*, 18(1), 31-38.
- Fennema, Q. R. (1996). *Food Chemistry*. New York: Marcel Dekker, Inc.
- Gündüz, T. (1993). *Enstrümental Analiz*. Ankara: Bilge Yayıncılık.
- Gürelli, M. (2013). <http://mustafagurelli.com>. 03 19, 2018 tarihinde <http://mustafagurelli.com/?oku=1569> adresinden alındı

<http://www.izmirkulturturizm.gov.tr>. 03 19, 2018 tarihinde <http://www.izmirkulturturizm.gov.tr/Eklenti/9468,ulucak-hoyuk-kazisipdf.pdf?0> adresinden alındı

İzmir Müzesi. 05 14, 2018 tarihinde İzmir Müzesi: <http://www.izmirmuzesi.gov.tr/antik-yerlesim-alanlari-ulucak-hoyuk.aspx> adresinden alındı

Kemalpaşa Belediyesi. 05 14, 2018 tarihinde <http://www.kemalpaşa.gov.tr/ulucak-hoyuk> adresinden alındı

Lajunen, L. (1992). *Spectrochemical Analysis by Atomic Absorption and Emission*. Britain: The Royal Society of Chemistry.

Lambert, J., McLaughlin, C., Shaw, C., & Xue, L. (1999). X-ray photoelectron spectroscopy and archaeology. *Analytical chemistry news & features*, 614-620.

Langmyhr, F. (1977). *Direct Atomic Absorption Spectrometric Analysis of Geological Materials*. Talanta: A Review.

Marian, E. (1984). *Metalle in der Umwelt*. Weinheim: Verlag Chemie.

Mertz, W. (1986). *Trace Elements in Human And Animal Nutrition*. Orlando-Florida: Academic Pres Inc.

Milasic, R., & Kralij, B. (2003). Determination of Zn, Cu, Cd, Pb, Ni and Cr in Some Slovenian Foodstuffs. *European Food Research and Technology*, 211-214.

Mizuike, A. (1982). *Enrichment Techniques For Inorganic Trace Analysis*. Berlin: Springer-Verlag.

Nielsen, S. S. (2009). *Food Anaysis*. USA: Springer Science, Business Media.

Özbek, H., Kaya, Z., Gök, M., & Kaptan, H. (1994). *Toprak Bilimi*. Ç.Ü. Ziraat Fak. Ders Kitapları. Adana: Genel Yayın No: 73, Ders Kitapları Yayın No: 16 .

- Skoog, D., Holler, F., & Nieman, T. (1998). *Enstrümental Analiz İlkeleri, 1.Baskı*. Ankara: Bilim Yayıncılık.
- Skoog, D., Holler, F., West, M., & Crouch, R. (2003). *Fundamentals of Analytical Chemistry*. California: Brooks Cole.
- Tunçeli, A. (1991). *Bazı Eser Elementlerin Amberlit XAD-16 İle Zenginlik Şartlarının Araştırılması ve Alevli Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi ile Tayinleri (Yüksek Lisans Tezi)*. Gazi Üniversitesi/ Fen Bilimleri Enstitüsü, Ankara.
- Welna, M., Szymczycha-Madeja, A., & Poh, P. (2011). Quality of The Trace Element Analysis. I. Akyar içinde, *Wide Spectra of Quality Control*. Intech.
- Welz, B. (1985). *Atomic Absorption Spectrometry*. Weinheim: Verlag Chemie.
- Welz, B., & Sperling, M. (1999). *Atomic Absorption Spectrometry, 3rd Edition*. Germany: Wiley-VCH Verlag GmbH.
- World Health Organization Geneva: Trace Elements in Human Nutrition And Health* . (1996). India-Belgium: Macmillan Ceuterick.
- Yıldız, A., Genç, Ö., & Bektaş, S. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri*. Ankara: Hacettepe Üniversitesi Yayınları.

ÖZGEÇMİŞ

Ali DEMİRKAN 30.07.1990 tarihinde İstanbul'da doğmuştur. İlk öğrenimini Tekirdağ'ın Kapaklı ilçesinde Mehmet Elfide Erdegül İlköğretim Okulu'nda, orta öğrenimini Cumhuriyet İlköğretim Okulu'nda tamamlamıştır. Kapaklı Çok Programlı Lisesi Yabancı Dil Ağırlıklı Lisesi'nden 2008 yılında mezun oldu. Aynı yıl Trakya Üniversitesi Fen Fakültesi Kimya Bölümü'nü kazandı. 2012 yılında Kimya Bölümü'nü bitirdi. Aynı yıl Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Bölümünde Yüksek Lisans Programı'na başladı. 2013 yılında Trakya Üniversitesi Balkan Onkoloji Hastanesi'nde klinik faz çalışmalarında saha görevlisi olarak çalışmaya başladı ve halen görevini sürdürmektedir.