



T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü



SULARDA STRONSIYUMUN DETEKSİYONU İÇİN KİMYASAL SENSÖRLERİN GELİŞTİRİLMESİ, KARAKTERİZASYONU VE UYGULAMALARI

Doktora Tezi

Alparslan Enes ORAL

Nükleer Bilimler Anabilim Dalı

İzmir
2024

T.C.
EGE ÜNİVERSİTESİ
Fen Bilimleri Enstitüsü

**Sularda Stronsiyumun Deteksiyonu İçin Kimyasal
Sensörlerin Geliştirilmesi, Karakterizasyonu ve
Uygulamaları**

Alparslan Enes ORAL

Danışman: Prof. Dr. Şule AYTAŞ
2. Danışman: Prof. Dr. Fatma Nil ERTAŞ

Nükleer Bilimler Anabilim Dalı
Nükleer Teknolojiler Doktora Programı

İzmir

2024

EGE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI

EÜ Lisansüstü Eğitim ve Öğretim Yönetmeliğinin ilgili hükümleri uyarınca Doktora Tezi olarak sunduğum “**Sularda Stronsiyumun Deteksiyonu İçin Kimyasal Sensörlerin Geliştirilmesi, Karakterizasyonu ve Uygulamaları**” başlıklı bu tezin kendi çalışmam olduğunu, sunduğum tüm sonuç, doküman, bilgi ve belgeleri bizzat ve bu tez çalışması kapsamında elde ettiğimi, bu tez çalışmasıyla elde edilmeyen bütün bilgi ve yorumlara atıf yaptığımı ve bunları kaynaklar listesinde usulüne uygun olarak verdiğimi, tez çalışması ve yazımı sırasında patent ve telif haklarını ihlal edici bir davranışımın olmadığını, bu tezin herhangi bir bölümünü bu üniversite veya diğer bir üniversitede başka bir tez çalışması içinde sunmadığımı, bu tezin planlanmasından yazımına kadar bütün safhalarda bilimsel etik kurallarına uygun olarak davrandığımı ve aksinin ortaya çıkması durumunda her türlü yasal sonucu kabul edeceğimi beyan ederim.

04/01/2024

Alparslan Enes ORAL

ÖZET**SULARDA STRONSIYUMUN DETEKSİYONU İÇİN KİMYASAL
SENSÖRLERİN GELİŞTİRİLMESİ, KARAKTERİZASYONU VE
UYGULAMALARI**

ORAL, Alparslan Enes

Doktora Tezi, Nükleer Bilimler Anabilim Dalı

Tez Danışmanı: Prof. Dr. Şule AYTAŞ

İkinci Danışmanı: Prof. Dr. Fatma Nil ERTAŞ

Ocak 2024, 139 sayfa

Stronsiyumun (Sr) varlığı ve yoğunluğunun tespiti, çevresel sağlık ve güvenlik açısından hayati öneme sahiptir. Stronsiyum, belirli konsantrasyonların üzerinde toksik etkilere neden olabilir, bu nedenle özellikle içme suyu kaynaklarında bu elementin izlenmesi ve kontrol altına alınması gerekmektedir. Mevcut metodolojiler, genellikle ya stronsiyum tespiti ya da eliminasyonu üzerine odaklanmış olup, her iki fonksiyonu da entegre eden çözümler oldukça sınırlıdır.

Bu tez çalışmasında, sulu çözeltilerde stronsiyum iyonlarının tespit ve uzaklaştırılma işlemlerini tek bir platformda birleştiren yenilikçi bir yaklaşım geliştirilmiştir. Murexide ve Tetraethoxysilane (TEOS) ile modifiye edilmiş Aljinat Hidrojel küreciklerinden elde edilen MTH ve Xylenol Orange ile işlenmiş Aljinat Hidrojel küreciklerinden oluşan XOH partikülleri, bu dual işlevi gerçekleştirmek için sentezlenmiştir. MTH partiküllerinde bulunan Murexide ve XOH partiküllerindeki Xylenol Orange, stronsiyum iyonlarının varlığında renk değişikliği gösteren kolorimetrik özelliklere sahip moleküllerdir. Bu renk değişikliği, stronsiyum iyonlarının konsantrasyonuna bağlı olarak kantitatif olarak değerlendirilebilir, böylece su örneklerindeki stronsiyum seviyeleri hızlı ve hassas bir şekilde tespit edilebilir.

Deneylerde, kullanılan MTH ve XOH küreciklerinin bileşeninde yer alan aljinatın, geniş yüzey alanı ve fonksiyonel grupları sayesinde stronsiyum iyonlarının adsorpsiyonu için iyi ve dayanıklı bir biyopolimer olduğu gözlemlenmiştir. Stronsiyum için adsorpsiyon kapasiteleri, MTH için 9.2 mg/g ve XOH için 9.3 mg/g olarak ölçülmüştür.

Analiz sürecinde kolorimetrik ölçümler, bir akıllı telefon kamerası ile çekilen fotoğraflar kullanılarak gerçekleştirilmiştir. Bu fotoğraflar, ImageJ gibi gelişmiş görüntü işleme yazılımları aracılığıyla değerlendirilerek, stronsiyum iyonlarının konsantrasyonları hakkında doğru ve güvenilir veriler elde edilmiştir. Bu yöntem, geleneksel laboratuvar tabanlı spektrofotometrik cihazlara ihtiyaç duymadan stronsiyum tespiti yapılabilmesi için uygun, düşük maliyetli ve erişilebilir bir alternatif sunmaktadır.

Sonuç olarak, bu çalışma, MTH ve XOH partiküllerinin 1 mg/L'den 10 mg/L'ye kadar stronsiyum konsantrasyonlarını tespit edebilecek ve aynı zamanda bu iyonları etkili bir şekilde adsorplayabilecek çok işlevli sensörler olarak potansiyellerini sergilemiştir. Çalışmanın bulguları, suyun kalitesinin izlenmesi ve iyileştirilmesi yönünde önemli adımlar atılmasına olanak tanıyacak, su arıtma sistemlerinde ve çevresel izleme uygulamalarında MTH ve XOH partiküllerinin kullanımını teşvik edecek bilgiler sağlamaktadır. Bu çalışma, stronsiyum iyonlarının tespiti ve giderilmesi alanında, basitçe bir akıllı telefon kullanarak bile gerçekleştirilebilecek yenilikçi ve etkili çözümler sunmakta ve gelecekte bu alanda yapılacak araştırmalar için sağlam bir temel oluşturmaktadır.

Anahtar Kelimeler: Stronsiyum, Xylenol Orange, Murexide, TEOS, Aljinat, Hidrojel, Kolorimetrik analiz, RGB yöntemi, Adsorpsiyon

ABSTRACT**DEVELOPMENT, CHARACTERIZATION, AND APPLICATIONS OF
CHEMICAL SENSORS FOR THE DETECTION OF STRONTIUM IN
WATERS**

ORAL, Alparslan Enes

Ph.D. Thesis, Department of Nuclear Sciences

Thesis Supervisor: Prof. Dr. Şule AYTAŞ

Co-Supervisor: Prof. Dr. Fatma Nil ERTAŞ

January 2024, 139 pages

The presence and determination of strontium (Sr) and its density are of vital importance from an environmental health and safety perspective. Strontium can induce toxic effects above certain concentrations, making it essential to monitor and control this element, particularly in drinking water sources. Current methodologies often focus either on strontium detection or elimination, with integrated solutions for both functions being limited.

In this thesis study, an innovative approach that combines the detection and removal of strontium ions in aqueous solutions on a single platform has been developed. MTH particles derived from Murexide and Tetraethoxysilane (TEOS)-modified alginate hydrogel beads and XOH particles processed from Xylenol Orange-modified alginate hydrogel beads were synthesized to fulfill this dual functionality. Murexide in MTH particles and Xylenol Orange in XOH particles are molecules with colorimetric properties that undergo a color change in the presence of strontium ions. This color change can be quantitatively assessed depending on the concentration of strontium ions, enabling the rapid and precise detection of strontium levels in water samples.

In the experiments, it was observed that alginate, which is a component of the MTH and XOH beads used, is a good and durable biopolymer for the adsorption of strontium ions functional groups. The adsorption capacities were measured as 9.2 mg/g for MTH and 9.3 mg/g for XOH for strontium ions.

In the analysis process, colorimetric measurements were carried out using photos taken with a smartphone camera. These photos were evaluated using advanced image processing software such as ImageJ, providing accurate and reliable data on strontium ion concentrations. This method offers a suitable, cost-

effective, and accessible alternative for strontium detection without the need for traditional laboratory-based spectrophotometric devices.

In conclusion, this study demonstrated the potential of MTH and XOH particles as multifunctional sensors capable of detecting strontium concentrations from 1 mg/L to 10 mg/L and effectively adsorbing these ions. The findings of this study provide insights that will facilitate significant steps in monitoring and improving water quality, promoting the use of MTH and XOH particles in water treatment systems and environmental monitoring applications. This research offers innovative and effective solutions for strontium ion detection and removal, even simply using a smartphone, and establishes a solid foundation for future research in this field.

Keywords: Strontium, Xylenol Orange, Murexide, TEOS, Alginate, Hydrogel, Colorimetric analysis, RGB method, Adsorption

ÖNSÖZ

Bu tez, su kaynaklarında stronsiyumun (Sr) tespiti ve giderilmesi konusunda önemli bir adım niteliğinde olup, çevresel sağlık açısından kritik bir konuyu ele almaktadır. Stronsiyum, özellikle yüksek konsantrasyonlarda insan sağlığı için toksik etkilere sahiptir ve bu durum içme suyu güvenliği için potansiyel bir tehdit oluşturur. Yaygın Sr (II) giderme yöntemleri arasında yer alan adsorpsiyon, kimyasal çöktürme ve iyon değişimi gibi prosesler genellikle tek yönlüdür ve kombine edilmesi zordur. Bu eksiklikleri gidermek ve sulardaki Sr(II) iyonlarını etkin bir şekilde saptayıp uzaklaştırmak amacıyla, bu çalışmada dual fonksiyonlu mikro partiküller geliştirilmiştir.

Bu amaç için sentezlenmiş Murexide + Tetraethoxysilane (TEOS) + Aljinat Hidrojel'den (MTH) ve Xylenol Orange + Aljinat Hidrojel'den (XOH) oluşan partiküller, Sr(II) iyonlarını hızlı ve hassas bir şekilde tespit edebilme ve aynı zamanda bunları etkili bir biçimde adsorplama kabiliyetine sahiptir. Kolorimetrik analiz yöntemleri ve adsorpsiyon işlemleri aracılığıyla, bu partiküllerin stronsiyum iyonları üzerindeki etkileri, bir akıllı telefonun dijital kamerası ve bir bilgisayar kullanılarak gerçekleştirilmiştir.

Bu çalışma, su arıtımı ve çevresel izleme alanlarında stronsiyum deteksiyonu için yenilikçi ve etkin çözümler sunarak, alanın gelişimine katkıda bulunmayı hedeflemektedir. Çalışma aynı zamanda dual fonksiyonlu sensörlerin geliştirilmesi, su kalitesinin izlenmesi ve iyileştirilmesi için yeni yollar açmakta ve mevcut teknolojik imkanların ötesine geçmeye olanak tanımaktadır.

İzmir

04/01/2024

Alparslan Enes ORAL



İÇİNDEKİLER

Sayfa

İÇ KAPAK	İİİ
ETİK KURALLARA UYGUNLUK BEYANI	V
ÖZET	Vİİ
ABSTRACT	İX
ÖNSÖZ	Xİ
İÇİNDEKİLER.....	Xİİİ
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	XVI
ÇİZELGELER DİZİNİ	XXİİ
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	XXV
1. GİRİŞ.....	1
2. GENEL BİLGİLER	6
2.1 Stronsiyum	6
2.2 Kolorimetrik Prob Moleküller.....	12
2.2.1 Murexide	12
2.2.2 Xylenol Orange	12
2.2.3 Metil Timol Mavisi	13
2.2.4 Arsenazo (III)	14
2.2.5 Thorin.....	14
2.2.6 PAR (4-(2'-Pyridylazo) resorcinol).....	15
2.3 Aljinat.....	16
2.4 Metal Dedeksiyonunda ve Diğer Alanlarda Kullanılan Sensörler.....	18
2.5 Kolorimetrik Kırmızı-Yeşil-Mavi (RGB) Analizi	19
2.5.1 Metal iyonlarının kolorimetrik tespiti için RGB yönteminin kullanılması.	20

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

2.5.2	RGB yöntemi ile tespit çalışmalarında önemli parametreler	20
2.6	Adsorpsiyon.....	22
2.6.1	Adsorpsiyon performansını etkileyen parametreler	23
2.6.2	Adsorpsiyonun çeşitleri	25
2.6.3	Adsorpsiyon izotermi	25
3.	MATERYAL VE YÖNTEM.....	27
3.1	Materyal ve Kullanılan Cihazlar	27
3.1.1	Renk ve Mekanik Stabilizasyonun Artırılması.....	29
3.1.2	Kolorimetrik Prob Moleküllerin RGB İçin Denenmesi	30
3.2	Kimyasal Sensör Hazırlama	30
3.2.1	Murexide ile Aljinat Hidrojel Kürecikleri Sentezi	30
3.2.2	Xylenol Orange ile Aljinat Hidrojel Kürecikleri Sentezi	32
3.3	Hidrojel Küreciklerin Fiziksel Karakterizasyonu.....	33
3.4	Murexide ile Spektrofotometrik Stronsiyum Tayini	36
3.5	Kullanılan Cihazlar.....	37
3.5.1	Spektrofotometre	37
3.5.2	İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi (ICP- OES)	42
3.5.3	Fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR)	43
3.5.4	Taramalı elektron mikroskopisi (SEM)	45
3.5.5	X-ışını kırınımı (XRD)	47
3.5.6	Sıvı Sintilasyon Spektrometresi/Sayacı (LSC)	49
3.6	Stronsiyum Alım Denemeleri	50
3.7	Matriks İyonlar İçeren Ortamlarda Adsorpsiyon Davranışlarının İncelenmesi	51
4.	BULGULAR VE TARTIŞMA	52
4.1	Aljinat Biyopolimerlerinin Özellikleri	52
4.2	Kolorimetrik Prob Moleküller ile Yapılan Çalışmalar	53
4.3	Kolorimetrik Özellikte Hidrojel Kürecik Sentezi ve Karakterizasyonu.....	69
4.3.1	Fiziksel Karakterizasyonu	73

İÇİNDEKİLER (devam)

Sayfa

4.3.2 FT-IR Sonuçları	75
4.3.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları.....	80
4.3.4 SEM-EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) Sonuçları.....	86
4.3.5 X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Sonuçları.....	91
4.4 Stronsiyum Deteksiyon Koşullarının İncelenmesi.....	92
4.4.1 Murexide Hidrojel Kürecikleri ile Stronsiyum Tespiti İncelemesi.....	92
4.4.2 Xylenol Orange ile Stronsiyum Tespiti İncelemesi	94
4.5 MTH ve XOH ile Optimum Stronsiyum Alım Koşullarının İncelenmesi ..	97
4.5.1 Farklı Sürelerin MTH ve XOH ile Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi	97
4.5.2 Farklı Sorbent Dozlarının Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi.....	99
4.5.3 Farklı Sıcaklıkların Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi	101
4.5.4 Farklı Başlangıç Sr (II) Konsantrasyonlarının Adsorpsiyona etkisi	103
4.6 Optimum Stronsiyum Alım Koşulları.....	105
4.7 Termodinamik Özelliklerin İncelenmesi.....	107
4.8 Adsorpsiyon İzotermilerinin Oluşturulması.....	110
4.8.1 Langmuir adsorpsiyon izotermi	110
4.8.2 Freundlich adsorpsiyon izotermi.....	112
4.8.3 Dubinin-Radushkevich (D-R) adsorpsiyon izotermi	113
4.8.4 Matriks İyonların Stronsiyum Adsorpsiyonuna Etkisi.....	116
4.8.5 Radyoaktif Sr-90 Standart Çözeltisi ile Yapılan Tutulum Çalışmaları.....	120
5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER	122
KAYNAKLAR DİZİNİ.....	125
TEŞEKKÜR	135
ÖZGEÇMİŞ.....	136

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil	Sayfa
Şekil 2.1 pH'ye bağlı olarak, yeraltı suyunda stronsiyumun temel sulu faz türlerinin dağılımı	11
Şekil 2.2 A) Toz halinde Murexide'nin görüntüsü B) Murexide'nin kimyasal yapısı	12
Şekil 2.3 A) Toz halinde Xylenol Orange Tetra Sodium tuzunun görüntüsü B) Xylenol Orange kimyasal yapısı	13
Şekil 2.4 A) Toz halinde Metil Timol Mavisi Sodium tuzunun görüntüsü B) Metil Timol Mavisi kimyasal yapısı.....	13
Şekil 2.5 A) Toz halinde Arsenazo (III)'ün görüntüsü B) Arsenazo (III) kimyasal yapısı	14
Şekil 2.6 A) Toz halinde Thorin'in görüntüsü B) Thorin kimyasal yapısı	15
Şekil 2.7 A) Toz halinde PAR (4-(2'-Pyridylazo) resorcinol)'ün görüntüsü B) PAR kimyasal yapısı.....	15
Şekil 2.8 Aljinatın kimyasal yapısı (1) Alginate'in polisakkarit alt birimleri (2) Homopolimerik ve heterojen dizilimler (3) Na-Aljinat ve CaCl ₂ matrisi ile etkileşimi sonrası oluşan Ca-Aljinat hidrojel (Paul et al., 2023).	17
Şekil 2.9 Aljinatın G bloğu ve kalsiyum iyonlarının "yumurta kabuğu" bağlantıları (Sánchez-González et al., 2021)	17
Şekil 3.1 a) Farklı açılarda gündüz ışığında 1 ppm Sr(II) çözeltisi ile etkileşime giren murexide-TEOS-alginat görüntüleri. b) 10x30x20 cm beyaz renkli tasarlanan kutu ve ışık kaynağının anahtarı, üzerinde fotoğraf çekmek ve lambanın kablosunun dışarı çıkması için 2 delik bulunmaktadır.....	29
Şekil 3.2 Yukarıdan aşağıya doğru Xylenol Orange, Murexide, Metil Timol mavisi, Arsenazo (III), Thorin, PAR (%0,06) çözeltilerinin Sr (II) (0-250 mg/L) çözeltileri ile etkileşimi sonucu soldan sağa renk kartelaları.....	30

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 3.3 MEH kürecikleri sentezi şeması.....	31
Şekil 3.4 MTH (Murexide Teos Hidrojel) sentezi şeması.....	32
Şekil 3.5 Xylenol Orange Hidrojel (XOH) kürecikleri sentezi	33
Şekil 3.6 XOH sentezi şeması	33
Şekil 3.7 MEH Küreciklerin a) Yaş hidrojel b) Kuru hidrojel boyutları.....	35
Şekil 4.1 Ca ⁺² iyonlarının aljinat ile reaksiyonu (Yumurta kabuğu modeli), (a) Divalent katyonların şelatlanması, (b) Zincirlerin bir araya gelmesi (Gok et al., 2013).....	53
Şekil 4.2 Soldan sağa doğru Xylenol Orange, Murexide, Metil Timol mavisi, Arsenazo (III), Thorin, PAR, Tiazol Orange renkleri	54
Şekil 4.3 Xylenol Orange ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşimi sonucu kırmızı renk intensite değişimi	55
Şekil 4.4 Xylenol Orange ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)560-590nm aralığı UV-VIS Spektrumları.....	56
Şekil 4.5 Murexide ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) konsantrasyonlarında etkileşim sonucu yeşil renk intensite değişimi	57
Şekil 4.6 Murexide ile 1-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)500-550nm aralığı UV-VIS Spektrumları	58
Şekil 4.7 Metil Timol Mavisi ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi	59
Şekil 4.8 Metil Timol mavisi ile 1-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)400-480nm aralığı UV-Vis Spektrumları.....	60

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 4.9 Arsenazo (III) ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi	61
Şekil 4.10 Arsenazo (III) ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)550-620nm aralığı UV-Vis Spektrumları	62
Şekil 4.11 Thorin ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi	64
Şekil 4.12 Thorin ile 0-50 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)475-510nm aralığı UV-Vis Spektrumları.....	65
Şekil 4.13 PAR ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi	66
Şekil 4.14 PAR ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)400-430nm aralığı UV-VIS Spektrum	68
Şekil 4.15 Na-Aljinat ile Hidrojel kürecik sentezi.....	69
Şekil 4.16 Hidrojel kürecik sentez aşamaları UV-VIS 400-900nm spektrumları..	72
Şekil 4.17 Sentezlenen Kolorimetrik prob molekül + Ca-Aljinat hidrojel küreciklerin FT-IR spektrumları	75
Şekil 4.18 Ca-Aljinat hidrojel küreciklerin ayrı ayrı FT-IR spektrumları	78
Şekil 4.19 Murexide + Etilen glikol (EG) + Ca-aljinat (MAH) biyopolimerinin SEM görüntüleri (X140,X142,X150,X200 büyütme değerlerinde)	81
Şekil 4.20 Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) biyopolimerinin SEM görüntüleri (X250, X1000 büyütme değerlerinde)	82

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

<u>Şekil</u>	<u>Sayfa</u>
Şekil 4.21 Sr + Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000 büyütme değerlerinde).....	83
Şekil 4.22 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000 büyütme değerlerinde).....	84
Şekil 4.23 Thorin + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000büyütme değerlerinde).	85
Şekil 4.24 Murexide + Etilen Glikol + Ca-aljinat (MAH) küreciklerinin EDX grafiği.....	87
Şekil 4.25 Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) küreciklerinin EDX grafiği. ...	88
Şekil 4.26 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin EDX grafiği. ...	89
Şekil 4.27 Thorin + Ca-aljinat (TOH) biyopolimerinin EDS grafiği.	90
Şekil 4.28 MTH (Murexide TEOS) küreciklerinin XPS Grafiği.....	92
Şekil 4.29 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleriyle etkileşimi sonrası intensite değişim grafikleri A) Kırmızı, B) Yeşil, C) Mavi, D) Parlaklık	93
Şekil 4.30 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleriyle etkileşimi sonrası 3 boyutlu intensite değişim grafikleri.....	93
Şekil 4.31 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin XOH kürecikleriyle etkileşimi sonrası intensite değişim grafikleri A) Kırmızı, B) Yeşil, C) Mavi, D) Parlaklık	95
Şekil 4.32 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleriyle etkileşimi sonrası 3 boyutlu intensite değişim grafikleri.....	96

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

Şekil

Sayfa

Şekil 4.33 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda çalkalama süresinin etkisi 98

Şekil 4.34 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda çalkalama süresinin etkisi 98

Şekil 4.35 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda sorbent dozunun etkisi 100

Şekil 4.36 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda sorbent dozunun etkisi 100

Şekil 4.37 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda sıcaklığın etkisi 102

Şekil 4.38 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda sıcaklığın etkisi 102

Şekil 4.39 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda Sr (II) başlangıç konsantrasyonunun etkisi 104

Şekil 4.40 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda Sr (II) başlangıç konsantrasyonunun etkisi 104

Şekil 4.41 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda $1/T$ 'ye karşı $\ln K_d$ grafiği 108

Şekil 4.42 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda $1/T$ 'ye karşı $\ln K_d$ grafiği 108

Şekil 4.43 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Langmuir izotermi 111

ŞEKİLLER DİZİNİ (devam)

Şekil

Sayfa

Şekil 4.44 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Langmuir izotermi.	111
Şekil 4.45 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Freundlich izotermi.	113
Şekil 4.46 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Freundlich izotermi.	113
Şekil 4.47 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için D-R izotermi.	115
Şekil 4.48 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için D-R izotermi.	115
Şekil 4.49 MTH kürecikleri ile a)Meriç nehri b)Van gölü ve XOH kürecikleri ile c)Meriç nehri d)Van gölü Sularında Stronsiyum Adsorpsiyonuna farklı metal iyonlarının etkisi.	118

ÇİZELGELER DİZİNİ

<u>Çizelge</u>	<u>Sayfa</u>
Çizelge 2.1 Bazı Stronsiyum İzotoplarının Bolluk (%), Yarı Ömür ve Radyoaktivite Değerleri	7
Çizelge 2.2 Stronsiyumun Doğada Bulunuşu (Kirk-Othmer, 2001).....	8
Çizelge 2.3 Stronsiyum Oksitlerin ΔH ve ΔG Değerleri	9
Çizelge 2.4 25°C'de Sr Bileşikleri ve Sulu Türler (Bikarbonat İyonu Dahil) için Denge Sabitleri. Difüzyon deneylerinin sıcaklığına ekstrapolasyon, adsorpsiyon modelinde yer alan ana çözünür türler için denklemler (Cole et al., 2000).....	11
Çizelge 3.1 Prob Molekül İçeren Biyopolimerik Hidrojellerin Fiziksel Özellikleri.....	36
Çizelge 4.1 Ca-aljinat Biyopolimerinin FT-IR Spektrumunda Gözlenen Belirgin Pikler	80
Çizelge 4.2 Murexide + Etilen Glikol + Ca-aljinat (MAH) küreciklerinin EDX elemental dağılım tablosu	87
Çizelge 4.3 Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) küreciklerinin EDX elemental dağılım tablosu.....	88
Çizelge 4.4 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin EDX elemental dağılım tablosu.....	89
Çizelge 4.5 Thorin + Ca-aljinat (TOH) biyopolimerinin EDX elemental dağılım tablosu	90
Çizelge 4.6 MTH (Murexide TEOS) küreciklerinin XPS elektron bağlanma enerjisi çizelgesi.....	92
Çizelge 4.7 Konsantrasyonu Bilinmeyen Sr (II) çözeltilerinin MTH kullanılarak kantitatif Sr (II) konsantrasyonu ölçüm denemesi	94

ÇİZELGELER DİZİNİ (devam)

Çizelge

Sayfa

Çizelge 4.8 Konsantrasyonu Bilinmeyen Sr (II) çözeltilerinin XOH kullanılarak kantitatif Sr (II) konsantrasyonu ölçüm denemesi..... 96

Çizelge 4.9 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Çalkalama Süresinin Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, V: 5mL, m: 5 mg, T: 25°C)..... 99

Çizelge 4.10 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Dozun Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, V: 5mL, t: 15 dakika, T: 25°C) 101

Çizelge 4.11 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Sıcaklığın Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, m: 5mg, V: 5mL, t: 15 dakika)..... 103

Çizelge 4.12 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Farklı Sr (II) başlangıç konsantrasyonlarının Etkisi (pH:8.0, m: 5 mg/L, V: 5mL, t: 15 dakika, T: 25°C) 105

Çizelge 4.13 XOH ve MTH küreciklerinin Üzerine Sr (II) iyonlarının Adsorpsiyonunda Çalışma Aralıkları ve Optimum Çalışma Koşulları 106

Çizelge 4.14 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda Termodinamik Parametreler 108

Çizelge 4.15 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda Termodinamik Parametreler 109

Çizelge 4.16 XOH ve MTH küreciklerinin Üzerine Stronsiyum Adsorpsiyonunda Langmuir, Freundlich ve Dubinin- Radushkevich (D-R) İzotermlerine Ait Sabitlerin Değerleri..... 115

Çizelge 4.17 MTH ve XOH kürecikleri ile Meriç nehri ve Van gölü su örneklerinin etkileşimi ile gerçekleştirilen farklı metal iyonları deneyinde adsorpsiyon öncesi (Ci), adsorpsiyon sonrası (Ce) çözeltide kalan konsantrasyonlar ve % Adsorpsiyon verileri..... 119



SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

<u>Simgeler</u>	<u>Açıklamalar</u>
β^-	Eksi beta parçacığı
β^+	Pozitron parçacığı
CO ₂	Karbondiyoksit
Sr	Stronsiyum
Sr(II)	Stronsiyum +2 iyonu
⁹⁰ Sr	Stronsiyum-90 izotopu
MTH	Murexide TEOS ile modifiye Aljinat hidrojel
XOH	Xylenol Orange ile modifiye Aljinat hidrojel

1. GİRİŞ

Endüstriyel gelişmelerin yanı sıra teknolojik ilerlemelerin getirdiği bazı olumsuz sonuçlar arasında, ekosistemler üzerinde derin ve kalıcı etkileri olan ağır metaller, sentetik kimyasallar ve radyoaktif atıklar öne çıkmaktadır. Bu kirleticiler, özellikle radyoaktif elementlerin çevreye serbest bırakılmasıyla ilişkili radyolojik ve kimyasal toksisite konusunda ciddi kaygılara yol açmaktadır. Stronsiyum, sezyum gibi fisyon ürünlerinin ve uranyum, toryum gibi doğal radyoaktif elementlerin sulara ve toprağa sızması, canlı sağlığı için doğrudan tehditler oluşturmakta ve biyoakümüülasyon yoluyla besin zincirine entegre olarak insanlara kadar ulaşabilmektedir. Bu tür kirleticilerin etkin bir şekilde tespiti ve giderimi, sürdürülebilir bir çevre yönetimi için ekonomik ve teknolojik açıdan gelişmiş yöntemler gerektirmektedir. Mevcut tespit ve arıtma teknolojilerinin geliştirilmesi, maliyet etkinliğinin yanı sıra, radyoaktif kirliliğin azaltılması ve çevresel sürdürülebilirliğin artırılması açısından kritik öneme sahiptir (Rengaraj et al., 2001; Kurniawan et al., 2006; Choppin, 2007).

Son yıllarda, çevre kirliliğinin kontrolü ve geri dönüşüm tekniklerinin geliştirilmesi konusunda mikroorganizmaların kullanımı dikkat çekici bir yenilik olarak öne çıkmaktadır. Geleneksel yöntemlerin yanı sıra, özellikle atık suların arıtılmasında adsorpsiyon işlemleri büyük önem taşımaktadır. Adsorpsiyon, kirlitici maddelerin mikroorganizmaların yüzeyine bağlanması ve bu yolla ortamdan uzaklaştırılmasını içeren etkili bir yöntemdir. Mikroorganizmalar ve mikroorganizmaların biyopolimer gibi ürünleri, biyosorpsiyon kapasiteleri sayesinde, ağır metaller gibi çeşitli kirleticileri konsantre edebilme özelliğine sahiptirler. Bu biyolojik süreçler, yüksek seçicilik ve düşük maliyet avantajlarını birleştirerek, sürdürülebilir bir çevre yönetimi için yenilikçi ve çevre dostu alternatifler sunmaktadır (Volesky, 2001; Gadd, 2009).

Çevresel kirleticilerin tespitinde kullanılan yöntemler arasında spektrofotometrik analizler etkin ve doğru sonuçlar sunsa da bu cihazların büyük boyutları ve karmaşık kullanımı, sahada hızlı ve yerinde analiz yapma ihtiyacını karşılamada sınırlılıklar oluşturur. Karşılaştırıldığında, kolorimetrik reaktantlar kullanılarak yapılan RGB (Kırmızı-Yeşil-Mavi) analizi, bu boşluğu dolduracak pratik bir alternatif olarak öne çıkar. Bu teknik, genellikle bir akıllı telefon kamerası gibi portatif cihazlarla kolaylıkla gerçekleştirilebilir ve in-situ, yani yerinde analizler için gerekli olan hızlı ve verimli veri toplama imkânı sunar. RGB analizi, pahalı ekipman gerektirmemesi ve özel eğitilmiş personel ihtiyacını ortadan kaldırmasıyla, çevresel kirleticilerin saptanmasında maliyet-etkin ve geniş kitleler tarafından erişilebilir bir yöntem olarak kabul edilmektedir (Skoog et al., 1998; Howe, 1936). Bu yaklaşım, alanda doğrudan ve anlık kirlitici izleme yeteneğini artırarak, çevresel monitöring ve kirlilik yönetimini devrim niteliğinde geliştirmektedir (Simonian and Smith, 2001; Kong et al., 2021).

Saptama ve giderme etkili yani dual etkili adsorpsiyon, çözümlerden metallerin ve metalloid türlerinin hem tespiti hem de giderilmesini aynı anda gerçekleştiren yenilikçi bir yaklaşımdır. Bu yöntem, toksik ağır metallerin yanı sıra, değerli metallerin ve radyonüklitlerin tespiti ve ekonomik değerinin geri kazanımı için de uygulanabilirlik sunar (Environmental Studies Board, 1973). Dual etkili adsorpsiyon süreçleri, geleneksel olarak ayrı gerçekleştirilen deteksiyon ve adsorpsiyon işlemlerini birleştirerek, tek bir adımda çevresel kirleticilerin yönetilmesine olanak tanır. RGB tekniği, özellikle güncel dijital kameraların ilerlemesiyle, metallerin tespitinde giderek daha etkili bir araç haline gelmiştir. RGB özellikteki kolorimetrik malzemelerin, yüksek rejenerasyon kapasiteleri ve sürdürülebilirlik özelliklerine sahip biyolojik adsorbentler ile birleştirilmesi sayesinde, bu dual etkiye sahip malzemeler, ağır metal arıtma teknolojilerinde in-situ tespit ve giderim için gelecek vaat eden bir çözüm olarak kabul edilmektedir (Park et al., 2010; Aksu, 2005; Ahluwalia and Goyal, 2007).

Son yıllarda, su kaynaklarından eser ve radyoaktif elementlerin tespitinde murexide, xilenol orange, arsenazo (III), thorin ve metil timol blue gibi kolorimetrik reaktiflerin kullanımı yaygınlaşmıştır (Simonian, 2004). Bu kolorimetrik reaktifler, metallerin tespitinde, özellikle Ultraviyole-Görünür (UV-Vis) spektroskopik yöntemlerde etkili bir şekilde kullanılmaktadır. Bu malzemelerin UV-Vis spektroskopide kullanılabilir olmalarının nedeni, görünür ışık bölgesi olan 400-700 nm dalga boyu aralığında absorbans verme yeteneklerinden kaynaklanmaktadır (Pandey and Kim, 2007).

Gelişen kamera teknolojileri, bu absorbans değişikliklerini renk değişimleri olarak algılayıp, veri setleri haline dönüştürme imkânı sunmaktadır. Bu özellik, murexide, xilenol orange, arsenazo (III), thorin ve metil timol blue gibi reaktiflerin Kırmızı-Yeşil-Mavi (RGB) analizlerinde kullanılmasına olanak tanır ve bu yöntemin kullanımını kolaylaştırır (Henderson et al., 2013). RGB analizi, gelişmiş dijital kameralar ve görüntü işleme teknolojileri ile, çevresel analizlerde hızlı, maliyet-etkin ve kullanıcı dostu bir alternatif olarak ortaya çıkmaktadır (Simonian and Smith, 2006). Bu gelişmeler, çevresel izleme ve kirlenme tespitinde, geleneksel laboratuvar bazlı analizlere alternatif, sahada uygulanabilir ve pratik çözümler sunmaktadır. Özellikle murexide, xilenol orange, arsenazo (III), thorin ve metil timol blue gibi reaktiflerin kullanıldığı RGB analiz yöntemi, çevresel kirlenmelerin hızlı ve etkili bir şekilde tespit edilmesini sağlayarak, çevresel monitöring ve kirlilik yönetimi alanlarında önemli bir yer edinmektedir (Johnson et al., 2023).

Biyopolimerler, doğal kaynaklardan elde edilen ve endüstriyel uygulamalarda çeşitli fonksiyonel amaçlar için kullanılan biyolojik materyallerdir. Aljinat, çitosan, agar-agar ve karragenan gibi biyopolimerler, endüstride çeşitlilik arz eden kullanım alanlarına sahiptirler. Özellikle son yıllarda, geleneksel adsorban materyallerle kıyaslandığında önemli avantajlar sundukları için, ayırma ve arıtma

teknolojilerinde biyosorbent olarak kullanımları artış göstermektedir (Davis et al., 2003). Aljinik asit tuzları ve aljinat, endüstriyel uygulamalarda yaygın olarak tercih edilen biyopolimerler arasında yer alır. Bu biyopolimerler, gıda endüstrisinde jelleştirici, koyulaştırıcı ve stabilize edici özellikleri nedeniyle geniş bir kullanım alanına sahiptir. Ayrıca, ilaç taşıyıcı materyaller olarak, hücre kapsüllenmesi ve doku mühendisliği alanlarında da önemli roller üstlenmektedirler (Lee and Mooney, 2012). Bu biyopolimerlerin çeşitli endüstriyel uygulamalardaki tercih edilmesinin nedenleri, biyolojik uyumlulukları, çevre dostu olmaları ve biyolojik olarak parçalanabilir yapılarıdır. Özellikle, su arıtma ve atık su temizliği gibi çevre mühendisliği uygulamalarında, bu materyallerin adsorpsiyon kapasiteleri ve kirleticilere karşı seçicilikleri, onları çevresel sürdürülebilirlik açısından çekici kılar (Kumar and Jena, 2017). Bu alandaki araştırmalar, aljinat ve diğer biyopolimerlerin gelecekteki endüstriyel uygulamalarda daha da yaygınlaşacağını ve önemli çevresel faydalar sunacağını işaret etmektedir (Smith et al., 2016).

Çevresel su örneklerinde ağır metallerin tespiti ve giderimi için kullanılan teknolojilerde, kolorimetrik malzemelerle modifiye edilmiş organik bazlı malzemeler giderek daha fazla önem kazanmaktadır. Bu yaklaşımda, kolorimetrik özellikler, ağır metallerin algılanmasında sensör işlevi görürken, adsorban olarak da etkili bir biçimde kullanılırlar (Huang, J. et al., 2015).

Alglerden elde edilen aljinatlar, içerdikleri zengin fonksiyonel gruplar ve özellikle karboksil grupları sayesinde, ağır metalleri yüksek oranda adsorbe edebilme kapasiteleriyle bilinirler (Davis et al., 2003). Aljinatlar, aynı zamanda kolorimetrik malzemeleri kimyasal yapılarına zarar gelmeden saran ve koruyan bir kabuk görevi görebilir. Bu, kolorimetrik malzemelerin hassas kimyasal yapısının korunmasına olanak tanır ve onları çevresel faktörlere karşı dayanıklı hale getirir (Zhang et al., 2016).

Kolorimetrik malzeme ve aljinattan oluşan hidrojel, su çekme ve salma özellikleri sayesinde, sulu çözeltilerde ek bir filtreleme görevi görerek, sadece metal iyonlarının hidrojel yapısı içerisindeki kolorimetrik malzeme ile etkileşimini sağlar. Bu, ağır metallerin hem tespiti hem de giderimi için etkili bir yöntem sunar (Ding et al., 2018). Kolorimetrik malzeme ve hidrojel küreciklerinin sentezlenmesiyle ilgili kompozit yapılarla ilgili literatürdeki çalışmalar henüz sınırlı olmakla birlikte, gelişen kamera ve görüntü işleme teknolojileri bu alandaki araştırmaları hızlandırmaktadır. Yeni nesil dijital kameralar ve ileri görüntü işleme teknikleri, bu malzemelerin çevresel uygulamalarda kullanımını kolaylaştırmakta ve etkinliğini artırmaktadır (Damhorst et al., 2013). Bu teknolojik ilerlemeler sayesinde, kolorimetrik malzemeler ve aljinat bazlı hidrojellerin kullanımı, ağır metal ve radyonüklit tespiti ve giderimi alanında gelecek vaat eden bir araştırma konusu haline gelmektedir (Kim et. al., 2017).

Literatürde Gavrilenco ve arkadaşları tarafından 2019 yılında yapılan bir çalışmada, akıllı telefonların renk değişikliklerini tespit etmek için kullandıklarını bildirmişlerdir. Çalışmada şeffaf polimetakrilat matrisinin (PMM) bir akıllı telefon uygulaması ile birleştirilerek metal iyonlarının tespiti için bir yöntem önerilmektedir. Bu yöntem, 0.01-3.0 mg·L⁻¹ aralığında doğrusallık göstermekte ve farklı metal iyonlarına karşı seçicilik sergilemektedir. Akıllı telefon tabanlı bu yöntem, standart spektrofotometrik ekipman olmaksızın çevresel izlemede ağır metal iyonlarının (HMI) tespitinde kullanılabilir. Geleneksel tespit yöntemleri genellikle büyük örnek miktarları, pahalı ve karmaşık cihazlar gerektirirken, kolorimetrik kimyasal sensörleri, kâğıt veya polimer test şeritleri gibi görsel olarak değerlendirilebilen HMI göstergeleri ile uygulanabilir. Gavrilenco'un çalışmasında, renk değişiklikleri PMM'nin renk koordinatlarına dönüştürülerek analiz edilmiştir. PMM, HMI konsantrasyonuna bağlı olarak renk değişikliği gösterir ve bir akıllı telefon uygulaması bu renk değişikliklerini RGB renk koordinatlarına dönüştürerek konsantrasyon değerlerini hesaplar. Bu yöntem, basit ve hızlı bir renkölçüm analizi sağlar ve karmaşık cihazlara veya örnek hazırlama yöntemlerine gerek duymaz. (Gavrilenco et al., 2019).

Jo ve arkadaşlarının 2015 yılında yaptığı "RGB koordinatları kullanarak azo bazlı bir prob içeren modifiye aljinat boncuklar ile radyoizotopların eşzamanlı tespiti ve giderilmesi başlıklı çalışma, kobalt, stronsiyum ve sezyum iyonları gibi radyoizotopların tespiti ve giderimi için yenilikçi bir yaklaşım sunmaktadır (Jo et al., 2015). Araştırmacılar, azo bazlı bir prob molekülü olan Basic Orange 2 (BO2)'yi aljinat boncuklarına immobilize etmişlerdir. Aljinat boncuklar içindeki BO2, kobalt ve stronsiyum iyonları ile etkileşime girdiğinde fark edilir bir renk değişimi göstererek, RGB renk koordinatları kullanılarak kolorimetrik tespiti sağlamaktadır. Bu yöntem, su ortamlarında radyoizotopların eşzamanlı olarak giderilmesi ve algılanması için etkili bir yol sunmakta olup, boncukların renk değişimleri RGB değerleri ile nicel olarak belirlenmiştir. Çalışma, çevresel izleme ve radyoizotop yönetiminde modifiye aljinat boncukların potansiyelini göstermektedir.

Bu doktora tezi, stronsiyumun tespiti ve giderimi için murexide ve xyleneol orange kolorimetrik malzemeleri ile modifiye edilen aljinat hidrojel küreciklerinin geliştirilmesine odaklanmaktadır. Çalışmada, ekonomik ve kolay bulunan kahverengi alglerden elde edilen ticari sodyum aljinat tuzu kullanılarak murexide, TEOS, kalsiyum aljinat ve xyleneol orange ile modifiye edilmiş kalsiyum aljinat hidrojel kürecikleri hazırlanmıştır. Hazırlanan bu modifiye aljinat hidrojel küreciklerinin üretiminde etkili olan deneysel parametreler detaylı bir şekilde incelenmiştir. Ayrıca, bu modifiye aljinat hidrojel küreciklerinin fiziksel özellikleri, su çekme ve tutma kapasiteleri gibi kritik faktörler değerlendirilmiştir.

Sulu çözeltilerde stronsiyumu etkin bir şekilde tespit edebilme ve giderme kapasiteleri araştırılmıştır. Bu süreçte, RGB analizi ve adsorpsiyon prosesinin

deneysel parametreleri, mekanizmaları ve etkinlikleri üzerinde durulmuştur. Elde edilen RGB verileri, stronsiyumun tespiti için deteksiyon limitlerinin belirlenmesinde kullanılmış, adsorpsiyon verileri ise adsorpsiyon izotermlerine uygunluğunun araştırılmasında temel alınmıştır. Ayrıca, termodinamik parametreler hesaplanarak, adsorpsiyon sürecinin enerji dinamikleri ve etkinlikleri üzerine önemli bilgiler sunulmuştur. Meriç Nehri ve Van Gölü gibi farklı su kaynaklarından alınan gerçek örnekler üzerinde stronsiyum adsorpsiyonu deneyleri yapılmış, bu deneylerde modifiye aljinat hidrojel küreciklerinin etkinliği test edilmiştir. Tez kapsamında ayrıca, düşük aktivite konsantrasyonunda sulu çözeltiden Sr-90 radyonüklidinin giderimi için modifiye aljinat hidrojel küreciklerinin kullanılabilirliği de ve Sr-90 giderim etkinlikleri incelenmiştir. Bu çalışma, stronsiyumun tespiti ve giderimi için dual etkiye sahip prob molekül içeren kompozit hidrojel hazırlama ve uygulama konularında yenilikçi bir yöntem sunarak, çevresel su yönetimi ve arıtma teknolojilerine önemli katkılarda bulunacak ve yeni malzemelerin geliştirilmesi konusunda yön gösterici olacaktır.

2. GENEL BİLGİLER

2.1 Stronsiyum (Semenishchev and Voronina, 2020; Brand, 2004; Ussler et al., 2000; Nedobukh and Semenishchev, 2020)

Stronsiyum; atom numarası 38, atom ağırlığı 87.62 olan alkali toprak metalidir. 1790 yılında A.G. Crawford tarafından keşfedilmiştir. Stronsiyum, kuvvetli kimyasal reaktivitesi ile bilinir ve özellikle oksijen ve su ile kolayca reaksiyona girer. Bu metal, özellikle piroteknik uygulamalarda ve metal alaşımlarında kullanımı ile bilinir.

Periyodik tabloda alkali toprak metalleri grubunda yer alan stronsiyum, (2s) serisinde bulunur. İki oksidasyon durumu vardır; II ve IV. Bunlardan II oksidasyon durumu en kararlı ve yaygın olanıdır. Doğada stronsiyum, özellikle selestit ve stronsiyanit minerallerinde bulunur. Bu mineraller, genellikle kireçtaşı ve diğer sediment kayalar içinde bulunur ve endüstriyel olarak bu kayalardan çıkarılır. Stronsiyum, yeryüzünde oldukça bollukla bulunan elementlerden biridir ve çeşitli endüstriyel uygulamalarda, özellikle de renkli televizyon tüplerinde ve diğer elektronik ekipmanlarda kullanılır. Ayrıca, tıpta kemik yoğunluğunu artırmak amacıyla radyoaktif izotopları da kullanılmaktadır. Stronsiyumun yüksek reaktivitesi nedeniyle, çevresel faktörlerle etkileşimi ve çevre üzerindeki etkileri de önemli bir araştırma konusudur.

Stronsiyumun izotopları

Stronsiyum, 73'ten 103'e kadar değişen atom kütleleriyle 31 izotopu olan bir elementtir ve bu izotopların yarı ömürleri birkaç nanosaniyeden (^{84}Sr) 28.90 yıla (^{90}Sr) kadar değişir. Doğal stronsiyum, dört kararlı izotop içerir: %0.56 oranında ^{84}Sr , %9.86 oranında ^{86}Sr , %7.00 oranında ^{87}Sr ve en baskın olanı %82.58 oranında ^{88}Sr 'dir. Özellikle ^{90}Sr , nükleer reaksiyonlarda ve nükleer denemelerde oluşan önemli bir radyoaktif izotop olup, beta bozunmasıyla radyoaktif yayılım gösterir.

Stronsiyum izotopları, jeokimyasal ve çevresel çalışmalarda, özellikle de yaş tayini ve izotopik imza analizlerinde kullanılır. ^{87}Sr izotopunun radyojenik doğası, kayaçların ve minerallerin oluşum tarihlerini belirlemede yardımcı olur. Ayrıca, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ oranı, coğrafi köken ve çevresel geçmiş gibi bilgileri ortaya çıkarmak için biyolojik ve ekolojik çalışmalarda da kullanılır. Radyoaktif ^{90}Sr , nükleer santral kazaları ve nükleer silah denemeleri sonrası çevresel kontaminasyonun bir göstergesi olarak incelenir ve insan sağlığı üzerindeki etkileri nedeniyle de önem taşır. Stronsiyum izotopları, bu çeşitlilik ve zengin uygulama alanları ile bilimsel araştırmalarda geniş bir yelpazede kullanılmaktadır.

Çizelge 2.1 Bazı Stronsiyum İzotoplarının Bolluk (%), Yarı Ömür ve Radyoaktivite Değerleri

İzotop	Bolluk (%)	Yarı Ömür	Beta-Enerjisi (MeV)
⁸⁴ Sr	%0.56	Kararlı	-
⁸⁶ Sr	%9.86	Kararlı	-
⁸⁷ Sr	%7.00	Kararlı	-
⁸⁸ Sr	%82.58	Kararlı	-
⁸⁹ Sr	Trace	50.5 gün	1.49
⁹⁰ Sr	Trace	28.90 yıl	0.546

⁸⁴Sr, ⁸⁶Sr, ⁸⁷Sr, ⁸⁸Sr: Doğal stronsiyumun dört kararlı izotopu. Bu izotoplar, stronsiyumun doğada bulunan en yaygın formlarıdır ve radyoaktif özellik göstermezler.

⁸⁹Sr: Yalnızca yapay yollarla üretilen bir izotop olup, tıpta metastatik kemik kanseri tedavisinde kullanılır. Beta ışınımı yaparak enerji yayınlr.

⁹⁰Sr: Radyoaktif bir izotop olup, nükleer denemeler ve kazalar sonucu ortaya çıkar. Uzun yarı ömrü ve biyolojik olarak kalsiyuma benzer davranışı nedeniyle çevresel ve sağlık açısından önemli bir izotop olarak kabul edilir.

Stronsiyumun Doğada Bulunuşu

Stronsiyum, doğada geniş bir yayılıma sahiptir. Yer kabuğunda, deniz sularında ve bazı karbonat kayalarda yüksek düzeyde bulunur. Yer kabuğundaki ortalama konsantrasyonu yaklaşık 370 ppm'dir, bu da onu uranyum, gümüş ve cıva gibi bazı elementlerden daha bollukta kılar. Stronsiyum esas olarak selestit (SrSO_4) ve stronsiyanit (SrCO_3) gibi minerallerde bulunur. Bu mineraller, genellikle kireçtaşı ve diğer sediment kayalar içinde yer alır ve stronsiyumun ana kaynaklarıdır.

Yaklaşık 250'den fazla mineral stronsiyum içerir ve bu minerallerden birçoğu önemli miktarda ya da majör bileşen olarak stronsiyumu barındırır. Bazı minerallerde stronsiyum, ana bileşen olarak yer alırken, diğerlerinde ise daha az miktarda bulunur veya sadece iz element olarak varlık gösterir. Stronsiyumun geniş dağılımı, onun biyojeokimyasal döngülerde ve çeşitli ekolojik süreçlerde rol oynamasına olanak tanır. Özellikle, stronsiyum izotopları, jeolojik ve arkeolojik çalışmalarda, eski yaşam formlarının ve çevresel koşulların tespitinde kullanılır. Stronsiyum, ayrıca endüstriyel uygulamalarda, özellikle metal alaşımlarında, pirotekniklerde ve elektronik ekipmanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır. Bu elementin yerkabuğundaki bolluğu ve çeşitli minerallerdeki varlığı, onun ekonomik ve bilimsel önemini artırmaktadır.

Çizelge 2.2 Stronsiyumun Doğada Bulunuşu (Kirk-Othmer, 2001)

Yer	Stronsiyum Konsantrasyonu (mg/L)
<u>Volkanik Kayalar</u>	
Bazalt	350
Granit (normal)	325
Kumtaşı, Kabuklar, Kireçtaşı	200-250
Yer Kabuğu	370
Deniz Suyu	8.0
Meteoritler	0.03
<u>Stronsiyum İçeren Materyaller</u>	
Yüksek Tenörlü Damarlar	(100-300) x10 ³
Karbonat Kayalar	(80-150) x10 ³
Selestit Cevherleri	(70-200) x10 ³
Stronsiyanit Cevherleri	(50-180) x10 ³

Volkanik Kayalar: Stronsiyum, bazalt ve granit gibi volkanik kayalarda yüksek konsantrasyonlarda bulunur. Bu konsantrasyonlar, minerallerin oluşumu ve jeolojik süreçlerle doğrudan ilişkilidir.

Yer Kabuğu: Stronsiyum, yer kabuğunda genel olarak 370 mg/L düzeyinde bulunur, bu oran yer kabuğunda bulunan stronsiyumun genel bolluğunu gösterir.

Deniz Suyu: Denizler ve okyanuslar, stronsiyumu yüksek oranda içerir; bu, stronsiyumun suda çözünürlüğü ve okyanusların geniş yüzey alanı ile ilişkilidir.

Meteoritler: Stronsiyum, düşük konsantrasyonlarda meteoritlerde de bulunur, bu konsantrasyonlar genellikle yer kabuğundaki konsantrasyonlardan daha azdır.

Stronsiyum İçeren Materyaller: Yüksek tenörlü damarlar, karbonat kayaları ve stronsiyum zengini mineraller (selestit ve stronsiyanit cevherleri) gibi materyallerde stronsiyum yüksek konsantrasyonlarda bulunur. Bu materyaller, stronsiyumun ekstraksiyonu ve ticari kullanımı için önemli kaynaklardır.

Stronsiyumun Kimyasal Özellikleri ve Reaktivitesi

Doğal olarak bulunan alkali toprak metallerinden biri olan stronsiyum, periyodik tablonun ikinci grubunun bir üyesidir. Stronsiyum oldukça reaktif bir elementtir ve oksijen, su ve asitlerle hızlı bir şekilde reaksiyona girer.

Taze kesilmiş stronsiyum, parlak gümüşümsü beyaz bir metaldir ve dış görünüşü ile diğer alkali toprak metallerine benzer. Hava ile temas ettiğinde, stronsiyum hızla oksijenle reaksiyona girerek oksitlenir ve yüzeyinde mat bir oksidasyon tabakası oluşur. Bu tabaka, metalin daha fazla oksidasyona uğramasını

yavaşlatır. Su ile temas ettiğinde ise, stronsiyum hidrojen gazı açığa çıkararak hızlıca reaksiyona girer ve stronsiyum hidroksit oluşturur. Asitlerle olan reaksiyonları da oldukça şiddetlidir ve bu reaksiyonlar sırasında hidrojen gazı açığa çıkar.

298 K'de stronsiyum metalden oksitlerin ve hidroksitlerin oluşumunun entalpi ve serbest enerji değerleri oldukça yüksektir, bu da stronsiyumun yüksek kimyasal reaktivitesini gösterir. Stronsiyum oksitlerinin ve hidroksitlerinin bu yüksek enerji değerleri, çeşitli kimyasal süreçlerde ve endüstriyel uygulamalarda önem taşır. Özellikle, stronsiyum oksit ve stronsiyum hidroksit, piroteknikler ve metalurji alanlarında kullanılır.

Çizelge 2.3 Stronsiyum Oksitlerin ΔH ve ΔG Değerleri

Oksitler	ΔH (kJ/mol)	ΔG (kJ/mol)
SrO	-592	-554
SrO ₂	-1083	-1027
Sr ₃ O ₄	-1785	-1690

SrO (Stronsiyum Oksit): Stronsiyum ve oksijenin birleşmesiyle oluşan temel bir oksittir. Yüksek negatif ΔH ve ΔG değerleri, bu reaksiyonun oldukça ekzotermik ve termodinamik olarak uygun olduğunu gösterir.

SrO₂ (Stronsiyum Peroksit): Stronsiyumun daha yüksek bir oksidasyon durumunda olan bir bileşiğidir. Bu oksitin ΔH ve ΔG değerleri, SrO'ya göre daha yüksek negatif değerlere sahiptir, bu da daha fazla enerji açığa çıktığını ve daha stabil bir yapı olduğunu gösterir.

Sr₃O₄ (Stronsiyum Oksit'in bir diğer formu): Bu bileşik, stronsiyum ve oksijenin farklı oranlarda birleşmesiyle oluşur ve ΔH ve ΔG değerleri, bu bileşiğin oluşumunun SrO ve SrO₂'ye göre daha az termodinamik olarak uygun olduğunu gösterir.

Toz halindeki stronsiyum, hava ile temas ettiğinde oksijenle hızlıca reaksiyona girerek yanar, bu da onun piroforik özelliklerini gösterir. Bu reaksiyon, genellikle stronsiyum oksit (SrO) ve stronsiyum peroksit (SrO₂) oluşumuna yol açar. Kütle halindeki stronsiyum ise, yaklaşık 500°C'de ısıtıldığında yanmaya başlar ve sürekli olarak oksitlenir. Bu süreç, stronsiyumun daha yüksek oksidasyon durumlarına geçmesine ve çeşitli stronsiyum oksitlerinin oluşumuna yol açar.

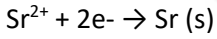
Stronsiyum, su ile temas ettiğinde, oda sıcaklığında yavaş ve daha yüksek sıcaklıklarda daha hızlı reaksiyon verir. Bu reaksiyon sırasında stronsiyum hidroksit (Sr(OH)₂) ve hidrojen gazı açığa çıkar. Ayrıca, stronsiyum, seyreltik

asitlerle de kuvvetli reaksiyonlara girer ve çeşitli stronsiyum tuzları oluşturur. Kuvvetli bazik çözeltilerde ise, stronsiyum metalleri stronsiyatları (örneğin, SrCO_3) oluşturmak üzere reaksiyona girer.

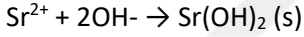
Stronsiyumun Çözelti Kimyası

Sulu çözeltide stronsiyum, çift değerlikli Sr^{2+} iyonu olarak bulunur. Stronsiyum iyonları, sulu çözeltide oldukça kararludur ve genellikle diğer bileşenlerle karmaşık reaksiyonlar göstermez. Stronsiyumun sulu çözeltideki kimyası, esas olarak bu iyonun çeşitli tuzları ve bunların çözünürlüğü ile ilişkilidir.

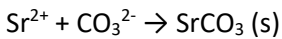
Stronsiyum tuzlarının çözeltileri, genellikle stronsiyum karbonat, stronsiyum nitrat, stronsiyum sülfat ve stronsiyum klorür gibi tuzların su içinde çözünmesiyle hazırlanır. Bu tuzlar arasında stronsiyum nitrat ve stronsiyum klorür, su içinde oldukça çözünürken, stronsiyum sülfat ve stronsiyum karbonat daha az çözünürdür.



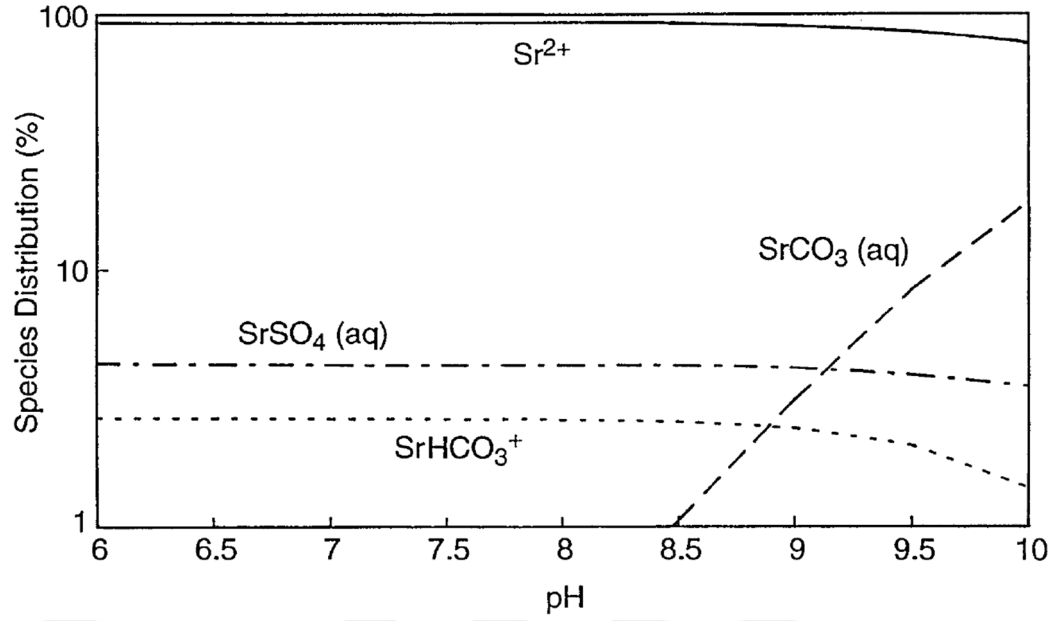
Stronsiyumun sulu çözeltilerinde, hidroksit iyonları (OH^-) ile etkileşime girebilir ve çözünür stronsiyum hidroksit (Sr(OH)_2) oluşturabilir. Bu reaksiyon, alkali toprak metalleri için tipiktir ve asidik ortamda tersine çevrilebilir.



Ayrıca, stronsiyum iyonları karbonat iyonları ile de reaksiyona girerek, çözünürlüğü düşük olan stronsiyum karbonatı (SrCO_3) oluşturabilir. Bu tür reaksiyonlar, sert suyun yumuşatılması ve çeşitli endüstriyel süreçlerde önem taşır.



Stronsiyum iyonu, sulu çözeltilerde çeşitli anyonlarla kompleks bileşikler oluşturabilir. Bunlar arasında, özellikle çeşitli organik asitlerle ve polifosfatlarla oluşan kompleksler, analitik kimyada ve endüstriyel uygulamalarda önem taşır.



Şekil 2.1 pH'ye bağlı olarak, yeraltı suyunda stronsiyumun temel sulu faz türlerinin dağılımı

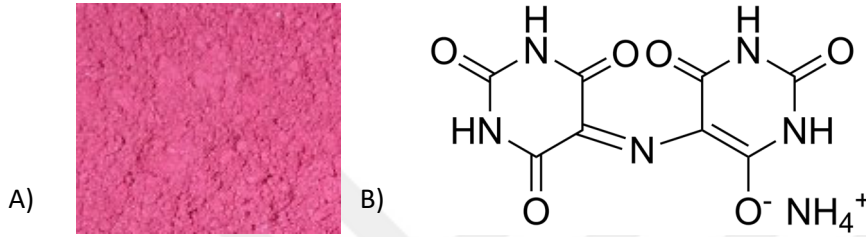
Çizelge 2.4 25°C'de Sr Bileşikleri ve Sulu Türler (Bikarbonat İyonu Dahil) için Denge Sabitleri. Difüzyon deneylerinin sıcaklığına ekstrapolasyon, adsorpsiyon modelinde yer alan ana çözünür türler için denklemler (Cole et al., 2000)

	log β
$\text{SrCO}_3(s) \rightleftharpoons \text{Sr}^{2+} + \text{CO}_3^{2-}$	-9.27
$\text{SrSO}_4(s) \rightleftharpoons \text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-}$	-6.63
$\text{Sr}_3(\text{PO}_4)_2(s) \rightleftharpoons 3\text{Sr}^{2+} + 2\text{PO}_4^{3-}$	-27.80
$\text{SrHPO}_4(s) \rightleftharpoons \text{Sr}^{2+} + \text{PO}_4^{3-} + \text{H}^+$	-19.31
$\text{SrF}_2(s) \rightleftharpoons \text{Sr}^{2+} + 2\text{F}^-$	-8.54
$\text{Sr}(\text{OH})_2(s) + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{Sr}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O}$	41.39
$\text{Sr}^{2+} + \text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{SrOH}^+ + \text{H}^+$	-13.29
$\text{Sr}^{2+} + 2\text{H}_2\text{O} \rightleftharpoons \text{Sr}(\text{OH})_2(\text{aq}) + 2\text{H}^+$	-28.51
$\text{Sr}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} \rightleftharpoons \text{SrCO}_3(\text{aq})$	2.81
$\text{Sr}^{2+} + \text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{SrHCO}_3^+$	11.59
$\text{Sr}^{2+} + \text{SO}_4^{2-} \rightleftharpoons \text{SrSO}_4(\text{aq})$	2.29
$\text{Sr}^{2+} + \text{Cl}^- \rightleftharpoons \text{SrCl}^+$	0.20
$\text{Sr}^{2+} + \text{F}^- \rightleftharpoons \text{SrF}^+$	1.70
$\text{Sr}^{2+} + 2\text{F}^- \rightleftharpoons \text{SrF}_2(\text{aq})$	2.02
$\text{Sr}^{2+} + \text{PO}_4^{3-} \rightleftharpoons \text{SrPO}_4^-$	5.5
$\text{Sr}^{2+} + \text{PO}_4^{3-} + \text{H}^+ \rightleftharpoons \text{SrHPO}_4(\text{aq})$	14.5
$\text{Sr}^{2+} + \text{PO}_4^{3-} + 2\text{H}^+ \rightleftharpoons \text{SrH}_2\text{PO}_4^+$	20.3
$\text{HCO}_3^- \rightleftharpoons \text{CO}_3^{2-} + \text{H}^+$	-10.33

2.2 Kolorimetrik Prob Moleküller

2.2.1 Murexide (S. Mohran, 2009)

Murexide, kimyasal formülü $\text{NH}_4\text{C}_8\text{H}_4\text{N}_5\text{O}_6$ veya alternatif olarak $\text{C}_8\text{H}_5\text{N}_5\text{O}_6 \cdot \text{NH}_3$ olan bir bileşiktir. Bu bileşik, purpurik asidin amonyum tuzudur ve amonyum purpurat veya kısaltması MX olarak da bilinir. Bu katının sulu çözeltide pH seviyesine bağlı olarak renk değişiklikleri gösterdiği bilinmektedir; düşük pH seviyelerinde sarı, hafif asidik ortamlarda kırmızımsı-mor ve alkali ortamlarda ise mavi-mor renkte olur.



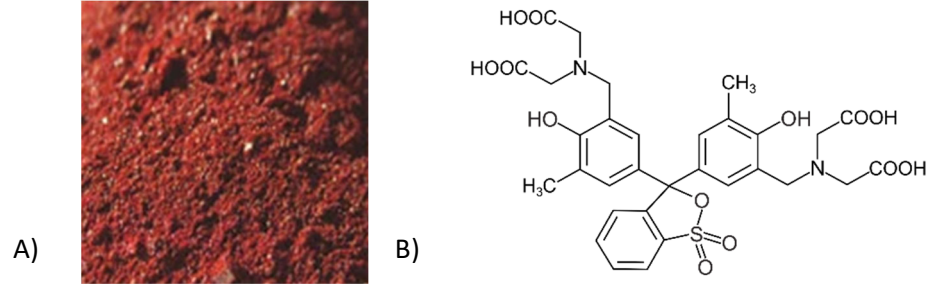
Şekil 2.2 A) Toz halinde Murexide'nin görüntüsü B) Murexide'nin kimyasal yapısı

Murexide'nin dış görünüşü, kuru halde kırmızımsı-mor renkte olan ve yaşlandıkça mor-kahverengiye dönüşen katı bir formdadır. Ayrıca, kokusuz bir madde olup, 300 °C üzerinde ayrışma özelliğine sahiptir. Suda çözünabilir bir yapıya sahip olan murexide, buhar basıncı neredeyse 0 mmHg'dir.

Analitik kimya alanında önemli bir yere sahip olan murexide, özellikle su örneklerindeki kalsiyum konsantrasyonunun belirlenmesi ve nadir toprak metallerinin analizinde kullanılır. Murexide'nin bu çeşitli uygulamaları, onun analitik kimyada kullanışlı bir araç olmasını sağlamaktadır. Bu özellikleriyle murexide, hem araştırma laboratuvarlarında hem de endüstriyel süreçlerde değerli bir bileşik olarak kabul edilir.

2.2.2 Xylenol Orange (Hassan et al., 2023)

Xylenol Orange, analitik kimyada yaygın olarak kullanılan bir bileşiktir ve kimyasal formülü $\text{C}_{31}\text{H}_{32}\text{N}_2\text{O}_{13}\text{S}$ olan bir organik bileşiktir. Bu bileşiğin moleküler ağırlığı 672.66 g/mol'dur ve yaklaşık 195 °C'de erir. Bu özellikler, Xylenol Orange'ın laboratuvar ortamında kullanılabilirliğini ve uygulama alanlarını belirler. Ayrıca, bu bileşik suda yaklaşık 200 mg/mL çözünürlüğe sahiptir, bu yüksek çözünürlük onun analitik kimyada çeşitli uygulamalarda tercih edilmesini sağlar.

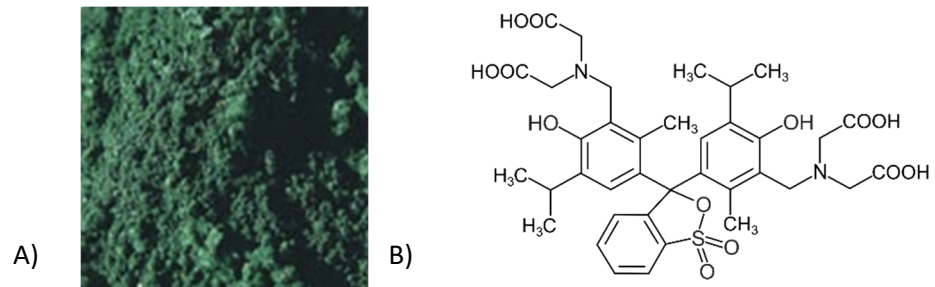


Şekil 2.3 A) Toz halinde Xylenol Orange Tetra Sodium tuzunun görüntüsü B) Xylenol Orange kimyasal yapısı

Xylenol Orange'ın IUPAC adı, 2,2',2'',2'''-{(1,1-Dioxo-2,1λ⁶-benzoxathiole-3,3(1H)-diyl)bis[(6-hydroxy-5-methyl-3,1-phenylene)methylenenitrilo]}tetraacetic acid şeklindedir. Bu kompleks yapı, Xylenol Orange'ın kimyasal reaksiyonlardaki davranışını ve analitik kimyada kullanımını belirler. Özellikle metal titrasyonlarında gösterge olarak kullanılması, bu bileşiğin analitik kimya alanındaki önemini artırır. Xylenol Orange'ın erime noktası, moleküler ağırlığı ve suda çözünürlüğü gibi fiziksel ve kimyasal özellikleri, onu laboratuvar ortamında farklı senaryolarda kullanılabilir kılar ve analitik kimya alanında vazgeçilmez bir bileşen haline getirir.

2.2.3 Metil Timol Mavisi (Rabaeh et. al., 2021)

Metil timol mavisi, analitik kimyada kullanılan ve dikkat çekici yapısal özelliklere sahip bir bileşiktir. Kimyasal formülü $C_{37}H_{40}N_2Na_4O_{13}S$ olan bu bileşiğin moleküler ağırlığı 844.74 g/mol, yoğunluğu ise 1.427 g/cm³'tür. Erime noktası 252-256 °C arasında değişirken, kaynama noktası 891.6 °C'de 760 mmHg'dir. Alev noktası 493 °C olarak belirlenmiştir. Suda 460 g/L çözünürlüğe sahip olan bu bileşik, 20 °C'de su içinde kolayca çözünür, fakat mutlak etanol ve eterde çözünmez. pH 6.5-8.5 aralığında açık mavi, 10.5-11.6 pH aralığında gri ve 12.7'nin üzerinde koyu mavi renkte bir sulu çözelti oluşturur.



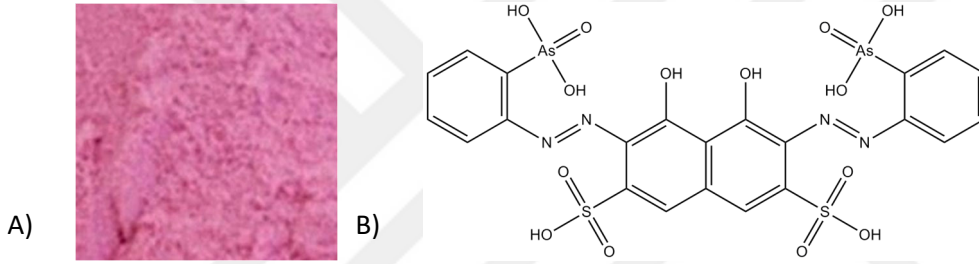
Şekil 2.4 A) Toz halinde Metil Timol Mavisi Sodium tuzunun görüntüsü B) Metil Timol Mavisi kimyasal yapısı

Koyu mor ile mor-siyah arasında toz formda bulunan bu bileşiğin rengi koyu yeşilden kırmızımsı-kahverengiye kadar değişebilir ve 20 °C'de 10g/l suyun pH değeri 6.2'dir. Metil timol mavisi, pH değişimlerine göre renk değiştiren bir gösterge olarak ve çeşitli analitik kimya uygulamalarında önemli bir rol oynar. Bu

bileşiğin erime noktası, moleküler ağırlığı, yoğunluğu ve özellikle suda çözünürlüğü gibi özellikleri, laboratuvar ortamında kullanımını etkileyen önemli faktörler arasındadır.

2.2.4 Arsenazo (III) (Sherikal et al., 2021)

Arsenazo III, analitik kimyada kullanılan özgün bir bileşiktir ve $C_{22}H_{18}As_2N_4O_{14}S_2$ olarak tanımlanan karmaşık bir kimyasal yapıya sahiptir. Bu bileşiğin dış görünümü, koyu yeşilden koyu kırmızıya ve hatta siyaha kadar değişen bir toz ya da kristal formdadır. Böyle bir renk yelpazesi, laboratuvar uygulamalarında görsel olarak fark edilir olmasını sağlar. Arsenazo III'ün suda çözünürlüğü $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 460 g/L olmasına rağmen, pratikte su ile karışmayacak kadar düşük bir çözünürlüğe sahiptir. Bu özelliği, aseton, etanol ve eter gibi diğer çözücüler için de geçerlidir. Böyle bir çözünmezlik profili, analitik uygulamalarda kullanımını sınırlayan bir faktördür.



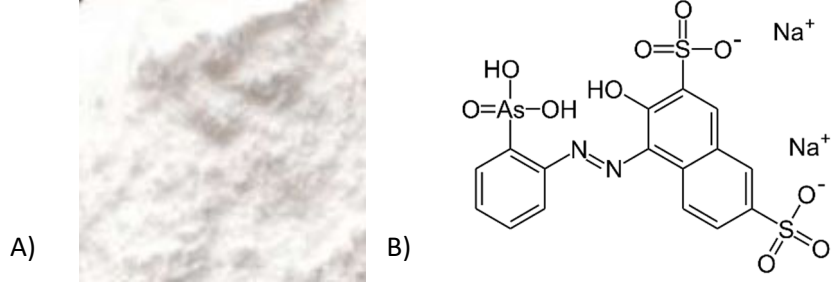
Şekil 2.5 A) Toz halinde Arsenazo (III)'ün görüntüsü B) Arsenazo (III) kimyasal yapısı

Renk özellikleri bakımından, koyu yeşilden kırmızımsı-kahverengiye kadar değişebilen bir renk skalasına sahip olan Arsenazo III, pH değişimleri ile renk değişiklikleri gösterebilir. Bu özellik, pH değerlerinin tespitinde önemli bir rol oynar. Örneğin, $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 'de 10 g/l suyun pH değeri 6.2 olarak ölçülür. Arsenazo III'ün bu çözünürlük özellikleri ve renk değişimi kapasitesi, analitik kimyada önemli bir yere sahip olmasını sağlar. Kimyasal yapısı ve fiziksel özellikleri, laboratuvar ortamındaki kullanımını ve uygulama alanlarını etkileyen kritik faktörler arasında yer alır. Bu bileşik, özellikle metal iyonlarının tespitinde ve analizinde kullanılan bir reaktiftir ve bu özellikleri nedeniyle analitik kimyada vazgeçilmez bir bileşen olarak kabul edilir.

2.2.5 Thorin (Lewitt, 2023)

Thorin, analitik kimyada kullanılan bir bileşik olup, yapısal özellikleri ve dış görünüşü ile dikkat çeker. Bu bileşiğin kimyasal formülü, Disodium 3-hydroxy-4-[(2-arsenophenyl)diazetyl]naphthalene-2,7-disulfonate'dir. Bu formül, Thorin'in karmaşık yapısını ve içerdiği kimyasal grupları yansıtır.

Thorin'in dış görünümü, turuncu-sarı renkte kristaller şeklindedir. Bu canlı ve belirgin renk, laboratuvar ortamında bileşiğin kolayca tanınmasını ve kullanılmasını sağlar. Ayrıca, Thorin yaklaşık 300 °C'de erir, bu yüksek erime noktası, analitik uygulamalarda ısıya karşı direncini gösterir.

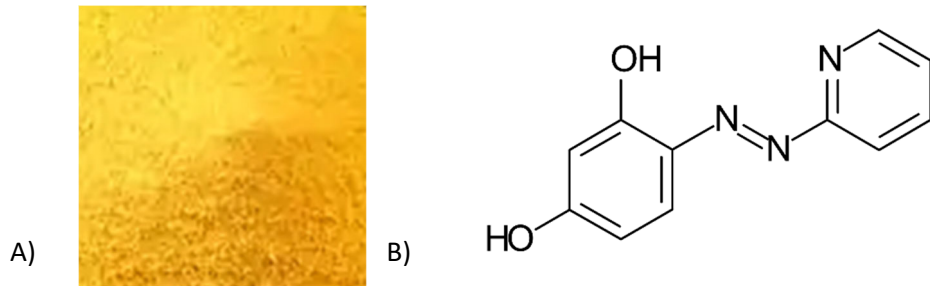


Şekil 2.6 A) Toz halinde Thorin'in görüntüsü B) Thorin kimyasal yapısı

Thorin, özellikle metal iyonlarının tespiti ve analizinde önemli bir rol oynar. Kimyasal yapısı ve erime noktası gibi fiziksel özellikleri, laboratuvar ortamında kullanımını etkileyen ve uygulama alanlarını belirleyen kritik faktörler arasındadır. Bu bileşik, analitik kimyada vazgeçilmez bir bileşen olup, karmaşık kimyasal analizlerde sıklıkla başvurulanan bir reaktiftir.

2.2.6 PAR (4-(2'-Pyridylazo) resorcinol) (Sexena et al., 1969)

4-(2'-Pyridylazo) resorcinol, kısaca PAR olarak bilinen, analitik kimyada metal iyonlarının tespiti ve analizinde kullanılan bir bileşiktir. PAR'ın IUPAC adı (4Z)-3-hydroxy-4-[2-(pyridin-2-yl)hydrazin-1-ylidene]cyclohexa-2,5-dien-1-one'dir ve kimyasal formülü C₁₁H₉N₃O₂'dir. Bileşiğin moleküler yapısı İnChI anahtarı VLCAILLZPUINNF-LCYFTJDESA-N ve SMILES kodu OC1=CC(=O)C=C\N1=CC=CC=N1 ile tanımlanır.



Şekil 2.7 A) Toz halinde PAR (4-(2'-Pyridylazo) resorcinol)'ün görüntüsü B) PAR kimyasal yapısı

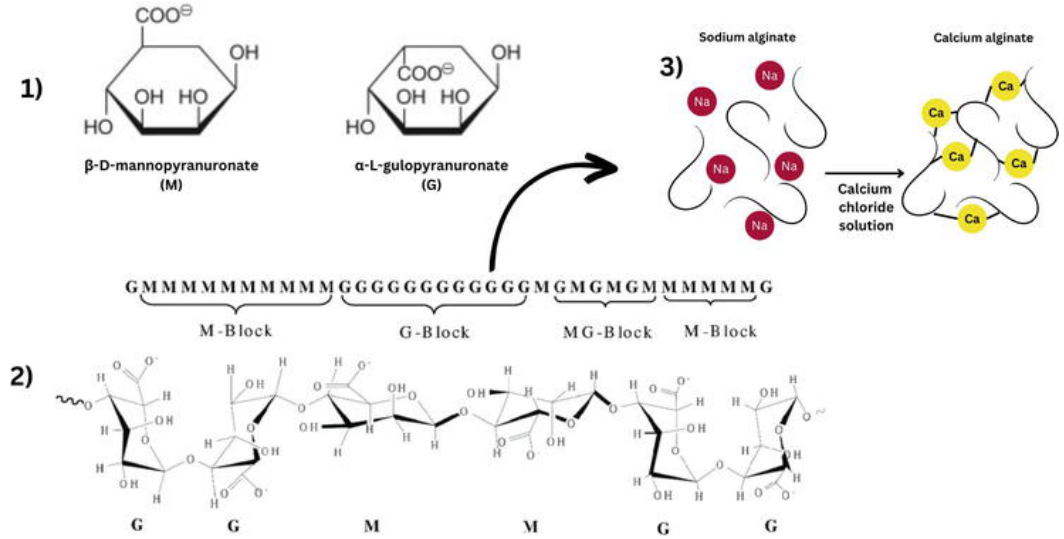
Görünümü turuncu ile kırmızı arasında değişen renklere sahip olan PAR, toz formunda bulunur ve asit-baz titrasyonu ile yapılan analizlerde %96.0 ile %104.0 arasında bir saflığa sahiptir. Bu özellikleri, PAR'ın laboratuvar ortamındaki kullanımını ve uygulama alanlarını belirleyen önemli faktörlerdir.

2.3 Aljinat

İskoç kimyacı Edward Charles Cyril Stanford, 1881 yılında Britanya'daki deniz yosunlarından bir tür polisakkarid olan aljinatı, ilk kez ayırmış ve tanımlamıştır. Adını "alga" (yosun) kelimesinden alan aljinat, özellikle II. Dünya Savaşı sırasında endüstriyel üretimde önem kazanmıştır. II. Dünya Savaşı'nın ardından Norveç, Fransa, Almanya, Japonya ve sonraları Çin'de, deniz yosunu rezervlerine yakın bölgelerde inşa edilen üretim tesisleri sayesinde aljinat üretimi önemli ölçüde artmıştır. Kaliforniya'daki *Macrocystis pyrifera*, Kuzeydoğu Atlantik'teki *Ascophyllum nodosum*, *Laminaria hyperborea* ve *L. digitata* türleri ile güney yarımkürede bulunan *Durvillaea* türleri, aljinat üretiminin temel hammaddelerini oluşturmaktadır. Özellikle Çin'de, Sarı Deniz'de bulunan *Saccharina japonica* türü su yosunu, aljinat üretiminde esas materyal olarak kullanılmakta ve bu alanda yılda 2 milyon tondan fazla (ıslak ağırlık) üretim ile dünya lideri konumundadır. Aljinatlar genellikle ılıman ve soğuk suların kahverengi alglerinden elde edilir. Bakteriyel kaynaklı aljinat üretimi (*Azobacter Vinelandii*) de mümkündür, ancak bu aljinatlar zayıf jelleşme özellikleri ve yüksek üretim maliyetleri nedeniyle ticari olarak kullanılmamakta, daha çok akademik çalışmalarda yer almaktadır (Rehm, 2015; Labowska et al., 2019).

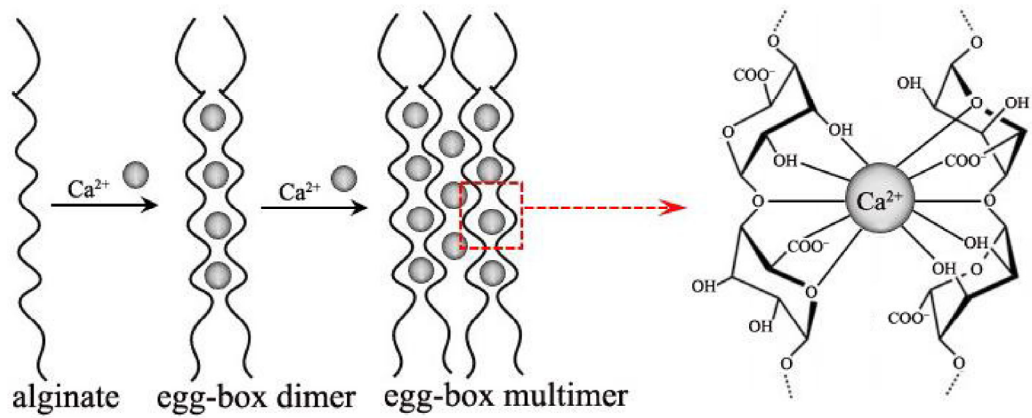
Aljinatlar, *Phaeophyceae* sınıfına ait kahverengi alglerin hücre duvarlarında bulunan ana yapısal bileşenlerdir. Bu polimerler, mannuronik asit (M) ve guluronik asit (G) bloklarının birleşmesiyle oluşan heteropolisakkaritlerdir. Aljinatların yapısındaki bu blokların oranı ve dizilimi, alg türüne, aljinatın hangi kısmından elde edildiğine ve çevresel faktörlere göre değişiklik gösterir. Mevsimsel değişiklikler, su derinliği gibi çevresel koşullar aljinik asit miktarını etkileyebilir. Aljinatların ekstraksiyon süreci de ürün kalitesini belirleyici önemli bir faktördür. Özellikle *Laminariales* ve *Fucales* takımlarına ait büyük kahverengi alglerin işlenebilir kuru ağırlığının %30-45'ine kadar aljinat elde edilebilir (Andriamanantoanina and Rinaudo, 2010; Viswanathan and Nallamuthu, 2014).

Aljinatlar, aljinik asidin ($C_6H_8O_6$)n tuzları olarak tanımlanabilir ve bu polisakkaritlerin tüm türevlerine genel olarak aljinat denir. Aljinik asit, hidrofilik yapısına ve doğal lineer bir polimer olmasına rağmen, iki ana üronik asit grubu; 1,4 bağlı β -D-mannuronik asit (M) ve α -L-guluronik asit (G) içerir. Aljinatlar, (-M-)n, (-G-)n ve (-MG-)n bloklarının diziliminden oluşur. Mannuronik ve guluronik asitlerin karboksilli asit ayrışma sabitleri sırasıyla $pK_a=3.38$ ve $pK_a=3.65$ olarak belirlenmiştir. Bu yapısal özellikler, aljinatların biyomedikal ve endüstriyel uygulamalarda geniş kullanım alanlarına sahip olmasını sağlar (Martinsen et al., 1989; Smidsrod and Skjak-Braek, 1990).



Şekil 2.8 Aljinatın kimyasal yapısı (1) Alginat'ın polisakkarit alt birimleri (2) Homopolimerik ve heterojen dizilimler (3) Na-Aljinat ve CaCl₂ matrisi ile etkileşimi sonrası oluşan Ca-Aljinat hidrojel (Paul et al., 2023).

Aljinat, monovalent katyonlar varlığında, örneğin sodyum iyonlarıyla, çözünebilir tuzlar oluşturabilirken, kalsiyum gibi divalent veya daha yüksek valanslı katyonlarla etkileşime girerek jel oluşturur. Aljinatın jel oluşum kabiliyeti, içerdiği guluronik asit miktarıyla doğrudan ilişkilidir; guluronik asit içeriği arttıkça, divalent katyonlara karşı seçicilik de artar. Aljinat ve katyonlar arasındaki iyonik etkileşim, başlangıçtaki divalent metal konsantrasyonu ve aljinat polimerinin bileşimine bağlıdır. Jelleşme, aljinatın -M ve -MG blokları arasında değil, komşu G blokları ve jelleştirici katyonlar arasında gerçekleşir. Oluşan jel yapısı, "yumurta kabuğu modeli" olarak adlandırılan, zincirler arasındaki köprülerle oluşturulan kinetik olarak kararlı bir yapıdır (Grant et al., 1973). Kalsiyum aljinat biyopolimeri, CaCl₂ ve Ca²⁺ iyonlarının aljinat ile çapraz bağlanması yoluyla elde edilir, bu süreç aljinat biyopolimerini fiziksel olarak kararlı ve morfolojik olarak uygun bir yapıda sağlar (Draget, et al., 1989).



Şekil 2.9 Aljinatın G bloğu ve kalsiyum iyonlarının "yumurta kabuğu" bağlantıları (Sánchez-González et al., 2021)

Aljinat, omurgası boyunca dağılmış karboksil ve hidroksil grupları bakımından zengin bir yapıya sahiptir. Bu, aljinatın kimyasal fonksiyonlandırma ve çapraz bağlanma işlemlerine açık olmasını sağlar. Tipik olarak, aljinat, Fe^{3+} , Al^{3+} , Cr^{3+} , Cu^{2+} , Ba^{2+} , Sr^{2+} , Ca^{2+} gibi divalent veya trivalent metal katyonları varlığında bir hidrojel oluşturmak üzere çapraz bağlanabilir. Jelleşme mekanizması, aljinatın karboksil grupları ile metal iyonları arasındaki koordinasyon etkileşiminden kaynaklanır. Örneğin Ca^{2+} kullanıldığında, her kalsiyum iyonu aljinat moleküler zincirinin iki G birimi ile koordinasyon bağları oluşturur. Bu yapı "yumurta kabuğu yapısı" olarak adlandırılır ve Şekil 2.8'de gösterilmiştir (Lee and Mooney, 2012).

2.4 Metal Dedeksiyonunda ve Diğer Alanlarda Kullanılan Sensörler

Metal iyonlarının sular ve diğer ortamlarda tespiti için geliştirilen sensörler, çevresel izleme, endüstriyel süreç kontrolü ve biyomedikal uygulamalar gibi çeşitli alanlarda kritik öneme sahiptir. Bu sensörler, spesifik metal iyonlarına karşı duyarlılık, hızlı tepki süresi, düşük algılama limitleri ve seçicilik gibi özelliklerle donatılmıştır.

Elektrokimyasal Sensörler: Bu sensörler, metal iyonlarının konsantrasyonlarına bağlı olarak elektriksel sinyaller üretir. Elektrokimyasal sensörler, voltametri, amperometri ve impedans spektroskopisi gibi yöntemleri içerebilir. Örneğin, voltametrik sensörler, belirli bir voltaj uygulandığında metal iyonlarının indirgenmesi veya oksitlenmesi sırasında ortaya çıkan akımı ölçer. Bu sensörler, düşük konsantrasyonlardaki metal iyonlarını bile algılayabilir ve çeşitli su kaynaklarındaki ağır metalleri tespit etmek için kullanılır. (S. Mohran, 2009)

Optik Sensörler: Bu sensörler, metal iyonları tarafından tetiklenen floresans, absorbans veya renk değişikliklerini algılar. Optik sensörler, genellikle bir prob molekül içerirler ve bu molekül belirli bir metal iyonu ile etkileşime girdiğinde ışığın absorbansında veya floresansta bir değişiklik meydana getirir. Bu sensörler, su analizlerinde ve biyolojik numunelerde metal tespiti için kullanılır. Özellikle, floresan tabanlı sensörler, düşük konsantrasyonlarda bile yüksek hassasiyet ve seçicilik sunar. (M. F. Liu et al., 2022)

Kimyasal Sensörler: Bu sensörler, kimyasal reaksiyonlar yoluyla metal iyonlarını algılar. Kimyasal sensörler genellikle bir reseptör (algılayıcı) ve bir transdüser (sinyal dönüştürücü) içerir. Metal iyonları reseptör ile etkileşime girdiğinde, bu etkileşim bir sinyale dönüştürülerek ölçülür. İyon seçici elektrotlar (ISE) ve moleküler baskı polimerleri (MIP) bu kategoride değerlendirilebilir. MIP'ler, belirli metal iyonlarına özgü yapay reseptörler olarak işlev görür ve bu iyonları çevresel matrislerden ayırmak için kullanılır. (Kaur et al., 2016)

Nanoteknoloji Tabanlı Sensörler: Nanomalzemeler, metal iyonlarının tespiti için de kullanılır. Nanoparçacıklar, yüksek yüzey alanı ve benzersiz optik özellikler nedeniyle, metal iyonlarını algılamada etkili olabilir. Örneğin, altın

nanoparçacıkları kullanılarak geliştirilen sensörler, çevresel numunelerdeki ağır metalleri tespit edebilir. Bu sensörler, nanomalzemelerin metal iyonları ile etkileşimine dayanır ve genellikle renk değişiklikleri veya floresans değişimleri yoluyla metal varlığını gösterir. (Zhao et al., 2021)

Biyosensörler: Biyosensörler, biyolojik moleküllerin (örneğin enzimler, antikorlar veya mikroorganizmalar) metal iyonlarını algılama özelliğinden yararlanır. Bu sensörler, biyolojik bileşenin metal iyonlarına özgü bağlanma özelliklerini ve bu bağlanmanın yarattığı fiziksel veya kimyasal değişiklikleri kullanır. Biyosensörler, gıda güvenliği ve çevresel izlemede ağır metal tespiti için önemlidir. (Li et al., 2021)

Genel olarak, bu sensörlerin geliştirilmesindeki ana hedef, yüksek hassasiyet, seçicilik, düşük maliyet ve hızlı yanıt süresini bir arada sunmaktır. Ayrıca, saha uygulamaları için taşınabilir ve kullanımı kolay cihazların geliştirilmesi de önemli bir araştırma alanıdır. Bu sensörlerin gelişimi, su kaynaklarının izlenmesi ve korunmasına büyük katkılar sağlamakta ve çevresel sürdürülebilirliğin desteklenmesinde kritik bir rol oynamaktadır.

2.5 Kolorimetrik Kırmızı-Yeşil-Mavi (RGB) Analizi

Kolorimetrik Kırmızı-Yeşil-Mavi (RGB) Analizi, maddelerin renk değişikliklerini sayısal verilere dönüştürmek için kullanılan bir tekniktir. Bu yöntemde, bir madde veya çözeltinin rengi, kırmızı, yeşil ve mavi renk bileşenlerine ayrılır. Her bir renk bileşeni, 0'dan 255'e kadar bir değer alır ve bu değerler, maddenin renk profilini oluşturur. RGB analizi, özellikle kolorimetrik reaktifler kullanılarak yapılan çeşitli kimyasal ve biyolojik testlerde, renk değişikliklerini sayısal verilere çevirerek, gözle görülür spektral verilerin dijital analizine olanak tanır. Bu analiz yöntemi, çevresel izleme, gıda güvenliği, tıbbi tanı ve kimya alanlarında yaygın olarak kullanılmaktadır (Schvartzman et al., 2014).

Kolorimetrik Kırmızı-Yeşil-Mavi (RGB) Analizinde parlaklık ve ortalama renk şiddeti hesaplamaları için kullanılan matematiksel denklemler şu şekildedir:

Parlaklık Hesaplaması: Parlaklık, bir görüntünün genel aydınlık seviyesini ifade eder ve genellikle RGB değerlerinin bir ağırlıklı ortalaması olarak hesaplanır. Standart bir parlaklık hesaplama formülü şöyledir:

$$W = 0.299R + 0.587G + 0.114B \quad (1)$$

Burada W parlaklığı, R, G, B ise sırasıyla kırmızı, yeşil ve mavi renk bileşenlerinin yoğunluklarını temsil eder.

Ortalama Renk Şiddeti: Ortalama renk şiddeti, bir görüntünün renk yoğunluğunun ortalamasını alarak hesaplanır ve genellikle RGB değerlerinin basit ortalaması alınarak bulunur:

$$I = \frac{R + G + B}{3} \quad (2)$$

Burada I ortalama renk şiddetini, R, G, B ise sırasıyla kırmızı, yeşil ve mavi renk bileşenlerinin yoğunluklarını temsil eder.

Bu hesaplamalar, görüntü işleme ve analizi, özellikle de renk değişimlerinin kantitatif olarak değerlendirilmesi gereken durumlarda önemlidir (Ruedt et al., 2020).

2.5.1 Metal iyonlarının kolorimetrik tespiti için RGB yönteminin kullanılması

Metal iyonlarının sulu çözeltilerinden RGB yöntemi ile tespiti, genellikle kolorimetrik reaktifler ve dijital görüntü analizi tekniklerinin bir kombinasyonu kullanılarak gerçekleştirilir. Bu süreçte, ilk olarak metal iyonlarına spesifik reaktifler eklenir. Bu reaktifler, belirli metal iyonlarının varlığında renk değişikliğine uğrarlar. Örneğin, bazı reaktifler Cu^{2+} iyonları ile yeşil, Fe^{3+} iyonları ile kırmızı rene dönüşebilir. Daha sonra, renk değişikliği dijital bir kamera veya tarayıcı kullanılarak görüntü olarak kaydedilir.

Bu görüntüler, özel yazılımlar veya görüntü işleme algoritmaları kullanılarak RGB formatında analiz edilir. RGB analizi, görüntüdeki her pikselin kırmızı (R), yeşil (G) ve mavi (B) renk bileşenlerinin yoğunluklarını sayısal olarak belirler. Bu değerler, metal iyonlarının konsantrasyonlarıyla ilişkilendirilerek kantitatif analiz yapılmasına imkân tanır. RGB analizi, geleneksel spektrofotometrik yöntemlere alternatif olarak, hızlı, ucuz ve yerinde (in-situ) tespit imkânı sunar. Bu yöntem, çevresel izleme, gıda güvenliği ve biyomedikal alanlarda yaygın olarak kullanılmaktadır (Endo et al., 2007; Alves et al., 2024).

2.5.2 RGB yöntemi ile tespit çalışmalarında önemli parametreler

2.5.2.1 RGB yönteminde pH'nın etkisi

Metal iyonlarının sulu çözeltilerinden RGB yöntemi ile kantitatif tespiti yapılırken, pH parametresinin önemi büyüktür. Çünkü metal iyonlarının renk değişimine neden olan kolorimetrik reaktiflerin kimyasal davranışı, çözeltinin pH değerine bağlı olarak değişebilir. Farklı pH koşulları altında, reaktiflerin metal iyonları ile etkileşimi değişir ve bu da renk tepkisini etkileyebilir. Örneğin, asidik

veya bazik ortamda reaktiflerin metal iyonları ile oluşturduğu komplekslerin renk yoğunluğu ve türü değişebilir. Bu nedenle, kantitatif analiz yapılırken, reaktiflerin optimum pH koşullarında çalıştığından emin olmak önemlidir. pH'ın kontrol edilmesi, hassas ve tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek için kritik bir faktördür (Cunningham et al., 2010; Kosmulski, 2011).

2.5.2.2 RGB yönteminde sıcaklığın etkisi

Metal iyonlarının sulu çözeltilerinden RGB yöntemi ile kantitatif tespitinde, sıcaklık parametresi önemli bir rol oynar. Sıcaklık, reaktiflerin ve metal iyonlarının reaksiyon kinetiği ve dengesi üzerinde doğrudan etkiye sahiptir. Yüksek sıcaklıklar, genellikle reaksiyon hızını artırarak daha hızlı renk değişimlerine yol açabilir. Ancak, aşırı sıcaklık değişimleri, reaktiflerin kimyasal yapısını bozabilir ve dolayısıyla renk değişimini etkileyebilir. Bu nedenle, RGB analizi için kullanılan reaktiflerin sıcaklık kararlılığı ve reaksiyonun optimum sıcaklık aralığı göz önünde bulundurulmalıdır. Sıcaklık kontrolü, analizin doğruluğu ve tekrarlanabilirliği için kritiktir (Amo-Duodu et al., 2021; S. Huang et al., 2021).

2.5.2.3 RGB yönteminde çözelti hacminin etkisi

Metal iyonlarının sulu çözeltilerinden RGB yöntemi ile kantitatif tespiti sırasında çözelti hacmi, analizin hassasiyeti ve doğruluğu açısından önemli bir parametredir. Optimum çözelti hacmi, reaktiflerin ve metal iyonlarının etkileşimini sağlamak ve renk değişimini doğru bir şekilde tespit etmek için yeterli olmalıdır. Çok düşük hacimler, homojen karışımın ve reaksiyonun tamamlanmasını zorlaştırabilirken, çok yüksek hacimler ise renk değişimini algılamada zorluklara yol açabilir. Bu nedenle, analiz sırasında çözelti hacminin, kullanılan reaktiflerin ve analiz edilen metal iyonlarının konsantrasyonlarına uygun olarak dikkatlice ayarlanması gerekir (Cheng et al., 2011; Sun et al., 2020).

2.5.2.4 RGB yönteminde kolorimetrik reaktif dozunun etkisi

Metal iyonlarının sulu çözeltilerinden RGB yöntemiyle kantitatif tespiti için yapılan çalışmalarda kolorimetrik reaktif dozu, analizin hassasiyeti ve doğruluğu açısından kritik bir rol oynar. Dozun doğru ayarlanması, çözeltinin renk değişimini optimize ederek, analizin güvenilirliğini artırır. Yetersiz reaktif dozu, tam ve net bir renk değişimini engelleyebilir, bu da yanlış sonuçlara yol açabilir. Aşırı reaktif kullanımı ise gereksiz maliyet artışına ve renk doygunluğunun aşılmasına neden olabilir, bu da sonuçların doğru bir şekilde yorumlanmasını zorlaştırabilir. Optimum reaktif dozunun belirlenmesi, spesifik metal iyonunun konsantrasyonu, çözeltinin özellikleri ve kolorimetrik reaktifin kendine özgü özelliklerine bağlıdır (Johnson et al., 2023; Shrestha et al., 2023).

2.5.2.5 RGB yönteminde ölçülecek metal iyonunun konsantrasyonunun etkisi

Sulu çözeltilerden metal iyonlarının RGB yöntemi ile kantitatif tespiti sırasında, ölçülmek istenilen metal iyonunun başlangıç konsantrasyonu, analizin doğruluğu ve duyarlılığı için temel bir faktördür. Başlangıç konsantrasyonu, çözeltinin renk değişim derecesini ve dolayısıyla RGB analizinde elde edilen renk değerlerini doğrudan etkiler. Düşük konsantrasyonlar, zayıf renk değişimine yol açabilirken, yüksek konsantrasyonlar doymuş renk değişimlerine ve potansiyel olarak yanlış sonuçlara neden olabilir. Bu nedenle, başlangıç konsantrasyonunun dikkatlice belirlenmesi ve analiz sırasında kontrol edilmesi, elde edilecek sonuçların güvenilirliği için kritiktir (Sinclair et al., 2017).

2.6 Adsorpsiyon

Adsorpsiyon, bir maddenin (adsorbat) sıvı veya gaz fazından bir katı yüzey (adsorbent) üzerine birikmesi ve orada tutulması işlemidir. Bu süreç, adsorbatın adsorbent yüzeyindeki aktif bölgelerle olan fiziksel veya kimyasal etkileşimler yoluyla gerçekleşir. Fiziksel adsorpsiyon, zayıf Van der Waals kuvvetleri ile karakterize edilirken, kimyasal adsorpsiyon daha güçlü kimyasal bağlar oluşturur. Adsorpsiyon işlemi, atık su arıtımı, hava temizleme, çeşitli maddelerin ayrılması ve arıtılması gibi birçok alanda kullanılır. Etkinliği, adsorbentin yüzey alanı, porozitesi ve adsorbatın moleküler yapısı gibi faktörlere bağlıdır (Jaroniec, 2003; Artioli, 2008).

Adsorpsiyon deneylerinden elde edilen verileri değerlendirmede kullanılan temel terimler ve hesaplamalar şunlardır:

q_e (mg/g): Dengede, birim ağırlıkta adsorban tarafından adsorplanan adsorbat miktarını ifade eder.

$$q_e = (C_0 - C_e) \times \frac{V}{W} \quad (3)$$

Burada, C_0 başlangıç konsantrasyonu (mg/L), C_e denge konsantrasyonu (mg/L), V çözelti hacmi (L), ve W adsorbanın ağırlığı (g) olarak tanımlanır.

K_d (mL/g): Dağılım katsayısı, adsorbanın adsorpsiyon kapasitesini ve adsorbatın adsorban üzerine ne kadar iyi dağıldığını gösterir.

$$K_d = \frac{q_e}{C_e} \quad (4)$$

% Adsorpsiyon: Adsorbanın adsorbatı ne kadar etkili bir şekilde uzaklaştırdığını yüzde olarak ifade eder.

$$\%Adsorpsiyon = \left[\frac{(C_0 - C_e)}{C_0} \right] \times 100 \quad (5)$$

Bu terimler ve denklemler, adsorpsiyon deneylerinin verimliliğini değerlendirmede kullanılır ve adsorpsiyon sürecinin etkinliği hakkında bilgi sağlar (McKay, 1982; Weber and Smith, 1987).

2.6.1 Adsorpsiyon performansını etkileyen parametreler

2.6.1.1 Yüzey alanının adsorpsiyona etkisi

Adsorpsiyon performansı, adsorbanın yüzey alanının büyüklüğü ve gözenek yapısına bağlıdır. Adsorbanların gözenekli yapıları, deniz süngerine benzer ve gözenekler, adsorbanın yüzeyinde ve iç yapısında bulunur. Gözeneklerin büyüklükleri atom boyutundan mağara boyutuna kadar değişebilir. Mikrogözenekler 2 nm'den küçük, mezogözenekler 2 nm ile 50 nm arasında, makrogözenekler ise 50 nm'den büyük boyutlarda tanımlanır. Bir adsorbanın gram başına düşen toplam gözenek hacmi özgül gözenek hacmi olarak adlandırılırken, gözenek duvarlarının toplam yüzey alanına özgül yüzey alanı denir. Gözenekler küçüldükçe, özgül yüzey alanı artar, bu da adsorpsiyon kapasitesini etkiler. Adsorpsiyon, sadece yüzey alanına değil, aynı zamanda adsorbanın kimyasal yapısına ve geçirdiği işlemlere de bağlıdır. Örneğin, su buharı ile ısıtılarak aktifleştirilmiş kömür, işlem görmemiş kömüre göre daha yüksek adsorpsiyon kapasitesine sahiptir (Sing, 1982; Rouquerol et al., 1994).

2.6.1.2 Adsorplanan maddenin yapısının adsorpsiyona etkisi

Adsorplanan maddenin yapısı, adsorpsiyon sürecinin etkinliği üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Adsorpsiyon süreci sırasında, çözünen maddenin moleküler yapısı ve çözücü ile olan etkileşimleri, adsorpsiyon dengesini belirleyici faktörlerdir. Adsorpsiyonun gerçekleşebilmesi için, çözünen maddenin çözücü ile olan kimyasal veya fiziksel bağlarının kırılması gerekir. Çözünen maddenin çözünürlüğü arttıkça, adsorpsiyon kapasitesi genellikle azalır. Bu durum, çözünürlüğü yüksek maddelerin çözücü ortamda daha kararlı olduklarını ve bu nedenle adsorban yüzeyine daha az eğilimli olduklarını gösterir (Schirmer, 1999; Liu et al., 2012)

2.6.1.3 Adsorpsiyonda Çözeltinin pH'nın adsorpsiyona etkisi

Çözeltinin pH değeri, adsorpsiyon işlemi sırasında önemli bir rol oynar. pH, hem adsorbanın yüzey yükünü hem de adsorplanacak maddenin iyonizasyon durumunu etkileyebilir. Asidik veya bazik koşullarda, adsorban yüzeyindeki yük dağılımı değişir ve bu da çözeltideki iyonların adsorpsiyonunu etkiler. Örneğin, asidik ortamda hidrojen iyonları (H^+) yüzeyde yoğunlaşarak diğer iyonların adsorpsiyonunu engelleyebilir. Aynı şekilde, bazik ortamda hidroksil iyonları (OH^-) benzer bir etki yapabilir. Dolayısıyla, çözeltinin pH'ı, adsorpsiyon kapasitesini ve verimliliğini doğrudan etkileyebilir (Gruskiene et al., 2018).

2.6.1.4 Adsorpsiyon Sırasında Sıcaklığın Adsorpsiyona Etkisi

Adsorpsiyon işlemlerinde sıcaklık, adsorban ve adsorplama maddesinin arasındaki etkileşim enerjisini ve dolayısıyla adsorpsiyon kapasitesini etkilemektedir. Çoğu adsorpsiyon reaksiyonu ekzotermik doğada olduğundan, sıcaklık düştükçe adsorpsiyon genellikle artar. Bu, adsorplama sırasında ısı salınımı anlamına gelir. Sıcaklık artışı ile entropi artar ve adsorplama azalır. Gaz fazı adsorpsiyonlarında, sıvı fazdakine göre genellikle daha fazla ısı açığa çıkar. Bu termodinamik prensipler, adsorpsiyon işlemlerinin tasarımı ve optimizasyonu için kritik öneme sahiptir (Mimura et al., 2002; Klaewkla et al., 2011).

2.6.1.5 Adsorpsiyon işleminde adsorbentın yapısal özelliklerinin adsorpsiyona etkisi

Adsorpsiyon süreci, adsorban maddenin fiziksel ve kimyasal yapısına büyük ölçüde bağlıdır. Adsorbanlar polar veya apolar yapılara sahip olabilir; polar adsorbanlarda elektriksel etkileşimler, apolarlarda ise Van der Waals gibi dispersiyon kuvvetleri hakimdir. Adsorbanın gözenekli yapısı ve tanecik boyutu, adsorpsiyon kapasitesini ve kinetiğini doğrudan etkileyen faktörlerdendir. Safsızlıkların varlığı adsorbanın fizikokimyasal özelliklerini değiştirerek adsorplanan madde miktarını etkiler. Adsorbanın yüzey özellikleri, adsorplanan maddenin iyonik yükü, polaritesi, moleküler boyutları ve çözücü-adsorban etkileşimleri, adsorpsiyon verimliliğinde belirleyici rol oynar (Dabrowski, 2001; Artioli, 2008).

2.6.1.6 Adsorpsiyonun işleyiş süreci

Adsorpsiyon süreci, iki faz arasındaki dengeleyici olmayan kuvvetler nedeniyle meydana gelir ve ara yüzeyde birikim oluşturur. Pozitif adsorpsiyon, çözünmüş maddenin yüzeyde derişiminin artmasıyla olurken, negatif adsorpsiyon ise azalmasıyla gerçekleşir. İki ana adsorpsiyon türü vardır:

Yüzey gerilimi değişikliklerine bağlı adsorpsiyon: Çözelti içindeki maddenin yüzeyde ve çözelti içinde farklı dağılım göstermesiyle gerçekleşir. Gibbs'e göre, yüzey gerilimini azaltan maddeler yüzeyde daha yüksek konsantrasyona sahipken, artıran maddeler daha düşük konsantrasyona sahiptir.

Elektrostatik kuvvetlerden kaynaklanan adsorpsiyon: Farklı kimyasal yapıdaki iki faz bir arada olduğunda, aralarında elektriksel potansiyel farkı oluşur. Bu, fazlardan birinin pozitif, diğerinin negatif yüklenmesine ve yük ayrılmasına yol açar. Örneğin, su ile temas eden silis yüzey negatif, su ise pozitif yüklenir, bu durum su içindeki zıt yüklü iyonların yüzeye adsorplanmasını sağlar (Redlich and Peterson, 1959; Zettlemoyer, 2003).

2.6.2 Adsorpsiyonun çeşitleri

Adsorpsiyon, gaz veya sıvıdaki molekül, atom veya iyonların katı bir yüzeye yapışma sürecidir ve fiziksel veya kimyasal olabilir. Fiziksel adsorpsiyon, adsorban ile adsorplanan arasındaki bağın Van der Waals kuvvetleri veya dipol-dipol etkileşimleri ile oluştuğu durumlarda meydana gelir. Bu tür adsorpsiyonda, adsorplanan madde katının tüm yüzeyine yayılabilir ve adsorpsiyon ısısı genellikle düşüktür. Kimyasal adsorpsiyonda ise, elektron aktarımı ile kimyasal bağ oluşur ve genellikle yüksek bir aktivasyon enerjisi gerektirir. Bu tür adsorpsiyon genellikle katının aktif merkezlerinde gerçekleşir ve adsorplanan tabaka monomoleküler olma eğilimindedir.

Adsorpsiyon mekanizmasında iki ana tip vardır: 1) Yüzey gerilimi değişikliklerinden kaynaklanan adsorpsiyon, çözelti içindeki maddenin yüzeydeki ve içindeki dağılımının farklı olmasından kaynaklanır. 2) Elektrostatik kuvvetlerden kaynaklanan adsorpsiyon, farklı kimyasal yapıdaki iki fazın teması sonucu oluşan elektriksel potansiyel farkından ileri gelir. Bu, katı yüzeyin suda bulunan zıt yüklü iyonları çekmesine yol açar (Pourhakkak et al., 2021; Paul et al., 2023).

2.6.3 Adsorpsiyon izotermi (Azizian and Eris, 2021; Abin-Bazaine et al., 2022; Saleh, 2022)

Adsorpsiyon izotermi, belirli bir sıcaklıkta, adsorban maddelerin yüzeyine adsorplanan molekül veya iyonların miktarını açıklayan matematiksel ifadelerdir. Önemli adsorpsiyon izotermi arasında Freundlich, Langmuir ve Dubinin-Radushkevich izotermi yer alır. Freundlich izotermi, heterojen katı yüzeylerdeki adsorpsiyonu temsil eder ve $q_e = K_F \times C_e^{(1/n)}$ şeklinde ifade edilir. Burada q_e , adsorban tarafından adsorplanan madde miktarı, C_e , denge derişimi, K_F , adsorpsiyon sabiti ve n , adsorpsiyonun şiddetini ifade eden Freundlich sabitidir. Bu

izoterm, adsorpsiyonun adsorban yüzeyindeki aktif bölgelerin dağılımını ve adsorpsiyon kuvvetlerini yansıtır (Freundlich, 1907).

Langmuir izotermi, Amerikalı bilim insanı Irving Langmuir tarafından 1918 yılında geliştirilmiş ve özellikle kimyasal adsorpsiyon süreçleri için kullanılan bir modeldir. Bu model, adsorpsiyonun monomoleküler bir tabaka oluşturacak şekilde gerçekleştiğini varsayar ve adsorban yüzeyindeki bütün aktif bölgelerin benzer adsorpsiyon potansiyeline sahip olduğunu kabul eder. Bu izoterme göre, belirli bir noktada adsorpsiyon doygunluğa ulaşır ve daha fazla molekül adsorplanamaz. Langmuir modeli, adsorplanan maddenin yüzeyde homojen bir şekilde dağıldığını ve moleküller arasında bir etkileşimin olmadığını öngörür. Model, adsorpsiyon ve desorpsiyon hızlarının dinamik bir denge oluşturduğunu ve adsorplanan maddelerin kimyasal olarak yüzeye bağlandığını belirtir (Langmuir, 1918).

Dubinin ve Radushkievich (D-R) izotermi, 1947 yılında Dubinin ve Radushkievich tarafından geliştirilen, adsorpsiyon süreçlerinde mikropor hacimlerinin dolmasını açıklamaya yönelik bir modeldir. Bu model, Eucken ve Polanyi'nin adsorpsiyon potansiyel teorisinden esinlenerek oluşturulmuştur. Dubinin, adsorpsiyon potansiyelini negatif bir iş olarak tanımlar ve adsorpsiyon ile termodinamik arasında bir ilişki kurar. D-R izotermi, adsorbe olan katmanın çok tabakalı olduğunu ve yüzeyin homojen olmadığını varsayar. İzotermin matematiksel ifadesi $C_{ads} = X_m \exp(-\beta \epsilon^2)$ şeklindedir ve X_m maksimum adsorpsiyon kapasitesini, β ise adsorpsiyon enerjisi ile ilgili sabiti ifade eder. Polanyi potansiyeli, $\epsilon = RT \ln(1 + 1/C_e)$ formülüyle hesaplanır, burada C_e çözeltideki madde derişimi, R gaz sabiti ve T sıcaklıktır. Bu izoterm, özellikle düşük derişimlerdeki adsorpsiyon süreçlerini anlamada kullanışlıdır (Dubinin, 1947).

3. MATERİYAL ve YÖNTEM

3.1 Materyal ve Kullanılan Cihazlar

Bu araştırmada, Murexide ve Xylenol Orange kimyasal sensör prob molekülleri olarak seçilmiştir. Prob molekülleri koruması ve adsorpsiyon yapması için kullanılan hidrojel tabaka, yüksek saflıkta olan, aljinik asidin sodyum tuzundan (Fluka marka) elde edilmiş sodyum aljinattır. Amonyum purpurat veya MX olarak da bilinen Murexide, purpurik asidin amonyum tuzudur. Bu metalokromik gösterge kalsiyum varlığında renk değişimine uğrar. Benzer bir davranış, moleküler yapılarının bir parçası olarak azo grubu ($-N=N-$) formunda nitrojen içeren azo boyalarını karakterize eder. Xylenol Orange, metal titrasyonları için bir gösterge olarak en yaygın olarak tetrasodyum tuzu olarak kullanılan organik bir reaktiftir.

Çalışmada kullanılan kimyasal maddeler yüksek saflıkta olmaları (AR) sebebiyle tekrar bir saflaştırma işlemine tabii tutulmamışlardır. Bu çalışmada, Merck ve Fluka firmaları tarafından sağlanan analitik derecede saf kimyasal reaktifler kullanılmıştır. Ayrıca, çözücü olarak deiyonize ve bidistile edilmiş su (MilliQ, Millipore markası) tercih edilmiştir.

Deteksiyon ve adsorpsiyon çalışmalarında kullanılan stronsiyum çözeltileri, $Sr(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ (Merck) tuzunun deiyonize bidistile suda çözünmesiyle hazırlanan 100 mg/L'lik ana stok çözeltisinden günlük olarak istenilen miktarda alınarak seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

Tampon çözeltileri sadece uygun prob molekül araştırmalarında farklı pH etkileri araştırılırken kullanılmıştır. Onun haricinde adsorpsiyon dahil tüm çalışmalarda farklı iyon etkisi oluşturmamak için tampon çözelti kullanılmamıştır. Stronsiyum tespit ve adsorpsiyon çalışmaları sırasında, çözelti pH düzeylerinin ayarlanmasında nitrik asit (HNO_3) ve sodyum hidroksit ($NaOH$) kullanılmıştır. pH ölçüm işlemleri, Hanna Instrument marka 8521 model pH metre ile gerçekleştirilmiş ve bu cihaz, pH 4.0 ve 7.0 değerlerine sahip tampon çözeltilerle her gün düzenli olarak kalibre edilmiştir.

Adsorpsiyon deneyleri, GFL-1083 Model termostat kontrollü çalkalayıcıda kesikli yöntem kullanılarak yürütülmüştür. Stronsiyumun çözeltideki konsantrasyonları ve spektral analizler, Shimadzu UV-Vis 1601 Model ultraviyole/görünür bölge spektrofotometresi ile ölçülmüştür. Örneklerin santrifüj işlemleri için Hettich Zentrifugen Rotofix 32 Model dijital santrifüj tercih edilirken, kurutma işlemlerinde Electro-Mag M420 Model etüv kullanılmıştır. Çözeltide bulunan stronsiyum iyonları ve diğer metal iyon konsantrasyonlarının belirlenmesi, PerkinElmer Optima 2000 DV ICP-OES model indüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi ile yapılmıştır.

Radyoaktif Sr-90 izotop aktivite ölçümleri Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsünde bulunan Packard Tri-Carb 2100 TR sıvı sintilasyon sayacı (LSC) ile gerçekleştirilmiştir.

Fotoğrafların Analiz Edilmesi

Android işletim sistemli bir Realme 6i markalı bir akıllı telefon kullanılarak, RGB (Red Green Blue) yöntemi ile deteksiyon çalışmaları için gerekli dijital fotoğraflar elde edilmiştir. Fotoğraflardan elde edilen RGB verileri ImageJ programı ile elde edilmiştir. ImageJ programından RGB verileri Kırmızı (R), yeşil (G), mavi renk (B) intensitesi ve parlaklık (W) şeklinde, 1 piksel 0-255 bit (binary digit) olacak şekilde elde edilmiştir. Her bir resim analiz edilirken, R, G, B ve W ayrı ayrı ele alınmıştır. Analiz için kullanılan değerler,

Kırmızı (R) için en yüksek intensite (I_{r_e}), en düşük intensite (I_{r_d}) ve ortalama intensite (I_{r_o}),

$$I_{r_o} = \frac{\text{Herbir pikseldeki renk yoğunluklarının toplamı}}{\text{piksel sayısı}} \quad (6)$$

Yeşil (G) için en yüksek intensite (I_{g_e}), en düşük intensite (I_{g_d}) ve ortalama intensite (I_{g_o}),

$$I_{g_o} = \frac{\text{Herbir pikseldeki renk yoğunluklarının toplamı}}{\text{piksel sayısı}} \quad (7)$$

Mavi (B) için en yüksek intensite (I_{b_e}), en düşük intensite (I_{b_d}) ve ortalama intensite (I_{b_o}),

$$I_{b_o} = \frac{\text{Herbir pikseldeki renk yoğunluklarının toplamı}}{\text{piksel sayısı}} \quad (8)$$

Parlaklık (W) için en yüksek intensite (I_{w_e}), en düşük intensite (I_{w_d}) ve ortalama intensite (I_{w_o}) dir.

$$W = 0.299R + 0.587G + 0.114B \quad (9)$$

$$I_{w_o} = \frac{\text{Herbir pikseldeki renk yoğunluklarının toplamı}}{\text{piksel sayısı}} \quad (10)$$

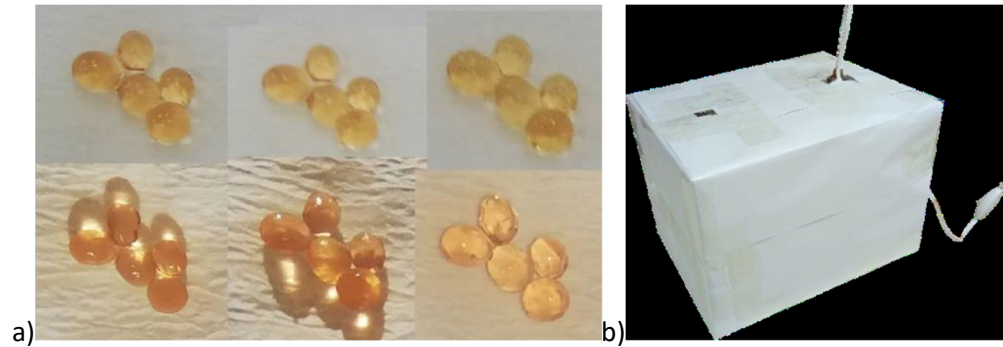
Parlaklık hesaplama formülü $W=0.299R+0.587G+0.114B$, insan gözünün farklı renklere olan duyarlılığını temsil eder. Bu formül, RGB (Kırmızı-Yeşil-Mavi)

renk modelinde bir görüntünün parlaklığını hesaplamak için kullanılır. Formül temel olarak insan gözünün duyarlılığına yani yeşil renge en duyarlı, kırmızı renge biraz daha az duyarlı ve mavi renge ise en az duyarlı olmasına, luminans ağırlıkları formüldeki ağırlıklara yani sırasıyla kırmızı, yeşil ve mavi renklerin insan gözü tarafından nasıl algılandığını temsil eder. Yeşil rengin ağırlığı en yüksektir (0.587), kırmızının ağırlığı biraz daha düşüktür (0.299), ve mavi rengin ağırlığı en düşüktür (0.114). Bu ağırlıklar, görsel sistemler ve dijital görüntü işleme alanında çalışan organizasyonlar ve standartlar tarafından belirlenir. Örneğin, Uluslararası Telekomünikasyon Birliği (ITU) ve Amerikan Ulusal Standartlar Enstitüsü (ANSI) gibi organizasyonlar, bu ağırlıkları belirler ve onaylar. Bu formül, televizyon ve görüntü işleme teknolojisinin erken dönemlerinden beri kullanılır ve zaman içinde standartlaşmıştır

Tüm fotoğraflar için kamera ayarları HDR modunda, ISO= 100, S= 1/75s, WB= 6900K, MF= 0.88, EV= 0 olacak şekilde ayarlanmış, kalibrasyon eğrisi belirlenmiş ve formülize edilmiştir.

3.1.1 Renk ve Mekanik Stabilizasyonun Artırılması

Başlangıçta çalışmalarda, kolorimetrik sensör tarafından absorplanacak ve yansıtılacak ışık kaynağı olarak gün ışığı denenmiştir. Ancak, bulutlu hava veya geliş açısının tutarsızlığı (Şekil 3.1'a) gibi nedenlerle gün ışığının parlaklığının değişken olduğu ve ölçümü etkilediği gözlemlenmiştir. Bu durumu ortadan kaldırmak amacıyla, önerilen ışık kaynağı bir kutuda simüle edilerek (Şekil 3.1'b) deneyler gerçekleştirilmiştir.

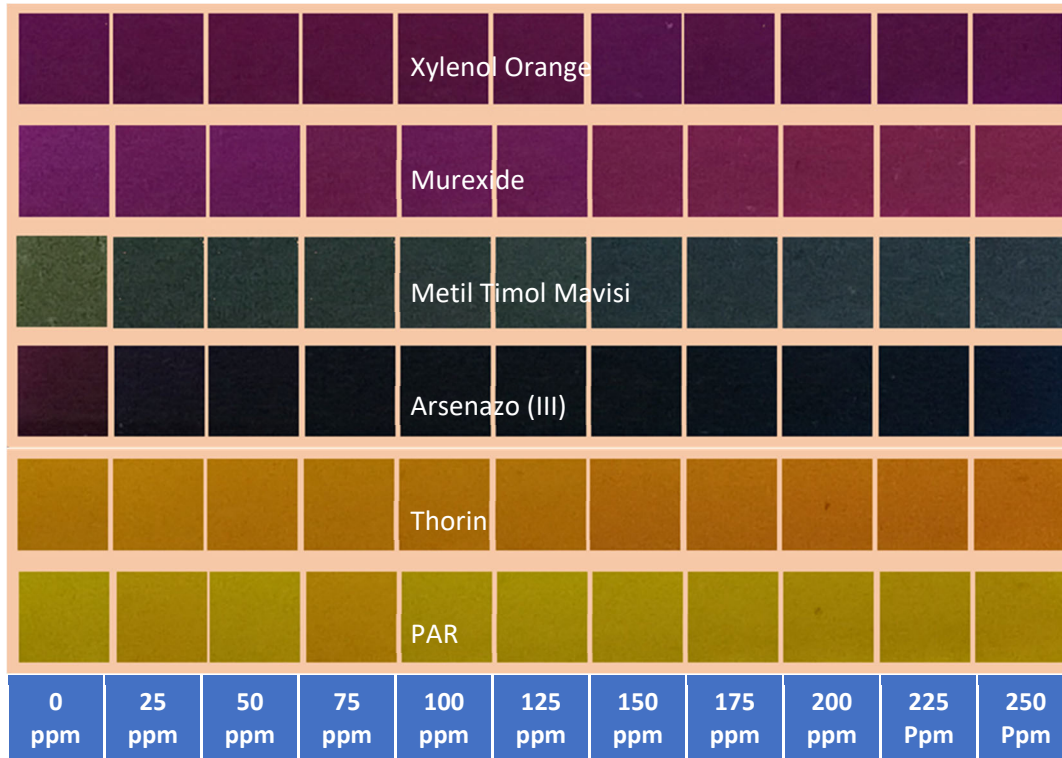


Şekil 3.1 a) Farklı açılarda gündüz ışığında 1 ppm Sr(II) çözeltisi ile etkileşime giren murexide-TEOS-alginat görüntüleri. b) 10x30x20 cm beyaz renkli tasarlanan kutu ve ışık kaynağının anahtarı, üzerinde fotoğraf çekmek ve lambanın kablosunun dışarı çıkması için 2 delik bulunmaktadır.

İlgili literatür göz önünde bulundurularak, basit bir 10x30x20 cm kutunun içine bir ışık kaynağı (14.4 W, Sıcak ışık 4000K) yerleştirilmiş, arka plan ışığı engellenmiş ve bu sistemde boncukların fotoğrafları çekilmiştir.

3.1.2 Kolorimetrik Prob Moleküllerin RGB İçin Denenmesi

Ticari olarak hazır temin edilen Murexide, Metil timol mavisi (sodyum tuzu), Arsenazo (III), Thorin, Xylenol Orange, Thiazole Orange, PAR4-(2-Pyridylazo)resorcinol kolorimetrik prob moleküllerinin, çözeltideki Sr (II) iyonlarıyla etkileşmeden önce ve sonraki renk değişim görüntüleri Şekil 3.2’de verilmiştir (Deneyisel çalışma koşulları Bölüm 4’de detaylı olarak verilmektedir) .



Şekil 3.2 Yukarıdan aşağıya doğru Xylenol Orange, Murexide, Metil Timol mavisi, Arsenazo (III), Thorin, PAR (%0,06) çözeltilerinin Sr (II) (0-250 mg/L) çözeltileri ile etkileşimi sonucu soldan sağa renk kartelaları.

Yürütülen araştırma sonrası Sr (II) deteksiyonu için renk rezülasyonunun en fazla olduğu ve Sr (II) iyonlarına en duyarlı prob molekülün Xylenol Orange ve Murexide olduğuna karar verilmiştir.

3.2 Kimyasal Sensör Hazırlama

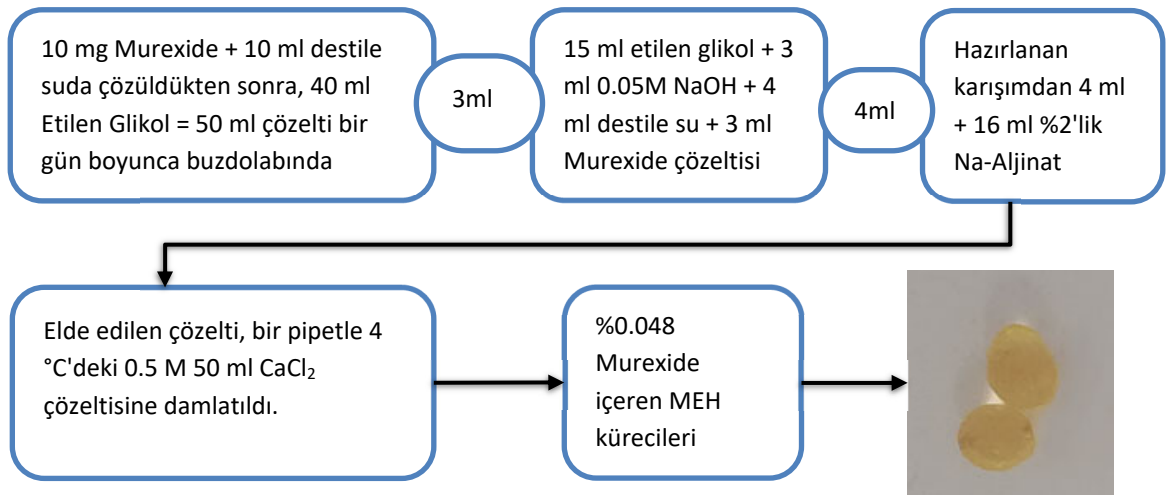
3.2.1 Murexide ile Aljinat Hidrojel Kürecikleri Sentezi

Murexid ve Etilen glikol çözeltisinin RGB analizinde kullanılması için ölçümden hemen önce taze olarak hazırlanması gerekmektedir, bekleyen Murexid çözeltileri birkaç gün içerisinde renk verme özelliklerini kaybetmektedirler. Çalışma kolaylığı açısından ve renk stabilizasyonunu arttırmak için Murexid Etilen glikol hidrojel küreciklerinin sentezlenmiştir.

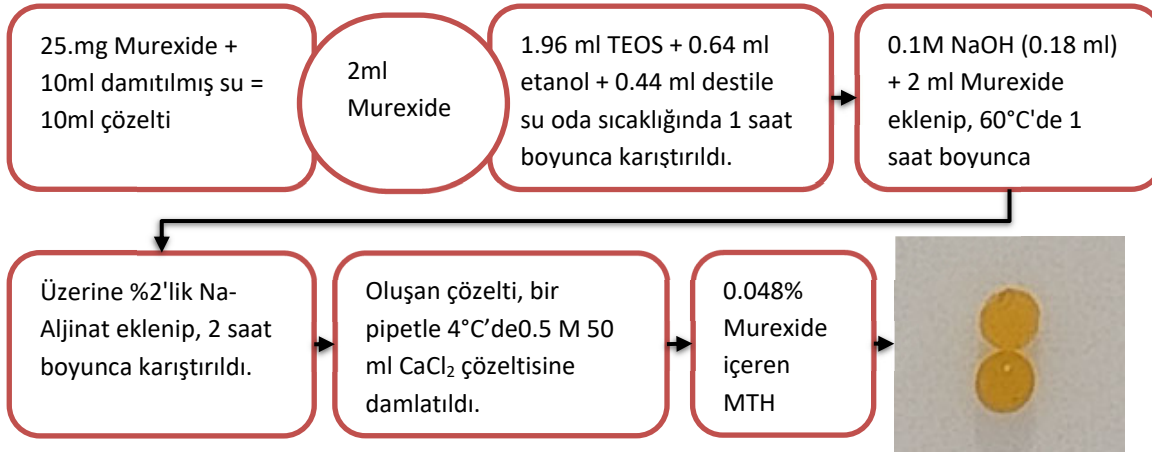
Na-aljinat, alkali metaller ve amonyum gibi monovalent iyonlarla etkileşerek çözünebilen bir yapıya dönüşürken, divalent ve polivalent iyonlarla reaksiyona girerek çözünemez bir yapı meydana getirir. Bu biyopolimerlerin ipliksi yapısı, farklı polimerleştirici maddelerle birleşerek, 'yumurta kabuğu (egg box)' modeline benzer bir yapısal formasyon oluşturabilir. (Khotimchenko et al, 2001).

Taze hazırlanmış 4ml Murexid Etilen glikol çözeltisi (%0,006 Murexid) ve 16ml %2'lik Na-Aljinat çözeltisiyle homojen bir dağılım sağlayacak şekilde karıştırılmıştır. (% 2 Na-aljinat 10 mL, +4°C, 1 saat karıştırma, 1 saat polimerleştirici reaktifte bekletme, 0.5 mol/L, 50 mL polimerleştirici reaktif) Elde edilen Murexid Etilen glikol+Na-Aljinat çözeltisi, 100ml 0,5M CaCl₂ çözeltisine şırınga ile damlatılarak +4°C, 1 saat karıştırma sonucunda **Murexid Etilen glikol Hidrojel (MEH) (aljinat) kürecikleri** elde edilmiştir. Küreciklerin çap ölçümlerinde ortalama çap rasgele seçilen 25 biyopolimer küreciğinin çapının ölçülerek 25'e bölünmesiyle elde edilmiştir. Kumpasla yapılan ölçüm ile yaş küreciklerin ortalama çapı 3,5 mm, kuru hidrojel küreciklerin ortalama çapı 1 mm olarak ölçülmüştür.

Ağırlık ölçümlerinde ortalama ağırlık rasgele seçilen 25 biyopolimer küreciğinin toplam ağırlığının ölçülerek 25'e bölünmesiyle elde edilmiştir. Kuru küreciklerin ölçümleri, 48 saat oda sıcaklığında kurutma işlemlerinden sonra gerçekleştirilmiştir. 1 tane yaş Murexid hidrojel küreciğinin ağırlığı yaklaşık 0.007 g iken, 1 tane kuru Murexid hidrojel küreciğinin ağırlığı yaklaşık 0.002 g olarak ölçülmüştür. Yaş hidrojel kürecikler kuruduklarında kütlelerinin yaklaşık %70'ini kaybetmişlerdir.



Şekil 3.3 MEH kürecikleri sentezi şeması



Şekil 3.4 MTH (Murexide Teos Hidrojel) sentezi şeması

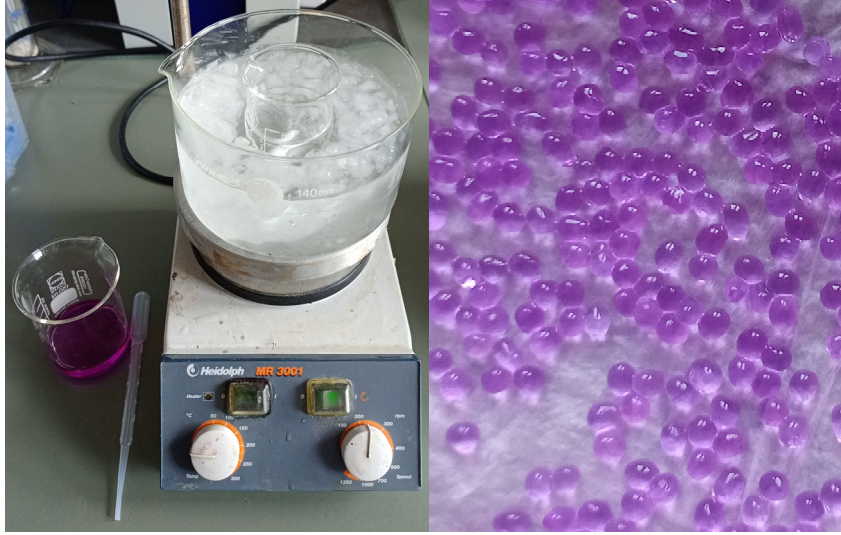
Sonuçta hacimce %20 Murexid Etilen glikol içeren aljinat çözeltisinden 20 mL alınarak, 100ml 0,5M CaCl_2 çözeltisine damlatılmasıyla %0,0012 Murexid içeren MEH kürecikleri sentezlenmiştir ve denemelerde kullanılmıştır.

Bir önceki dönemde, Sr (II) iyonlarının sulu çözeltilerinden kantitatif deteksiyonu için Murexide + tetra orto silikat (TEOS) + Na-Aljinat (MTEOS-ALG) hidrojel kürecikleri sentezlenmiş ve devam eden çalışmalarda gün ışığı 4000K, 14.4W'lık bir LED lamba ve kutu ile simüle edilerek ölçüm stabilizasyonu artırılmıştır. Bu sayede kalibrasyon eğrileri daha lineer hale getirilmiş ve MEH ile yapılan çalışmalar, MTH'li çalışmalara göre optimize edilmiştir. Kalan tüm çalışmalar mekanik stabilitesi daha yüksek olan MTH ile yapılmıştır.

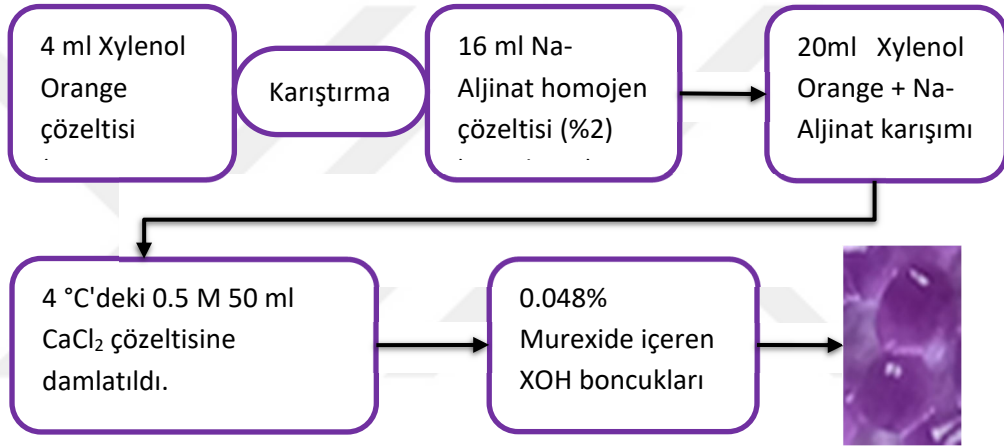
3.2.2 Xylenol Orange ile Aljinat Hidrojel Kürecikleri Sentezi

Xylenol Orange + Na-Aljinat hidrojel kürecikleri (XOH) damlatma yöntemiyle sentezlenmiştir.

4 ml taze hazırlanmış Xylenol Orange çözeltisi (%0,006 Xylenol Orange) ve 16 ml %2 Na-Aljinat çözeltisi homojen bir dağılım sağlayacak şekilde karıştırılmıştır. Daha sonra hazırlanan Xylenol Orange + Na-Aljinat çözeltisi, pH 7 ve 4 °C sıcaklıktaki 100 ml 0.5M CaCl_2 çözeltisine pastör pipeti ile damlatılarak XOH hidrojel kürecikleri sentezlenmiştir.



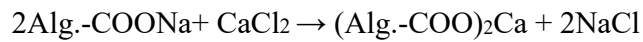
Şekil 3.5 Xylenol Orange Hidrojel (XOH) kürecikleri sentezi



Şekil 3.6 XOH sentezi şeması

3.3 Hidrojel Küreciklerin Fiziksel Karakterizasyonu

Deneyde stronsiyumun tespiti için sensör olarak kullanılacak prob molekül içeren hidrojenlerin fiziksel özellikleri incelenmiştir. Prob molekül içeren hidrojenler, Na-aljinatın divalent Ca^{+2} katyonuyla gerçekleştirdiği polimerleşme reaksiyonu sonucunda oluşan Ca-aljinat biyopolimerinden elde edilerek fiziksel özellikleri analiz edilmiştir. Na-aljinat ile CaCl_2 arasında belirli bir stokiyometrik reaksiyon gerçekleşir. Bu reaksiyon, aljinatın metal iyonları ile kompleks yapısı oluşturarak jelleşmesi temeline dayanır. Bu yapı, su tutma kapasitesi ve biyoyumluluğu nedeniyle biyomedikal ve birçok alanda ve uygulamalarda sıkça tercih edilir.



$$\text{Dönüşüm oranı} \left(\frac{g}{g} \right) = \frac{m_{\text{Ca-alj}}^{\text{kuru}} (\text{toplam})}{m_{\text{Na-alj}}^{\text{kuru}}} \quad (11)$$

$m_{Ca-ali}^{kuru} (toplama)$; Aljinat biyopolimerlerinin kurutulduktan sonraki toplam ağırlığı

$m_{Na-ali}^{kuru} (toplama)$; $CaCl_2$ ile reaksiyona sokulan N_a – aljinatın toplam ağırlığı

Biyopolimerik hidrojel, kürecikler halinde hazırlandıktan sonra kurutularak mikro küreciklere dönüştürülmüştür. 25 rastgele seçilen prob molekül yüklü aljinat küreciği, mikrometre ile yaş hidrojel ve kuru kürecik olmak üzere iki ayrı formda çapları ölçülmüştür. Ortalama ağırlık, 25 rastgele prob molekül içeren biyopolimer küreciğin toplam ağırlığının, 25'e bölünmesiyle belirlenmiştir. Yaş hidrojellerin ölçümleri, küreciklerin polimerleşme, olgunlaşma ve potansiyel safsızlıklardan arındırma işlemlerini takiben, yüzeylerindeki fazla suyun kâğıt havlu ile alınmasının ardından gerçekleştirilmiştir. Kuru kürecik ağırlık ölçümleri ise, 48 saat oda sıcaklığında kuruduktan sonra yapılmıştır. Bu çalışmada, elde edilen veriler hidrojellerin fiziksel özelliklerini daha iyi anlamak için kullanılmıştır.

$$\text{Çap küçülmesi (\%)} = \frac{r_{hidrojel} - r_{Ca-alj}^{kuru}}{r_{hidrojel}} \times 100 \quad (12)$$

$r_{hidrojel}$; Yaş hidrojel yapısında çap

$r_{Ca-ali}^{kuru} (toplama)$; kuru aljinat kürecikleri yapısında çapı

$$\text{Hacim azalması (\%)} = \frac{V_{hidrojel} - V_{Ca-alj}^{kuru}}{V_{hidrojel}} \times 100 \quad (13)$$

$V_{hidrojel}$; Yaş hidrojellerin ortalama hacmi

$V_{Ca-ali}^{kuru} (toplama)$; kuru biyopolimer küreciklerin ortalama hacmi

$$\text{Kütle azalması (\%)} = \frac{m_{hidrojel} - m_{Ca-alj}^{kuru}}{m_{hidrojel}} \times 100 \quad (14)$$

$m_{hidrojel}$; Yaş hidrojellerin ortalama ağırlığı

$m_{Ca-ali}^{kuru} (toplama)$; kuru biyopolimer küreciklerin ortalama ağırlığı

Aljinat biyopolimerlerinin sulu ortamlardaki şişme davranışları, adsorpsiyon özelliklerini anlamak adına araştırılmıştır. Bu biyopolimerler, içerisindeki suyun uzaklaştırılmasını takiben tekrar sulu ortama maruz bırakıldığında hidrojel özelliklerini göstererek su absorbe ederler. Bu şişme kapasitesi, biyopolimerin

çapraz bağlanma yoğunluğuna bağlı olarak değişiklik gösterir, dolayısıyla adsorpsiyon kapasitesini direkt olarak etkiler. Bu çalışmada incelenen özellikler, 25 mg prob molekül içeren aljinat biyopolimerin, 25 ml saf suda, 25°C sıcaklıkta, 1 saat karıştırılmasını ve ardından 1 saat bekletilmesini takiben belirlenmiştir. Bu koşullar altında elde edilen veriler, biyopolimerin suyla etkileşimi ve adsorpsiyon kapasitesine dair önemli bilgiler sunmaktadır.

$$\text{Şişme derecesi} = \frac{V_{Ca-alj}^{şişmiş}}{V_{Ca-alj}^{kuru}} \quad (15)$$

$$\text{Şişme sonrası hacim değişimi (\%)} = \frac{V_{Ca-alj}^{şişmiş} - V_{Ca-alj}^{kuru}}{V_{Ca-alj}^{şişmiş}} \times 100 \quad (16)$$

$V_{Ca-alj}^{şişmiş}$; şişme sonrası biyopolimer küreciklerin ortalama hacmi

V_{Ca-alj}^{kuru} ; kuru biyopolimer küreciklerin ortalama hacmi

$$\text{Kütle azalması (\%)} = \frac{m_{Ca-alj}^{şişmiş} - m_{Ca-alj}^{kuru}}{m_{Ca-alj}^{kuru}} \times 100 \quad (17)$$

$m_{Ca-alj}^{şişmiş}$; şişme sonrası biyopolimer küreciklerin ortalama ağırlığı

m_{Ca-alj}^{kuru} ; kuru biyopolimer küreciklerin ortalama ağırlığı



Şekil 3.7 MEH Küreciklerin a) Yaş hidrojel b) Kuru hidrojel boyutları

Çizelge 3.1 Prob Molekül İçeren Biyopolimerik Hidrojellerin Fiziksel Özellikleri

Reaktif	Yaş Çap (mm)	Kuru Çap (mm)	% Çap Kaybı	Yaş Ağırlık (g)	Kuru Ağırlık (g)	% Ağırlık Kaybı
PAR	3.9	1.7	56	0.03	0.001	97
Arsenazo (III)	3.8	1.6	58	0.03	0.002	93
Metil Timol Blue	4.1	2.2	46	0.04	0.004	90
Xylenol Orange	4.2	1.6	62	0.05	0.002	96
Thorin	4.1	1.3	67	0.04	0.001	98
Tiazol Orange	4.2	1.9	55	0.03	0.003	90
Murexide	3.7	1.2	68	0.04	0.001	98

3.4 Murexide ile Spektrofotometrik Stronsiyum Tayini (Russel et al., 1961)

Murexide reaktantının hazırlanması için: 125 mg Murexide 50 ml suda çözündürülmüş ve 200 ml susuz etilen glikol eklenmiştir. Çözelti buzdolabında bir gece bekletildikten sonra soğukken Whatman No. 42 kâğıdı ile süzülmüştür. Kullanım esnasında çözelti buz-su banyosunda tutulmuştur. İşlem bittikten sonra buz-su banyosundan çıkarılıp buzdolabında saklanmıştır.

Örnek hazırlığı: Analizi yapılacak Stronsiyum çözeltisini birkaç ml kalıncaya kadar kurumaya bıraktıktan sonra 25 ml'lik bir balonjojeye aktarılmıştır. 15 ml etilen glikol ve 3 ml sodyum hidroksit çözeltisi eklenmiştir. Daha sonra balonjojeye yaklaşık 22 ml'ye kadar distile su eklenmiştir. İyice karıştırıldıktan sonra buz-su banyosunda çözelti soğutulmuştur. Son olarak 3,0 ml Murexide (%0.05) çözeltisi eklenmiştir. 25ml'ye tamamlanmış çözelti iyice karıştırıldıktan sonra Uv-Vis Spektrofotometre cihazında 510 nm dalga boyunda absorbansı ölçülmüştür.

3.5 Kullanılan Cihazlar

3.5.1 Spektrofotometre (Bachmann and Miller, 2020; K. Cole and Levine, 2020; Dadi and Yasir, 2022; Burgot and Burgot, 2023; Mohammed, 2024)

Spektrometrik metodlar, atomik ve moleküler spektroskopi prensiplerine dayanarak geliştirilmiş geniş bir analitik yöntemler yelpazesi sunar. Bu metodlar, çeşitli türdeki ışınların maddenin içinde ve yüzeyinde nasıl etkileşimde bulunduğunu inceleyen ve analiz eden spektroskopik teknikleri içerir. Spektroskopi terimi, genel olarak, ışık ve madde arasındaki etkileşimleri inceleyen bir bilim dalını ifade eder. Tarihsel olarak, spektroskopi, maddenin elektromanyetik ışıma ile olan etkileşimlerini ele alırdı. Spektroskopinin alanı zaman içinde genişlemiş ve artık sadece elektromanyetik enerji değil, maddenin diğer enerji formlarıyla olan etkileşimlerini de içermektedir. "Spektrometri" kelimesi ise özellikle elektromanyetik ışınların şiddetinin, çeşitli algılayıcılar aracılığıyla ölçümünü tanımlar. Bu kavram, elektromanyetik spektrumun farklı bölümlerinde maddenin ışığa tepkilerinin hassas ölçümüyle ilgilenir.

Elektromanyetik ışıma, δ -ışınlarından radyo dalgalarına kadar geniş bir aralığı kapsar. Ancak, optik spektrometrik yöntemler terimi kullanıldığında, genellikle ultraviyole (UV), görünür (GB) ve kızılötesi (IR) bölgeleri anlaşılır. Optik cihazlar, yapı ve işlev bakımından birbirlerine benzer, fakat kullanıldıkları spektral bölgeye göre farklı özellikte bileşenler içerebilirler.

Spektrometrik metodlar, ışığın emilim, yayım, lüminesans (floresans ve fosforesans) ve yansıma şiddetlerinin ölçülmesi temelinde çalışır. Atomik ve moleküler spektroskopinin alt kategorileri altında ayrıntılı bir şekilde ele alınan bu teknikler, örneklerin ve içerdikleri bileşenlerin hem niteliksel hem de niceliksel analizlerine olanak tanır. Geniş bir uygulama yelpazesine sahip olan spektroskopik yöntemlerden biri olan ultraviyole/görünür bölge moleküler absorpsiyon spektrometrisi, birçok inorganik ve organik maddenin nicel analizlerinde sıklıkla tercih edilir ve bu yöntemde 160-780 nm arasındaki elektromanyetik ışık dalgaları kullanılır.

Işık, bir madde katmanı ister katı, ister sıvı, ister gaz olsun, geçirildiğinde, belirli frekansta şiddetinde bir azalma gözlenir. Bu, maddenin bu belirli frekansta absorpsiyon (soğurma) gerçekleştirdiği anlamına gelir. Bu olay, temel haldeki molekül veya atomların daha yüksek enerjili bir konuma geçmesi ile meydana gelir. Bu yüksek enerjili konuma "uyarılmış hal" denir.

Moleküler orbitaller, genellikle σ , σ^* , π , π^* ve n olarak tanımlanır. UV-Görünür bölgedeki ışık soğurumu olayları, molekül içindeki elektronik geçişler

sonucunda ortaya çıkar. Elektronik uyarılma, bu orbitaller arasındaki geçişler ile meydana gelir. UV-görünür bölgede ortaya çıkan elektronik geçişler, σ^* , $n\sigma^*$, $\pi\pi^*$ ve $n\pi^*$ geçişleridir. σ^* ya da $\pi\pi^*$ geçişleri, yasak geçişler olarak bilinir ve σ^* geçişleri en yüksek enerjiyi gerektirir. 200 nm'nin altındaki ultraviyole ışınları vakum ultraviyole ışınları olarak adlandırılır, zira bu ışınlar hava moleküllerince tamamen absorbe edilir ve sadece vakumda elde edilirler. $\pi\pi^*$ ve $n\pi^*$ geçişleri, daha az enerji gerektirir ve görünür bölgede gözlemlenirler.

UV ve görünür ışık spektrumunda, enerji taşıyan ışığın madde tarafından emilmesiyle, atom ya da moleküllerdeki elektronlar, düşük enerjili bir durumdan daha yüksek bir enerji seviyesine geçer. Bu uyarılmış durumda, elektronun yüksek enerjili seviyede kalma süresi tipik olarak 10^{-9} ile 10^{-12} saniye arasında değişir. Bu süre zarfında, elektron enerji kaybederek başlangıç seviyesine geri döner. Bu enerji kaybı, farklı yollarla gerçekleşebilir: Işığın yayılması (emisyon), enerjinin başka atomlara çarpıp kinetik enerjiye dönüşmesi, kimyasal değişimde kullanılması veya bir elektronun atılması. Bu süreç, maddenin temel haline geri dönmesini ve ışığı tekrar emmesini sağlar, böylece sürekli bir absorpsiyon spektrumu oluşur. Bir spektrum, elektromanyetik ışığın maddenin etkileşimi sonucu değişen şiddetini, dalga boyu, frekans veya dalga sayısına göre gösteren bir grafikdir ve bu, maddenin elektromanyetik ışıkla etkileşim özelliklerini belirler.

Spektrometri ve spektroskopi, maddenin ve enerjinin bu etkileşimlerini ölçen ve analiz eden güçlü araçlar sağlar ve bu nedenle çeşitli bilim ve endüstri alanlarında kritik öneme sahiptir. Bu metodlar, maddenin yapısını, bileşimini ve özelliklerini anlamamıza olanak tanır ve bu bilgiler, malzeme bilimi, kimya, fizik, biyoloji, çevre bilimi ve diğer birçok alanın yanı sıra, tıbbi ve farmasötik araştırmalarda da kritik öneme sahiptir.

Absorpsiyon spektrometrisinde, bir ışık demeti, analit içeren bir ortamdan geçmeden önce ve geçtikten sonra ölçülür. Bu işlem, Lambert-Beer yasasına dayanır. Bu yasaya göre, analit içeren bir ortamdan geçen monokromatik ışığın şiddeti, ortamdan çıkışında başlangıçtaki şiddetinden daha az olacaktır. Işık demetinin analit ile etkileşimden önceki şiddeti I_0 iken, etkileşim sonrası şiddeti I olarak ölçülür. Işığın, analit ile etkileşim sonrası şiddeti ile başlangıçtaki şiddeti arasındaki oran, geçirgenlik olarak adlandırılır ve T ile gösterilir. Absorpsiyon spektrometrisinde bu geçirgenlik değeri ve analit tarafından emilen ışık miktarını gösteren absorbans değeri (A), önemli ölçümlerdir ve şu formülle ifade edilir:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (18)$$

$$\%T = \frac{I}{I_0} \times 100 \quad (19)$$

Geçirgenlik ve absorbans (A) değerleri arasında aşağıdaki formülle tanımlanan bir bağlantı bulunmaktadır;

$$A = -\log T \quad (20)$$

Analitin etkileşime girdiği sonrası ortaya çıkan ışık demetinin yoğunluğu, girişteki yoğunlukla, sistemin molar soğurma katsayısı (a), ışığın geçtiği ortamın kalınlığı (b) ve soğurucu maddenin konsantrasyonu (c) ile üssel bir ilişki içindedir.

$$I = I_0 \cdot e^{-abc} \quad (21)$$

Konsantrasyonun mol/L, ışığın yolunun cm cinsinden ifade edilmesi durumunda, absorptivite, molar absorptivite olarak tanımlanır ve ϵ ile gösterilir. Bu durumda, yukarıda belirtilen eşitlikler yeniden düzenlenerek Lambert-Beer yasasının aşağıdaki formülasyonu elde edilir.

$$A = \log \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot b \cdot c \quad (22)$$

Analitin derişimi ile absorbansı arasında belirli bir aralıkta doğrusal bir ilişki bulunur. Bu doğrusal aralığa uygun olarak hazırlanan standart çözeltilerin absorbans değerleri ölçülür ve bu değerler, analitin derişimlerine karşı bir grafikte temsil edilir. Aynı ölçüm prosedürü numune için de uygulanarak, elde edilen grafikten analitin derişimi tespit edilir.

Absorpsiyon spektrometrisi, analiz edilen bir madde veya çözelti içindeki belirli moleküllerin veya atomların, ışık enerjisini ne ölçüde absorbe ettiğini ölçen bir tekniktir. Bu teknik, moleküler ve atomik düzeydeki etkileşimleri inceleyerek, analitlerin konsantrasyonlarını belirlemekte kullanılır. Absorpsiyon ölçümleri sırasında, ışının şiddeti, analitin uyarılmasından önce ve sonra olmak üzere iki kez ölçülür. Bu ölçümler, Lambert-Beer Yasası'na göre analiz edilir.

Belirli bir aralıkta, absorbans ile analit derişimi arasında doğrusal bir ilişki vardır. Bu doğrusal ilişki, standart çözeltilerin hazırlanması ve absorbanslarının ölçülmesi ile belirlenir. Standart çözeltilerin absorbans değerleri, analit derişimlerine karşı bir grafikte gösterilir. Aynı işlemler, numune ile tekrarlanır ve grafikten analit derişimi belirlenir.

Absorpsiyon spektrometrisinin temel prensipleri ve matematiksel ifadeleri, analitlerin konsantrasyonlarını belirlemekte ve aynı zamanda onların moleküler ve atomik özelliklerini incelemekte oldukça önemlidir. Bu yöntem, çeşitli bilim ve endüstri alanlarında, özellikle de kimya, biyoteknoloji, çevre bilimi ve farmasötik alanlarında kritik öneme sahiptir.

Ayrıca, absorbans spektrometrisi, belirli bir dalga boyundaki ışık soğurumu ile analit derişimi arasındaki doğrusal ilişkiyi kullanarak, analitlerin konsantrasyonlarını hızlı ve hassas bir şekilde belirlemeyi mümkün kılar. Ancak, bu yöntemin doğruluğu ve hassasiyeti, ölçüm koşulları, cihazın kalibrasyonu ve analitlerin kimyasal ve fiziksel özelliklerine bağlı olarak değişkenlik gösterebilir. Dolayısıyla, doğru ve tekrarlanabilir sonuçlar elde etmek için, spektrometrik analizlerin dikkatli bir şekilde planlanması ve uygulanması gerekir.

Genel olarak, absorpsiyon spektrometrisi, analitlerin nicel ve nitel analizlerini gerçekleştirmek için güçlü ve güvenilir bir araçtır. Bu teknik, moleküler ve atomik düzeydeki etkileşimleri anlamamıza ve analitlerin konsantrasyonlarını ve özelliklerini belirlememize olanak tanır, bu nedenle modern analitik kimyanın temel taşlarından biridir.

Ultraviyole (UV) ve Görünür Bölge Spektrofotometresi, moleküler ve atomik düzeyde maddenin optik özelliklerini incelemek için kullanılan sofistike bir analitik cihazdır. Bu cihaz, genel olarak beş temel bileşenden oluşur ve analitik kimya, biyokimya, farmasötik bilimler ve çevre bilimleri gibi bir dizi alanda geniş bir uygulama yelpazesi bulur. Spektrofotometrenin ana bileşenleri ve işlevselliği aşağıda detaylı bir şekilde açıklanmıştır:

Işın Kaynağı: Spektrofotometrelerin merkezinde, belirli bir dalga boyu aralığında ışık üreten bir ışık kaynağı bulunur. Görünür bölge için tungsten flamanlı lambalar genellikle kullanılır ve bu lambalar 175-1200 nm dalga boyu aralığında sürekli bir spektrum sağlar. Ultraviyole (UV) bölgesi için hidrojen veya döteryum lambaları tercih edilir ve bu lambalar 180-375 nm dalga boyu aralığında sürekli bir spektrum sağlar.

Dalga Boyu Seçicisi: Dalga boyu seçicisi, geniş bir dalga boyu aralığındaki ışın demetini belirli dalga boylarına ayırır, böylece analiz için belirli bir dalga boyu seçilebilir. Bu bileşen, genellikle soğurma veya girişim filtreleri ve monokromatörleri içerir. Soğurma filtreleri, belirli bir dalga boyu aralığındaki ışınları geçirirken diğerlerini engeller. Monokromatörler, prizma veya optik ağılar kullanarak ışınları dalga boylarına göre ayırır. Prizmalarda ayırma, ışınların prizmadaki kırınma indislerine bağlıdır.

Örnek Kabı (Küvet): Örnek kabı, genellikle hücre veya küvet olarak adlandırılır ve örnek materyalin içine konduğu bölümdür. Küvetler, çalışılan ışın bölgesinde soğurma yapmayan saydam maddelerden yapılmalıdır. Örneğin, 350 nm'nin altındaki çalışmalar için kuartzdan yapılmış küvetler gereklidir, silikat camları ise 350 nm'den 2 µm'ye kadar kullanılabilir.

Işın Detektörü: Işın detektörü, örneği geçen ışını bir elektrik sinyaline dönüştürür. Detektör türleri arasında fotovolttaik piller, fototüpler ve fotoiletken piller bulunur. Fotovolttaik piller genellikle görünür bölgedeki ışığın şiddetini ölçmede kullanılırken, fotoiletken piller 750-3500 nm aralığında kullanılır.

Sinyal Gösterge Düzenekleri: Bu bileşen, detektörden gelen sinyali işleyip gösterir. Gelişmiş spektrofotometreler, dalga boyunu otomatik olarak değiştirebilir ve değişen dalga boyuna karşı soğurumu kaydedebilir.

Spektrofotometrelerin çalışma prensibi, Beer-Lambert Yasası'na dayanır, bu yasa şu formülle ifade edilir:

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l \quad (23)$$

Bu formülde; A absorbanı, ε molar absorptiviteyi (L/mol.cm), c örneğin molar konsantrasyonunu (mol/L), l ise ışık yolunun uzunluğunu (cm) temsil eder.

Nitel analiz, ölçülen spektrumların ve maksimum soğurma dalga boylarının yanı sıra, molar soğurma katsayılarının incelenmesiyle yürütülür. Bu analizde, elde edilen spektrumlar referans spektrumlar ile kıyaslanır. Bu karşılaştırma, ek spektroskopik verilerle desteklendiğinde, analitlerin daha kesin bir şekilde tanımlanmasına olanak sağlar.

Nicel analiz sürecinde ilk adım, en yüksek soğurma seviyesine sahip olan dalga boyunun seçilmesidir. Örneklerin nicel olarak değerlendirilmesi için, standart çözeltiler kullanılarak oluşturulan ve derişim ile absorbanı arasındaki ilişkiyi gösteren kalibrasyon eğrileri gereklidir. Bu eğriler, ölçülen absorbanı değerine karşılık gelen belirsiz örneğin derişimini saptamak için kullanılır.

Spektrofotometri, uygulama yelpazesi geniş bir analitik tekniktir. Ultraviyole ve görünür ışık spektrumlarında soğurma özelliği gösteren veya bu özelliğe sahip olabilecek hale dönüştürülebilen tüm inorganik ve organik maddelerin analizlerinde etkin bir şekilde kullanılabilir. Spektrofotometreler, duyarlılıkları, seçimlilikleri ve tekrarlanabilirlikleri nedeniyle analitik kimyada vazgeçilmez araçlardır. Seçimlilik ve tekrarlanabilirlik, spektrofotometrenin analitik performansını değerlendirmede kritik faktörlerdir ve bu cihazlar, 10^{-4} - 10^{-5} M'lik çözelti konsantrasyonlarına kadar analizler gerçekleştirebilir. Spektrofotometre cihazları, nitel ve nicel analizlerde oldukça etkilidir ve güvenilir spektrum sonuçları elde etmek için bazı önemli faktörlerin öncesinde göz önünde bulundurulması gereklidir.

3.5.2 İndüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi (ICP-OES) (Aguirre et al., n.d.; Dymott, 1995; Brennan, 2008; Martínez et al., 2015; Khandpur, 2020; Y. Zhang and Shi, 2022)

Spektroskopik analiz metodları, kimya, biyoloji, ilaç sanayi, çevre bilimi gibi farklı alanlarda, çok düşük konsantrasyonlarda bulunan element ve bileşiklerin tespitini ve analizini sağlamak amacıyla geliştirilmiştir. Bu tür analizler, iz (ppm) ve ultraiz (ppb ve daha düşük) seviyelerindeki elementlerin saptanmasını gerektirir. Günümüzde, bu tür analizlerin gerçekleştirilmesinde genellikle atomik spektroskopi metodları tercih edilmektedir. Atomik spektroskopinin temel iki analitik metodundan biri Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi (AAS) ve diğeri ise plazma temelli spektroskopi metodlarıdır.

Atomik spektroskopi yöntemleri, incelenen maddenin ısıtılarak gaz haline getirilmesini ve bu sıcak gazın atomik bir buluta dönüştürülmesini temel alır. Plazma tabanlı spektroskopi tekniklerinde ise, madde plazma içerisinde atomize edilir. Plazma, argon veya helyum gibi inert gazların kolay iyonlaşabilen katyon ve elektronlarından oluşur ve elektrik akımı taşıyan bir ortam yaratır. Plazmada madde sadece atomlarına ayrılmakla kalmaz, aynı zamanda atomlar uyarılıp iyonize edilir. Bu uyarılmış enerji seviyelerindeki atom veya iyonlar, daha düşük enerji seviyelerine indiklerinde, oluşturdıkları elementlere özgü belirli dalga boylarında ışık yayımı yaparlar. Bu yayılan ışığın yoğunluğu ölçülerek, söz konusu elementin konsantrasyonu belirlenir.

İndüktif Eşleşmiş Plazma (ICP) yönteminde, argon gazı, mikrodalga radyo frekansı (RF) kullanılarak plazma haline getirilir. İndüktif Eşleşmiş Plazma Optik Emisyon Spektrometresi (ICP-OES) cihazının temel bileşenleri arasında spektrometre, plazma oluşturulan torch ve numunenin sisteme enjekte edildiği bölüm yer alır. Numunenin enjeksiyonu, nebülizör, sprej odası ve peristaltik pompa gibi bileşenler aracılığıyla yapılır. Plazma, iç içe geçmiş üç ayrı kuvars tüpten meydana gelen torch içinde üretilir. Bu tüplerin her biri ayrı bir giriş noktasına sahiptir ve en iç tüp ince bir kapiler borudan oluşup, nebülizör ve sprej odasından gelen aerosol partikülleri bu boruya yönlendirir.

ICP torch'unun en dış bölümünde bulunan radyo frekans indüksiyon bobini, sisteme giren enerjiyi sağlar. Bu enerji genellikle 27 veya 40 MHz frekansta 0.5-1.5 kilowatt arasında değişir. Bu bobin, torch içinde düzenli bir manyetik alan oluştururken, bu alanın dışındaki kuvvet çizgileri eliptik yörüngeler izler. Plazma üretimi için, başlangıçta bir Tesla bobini kullanılarak elektrik kıvılcımı yaratılır. Bu bobin, torch'un dış kısmındaki bir bakır tel parçasından oluşur ve elektrik kıvılcımı serbest elektronlar üretir. Bu serbest elektronlar, manyetik alan içinde hızlanarak argon atomları ile çarpışır ve argon gazını iyonize eder. Bu süreçte, elektronlar hız

kazanarak daha fazla argon atomunu iyonize eder, sonuç olarak iyon ve elektron sayısı artar. Bu sürecin sonucunda plazmanın sıcaklığı 6000 ile 10000 Kelvin arasında bir değere ulaşır.

Analiz edilecek numunenin çözeltisi, plazmada atomizasyon veya iyonizasyon için hazırlanır. Örnek, sıvı hale getirilip pH seviyesi ayarlandıktan sonra, peristaltik pompa aracılığıyla nebulizöre aktarılır. Nebulizörün temel işlevi, taşıyıcı gaz kullanarak çözeltiyi aerosol partiküllerine dönüştürmektir. Plazmanın etkin bir şekilde soğutulabilmesi ve sönmemesi için, oluşturulan aerosol partiküllerinin boyutunun (<10 mikrometre) uygun olması esastır. Bu amaçla, nebulizörde üretilen aerosoller spray chamber'a yönlendirilir ve burada partiküllerin boyutu istenen düzeye indirgenir.

ICP-OES cihazındaki spektrometre, yayılan ışığı ayırtmak için tasarlanmıştır ve optik sistemler, monokromatör ve CCD (yükseklenmiş cihaz) detektöründen oluşur. Cihazın optik bileşenleri, plazmadan gelen ışığı monokromatöre yönlendirmek için plazmanın radial veya axial görünümünü seçer. Monokromatördeki prizma, istenen dalga boyu aralığının seçimini yapar ve ışığın yansımaları minimuma indirmek için stratejik olarak yerleştirilmiş slitler ve levhalar kullanır. Dalga boyu seçimi, grating ve prizmanın senkronize bir şekilde döndürülmesiyle gerçekleşir ve bu işlem genellikle 2 saniyeden kısa sürer. Monokromatör, 165-800 nm arasındaki geniş bir dalga boyu aralığını seçebilir. Seçilen dalga boyundaki ışık, CCD detektörüne ulaştırılır ve burada ışık fotonları, fotoelektronlara dönüştürülerek elektrik yükü olarak toplanır. Bu elektrik yükü, sinyal oluşturmak için elektronik sisteme aktarılır.

ICP analizi, çoklu element analizine imkan tanır ve yüksek konsantrasyonlarda hassas ölçümler sağlar. Ancak, özellikle ametalik elementler gibi bazı öğelerin tespiti bu yöntemle gerçekleştirilemez.

3.5.3 Fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR)

(Griffiths, 1980; Gregoriou and Rodman, 2003; Khalil et al., 2009; Hasegawa, 2017; Hosseini and Jafari, 2020; Rosi et al., 2020; Treib et al., 2022; Das, 2023)

İnfrared (IR) spektroskopisi, atomik ve moleküler düzeyde madde ile enerji arasındaki etkileşimi inceler ve bu etkileşimlerin madde üzerindeki etkilerini anlamamızı sağlar. IR spektroskopisi, madde ile enerji arasındaki etkileşimi anlamak ve maddenin atomik ve moleküler yapısını çözmek için kullanılan bir dizi spektroskopik tekniği içerir. Özellikle, infrared spektroskopisi, görünür ve mikrodalga enerji bölgesi arasındaki enerji, yani frekans olarak 3.8×10^{14} ile 3×10^{11} Hz (dalga boyu olarak 700-100 000 nm) arasında kalan bu enerji bölgesinin moleküller tarafından nasıl absorbe edildiğini inceler. Bu geniş enerji bölgesi,

yakın, orta ve uzak infrared bölgeleri olarak alt gruplara ayrılır. Pratikte en çok kullanılan bölge ise 1.2×10^{14} ile 2×10^{13} Hz (2500-15000 nm veya dalga sayısı cinsinden ifade edersek; $4000-670 \text{ cm}^{-1}$) arasındaki bölgedir.

Infrared spektroskopisinin temel prensiplerinden biri, bir IR kaynağı tarafından sağlanan sürekli enerjinin, bir örnek üzerinden geçirilmesi ve belirli frekansta bazı bileşenlerin azaldığının gözlemlenmesidir. Bu azalma, örneğin bu enerjiyi doğal moleküler hareketler için absorbe etmesinden kaynaklanır. Moleküler yapıya bağlı olarak, belirli frekansta olan bu hareketler, dış bir kaynaktan gelen aynı frekansta enerjinin absorbe edilmesini sağlar. Böylece, absorbe edilen veya örneği absorbe etmeden geçen ışığın analizi, örneğin moleküler yapısı hakkında önemli bilgiler sağlar.

IR spektroskopisinin uygulamasında, absorbe edilen veya absorbe edilmeden geçen ışığın detektörle tespiti ve analizi genellikle iki farklı şekilde gerçekleştirilir. İlk yöntemde, örnekten geçen ışığın bir grating üzerinden yansıtılarak monokromatize edilip, bir detektör üzerine sırayla, tek-tek düşürülerek hangi bileşenin ne kadar azaldığının belirlenmesidir. Bu yöntem, "dispersif" spektrofotometrelerin temel prensibini oluşturur ve bugüne kadar geniş bir şekilde kullanılmıştır.

Diğer bir yöntem ise, bir interferometre ile modüle edilen ışığın olduğu gibi detektörde tespit edilip, elde edilen "interferogram"ın Fourier tekniği ile bilinen IR spektrumuna dönüştürülmesidir. Fourier Dönüşümü İnfrared (FTIR) spektrometreleri, bu prensipten yararlanılarak oluşturulmuş ve çeşitli avantajları ile dispersif cihazların yerini almaya başlamıştır.

Jean Fourier'ın keşfettiği Fourier Dönüştürmesi, karmaşık bir dalganın basit sinüs veya kosinüs dalgalarının toplamı olarak tanımlanabileceğini gösterir. Bu matematiksel işlem, bir fonksiyonun bağımsız değişkenini değiştirir. Örneğin, dalga boyunun değişimi ile elde edilen bir sinyali, içindeki bilgiyi bozmadan, dalga numarasının değişimine bağlı hale getirmek Fourier Dönüştürmesi ile mümkündür. Dalgaboyu (cm) ve dalga numarası (cm^{-1}) birbirlerinin tersidir ve bu dönüşüm, karmaşık bir dalgayı daha basit dalgalara dönüştürür, bu sayede ışığın taşıdığı bilgi, hangi frekansların ne kadar azaldığı, frekans eksenine aktarılır.

FTIR spektrometresinde, interferometrenin kilit bir bileşeni olan hareketli ayna, verilerin kalitesini belirleyici unsurdur. Bu ayna, elektromanyetik bir güçle hava yastığı üzerinde kontrollü bir şekilde hareket eder, bu da ışın yolu ve konumunun hassas ayarlanmasını sağlar. Interferometre, bu cihazdaki monokromatör görevini üstlenir ve FTIR'ın diğer bileşenleri, geleneksel spektrometrelerde kullanılanlardan büyük ölçüde farklılık göstermez.

FTIR spektrometresinin öne çıkan özelliği, tüm frekans aralığını aynı anda ölçebilmesidir, bu da tüm spektrumun tek seferde görüntülenebilmesini sağlar. Bu özellik sayesinde, dispersif cihazlarda tek bir spektrumun alınması için gereken sürede, FTIR ile aynı spektrum yüzlerce defa elde edilebilir. Ortalama alınarak elde edilen bu çoklu ölçümler, son derece yüksek çözünürlüklü ve düşük gürültülü sonuçlar sunar. İnterferometrede yarı kullanılmadığı için, monokromatörlere kıyasla enerji kaybı çok daha azdır, bu da detektöre ulaşan enerji miktarını artırır ve sinyal-gürültü oranını iyileştirir. Ayrıca, interferometre tasarımı sayesinde, monokromatörlerde karşılaşılan kaçak ışık sorunundan kaçınılır ve örnekten gelen IR emisyonunun olumsuz etkisi engellenir. FTIR'da ayırım oranı spektrumun her yerinde sabit olduğundan, grating, filtre veya ayna değişikliklerine gerek kalmaz ve kesintisiz bir spektrum sağlanır. Hareketli parçaların azlığı, cihazın optik dengesinin uzun süre korunmasını sağlar. Bu nitelikler, FTIR'ı dispersif cihazların yetersiz kaldığı birçok uygulama için ideal bir seçenek haline getirir.

Bu detaylı açıklamalar, IR spektroskopisinin ve özellikle FTIR spektrometresinin, kimya, fizik, malzeme bilimi ve diğer birçok bilim dalında moleküler ve atomik düzeyde madde analizi için ne kadar değerli bir araç olduğunu gösterir.

3.5.4 Taramalı elektron mikroskopisi (SEM) (Abdullah and Mohammed, 2019; Ali et al., 2023; Datye and DeLaRiva, 2023; Petrosino et al., 2023; Troisi et al., 2023)

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM), katı maddelerin mikro yapılarının detaylı bir şekilde incelenmesi ve analiz edilmesi amacıyla kullanılan sofistike bir cihazdır. SEM, yüksek voltaj ile hızlandırılmış elektron demetini, örneğin yüzeyinde tarayarak çalışır. Bu elektron demeti, örnekle çarpıştığında, çeşitli sinyaller üretir ve bu sinyaller uygun detektörler tarafından toplanır, ardından sinyal güçlendiricilerden geçirilir ve bir ekranda görüntü olarak yeniden oluşturulur.

SEM'nin Temel Bileşenleri:

Optik Kolon: Optik kolon, elektron demetinin üretildiği, hızlandırıldığı ve odaklandığı bölümdür. Bu bölümde, elektron tabancası, anot plakası, kondenser mercekleri, objektif merceği, aparatürler ve tarama bobinleri bulunur.

Elektron Tabancası: Elektron tabancası, elektron demetini üreten bileşendir. Genellikle, termiyonik emisyon prensipleri üzerine çalışan bir tungsten filamanı veya alan emisyonu prensiplerine dayalı bir FEG (Field Emission Gun) kaynağı kullanılır.

Anot Plakası ve Kondenser Mercekleri: Anot plakası, elektronlara yüksek voltaj uygular ve bu elektronları hızlandırır. Kondenser mercekleri, elektron demetini inceltir ve numuneye doğru odaklar.

Objektif Merceği ve Tarama Bobinleri: Objektif merceği, elektron demetini numune üzerine odaklar. Tarama bobinleri, elektron demetini numune yüzeyi boyunca hareket ettirir, böylece elektron demetini numunenin farklı bölgeleri üzerinde tarar.

Numune Hücresi: Numune hücresi, incelenen numunenin yerleştirildiği ve elektron demeti ile etkileşime girdiği bölümdür.

Görüntüleme Sistemi: Görüntüleme sistemi, elektron ve numune arasındaki etkileşimlerden elde edilen sinyalleri toplar, güçlendirir ve bir ekranda görüntü olarak yeniden oluşturur.

SEM'nin Çalışma Prensipleri:

Elektron-Numune Etkileşimleri: SEM'de, elektron demeti numuneye çarptığında, çeşitli tipte elektron ve X ışını sinyalleri üretilir. Bunlar arasında sekonder elektronlar, geri saçılma elektronları, soğurulan elektronlar, Auger elektronları, iletken elektronlar, karakteristik X ışınları ve sürekli X ışınları bulunur.

Sekonder Elektronlar: Sekonder elektronlar, numunenin yüzeyinden düşük enerjili elektronlar olarak emilir ve yüzey topografyası hakkında bilgi verir. Sekonder elektronlar, genellikle yüzey morfolojisini gösteren yüksek çözünürlüklü görüntüler elde etmek için kullanılır.

$$I_{SE} = \eta_{SE} \cdot I_0 \quad (24)$$

Burada, I_{SE} sekonder elektron akısını, η_{SE} sekonder elektron verimini ve I_0 birincil elektron akısını temsil eder.

Geri Saçılma Elektronları: Geri saçılma elektronları, numunenin yüzeyinden daha yüksek enerjili elektronlar olarak saçılır ve atomik numara kontrastı hakkında bilgi verir.

$$I_{BSE} = \eta_{BSE} \cdot I_0 \quad (25)$$

Burada, I_{BSE} geri saçılma elektron akısını, η_{BSE} geri saçılma elektron verimini ve I_0 birincil elektron akısını temsil eder.

Sinyal Toplama ve Görüntüleme: Sekonder ve geri saçılma elektronlar, uygun detektörler tarafından toplanır ve sinyal güçlendiricilerden geçirilir. Ardından, bu sinyaller bir ekranda görüntü olarak yeniden oluşturulur, böylece numunenin mikro yapısal özellikleri görselleştirilir.

Görüntü Analizi ve Karakterizasyon: Elde edilen görüntüler, numunenin yüzey topografyası, kompozisyonu, faz dağılımı ve diğer mikro yapısal özellikleri hakkında detaylı bilgiler sağlar. Ayrıca, SEM, enerji dağılımlı X-ışını spektroskopisi (EDS) veya elektrolüminesans gibi diğer analitik tekniklerle birleştirilebilir, bu da daha fazla mikroanaliz ve karakterizasyon imkânı sağlar.

Örnek Hazırlık ve İletkenlik: SEM incelemeleri için, numunenin yüzeyi elektriksel olarak iletken olmalıdır. İletken olmayan numuneler, genellikle elektriksel iletken bir tabaka ile (örneğin, vakum altında altın kaplama) kaplanır. Bu, elektron demeti ile numune arasındaki etkileşimlerin doğru bir şekilde ölçülmesini ve analiz edilmesini sağlar.

Çalışma Modları ve Uygulamalar: SEM, emisyon çalışma modunun yanı sıra, geçirme/gönderme (transmission) modunda da çalışabilir. Geçirme modunda, numune yeterince ince olmalıdır (<100 nm) ve elektron ışınlarının numuneden geçtiği yerde farklı sinyaller ölçülmelidir. SEM ve TEM (Geçirme Elektron Mikroskobu) genellikle endüstriyel katalizörlerin incelenmesinde kullanılır ve bu mikroskoplar, katı numunenin yüzey yapıları hakkında ayrıntılı bilgi sağlar.

SEM, malzeme bilimi, metalurji, jeoloji, biyoloji ve diğer birçok alanda geniş uygulama alanlarına sahiptir. Mikro ve nano ölçekte yapısal, kimyasal ve fiziksel analizler için vazgeçilmez bir araçtır. Bu detaylı açıklamalar, Taramalı Elektron Mikroskobu'nun temel prensipleri, bileşenleri ve uygulamaları hakkında kapsamlı bir anlayış sunar ve bu cihazın, mikro ve nano ölçekte malzeme analizi ve karakterizasyonunda ne kadar kritik bir rol oynadığını vurgular.

3.5.5 X-ışını kırınımı (XRD) (Weller, 1995; Duckett et al., 2015; Krishnan, 2021; Bodiuzzaman and Pradeep, 2022; Kiani, 2023; Susmitha et al., 2023; Yang et al., 2023)

X-ışını kırınımı (XRD), kristal malzemelerin yapısal özelliklerini incelemeye kullanılan temel bir tekniktir. XRD, bir malzemenin kristal yapı içinde olup olmadığını, kristal hücre boyutlarını, kristal düzlemlerin oryantasyonunu ve kristal yapısında var olan hataları ortaya çıkarmada etkili bir yöntemdir. X-ışını kırınımı, X-ışınlarının angstrom (Å) mertebesindeki dalga boylarını kullanarak malzemelerin iç yapısal özelliklerini detaylı bir şekilde analiz eder. XRD, toplu faz yapısının tanımlanması, faz değişikliklerinin kinetik analizi ve parçacık boyutlarının belirlenmesi gibi birçok farklı uygulamada kullanılır. Tekniğin öne

çıkan özelliklerinden biri, in-situ (yerinde) uygulama imkanı sunmasıdır, yani malzemeler üzerinde gerçek zamanlı olarak analizler yapılabilir.

X-ışını kırınımının temel ilkesi, X-ışınlarının bir kristalin atomik düzlemlerinde difraksiyonunu (kırınımını) kullanmaktır. Bu işlem için, kristal yapıda bulunan malzemeden alınan toz numunesi, bir cam üzerinde hazırlanır ve monokromatik X-ışını bu numuneye yönlendirilir. Toz örnek, belirli bir eksen etrafında döndürülür, böylece X-ışınları kristalin düzlemlerden farklı açılarda yansır. Bu yansıyan X-ışınları ve kristal düzlemler arasındaki ilişki, Bragg Yasası olarak adlandırılan matematiksel bir denkleme uygun olarak tanımlanır. Bu yasa, yansıma açıları ve kristal düzlemleri arasındaki mesafeyi bir formülle ilişkilendirir:

$$n\lambda = 2d \sin \theta \quad (3.21)$$

Burada, n tamsayı bir kırınım sırasını, λ X-ışınının dalga boyunu, d ise kristal örgü düzlemleri arasındaki mesafeyi (katmanlar arası uzaklık) temsil eder. Bragg Yasası, kristal yapı içerisindeki örgü düzlemlerinin arasındaki mesafeyi, yani ' d ' değerini hesaplamada kullanılır. Her kristal örgüsünün kendine özgü ' d ' değerleri bulunur ve bu değerler X-ışınlarının belirli bir 2θ açısında yansımasıyla ilişkilidir. Bu yansıma, XRD spektrumunda bir pik olarak gözlemlenir. Çoklu ' d ' değerleri, bir kristalin özgün örgü düzlemlerini tanımlar ve bu seriler kristalin kendine has " d değeri serisi" olarak ifade edilir. Bu seriler, kristalin atomik yapısını ve kristal örgüsünün özelliklerini tanımlayan temel ölçütlerdir. Her bir pikin konumu ve yoğunluğu, kristalin iç yapısının ayrıntılı bir haritasını sunar ve bu bilgiler, malzemenin kristal yapısının detaylı bir analizini sağlar.

X-ışını kırınımı, temelde, kristal yapıyı ve özelliklerini belirlemek için X-ışınlarının kristal örgü düzlemleri ile etkileşimlerini inceler. Bragg Yasası, kırınımın temel matematiksel ilişkisini sağlar ve bu X-ışını kırınımının kristal yapıları ve özellikleri hakkında bilgi sağlamasına olanak tanır. Örneğin, d değerlerini belirleyerek, kristal malzemenin atomik düzenini, kristal simetrisini ve kristal kusurlarını anlayabiliriz. Ayrıca, X-ışını kırınımı, kristal büyüklüğü ve şekli gibi nano yapı özelliklerini belirlemek için de kullanılır.

XRD analizi, malzeme bilimi, jeoloji, fizik ve kimya gibi bir dizi disiplinde, ayrıca endüstriyel uygulamalarda da esastır. X-ışını kırınımı, yeni malzemelerin geliştirilmesi, mevcut malzemelerin optimizasyonu ve kalite kontrolü gibi konularda kritik bilgiler sağlar. Bu teknik, yeni kristal yapıları keşfetme, malzemelerin termal ve mekanik özelliklerini anlama ve malzemelerin işlenmesi ve performansı üzerindeki mikro yapısal etkileri değerlendirme gibi bir dizi uygulamada kritik öneme sahiptir.

Bununla birlikte, XRD analizi, doğru ve ayrıntılı sonuçlar elde etmek için deneyim ve uzmanlık gerektirir. X-ışını kırınımı verilerinin doğru analizi, kristal yapıları ve malzeme özelliklerini doğru bir şekilde belirlemek için kritik öneme sahiptir. Ayrıca, X-ışını kırınımı, diğer karakterizasyon teknikleri ile birlikte kullanıldığında, malzemelerin daha kapsamlı bir karakterizasyonunu sağlayabilir. Örneğin, X-ışını kırınımı, elektron mikroskopisi ve atomik kuvvet mikroskopisi gibi diğer tekniklerle birlikte kullanılarak, malzemelerin mikro ve nano ölçekteki yapılarını ve özelliklerini daha derinlemesine anlamamıza yardımcı olabilir.

3.5.6 Sıvı Sintilasyon Spektrometresi/Sayacı (LSC) (Grum et al., 1971; Kim, 1971; McDowell, 1971; Hash, 1972; Peng, 1975; Gibson, 1976; Kisielecki and Buess, 1976; Wigfield, 1976)

Sintilasyon sayım sistemleri, radyasyon deteksiyonu için önemli ve etkili araçlardır. Bu sistemlerin temel çalışma prensibi, radyasyonun sintilatör (pırıldama) özelliğine sahip bir madde ile etkileşime girmesi ve ortaya çıkan pırıldamayı (sintilasyon) detekte etmeye dayanır. Radyasyon, sintilatör maddesinin atomlarını veya moleküllerini uyarır, bu uyarılma sonucunda ortaya çıkan enerji, ultraviyole veya görünür ışık formunda emisyon (pırıldama) olarak serbest bırakılır. Bu pırıldama, daha sonra fotoçoğaltıcı bir tüp (photomultiplier tube, PMT) yardımıyla elektriksel bir sinyale dönüştürülür.

İki tip sintilasyon olayı vardır: Floresans ve fosforesans. Floresans, radyasyonun soğurulmasından sonraki 10^{-8} saniye veya daha kısa sürede meydana gelen hızlı pırıldamadır. Fosforesans ise, radyasyonun soğurulmasından çok daha uzun süreler sonra meydana gelen yavaş pırıldamadır. Röntgen'in 1895 yılında X-ışınlarını keşfetmesi, çinko sülfürde radyasyonun soğurulması ile görünür ışık emisyonu sonucunda gerçekleşmiştir.

Sintilasyon detektörleri genelde şu bileşenleri içerir: Sintilatör madde, ışık toplayıcı ve fotoçoğaltıcı tüp. Radyasyon, sintilatör madde ile etkileşime girer ve pırıldama ışığını oluşturur. Bu ışık, ışık toplayıcı tarafından toplanır ve fotoçoğaltıcı tüpüne yönlendirilir. Fotoçoğaltıcı tüp, pırıldama ışığını elektriksel bir sinyale dönüştürür ve bu sinyal, daha sonra işlenir ve analiz edilir. Sintilasyon sürecinde kullanılan maddeler, iki temel gruba ayrılarak incelenir: inorganik ve organik sintilatörler. İnorganik sintilatörler, çeşitli kristal yapılar, amorf katılar ve gazlar gibi çeşitli maddeleri kapsarken, organik sintilatörler ise organik kristaller, sıvılar ve plastik esaslı bileşiklerden oluşur. Beta radyasyonunun nicel ve nitel analizlerinde kullanılan sıvı sintilasyon sayım yöntemi, özellikle etkili bir tekniktir. Bu yöntemde, incelenen örnekler aromatik çözücüler (örneğin benzen ya da toluen gibi) içinde eritilir ve bu çözeltiye florofor denilen az miktarda bir flor bileşiği ilave edilir. Beta parçacıklarından gelen enerji, çözücü moleküllerine aktarılır ve bu moleküller, ışık yayan bir pırıldama ile bu enerjiyi yayarak başlangıç durumuna geri

döner. Bu süreç, sıvı sintilasyon sayımı olarak adlandırılır. Sintilasyon olayının matematiksel temsilinde genellikle şu formül kullanılır:

$$N = N_0 e^{-\mu x} \quad (26)$$

N : Detektör tarafından algılanan pırıldama sayısı,

N_0 : Başlangıçtaki pırıldama sayısı,

μ : Madde tarafından soğurulan radyasyonun oranı,

x : Madde kalınlığı.

Sintilatörden çıkan pırıldama fotonu, fotoçoğaltıcı tüp tarafından elektriksel bir sinyale dönüştürülür. Bu dönüşüm, genellikle fotoçoğaltıcı tüpün içindeki fotokatot tarafından gerçekleştirilir. Fotokatot, gelen fotonları elektronlara dönüştürür. Bu elektronlar, daha sonra fotoçoğaltıcı tüpün içindeki bir dizi dinot tarafından çoğaltılır. Elektronların bu çoğaltılması, gelen fotonun enerjisini temsil eden büyük bir elektriksel pulsu oluşturur. Pulsun büyüklüğü, radyasyonun enerjisi ile doğru orantılıdır, bu da analiz için önemli bir parametredir.

Sintilasyon sayım sistemlerinin etkinliği ve hassasiyeti, kullanılan sintilatör maddesinin, fotoçoğaltıcı tüpün ve diğer sistem bileşenlerinin kalitesine bağlıdır. Ayrıca, sistem tasarımı ve kullanılan analiz yöntemleri de, sonuçların doğruluğu ve güvenilirliği üzerinde önemli bir etkiye sahiptir. Sonuç olarak, sintilasyon sayım sistemleri, radyasyon deteksiyonu ve analizi için güçlü ve etkili araçlardır. Bu sistemler, radyasyonun enerji seviyesini ve diğer özelliklerini ölçerek, radyoaktif maddelerin ve radyasyonun etkilerinin daha iyi anlaşılmasını ve kontrol edilmesini sağlar.

3.6 Stronsiyum Alım Denemeleri

Bu çalışmada, prob molekülleri ile hazırlanan aljinat biyopolimerlerinin stronsiyum adsorpsiyon kapasiteleri incelenmiştir. Çalışma, termostat kontrollü su banyolu bir çalkalayıcıda kesikli yöntem kullanılarak yürütülmüştür. Farklı konsantrasyonlardaki ve pH değerlerindeki stronsiyum içerikli çözeltiler, değişken süre ve sıcaklık koşullarında aljinat biyopolimerleri ile etkileştirilmiştir. Deney sonrası, prob molekülü içeren biyosorbentler ve çözeltiler, standart filtre kâğıdı kullanılarak ayrıştırılmıştır. Çözeltide kalan stronsiyum miktarları, ICP-OES cihazı ile saptanmıştır. Deneyler, en az iki kez tekrarlanmış ve elde edilen verilerin ortalaması alınmıştır. Adsorbanın birim kütlesi başına adsorbe edilen stronsiyum miktarı (q_e , mg/g), adsorpsiyon yüzdeleri (%) ve dağılma katsayıları (K_d , mL/g),

başlangıç ve denge konsantrasyonlarındaki farklılıklar temel alınarak hesaplanmıştır. Bu hesaplamalar, belirlenen formüller kullanılarak yapılmıştır.

$$q_e = \frac{(C_i - C_e)V}{W} \text{ (mg/g)} \quad (27)$$

$$\% \text{Adsorpsiyon verimi} = \frac{(m_i - m_e)V}{m_i} \times 100 \quad (28)$$

$$K_d = \frac{(m_i - m_e)V}{m_e} \text{ (mL/g)} \quad (29)$$

C_i stronsiyumun başlangıçtaki konsantrasyonunu (mg/L) gösterirken, C_e dengedeki stronsiyum konsantrasyonunu (mg/L) temsil eder. m_i başlangıçta uygulanan stronsiyum miktarını (μg) ifade ederken, m_e adsorpsiyon sonrasında çözeltide kalan stronsiyum miktarını (μg) gösterir. V , çözeltinin hacmini (mL) belirtirken, W ise kullanılan adsorban miktarını (g) yansıtır.

3.7 Matriks İyonlar İçeren Ortamlarda Adsorpsiyon Davranışlarının İncelenmesi

Stronsiyumun, Xylenol Orange Hidrojel (XOH) ve Murexide Tetraethoxysilane Aljinat Hidrojel (MTH) küreciklerine adsorpsiyonunda çeşitli matriks iyonlarının etkisinin belirlenmesi amacıyla, Meriç Nehri ve Van Gölü'nden alınan su örnekleri kullanılmıştır. Göl ve nehir su örnekleri, XOH ve MTH kürecikleriyle uygun adsorpsiyon koşullarında etkileştirilmiştir. Ardından, su örneklerinde başlangıçta belirlenen Al(III) , Ni(II) , Sr(II) ve U(VI) iyonları seçilmiştir. Çözeltideki metal iyonu derişimleri, ICP-OES kullanılarak ölçülmüştür.

4. BULGULAR VE TARTIŞMA

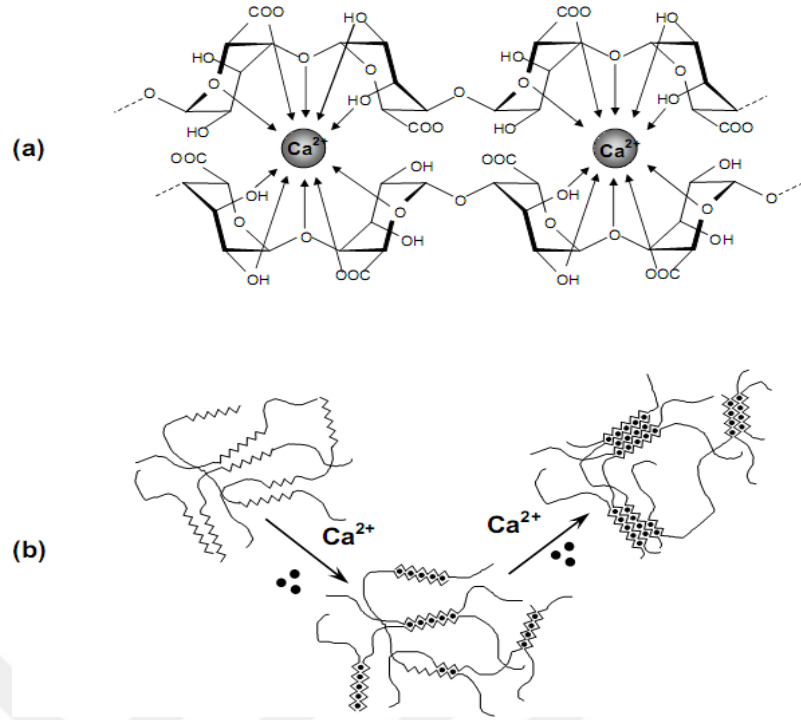
Kolorimetrik Aljinat hidrojel kürecikleri, kolorimetrik özellikleri nedeniyle, iki ana bileşenden oluşur. İlki, kolorimetrik prob moleküllerini koruyarak kabuk işlevi gören ve stronsiyum adsorpsiyonunda kritik bir rol oynayan aljinat molekülleridir. İkincisi ise stronsiyum tespiti amacıyla kullanılan kolorimetrik prob molekülleridir. Bu bileşenlerle oluşturulan kompozit yapı, yani renkli prob molekül içeren aljinat hidrojel kürecikleri hazırlanarak stronsiyum deteksiyonunda nasıl rol oynadığı araştırılmıştır.

4.1 Aljinat Biyopolimerlerinin Özellikleri

Aljinat hidrojel küreciklerinin hazırlanması ve karakterizasyonu, stronsiyum tespiti için oldukça önemlidir. Aljinatın özellikleri ve kalsiyum klorür (CaCl_2) çözeltisi kullanılarak yapılan Ca^{2+} iyonları ile çapraz bağlama, bu sürecin temel adımlarından biri olmaktadır.

Aljinat, deniz yosunlarından elde edilen doğal bir biyopolimer olup, β -D-mannuronik asit (M) ve α -L-guluronik asit (G) monomerlerinin rastgele sıralanmasından meydana gelir. Bu monomerlerin dizilimi aljinatın kimyasal ve fiziksel özelliklerini belirler, özellikle α -L-guluronik asit bloklarının divalent katyonlarla güçlü çapraz bağlar oluşturması jel oluşumunu destekler. Yumurta kabuğu modeli, aljinatın divalent katyonlarla etkileşimini betimlemek için kullanılır. Bu modelde, Ca^{2+} gibi divalent katyonlar, aljinat zincirlerindeki guluronik asit blokları arasında köprüler kurarak şelatlanır ve bu etkileşim, zincirlerin bir araya gelerek geniş bir polimer ağı oluşturmasını sağlar.

Ca-aljinat biyopolimerinin dönüşüm oranı, Na-aljinat'ın CaCl_2 ile tepkimeye girerek Ca-aljinat'a dönüşmesinin verimliliğini ifade eder. Örneğin, %96 gibi yüksek bir dönüşüm oranı, bu reaksiyonun oldukça verimli olduğunu gösterir. Kalsiyum iyonlarının (Ca^{2+}) aljinat ile reaksiyonu, genellikle "**Yumurta Kabuğu Modeli**" olarak adlandırılır ve bu model iki temel süreci kapsar. İlk olarak, Şekil 4.1 (a) divalent katyonların şelatlanması gerçekleşir. Bu aşamada, Ca^{2+} gibi divalent katyonlar, aljinat zincirlerindeki guluronik asit bloklarına bağlanarak şelat oluştururlar. İkinci süreç, Şekil 4.1(b)'de görüldüğü gibi zincirlerin bir araya gelmesidir. Şelatlanma sonucunda, aljinat zincirleri arasında köprüler oluşur ve bu köprüler, zincirlerin birleşerek daha büyük ve daha karmaşık bir polimer ağı oluşturmasını sağlar. Mørch'un 2008 yılında yaptığı çalışmalarda bu süreçler detaylandırılmıştır ve aljinatın jelleşme mekanizmasının anlaşılmasında önemli bir yer tutmaktadır (Mørch,2008).



Şekil 4.1 Ca^{2+} iyonlarının aljinat ile reaksiyonu (Yumurta kabuğu modeli), (a) Divalent katyonların şelatlanması, (b) Zincirlerin bir araya gelmesi (Gok et al., 2013).

4.2 Kolorimetrik Prob Moleküller ile Yapılan Çalışmalar

Doktora tez çalışmasında, stronsiyum sulara tespiti için çeşitli kolorimetrik prob molekülleri incelenmiştir. Bu moleküller arasında Murexide, Xylenol Orange, Arsenazo (III), Metil Timol Mavisi, Thorin, Tiazol orange, PAR (pyridyl azo resorcinol) gibi maddeler bulunmaktadır. Bu moleküllerin stronsiyum tespitindeki etkinlikleri, RGB analizleri ile UV-VIS spektrofotometrik ölçümler aracılığıyla doğrulanmıştır.

Bu analizlerin gerçekleştirilmesi için, 0,003 gram kolorimetrik kimyasal ajan, 5 ml saf su içinde çözülerek %0,06 konsantrasyonunda çözeltiler hazırlanmıştır. Ardından, 250 mg/L konsantrasyonundaki $Sr(II)$ stok çözeltisinden çeşitli konsantrasyonlarda (1, 3, 5, 7, 10, 50, 100, 150, 200, 250 mg/L) $Sr(II)$ çözeltileri hazırlanmıştır. Her bir örnek için, 2,5 ml $Sr(II)$ çözeltisi ile 0,5 ml kolorimetrik ajan çözeltisi karıştırılarak test örnekleri hazırlanmıştır.

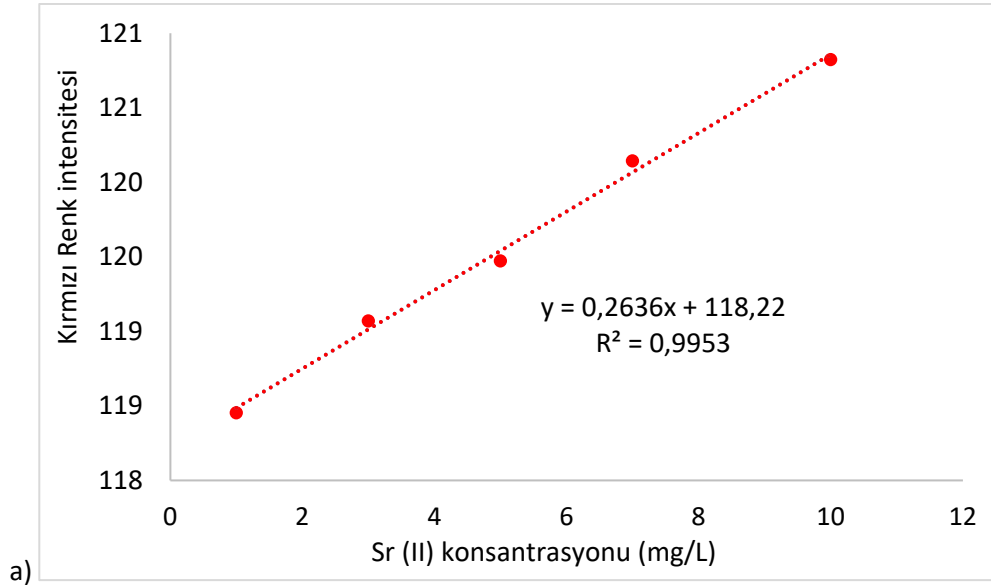
Bu örneklerin analizi, ilk olarak dijital bir kamera kullanılarak RGB ölçümleri ile başlamış ve sonrasında 96 kuyucuklu plaka üzerinde her bir örnekten 100 mikrolitre alınarak UV-Vis spektrofotometresinde 400-700 nm dalga boyu aralığında spektral analizler yapılmıştır. Bu çalışmalar, kolorimetrik prob moleküllerinin stronsiyum tespitindeki etkinliğini ve güvenilirliğini değerlendirmek için önemlidir.

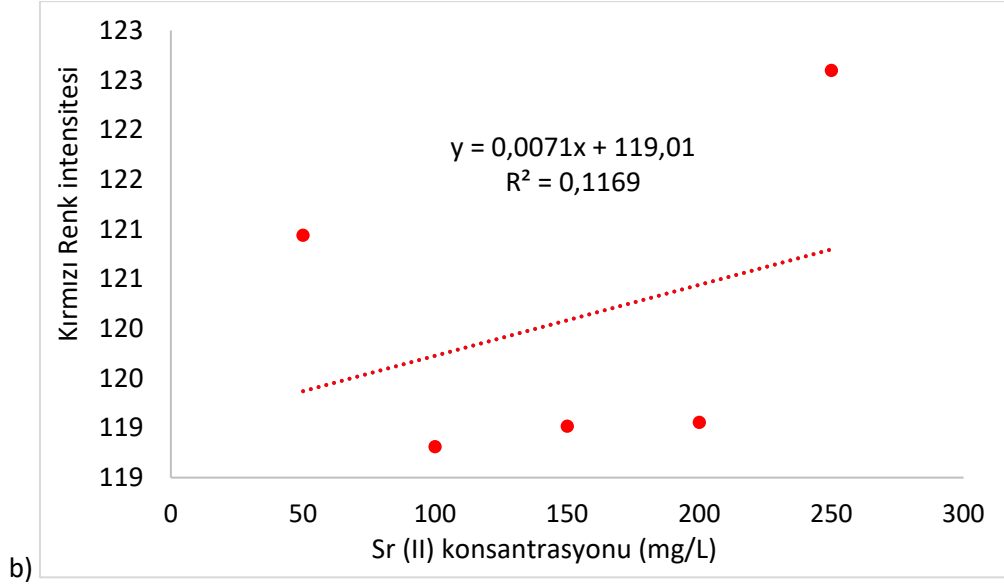


Şekil 4.2 Soldan sağa doğru Xylenol Orange, Murexide, Metil Timol mavisi, Arsenazo (III), Thorin, PAR, Tiazol Orange renkleri

Şekil 4.2'te sunulan görsele göre, %0,06 konsantrasyonda kolorimetrik ajan çözeltileri hazırlanmıştır. Hazırlanan kolorimetrik ajan çözeltileri, farklı konsantrasyonlardaki Sr(II) çözeltileri ile etkileştirilerek test edilmiştir. Bu süreç, kolorimetrik ajanların çözünürlüğü ve stronsiyum tespiti kapasitesinin değerlendirilmesi açısından önem taşımaktadır.

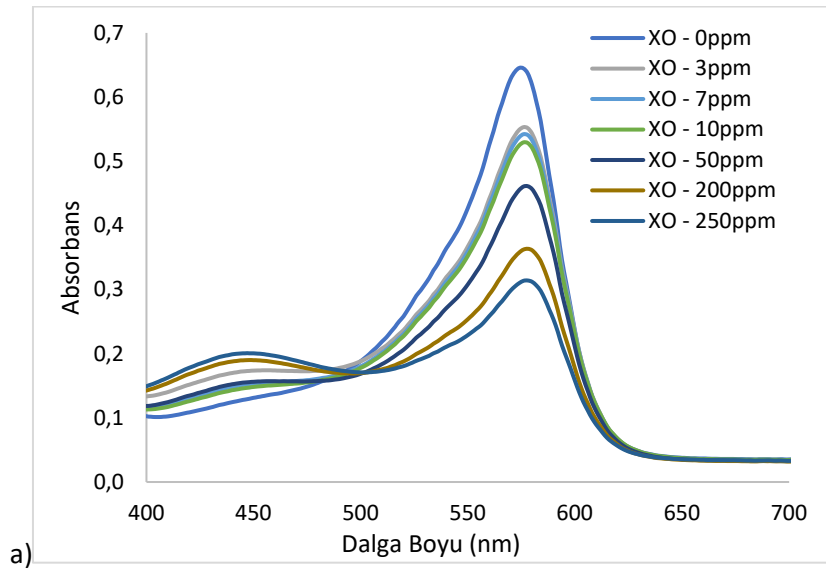
Şekil 3.2'de sunulan verilere göre, Xylenol Orange, Murexide, Metil Timol Mavisi, Arsenazo (III), Thorin, PAR ve Tiazol Orange kolorimetrik çözeltiler, farklı konsantrasyonlardaki Sr(II) ile etkileşime girmiş ve etkileşim gözlemlenmiştir. Bu etkileşimler Sr(II)'nin 0, 1, 3, 5, 7, 10, 50, 100, 150, 200, 250 mg/L konsantrasyonları için incelenmiştir. Ancak, Tiazol Orange çözeltisi ile yapılan deneylerde, herhangi bir renk değişimi algılanmamıştır. Bu durum, Tiazol Orange'ın Sr(II) ile olan etkileşim kapasitesinin sınırlı veya yok olduğunu göstermektedir. Diğer çözeltilerdeki renk değişimleri, Sr(II) konsantrasyonlarına bağlı olarak değişkenlik göstermiş olup bu durum kolorimetrik ajanların stronsiyum tespitindeki etkinliğini değerlendirmek için önemli bir veri sağlamaktadır.

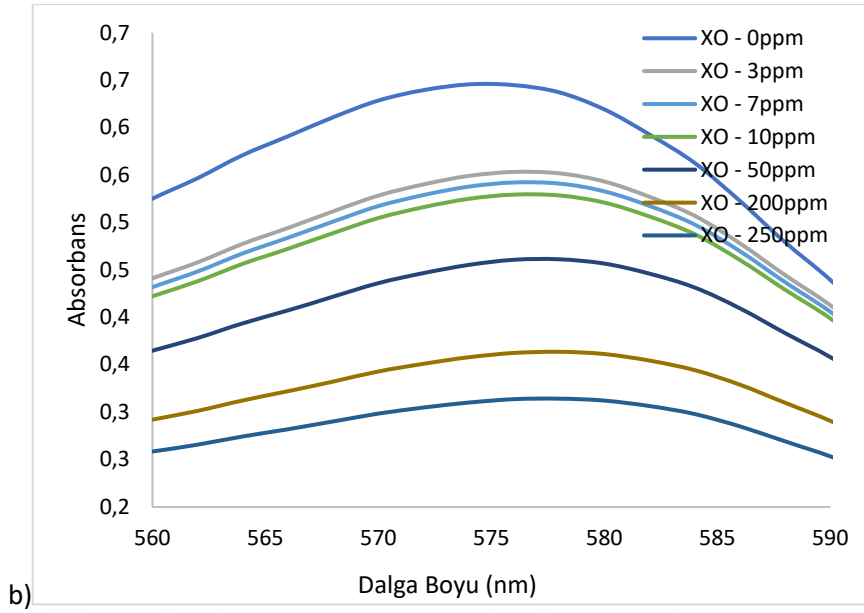




Şekil 4.3 Xylenol Orange ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşimi sonucu kırmızı renk intensite değişimi

Xylenol Orange kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, 1 ila 10 mg/L aralığı için kırmızı renk kanalında lineer bir artış gözlemlenmiştir (Şekil 4.3). Bu, düşük konsantrasyonlardaki Sr(II) varlığında Xylenol Orange çözeltisinin renk değişimine duyarlı olduğunu gösterir. Ancak, 10 mg/L'den 250 mg/L'e kadar olan daha yüksek konsantrasyon aralığında, anlamlı bir sonuç elde edilememiştir. Bu durum, Xylenol Orange'ın bu konsantrasyon aralığında Sr(II) ile etkileşiminin sınırlı veya tespit edilemeyecek düzeyde olduğunu işaret eder. Bu sonuç, Xylenol Orange'ın stronsiyum tespitinde kullanımının düşük konsantrasyonlarda daha etkili olduğunu ve yüksek konsantrasyonlarda alternatif yöntemlerin veya maddelerin kullanılması gerektiğini gösterir. Bu bilgi, stronsiyum tespiti için kolorimetrik analizlerin optimizasyonu ve etkinlik değerlendirmelerinde önemli bir rol oynayabilir.

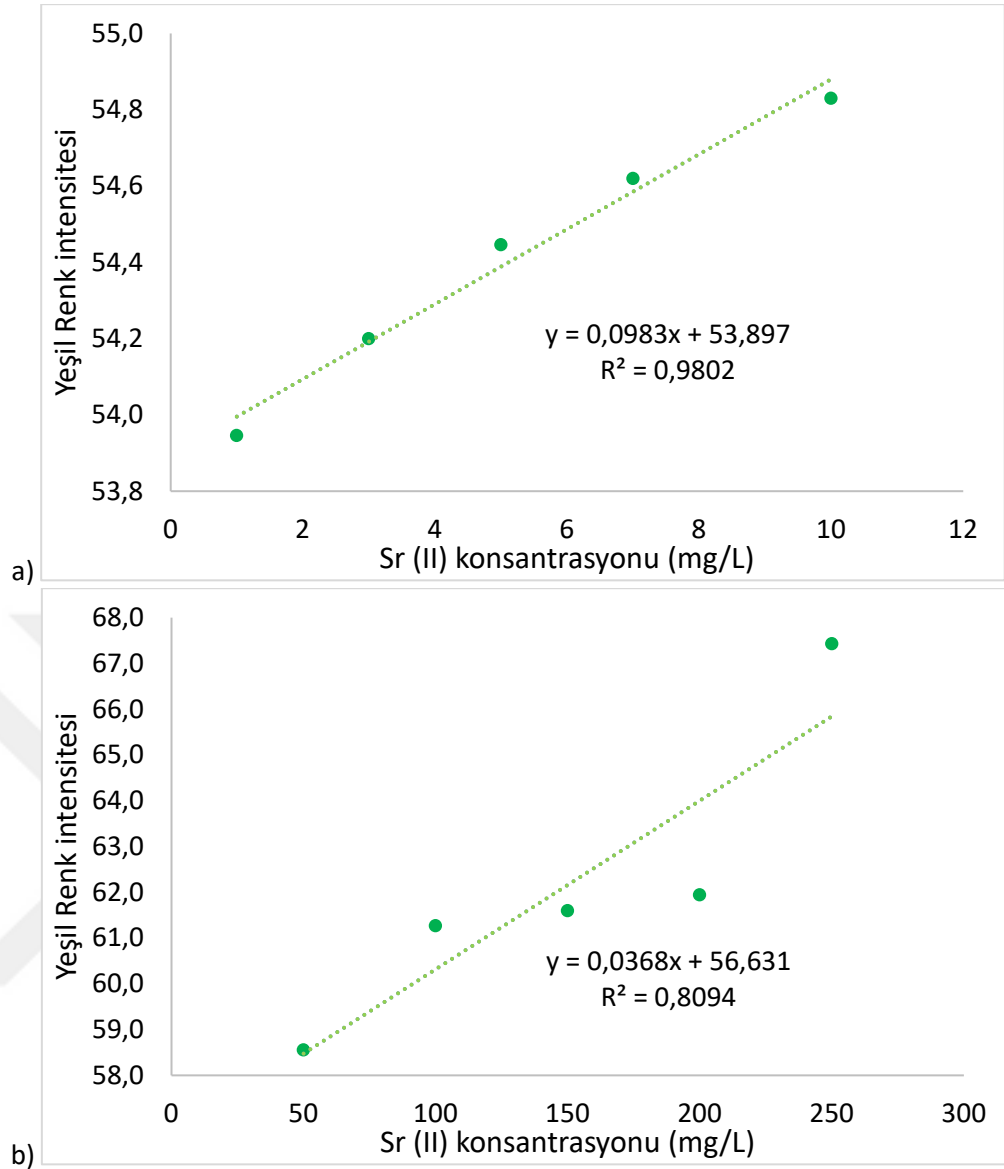




Şekil 4.4 Xylenol Orange ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)560-590nm aralığı UV-VIS Spektrumları

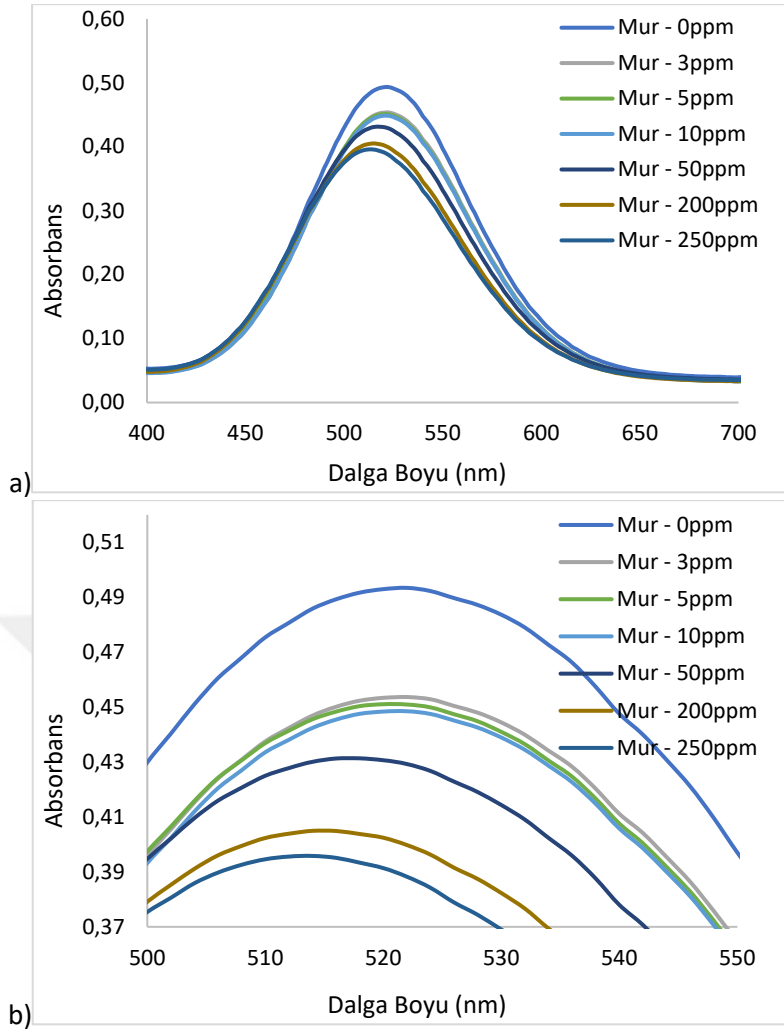
Şekil 4.4'de sunulan verilere göre, 575-580 nm dalga boyları arasında, Sr(II) konsantrasyonu arttıkça absorbansta bir azalma gözlemlenmiştir. Bu dalga boyları insan gözü tarafından sarı renk olarak algılanır. Sarı renk, kırmızı ve yeşil renklerin farklı tonlarda birleşmesiyle oluşur. UV-VIS spektrum analizleri, sarı rengin absorbansta konsantrasyon artışıyla azaldığını göstermektedir. Sarı rengin absorbanstaki azalma, daha fazla kırmızı ve yeşil ışığın yansımaya yol açar. Bu durum, RGB analizlerinde, düşük Sr(II) konsantrasyonundan yüksek Sr(II) konsantrasyonuna doğru, kırmızı ve yeşil renklerin intensitelerinin artması beklentisini doğurur.

Şekil 4.5'te gösterilen veriler, 0-10 mg/L aralığında kırmızı rengin intensite değerindeki artışın, UV-VIS spektrofotometrik analiz sonuçlarıyla uyumlu olduğunu göstermektedir. Bu uyum, kolorimetrik analizlerin doğruluğunu ve Sr(II) konsantrasyonlarına bağlı renk değişimlerinin doğru bir şekilde tespit edildiğini gösterir. Bu bulgular, Xylenol Orange ile Sr(II) tespiti için yapılan kolorimetrik analizlerin etkinliğinin anlaşılmasında ve doğrulanmasında önemli bir yer tutar.



Şekil 4.5 Murexide ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) konsantrasyonlarında etkileşim sonucu yeşil renk intensite değişimi

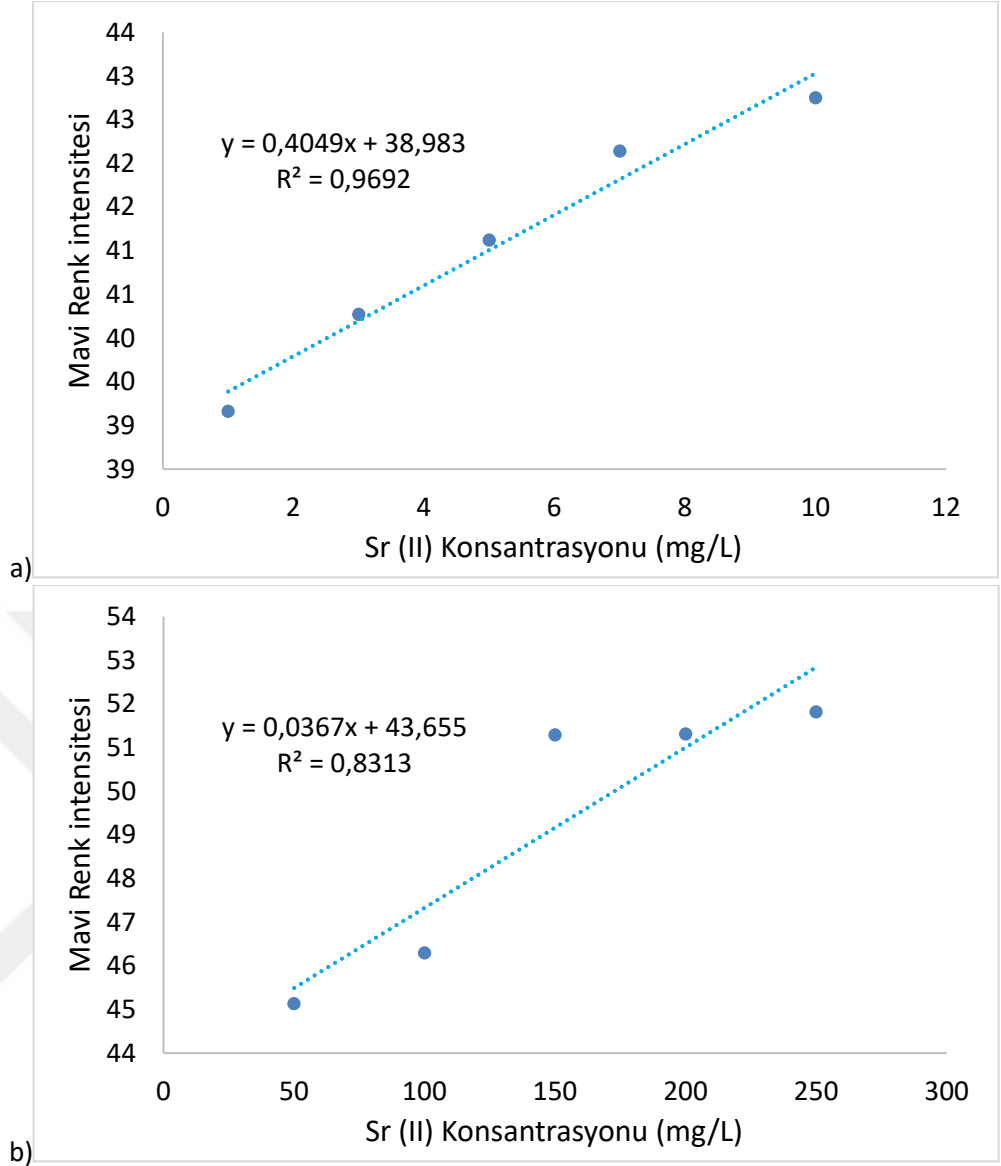
Murexide kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, Şekil 4.5'e göre, 1-250 mg/L aralığında yeşil renk kanalında lineer bir artış gözlemlenmiştir. Bu, düşük ve orta konsantrasyon aralıklarında Murexide'nin Sr(II) ile olan etkileşiminin renk değişimi ile tespit edilebilir olduğunu gösterir. Ancak, 50-250 mg/L aralığında yeşil renkteki bu lineer artışın bozulduğu görülmüştür. Bu bozulma, Murexide'nin yüksek Sr(II) konsantrasyonlarında renk değişimine duyarlılığının azaldığını veya başka faktörlerin etkileşimi sonucu lineerliğin kaybolduğunu işaret edebilir. Bu gözlem, kolorimetrik analizlerin Sr(II) tespiti için kullanımının bazı sınırlılıklara sahip olduğunu ve özellikle yüksek konsantrasyon aralıklarında alternatif yöntemlerin veya maddelerin gerekliliğini vurgular. Bu bulgular, stronsiyum tespiti için kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesi sürecinde dikkate alınması gereken önemli faktörler arasında yer alır.



Şekil 4.6 Murexide ile 1-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)500-550nm aralığı UV-VIS Spektrumları

Şekil 4.6'dan elde edilen verilere göre, Murexide ve Sr(II) arasındaki etkileşim sırasında, 514-522 nm dalga boylarında Sr(II) konsantrasyonunun artmasıyla absorbansta bir azalma gözlemlenmiştir. Bu dalga boyları insan gözü tarafından yeşil renk olarak algılanır. UV-Vis spektrum analizleri, yeşil rengin Sr(II) konsantrasyonu arttıkça absorban değerinde bir azalma göstermektedir. Bu durum, yeşil rengin absorbanlarının azalmasıyla daha fazla yeşil ışığın yansımaya yol açar.

Bu gözlem, RGB analiziyle uyumlu sonuçlar doğurur. Düşük Sr(II) konsantrasyonundan yüksek Sr(II) konsantrasyonuna doğru, yeşil rengin intensitesinin artması beklenir. Şekil 6'da sunulan veriler, 1-250 mg/L Sr(II) konsantrasyon aralığında yeşil rengin intensite değerindeki artışın UV-Vis analiz sonuçlarıyla uyumlu olduğunu gösterir. Bu uyum, Murexide'nin Sr(II) tespitinde kolorimetrik ajan olarak kullanılabilirliğini ve bu yöntemin doğruluğunu destekler. Ayrıca, bu bulgular Sr(II) tespiti için kolorimetrik metodolojinin geliştirilmesi ve iyileştirilmesi sürecinde önemli bir rol oynar.

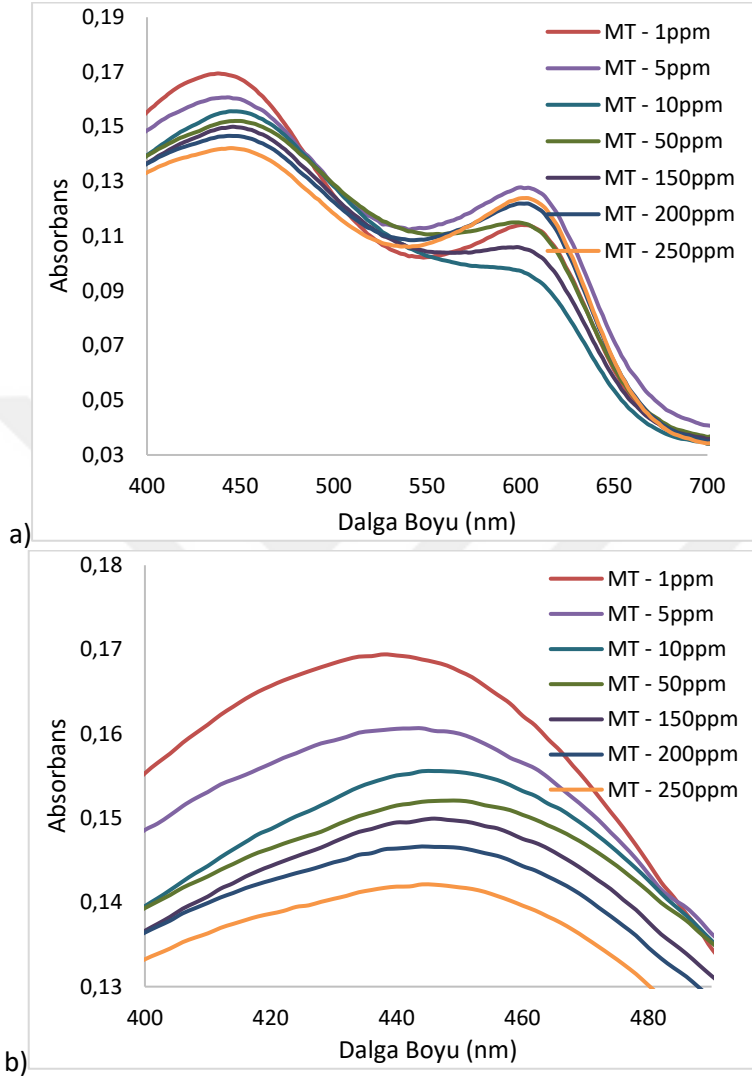


Şekil 4.7 Metil Timol Mavisi ile a)1-10mg/L b)50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi

Metil Timol Mavisi kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, 1-250 mg/L konsantrasyon aralığında mavi renk kanalında lineer bir artış gözlemlenmiştir. Bu bulgu, Metil Timol Mavisi'nin düşük ve orta konsantrasyonlardaki Sr(II) ile etkileşiminde renk değişiminin belirgin olduğunu gösterir. Ancak, 150-250 mg/L konsantrasyon aralığında mavi renkteki bu artışın belirgin şekilde azaldığı tespit edilmiştir.

Bu azalmanın muhtemel sebebi, 150 mg/L'den itibaren, Sr(II) iyonlarının etkileşimde bulunabileceği Metil Timol molekülleri sayısında bir azalma olmasıdır. Yüksek konsantrasyonlarda, mevcut Metil Timol moleküllerinin yüksek konsantrasyondaki Sr(II) iyonu ile etkileşimde bulunamaması bu duruma yol açabilir. Bu sonuç, Metil Timol Mavisi'nin Sr(II) tespiti için kolorimetrik analizlerde kullanımının belli bir konsantrasyon aralığına daha uygun olduğunu ve

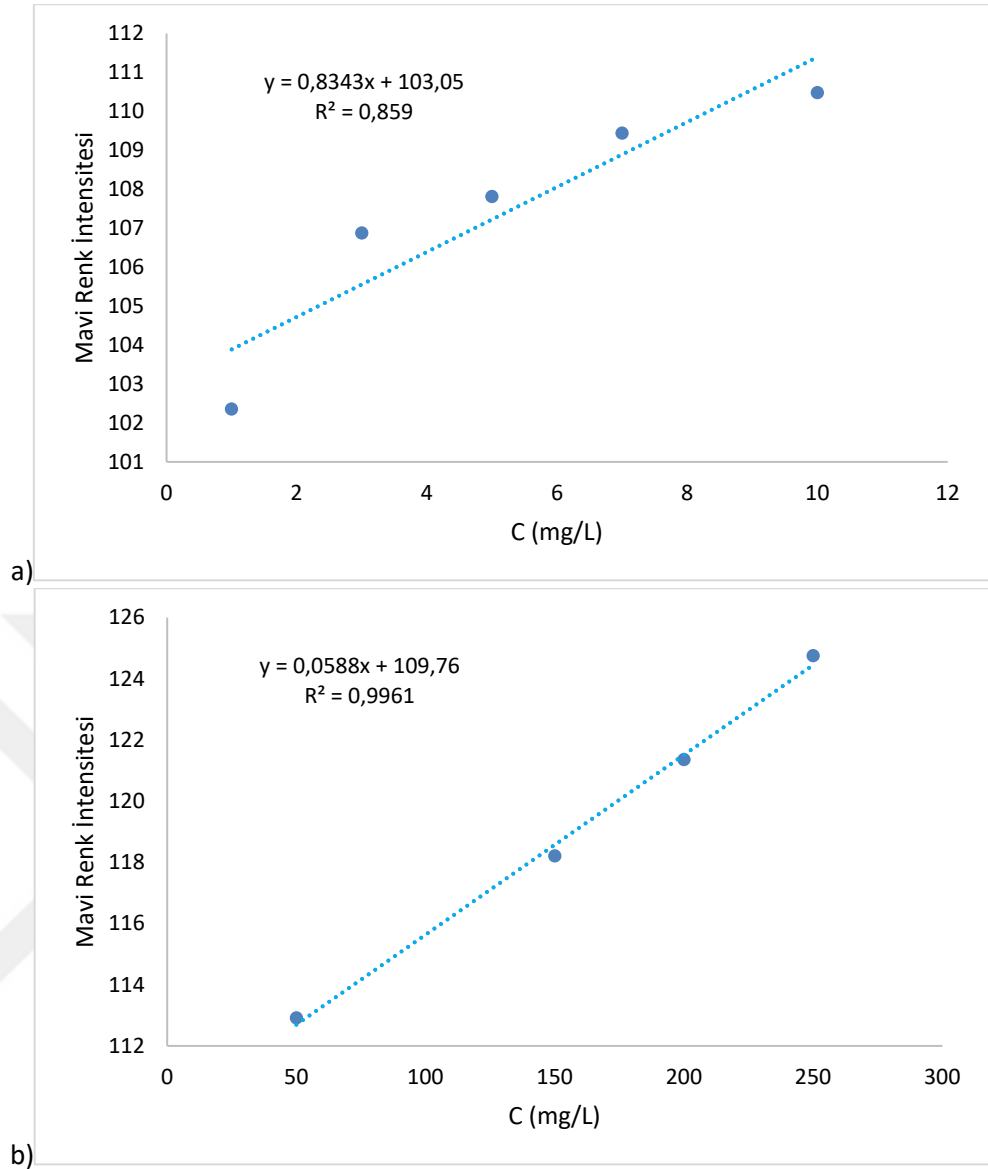
yüksek konsantrasyonlarda alternatif yöntemler veya maddelerin gerekli olabileceğini gösterir. Ayrıca, bu bulgular kolorimetrik analiz metodolojisinin geliştirilmesi ve optimizasyonu sürecinde dikkate alınması gereken önemli bir faktör olarak ön plana çıkar.



Şekil 4.8 Metil Timol mavisi ile 1-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)400-480nm aralığı UV-Vis Spektrumları

Şekil 4.8'de sunulan UV-Vis spektrum analizinden, görünür bölgede iki farklı pik tespit edilmiştir: biri 440 nm'de mavi renkte ve diğeri 600 nm'de turuncu renkte. Metil Timol Mavisi'nin Sr(II) ile etkileşimi sonucunda oluşan bu spektral özellikler, RGB değerlerinde belli bir değişim öngörülmesine yol açar. 440 nm'deki absorbans mavi rengin artışı, 600 nm'deki absorbans ise hem kırmızı hem de yeşil renklere orantılı bir değişimi göstermesi beklenir.

Ancak, Şekil 4.7'de gösterildiği üzere, 1-250 mg/L konsantrasyon aralığında mavi renk intensitesinde lineer bir artış gözlemlenmişken, UV-Vis spektrum analizlerinde bu durum gözlemlenememiştir.

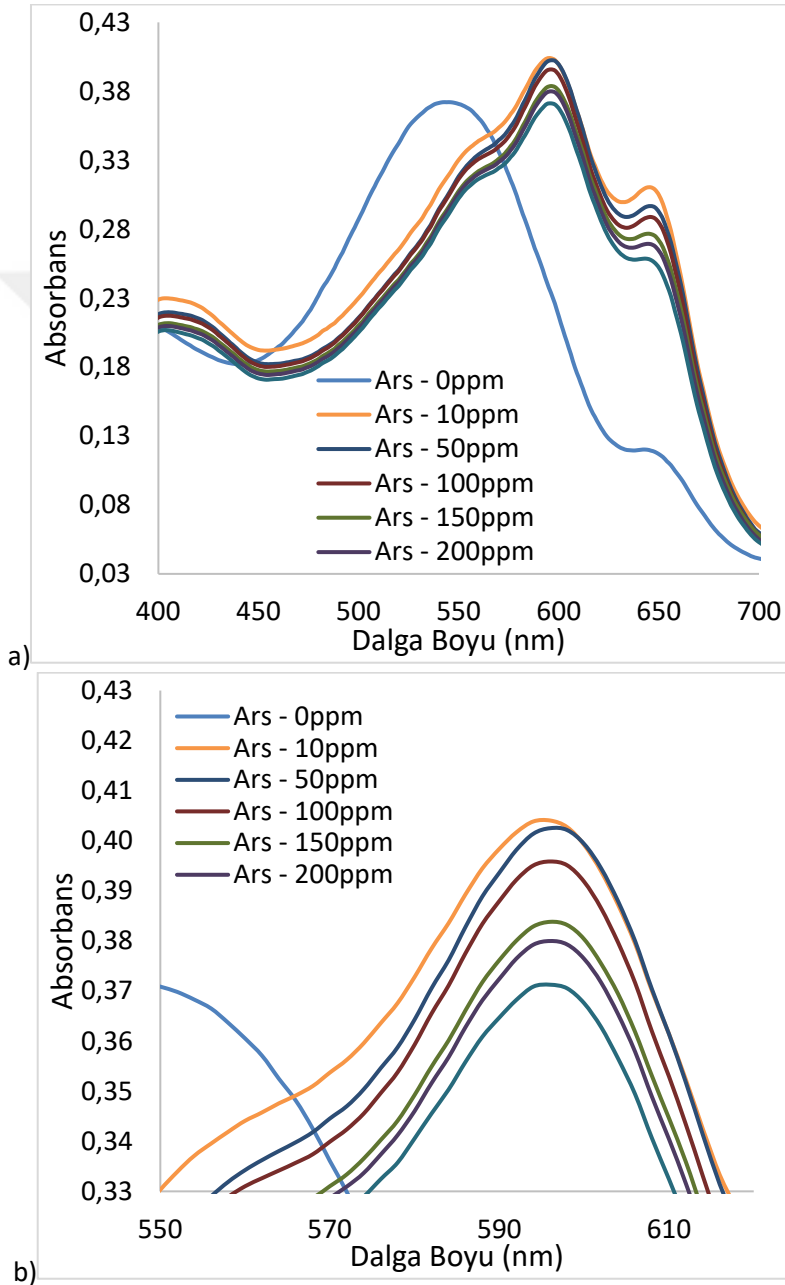


Şekil 4.9 Arsenazo (III) ile a) 1-10mg/L b) 50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi

Arsenazo (III) kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, 1-250 mg/L konsantrasyon aralığında mavi renkte lineer bir artış gözlemlenmiştir. Bu gözlem, Arsenazo (III)'ün mavi renk kanalında Sr(II) ile etkileşiminin belirgin olduğunu gösterir. Ancak, kırmızı ve yeşil renk kanallarında gözlemlenen değişimlerden anlamlı bir sonuç elde edilememiştir.

Bu durumun nedeni, UV-Vis spektrum analizinde kırmızı ve yeşil renklerin birden fazla absorbans pikinde absorbe olması olabilir. Bu çoklu absorbans pikleri, kırmızı ve yeşil renklerdeki değişimlerin daha karmaşık ve yorumlanması zor olmasına yol açar. Diğer yandan, mavi renk kanalındaki değişimlerin daha belirgin ve lineer oluşu, mavi rengin absorbansının esas olarak violet renginin absorbansı sırasında gerçekleşmesinden kaynaklanabilir. Bu, mavi renk üzerinden yapılan RGB analizinin daha doğru ve güvenilir sonuçlar vermesini sağlar.

Bu bulgular, Arsenazo (III) ile yapılan kolorimetrik analizlerin, özellikle mavi renk kanalında, Sr(II) konsantrasyonlarının tespiti için kullanılabilir olduğunu gösterir. Aynı zamanda, kırmızı ve yeşil renk kanallarında gözlemlenen değişimlerin daha detaylı analizini gerektirebilir, böylece bu kanallar üzerinden elde edilen sonuçların anlamı ve kullanımı daha iyi anlaşılabilir. Bu tespitler, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde önemli bir rol oynayabilir.



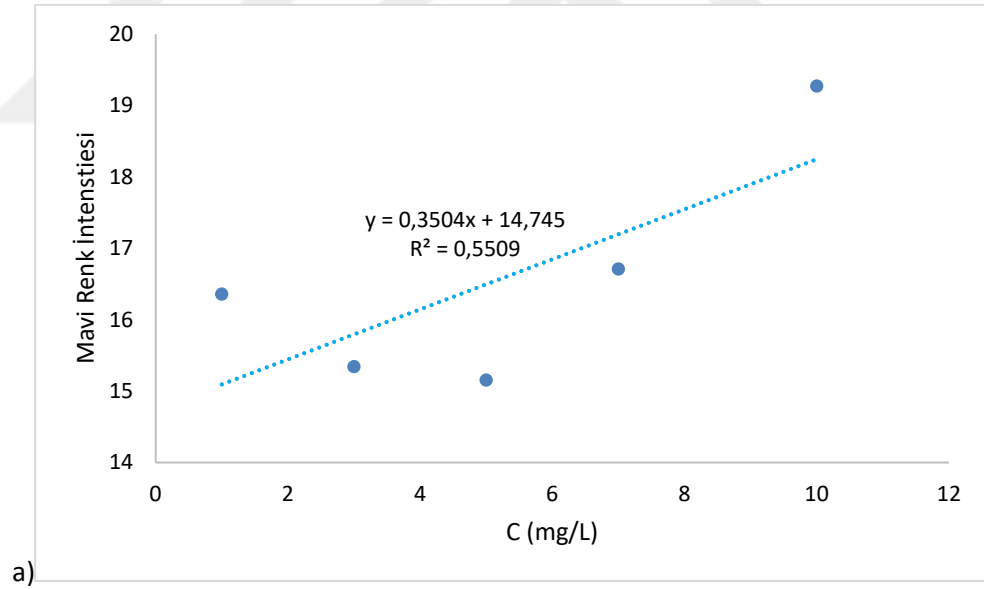
Şekil 4.10 Arsenazo (III) ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)550-620nm aralığı UV-Vis Spektrumları

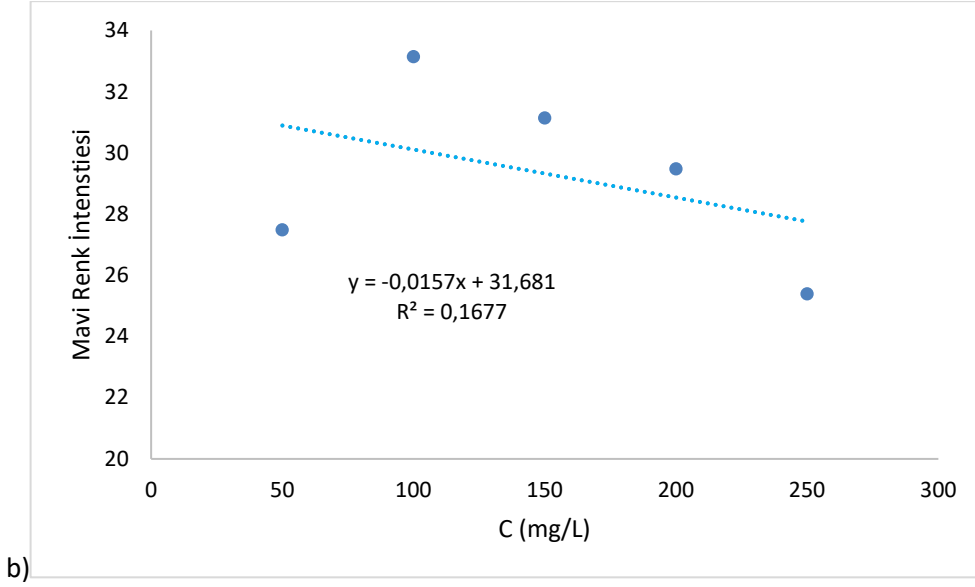
Şekil 4.10'daki veriler, UV-Vis spektrum analizinde 400-425 nm (violet, mavi ve kırmızının birleşimi), 590-600 nm (turuncu, kırmızı ve yeşilin birleşimi)

ve 640-650 nm (kırmızı) aralıklarında üç ayrı pik olduğunu göstermektedir. Bu pikler, farklı renklerin absorbe edildiği dalga boylarını temsil eder.

RGB analiz sonuçlarına bakıldığında, kırmızı ve yeşil renklerde kaotik bir değişim gözlemlenirken, mavi renk kanalında lineer bir artış tespit edilmiştir. Bu lineer artış, Şekil 4.9'da daha detaylı olarak gösterilmiştir. Mavi renk kanalındaki bu lineer artış, Sr(II) konsantrasyonunun belirlenmesinde mavi renk kanalının kullanılabilirliğini gösterir. Bu durum, mavi renk kanalının Sr(II) tespitinde daha stabil ve güvenilir bir gösterge olduğunu işaret eder.

Öte yandan, kırmızı ve yeşil renk kanallarındaki kaotik değişimler, bu renklerin Sr(II) konsantrasyonlarına bağlı olarak daha karmaşık etkileşimlere sahip olduğunu gösterir. Bu, bu renk kanallarının kullanımının, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde daha fazla dikkat ve detaylı analiz gerektireceğini işaret eder. Bu tür bir analiz, kırmızı ve yeşil renklerin değişiminin anlaşılmasında ve bu renkler üzerinden yapılan kolorimetrik ölçümlerin doğruluğunun artırılmasında önemli bir rol oynayabilir. Bu bulgular, Sr(II) konsantrasyonlarının tespiti için kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde dikkate alınması gereken önemli unsurlardır.



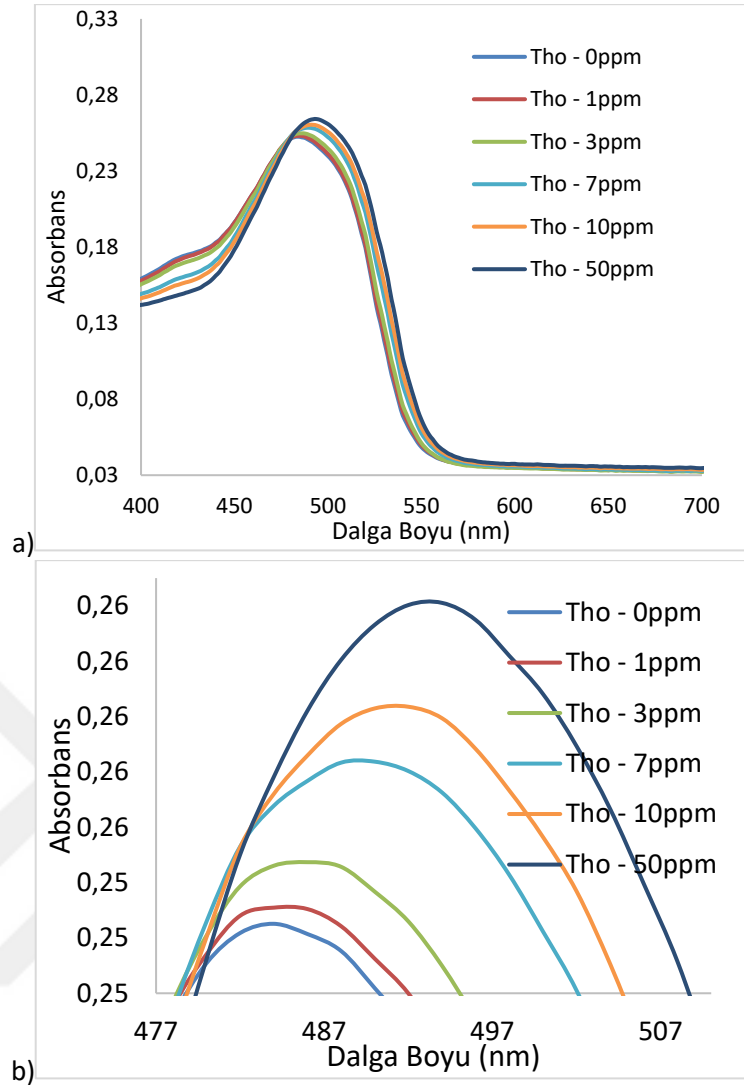


Şekil 4.11 Thorin ile a) 1-10mg/L b) 50-250mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi

Thorin kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, 0-50 mg/L konsantrasyon aralığında mavi renk kanalında lineer bir artış gözlemlenmiştir. Bu, Thorin'in bu konsantrasyon aralığında Sr(II) ile etkileşiminde mavi renk değişiminin belirgin olduğunu gösterir. Ancak, 50 mg/L üzerindeki konsantrasyonlarda renk değişim parametresinin maviden yeşile kaydığı gözlemlenmiştir.

Bu renk değişimi, 50 mg/L ve üzeri Sr(II) konsantrasyonlarında mavi renk yerine yeşil renk kanalının göz önünde bulundurulması gerektiğini işaret eder. Bu durum, Thorin'in Sr(II) tespiti için kullanılabilirliğinin belirli konsantrasyon aralıklarında farklı renk kanallarına bağlı olduğunu gösterir. Ayrıca, bu renk değişiminin anlaşılması ve doğru şekilde yorumlanması, kolorimetrik analizlerde daha doğru ve güvenilir sonuçlar elde etmek için önemlidir.

Bu bulgular, Thorin kullanılarak yapılan kolorimetrik analizlerin, özellikle düşük konsantrasyonlarda mavi renk kanalı üzerinden, yüksek konsantrasyonlarda ise yeşil renk kanalı üzerinden yapılması gerektiğini gösterir. Ayrıca, bu tespitler, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde önemli bir rol oynayabilir. Bu durum, farklı konsantrasyon aralıklarında renk değişiminin doğru şekilde algılanması ve yorumlanması açısından dikkate alınması gereken bir faktördür.



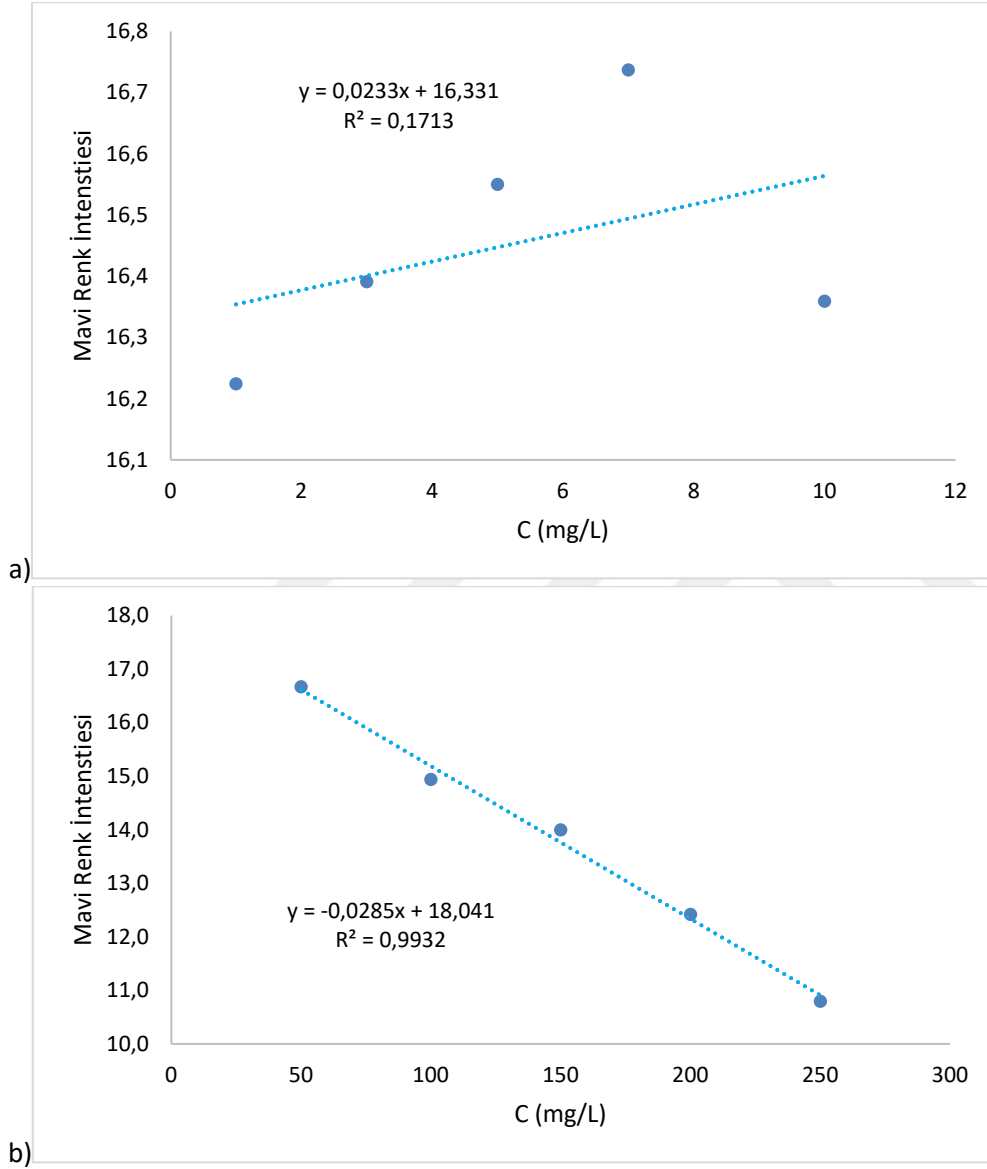
Şekil 4.12 Thorin ile 0-50 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)475-510nm aralığı UV-Vis Spektrumları

Şekil 4.12'te sunulan UV-Vis spektrum analizinde, 400-430 nm (violet, mavi ve kırmızının birleşimi) ve 470-510 nm (mavi ile yeşil arasındaki geçiş) aralıklarında iki pik tespit edilmiştir. 400-430 nm aralığında, Sr(II) konsantrasyonunun artmasıyla birlikte absorbansın azaldığı gözlemlenmiştir. Bu durum, RGB analizinde mavi renk intensitesinin artışına katkıda bulunur.

Ayrıca, 470-510 nm aralığı, mavi renkten yeşil renge geçiş aralığı olarak tanımlanır. Bu, düşük konsantrasyonlarda mavi rengin, yüksek konsantrasyonlarda ise yeşil rengin etkisinin artmasına yol açar. Bu bulgular, Sr(II) konsantrasyonlarının tespitinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin renk değişimlerini nasıl algıladığını ve yorumladığını anlamada önemlidir.

Sonuç olarak, 0-50 mg/L aralığında mavi renk en etkin renk olarak görülürken, 50 mg/L üzerindeki konsantrasyonlarda yeşil rengin daha önemli hale geldiği öngörülebilir. Bu, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesi için kullanılan

kolorimetrik analizlerde, farklı konsantrasyon aralıklarında renk değişimlerinin doğru şekilde algılanması ve yorumlanması açısından önem taşır. Bu tür bir renk değişiminin dikkate alınması, Sr(II) konsantrasyonlarının daha doğru ve güvenilir bir şekilde tespit edilmesine olanak sağlar. Bu tespitler, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde dikkate alınması gereken önemli unsurlardır.



Şekil 4.13 PAR ile a) 1-10 mg/L b) 50-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu mavi renk intensite değişimi

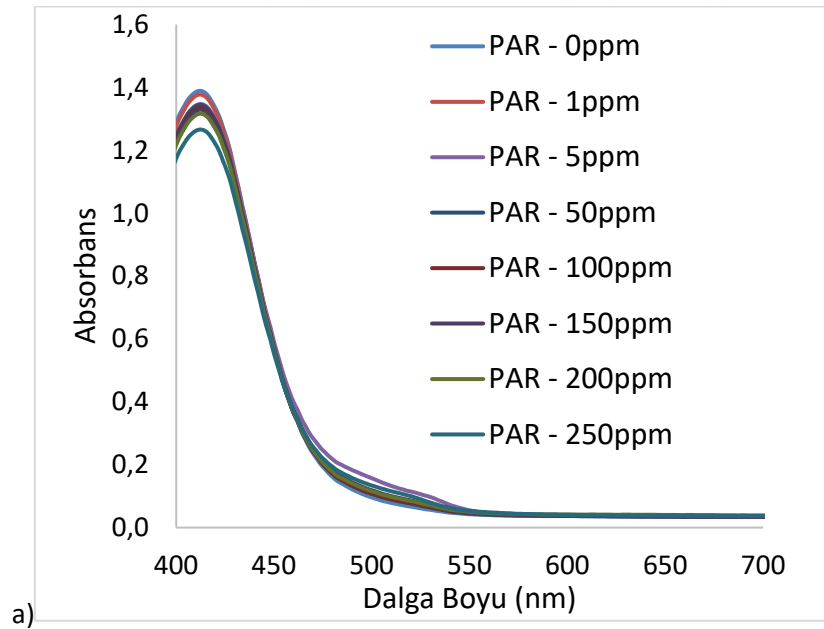
PAR kullanılarak yapılan Sr(II) konsantrasyonlarına yönelik RGB analiz çalışmasında, 0-250 mg/L aralığında mavi renkte lineer bir azalış gözlemlenmiştir. Özellikle, bu azalışın büyük bir kısmı 50-250 mg/L aralığından kaynaklanmaktadır. Bu bulgu, PAR'ın yüksek Sr(II) konsantrasyonlarında oldukça etkin bir kolorimetrik ajan olduğunu gösterir. Özellikle 50-250 mg/L aralığı için gözlenen

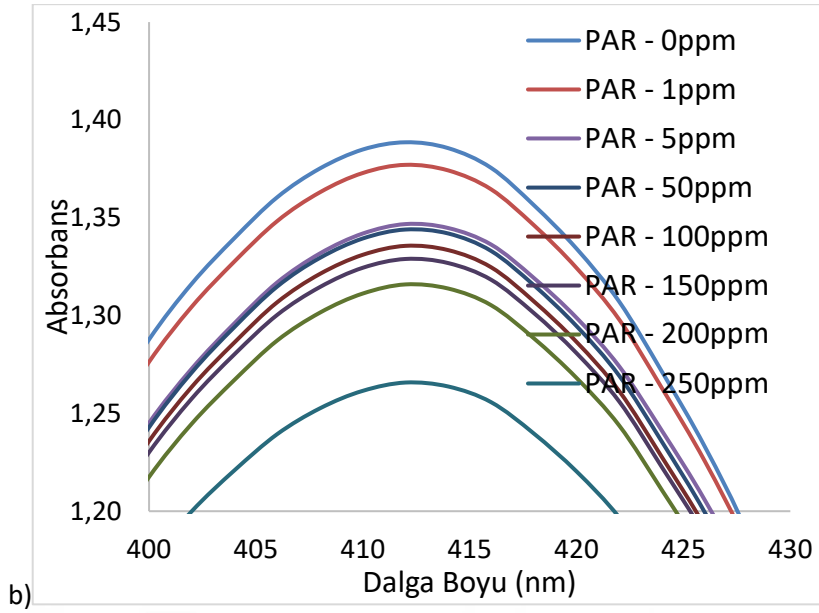
lineer azalış ($R^2 = 0.9982$), bu konsantrasyon aralığında Sr(II) tespiti için PAR'ın kullanımının ideal olduğunu işaret eder.

Ancak, düşük konsantrasyonlar (0-10 mg/L) aralığında gözlenen azalışın daha az belirgin olması, bu konsantrasyon aralığında çalışmanın gözden geçirilmesi gerektiğini gösterir. Düşük konsantrasyonlardaki azalışın daha az belirgin olması, bu aralıkta PAR'ın etkinliğinin ve duyarlılığının sınırlı olabileceğine işaret eder.

RGB analiz sonuçlarına dayanarak, UV-Vis spektrumunda mavi renk içeren dalga boylarında absorbansın, Sr(II) konsantrasyonunun artmasıyla artacağı öngörülebilir. Bu öngörü, RGB analiz ile UV-Vis spektroskopik ölçümler arasında bir korelasyon olduğunu gösterir ve bu iki analiz yönteminin birlikte kullanılmasının, Sr(II) konsantrasyonlarının daha doğru ve güvenilir bir şekilde belirlenmesine katkıda bulunabileceğini işaret eder.

Bu bulgular, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde önemli rol oynayabilir. Özellikle, farklı konsantrasyon aralıklarında PAR'ın etkinliğinin ve duyarlılığının nasıl değiştiğinin anlaşılması, bu kolorimetrik ajanın kullanımını optimize etmekte önemli olabilir. Bu tespitler, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde dikkate alınması gereken önemli unsurlardır.





Şekil 4.14 PAR ile 0-250 mg/L Sr (II) etkileşim sonucu a)400-700nm b)400-430nm aralığı UV-VIS Spektrum

Şekil 4.14'de sunulan UV-VIS spektrum analizinde, 410 nm'de (violet, mavi ve kırmızının birleşimi) net bir pik gözlemlenmiştir. Bu pik, PAR'ın karakteristik piki olup, Sr(II) iyonları ile olan etkileşim sonucu oluşan değişimleri gözlemlenmekte zorluk yaratmıştır. Bu nedenle, 480-530 nm aralığında, Sr(II) konsantrasyonunun artmasıyla orantılı olarak beliren yeni bir pik ölçüm için kullanılmıştır. 480-530 nm dalga boyları, mavi ve yeşil renklere karşılık gelmektedir ve bu pikin Sr(II) konsantrasyonu arttıkça yeşil renge kaydığı gözlemlenmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre, çalışılan 0-250 mg/L Sr(II) aralığında, mavi ve yeşil renklerin absorbansında bir artış gözlemlenmiştir. Bu artış, UV-VIS spektroskopide mavi renk absorbansının artışı ve RGB analizinde mavi renk intensitesinin lineer azalmasını doğrular niteliktedir. Bu bulgular, PAR'ın Sr(II) konsantrasyonlarına duyarlılığının, özellikle mavi ve yeşil renk spektrumları üzerinde etkili olduğunu göstermektedir.

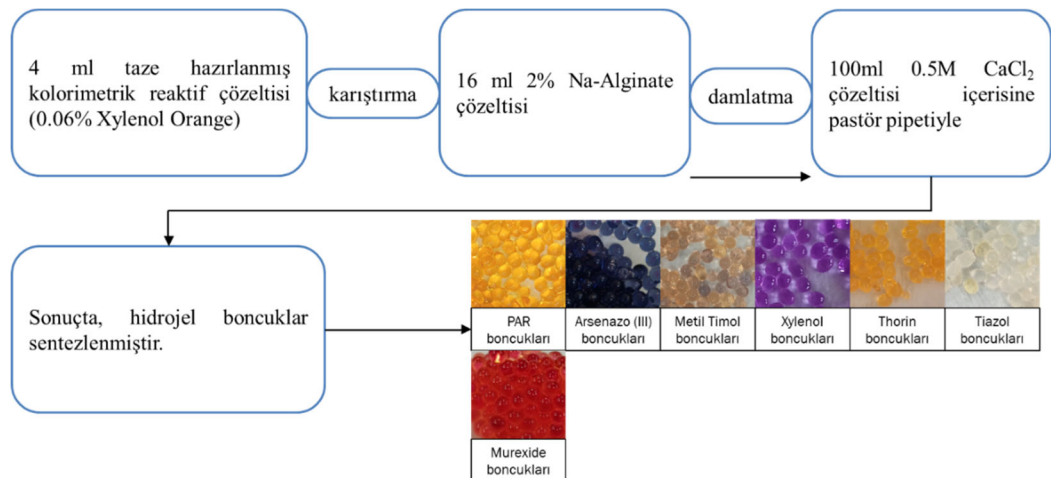
Bu gözlemler, Sr(II) tespiti için kullanılan kolorimetrik analiz metodolojilerinin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde önemli bilgiler sağlar. Özellikle, farklı dalga boylarında oluşan absorbans değişimlerinin doğru şekilde yorumlanması, Sr(II) konsantrasyonlarının daha doğru ve güvenilir bir şekilde belirlenmesine olanak tanır. Ayrıca, PAR'ın karakteristik piklerinin yanı sıra, konsantrasyon değişimlerine duyarlı yeni piklerin tespiti, bu tür kolorimetrik analizlerin hassasiyetini ve doğruluğunu artırmada kritik rol oynayabilir. Bu tespitler, Sr(II) konsantrasyonlarının belirlenmesinde kullanılan kolorimetrik metodolojilerin geliştirilmesi ve iyileştirilmesinde dikkate alınması gereken önemli unsurlardır.

Tiazol Orange ile yapılan deneylerde Sr(II) ile etkileşim sonucu başarılı bir sonuç elde edilemediği gözlemlenmiştir. Bu durum, Tiazol Orange'ın Sr(II) iyonlarıyla olan etkileşiminin yetersiz olduğunu veya bu etkileşimin gözlemlenmesi için kullanılan metodolojinin uygun olmadığını gösteriyor olabilir. Bu nedenle, deneyin yeniden gözden geçirilmesi ve potansiyel iyileştirme yöntemlerinin araştırılması gereklidir. Bu süreçte, deneyin parametreleri, kullanılan çözücüler, konsantrasyon aralıkları ve diğer önemli değişkenler dikkate alınarak optimize edilebilir.

Bu deneyin ardından, Na-Aljinat kullanılarak hidrojel sentezleme çalışmaları yapılmıştır. Bu süreç, farklı kolorimetrik reaktiflerin Na-Aljinat ile birlikte nasıl etkileşime girdiğinin ve hidrojellerin oluşturulmasında bu reaktiflerin potansiyel rolünün incelenmesini içerir. Na-Aljinat, bir polisakkarit olup, hidrojel oluşturmada yaygın olarak kullanılır. Hidrojeller, suyu emme ve tutma kapasiteleri, biyouyumlulukları ve çeşitli kimyasal ve biyolojik maddeleri hapsedebilme yetenekleri nedeniyle birçok uygulamada tercih edilir.

Bu çalışmalar, kolorimetrik reaktiflerin hidrojel matrisler içerisinde nasıl davrandığını ve bu matrislerin Sr(II) gibi iyonlarla etkileşimlerini anlamak açısından önemlidir. Bu tür hidrojeller, çevresel izleme, atık su arıtma, gıda teknolojisi, biyomedikal uygulamalar ve kontrollü ilaç salınımları gibi farklı alanlarda kullanılabilir. Bu çalışmaların sonuçları, bu hidrojellerin tasarımı ve işlevselliği hakkında değerli bilgiler sağlayabilir ve bu materyallerin geliştirilmesi ve uygulamalarının farklı alanlar ve farklı metaller için genişletilmesi için temel oluşturabilir.

4.3 Kolorimetrik Özellikte Hidrojel Kürecik Sentezi ve Karakterizasyonu



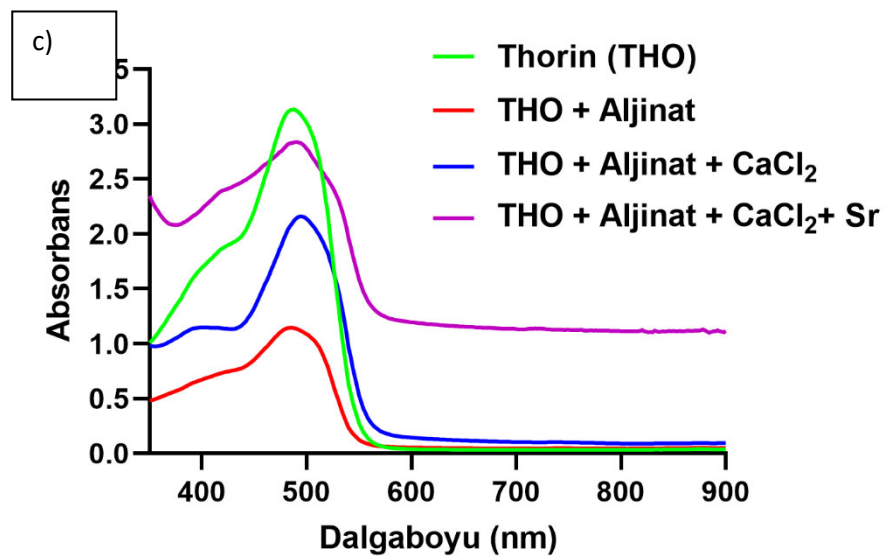
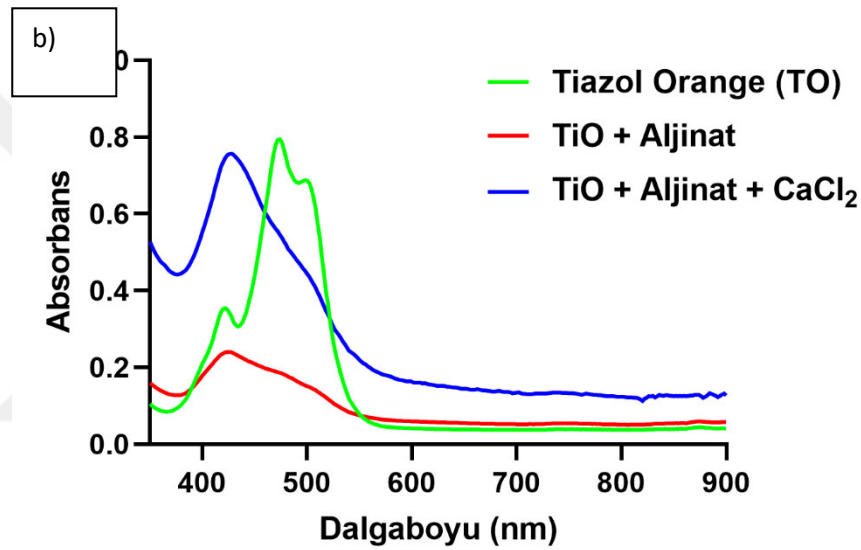
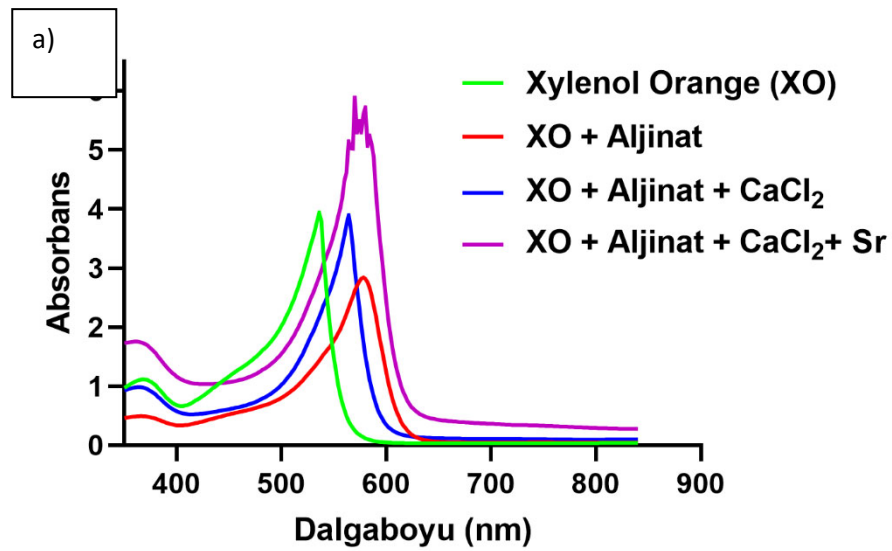
Şekil 4.15 Na-Aljinat ile Hidrojel kürecik sentezi

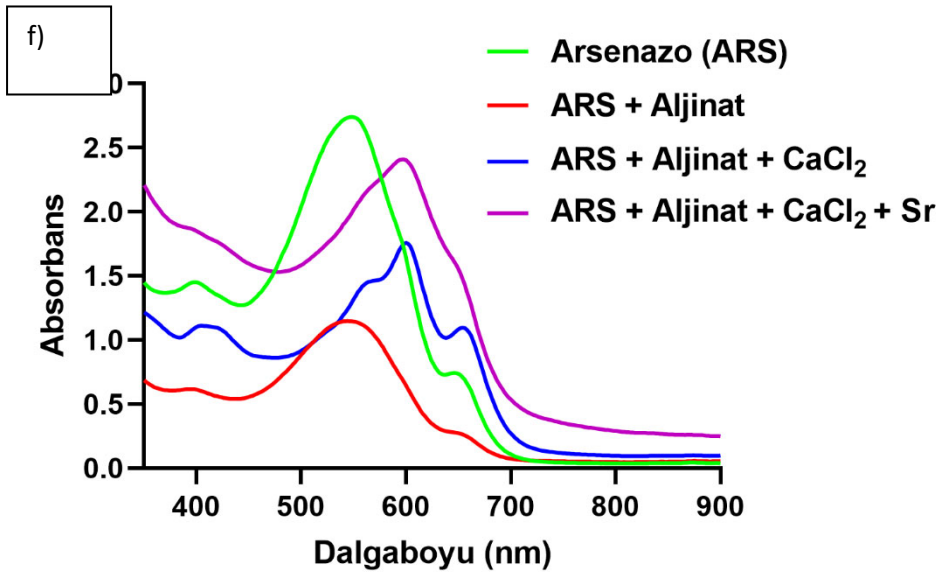
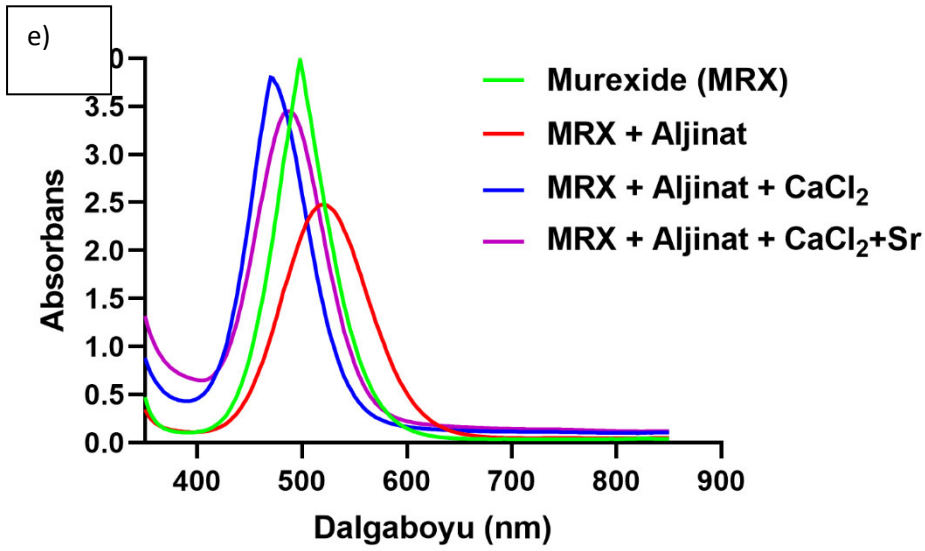
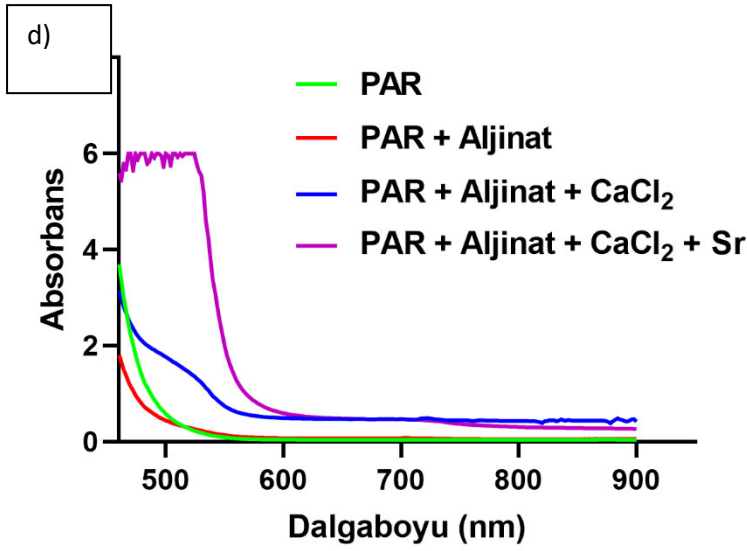
Şekil 4.15'de gösterilen sentez aşamaları sırasında, kolorimetrik reaktiflerin fiziksel veya kimyasal etkileşimlerinin sinyallerinde herhangi bir değişiklik yaratıp yaratmadığının belirlenmesi amacıyla, her bir sentez aşamasının UV-VIS spektrumları alınmıştır. Bu süreç, sentez aşamalarının kolorimetrik reaktiflerin davranışı üzerindeki etkisini anlamak için kritik öneme sahiptir.

UV-VIS spektroskopi, maddelerin ultraviyole ve görünür ışık aralığında nasıl ışığı emdiğini veya yansıttığını ölçen bir tekniktir. Bu teknik, özellikle kolorimetrik reaktifler gibi bileşiklerin optik özelliklerinin incelenmesinde kullanılır. Sentez sürecinde meydana gelen değişiklikler, bu reaktiflerin UV-VIS spektrumlarında gözle görülür değişiklikler yaratabilir. Bu değişiklikler, moleküler yapıda, bağlanma durumlarında veya maddenin elektronik özelliklerinde meydana gelen değişikliklerden kaynaklanabilir.

Şekil 4.16'de sunulan UV-VIS spektrumları, sentez aşamalarının kolorimetrik reaktiflerin optik özelliklerine olan etkisini gösterir. Bu spektrumların analizi, hangi aşamaların reaktiflerin sinyalini etkilediğini, bu etkilerin doğasını ve bu bilginin hidrojel sentezleme ve kolorimetrik analiz yöntemlerinin geliştirilmesine nasıl katkıda bulunabileceğini ortaya koymak için önemlidir.

Sonuç olarak, bu UV-VIS spektrum analizleri, sentez aşamalarının kolorimetrik reaktifler üzerindeki etkilerini ayrıntılı olarak anlamamıza yardımcı olabilir. Bu bilgi, hidrojel sentezleme prosedürlerinin ve kolorimetrik analiz metodolojilerinin daha da iyileştirilmesi için değerli bir temel sağlar. Bu tür analizler, kolorimetrik reaktiflerin ve hidrojellerin uygulamalarını genişletmekte ve bu materyallerin performansını ve duyarlılığını artırmakta önemli bir rol oynayabilir.





Şekil 4.16 a) Xylenol Orange b) Tiazol Orange c) Thorin d) PAR e) Metil Timol Blue f) Arsenazo (III) Ca-Aljinat Hidrojel kürecik sentez aşamaları UV-VIS 400-900nm spektrumları

Şekil 4.16'da sunulan bulgular, sentezin her aşamasında; prob molekülün tek başına, aljinat ile karıştırıldığında ve son olarak CaCl_2 ile reaksiyona sokulduğunda prob moleküllerinin karakteristik UV-Vis spektrumlarının korunduğunu göstermektedir. Bu, sentez işlemlerinin prob moleküllerinin kimyasal yapısında önemli değişikliklere neden olmadığını belirtir. Bu, sentezlenen hidrojel küreciklerin prob moleküllerini etkin bir şekilde koruyabildiğini ve kimyasal bütünlüklerini muhafaza edebildiğini gösterir.

Ayrıca, bu hidrojel küreciklerin Sr(II) iyonları ile etkileşime girdiğinde, absorbans değerlerinin, etkileşilen belirli Sr(II) konsantrasyonuna bağlı olarak orantılı olarak arttığı gözlemlenmiştir. Bu bulgu, sentezlenen hidrojel küreciklerin Sr(II) iyonlarını tespit etme yeteneğine sahip olduğunu gösterir. Bu artış, Sr(II) iyonlarının varlığında prob moleküllerinin optik özelliklerinde meydana gelen değişikliklerle ilişkilendirilebilir.

Bu sonuçlar, sentezlenen hidrojel küreciklerin, aljinatın koruyucu özelliklerini ve prob moleküllerinin kolorimetrik özelliklerini başarılı bir şekilde birleştirdiğini gösterir. Bu, çevresel izleme ve analiz uygulamalarında kullanılabilecek etkili ve duyarlı bir kolorimetrik sensör geliştirme potansiyeline işaret eder. Sr(II) gibi spesifik iyonların varlığının tespiti, özellikle çevresel izleme ve atık su arıtma gibi alanlarda önemlidir, bu yüzden bu tür hidrojel sistemlerinin geliştirilmesi bu alanlarda önemli uygulamalara yol açabilir.

Sentezlenen hidrojellerin yaş ve kuru olmak üzere boyut, kütle ve su oranı değişimleri gözlemlenerek ölçülmüştür. Son olarak tüm hidrojel küreciklerinin FT-IR analizleri yapılarak karakterizasyonları belirlenmiştir.

4.3.1 Fiziksel Karakterizasyonu

Sentezlenen hidrojel küreciklerinin fiziksel özellikleri üzerinde yapılan çalışmalar, bu materyallerin yaş ve kuru hallerindeki boyut, kütle ve su içeriği değişimlerinin detaylı bir şekilde incelenmesini içermiştir. Bu ölçümler, hidrojel küreciklerinin su tutma kapasitesi, şişme davranışı ve fiziksel dayanıklılığı hakkında önemli bilgiler sağlamıştır.

Yaş ve kuru haller arasındaki boyut ve kütle farklılıkları, hidrojel küreciklerinin su emme ve salma yeteneklerini gösterir. Yaş hidrojeller, su içeriği yüksek olduğunda genellikle daha büyük ve daha ağır olurken, kurutulduğunda boyutları ve ağırlıkları azalır. Bu özellikler, hidrojellerin uygulama alanlarına ve performansına doğrudan etki eder. Örneğin, su arıtımı veya ilaç salımı gibi uygulamalarda, hidrojellerin su emme ve salma yetenekleri önemlidir.

Murexide yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $3,7\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,2\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,04\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,001\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %68'lik bir çap küçülmesi, %98'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

PAR yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $3,9\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,7\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,035\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,001\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %56'lik bir çap küçülmesi, %97'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

Arsenazo (III) yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $3,8\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,6\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,035\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,002\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %58'lik bir çap küçülmesi, %93'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

Metil Timol Mavisi yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $4,1\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $2,2\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,04\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,004\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %46'lik bir çap küçülmesi, %90'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

Xylenol Orange yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $4,2\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,6\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,05\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,002\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %62'lik bir çap küçülmesi, %96'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

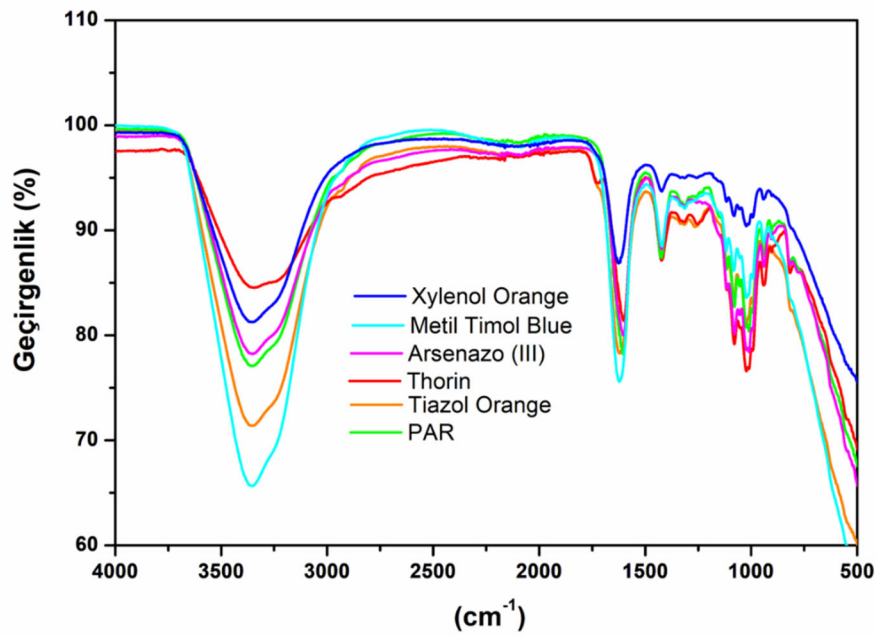
Thorin yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $4,1\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,3\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,04\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,001\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %58'lik bir çap küçülmesi, %93'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür.

Tiazol Orange yaş kürecik yapısında rastgele seçilen 25 küreciğin ortalama çapı $4,2\pm0,3$ mm iken ve kuru küreciklerin ortalama çapı $1,9\pm0,4$ mm olarak bulunmuştur. Aynı şekilde yaş küreciklerin ortalama ağırlığı $0,03\pm0,005$ g iken kuru küreciklerin ortalama ağırlığı $0,001\pm0,001$ g olarak bulunmuştur. Küreciklerin yapısında bulunan suların uzaklaştırılmasıyla %58'lik bir çap küçülmesi, %93'lik bir ağırlık kaybı görülmüştür

4.3.2 FT-IR Sonuçları

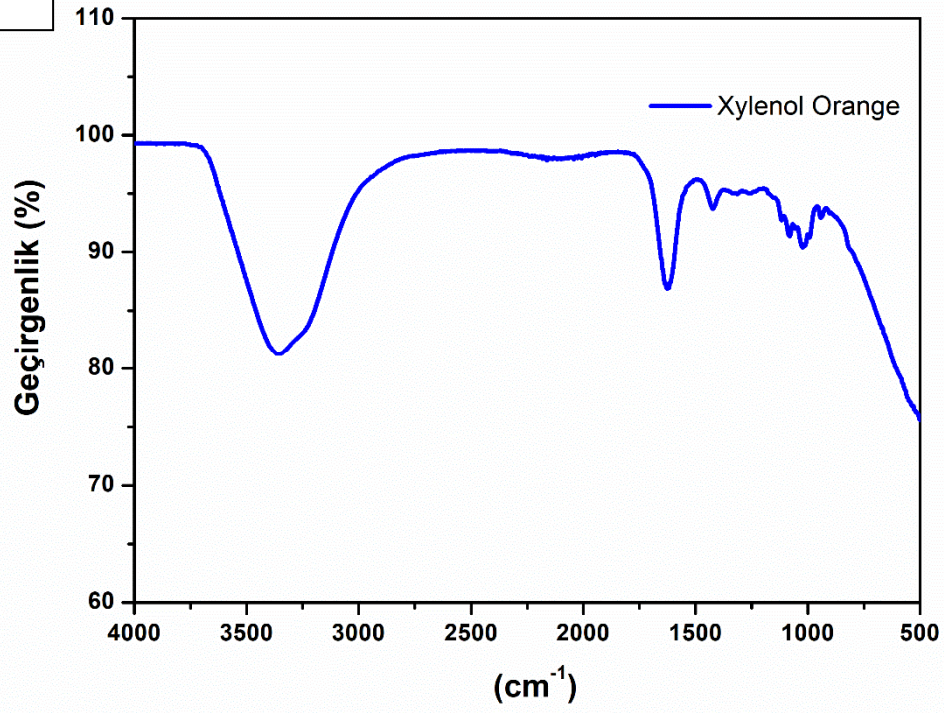
Hidrojel küreciklerinin Fourier Dönüşümlü Kızılötesi Spektroskopisi (FT-IR) ile karakterizasyonu gerçekleştirilmiştir. FT-IR analizi, materyalin moleküler yapısını inceleyerek, kimyasal bağların ve grupların varlığını ve dağılımını belirler. Bu analiz, sentezlenen hidrojellerin kimyasal bileşimini ve potansiyel fonksiyonel gruplarını ortaya çıkarır. Özellikle, aljinat ve diğer bileşenler arasındaki kimyasal etkileşimler ve bağların doğası bu analizle daha iyi anlaşılabilir.

FT-IR karakterizasyonu, hidrojel küreciklerinin moleküler yapısının, özellikle aljinat ve diğer bileşenlerin kimyasal bağlarının ve etkileşimlerinin anlaşılmasında kritik bir rol oynar. Bu bilgi, hidrojellerin geliştirilmesi ve uygulamalarının optimize edilmesinde önemli bir temel sağlar. Örneğin, kolorimetrik sensörlerin geliştirilmesi, ilaç salım sistemleri veya çevresel uygulamalar gibi alanlarda, bu materyallerin özelliklerinin anlaşılması hayati önem taşır.

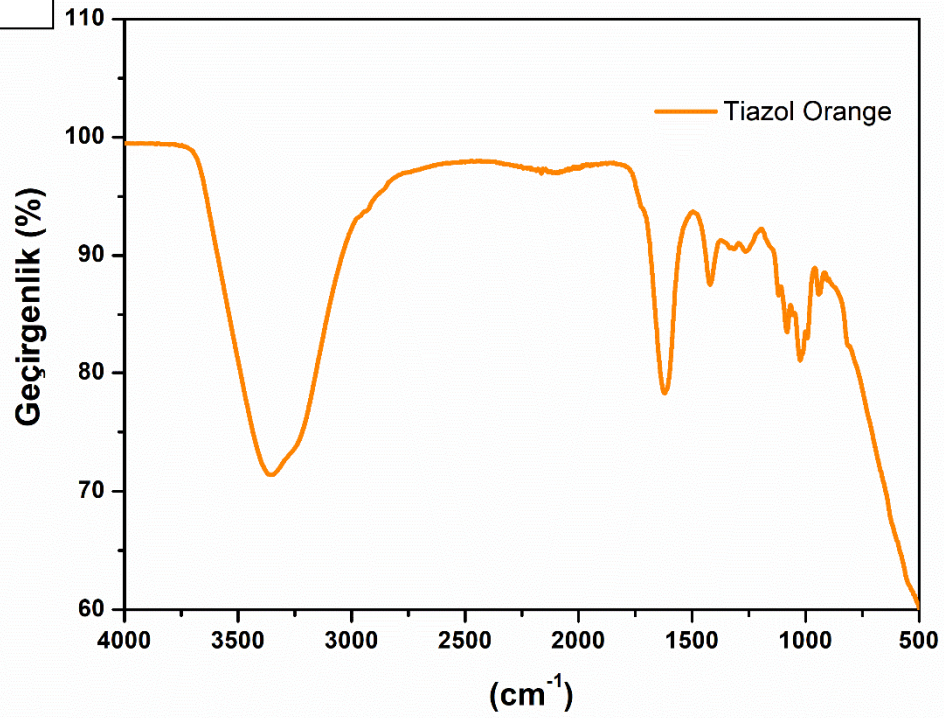


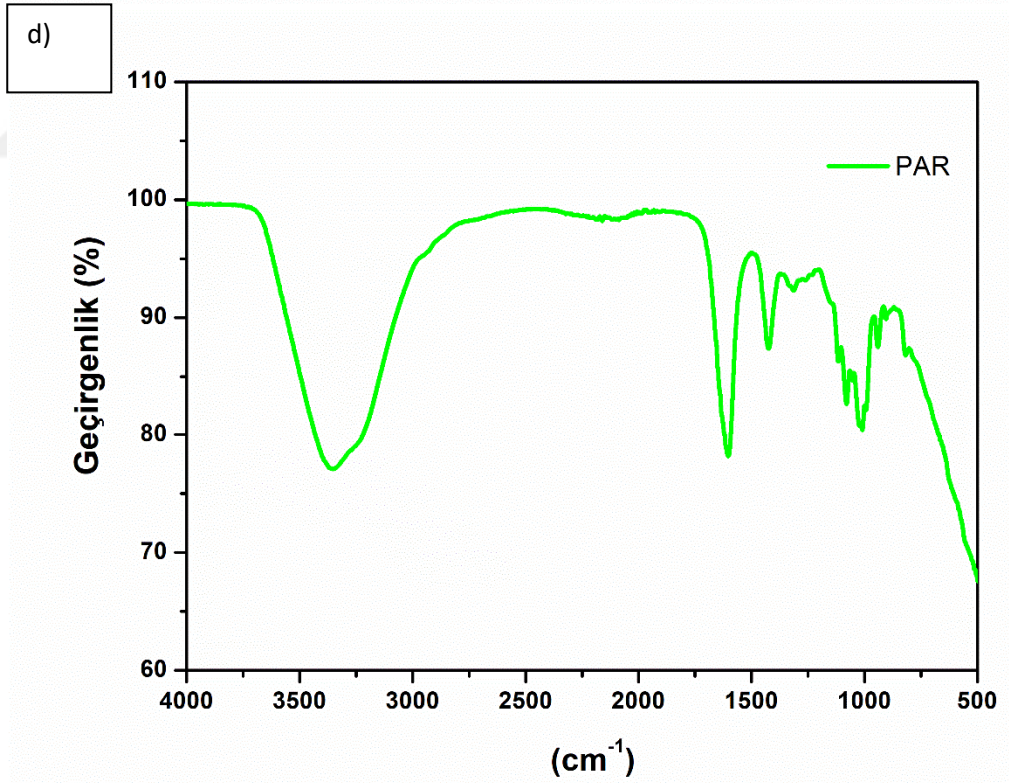
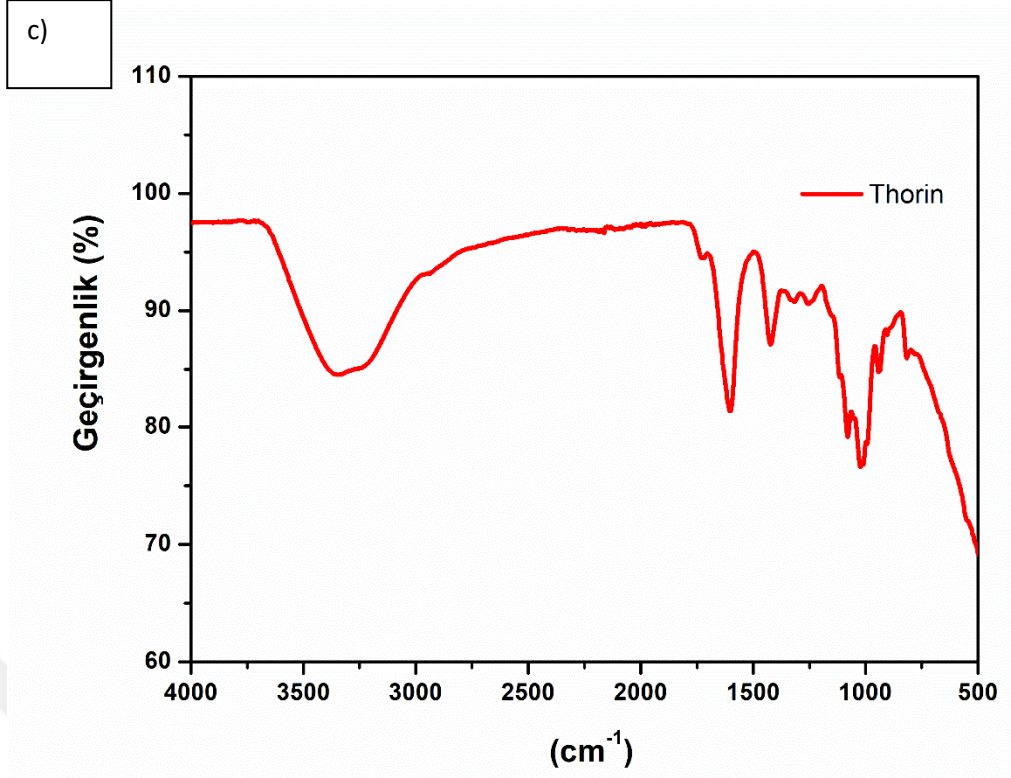
Şekil 4.17 Sentezlenen Kolorimetrik prob molekül + Ca-Aljinat hidrojel küreciklerin FT-IR spektrumları

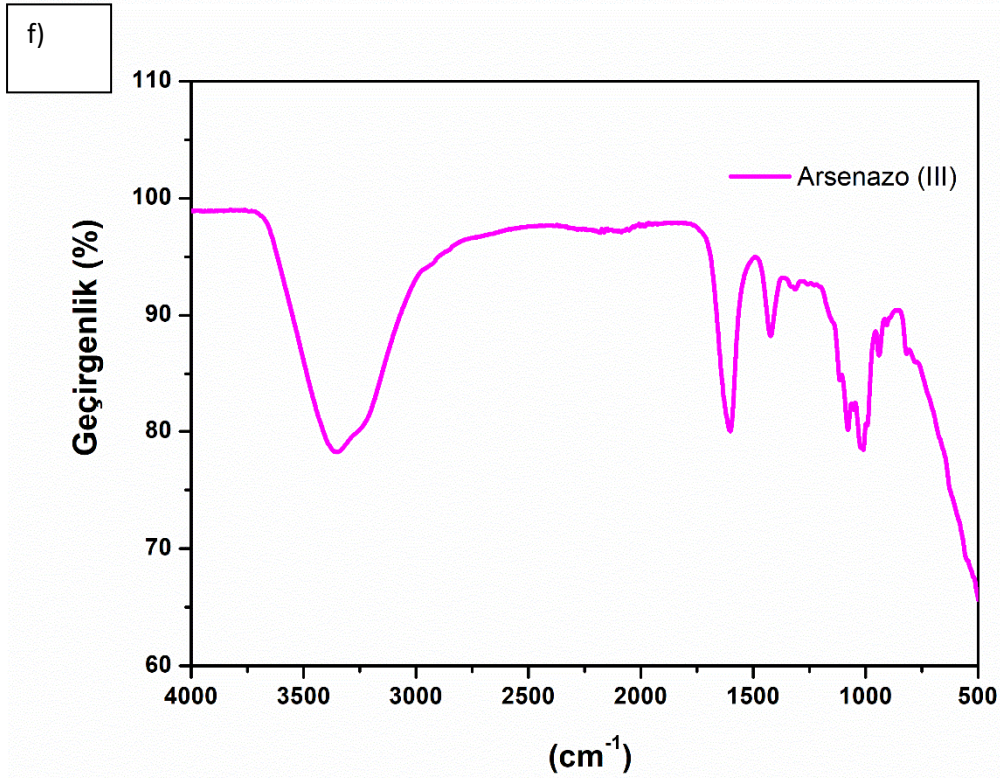
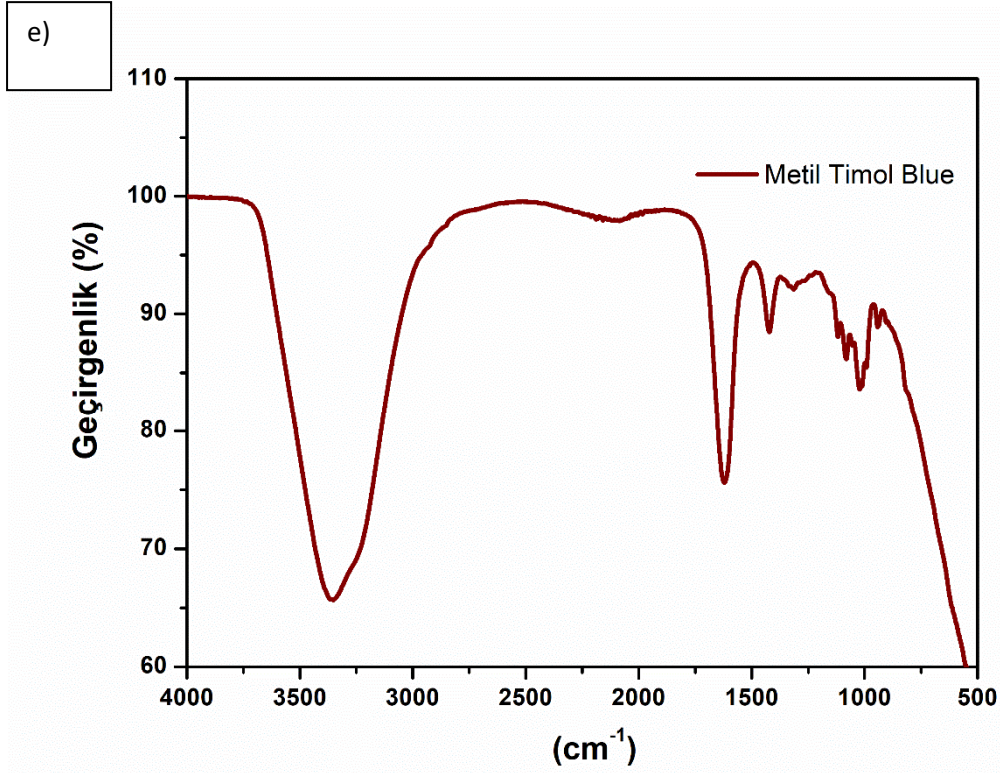
a)



b)







Şekil 4.18 a) Xylenol Orange b) Tiazol Orange c) Thorin d) PAR e) Metil Timol Blue f) Arsenazo (III) Ca-Aljinat hidrojel küreciklerin ayrı ayrı FT-IR spektrumları

Şekil 4.17'deki FT-IR analiz sonuçları, farklı prob moleküller içeren hidrojel küreciklerin moleküler yapıları hakkında önemli bilgiler sağlamaktadır. Analizde

dikkat çeken geniş O-H bandı, hidrojel küreciklerin yüksek su içeriğine işaret eder. Bu, hidrojellerin su bazlı yapısı ve yüksek hidrasyon kapasitesi ile uyumludur.

Aljinatın yapısından kaynaklanan üç güçlü pik de analizde göze çarpmaktadır. Bunlar:

*1633 cm^{-1} 'de C=O gerilme bandı: Aljinatın karbonil gruplarını gösterir.

*1419 cm^{-1} 'de C-OH bandı: Aljinatın hidroksil gruplarını temsil eder.

*1030 cm^{-1} , 1086 cm^{-1} ve 1124 cm^{-1} 'de üçlü tek bir pik: Bu pikler sırasıyla C-O-C, C-O ve C-C bağlarını yansıtır ve aljinatın polisakkarit yapısının karakteristik özellikleridir. Bu piklerin varlığı, aljinatın kimyasal yapısının sentezler sırasında korunduğunu gösterir. Bu, sentez işleminin aljinatın moleküler yapısını bozmadan gerçekleştirildiğini ve aljinatın fonksiyonel özelliklerinin korunduğunu göstermektedir. Ayrıca, her sentezin FT-IR spektrumunda gözlemlenen 945 cm^{-1} 'deki C-O piki, aljinat ile prob moleküller arasında kimyasal köprülenme oluştuğuna işaret eder. Bu etkileşim, prob moleküllerin aljinat matrisine başarılı bir şekilde entegre edildiğini ve bu yapıların potansiyel sensör uygulamalarında etkin olarak kullanılabileceğini gösterir.

Son olarak, tüm prob moleküllerin kendilerine özgü karakteristik pikleri, farklı prob moleküllerin aljinat matrisine eklendiğinde benzersiz kimyasal imzalar bıraktığını ve her bir prob molekülünün aljinat yapı içerisinde farklılaşan kimyasal özellikler sergilediğini gösterir. Bu bulgular, hidrojel küreciklerin sensör uygulamalarında özelleştirilmiş ve hedefe yönelik tasarımlar için olanak sağlar.

Aljinatın tek başına FT-IR spektrumu, malzemenin moleküler yapısını ve kimyasal gruplarını anlamak için önemli bilgiler sağlar. Perkin Elmer marka Spectrum One model FTIR spektrometresi kullanılarak elde edilen bu spektrum, aljinatın karakteristik piklerini ve bunların dalga sayılarını içerir. Bu pikler, aljinatın kimyasal bileşenleri ve bu bileşenlerin moleküler düzeydeki etkileşimlerini yansıtır.

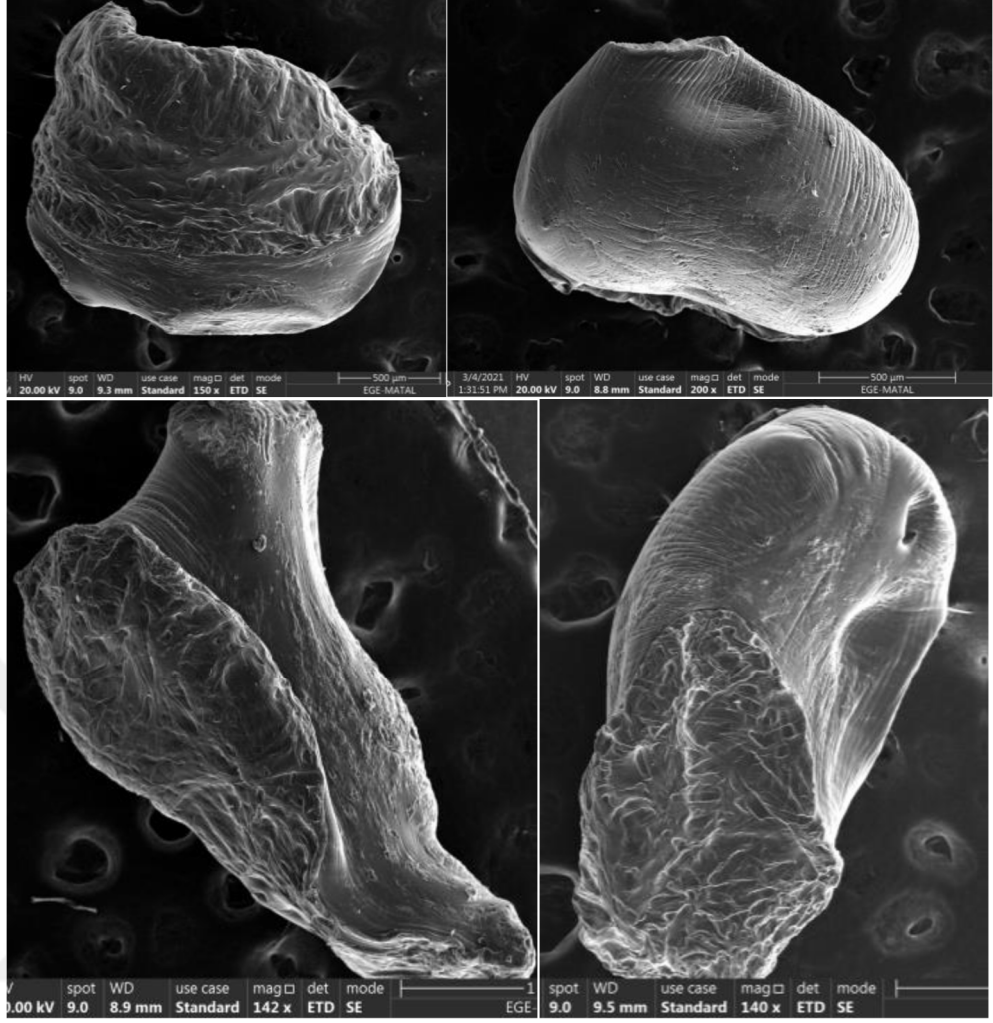
Çizelge 4.1'de verilen dalga sayısı değerleri, aljinatın farklı kimyasal gruplarına ait özgül absorptans piklerini gösterir. Bu pikler, aljinatın yapısal özelliklerini ve kimyasal bağlarını detaylı bir şekilde tanımlar. Örneğin, karboksil gruplarının (C=O) veya hidroksil gruplarının (O-H) karakteristik absorptansları, aljinatın polimer yapısının temel özelliklerini ortaya koyar. Bu veriler, aljinatın fiziksel ve kimyasal özelliklerini daha iyi anlamak için temel bir kaynak oluşturur ve bu polimerin çeşitli uygulamalardaki potansiyel kullanımlarını belirlemeye yardımcı olur.

Çizelge 4.1 Ca-aljinat Biyopolimerinin FT-IR Spektrumunda Gözlenen Belirgin Pikler

Dalga boyu (cm ⁻¹)	Gruplar
3200-3600	Serbest basit hidrojen bağları, Serbest -O-H grupları
2925 ve 2853	-NH ₂ ⁺ , NH ⁺ ve N-H
2146	-NH ₃ C grupları
1633	C=O gerilme
1419	C-OH gerilme
1320	C-O gerilme
1124	C-C gerilme
1086	C-O gerilme
1030	C-O-C gerilme
1000-650	-CH=CH-trans
945	C-O gerilme
900-800	Karboksilik asit düzlem dışı O-H eğilme Polikondanse aromatik halka grupları (polifeniller) Aldehidlerin C-H deformasyonu

4.3.3 Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) Sonuçları

Taramalı Elektron Mikroskobu (SEM) analizi, Şekil 4.19 Sr(II) iyonlarının adsorpsiyonu için özelleştirilmiş Murexide modifiye edilmiş Ca-Aljinat hidrojel küreciklerin morfolojik ve yapısal karakteristiklerini detaylandırmaktadır. Elde edilen görüntüler, hidrojel yüzeyinde çeşitli büyüklük ve dağılımda gözenek yapıları göstermekte, bu da geniş bir yüzey alanı ve yüksek gözenekliliğin yanı sıra adsorbatların yüzeye erişimini ve içsel adsorpsiyon kapasitesini önemli ölçüde artırmaktadır. Yapısal asimetri ve yüzey kıvrımları, hidrojel matrisin hidrodinamik performansını ve adsorpsiyon alanını optimize ederken, Murexide'nin katkısıyla gözlenen renk değişimi, bu materyallerin işlevselliğini ve adsorptif verimliliğini görsel olarak değerlendirme potansiyelini artırmaktadır.



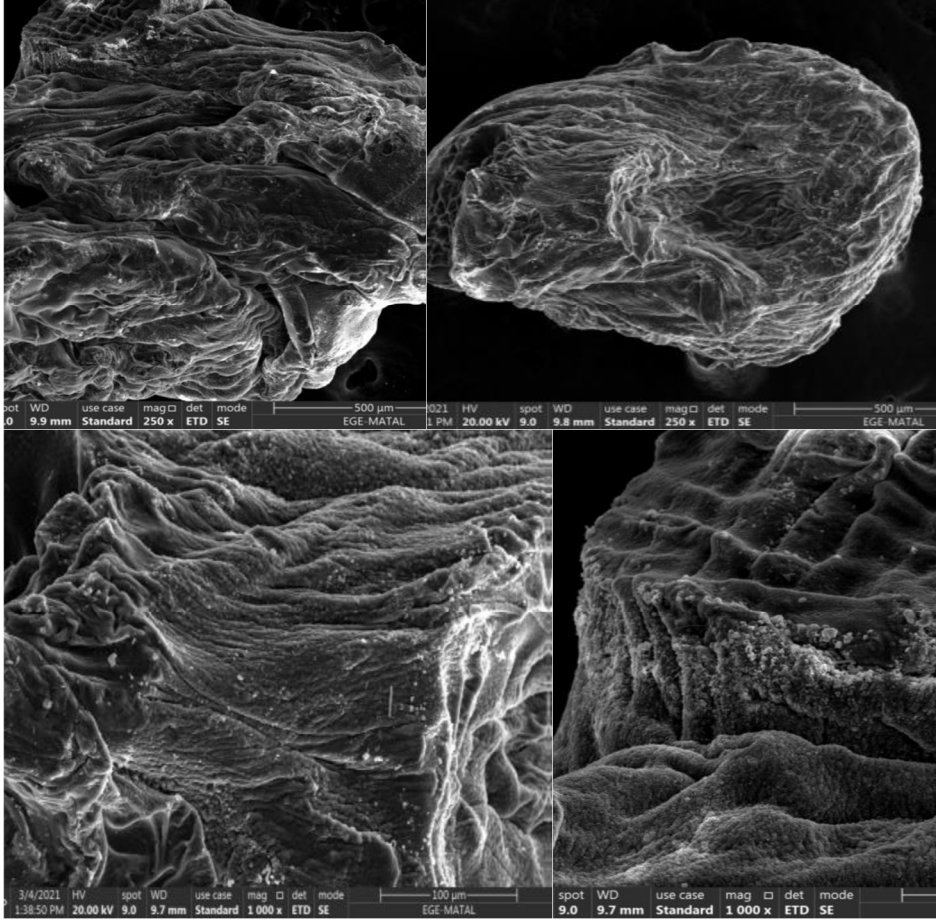
Şekil 4.19 Murexide + Etilen glikol (EG) + Ca-aljinat (MAH) biyopolimerinin SEM görüntüleri (X140,X142,X150,X200 büyütme değerlerinde)

Şekil 4.20'deki SEM görüntüleri, mekanik stabiliteyi artırmak ve Sr(II) adsorpsiyon kapasitesini yükseltmek amacıyla TEOS (Tetraetil Ortosilikat) ilavesiyle modifiye edilmiş Murexide içeren Aljinat hidrojel küreciklerini göstermektedir. TEOS katkısının, aljinat matrisinin çapraz bağlanma yoğunluğunu artırdığı ve böylece mekanik dayanıklılığı güçlendirdiği gözlemlenmektedir. Ayrıntılı yüzey analizi, bu modifikasyonun yüzey pürüzlülüğünü artırdığını ve daha karmaşık yapıli katmanlar oluşturduğunu ortaya koymaktadır. Bu yapısal özellikler, adsorbat moleküllerinin yüzeyde daha fazla etkileşim noktası bulmasına ve dolayısıyla adsorpsiyon verimliliğinin artmasına imkân tanımaktadır.

Küreciklerin boyutları, önceki örneklerle benzerlik göstererek yaklaşık 500 mikrometre çapında ölçülmüştür, bu da filtrasyon sistemlerinde kullanım için ideal bir boyut aralığını koruduğunu gösterir. Şekil açısından, kürecikler yine asimetrik ve yarı-yuvarlak formlar sergilemektedir; bu durum, adsorban moleküllerinin yüzeyle maksimum temasını sağlayarak adsorpsiyon kapasitesini artırabilir.

Genel olarak, TEOS modifikasyonu, aljinat hidrojelinin yapısal bütünlüğünü ve Sr(II) adsorpsiyon için yüzey uygunluğunu iyileştirmiştir. Bu, sadece mekanik stabiliteyi artırmakla kalmayıp aynı zamanda adsorpsiyon sürecinin kinetiği ve kapasitesi üzerinde de olumlu etkiler yaratabilir. TEOS katkılı hidrojellerin bu

özellikleri, ağır metal kontaminasyonuna karşı etkili arıtma stratejilerinin geliştirilmesinde önemli bir adımı temsil edebilir.



Şekil 4.20 Murexide + TEOS + Ca-aljinate (MTH) biyopolimerinin SEM görüntüleri (X250, X1000 büyütme değerlerinde)

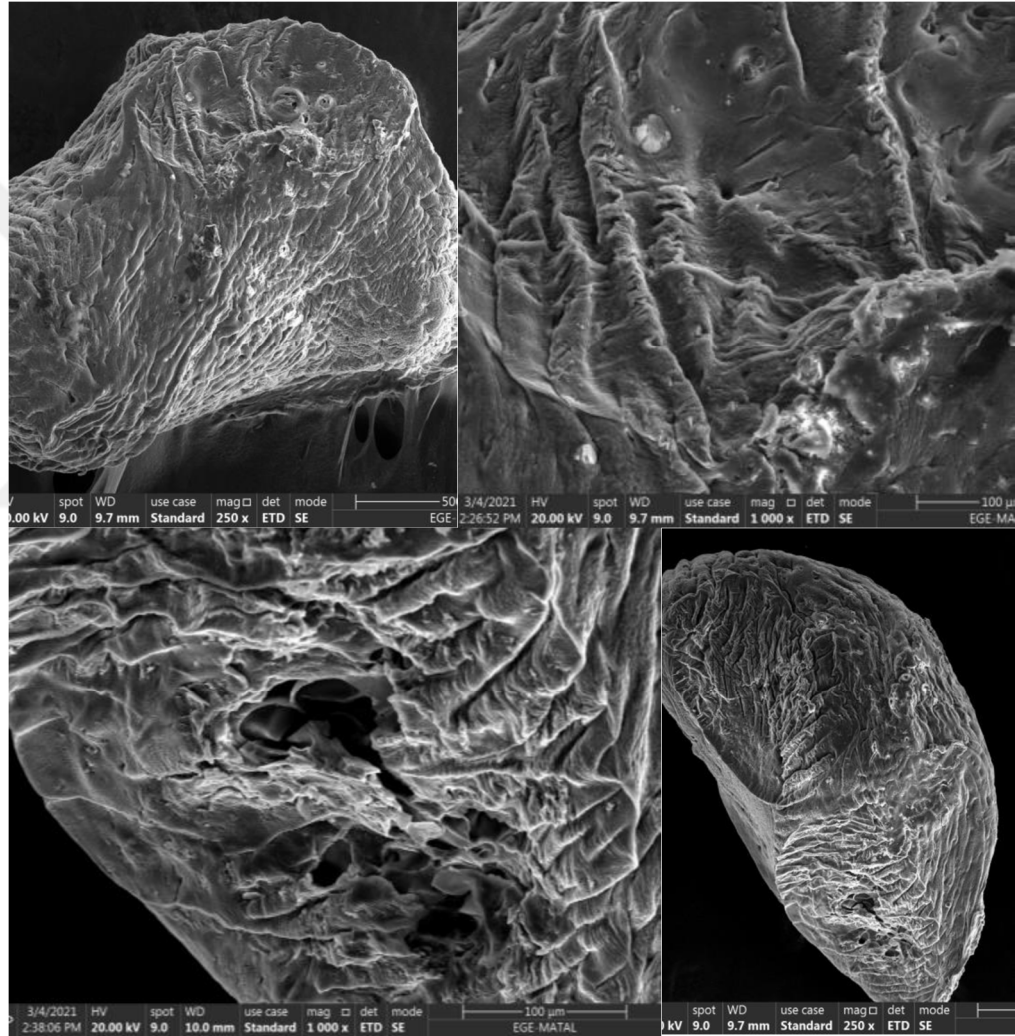
Sr(II) adsorpsiyonu sonrası elde edilen SEM görüntüleri Şekil 4.21’de verilmiştir. Bu görüntüler TEOS ile güçlendirilmiş Murexide katkılı Aljinate hidrojel küreciklerinin yüzeyindeki morfolojik değişiklikleri ortaya koymaktadır. Adsorpsiyon işlemi sonrasında, küreciklerin yüzey yapısında belirgin bir değişiklik gözlemlenmiştir; yüzey daha düzensiz ve pürüzlü bir yapı sergilemekte, bu da adsorbat moleküllerinin tutunması için ek etkileşim noktalarının oluştuğunu işaret edebilir.

Görüntülerdeki gözeneklerin boyutunda ve dağılımında da değişiklikler dikkati çekmektedir. Bu, Sr(II) iyonlarının adsorpsiyonunun gözenek yapısını etkileyerek, belki de materyalin gözenekliliğini azalttığını veya belirli alanlarda gözenekleri tıkadığını düşündürebilir. Gözeneklerin bu değişimi, adsorpsiyon sürecinin dinamikleri ve kapasitesi üzerinde doğrudan etkiye sahip olabilir.

Son olarak, küreciklerin genel morfolojisi üzerinde de adsorpsiyon sürecinin bir etkisi olmuş gibi görünmektedir. Sr(II) ile işlem görmüş örneklerde, yüzeydeki

kıvrımların ve çıkıntılarının daha belirgin hale geldiği, bu da potansiyel olarak yüzey alanının ve dolayısıyla adsorpsiyon sitelerinin arttığı gözlemlenmiştir.

Bu gözlemler, Sr(II) adsorpsiyonunun TEOS ile güçlendirilmiş Aljinat hidrojel küreciklerin yüzey morfolojisi ve gözenek yapısını önemli ölçüde etkilediğini göstermektedir. Adsorpsiyon işlemi, yüzeyin fizikokimyasal özelliklerinde ve dolayısıyla adsorpsiyon kapasitesi ve kinetiğinde değişikliklere neden olmuş olabilir. Bu bulgular, adsorpsiyon mekanizmasının daha detaylı anlaşılması ve materyalin adsorptif performansının iyileştirilmesi için ileri araştırmalara zemin hazırlamaktadır.



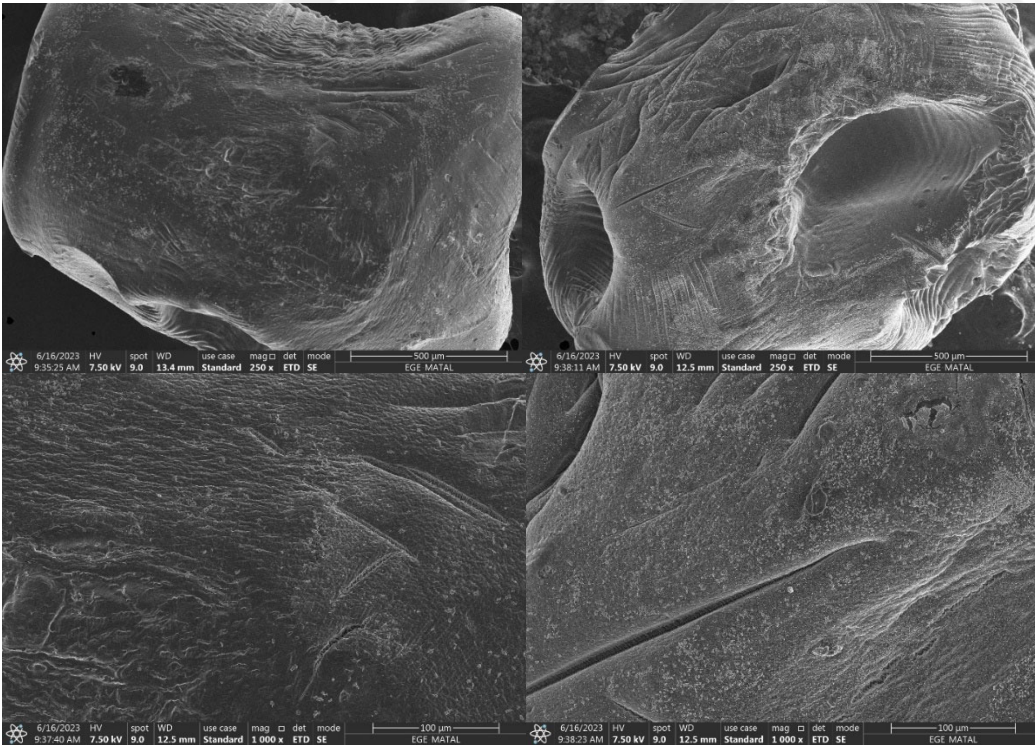
Şekil 4.21 Sr + Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000 büyütme değerlerinde)

Şekil 4.22’de verilen SEM görüntüleri, Murexide’in yerine Xylenol Orange kullanılarak sentezlenen Aljinat hidrojel küreciklerin (XOH) yüksek çözünürlüklü morfolojik incelemelerini sunmaktadır. Xylenol Orange, metal iyonları ile kompleks oluşturabilen bir kolorimetrik prob olup, burada aljinat matrisine entegre edilmiştir.

Yüzey morfolojisi, düzgün ve homojen bir yüzey yapısı sergilemektedir; bu da Xylenol Orange moleküllerinin aljinat matrisi içerisine eşit bir şekilde dağıldığını ve stabil bir kompleks oluşturduğunu gösterebilir. Aljinat matrisinin pürüzsüz ve göreceli olarak düz yüzeyi, metal iyonlarının tutunması için geniş bir yüzey alanı sunarken, yüzeydeki ince çizgi ve yarıklar daha derin gözenek yapılarına işaret edebilir. Bu gözenekler, iyon alışverişi için gerekli olan difüzyon yollarını sağlar ve dolayısıyla adsorpsiyon kapasitesini artırabilir.

Görüntülerdeki büyütme oranları arttıkça, yüzeydeki detaylar daha belirgin hale gelmektedir. Özellikle en yüksek büyütme altındaki görüntülerde, aljinat zincirlerinin ince yapısal detayları gözlemlenebilir.

Küreciklerin boyutları ve şekilleri, kullanım kolaylığı ve filtrasyon sistemlerine entegrasyon için uygun olacak şekilde tasarlanmıştır. Xylenol Orange eklenmiş aljinat hidrojellerin bu morfolojik ve yapısal özellikleri, ağır metal iyonları gibi çeşitli kontaminantların adsorpsiyonu için kullanılabilceğini göstermektedir. Ayrıca, bu yapısal özelliklerin yanı sıra Xylenol Orange'nin varlığı, adsorpsiyon sürecinin izlenmesinde renk değişikliği yoluyla kolorimetrik sinyaller sağlayarak, bu sürecin gözlemlenmesini ve değerlendirilmesini kolaylaştırabilir.



Şekil 4.22 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000 büyütme değerlerinde).

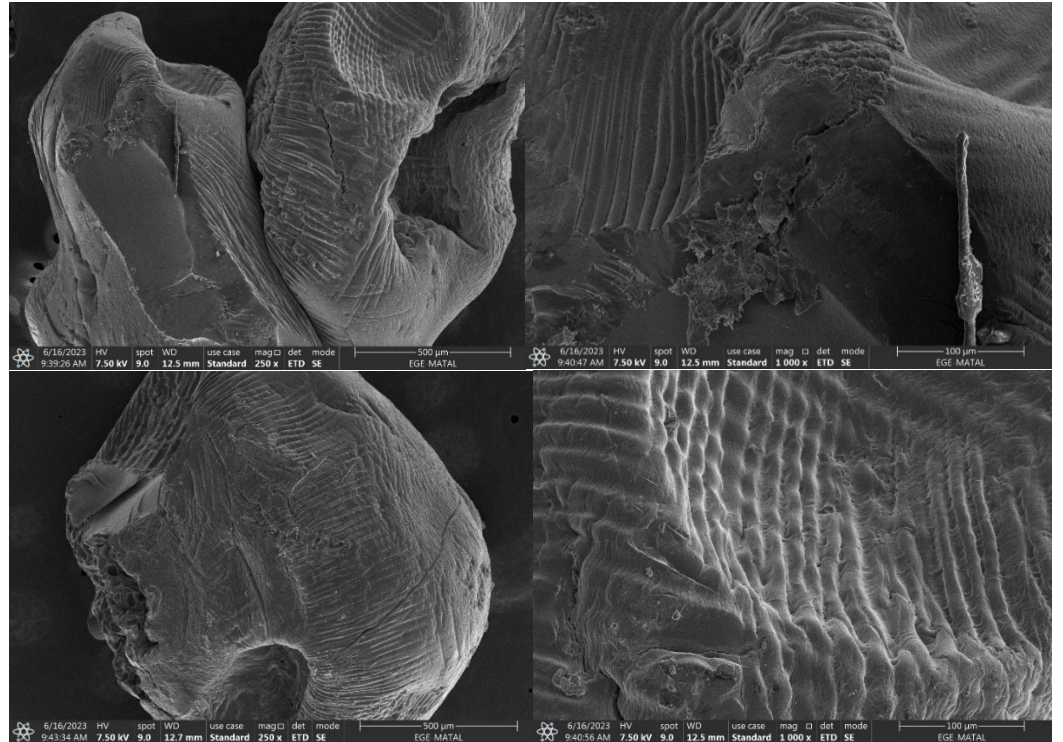
Şekil 4.23'deki SEM görüntüleri, Thorin ile modifiye edilmiş Aljinat hidrojel küreciklerin mikroyapısal özelliklerini sergilemektedir. Thorin, metal iyonları ile

kompleks oluşturan başka bir kolorimetrik prob molekülüdür ve burada, aljinat matrisi içine entegre edilmiştir.

Görüntülerin detaylı analizi, küreciklerin yüzeyinin Xylenol Orange modifiye edilmiş olanlara kıyasla daha fazla katmanlı ve pürüzlü bir yapı sergilediğini ortaya koymaktadır. Bu yapısal özellikler, Thorin moleküllerinin aljinat matrisine eşit olmayan bir dağılım gösterdiğine ve muhtemelen matris içinde heterojen bir kompleksasyon yapısına sahip olduğuna işaret edebilir. Yüzeydeki bu pürüzlülük ve katmanlı yapı, yüzeyin etkin adsorpsiyon alanını artırarak, özellikle ağır metal iyonları gibi kontaminantların adsorpsiyon verimliliğini iyileştirebilir.

En yüksek büyütme oranlarında, yüzeydeki ince çatlaklar ve boşluklar net bir şekilde gözlemlenebilmektedir. Bu boşluklar, küreciklerin iç gözenek yapısının bir göstergesi olabilir ve bu gözeneklerin varlığı, yüksek bir yüzey alanı ve adsorpsiyon kapasitesi için önemlidir. Gözenekler, metal iyonlarının difüzyonu ve adsorpsiyonu için gerekli yolları sağlar ve ayrıca adsorbatlar ile daha fazla etkileşim noktası sunar.

Thorin ile modifiye edilmiş küreciklerin genel morfolojisi ve mikro yapısı, potansiyel olarak yüksek adsorpsiyon kapasiteleri ve spesifik metal iyonlarına yönelik seçicilik gösterebilir. Thorin'in kolorimetrik özellikleri ayrıca, adsorpsiyon sürecinin izlenmesi ve analiz edilmesi için kullanılabilecek bir araç sağlayabilir.



Şekil 4.23 Thorin + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin SEM görüntüsü (X250, X1000büyütme değerlerinde).

4.3.4 SEM-EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) Sonuçları

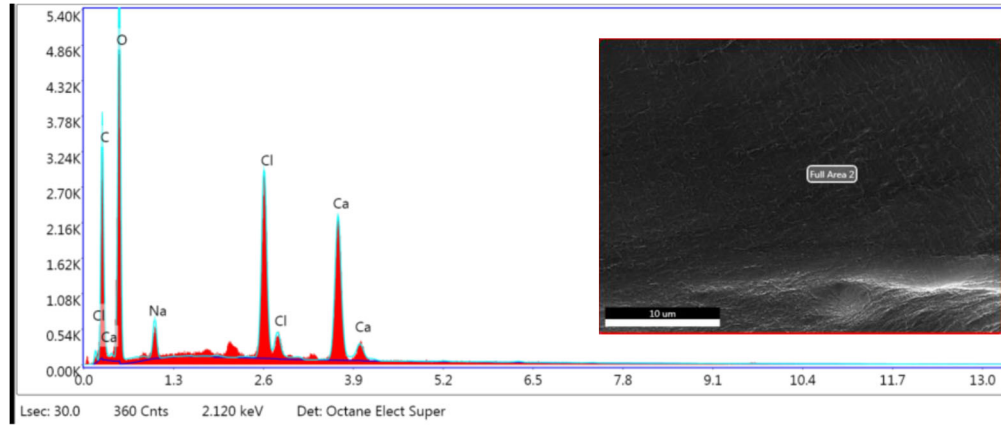
EDX analizi, bir numunenin elementel bileşimini elde etmek için kullanılır ve SEM analizi ile sağlanandan sonuçlardan daha nicel bir sonuç sağlanmasına yardımcı olur. SEM ve EDX analizlerinin kombinasyonu, kimyasal bileşim ve temel araştırma sunmakta ve kapsamlı değerlendirme sağlamaktadır. Şekil 4.24'te görülen EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) analizinden elde edilen veriler, Murexide katkılı Aljinat hidrojel küreciklerinin elementel bileşimini detaylandırmaktadır. Spektrumda, karbon (C), oksijen (O), sodyum (Na), klor (Cl) ve kalsiyum (Ca) pikleri belirgin şekilde gözlemlenmektedir. Bu piklerin varlığı, söz konusu elementlerin örnekte bulunduğunu göstermektedir. SEM görüntüsü, EDX analizinin yapıldığı alanın genel görünümünü sağlar ve analiz edilen yüzeyin pürüzlülüğü ve yapısını gösterir.

EDX spektrumu ve elementel bileşim tablosundan elde edilen ağırlık yüzdesi ve atomik yüzdesi değerleri, örneğin kimyasal bileşimine dair niceliksel bilgiler sunar. Ağırlık yüzdesi, bir elementin toplam örnekteki kütle oranını temsil ederken, atomik yüzdesi, o elementin atom sayısının toplam atom sayısına oranını gösterir.

Karbondaki yüksek oran (ağırlıkça %33.20, atomik olarak %44.52), Aljinatın temel bileşeni olarak karbon içerikli polisakkarit yapısından kaynaklanmaktadır. Oksijen (ağırlıkça %45.33, atomik olarak %45.63), Aljinat polimer zincirinde ve Murexide molekülünde bulunan hidroksil ve eter gruplarını yansıtır.

Sodyumun varlığı (ağırlıkça %2.63, atomik olarak %1.84), muhtemelen Aljinatın sodyum tuzundan veya sentez sırasında kullanılan sodyum içeren bir başka bileşenden kaynaklanmaktadır. Klor (ağırlıkça %8.35, atomik olarak %3.79), Murexide molekülünde bulunan klorid iyonlarına veya reaktiflerden kaynaklı kontaminasyonlara işaret edebilir. Kalsiyumun (ağırlıkça %10.49, atomik olarak %4.22) varlığı, Aljinatın kalsiyum tuzları formunda olduğunu, kalsiyum iyonlarının çapraz bağ oluşturarak hidrojel ağ yapısını stabilize ettiğini gösterir.

Bu sonuçlar, Murexide ve Aljinatın başarıyla birleştirildiğini ve olası bir çapraz bağlama veya kompleks oluşumu sürecinin gerçekleştiğini düşündürmektedir. Bu tür bir malzemenin, kalsiyum iyonlarının mevcudiyeti nedeniyle biyomedikal uygulamalarda ve ağır metal adsorpsiyonunda kullanım potansiyeli vardır. Ayrıca, klor ve sodyum içeriği, küreciklerin kimyasal modifikasyonları veya sentez sırasında kullanılan reaktiflerle ilgili ek bilgiler sağlar.



Şekil 4.24 Murexide + Etilen Glikol + Ca-aljinat (MAH) küreciklerinin EDX grafiği.

Çizelge 4.2 Murexide + Etilen Glikol + Ca-aljinat (MAH) küreciklerinin EDX elemental dağılım tablosu

Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	33.20	44.52
O	45.33	45.63
Na	2.63	1.84
Cl	8.35	3.79
Ca	10.49	4.22

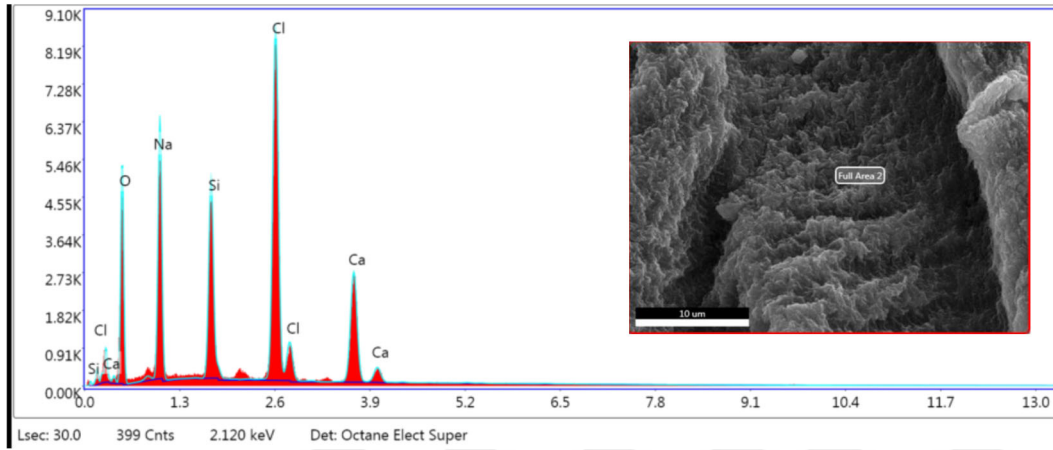
Şekil 4.25'te görülen EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) analizi verileri, TEOS (Tetraetil Ortosilikat) katkısı yapılmış Murexide katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin elementel bileşimini detaylı bir şekilde göstermektedir. Analiz sonuçları, özellikle karbon (C), oksijen (O), silisyum (Si), klor (Cl) ve kalsiyum (Ca) elementlerinin varlığını belirlemiştir.

Analiz edilen küreciklerin elementel bileşimi ağırlıkça yüzde olarak C: %20.82, O: %57.22, Si: %15.81, Cl: %1.04 ve Ca: %5.11 şeklindedir. Atomik yüzde olarak ise C: %28.75, O: %59.32, Si: %9.34, Cl: %0.49 ve Ca: %2.11 olarak belirlenmiştir. Oksijenin yüksek oranı, Aljinatın ve TEOS'un oksijen bakımından zengin yapısından kaynaklanmaktadır. Silisyum, TEOS katkısının bir göstergesi olup, bu yüksek oran materyalin silika temelli bir yapı kazandığını gösterir. Kalsiyum, aljinatın çapraz bağlanması ve hidrojel oluşumundaki rolüyle ilişkilendirilebilir. Karbon ve oksijenin varlığı hem Aljinat polimerinin organik iskeletini hem de TEOS'un etoksil gruplarını yansıtmaktadır.

EDX spektrumunun gösterdiği pikler, bu elementlerin karakteristik enerji seviyelerine tekabül eder ve küreciklerin yüzeyindeki elementel dağılımın bir haritasını sunar. Klorun düşük oranı, muhtemelen kullanılan başlangıç malzemelerinden veya reaktiflerden hafif bir kontaminasyonu temsil ediyor olabilir.

SEM görüntüsünde, EDX analizi yapılan alanda küreciklerin yüzey morfolojisini gösterir. Görüntü, yüzeyin yüksek pürüzlülük ve heterojen bir yapıya sahip olduğunu belirtir, bu da adsorpsiyon kapasitesini artırabilir.

Bu veriler, TEOS'un başarılı bir şekilde Aljinat matrisine entegre edildiğini ve materyalin modifiye edildiğini göstermektedir. Ayrıca, bu yapısal ve kimyasal modifikasyonlar, materyalin mekanik ve kimyasal özelliklerini etkileyebilir, bu da biyomedikal uygulamalar ve çevresel arıtma teknolojilerindeki potansiyel uygulamalarını çeşitlendirir.



Şekil 4.25 Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) küreciklerinin EDX grafiği.

Çizelge 4.3 Murexide + TEOS + Ca-aljinat (MTH) küreciklerinin EDX elemental dağılım tablosu

Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	20.82	28.75
O	57.22	59.32
Na	15.81	9.34
Cl	1.04	0.49
Ca	5.11	2.11

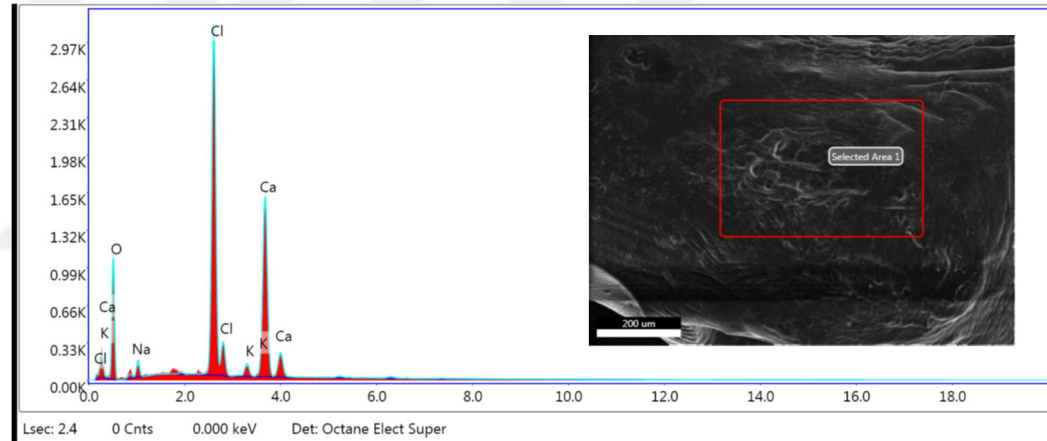
Şekil 4.26'da görülen EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) spektroskopisi ile Xylenol Orange katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin elementel analizi yapılmıştır. EDX spektrumu, oksijen (O), sodyum (Na), klor (Cl), potasyum (K) ve kalsiyum (Ca) elementlerinin karakteristik piklerini göstermektedir. Bu piklerin varlığı, örnekte bulunan elementlerin belirgin bir işareti olarak kabul edilir.

Elementel bileşim tablosu, örneklerin ağırlık yüzdesi ve atomik yüzdesi olarak elementel dağılımını sunar. Oksijen, ağırlıkça %52.89 ve atomik olarak %71.43 ile en baskın elementtir, bu yüksek oran Aljinat polimer zincirleri ve Xylenol Orange moleküllerinde bulunan oksijen atomlarından kaynaklanmaktadır. Klorun ağırlıkça %23.25 ve atomik olarak %14.17'lik oranı, potansiyel olarak klor iyonlarının varlığını ya da analiz sırasında kullanılan reaktiflerden kaynaklanabilecek kontaminasyonu gösterebilir. Kalsiyum, ağırlıkça %18.90 ve atomik olarak %10.19'luk bir oranla, Aljinatın kalsiyum tuzları formunda olduğuna

ve kalsiyum iyonlarının Aljinat polimer zincirleri arasındaki çapraz bağları oluşturduğuna işaret eder.

Sodyum ve potasyumun varlığı (sırasıyla ağırlıkça %3.81 ve %1.15, atomik olarak %3.58 ve %0.63), bu iyonların hidrojel matrisine veya sentez sırasında kullanılan kimyasallara bağlı olabilir. SEM görüntüsü, EDX analizi için seçilen alanın genel görünümünü ve yüzey morfolojisini gösterir. Bu görüntüde, hidrojel küreciklerin pürüzlü ve katmanlı yapısı, yüksek yüzey alanı ve muhtemel gözenekliliği ile adsorpsiyon için uygun bir yapıyı ortaya koyar.

Bu verilerin bütünü, Xylenol Orange katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin potansiyel olarak yüksek adsorpsiyon kapasitesine ve belirli metal iyonlarına karşı seçiciliğe sahip olabileceğini göstermektedir. Kolorimetrik özellikler de adsorpsiyon sürecinin izlenmesine olanak tanıyan bir araç sağlayabilir. Bununla birlikte, bu elementel analizler, materyalin kimyasal ve fiziksel özelliklerinin daha kapsamlı anlaşılması için daha fazla araştırma yapılmasını gerektirir.



Şekil 4.26 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin EDX grafiği.

Çizelge 4.4 Xylenol Orange + Ca-aljinat (XOH) biyopolimerinin EDX elemental dağılım tablosu

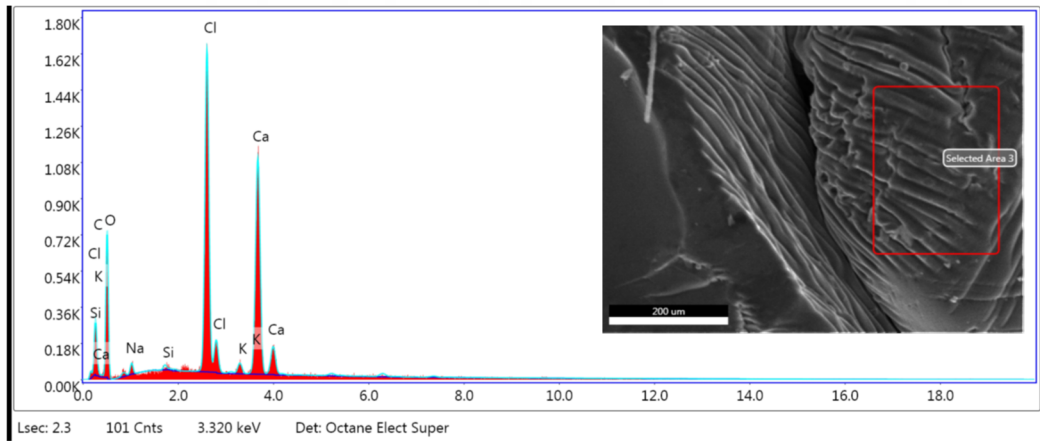
Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
O	52.89	71.43
Na	3.81	3.58
Cl	23.25	14.17
K	1.15	0.63
Ca	18.9	10.19

Şekil 4.27’de görülen EDX (Enerji Dağılımlı X-ışını) spektroskopisi, Thorin katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin elementel analizini sunmaktadır. Elde edilen spektrum ve elementel bileşim tablosu, karbon (C), oksijen (O), sodyum (Na), silikon (Si), klor (Cl), potasyum (K) ve kalsiyum (Ca) elementlerinin varlığını göstermektedir.

Analiz sonuçları şu elementel bileşimi göstermektedir: oksijen en baskın element olarak ağırlıkça %45.75 ve atomik olarak %50.57 oranında bulunurken, karbon ağırlıkça %23.37 ve atomik olarak %34.41 ile ikinci en yüksek konsantrasyona sahiptir. Kalsiyumun ağırlıkça %14.24 ve atomik olarak %6.28'lik oranı, Aljinat polimer zincirlerinin çapraz bağlanmasında kullanılan kalsiyum iyonlarını gösterebilir. Klorun ağırlıkça %14.22 ve atomik olarak %7.10'luk yüksek oranı, muhtemelen Thorin molekülünün klor iyonlarını veya sentez sırasında kullanılan klor içerikli kimyasalları yansıtır.

Spektrumda silikon ve potasyumun varlığı oldukça düşüktür; bu, bu elementlerin analiz edilen örnekte sadece iz miktarlarda bulunduğunu veya reaktiflerden kaynaklı kontaminasyon olduğunu gösterebilir. SEM görüntüsünde, EDX analizi için seçilen alanın yüzey morfolojisi ve yapısı görülür ve analiz edilen bölgede yüksek pürüzlülük ve katmanlı yapının varlığını gösterir. Bu morfolojik yapı, yüzey alanını ve muhtemel gözenekliliği artırarak, hidrojel küreciklerin adsorpsiyon kabiliyetini iyileştirebilir.

Bu veriler, Thorin katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin, belirli metal iyonlarının adsorpsiyonu için potansiyel bir kapasiteye sahip olduğunu ve Thorin molekülünün kolorimetrik özelliklerinin adsorpsiyon sürecinin izlenmesinde kullanılabileceğini göstermektedir. Ancak, materyalin tam özelliklerini anlamak ve potansiyel uygulamalarını değerlendirmek için daha fazla araştırma gerekmektedir.



Şekil 4.27 Thorin + Ca-aljinat (TOH) biyopolimerinin EDS grafiği.

Çizelge 4.5 Thorin + Ca-aljinat (TOH) biyopolimerinin EDX elemental dağılım tablosu

Element	Ağırlık (%)	Atomik (%)
C	23.37	34.41
O	45.75	50.57
Na	1.62	1.25
Si	0.2	0.13
Cl	14.22	7.1
K	0.59	0.27

Ca	14.24	6.28
----	-------	------

4.3.5 X-Ray Fotoelektron Spektroskopisi (XPS) Sonuçları

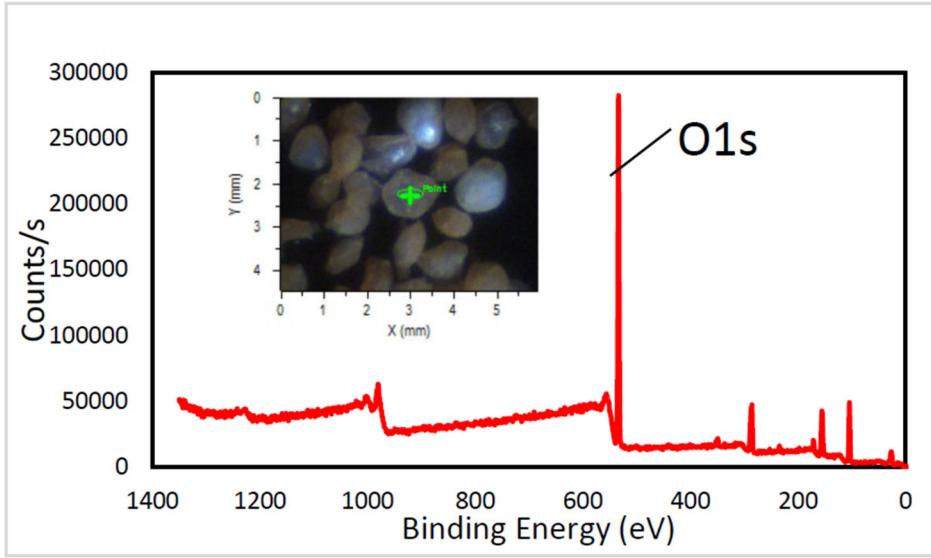
Şekil 4.28’de verilen XPS (X-ışını Fotoelektron Spektroskopisi) analizi, yüzey kimyasal bileşimini ve elektronik durumunu incelemek için kullanılmıştır. Analiz, spesifik bağlanma enerjilerinde (BE) belirli piklerin varlığıyla karakterize edilen elementel bileşim hakkında bilgi sağlar. Genel spektrumda en yüksek pik, O1s (oksijen 1s) için 539.015 eV’de görülmekte olup, bu, oksijenin yüzeydeki mevcudiyetini ve hidrojel matrisin oksijenle zengin bileşenlerini (örneğin hidroksil grupları, eter bağları) gösterir. Oksijenin yüksek atomik yüzdesi (%24.52), malzemenin oksijenle zengin yapıya sahip olduğunu onaylar.

Si2p3 pikinin bağlanma enerjisi 106.76 eV ve atomik yüzdesi %21.32, malzemenin TEOS katkısından kaynaklanan önemli bir silikon içeriğine sahip olduğunu gösterir. Silikonun bu varlığı, materyalin silika (SiO₂) bileşenleri veya siloksane bağları içerebileceğini düşündürür.

C1s pikinin bağlanma enerjisi 292.44 eV ve atomik yüzdesi %10.92, karbon içeren bileşenlerin (muhtemelen organik aljinat matrisi) varlığını işaret eder. Ca2p3 pikinin bağlanma enerjisi 354.125 eV ve atomik yüzdesi %0.99, Aljinatın kalsiyum tuzları veya kalsiyum iyonlarının varlığına işaret eder ve bu iyonların küreciklerin çapraz bağlanma mekanizmasında rol oynadığını düşündürür.

N1s pikinin bağlanma enerjisi 406.065 eV ve atomik yüzdesi %0.48, azot içeren bileşenlerin varlığını (muhtemelen Murexide molekülünden gelen) gösterir. Mikroskop görüntüsü, XPS analizinin yapıldığı hidrojel küreciklerin topografyasını ve yüzey morfolojisini gösterir. Bu görüntü, analiz edilen bölgenin yüzeyini ve potansiyel yüzey heterojenliğini sergiler.

Bu XPS analizi, hidrojel küreciklerin yüzey kimyasal bileşiminin ayrıntılı bir profilini sunar ve bu bileşenlerin yüzeyde nasıl dağıldığını gösterir. Bu veriler, malzemenin yüzey işlevselliği ve potansiyel uygulamaları hakkında önemli bilgiler sağlar. Özellikle, Murexide’nin varlığı, bu hidrojellerin biyomedikal uygulamalar veya kontaminant adsorpsiyonu gibi alanlarda kullanılma potansiyelini gösterir. Yüksek oksijen içeriği ve silikon varlığı, malzemenin kimyasal ve fiziksel özelliklerini önemli ölçüde etkileyebilir.



Şekil 4.28 MTH (Murexide TEOS) küreciklerinin XPS Grafiği

Çizelge 4.6 MTH (Murexide TEOS) küreciklerinin XPS elektron bağlanma enerjisi çizelgesi

Elektron	Atomik %	Bağlanma Enerjisi (eV)
Si2p3	21.32	106.76
C1s	10.92	292.44
Ca2p3	0.99	354.125
N1s	0.48	406.065
O1s	24.52	539.015

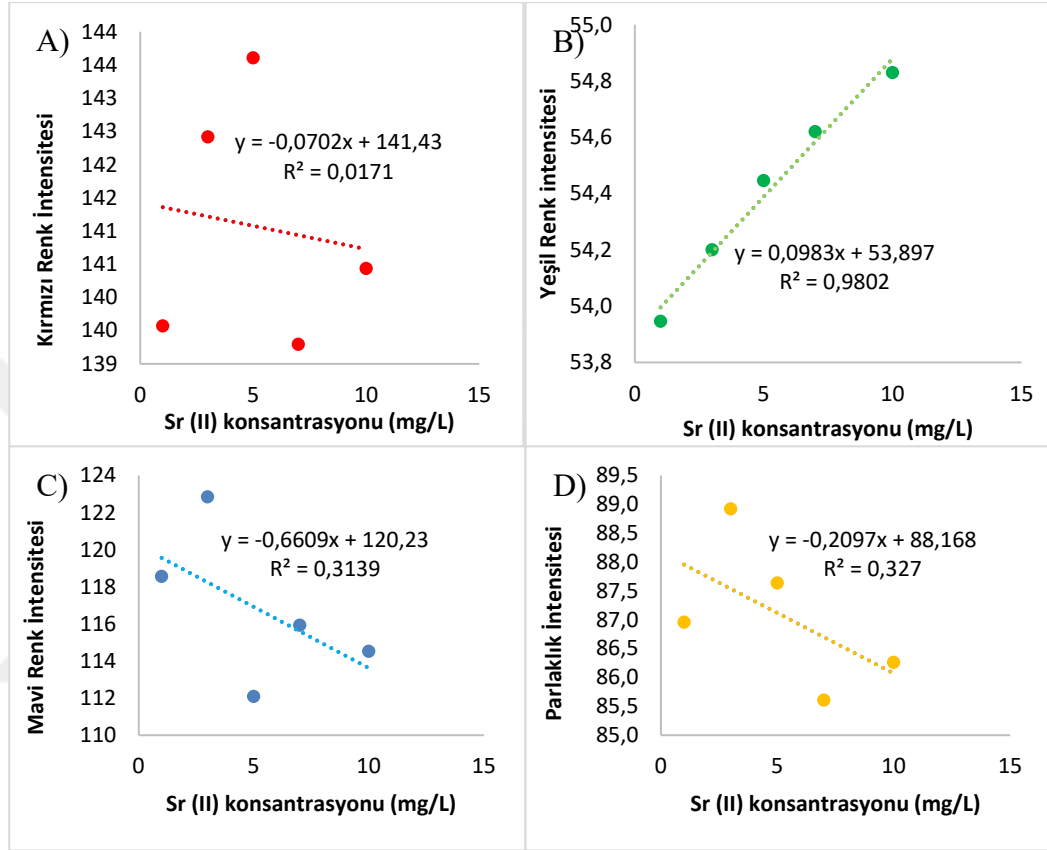
4.4 Stronsiyum Deteksiyon Koşullarının İncelenmesi

4.4.1 Murexide Hidrojel Kürecikleriyle Stronsiyum Tespiti İncelemesi

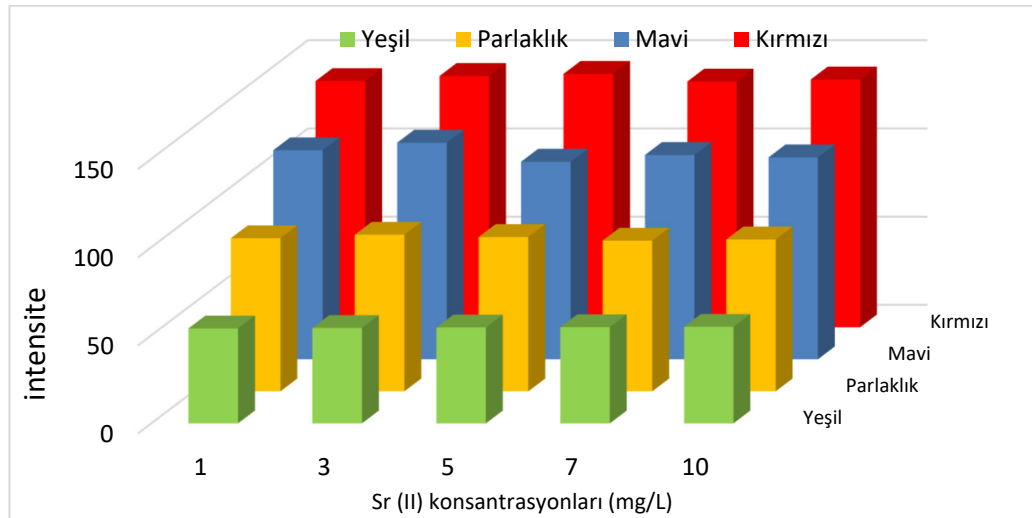
Bu çalışmada, Stronsiyum (II) iyonlarının (Sr^{2+}) konsantrasyonunu belirlemek için Murexide ve TEOS ile modifiye edilmiş Aljinat kürecikleri (MTH) kullanılmıştır. İlk olarak, pH değeri 8 olan ve 1 ila 10 mg/L arasında değişen Sr^{2+} konsantrasyonlarına sahip çözeltiler (5 mL) hazırlanmıştır. Bu çözeltiler, adsorpsiyon kapasitesi ve renk değişikliği gösterme özelliğine sahip olan 5 mg MTH ile 25 °C sıcaklıkta, 15 dakika süresince etkileştirilmiştir. Etkileşim sürecinin ardından, MTH kürecikleri çözeltiden ayrılmış ve optik özelliklerinin analizi için fotoğrafları akıllı bir telefonun dijital kamerası ile çekilmiştir.

Yeşil ışıktaki gözlenen renk değişimlerinin RGB verileri kaydedilmiş ve analiz edilmiş, en iyi lineer ilişki ($R^2 = 0.98$) yeşil ışık spektrumunda bulunmuştur (Şekil 4.29 B). Bu yüksek korelasyon değeri, oluşturulan kalibrasyon eğrisinin, bilinmeyen konsantrasyonlardaki Sr^{2+} örneklerinin tespiti için yüksek bir güvenilirlik seviyesi sunabileceğini göstermektedir.

Deneyin ikinci aşamasında, 2, 4, 6, 8 ve 9 mg/L konsantrasyonlarında hazırlanan Sr^{2+} çözeltileri, benzer şekilde MTH ile işlenmiş ve küreciklerin adsorpsiyon sonrası görüntüleri elde edilmiştir. Görüntülerin bilgisayara aktarılıp ImageJ yazılımı kullanılarak yapılan analizi sonucunda, her bir konsantrasyon değerine karşılık gelen yeşil renk intensitesi, daha önce oluşturulan kalibrasyon eğrisi kullanılarak niceliklendirilmiştir.



Şekil 4.29 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleriyle etkileşimi sonrası intensite değişim grafikleri A) Kırmızı, B) Yeşil, C) Mavi, D) Parlaklık



Şekil 4.30 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleriyle etkileşimi sonrası 3 boyutlu intensite değişim grafikleri

Elde edilen sonuçlar, başlangıçta yüklenen Sr^{2+} konsantrasyonlarının (2, 4, 6, 8 ve 9 mg/L) sırasıyla 2.57, 4.10, 6.13, 8.07 ve 8.47 mg/L olarak ölçüldüğünü göstermiştir. Bu ölçümler, belirlenen hata paylarıyla birlikte %28.69, %2.49, %2.24, %0.84 ve %-5.84 olarak saptanmıştır (Çizelge 4.7). Negatif hata payı, ölçümün beklenen değerden daha düşük olduğunu gösterirken, pozitif hata payları ölçümün beklenen değerden yüksek olduğunu gösterir. Bu hatalar, analitik yöntemlerin doğasında var olan belirsizlikleri ve deneysel sapmaları yansıtmaktadır.

Çizelge 4.7 Konsantrasyonu Bilinmeyen Sr (II) çözeltilerinin MTH kullanılarak kantitatif Sr (II) konsantrasyonu ölçüm denemesi

Sr (II) (mg/L)	Yeşil intensitesi	Ölçülen Sr (II) (mg/L)	% Hata
2	54.15	2.57	-28.69
4	54.3	4.10	-2.49
6	54.5	6.13	-2.24
8	54.69	8.07	-0.84
9	54.73	8.47	5.84

Bu çalışma, MTH'nin Sr^{2+} konsantrasyonlarının tespiti için etkili bir renk değişikliği tabanlı prob olarak kullanılabileceğini göstermiş ve bu yöntemin potansiyel uygulamaları için önemli bir adım oluşturmuştur. Analitik doğruluk ve güvenilirlik açısından, kalibrasyon eğrisinin yüksek korelasyon katsayısı, yöntemin spesifikliğini ve tekrarlanabilirliğini desteklemektedir.

4.4.2 Xylenol Orange ile Stronsiyum Tespiti İncelemesi

Bu çalışmada, Xylenol Orange katkılı Aljinat hidrojel küreciklerinin (XOH) Stronsiyum iyonlarının (Sr^{2+}) varlığını ve konsantrasyonunu belirleme kapasitesi değerlendirilmiştir. Stronsiyum iyonlarının adsorpsiyonu için öncelikle pH 8'de 1-10 mg/L aralığında Sr^{2+} çözeltileri hazırlanmış ve 5 mg XOH içeren hidrojel kürecikler bu çözeltilerle 15 dakika boyunca 25 °C sıcaklıkta etkileştirilmiştir. Etkileşim süresinin sonunda, kürecikler çözeltilerden ayrılarak, renk değişikliklerinin fotoğrafları akıllı bir telefonun dijital kamerası kullanılarak çekilmiştir. Fotoğraflar daha sonra bilgisayara aktarılarak ImageJ programıyla analiz edilmiştir.

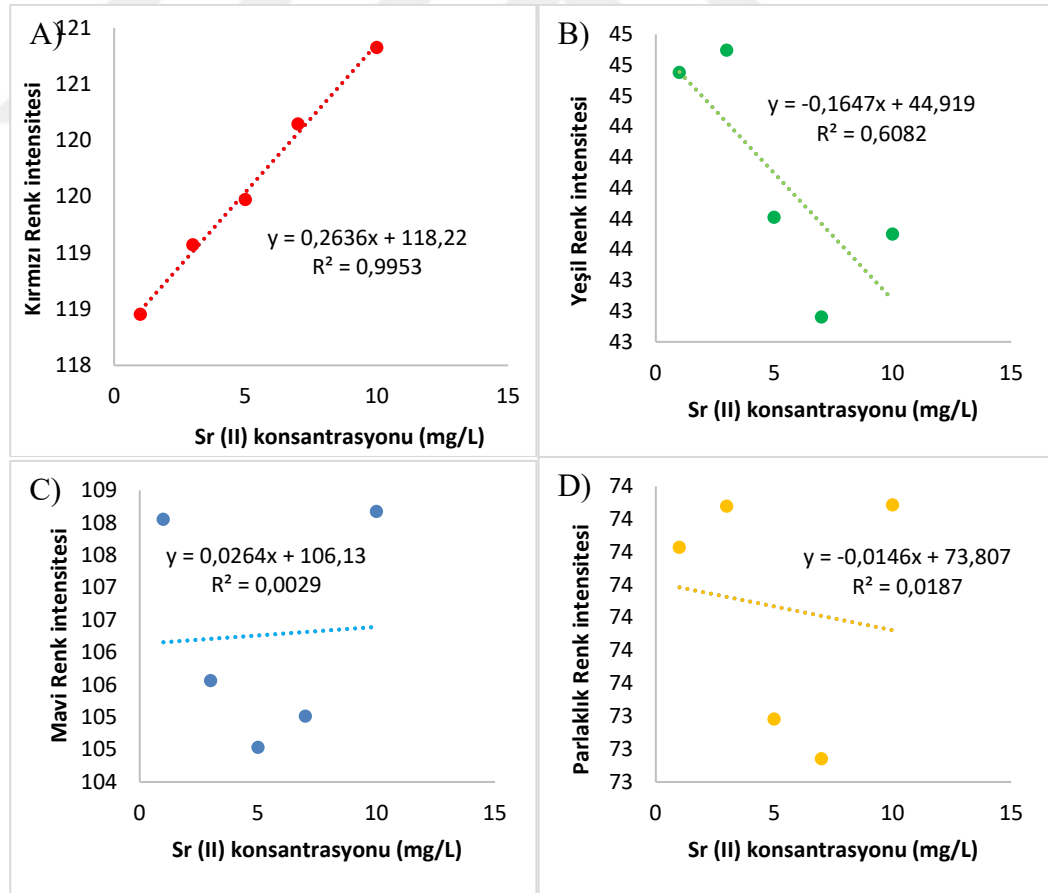
Fotoğrafların RGB analizi sonucunda, kırmızı renk spektrumu için en iyi lineer ilişki ($R^2 = 0.99$) elde edilmiş (Şekil 4.31 A), bu yüksek korelasyon değeri, oluşturulan kalibrasyon eğrisinin yüksek güvenilirlikle Sr^{2+} konsantrasyonlarını tespit etmek için kullanılabileceğini göstermiştir.

Bilinmeyen konsantrasyonlardaki Sr^{2+} çözeltilerinin ölçümü için benzer şartlar altında 2, 4, 6, 8 ve 9 mg/L konsantrasyonlarındaki çözeltiler 5 mg XOH ile

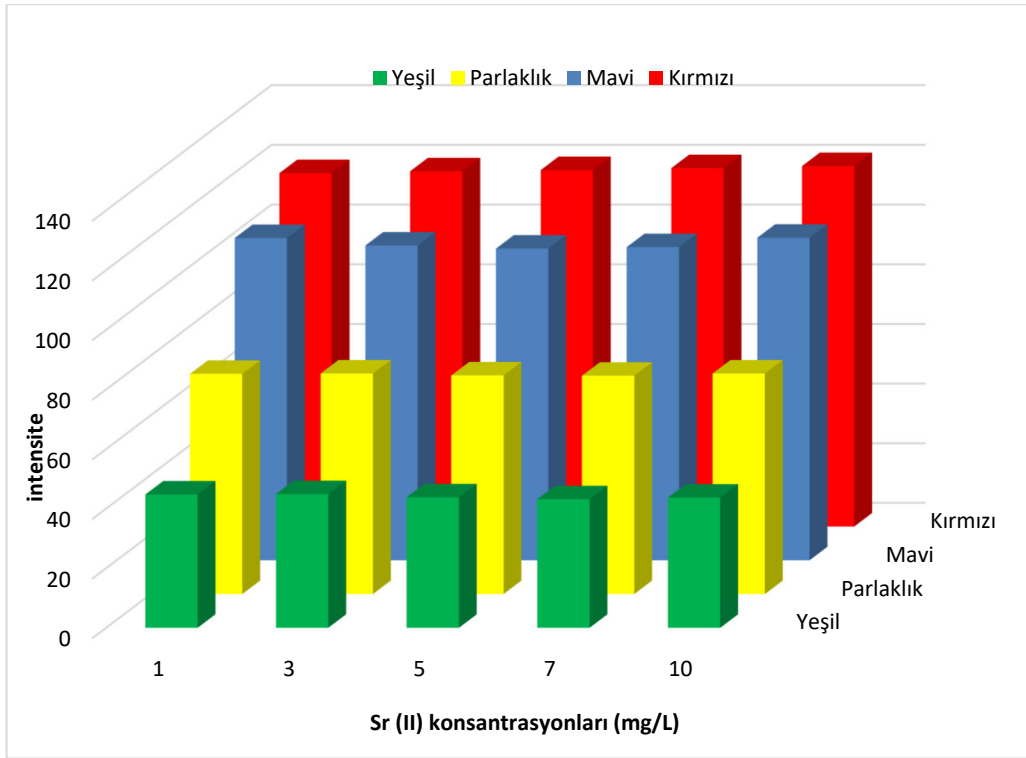
15 dakika boyunca 25 °C'de etkileştirilmiştir. XOH kürecikleri çözeltilerden süzildükten sonra bir akıllı telefon kamerası kullanılarak fotoğrafları çekilmiştir. ImageJ yazılımı kullanılarak yapılan analizde, her bir konsantrasyon değerine karşılık gelen kırmızı ışık yoğunluğu değerleri, kalibrasyon eğrisi kullanılarak konsantrasyon değerlerine dönüştürülmüştür.

Sonuçlar, Sr^{2+} konsantrasyonlarını 2, 4, 6, 8 ve 9 mg/L sırasıyla 2.28, 4.14, 6.64, 8.38 ve 9.6 mg/L olarak ortaya koymuştur. Bu ölçümlerde hesaplanan hata oranları % 13.81, % 3.38, % 10.65, % 4.8 ve % 6.64 olarak (Çizelge 4.9) belirlenmiştir. Pozitif hata oranları, ölçülen değerlerin gerçek değerlerinin üstünde olduğunu gösterirken, bu durum deneysel koşulların, ölçüm tekniklerinin veya çözeltinin optik özelliklerinden kaynaklanan varyasyonlar gibi faktörlerden etkilenebilirliğini ifade etmektedir.

Bu analitik yaklaşım, renk değişikliği tabanlı bir kolorimetrik prob molekül kullanarak Sr^{2+} konsantrasyonunun doğru bir şekilde belirlenmesi için etkili ve tekrarlanabilir bir yöntem olduğunu göstermiştir. Yüksek derecede lineer kalibrasyon eğrisi, adsorpsiyon probunun spesifitesini ve bu konteksteki analitik uygulamalar için potansiyelini vurgulamaktadır.



Şekil 4.31 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin XOH kürecikleri ile etkileşimi sonrası intensite değişim grafikleri A) Kırmızı, B) Yeşil, C) Mavi, D) Parlaklık



Şekil 4.32 1-10 mg/L Sr (II) çözeltilerinin MTH kürecikleri ile etkileşimi sonrası 3 boyutlu intensite değişim grafikleri

Çizelge 4.8 Konsantrasyonu Bilinmeyen Sr (II) çözeltilerinin XOH kullanılarak kantitatif Sr (II) konsantrasyonu ölçüm denemesi

Sr (II) (mg/L)	Kırmızı intensitesi	Ölçülen Sr (II) (mg/L)	% Hata
2	118.82	2.28	13.81
4	119.31	4.14	3.38
6	119.97	6.64	10.65
8	120.43	8.38	4.80
9	120.75	9.60	6.64

Deneylerde Kullanılan Kamera Ayarları

Bu çalışmada, Xylenol Orange katkılı Aljinat hidrojel küreciklerin Stronsiyum (II) iyonlarını tespit edebilme kapasitesi fotoğrafik yöntemlerle değerlendirilmiştir. Fotoğrafik analiz, spesifik kamera ayarları kullanılarak gerçekleştirilmiştir. ISO değeri 100 olarak ayarlanmıştır ki bu, kamera sensörünün düşük ışık hassasiyeti ve böylece az gürültü ile yüksek görüntü kalitesi sağlar. Deklanşör hızı 1/75 saniye olarak belirlenmiştir; bu süre, kamera deklanşörünün ışığın sensöre ulaşmasını sağlamak için açık kaldığı zamanı ifade eder ve hareket bulanıklığını en aza indirirken yeterli ışık alımını garanti eder.

Beyaz dengesi (WB), özellikle 6900 Kelvin olarak ayarlanmıştır ki bu, ölçüm yapılan ortamdaki ışığın renk tonunu dengeleyerek doğru renk reproduksiyonunu sağlar. Manuel odak (MF), 0.88 ile ayarlanmış, bu da objektifin belirli bir odak

uzaklığına ayarlandığı ve maksimum görüntü netliğinin elde edildiği anlamına gelir. Pozlama değeri (EV), herhangi bir ek pozlama kompensasyonu uygulanmadan sıfır (0) olarak sabitlenmiştir. Bu ayarlar, renk değişimlerinin doğru bir şekilde kaydedilmesini ve analitik sonuçların güvenilirliğini maksimize eder.

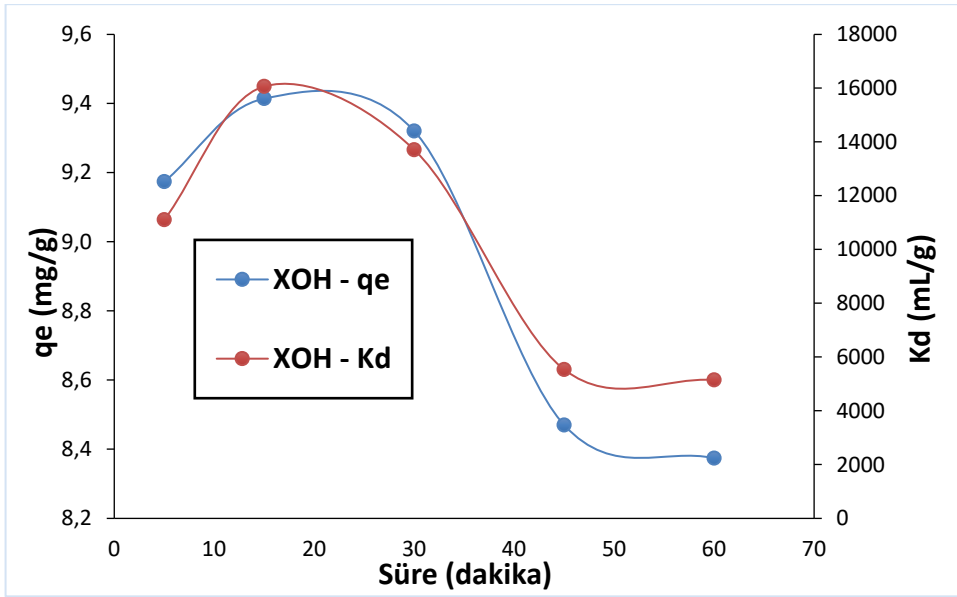
Bu kamera parametrelerinin dikkatli ayarlanması, adsorpsiyon sonrası hidrojel küreciklerin renk değişimlerini standartlaştırılmış, tekrarlanabilir ve nicelendirilebilir bir şekilde kaydetmeyi mümkün kılmıştır. Bu metodoloji, özellikle düşük konsantrasyonlardaki iyonik türlerin tespiti gibi analitik uygulamalar için büyük önem taşımaktadır.

4.5 MTH ve XOH ile Optimum Stronsiyum Alım Koşullarının İncelenmesi

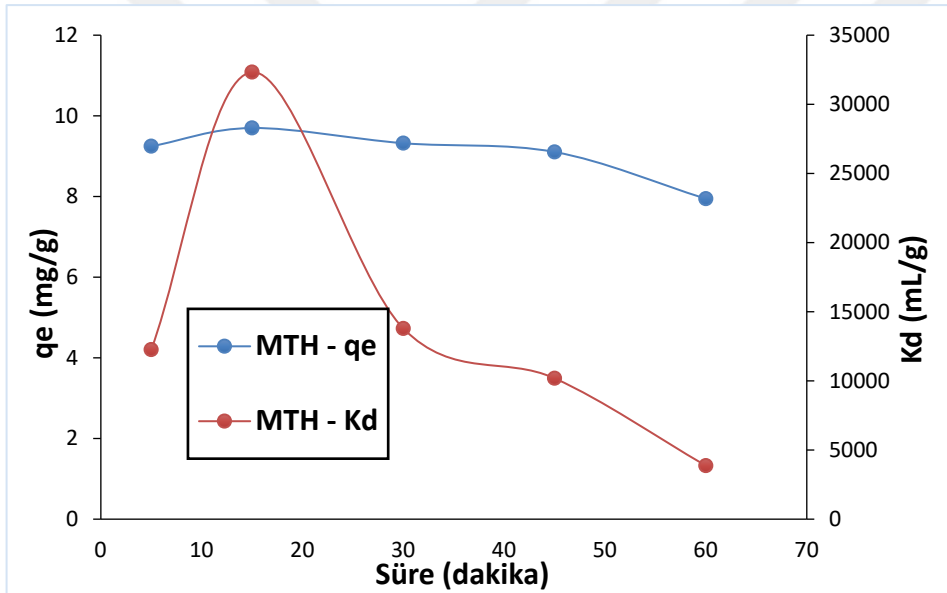
4.5.1 Farklı Sürelerin MTH ve XOH ile Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi

Bu çalışmada, içerisine MTH ve XOH küreciklerinin Sr (II) iyonlarına karşı farklı sürelerin etkisiyle adsorpsiyon kapasitesi değerlendirilmiştir. Adsorpsiyon işlemi, 25 °C sabit sıcaklıkta ve pH 8.0 koşullarında gerçekleştirilmiştir. Her bir deney için, 10 mg/L başlangıç konsantrasyonuna sahip 5 mL Sr^{2+} içeren çözelti, 5 mg MTH ve XOH kürecikleri ile 5 ile 60 dakika arasında değişen süreler boyunca termostatlı çalkalayıcıda karıştırılmıştır.

Adsorpsiyon süresinin artışı ile MTH ve XOH kürecikleri üzerine Sr^{2+} adsorpsiyonunun nasıl değiştiği, analiz sonuçları ve gözlemler Şekil 4.33 ve Şekil 4.34'te görselleştirilmiştir. Elde edilen adsorpsiyon verileri, Çizelge 4.9'da kantitatif olarak sunulmuştur. Bu sonuçlar, belirli çalkalama sürelerinin Sr^{2+} adsorpsiyon verimliliği üzerindeki etkisini yansıtarak, veri setleri, adsorpsiyon sürecinin kinetiği ve adsorban materyallerin performansı hakkında derinlemesine bilgi edinmek için kullanılmıştır.



Şekil 4.33 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda çalkalama süresinin etkisi.



Şekil 4.34 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda çalkalama süresinin etkisi.

Başlangıç konsantrasyonu 10 mg/L olan Sr(II) çözeltilerinin XOH ve MTH ile etkileşiminden sonra çözeltide kalan Sr(II) konsantrasyonları ICP-OES ile ölçülmüştür. Bu etkileşimler sonucu elde edilen adsorpsiyon kapasitesi (qe), dağılım katsayısı (Kd) ve adsorpsiyon verimi (%) değerlerine dayanarak adsorpsiyon sonuçları değerlendirilmiştir.

XOH kürecikleri için yapılan deneylerde, 5 dakikalık etkileşim sonrasında %91,74'lük bir Sr(II) giderimi kaydedilmiş, bu değer 15 dakika sonunda %94,14'e yükselmiştir. İlk 30 dakikada %93,20 oranında bir giderim gözlenmiş, ancak 45 ve 60 dakika sonrasında giderim oranları sırasıyla %84,70 ve %83,74'e düşmüştür. Ortalama Sr(II) giderimi %89,50 olarak hesaplanmıştır.

MTH kürecikleri için, 5 dakikalık etkileşim %92.46'lık bir giderim verimliliği ile sonuçlanmış, 15 dakikada bu oran %97.00'a yükselmiştir, bu oran çalışmada elde edilen en yüksek giderim oranıdır. 30 ve 45 dakika sonrasında %93.24 ve %91.06 giderim verimliliği gözlenirken, 60 dakikada bu oran %79.47'ye düşmüştür. MTH küreciklerinin ortalama Sr(II) giderimi %90.65 olarak hesaplanmıştır.

XOH küreciklerinin optimum adsorpsiyon kapasitesi (qe) 9.41 mg/g iken, MTH küreciklerinin optimum adsorpsiyon kapasitesi 9.7 mg/g olarak tespit edilmiştir. Dağılım katsayısı (Kd) değerleri XOH için optimum 16064.85 mL/g, MTH için ise 32333.33 mL/g olarak belirlenmiştir.

Bu veriler, MTH küreciklerinin daha yüksek bir dağılım katsayısına ve biraz daha yüksek bir ortalama Sr(II) giderim verimliliğine sahip olduğunu göstermektedir. Bu sonuçlar, MTH küreciklerinin XOH küreciklerine göre Sr(II) iyonlarını adsorbe etmede potansiyel olarak daha etkin olduğunu düşündürmektedir. Bununla birlikte, her iki adsorbentin de zamanla giderim verimliliğinde bir azalma göstermesi, adsorpsiyon kapasitelerinin dolduğunu ve bu noktada Sr(II) iyonlarının adsorpsiyonunun doyuma ulaştığını göstermektedir. Bu sonuçlardan yola çıkarak, 15 dakika değeri belirlenmiş ve bir sonraki aşamada farklı doz miktarlarının adsorpsiyon sürecine etkilerinin araştırılması için sabit süre değerini oluşturmaktadır.

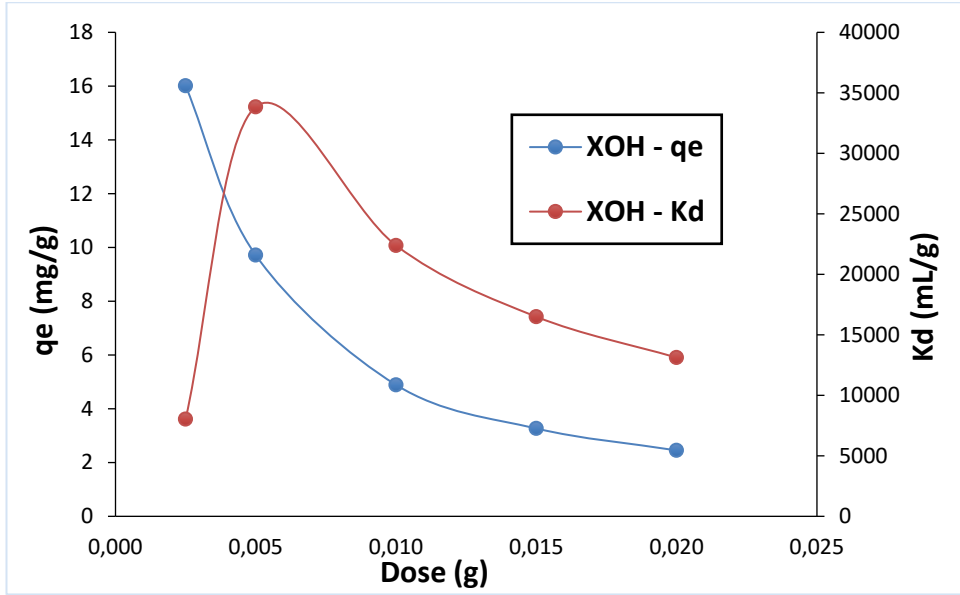
Çizelge 4.9 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Çalkalama Süresinin Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, V: 5mL, m: 5 mg, T: 25°C)

Örnek	Süre (dakika)	Başlangıç Sr(mg/L)	Kalan Sr(mg/L)	qe (mg/g)	Kd (mL/g)	Verim %
XOH	5	10	0.83	9.17	11107	91.74
XOH	15	10	0.59	9.41	16065	94.14
XOH	30	10	0.68	9.32	13709	93.20
XOH	45	10	1.53	8.47	5536	84.70
XOH	60	10	1.63	8.37	5150	83.74
MTH	5	10	0.75	9.25	12263	92.46
MTH	15	10	0.30	9.70	32333	97.00
MTH	30	10	0.68	9.32	13793	93.24
MTH	45	10	0.89	9.11	10186	91.06
MTH	60	10	2.05	7.95	3871	79.47

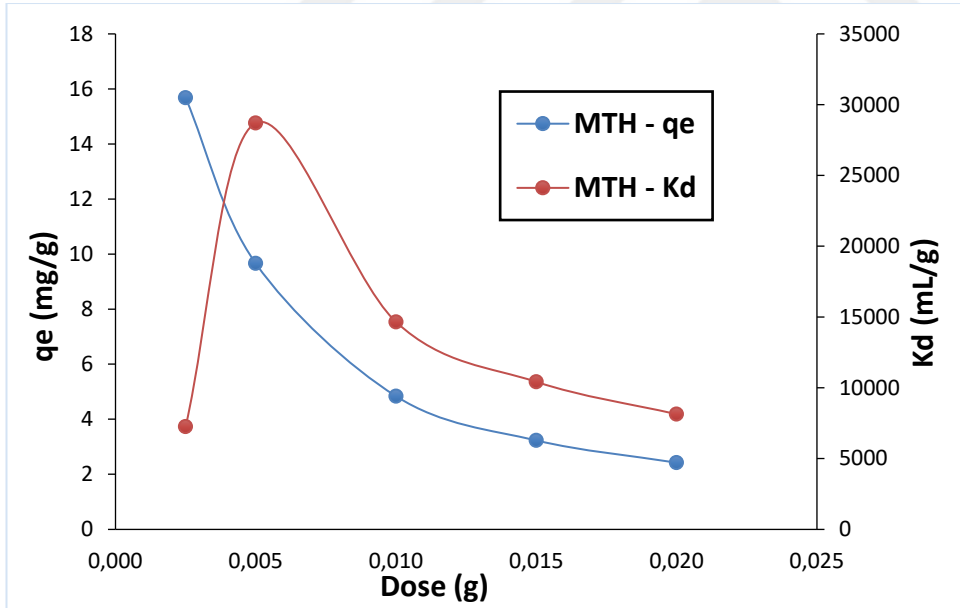
4.5.2 Farklı Sorbent Dozlarının Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi

Bu çalışmada, içerisine MTH ve XOH aljinat hidrojel küreciklerinin Sr (II) iyonlarına (Sr^{2+}) karşı farklı dozlarda adsorbentler ile adsorpsiyon kapasitesi değerlendirilmiştir. Adsorpsiyon işlemi, 25 °C sabit sıcaklıkta, 15 dakikada ve pH

8.0 koşullarında gerçekleştirilmiştir. Her bir deney için, 10 mg/L başlangıç Sr konsantrasyonuna sahip çözelti, 2.5 mg'dan 20 mg'a kadar değişen adsorbent dozlarında XOH ve MTH kürecikleri ile termostatlı çalkalayıcıda karıştırılmıştır.



Şekil 4.35 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda sorbent dozunun etkisi.



Şekil 4.36 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda sorbent dozunun etkisi.

Çizelge 4.10 ve Şekil 35, Şekil 4.36'dan görüldüğü gibi, adsorbanın artan dozları ile çözeltide kalan Sr^{2+} konsantrasyonlarında gözlemlenen azalma, adsorpsiyon kapasitesi (qe), dağılım katsayısı (Kd) ve yüzdesel Sr^{2+} giderimi (%) gibi parametrelerle kantitatif olarak değerlendirilmiştir. XOH küreciklerinde, 2,5 mg dozunda %80,07 giderim sağlanırken, bu oran 20 mg dozunda %98,13'e yükselmiştir. Benzer şekilde, MTH kürecikleri için 2,5 mg dozunda %78,40 giderim elde edilmiş, 20 mg dozunda bu değer %97,02'ye çıkmıştır.

XOH kürecikleri için, 2.5 mg dozundaki yüksek qe değeri (16.01 mg/g), doz arttıkça qe değerinin azalarak 20 mg dozunda 2.45 mg/g'ye düştüğünü göstermiştir. Buna karşın, Kd değeri doz artışıyla birlikte artmış ve 20 mg dozunda 13118.98 mL/g'ye ulaşmıştır. MTH kürecikleri, 2.5 mg dozunda qe değeri olarak 15.68 mg/g sergilemiş ve doz artışıyla bu değer 20 mg'da 2.43 mg/g'ye düşmüştür. Kd değeri, 20 mg dozunda 8139.26 mL/g olarak ölçülmüştür.

Optimum adsorban dozunun hem XOH hem de MTH için 5 mg olarak belirlenmesinin temel nedeni, adsorban miktarının 2,5 mg'dan 5 mg'a yükseltilmesiyle dramatik bir adsorpsiyon verimliliği artışı gözlemlenmesidir. Bu noktadan sonra verim, kararlı bir seviyeye ulaşmıştır. İlginç bir şekilde, her iki biyosorbent türü için 20 mg doz, daha yüksek adsorpsiyon yüzdelere sahip olmasına karşın, adsorban başına düşen Sr(II) miktarı, daha düşük dozlarda daha etkili olduğunu göstermektedir. Özellikle XOH için hesaplanan qe değeri 9,71 mg/g iken, MTH için bu değer 9,66 mg/g olarak bulunmuştur. Bu sonuçlar, biyosorbentlerin Sr(II) iyonlarını etkili bir şekilde adsorpladığını ve doyum noktasına ulaşma eğiliminde olduğunu göstermektedir. Ayrıca, 5 mg dozun seçilmesi, adsorpsiyon verimliliği ile ekonomik faktörler arasında dengeli bir tercih olduğunu da vurgular. Bu bulgular, adsorbanların metal iyonlarına karşı yüksek seçiciliğini ve verimliliğini ortaya koymaktadır, dolayısıyla bu dozun optimizasyonu, Sr(II) adsorpsiyonu için etkili bir yöntem sunmaktadır.

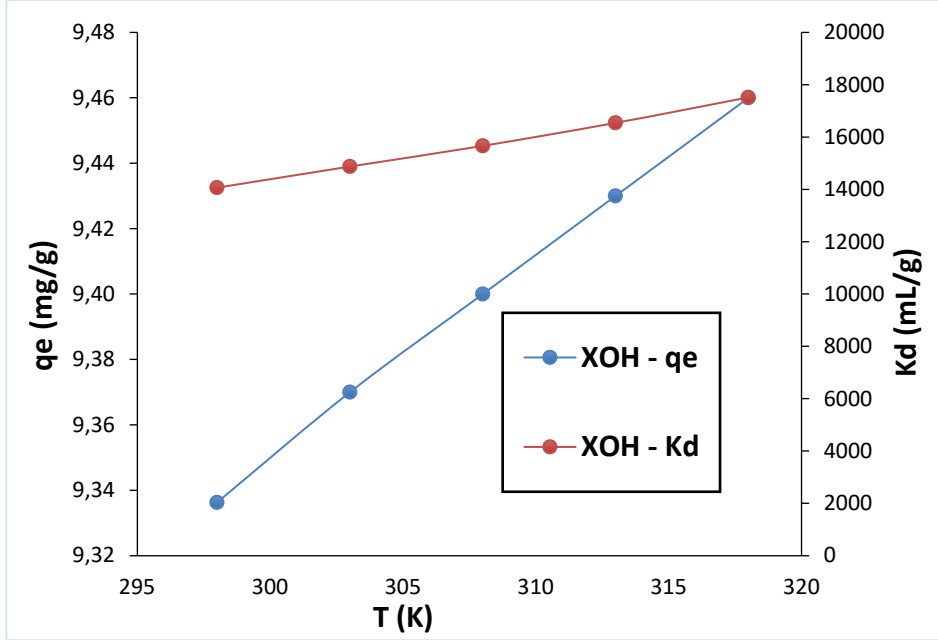
Çizelge 4.10 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Dozun Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, V: 5mL, t: 15 dakika, T: 25°C)

Örnek	Başlangıç Sr (mg/L)	Kalan Sr (mg/L)	qe (mg/g)	Kd (mL/g)	Verim %
XOH - 2.5mg	10	1.99	16.01	8035	80.07
XOH - 5mg	10	0.29	9.71	33843	97.13
XOH - 10mg	10	0.22	4.89	22383	97.82
XOH - 15mg	10	0.20	3.27	16501	98.02
XOH - 20mg	10	0.19	2.45	13119	98.13
MTH - 2.5mg	10	2.16	15.68	7259	78.40
MTH - 5mg	10	0.34	9.66	28709	96.63
MTH - 10mg	10	0.33	4.84	14651	96.70
MTH - 15mg	10	0.31	3.23	10419	96.90
MTH - 20mg	10	0.30	2.43	8139	97.02

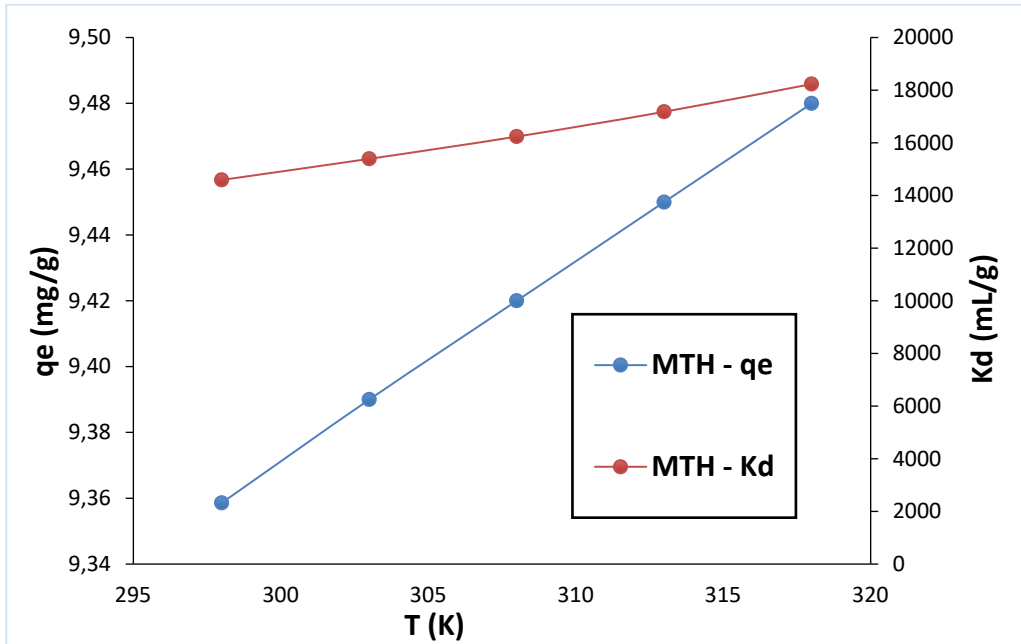
4.5.3 Farklı Sıcaklıkların Sr (II) Adsorpsiyonuna etkisi

Çalışmada, Xylenol Orange (XOH) ve modifiye Murexide (MTH) ile işlem görmüş Aljinat hidrojel boncukların, Stronsiyum (II) iyonları (Sr^{2+}) ile adsorpsiyon

etkileşimleri sıcaklık değişimlerine karşı incelenmiştir. İncelenen sıcaklık aralığı 298 K (25°C) ile 318 K (45°C) arasında değişmekte olup, bu koşullar altında 10 mg/L konsantrasyona sahip Sr^{2+} çözeltisinin 5 mL'lik hacmi, her bir boncuk türü için 5 mg dozajında kullanılmıştır. Deneylerin pH değeri 8.0 olarak sabit tutulmuş ve 15 dakikalık bir çalkalama süresi uygulanmıştır.



Şekil 4.37 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda sıcaklığın etkisi.



Şekil 4.38 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda sıcaklığın etkisi.

Sıcaklık artışıyla XOH boncuklarının Sr^{2+} giderim verimliliği 93.36%'dan 94.60%'a doğru artış göstermiştir. Bu süreçte, 298 K'de 9.34 mg/g qe (adsorpsiyon kapasitesi) değerinden başlayarak, 318 K'de 9.46 mg/g qe değerine ulaşılmıştır.

Dağılım katsayısı (K_d) da sıcaklıkla doğru orantılı bir artış sergilemiş ve 14067.05 mL/g'den 17518.52 mL/g'ye yükselmiştir.

MTH boncukları ile yapılan deneylerde benzer bir trend gözlemlenmiş, Sr^{2+} giderim verimliliği 93.59%'dan 94.80%'a çıkmıştır. Adsorpsiyon kapasitesi, 298 K'de 9.36 mg/g iken 318 K'de 9.48 mg/g olarak saptanmıştır. MTH boncuklarının dağılım katsayısı 14590.89 mL/g'den başlayıp 18230.77 mL/g'ye kadar artış göstermiştir.

Çizelge 4.11 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Sıcaklığın Etkisi (pH:8.0, Sr (II): 10 mg/L, m: 5mg, V: 5mL, t: 15 dakika)

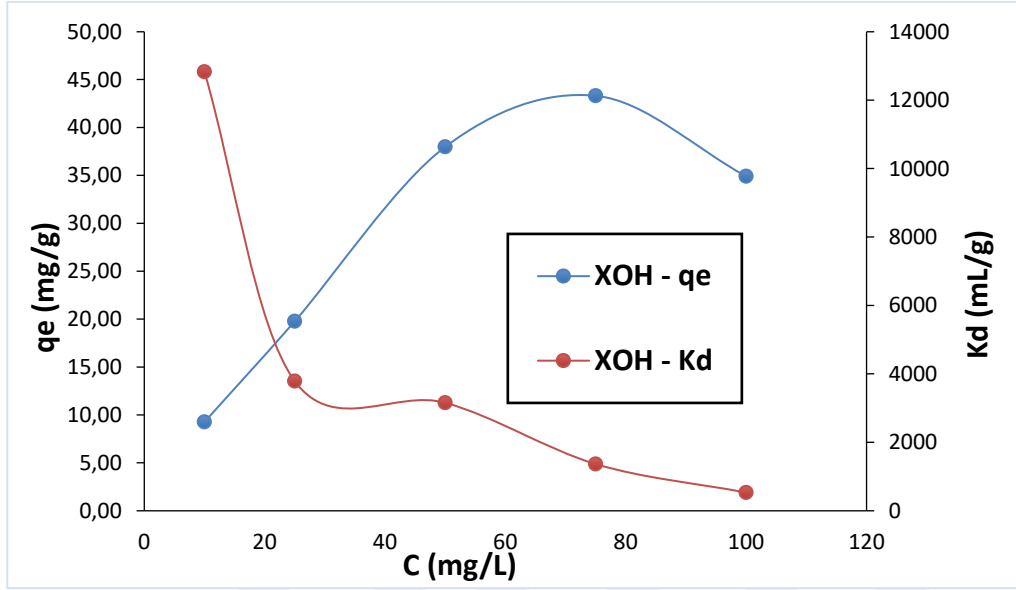
Örnek	Başlangıç (mg/L)	Kalan (mg/L)	qe (mg/g)	Kd (mL/g)	%
XOH-298K	10	0.66	9.34	14067.05	93.36
XOH-303K	10	0.63	9.37	14873.02	93.70
XOH-308K	10	0.60	9.40	15666.67	94.00
XOH-313K	10	0.57	9.43	16543.86	94.30
XOH-318K	10	0.54	9.46	17518.52	94.60
MTH-298K	10	0.64	9.36	14590.89	93.59
MTH-303K	10	0.61	9.39	15393.44	93.90
MTH-308K	10	0.58	9.42	16241.38	94.20
MTH-313K	10	0.55	9.45	17181.82	94.50
MTH-318K	10	0.52	9.48	18230.77	94.80

Bu sonuçlar, XOH ve MTH boncuklarının sıcaklık arttıkça Sr^{2+} iyonlarını daha etkin bir şekilde adsorbe ettiğini göstermektedir. Artan sıcaklığın, adsorpsiyon sürecinin termodinamik ve kinetik yönlerini olumlu etkilediği ve böylece Sr^{2+} iyonlarının adsorpsiyonunun teşvik edildiği sonucuna varılmıştır. Sıcaklığın etkisini gösteren bu veriler, adsorbanların tasarımı ve çevresel uygulamalarda kullanımı konusunda önemli bilgiler sunmaktadır ve stratejik malzeme tasarımı ile işletme koşullarının optimizasyonu için yol gösterici olabilir.

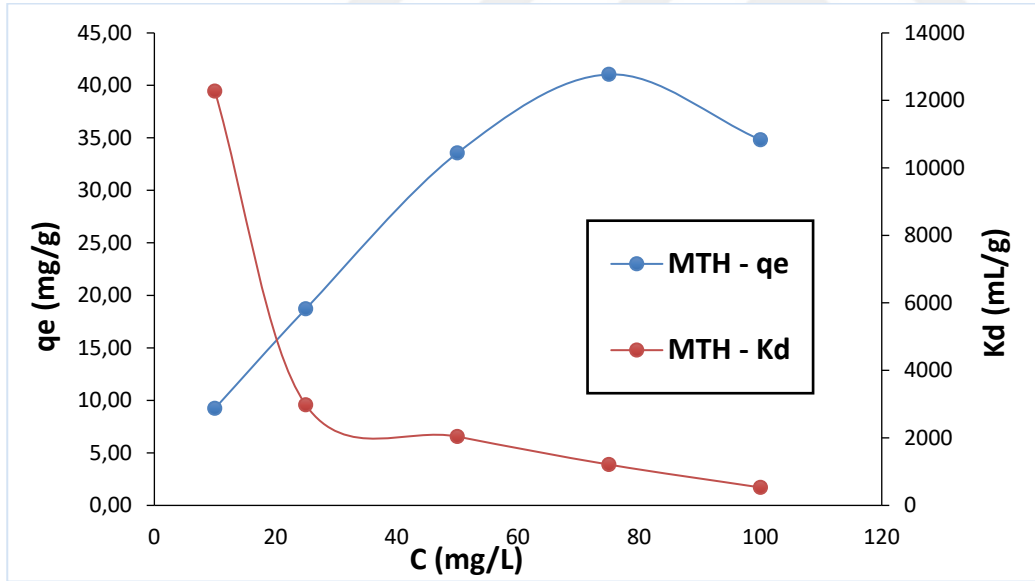
4.5.4 Farklı Başlangıç Sr (II) Konsantrasyonlarının Adsorpsiyona etkisi

Çalışma kapsamında, Stronsiyum (II) iyonlarının (Sr^{2+}) sulu çözeltilerden giderilmesinde modifiye Murexide (MTH) ve Xylenol Orange (XOH) katkılı Aljinat hidrojel küreciklerinin adsorpsiyon kabiliyetleri incelenmiştir. Karşılaştırmalı analizler sonucunda, MTH ve XOH küreciklerinin adsorpsiyon

performansları üzerinde etkili olan farklı parametreler değerlendirilmiş ve optimal adsorpsiyon koşulları tespit edilmiştir.



Şekil 4.39 Stronsiyumun XOH küreciklerine adsorpsiyonunda Sr (II) başlangıç konsantrasyonunun etkisi.



Şekil 4.40 Stronsiyumun MTH küreciklerine adsorpsiyonunda Sr (II) başlangıç konsantrasyonunun etkisi.

Çalışma aralıkları, başlangıç stronsiyum derişimi 10 mg/L'den 100 mg/L'ye, biyokütle dozları 2.5 mg'dan 20 mg'a, karıştırma süreleri 5 dakikadan 60 dakikaya ve çalışma sıcaklıkları 25°C'den 45°C'ye değişen koşullarda yapılmıştır. Optimal koşullar, 10 mg/L başlangıç derişimi, 5 mg biyokütle dozu, 15 dakikalık karıştırma süresi ve 25°C çalışma sıcaklığında belirlenmiştir.

Beş paralel deneyin sonuçlarına göre, optimal koşullarda, XOH kürecikleri için ortalama adsorpsiyon kapasitesi 9.3 mg/g (+/- 0.2 mg/g standart sapma) ve yüzdesel alım verimi %93 (+/- 0.3% standart sapma) olarak bulunmuştur. Dağılım katsayısı ise 13400 mL/g (+/- 1100 mL/g standart sapma) olarak hesaplanmıştır. MTH kürecikleri için ise, adsorpsiyon kapasitesi ortalama olarak 9.2 mg/g (+/- 0.4 mg/g standart sapma), yüzdesel alım verimi %92 (+/- 0.4% standart sapma) ve dağılım katsayısı 13300 mL/g (+/- 1200 mL/g standart sapma) olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.12 Stronsiyumun XOH ve MTH küreciklerine Adsorpsiyonunda Farklı Sr (II) başlangıç konsantrasyonlarının Etkisi (pH:8.0, m: 5 mg/L, V: 5mL, t: 15 dakika, T: 25°C)

Örnek	Ci (mg/L)	Ce (mg/L)	qe (mg/g)	Kd (mL/g)	%
XOH	10	0.72	9.28	12831.26	92.77
XOH	25	5.22	19.78	3790.19	79.12
XOH	50	12.02	37.98	3159.73	75.96
XOH	75	31.68	43.32	1367.42	57.76
XOH	100	65.09	34.91	536.33	34.91
MTH	10	0.75	9.25	12273.16	92.47
MTH	25	6.28	18.72	2979.62	74.87
MTH	50	16.44	33.56	2041.36	67.12
MTH	75	33.96	41.04	1208.48	54.72
MTH	100	65.19	34.81	533.98	34.81

Bu sonuçlar, MTH ve XOH küreciklerinin Stronsiyum (II) iyonlarını etkin bir şekilde adsorbe ettiğini ve belirlenen optimal koşulların, adsorpsiyon sürecinin verimliliğini maksimize etmede kritik olduğunu göstermektedir. Bu bulgular, su arıtma uygulamaları için adsorban seçimi ve adsorpsiyon prosesinin tasarımı açısından önemli bilgiler sağlamaktadır. Her iki adsorbanın da benzer adsorpsiyon kapasitelerine ve yüksek Sr^{2+} giderim verimliliklerine sahip olduğu, çalışma aralıkları ve optimal koşulların uygulanabilirliği konusunda yol gösterici olduğu görülmüştür.

4.6 Optimum Stronsiyum Alım Koşulları

Çalışma kapsamında, Stronsiyum (II) iyonlarının (Sr^{2+}) sulu çözeltilerden giderilmesinde modifiye MTH ve XOH Aljinat hidrojel küreciklerinin adsorpsiyon kabiliyetleri incelenmiştir. Karşılaştırmalı analizler sonucunda, MTH ve XOH küreciklerinin adsorpsiyon performansları üzerinde etkili olan farklı parametreler değerlendirilmiş ve optimal adsorpsiyon koşulları tespit edilmiştir.

Çalışma aralıkları, başlangıç stronsiyum derişimi 10 mg/L'den 100 mg/L'ye, biyokütle dozları 2.5 mg'dan 20 mg'a, karıştırma süreleri 5 dakikadan 60 dakikaya

ve çalışma sıcaklıkları 25°C'den 45°C'ye değişen koşullarda yapılmıştır. Optimal koşullar, 10 mg/L başlangıç derişimi, 5 mg biyokütle dozu, 15 dakikalık karıştırma süresi ve 25°C çalışma sıcaklığında belirlenmiştir.

Beş paralel deneyin sonuçlarına göre, optimal koşullarda, XOH kürecikleri için ortalama adsorpsiyon kapasitesi 9.3 mg/g (+/- 0.2 mg/g standart sapma) ve yüzdesel alım verimi %93 (+/- 0.3% standart sapma) olarak bulunmuştur. Dağılım katsayısı ise 13400 mL/g (+/- 1100 mL/g standart sapma) olarak hesaplanmıştır. MTH kürecikleri için ise, adsorpsiyon kapasitesi ortalama olarak 9.2 mg/g (+/- 0.4 mg/g standart sapma), yüzdesel alım verimi %92 (+/- 0.4% standart sapma) ve dağılım katsayısı 13300 mL/g (+/- 1200 mL/g standart sapma) olarak tespit edilmiştir.

Çizelge 4.13 XOH ve MTH küreciklerinin Üzerine Sr (II) iyonlarının Adsorpsiyonunda Çalışma Aralıkları ve Optimum Çalışma Koşulları

Parametreler	Başlangıç derişimi (mg/L)	Biyokütle dozu (mg)	Karıştırma süresi (dakika)	Çalışma sıcaklığı (°C)
MTH'nin Sr (II) adsorpsiyonu çalışımla aralıkları	10-100	2.5-20	5-60	25-45
MTH'nin optimum koşulları	10	5	15	25
XOH'nin Sr (II) adsorpsiyonu çalışımla aralıkları	10-100	2.5-20	5-60	25-45
XOH'nin optimum koşulları	10	5	15	25

Bu sonuçlar, MTH ve XOH küreciklerinin Stronsiyum (II) iyonlarını etkin bir şekilde adsorbe ettiğini ve belirlenen optimal koşulların, adsorpsiyon sürecinin verimliliğini maksimize etmede kritik olduğunu göstermektedir. Bu bulgular, su arıtma uygulamaları için adsorban seçimi ve adsorpsiyon prosesinin tasarımı açısından önemli bilgiler sağlamaktadır. Her iki adsorbanın da benzer adsorpsiyon kapasitelerine ve yüksek Sr^{2+} giderim verimliliklerine sahip olduğu, çalışma aralıkları ve optimal koşulların uygulanabilirliği konusunda yol gösterici olduğu görülmüştür.

4.7 Termodinamik Özelliklerin İncelenmesi

Xylenol Orange Hidrojel kürecikleri (XOH) ve Murexide TEOS Hidrojel kürecikleri (MTH) kullanılarak Stronsiyum (Sr) iyonlarının adsorpsiyon süreçleri üzerine termodinamik analiz gerçekleştirilmiştir. Van't Hoff eşitliği, sıcaklığın mutlak tersi ($1/T$) ile doğal logaritması alınmış dağılım katsayısı ($\ln K_d$) arasındaki ilişkiyi ifade eder. Bu ilişki, entalpi (ΔH), entropi (ΔS) ve Gibbs serbest enerji (ΔG) değerlerinin belirlenmesinde kullanılır.

Gibbs-Helmholtz denkleminde yola çıkarak,

$$\Delta G = -RT \ln K_d \quad (30)$$

K_d 'yi yalnız bırakırsak;

$$K_d = e^{-\Delta G/RT} \quad (31)$$

Gibbs serbest enerji değişimi denklemi;

$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (32)$$

Gibbs serbest enerji değişimi denklemini K_d 'yi yalnız bıraktığımız denklemde yerine yazarsak;

$$K_d = e^{-\left(\frac{\Delta H - T\Delta S}{RT}\right)} \quad (33)$$

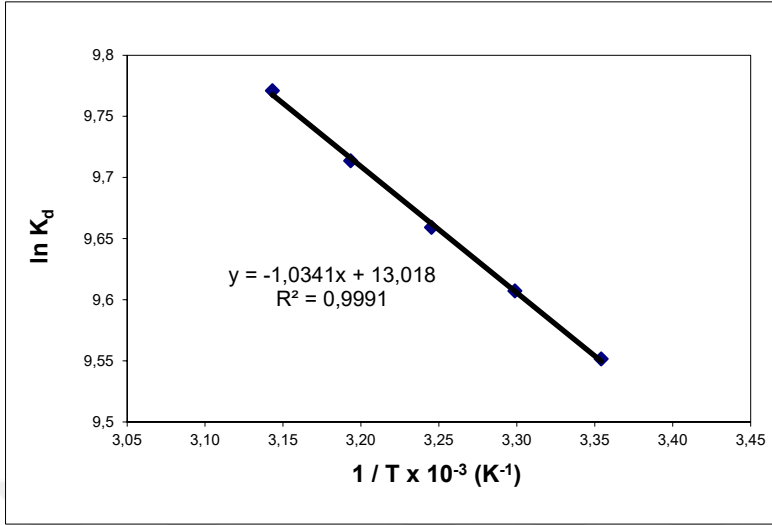
Elde edilen denklemin her iki tarafının $\ln$ logaritmasını alırsak;

$$\ln K_d = -\frac{\Delta H}{R} * \frac{1}{T} + \frac{\Delta S}{R} \quad (34)$$

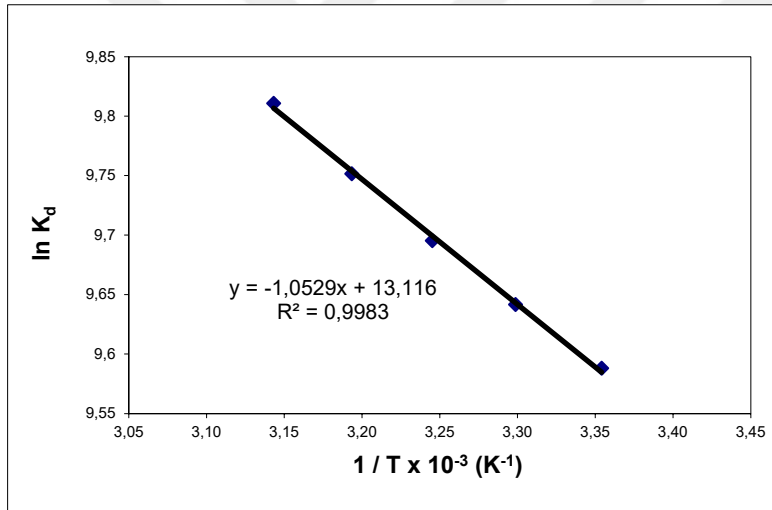
Şekil 4.41 ve Şekil 4.42, $1/T$ (mutlak sıcaklığın tersi) ile $\ln K_d$ (doğal logaritması alınmış adsorpsiyon denge sabiti) arasındaki ilişkiyi lineer bir grafik olarak sunmaktadır. Bu grafiklerden elde edilen lineer denklemlerin eğimleri, ΔH değerlerinin hesaplanmasında kullanılır. Eğim, değeri $-R$ ile çarpılırsa entalpi (ΔH) değerini verir, burada R ideal gaz sabitidir. Y eksenini kestiği noktanın değeri ise R değeri ile çarpılırsa entropi (ΔS) değerinin belirlenmesini sağlar.

Bu grafiklerden elde edilen bilgilerle, her bir adsorban için entalpi ve entropi değerleri hesaplanmış, ayrıca Gibbs serbest enerji değişimi (ΔG) her bir sıcaklık değeri için $\Delta G = \Delta H - T\Delta S$ formülü kullanılarak belirlenmiştir. Elde edilen entalpi ve entropi değerlerinin pozitif olması, adsorpsiyon sürecinin endotermik olduğunu ve

sistemin düzensizliğinin arttığını gösterir. Gibbs serbest enerji değişiminin negatif değerleri ise, adsorpsiyon işleminin spontan gerçekleştiğini ifade eder.



Şekil 4.41 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda $1/T$ 'ye karşı $\ln K_d$ grafiği.



Şekil 4.42 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda $1/T$ 'ye karşı $\ln K_d$ grafiği.

Bu termodinamik parametrelerin hesaplanması ve değerlendirilmesi, XOH ve MTH küreciklerinin adsorpsiyon özelliklerini ve Sr (II) iyonları ile olan etkileşimlerinin enerjetik profilini anlamak için önemlidir. Çizelge 4.14 ve Çizelge 4.15'te sunulan veriler, bu termodinamik parametrelerin kantitatif değerlerini içerir.

Çizelge 4.14 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda Termodinamik Parametreler

Adsorpsiyon entalpisi (ΔH)	8.6 kJ/mol				
Entropi değişimi (ΔS)	108.24 kJ/molK				
Gibbs Serbest Enerjisi Değişimi (ΔG) (kJ/mol)	298K	303K	308K	313K	318K
	-23.67	-24.21	-24.76	-25.30	-25.84

Çizelge 4.15 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonunda Termodinamik Parametreler

Adsorpsiyon entalpisi (ΔH)	8.75 kJ/mol				
Entropi değişimi (ΔS)	109.05 kJ/molK				
Gibbs Serbest Enerjisi	298K	303K	308K	313K	318K
Değişimi (ΔG) (kJ/mol)	-23.76	-24.30	-24.85	-25.40	-25.94

XOH kürecikleri üzerine Stronsiyum adsorpsiyonu için termodinamik parametreler Çizelge 4.14'te verilmiştir. Adsorpsiyon entalpisi (ΔH) 8.6 kJ/mol olarak hesaplanmış olup, bu değer sürecin endotermik doğasını göstermektedir; yani adsorpsiyonun ısı alarak gerçekleştiğini ifade etmektedir. Entropi değişimi (ΔS), 108.24 J/mol·K olarak bulunmuştur ki bu da sistemde düzensizliğin, katı/çözelti ara yüzeyinde gelişigüzel tutunmanın arttığını göstermektedir. Gibbs serbest enerji değişimi (ΔG), farklı sıcaklıklar için sırasıyla, -23.67, -24.21, -24.76, -25.30 ve -25.84 kJ/mol olarak hesaplanmıştır. Bu negatif ΔG değerleri, adsorpsiyon sürecinin spontan olduğunu ve sıcaklığın artmasıyla sürecin daha da spontaneleştiğini gösterir.

Benzer şekilde, MTH kürecikleri üzerine Stronsiyum adsorpsiyonu için termodinamik parametreler Çizelge 4.15'te yer almaktadır. Adsorpsiyon entalpisi (ΔH) XOH'ye benzer şekilde 8.75 kJ/mol olarak bulunmuş ve sürecin endotermik olduğunu belirtmiştir. Entropi değişimi (ΔS) ise 109.05 J/mol·K olarak hesaplanmış ve sistem düzensizliğinin XOH küreciklerine kıyasla biraz daha fazla arttığını göstermiştir. Gibbs serbest enerji değişimi (ΔG), farklı sıcaklıklar için -23.76, -24.30, -24.85, -25.40 ve -25.94 kJ/mol olarak hesaplanmıştır ve bu, MTH küreciklerinin adsorpsiyonunun da spontan olduğunu ve sıcaklık arttıkça spontaneliğinin arttığını göstermektedir.

Bu termodinamik parametrelerin değerlendirmesi, XOH ve MTH küreciklerinin Stronsiyum iyonlarını etkin bir şekilde adsorpsiyonunu ve bu sürecin enerji profillerini ortaya koymaktadır.

Adsorpsiyon süreçlerinin enerji gereksinimleri, adsorpsiyonun fiziksel mi yoksa kimyasal mı olduğuna dair önemli ipuçları sağlar. Liu ve Liu'nun (Y. Liu and Liu, 2008) belirttiği gibi, fiziksel adsorpsiyon entalpisi genellikle 2.1 ile 20.9 kJ/mol arasında değişirken, kimyasal adsorpsiyonun entalpisi çok daha yüksektir ve 80 ile 200 kJ/mol aralığında olabilir. Fiziksel adsorpsiyon, genellikle zayıf Van der Waals kuvvetleri veya hidrojen bağları gibi geçici etkileşimler yoluyla gerçekleşir ve düşük enerji gerektirir. Kimyasal adsorpsiyon ise, adsorbat moleküllerinin adsorbanın yüzeyine kovalent bağlarla bağlanmasıyla meydana gelir ve bu nedenle daha yüksek enerji gerektirir.

XOH ve MTH hidrojel kürecikleri için hesaplanan adsorpsiyon entalpisi değerleri, sırasıyla 8.6 kJ/mol ve 8.75 kJ/mol olarak bulunmuştur. Bu değerler, Liu ve Liu'nun belirttiği fiziksel adsorpsiyon entalpisi aralığının içinde yer alır. Bu durum, XOH ve MTH küreciklerinin adsorpsiyon sürecinin büyük olasılıkla fiziksel adsorpsiyon mekanizmaları üzerinden gerçekleştiğini gösterir. Diğer bir deyişle, Stronsiyum iyonlarının bu kürecikler üzerine adsorpsiyonu, zayıf etkileşim kuvvetleri ve düşük enerjiyle karakterize edilen fiziksel süreçler aracılığıyla meydana gelmiştir. Bu bulgular, XOH ve MTH küreciklerinin su arıtma uygulamalarında, özellikle düşük enerji tüketimi ve basit geri kazanım süreçleri gerektiren durumlar için uygun adsorbanlar olabileceğini işaret etmektedir.

4.8 Adsorpsiyon İzotermlerinin Oluşturulması

XOH ve MTH kürecikleri kullanılarak sulu çözeltilerden Stronsiyum iyonlarının adsorpsiyonu, Langmuir, Freundlich ve Dubinin-Radushkevich (D-R) izotermine uygunluğu açısından incelenmiştir.

4.8.1 Langmuir adsorpsiyon izotermi

Langmuir izoterm modeli, adsorban yüzeyinde sabit sayıda homojen olarak dağılmış adsorpsiyon merkezleri üzerinde tek katmanlı doymuş adsorpsiyon sürecini kabul eder. Bu model, adsorpsiyonun dinamik denge içinde gerçekleştiğini varsayar, yani belirli bir zaman dilimi içinde yüzeye adsorplanan maddenin miktarı, yüzeyden ayrılan madde miktarına eşit olacaktır.

Langmuir izotermi genel olarak aşağıdaki denklemle ifade edilir:

$$q_e = \frac{Q_0 b_L C_e}{1 + b_L C_e} \quad (35)$$

Bu denklemde:

C_e: Dengede çözeltide kalan Stronsiyum iyonu derişimi (mg/L),

q_e: Dengede birim kütle adsorban tarafından adsorplanan Stronsiyum iyonu miktarı (mg/g),

Q₀: Adsorbanın maksimum adsorpsiyon kapasitesi (mg/g),

b_L: Langmuir adsorpsiyon enerji sabiti (L/mg).

Adsorpsiyon işleminin verimliliği ve tercih edilebilirliği,

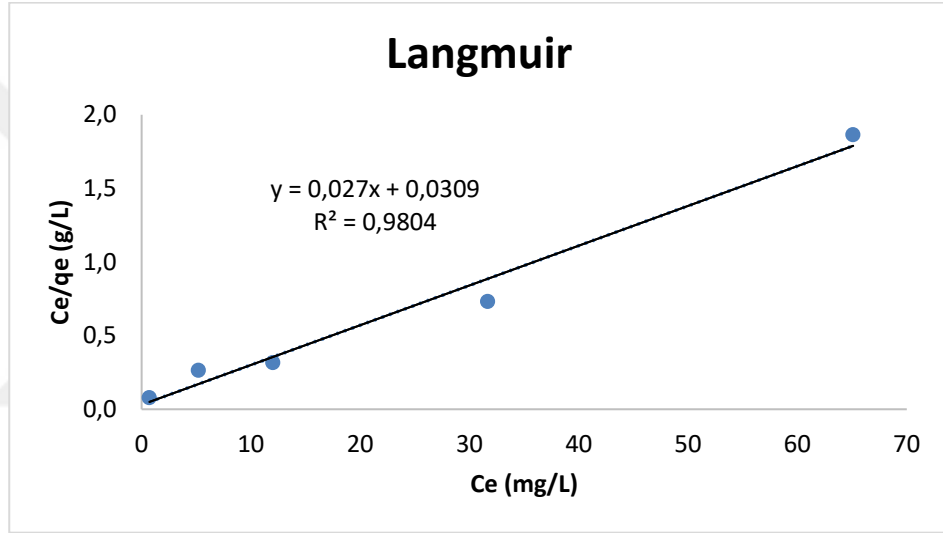
R_L adı verilen boyutsuz bir denge parametresi ile de değerlendirilebilir. R_L değeri aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$R_L = \frac{1}{1 + b_L C_e} \quad (36)$$

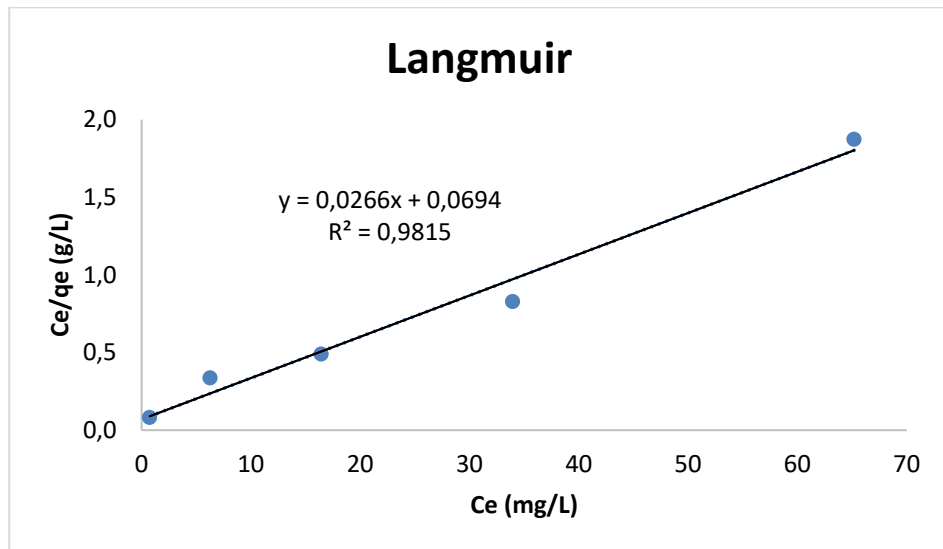
Burada

C_i başlangıç konsantrasyonunu (mg/L) ve b_L Langmuir sabitini ifade eder.

R_L değerinin 0 ile 1 arasında olması, adsorpsiyon işleminin tercih edilebilir olduğunu gösterir.



Şekil 4.43 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Langmuir izotermi.



Şekil 4.44 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Langmuir izotermi.

4.8.2 Freundlich adsorpsiyon izotermi

Freundlich adsorpsiyon izotermi, heterojen yüzey enerjilerine sahip adsorbanlar için uygundur ve adsorplanan maddenin derişimi arttıkça dengede adsorplanan miktarın arttığını ifade eder. Bu model, adsorban yüzeyinin enerji dağılımındaki heterojenliği ve adsorbat moleküllerinin yüzeye farklı enerji seviyeleriyle bağlanabilmesini dikkate alır.

Freundlich izotermi şu şekilde ifade edilir:

$$q_e = K_F C_e^{1/n} \quad (37)$$

Bu denklemde:

q_e : Dengede birim kütle adsorban tarafından adsorplanan Stronsiyum iyonu miktarı (mg/g),

C_e : Dengedeki çözeltide kalan Stronsiyum iyonu derişimi (mg/L),

K_F : Freundlich adsorpsiyon kapasitesi sabiti (mg/g),

$1/n$: Heterojenite faktörü, adsorpsiyon enerjisinin yüzey üzerindeki dağılımını ifade eder ve genellikle 0 ile 1 arasında bir değer alır.

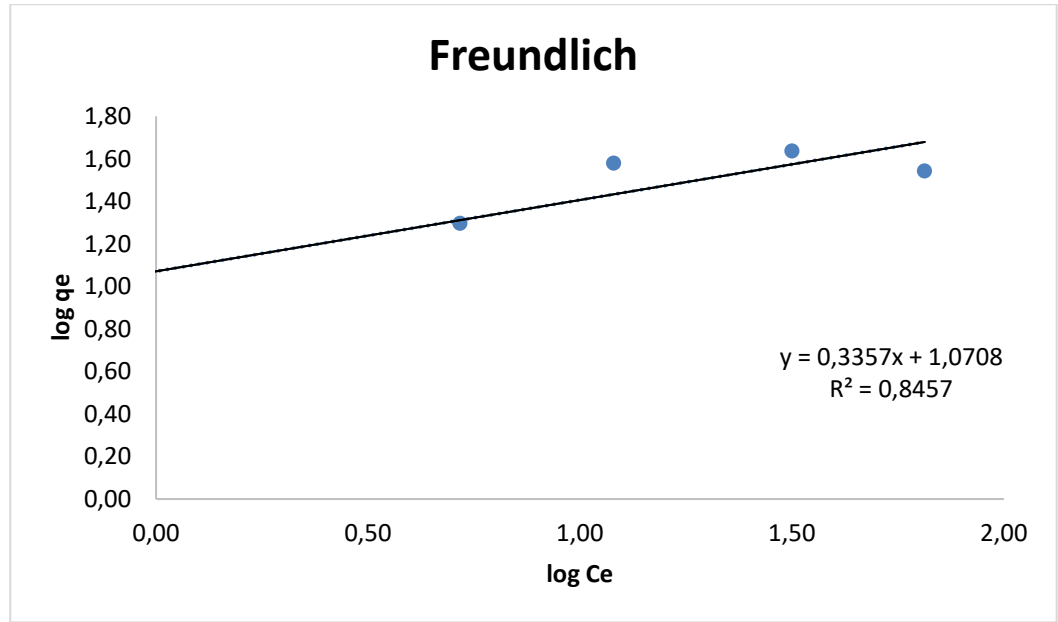
Freundlich izotermi denkleminin her iki tarafının logaritmasını almak, denklemi lineer bir forma dönüştürür ve bu, genellikle deneysel verilerin analizinde kullanılır.

Denklemin Her iki tarafın logaritmasını alırsak:

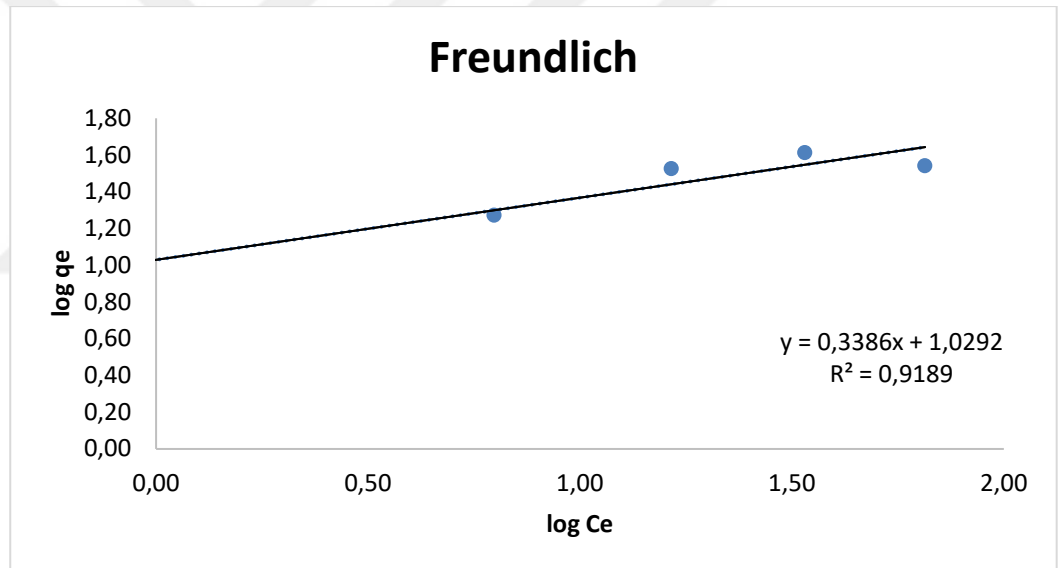
$$\log q_e = \log K_F + \frac{1}{n} \log C_e \quad (38)$$

Freundlich modelinde, K_F değeri adsorpsiyon kapasitesinin yüksekliği ile ilgili bilgi verir. $1/n$ değeri, adsorpsiyonun heterojenliğini gösterir; değer 1'e yaklaştıkça yüzey daha homojen, sıfıra yaklaştıkça daha heterojen kabul edilir. Yani, $1/n$ değeri düştükçe adsorpsiyon enerjisinin yüzey üzerindeki dağılımı artar ve bu da heterojen adsorpsiyon yüzeylerini gösterir.

Log q_e -log C_e grafiği çizilerek eğim değeri $1/n$ ve y eksenini kesen noktanın 10 üssü alındığında K_F değeri hesaplanır.



Şekil 4.45 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Freundlich izotermi.



Şekil 4.46 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için Freundlich izotermi.

4.8.3 Dubinin-Radushkevich (D-R) adsorpsiyon izotermi

Dubinin-Radushkevich (D-R) adsorpsiyon izotermi, düşük konsantrasyon aralıklarında etkili bir modeldir ve hem homojen hem de heterojen yüzeylerde gerçekleşen adsorpsiyon süreçlerini tanımlamak için kullanılır. Bu model, özellikle mikrogözenekli yüzeylerin hacim dağılımını ve adsorpsiyon karakteristiklerini anlamak için tasarlanmıştır. D-R izotermi, adsorban yüzeyindeki gözeneklerin küçükten büyüğe doğru sırasıyla dolduğu varsayımı üzerine kuruludur.

D-R izotermi şu şekilde ifade edilir:

$$C_{ads} = X e^{-\beta \varepsilon^2} \quad (39)$$

Bu denklemde:

X: Maksimum adsorpsiyon kapasitesi veya spesifik mikrogözenek hacmi (mg/g),

β : Ortalama adsorpsiyon enerjisi ile ilişkili bir sabittir,

ε : Polanyi potansiyeli, aşağıdaki formül ile hesaplanır:

Ayrıca her iki tarafın ln'i alınır:

$$\ln C_{ads} = \ln X - \beta \varepsilon^2 \quad (40)$$

Denklemini elde edilir. Bu denklemden yola çıkarak $\ln C_{ads} - \varepsilon^2$ grafiği çizilirse eğim $-\beta$ değerini verir ve y eksenini kesen nokta $\ln X$ değerini verir.

$$\varepsilon = RT \ln \left(\frac{1}{1 + C_e} \right) \quad (41)$$

Burada:

R: Gaz sabiti (J/mol·K),

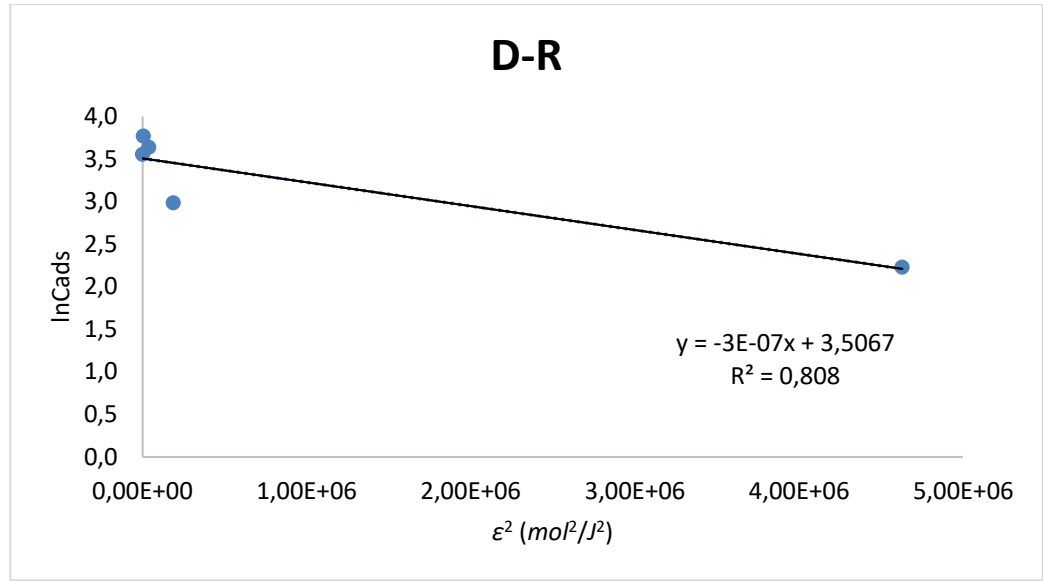
T: Mutlak sıcaklık (K),

C_e : Dengedeki çözeltide kalan maddenin konsantrasyonu (mg/L).

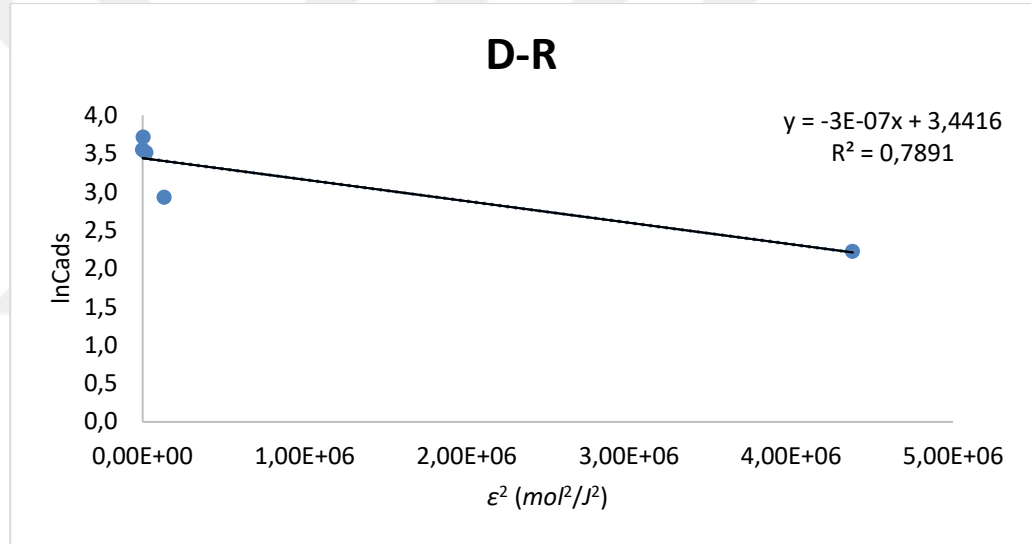
Adsorpsiyon enerjisi, D-R modelinde aşağıdaki formülle hesaplanır:

$$E = \frac{1}{\sqrt{-2\beta}} \quad (42)$$

Bu enerji değeri, adsorpsiyon sürecinin kimyasal veya fiziksel doğasına dair bilgiler sağlar. Eğer E değeri 8 kJ/mol'un üzerinde ise, bu genellikle kimyasal adsorpsiyonu; 8 kJ/mol'un altında ise fiziksel adsorpsiyonu işaret eder. D-R izotermi, adsorpsiyon sürecinin mikrogözenekli yapıları ve enerji profilini anlamak için önemli bir araçtır ve adsorbanın tasarımı ve su arıtma uygulamaları için kullanımı açısından kritik bilgiler sağlar.



Şekil 4.47 Stronsiyumun XOH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için D-R izotermi.



Şekil 4.48 Stronsiyumun MTH kürecikleri üzerine adsorpsiyonu için D-R izotermi.

Çizelge 4.16 XOH ve MTH küreciklerinin Üzerine Stronsiyum Adsorpsiyonunda Langmuir, Freundlich ve Dubinin- Radushkevich (D-R) İzotermlerine Ait Sabitlerin Değerleri

	Q_0 (mg/g)	b (L/mg)	K_F (mg/g)	n_F	X_m (mg/g)	E (kJ/mol)	B (mol/J) ²
XOH	37.02	0.87	11.77	2.98	33.34	1.34	$2.8 \cdot 10^{-7}$
MTH	37.61	0.38	10.69	2.95	31.24	1.33	$2.81 \cdot 10^{-7}$

Stronsiyum iyonlarının Xylenol Orange Hidrojel kürecikleri (XOH) ve Murexide TEOS Hidrojel kürecikleri (MTH) üzerine gerçekleştirilen adsorpsiyon

süreçlerinin incelenmesi, Langmuir, Freundlich ve Dubinin-Radushkevich (D-R) izoterm modellerine uygunluğunu değerlendirmiştir. Bu modellerin her biri, adsorpsiyon sürecinin farklı yönlerini ve karakteristiklerini temsil eder.

İncelenen izoterm modellerinden Langmuir modeli hem XOH hem de MTH kürecikleri için $R^2=0.98$ değerinde yüksek uygunluk göstermiştir. Bu, XOH ve MTH'nin adsorpsiyon sürecinin Langmuir modeli tarafından tanımlanan homojen doymuş tek tabakalı adsorpsiyon mekanizmasına uygun olduğunu gösterir. Ayrıca, XOH ve MTH için Langmuir izoterminden elde edilen teorik maksimum adsorpsiyon kapasitesi değerleri (Q_0), sırasıyla 37.02 mg/g ve 37.61 mg/g olarak hesaplanmış ve deneysel sonuçlarla uyumlu bulunmuştur.

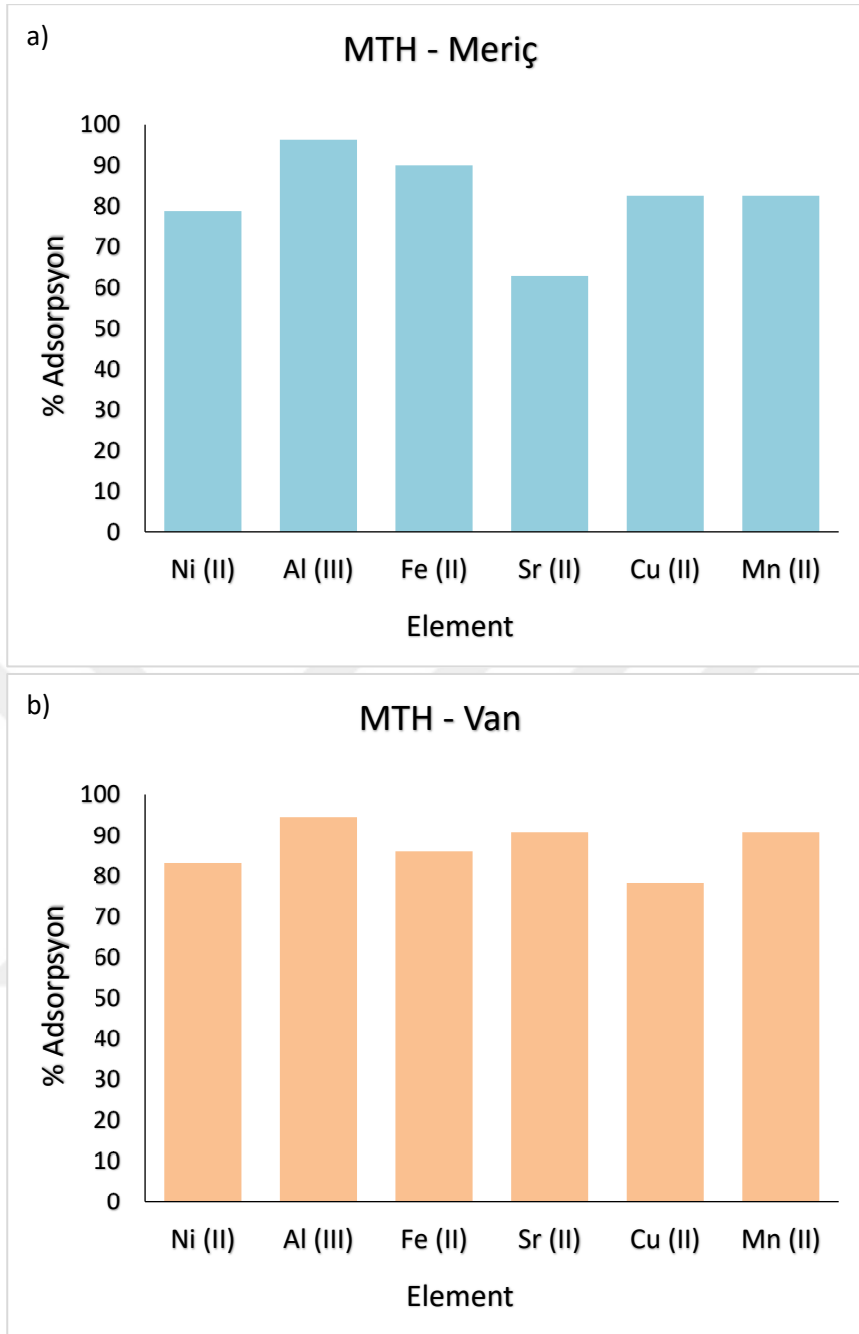
Freundlich modeli XOH için $R^2=0.84$, MTH için $R^2=0.92$ değerinde daha düşük uygunluk göstermiş; bu da yüzeyin enerji dağılımındaki heterojenliği ve adsorbat moleküllerinin yüzeye farklı enerji seviyeleriyle bağlanabilmesini yansıtmaktadır. Dubinin-Radushkevich (D-R) modeli ise, XOH için $R^2=0.81$, MTH için $R^2=0.79$ değerlerine sahiptir. D-R modeli, adsorpsiyon sürecinin düşük enerjili fiziksel adsorpsiyon mekanizmasına işaret eder ve adsorbanın mikrogözenekli yapısını tanımlar.

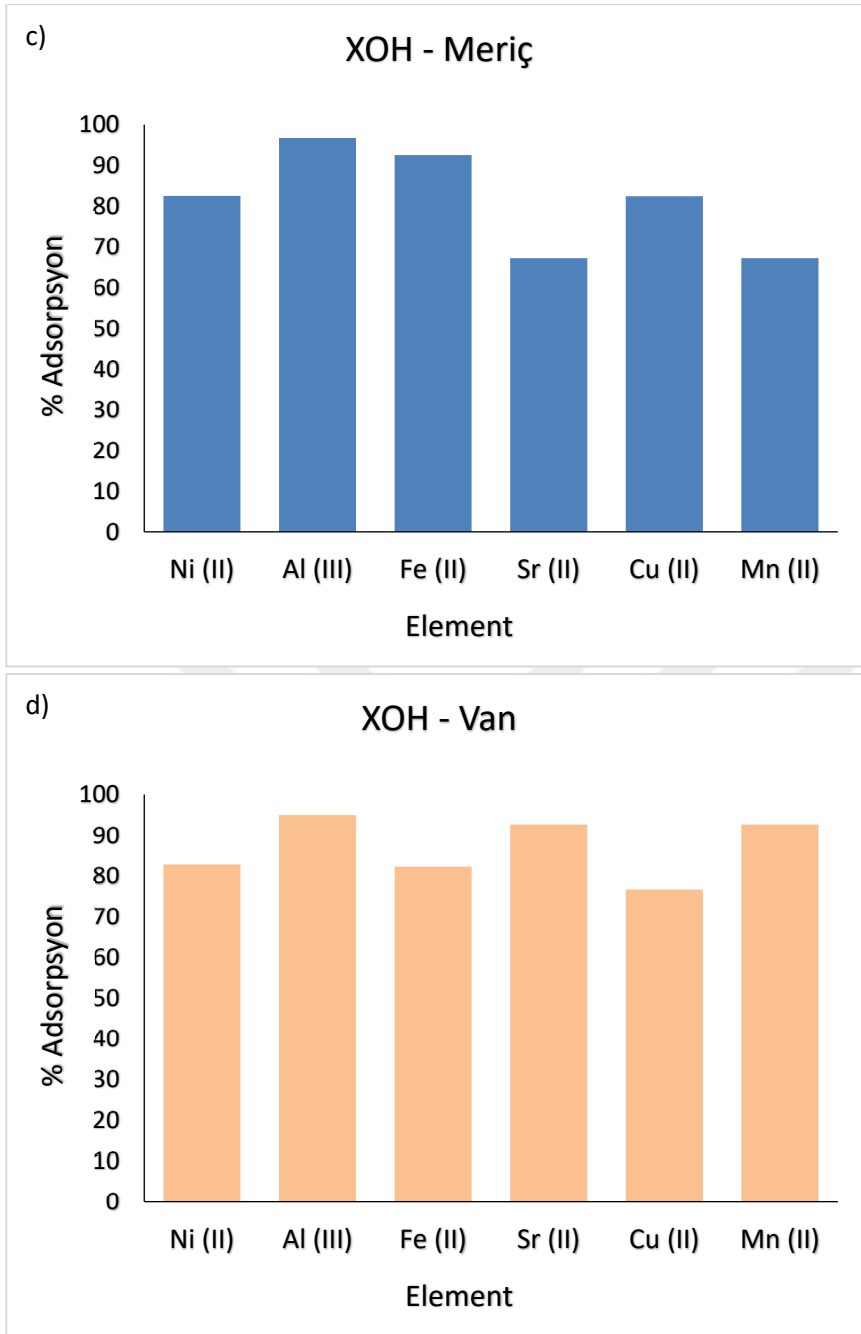
Dubinin-Radushkevich modelinden hesaplanan ortalama adsorpsiyon enerjisi (E) değerleri, fiziksel adsorpsiyon ile uyumlu olduğunu gösterir. Bu, XOH ve MTH küreciklerinin Stronsiyum iyonlarını fiziksel adsorpsiyon mekanizmasıyla adsorbe ettiğini gösterir.

XOH ve MTH küreciklerinin gözenekli hidrojel yapısı ve çeşitli fonksiyonel grupları içermesi, adsorpsiyon mekanizmasının karmaşıklığını artırır. Bu, farklı adsorpsiyon mekanizmalarının aynı anda ve değişik oranlarda etkili olabileceği anlamına gelir ve bu nedenle bu tür adsorbanların adsorpsiyon verilerinin birden fazla izoterm modeline uyabileceğini gösterir. Bu bulgular, su arıtma ve atık su yönetimi gibi uygulamalarda XOH ve MTH küreciklerinin etkili kullanımı için önemli bilgiler sağlamaktadır.

4.8.4 Matriks İyonların Stronsiyum Adsorpsiyonuna Etkisi

Stronsiyum iyonlarının adsorpsiyon kapasitelerinin değerlendirilmesi için Xylenol Orange Hidrojel (XOH) ve Murexide TEOS Hidrojel (MTH) küreciklerinin kullanıldığı çalışmada, Meriç Nehri ve Van Gölü'nden alınan su örneklerinin matris içeriklerindeki Ni, Al, Sr ve U gibi iyonların varlığına bağlı adsorpsiyon verimlilikleri karşılaştırmalı olarak incelenmiştir. Her bir su örneği için sabitlenen parametreler; 5 ml çözelti hacmi, 5 mg adsorban miktarı, 25 °C sıcaklık ve 15 dakikalık bir karıştırma süresi olarak belirlenmiştir.





Şekil 4.49 MTH kürecikleri ile a)Meriç nehri b)Van gölü ve XOH kürecikleri ile c)Meriç nehri d)Van gölü Sularında Stronsiyum Adsorpsiyonuna farklı metal iyonlarının etkisi.

Analiz edilen verilere göre, XOH ve MTH kürecikleri ile yapılan adsorpsiyon deneylerinin sonuçları, su örneklerinin matrislerinde bulunan farklı iyonların varlığında değişkenlik göstermiştir.

Meriç Nehri su örnekleri ile Van Gölü su örneklerinde yapılan adsorpsiyon deneyleri sonuçları karşılaştırıldığında, genel olarak Van Gölü su örneklerinde daha yüksek adsorpsiyon verimliliği elde edilmiş görülmektedir. Özellikle Sr(II) iyonu için MTH kürecikleri ile yapılan adsorpsiyonda, Van Gölü su örneklerinde %78.23 oranında adsorpsiyon verimliliği gözlemlenmişken, Meriç Nehri su örneklerinde bu

oran %62.85 olarak kaydedilmiştir. Bu, Van Gölü suyunun matrisinin, Sr(II) iyonlarının MTH kürecikleri tarafından adsorplanmasına Meriç Nehri su matrisine kıyasla daha uygun olduğunu göstermektedir.

XOH küreciklerine bakıldığında, yine Van Gölü su örneklerinde Sr(II) iyonu için %92.58 gibi oldukça yüksek bir adsorpsiyon verimliliği elde edilmiştir. Bu durum, XOH küreciklerinin Sr(II) iyonlarına karşı özel bir seçiciliğe veya bu matristeki iyonik yapıya daha uyumlu bir adsorpsiyon kapasitesine sahip olabileceğini düşündürmektedir.

Özellikle Van Gölü su matrisinde gerçekleştirilen adsorpsiyon deneyleri, genel olarak Meriç Nehri su matrisinde gerçekleştirilenlere kıyasla daha yüksek adsorpsiyon verimliliği göstermiştir. Bu durum, Van Gölü suyunun matris yapısının, stronsiyum iyonlarının MTH kürecikleri tarafından adsorplanmasında daha elverişli bir ortam sunduğunu belirtir. Meriç Nehri su matrisindeki daha düşük adsorpsiyon verimliliği, muhtemelen iyonik bileşenlerin rekabetçi adsorpsiyonu veya kompleksasyon reaksiyonlarından kaynaklanmaktadır.

Çizelge 4.17 MTH ve XOH kürecikleri ile Meriç nehri ve Van gölü su örneklerinin etkileşimi ile gerçekleştirilen farklı metal iyonları deneyinde adsorpsiyon öncesi (Ci), adsorpsiyon sonrası (Ce) çözeltide kalan konsantrasyonlar ve % Adsorpsiyon verileri

MTH						
Element	Meriç pH 8			Van pH 10		
	Ci (mg/L)	Ce (mg/L)	% Adsorpsiyon	Ci (mg/L)	Ce (mg/L)	% Adsorpsiyon
Ni (II)	0,85	0,18	78,78	0,95	0,16	83,13
Al (III)	2,95	0,11	96,31	0,91	0,05	94,40
Fe (II)	2,01	0,20	90,00	0,45	0,06	86,00
Sr (II)	4,00	1,49	62,85	4,00	0,37	90,68
Cu (II)	7,14	1,25	82,53	7,76	1,69	78,23
Mn (II)	0,26	0,04	82,53	0,43	0,04	90,68
XOH						
Element	Meriç pH 8			Van pH 10		
	Ci (mg/L)	Ce (mg/L)	% Adsorpsiyon	Ci (mg/L)	Ce (mg/L)	% Adsorpsiyon
Ni (II)	0,85	0,15	82,50	0,95	0,16	82,78
Al (III)	2,95	0,10	96,73	0,91	0,05	94,89
Fe (II)	2,01	0,15	92,50	0,45	0,08	82,25
Sr (II)	4,00	1,31	67,20	4,00	0,30	92,58
Cu (II)	7,14	1,25	82,43	7,76	1,82	76,60
Mn (II)	0,26	0,08	67,20	0,43	0,03	92,58

XOH kürecikleri özelinde değerlendirildiğinde, Van Gölü su matrisinde stronsiyum iyonlarının adsorpsiyonunda %92.58 gibi dikkat çekici bir verimlilik

elde edilmiştir, ki bu sonuç XOH küreciklerinin bu iyonlara karşı yüksek düzeyde seçicilik gösterdiğini ve belirli iyonik yapılarla etkileşimde üstün adsorpsiyon performansı sergileyebileceğini göstermektedir.

İlginç bir şekilde, Al(III) iyonları hem XOH hem de MTH küreciklerinde yüksek adsorpsiyon verimlilikleri göstermiştir; bu da her iki adsorbanın Al(III) iyonlarına karşı geniş spektrumlu ve yüksek seçicilik sergileyebildiğini ifade eder. Ni(II) ve U(VI) iyonları için de Van Gölü su matrisi, Meriç Nehri su matrisine göre hafifçe yüksek adsorpsiyon verimlilikleri sergilemiş olup, bu da XOH ve MTH küreciklerinin geniş bir yelpazede iyonları etkin bir şekilde adsorplayabildiğini göstermektedir.

Bu çalışmada elde edilen bulgular, XOH ve MTH küreciklerinin su arıtma teknolojilerinde etkili adsorbanlar olarak kullanılabileceğini göstermektedir. Özellikle, iyon seçiciliği ve yüksek adsorpsiyon kapasiteleri, bu materyallerin su arıtımında ve hatta belki de iyon tutucu reçineler olarak kullanımlarında potansiyel uygulamaları vurgulamaktadır.

4.8.5 Radyoaktif Sr-90 Standart Çözeltisi ile Yapılan Tutulum Çalışmaları

Bu çalışmada, 25 Aralık 2006 tarihinde 4.261 ± 0.020 kBq/g aktivite konsantrasyonuna sahip SRM 49191 kodlu Sr-90 (straonsiyum-90) radyoaktif standart çözeltisi kullanılmıştır. Aktivite düzeltme işlemi yapılarak, Haziran 2022 itibarıyla çözeltinin aktivitesi 2.93 kBq/g olarak hesaplanmıştır. Stronsiyum-90, 28,8 yıl yarı ömre ve 0.546 MeV bozunma enerjisine sahip bir radyoaktif izotop olup, β^- bozunumu ile itriyum-90'a dönüşür. Üretildikten sonra geçen süre içinde Sr-90 kaynağının Y-90 radyonüklidi de içereceği ve karma bir spektruma sahip olacağı Monte Carlo simülasyonu ile dikkate alınmıştır.

Adsorpsiyon deneylerinde, ana standart çözeltiden alınan 4.5 mL Sr-90 çözeltisi 50 mL'ye seyreltilerek 263,7 Bq/mL konsantrasyonda çalışma çözeltisi hazırlanmıştır. Bu radyoaktif Sr-90 çözeltisi, 5 mg Murexide-TEOS-Hidrojel (MTH) ve Xylenol Orange hidrojel (XOH) adsorbanlar ile 5 mL çözelti hacminde, 15 dakika temas süresinde ve 25°C sıcaklıkta etkileştirilmiştir.

Adsorpsiyon işlemi sonrası, ayrılan çözeltiler, sıvı sintilasyon sistemi (LSC) ile analiz edilmiştir. Analizler sırasında 3 mL örnek alınarak, 7 mL OptiPhase HiSafe sintilasyon kokteyli eklenmiş ve sayımlar yapılmıştır. Sr-90 ölçümleri Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'ndeki Packard Tri-Carb 2100 TR sıvı sintilasyon sayacı ile gerçekleştirilmiştir.

Elde edilen sonuçlara göre, MTH ve XOH adsorbanları ile yapılan Sr-90 adsorpsiyon deneylerinde adsorpsiyon verimlilikleri sırasıyla %81 ve %82 olarak bulunmuştur. Ayrıca, Sr-90 için MTH ve XOH aljinat küreciklerinin dağılma katsayıları sırasıyla 4260 mL/g ve 4548 mL/g olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar, Sr-90'ın MTH ve XOH aljinat kürecikleri ile yüksek verimlilikte giderildiğini göstermektedir.



5. SONUÇLAR VE ÖNERİLER

Endüstriyel ve teknolojik ilerlemelerin getirdiği olumsuz sonuçlar arasında, ekosistemlere zarar veren ağır metaller, sentetik kimyasallar ve radyoaktif atıklar bulunmaktadır. Bu kirleticilerden özellikle radyoaktif elementlerin çevreye salınması sonucu ortaya çıkan radyolojik ve kimyasal toksisiteler endişe uyandırmaktadır. Stronsiyum, sezyum gibi fisyon ürünleri ve uranyum, toryum gibi doğal radyoaktif elementlerin sulara ve toprağa sızması, insan sağlığı için ciddi riskler oluşturmakta ve biyoakümülyasyon yoluyla besin zincirine, ekosisteme dahil olabilmektedir. Bu kirleticilerin etkin bir şekilde tespiti ve giderilmesi, ekonomik ve teknolojik açıdan gelişmiş yöntemler gerektirmektedir. Geleneksel tespit ve arıtma teknolojilerinin geliştirilmesi, maliyet etkinliğinin yanı sıra, radyoaktif kirliliğin azaltılması ve çevresel sürdürülebilirliğin artırılması açısından kritik önem taşımaktadır. Bu bağlamda, çevresel kirliliğin kontrolü ve geri dönüşüm tekniklerinin geliştirilmesi alanında, dual etkiye sahip (saptama ve giderme) inovatif kompozit yapıların sentezi, kullanımı yenilikçi bir yaklaşım olarak dikkat çekmektedir. Sulardaki veya çevresel sulu örneklerdeki elementlerin saptanmasında mevcut enstrümental tekniklerin /analizlerin yanı sıra, kolorimetrik reaktantlar ve RGB analizleri gibi yöntemler, pratik ve maliyet-etkin çözümler sunmaktadır. Dual etkili adsorpsiyon yöntemleri, metallerin hem tespiti hem de giderilmesini sağlayarak, çevresel kirleticilerin yönetiminde önemli bir rol oynamaktadır. Son yıllarda kolorimetrik reaktiflerin ve biyopolimerlerin kompozit yapı içinde kullanılmalarıyla, ağır metal ve radyonüklitlerin tespiti ve giderimi alanında önemli gelişmeler sağlanmıştır. Özellikle aljinat gibi biyopolimerlerin geniş bir spektrumda kullanılmaları ve uygulamaları etkin çözümler sunmaktadır.

Bu çalışmaların ışığında, stronsiyumun tespiti ve giderimi için murexide ve xylenol orange kolorimetrik malzemeleri ile modifiye edilen aljinat hidrojel küreciklerinin geliştirilmesine ve sulu ortamlardan stronsiyum iyonlarının saptanması ve giderimlerine odaklanan bu Doktora Tez çalışmasında elde edilen bulguların çevresel su yönetimi ve arıtma teknolojilerine katkıda bulunacağı düşünülmektedir.

Bu amaçla, Stronsiyum (Sr) iyonlarını tespit etmek için kolorimetrik prob molekül içeren aljinat hidrojel küreciklerinin sentezlenerek geliştirilmesi ve karakterizasyon gerçekleştirilmiştir. Aljinat, deniz yosunlarından elde edilen doğal bir biyopolimerdir, içeriğindeki manuronik ve guluronik asit monomerleri sayesinde benzersiz özellikler göstermektedir. Bu tez çalışmasında aljinat, kalsiyum klorür ile çapraz bağlanarak güçlendirilmiş ve bu süreç, yumurta kabuğu oluşumuna benzer bir mekanizmayla, divalent katyonların aljinat zincirlerindeki guluronik asit blokları arasında köprüler oluşturarak gerçekleşmiştir. Buna ek olarak, öncelikle farklı kimyasal yapılardaki kolorimetrik prob molekülleri (Murexide, Metil timol mavisi (sodyum tuzu), Arsenazo (III), Thorin, Xylenol

Orange, Thiazole Orange, PAR4-(2-Pyridylazo)resorcinol) kullanılarak seyreltik sulu çözeltilerde Sr(II) iyonlarının varlığını düşük konsantrasyonlarda RGB yöntemiyle görsel olarak tespit edebilmek mümkün olmuştur. Bu bileşikler içinde Xylenol Orange ve Murexide gibi moleküller seçilerek kullanılmış, bu moleküllerin renk değişiklikleri RGB analizleri ve UV-VIS spektrofotometrik ölçümlerle ayrı ayrı incelenmiştir. Bu yöntemler, prob moleküllerinin Sr(II) ile etkileşimini ve tespit kabiliyetini doğrulamak için kritik öneme sahiptir.

Bir sonraki aşamada, Murexide ve Xylenol Orange ile aljinat hidrojel kürecikleri uygun koşullarda sentezlenmiş ve elde edilen ürünlerin fiziksel ve kimyasal karakterizasyonu için çeşitli analiz yöntemleri kullanılmıştır. FT-IR spektroskopisi, aljinat ve prob moleküllerinin kimyasal yapılarını ve aralarındaki etkileşimleri ortaya koymuştur. SEM analizi, küreciklerin morfolojik ve yapısal özelliklerini aydınlatırken, EDX analizi elementel bileşimlerini belirlemekte kullanılmıştır.

Ayrıca, Murexide ve Xylenol Orange prob moleküllerini içeren aljinat hidrojel kürecikleri, sulu ortamlardan stronsiyum alımının optimize edilmesine yönelik deneyler gerçekleştirilmiştir. Her iki adsorban için farklı süre, adsorban dozu, sıcaklık ve başlangıç Sr(II) konsantrasyonlarının adsorpsiyonuna etkisi detaylı olarak incelenmiştir. Bu sonuçlar, hidrojel küreciklerin çeşitli çevresel ve endüstriyel uygulamalarda nasıl kullanılabileceğine dair önemli bilgiler de sunmuştur. Stronsiyum iyonlarının prob molekül içeren aljinat küreciklerine adsorpsiyonu için, adsorpsiyon entalpisi (ΔH°), serbest enerji değişimi (ΔG°) ve entropi değişimi (ΔS°) gibi termodinamik parametreler hesaplanmıştır. Prob molekül yüklü Ca-aljinat biyopolimerleri ile sulu çözeltilerden adsorplanan stronsiyum iyonları için elde edilen deneysel verilerin Langmuir, Freundlich ve Dubinin-Radushkevich (D-R) izotermlerine uygunluğu araştırılmıştır.

Sulu ortamdaki stronsiyum iyonlarının Murexide ve Xylenol Orange prob molekülleri ile yüklü Ca-aljinat biyopolimeri tarafından adsorpsiyonunda ortamdaki farklı metal iyonlarının etkisi, deneylerde gerçek nehir suyu (Meriç Nehri) ve göl suyu (Van gölü) su örnekleri kullanılarak incelenmiştir. Al(III), Ni(II), Fe(II), Cu(II), Mn (II), metal iyonlarının etkisi incelendiğinde, MTH kullanılarak stronsiyum için %83, XOH kullanılarak stronsiyum için %93'lük bir adsorpsiyon verimleri saptanmış bulunmaktadır. Murexide ve Xylenol Orange prob molekülleri ile yüklü Ca-aljinat biyopolimerlerinin çalışılan konsantrasyonlarda matriks iyonları ile stronsiyum arasında seçici davranmadığı görülmektedir. Yapısında birçok farklı fonksiyonel grubu barındıran Ca-aljinat biyopolimerinin farklı metalleri aynı anda adsorplayabildiği görülmüştür.

Radyoaktif Sr-90 Standart çözeltisi kullanılarak yapılan tutulum çalışmalarında, 25 Aralık 2006 tarihinde orijinal 4.261 ± 0.020 kBq/g aktivite konsantrasyonuna sahip SRM 49191 kodlu Sr-90 (stronsiyum-90) radyoaktif standart çözeltisi kullanılmış ve aktivite konsantrasyon düzeltilmesi yapılmıştır. Elde edilen sonuçlara göre, MTH ve XOH prob molekülleri içeren aljinat adsorbanları ile yapılan Sr-90 adsorpsiyon deneylerinde adsorpsiyon verimlilikleri sırasıyla %81 ve %82 olarak bulunmuştur. Ayrıca, Sr-90 için MTH ve XOH aljinat küreciklerinin dağılma katsayıları sırasıyla 4260 mL/g ve 4548 mL/g olarak hesaplanmıştır. Bu sonuçlar, Sr-90'ın MTH ve XOH aljinat kürecikleri ile yüksek verimlilikte giderildiğini göstermektedir.

Bu tez çalışmasında, stronsiyum iyonlarının tespiti ve giderimi için kolorimetrik prob molekül içeren aljinat hidrojel küreciklerinin sentezlenmesi, geliştirilmesi, karakterizasyonu ve uygulanması alanında önemli bir ilerleme sağlamıştır. Aljinat biyopolimerlerinin ve prob moleküllerinin etkileşimleri, bu tür malzemelerin çevresel izleme ve arıtma uygulamalarında nasıl kullanılabileceğine dair önemli bilgiler sunmuştur. Elde edilen sonuçlar, sulu ortamlarda düşük konsantrasyondaki stronsiyum iyonlarını tespit edebilme kapasitesi, yüksek hassasiyet ve seçicilik gösteren bir yöntemin geliştirilmesine katkıda bulunmuştur. Doktora tez çalışmasında elde edilen çalışma sonuçlarının, çevresel izleme ve endüstriyel süreçlerde ağır metal iyonlarının tespiti ve aynı zamanda giderimleri için özellikle dual (tespit ve giderim) etkiye sahip yenilikçi ve etkili çözümler sunma potansiyeline sahip olduğu düşünülmektedir. Böylece bu alandaki teknolojileri geliştirilmesinde katkı sağlayabileceği düşünülmektedir.

KAYNAKLAR DİZİNİ

- Abdullah, A., and Mohammed, A.**, 2019, Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review, *Proceedings of 2018 International Conference on Hydraulics and Pneumatics - HERVEX, January* 77–85 pp.
- Abin-Bazaine, A., Campos Trujillo, A., and Olmos-Marquez, M.**, 2022, Adsorption Isotherms: Enlightenment of the Phenomenon of Adsorption, *Wastewater Treatment*,
- Aguirre, M. A., Hidalgo, M., and Canals, A.**, n.d., *Análisis elemental con técnicas basadas en plasma: ICP-OES/MS y LIBS Avances en la preparación de muestras líquidas: nebulización múltiple y microextracción en gota*
- Ahluwalia, S. S., and Goyal, D.**, 2007, Microbial and plant derived biomass for removal of heavy metals from wastewater, *Bioresource Technology*, 98(12):2243–2257 pp.
- Aksu, Z.**, 2005, Application of biosorption for the removal of organic pollutants: a review, *Process Biochemistry*, 40(3–4):997–1026 pp.
- Ali, A., Zhang, N., and Santos, R. M.**, 2023, Mineral Characterization Using Scanning Electron Microscopy (SEM): A Review of the Fundamentals, Advancements, and Research Directions, *Applied Sciences*, 13(23):12600 pp.
- Alves, V., dos Santos, J. M., Pinto, E., Ferreira, I. M. P. L. V. O., Lima, V. A., and Felsner, M. L.**, 2024, Digital image processing combined with machine learning: A new strategy for brown sugar classification, *Microchemical Journal*, 196:
- Amo-Duodu, G., Tetteh, E. K., Rathilal, S., Armah, E. K., Adedeji, J., Chollom, M. N., and Chetty, M.**, 2021, Effect of engineered biomaterials and magnetite on wastewater treatment: Biogas and kinetic evaluation, *Polymers*, 13(24):
- Andriamanantoanina, H., and Rinaudo, M.**, 2010, Characterization of the alginates from five madagascan brown algae, *Carbohydrate Polymers*, 82(3):555–560 pp.
- Artioli, Y.**, 2008, Adsorption, In *Encyclopedia of Ecology, Five-Volume Set* (pp. 60–65) Elsevier Inc.
- Azizian, S., and Eris, S.**, 2021, Adsorption isotherms and kinetics, *Interface Science and Technology*, 33:445–509 pp.
- Bachmann, L. M., and Miller, W. G.**, 2020, Spectrophotometry, *Contemporary Practice in Clinical Chemistry*, 119–133 pp.
- Bodiuzzaman, M., and Pradeep, T.**, 2022, Structure by single crystal X-ray diffraction, *Atomically Precise Metal Nanoclusters*, 271–298 pp.
- Brand, U.**, 2004, Carbon, oxygen and strontium isotopes in Paleozoic carbonate components: An evaluation of original seawater-chemistry proxies, *Chemical Geology*, 204(1–2):23–44 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Brennan, M. C.**, 2008, Methodologies of Metal Analysis of Organic Matrices Using ICP-OES, *A Practical Approach to Quantitative Metal Analysis of Organic Matrices*, 59–106 pp.
- Burgot, G., and Burgot, J.-L.**, 2023, Instrumentation in Spectrophotometry, *General Analytical Chemistry*, 239–248 pp.
- Cheng, Y. S., Zheng, Y., and VanderGheynst, J. S.**, 2011, Rapid quantitative analysis of lipids using a colorimetric method in a microplate format, *Lipids*, 46(1):95–103 pp.
- Choppin, G. R.**, 2007, Actinide speciation in the environment, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 273(3):695–703 pp.
- Cole, K., and Levine, B. S.**, 2020, Ultraviolet-Visible Spectrophotometry, *Principles of Forensic Toxicology: Fifth Edition*, 127–134 pp.
- Cole, T., Bidoglio, G., Soupioni, M., O’Gorman, M., and Gibson, N.**, 2000, Diffusion mechanisms of multiple strontium species in clay, *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 64(3):385–396 pp.
- Cunningham, T. M., Koehl, J. L., Summers, J. S., and Haydel, S. E.**, 2010, pH-Dependent Metal Ion Toxicity Influences the Antibacterial Activity of Two Natural Mineral Mixtures, *PLOS ONE*, 5(3):e9456 pp.
- Dąbrowski, A.**, 2001, Adsorption - From theory to practice, In *Advances in Colloid and Interface Science* (Vol. 93, Issues 1–3, pp. 135–224)Elsevier
- Dadi, M., and Yasir, M.**, 2022, Spectroscopy and Spectrophotometry: Principles and Applications for Colorimetric and Related Other Analysis, *Colorimetry*,
- Damhorst, G. L., Smith, C. E., Salm, E. M., Sobieraj, M. M., Ni, H., Kong, H., and Bashir, R.**, 2013, A liposome-based ion release impedance sensor for biological detection, *Biomedical Microdevices*, 15(5):895–905 pp.
- Das, P.**, 2023, Continuous Scan and Repetitive Mode FT-IR Spectroscopy and Its Application in Isomeric Identification, Conformational Analysis and Photochemistry, *Infrared Spectroscopy - Perspectives and Applications*,
- Datye, A., and DeLaRiva, A.**, 2023, Scanning Electron Microscopy (SEM), *Springer Handbooks*, 359–380 pp.
- Davis, T. A., Volesky, B., and Mucci, A.**, 2003, A review of the biochemistry of heavy metal biosorption by brown algae, In *Water Research* (Vol. 37, Issue 18, pp. 4311–4330)Elsevier Ltd
- Ding, J., Tang, S., Chen, X., Ding, M., Kang, J., Wu, R., Fu, Z., Jin, Y., Li, L., Feng, X., Wang, R., and Xia, C.**, 2018, Introduction of benzotriazole into graphene oxide for highly selective coadsorption of An and Ln: Facile synthesis and theoretical study, *Chemical Engineering Journal*, 344:594–603 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Draget, K. I., Østgaard, K., and Smidsrød, O.**, 1989, Alginate-based solid media for plant tissue culture, *Applied Microbiology and Biotechnology*, 31(1):79–83 pp.
- Dubinín, M.**, 1947, The Equation of the Characteristic Curve of Activated Charcoal, *Proceedings of the USSR Academy of Sciences*,
- Duckett, S., Gilbert, B., and Cockett, M.**, 2015, X-ray diffraction and related methods, *Foundations of Molecular Structure Determination*,
- Dymott, T. C.**, 1995, Application of ICP–OES Techniques in Environmental QC, *Quality Assurance in Environmental Monitoring*, 95–132 pp.
- Endo, T., Yanagida, Y., and Hatsuzawa, T.**, 2007, Colorimetric detection of volatile organic compounds using a colloidal crystal-based chemical sensor for environmental applications, *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 125(2):589–595 pp.
- Environmental Studies Board**, 1973, Potential effects of increase in solar ultraviolet radiation, *Biological Conservation*, 5(3):220–221 pp.
- Freundlich, H.**, 1907, Über die Adsorption in Lösungen, *Zeitschrift Für Physikalische Chemie*, 57U(1):385–470 pp.
- Gadd, G. M.**, 2009, Biosorption: Critical review of scientific rationale, environmental importance and significance for pollution treatment, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 84(1):13–28 pp.
- Gavrilenko, N. A., Volgina, T. N., Urazov, E. V., and Gavrilenko, M. A.**, 2019, Transparent polymer sensor for visual and photometrical detection of thiocyanate in oilfield water, *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 172:960–963 pp.
- Gibson, J. A. B.**, 1976, LIQUID SCINTILLATION COUNTING OF NOVEL RADIONUCLIDES, *Liquid Scintillation*, 153–166 pp.
- Gok, C., Gerstmann, U., and Aytas, S.**, 2013, Biosorption of radiostrontium by alginate beads: Application of isotherm models and thermodynamic studies, *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*, 295(1):777–788 pp.
- Grant, G. T., Morris, E. R., Rees, D. A., Smith, P. J. C., and Thom, D.**, 1973, Biological interactions between polysaccharides and divalent cations: The egg-box model, *FEBS Letters*, 32(1):195–198 pp.
- Gregoriou, V. G., and Rodman, S. E.**, 2003, FT-IR Spectroscopy, *Characterization of Materials*,
- Griffiths, P. R.**, 1980, Chromatography and FT-IR Spectrometry, *Analytical Applications of FT-IR to Molecular and Biological Systems*, 149–155 pp.
- Grum, F., Costa, L. F., Miller, R. S., and Przybyłowicz, E. P.**, 1971, A STUDY OF LIQUID SCINTILLATION COUNTING PROCESSES USING THE SPECTROFLUORESCENCE TECHNIQUE, *Organic Scintillators and Scintillation Counting*, 1005–1029 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Gruskiene, R., Krivorotova, T., Staneviciene, R., Ratautas, D., Serviene, E., and Sereikaite, J.**, 2018, Preparation and characterization of iron oxide magnetic nanoparticles functionalized by nisin, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 169:126–134 pp.
- Hasegawa, T.**, 2017, Fundamentals of FT-IR, *Quantitative Infrared Spectroscopy for Understanding of a Condensed Matter*, 37–46 pp.
- Hash, J. H.**, 1972, Liquid Scintillation Counting in Microbiology, *Methods in Microbiology*, 6:109–155 pp.
- Hassan, A. M. E., Alshehri, R. F., El-Bahy, S. M., Amin, A. S., and Aish, M.**, 2023, A modified selective optical sensor for selenium determination based on incorporating xylenol orange in a poly(vinyl chloride) membrane, *RSC Advances*, 13(49):34618–34629 pp.
- Henderson, D. S., L’ecuyer, T., Stephens, G., Partain, P., and Sekiguchi, M.**, 2013, A Multisensor Perspective on the Radiative Impacts of Clouds and Aerosols, *Journal of Applied Meteorology and Climatology*, 52(4):853–871 pp.
- Hosseini, H., and Jafari, S. M.**, 2020, Fourier transform infrared (FT-IR) spectroscopy of nanoencapsulated food ingredients, *Characterization of Nanoencapsulated Food Ingredients*, 347–410 pp.
- Howe, H. E.**, 1936, *ENGINEERING CHEMISTRY The Role of Spectrophotometry in Colorimetry*
- Huang, J., Wang, L., Gu, C., Wang, Z., Sun, Y., and Shim, J. J.**, 2015, Preparation of porous SnO₂ microcubes and their enhanced gas-sensing property, *Sensors and Actuators B: Chemical*, 207(PartA):782–790 pp.
- Huang, S., Wang, G., Lin, H., Xiong, Y., Liu, X., and Li, H.**, 2021, Preparation and dynamic response properties of colorimetric indicator films containing pH-sensitive anthocyanins, *Sensors and Actuators Reports*, 3:100049 pp.
- Jaroniec, M.**, 2003, Adsorbents: Fundamentals and Applications By Ralph T. Yang (University of Michigan). Wiley-Interscience: Hoboken, NJ. 2003. xii + 410 pp. \$89.95. ISBN 0-471-29741-0., *Journal of the American Chemical Society*, 125(39):12059–12059 pp.
- Jo, A., Jang, G., Namgung, H., Kim, C., Kim, D., Kim, Y., Kim, J., and Lee, T. S.**, 2015, Simultaneous detection and removal of radioisotopes with modified alginate beads containing an azo-based probe using RGB coordinates, *Journal of Hazardous Materials*, 300:227–234 pp.
- Johnson, A. E. W., Bulgarelli, L., Shen, L., Gayles, A., Shammout, A., Horng, S., Pollard, T. J., Moody, B., Gow, B., Lehman, L. wei H., Celi, L. A., and Mark, R. G.**, 2023, MIMIC-IV, a freely accessible electronic health record dataset, *Scientific Data*, 10(1):1 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kaur, A., Kaur, G., Singh, A., Singh, N., and Kaur, N.**, 2016, Polyamine Based Ratiometric Fluorescent Chemosensor for Strontium Metal Ion in Aqueous Medium: Application in Tap Water, River Water, and in Oral Care, *ACS Sustainable Chemistry and Engineering*, 4(1):94–101 pp.
- Kean, E. L.**, 1968, Rapid, sensitive spectrophotometric method for quantitative determination of sulfatides., *Journal of Lipid Research*, 9(3):319–327 pp.
- Khalil, A. A., Sokker, H. H., Al-Anwar, A., Abd El-Zaher, A., and Hashem, A.**, 2009, Preparation, characterization and utilization of amidoximated poly(AN/MAA)-grafted Alhagi residues for the removal of Zn(II) ions from aqueous solution, *Adsorption Science and Technology*, 27(4):363–382 pp.
- Khandpur, R. S.**, 2020, Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer (ICP-OES) , *Compendium of Biomedical Instrumentation*, 1057–1062 pp.
- Khotimchenko, Y. S., Kovalev, V. V., Savchenko, O. V., and Ziganshina, O. A.**, 2001, Physical–Chemical Properties, Physiological Activity, and Usage of Alginates, the Polysaccharides of Brown Algae, *Russian Journal of Marine Biology* 2001 27:1, 27(1):S53–S64 pp.
- Kiani, D.**, 2023, X-Ray Diffraction (XRD), *Springer Handbooks*, 519–539 pp.
- Kim, S. M.**, 1971, LOW-LEVEL LIQUID SCINTILLATION COUNTING AND EVALUATION OF COUNTING SOLUTIONS OF ^{14}C and ^3H , *Organic Scintillators and Scintillation Counting*, 965–976 pp.
- Kirk-Othmer**, 2001, Encyclopedia of Chemical Technology, In *Encyclopedia of Chemical Technology*Wiley
- Kisielewski, W. E., and Buess, E. M.**, 1976, SAMPLE OXIDATION FOR LIQUID SCINTILLATION COUNTING: A REVIEW, *Liquid Scintillation*, 299–308 pp.
- Klaewkla, R., Arend, M., and F., W.**, 2011, A Review of Mass Transfer Controlling the Reaction Rate in Heterogeneous Catalytic Systems, *Mass Transfer - Advanced Aspects*, 3
- Kong, N., Yuan, H., Zhou, H., Zhao, Y., and Zhang, S.**, 2021, Colorimetric detection of water content in organic solvents via a smartphone with fluorescent Ag nanoclusters, *Analytical Methods*, 13(24):2722–2727 pp.
- Kosmulski, M.**, 2011, The pH-dependent surface charging and points of zero charge: V. Update, *Journal of Colloid and Interface Science*, 353(1):1–15 pp.
- Krishnan, K. M.**, 2021, X-Ray Diffraction, *Principles of Materials Characterization and Metrology*, 408–480 pp.
- Kumar, A., and Jena, H. M.**, 2017, Adsorption of Cr(VI) from aqueous phase by high surface area activated carbon prepared by chemical activation with ZnCl_2 , *Process Safety and Environmental Protection*, 109:63–71 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Kurniawan, T. A., Chan, G. Y. S., Lo, W. H., and Babel, S.,** 2006, Physico-chemical treatment techniques for wastewater laden with heavy metals, *Chemical Engineering Journal*, 118(1–2):83–98 pp.
- Łabowska, M. B., Michalak, I., and Detyna, J.,** 2019, Methods of extraction, physicochemical properties of alginates and their applications in biomedical field - A review, *Open Chemistry*, 17(1):738–762 pp.
- Langmuir, I.,** 1918, The adsorption of gases on plane surfaces of glass, mica and platinum, *Journal of the American Chemical Society*, 40(9):1361–1403 pp.
- Lee, K. Y., and Mooney, D. J.,** 2012, Alginate: Properties and biomedical applications, *Progress in Polymer Science*, 37(1):106–126 pp.
- Levitt, S. R.,** 2023, Spectrophotometric Measurement of Lithium in Human Saliva Using the Chromogenic Reagent Thorin, *Acta Chimica Slovenica*, 70(3):430–439 pp.
- Li, H., Chen, M., Luo, R., Peng, W., Gong, X., and Chang, J.,** 2021, An amplified fluorescent biosensor for Ag⁺ detection through the hybridization chain reactions, *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, 202:
- Liu, M. F., Hwang, S. J., and Wang, J. W.,** 2022, In-fiber Mach-Zehnder interferometer based on hollow optic fiber for metal ion detection, *Optics Express*, Vol. 30, Issue 15, Pp. 26006–26017, 30(15):26006–26017 pp.
- Liu, T., Li, G., Zhang, N., and Chen, Y.,** 2012, An inorganic–organic hybrid optical sensor for heavy metal ion detection based on immobilizing 4-(2-pyridylazo)-resorcinol on functionalized HMS, *Journal of Hazardous Materials*, 201–202:155–161 pp.
- Liu, Y., and Liu, Y. J.,** 2008, Biosorption isotherms, kinetics and thermodynamics, *Separation and Purification Technology*, 61(3):229–242 pp.
- Martínez, L. D., Gil, R. A., Pacheco, P. H., and Cerutti, S.,** 2015, Elemental composition analysis of food by FAES and ICP-OES, *Handbook of Mineral Elements in Food*, 219–238 pp.
- Martinsen, A., Skjåk-Bræk, G., and Smidsrød, O.,** 1989, Alginate as immobilization material: I. Correlation between chemical and physical properties of alginate gel beads, *Biotechnology and Bioengineering*, 33(1):79–89 pp.
- McDowell, W. J.,** 1971, LIQUID SCINTILLATION COUNTING TECHNIQUES FOR THE HIGHER ACTINIDES, *Organic Scintillators and Scintillation Counting*, 937–950 pp.
- McKay, G.,** 1982, Adsorption of dyestuffs from aqueous solutions with activated carbon I: Equilibrium and batch contact-time studies, *Journal of Chemical Technology and Biotechnology*, 32(7–12):759–772 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Mimura, H., Ohta, H., Akiba, K., and Onodera, Y.**, 2002, Uptake and recovery of ruthenium by alginate gel polymers, *Journal of Nuclear Science and Technology*, 39(6):655–660 pp.
- Mohammed, T.**, 2024, Atomic absorption spectrophotometry, *Non-Destructive Material Characterization Methods*, 549–586 pp.
- Nedobukh, T. A., and Semenishchev, V. S.**, 2020, Strontium: source, occurrence, properties, and detection, *Handbook of Environmental Chemistry*, 88:1–23 pp.
- Pandey, S. K., and Kim, K. H.**, 2007, The relative performance of NDIR-based sensors in the near real-time analysis of CO₂ in air, *Sensors*, 7(9):1683–1696 pp.
- Park, Y. L., Majidi, C., Kramer, R., Brard, P., and Wood, R. J.**, 2010, Hyperelastic pressure sensing with a liquid-embedded elastomer, *Journal of Micromechanics and Microengineering*, 20(12):125029 pp.
- Paul, A. A., Markus, V., Kristollari, K., Marks, R. S., Paul, A. A., Markus, V., Kristollari, K., and Marks, R. S.**, 2023, *Alginate-Based Applications in Biotechnology with a Special Mention to Biosensors*
- Peng, C. T.**, 1975, Liquid Scintillation and Čerenkov Counting, *Radiochemical Methods in Analysis*, 79–149 pp.
- Petrosino, P., Pirrie, D., Santoro, L., and de Gennaro, R.**, 2023, *Scanning Electron Microscopy (SEM) in Forensic Geoscience* 61–91 pp.
- Pourhakkak, P., Taghizadeh, A., Taghizadeh, M., Ghaedi, M., and Haghdoust, S.**, 2021, Fundamentals of adsorption technology, *Interface Science and Technology*, 33:1–70 pp.
- Rabaeh, K. A., Aljammal, S. A., Eyadeh, M. M., and Abumurad, K. M.**, 2021, Methyl thymol blue solution and film dosimeter for high dose measurements, *Results in Physics*, 23:
- Redlich, O., and Peterson, D. L.**, 1959, A useful adsorption isotherm, *Journal of Physical Chemistry*, 63(6):1024 pp.
- Rehm, B. H. A.**, 2015, Alginates: Biology and Applications: Biology and Applications, In *Microbiology Monographs* (Vol. 13)
- Rengaraj, S., Yeon, K. H., and Moon, S. H.**, 2001, Removal of chromium from water and wastewater by ion exchange resins, *Journal of Hazardous Materials*, 87(1–3):273–287 pp.
- Rosi, F., Cartechini, L., Sali, D., and Miliani, C.**, 2020, Recent trends in the application of Fourier Transform Infrared (FT-IR) spectroscopy in heritage science: From micro- to non-invasive FT-IR, *Chemical Analysis in Cultural Heritage*, 121–150 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Rouquerol, J., Avnir, D., Fairbridge, C. W., Everett, D. H., Haynes, J. M., Pernicone, N., Ramsay, J. D. F., Sing, K. S. W., and Unger, K. K.**, 1994, Recommendations for the characterization of porous solids (Technical Report), *Pure and Applied Chemistry*, 66(8):1739–1758 pp.
- Ruedt, C., Gibis, M., and Weiss, J.**, 2020, Quantification of surface iridescence in meat products by digital image analysis, *Meat Science*, 163:108064 pp.
- S. Mohran, H.**, 2009, An Electrochemical Investigation of the Redox Properties of Murexide in Aqueous and Non-Aqueous Media, *American Journal of Applied Sciences*, 6(5):964–969 pp.
- Saleh, T. A.**, 2022, Isotherm models of adsorption processes on adsorbents and nanoadsorbents, *Interface Science and Technology*, 34:99–126 pp.
- Sánchez-González, L., Elkhoury, K., Kahn, C., and Arab-Tehrany, E.**, 2021, Composite hydrogels of pectin and alginate, *Plant and Algal Hydrogels for Drug Delivery and Regenerative Medicine*, 507–533 pp.
- Saxena, K. K., Agarwala, B. V., and Dey, A. K.**, 1969, Spectrophotometric determination of palladium with 4-(2-pyridylazo)-resorcinol (PAR), *Mikrochimica Acta*, 57(4):694–697 pp.
- Schirmer, W.**, 1999, Physical Chemistry of Surfaces, *Zeitschrift Für Physikalische Chemie*, 210(1):134–135 pp.
- Schvartzman, M. S., Gonzalez-Barron, U., Butler, F., and Jordan, K.**, 2014, Modeling the growth of *Listeria monocytogenes* on the surface of smear- or mold-ripened cheese, *Frontiers in Cellular and Infection Microbiology*, 4(JUL):78927 pp.
- Semenishchev, V. S., and Voronina, A. V.**, 2020, Isotopes of strontium: Properties and applications, *Handbook of Environmental Chemistry*, 88:25–42 pp.
- Sherikar, A. S., Kamble, J. R., and Disouza, J. I.**, 2021, ACCELERATED STABILITY STUDY OF ARSENAZO III USED FOR DETECTION OF CALCIUM FROM BIOLOGICAL SYSTEM THROUGH UV-SPECTROPHOTOMETER, BIOCHEMISTRY ANALYZER, PH METER, HPLC AND HPTLC, *INTERNATIONAL JOURNAL OF PHARMACEUTICAL SCIENCES AND RESEARCH*, 12(3):1615–1623 pp.
- Shrestha, Y. K., Shrestha, S. K., Shrestha, Y. K., and Shrestha, S. K.**, 2023, Fundamentals of Colorimetry, *Advances in Colorimetry [Working Title]*,
- Simonian, M. H.**, 2004, Spectrophotometric Determination of Protein Concentration, *Current Protocols in Toxicology*, 21(1):A.3G.1-A.3G.7 pp.
- Simonian, M. H., and Smith, J. A.**, 2001, Spectrophotometric and Colorimetric Determination of Protein Concentration, *Current Protocols in Toxicology*, 10(1):A.3G.1-A.3G.9 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Simonian, M. H., and Smith, J. A.**, 2006, Spectrophotometric and Colorimetric Determination of Protein Concentration, *Current Protocols in Molecular Biology*, 76(1):10.1.1-10.1A.9 pp.
- Sinclair, L. K., Baek, D. L., Thompson, J., Tester, J. W., and Fox, R. V.**, 2017, The Journal of Supercritical Fluids Rare earth element extraction from pretreated bastnäsite in supercritical carbon dioxide, *The Journal of Supercritical Fluids*, 124:20–29 pp.
- Sing, K. S. W.**, 1982, Reporting physisorption data for gas/solid systems, *Pure and Applied Chemistry*, 54(11):2201–2218 pp.
- Skoog, D. a, Holler, F. J., and Nieman, T. a**, 1998, Principles of Instrumental Analysis, Brooks/Cole, *The Sections on Atomic and Molecular Spectroscopy Serve as Excellent Introductions to the Subject*, <https://search.worldcat.org/title/423542548>
- Smidsrød, O., and Skjåk-Bræk, G.**, 1990, Alginate as immobilization matrix for cells, *Trends in Biotechnology*, 8(C):71–78 pp.
- Smith, Y. R., Bhattacharyya, D., Willhard, T., and Misra, M.**, 2016, Adsorption of aqueous rare earth elements using carbon black derived from recycled tires, *Chemical Engineering Journal*, 296:102–111 pp.
- Sun, J., Lu, Y., He, L., Pang, J., Yang, F., and Liu, Y.**, 2020, Colorimetric sensor array based on gold nanoparticles: Design principles and recent advances, *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 122:115754 pp.
- Susmitha, P. J. R. L. P., Yeturi, P. K. R., Jyosyula, S. K. R., and Talakokula, V.**, 2023, Characterization of Pozzolans to Use as Supplementary Cementitious Material in Concrete Through X-ray Diffraction, *RILEM Bookseries*, 44:228–239 pp.
- Treib, C., Lion, A., and Johlitz, M.**, 2022, FT-IR Microscopic Analysis of the Chemical Change in the Molecular Structure After Ozone Ageing of Natural Rubber, *Advanced Structured Materials*, 153:241–252 pp.
- Troisi, M., Del Prete, S., and Troisi, S.**, 2023, Utility of Scanning Electron Microscopy (SEM) for Suspected Microbial Keratoconjunctivitis Unresponsive to Broad-Spectrum Antibiotic Therapy, *Journal of Clinical Studies & Medical Case Reports*, 10(1):1–8 pp.
- Ussler, W. I., Paull, C. K., and Fullagar, P. D.**, 2000, Pore-water strontium isotopes from the Leg 171B drilling transect down the Blake Spur, *Proceedings of the Ocean Drilling Program, 171B Scientific Results*, 171(July 1999):
- Viswanathan, S., and Nallamuthu, T.**, 2014, Extraction of Sodium Alginate from Selected Seaweeds and Their Physiochemical and Biochemical Properties, *Journal of Innovative Research*, 3(4):10998–11003 pp.
- Volesky, B.**, 2001, Detoxification of metal-bearing effluents: biosorption for the next century, *Hydrometallurgy*, 59(2–3):203–216 pp.

KAYNAKLAR DİZİNİ (devam)

- Weber, W. J., and Smith, E. H.**, 1987, Simulation and design models for adsorption processes, *Environmental Science and Technology*, 21(11):1040–1050 pp.
- Weller, M. T.**, 1995, Application and interpretation of powder X-ray diffraction data, *Inorganic Materials Chemistry*,
- Wigfield, D. C.**, 1976, ADSORPTION IN LIQUID SCINTILLATION COUNTING, *Liquid Scintillation*, 295–298 pp.
- Worsfold, P. J.**, 2005, SPECTROPHOTOMETRY | Overview, *Encyclopedia of Analytical Science: Second Edition*, 318–321 pp.
- Yang, C., Lou, Y., Zhang, J., Xie, X., and Xia, B.**, 2023, Preparation and X-Ray Diffraction Characterization of LiFePO₄, *Materials and Working Mechanisms of Secondary Batteries*, 139–158 pp.
- Zettlemoyer, A. C.**, 2003, Colloid and Surface Chemistry, [Http://Dx.Doi.Org/10.1146/Annurev.Pc.09.100158.002255](http://dx.doi.org/10.1146/annurev.pc.09.100158.002255), 9(1):439–468 pp.
- Zhang, Y., and Shi, Y.**, 2022, Intracellular Potassium Ion Measurements by Inductively Coupled Plasma Optical Emission Spectrometer (ICP-OES), *Methods in Molecular Biology*, 2459:85–92 pp.
- Zhang, Z., Zhang, R., Zou, L., and McClements, D. J.**, 2016, Protein encapsulation in alginate hydrogel beads: Effect of pH on microgel stability, protein retention and protein release, *Food Hydrocolloids*, 58:308–315 pp.
- Zhao, H., Liu, Q., Wang, J., Huang, A., Qiu, B., and Lin, Z.**, 2021, Electrochemical aptamer sensor based on metal ion-labeled polyethyleneimine gold nanoparticles for simultaneous detection of multiple disease markers, *Electrochimica Acta*, 399:139423 pp.

TEŞEKKÜR

Yüksek lisansa başladığım 2015 yılından bu yana, bilgi birikimini, tecrübelerini, prensiplerini benimle paylaşan, varlığından onur duyduğum, sevgi ve saygı duyduğum danışman hocalarım Prof. Dr. Şule AYTAŞ 'a ve Prof. Dr. Fatma Nil ERTAŞ'a teşekkürlerimi sunarım. Tez çalışmam sırasında bana her türlü olanağı sunarak çalışma kolaylığı sağlayan Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü Müdürü ve aynı zamanda Nükleer Teknoloji Ana Bilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Sabriye YUŞAN'A, daha önceki dönem Ana Bilim Dalı Başkanı Sayın Prof. Dr. Yüksel ALTAŞ'a ve görüşleri ve önerileriyle daima katkıda bulunarak çalışmamıza yön veren Sayın Prof. Dr. Melek MERDİVAN ve Sayın Prof. Dr. Nur AKSUNER hocalarıma teşekkürlerimi sunarım.

Tez çalışmam sırasında ICP-OES analizlerinin gerçekleşmesinde yardımlarını esirgemeyen Sayın Prof. Dr. Şenol SERT'e ve Ege Üniversitesi Nükleer Bilimler Enstitüsü'nde görev yapan tüm hocalarıma, araştırma görevlisi arkadaşlarıma ve diğer çalışanlarına teşekkür ederim.

Karlsruhe Institute of Technology (KIT), Institute of Nuclear Waste Disposal (INE), (Karlsruhe-ALMANYA)'da bir yıl süren tez çalışmalarım boyunca bana destek sağlayan hocalarıma, başta Dr. Marcus ALTMEIER ve Dr. Andreas GEIST olmak üzere çalışma grubuna, laboratuvar arkadaşlarıma teşekkürü bir borç bilirim.

Doktora öğreniminin dört yıllık zaman diliminde, “Sensör Teknolojileri” öncelikli alanından almaya hak kazandığım, bana burs desteği sağlayan Yükseköğretim Kurulu 100/2000 Doktora programına, TÜBİTAK 2211-C yurt içi ve TÜBİTAK 2214-A yurt dışı doktora burs programlarıyla bu çalışmayı destekleyen TÜBİTAK'a ve FDK 22104 No'lu proje kapsamında doktora tez projemi desteklerinden ötürü Ege Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri (BAP) Koordinatörlüğü'ne teşekkürlerimi sunuyorum.

Öğrenim hayatım boyunca desteklerini her daim hissettiğim tüm aile üyelerime, bana inandıkları, güvendikleri ve destek oldukları için çok teşekkür ederim. Bu zaman diliminde hayatımı birleştirdiğim, sevgili eşim ve manevi dayanağım aynı zamanda alanında başarılı bir bilim insanı olan Dr. Ayça TUNÇEL ORAL'a yanımda olduğu için çok teşekkür ederim.

ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Alparslan Enes ORAL

Öğrenim Durumu:

Lisans : Celal Bayar Üniversitesi Fen-Edebiyat Fakültesi Fizik Bölümü
(2008-2013).

Yüksek Lisans: Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Nükleer Bilimler
(2015-2017).

Doktora : Ege Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Nükleer Bilimler (2017-
2024).

Yüksek Lisans Tezi Konusu

Oral, A.E, “Manyetik Grafen Oksit ile Sulu Çözeltilerden La (III) İyonlarının Adsorpsiyonunun İncelenmesi”, Ege Üniversitesi, 2017.

Doktora Tezi Konusu

Oral A.E., “Sularda Stronsiyumun Deteksiyonu İçin Kimyasal Sensörlerin Geliştirilmesi, Karakterizasyonu ve Uygulamaları”, Ege Üniversitesi.

YAYINLAR

SCI, SCI-Expanded Tarafından Taranan Dergilerde Yayın / Makale

- A.E ORAL**, Ş. AYTAŞ, S.YUŞAN, Ş. SERT, " Preparation and characterization of magnetic nano graphene oxide nanocomposite (MNGO) for adsorption of lanthanum ions from aqueous solutions ", (Analytical Letter, 2020, 53 (11), 1812-1833).
- A. C. YACOUBA, **A. E. ORAL**, A. S. BAWA, S. SERT, I. G. KAPTANOGLU, D. A. TURKOZU, I. NATATOU, S. YUSAN, S. AYTAS., “ Determination of optimum conditions for the extraction and separation of lanthanum, cerium, yttrium and thorium using Taguchi method”, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 2023, 0236-5731.
- T. TUNC COLAKOGLU, ALPARSLAN ENES ORAL, SULE AYTAS, SABRİYE YUSAN, İKBAL GOZDE KAPTANOGLU, CEM GOK, MİCHAEL DUNCAN YOHO, 1Preparation of new alginate capsules

enclosing diatomite and organic extractants to uptake lanthanum”, Hydrometallurgy, 222, 106158, 2023.

C. TASKOPRU, M. ICHEDEF, **A. E. ORAL**, M. M. SAC, H. SOZBİLİR., “ The exchange of radon gas concentration along Manisa fault“, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 2023, 0236-5731.

A.R. CHAIBOU YACOUBA, **A. E. ORAL**, S.SERT, I.G.KAPTANOGLU, I. NATATOU, S. YUSAN, S. AYTAS, “Removal of lanthanum and cerium from aqueous solution using chitosan-functionalized magnetite-pectin”, Discover Water (under review), 2023.

Uluslararası bilimsel toplantılarda sunulan ve bildiri kitabında (Proceeding) basılan bildiriler

A.E. ORAL, S. AYTAS, S. YUSAN, S. SERT, “Lanthanum Adsorption Using Magnetic Graphen Oxide (MGO)”, Abstract Book pp. 95, INSINUME 2017, April 24-28, 2017, Ohrid-MACEDONIA (Poster).

A.E. ORAL, Ş. AYTAŞ, S. YUŞAN., Ş. SERT, “Research of Adsorption of La (III) Ions from Aqueous Solutions by Magnetic Nano Graphene Oxide (MNGO)”, TESNAT, International Conference Series Theoretical and Experimental Studies in Nuclear Applications and Technology, 10-12 May 2017, Çukurova University, Adana –TURKEY (Poster).

A.E. ORAL, Ş. AYTAŞ, S. YUŞAN, Ş. SERT, “Recovery of La(III) Ions From Aqueous Solutions by Magnetic Nano Graphene Oxide Composite (MNGO)”, KOMPEGE 2018 Proceedings Book pp. 159, IV. International Ege Composite Materials Symposium KOMPEGE 2018, 6-8 September 2018, Ege University, Izmir-TURKEY. (Poster)

A.E. ORAL, S. AYTAS, S. YUSAN, “Preparation of Chitosan-Alginate Composite Hydrogel (CACH) for Strontium Removal from Aqueous Solution and Evaluation of Adsorption Performance”, 8th International Symposium on IN SITU NUCLEAR METROLOGY as a tool for radioecology – INSINUME 2019, 23-26 Nisan 2019, Kuşadası-TURKEY (Oral presentation)

A.E. ORAL, S. AYTAS, S. YUSAN, “Preparation of Murexide -Alginate Hydrogel Beads For Strontium Detection Using RGB Coordinates”, Virtual Presentation, 3rd International Congress on Analytical and Bioanalytical Chemistry (3rd ICABC 2021)”, 22-26 Mart 2021, Online-TURKEY (Virtual presentation).

A. E. ORAL, S. AYTAS, . S. YUSAN, F.N. ERTAS, “Preparation Of Alginate Based Composite Beads For Strontium Detection Using RGB Coordinates”, 9. International Conference on Radiation in Various Fields of Research (RAD 2021 Conference), June 14-18, 2021., Herceg Novi, MONTENEGRO. (Virtual presentation)

C. TAŞKÖPRÜ, M. İÇHEDEF, **A. E. ORAL**, M. M. SAÇ & H. SÖZBİLİR, The “Exchange of Radon Gas Concentration Along Manisa Fault”, Özet Bildiri, INTERNATIONAL NUCLEAR SCIENCES AND TECHNOLOGIES CONFERENCE (INTEC-22), 19 Ekim 2022, 2022.

A. E. ORAL, Ş. AYTAŞ, S. YUŞAN & F. N. ERTAŞ, “Preparation of Xylenol Orange and Alginat Based Composite to Detect Strontium using RGB Coordinate Method”, Özet Bildiri, INTERNATIONAL NUCLEAR SCIENCES AND TECHNOLOGIES CONFERENCE (INTEC-22), 19 Ekim 2022, 2022.

A. R. CHAIBOU YACOUBA, **A. E. ORAL**, Ş. SERT, İ. G. KAPTANOĞLU, D. A. TÜRKÖZÜ, I. NATATOU, S. YUŞAN & Ş. AYTAŞ, “Determination of Optimum Conditions for the Extraction and Separation of Lanthanum, Cerium, Yttrium and Thorium Using Taguchi Method”, Özet Bildiri, INTERNATIONAL NUCLEAR SCIENCES AND TECHNOLOGIES CONFERENCE (INTEC-22), 19 Ekim 2022, 2022.

B. SERT, D. ÖZEL, G. KAYA, **A. E. ORAL**, E. HARPUTLU, F. YURT ONARAN, C. YENER, S. ÇİÇEK, A. AKÇAY, H. D. YAZICI, T. ŞİMŞEK, C. G. ÜNLÜ, K. OCAKOĞLU, “Preparation of Silane Coated Perovskite Structures as Drug Delivery Nanosystems for Hyperthermia Studies”, Poster Sunumu, 17th Nanoscience & Nanotechnology Conference (NanoTR-17), 27 Ağustos 2023, 2023.

Ulusal bilimsel toplantılarda sunulan bildiri kitabında basılan bildiriler

A.E. ORAL, Ş. AYTAŞ, S. YUŞAN, Ş. SERT, “Manyetik Nano Grafen Oksit (MNGO) ile Sulu Çözeltilerden La (III) İyonlarının Adsorpsiyonunun İncelenmesi” XI. Ulusal Nükleer Bilimler ve Teknolojileri Kongresi NBTK-2016, 12-14 Eylül 2016 Kuşadası, Abstract Book, s.171 (Poster).

Alınan Burslar ve Başarımlar

1. “Y.Ö.K 100/2000 doktora bursu – Sensör Teknolojileri “, 25 Eylül 2017 – (devam ediyor) Yüksek Öğretim Kurumu, Türkiye.
2. “2211-C yurt içi öncelikli alanlar doktora bursu 2020/1” Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu TÜBİTAK, Türkiye. 2020- 1, 01.03.2020-28.02.2023.
3. “2214-A Yurt Dışı Doktora Sırası Araştırma Burs Programı” Türkiye Bilimsel ve Teknik Araştırma Kurumu TÜBİTAK, Türkiye. 2021- 1, 01.01.2022- 31.12.2022.
4. 221S429, Beyin Kanseri Glioblastoma için Fonksiyonel Manyetik Nanopartiküllerin Geliştirilmesi ve Etkinliklerinin Araştırılması, Burslar, Devam Ediyor, SBAG- Sağlık Bilimleri Araştırma Destek Grubu, 1001 - Araştırma, ARDEB, Proje Katılma/Ayrılma Tarihleri: 02.03.2023 - Devam Ediyor, Proje Başlangıç/Bitiş Tarihleri: 01.12.2021 - 01.12.2024.