

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BİS(3-AMİNOPROPİL)AMİN BAĞLI SİLİKA JEL İLE
Cr(VI) İYONLARININ ADSORPSİYONU VE
ZENGİNLEŞTİRİLMESİ**

YÜKSEK LİSANS TEZİ

Elif AKYÜZ

Enstitü Anabilim Dalı : KİMYA
Enstitü Bilim Dalı : ANALİTİK KİMYA
Tez Danışmanı : Doç. Dr. Mustafa İMAMOĞLU

Aralık 2013

T.C.
SAKARYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

**BİS(3-AMİNOPROPİL)AMİN BAĞLI SİLİKA JEL İLE
Cr(VI) İYONLARININ ADSORPSİYONU VE
ZENGİNLEŞTİRİLMESİ**


YÜKSEK LİSANS TEZİ


Elif AKYÜZ

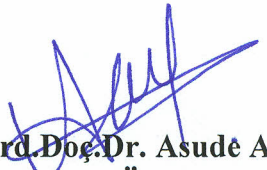
Enstitü Anabilim Dalı : KİMYA

Enstitü Bilim Dalı : ANALİTİK KİMYA

Bu tez 06/01/2014 tarihinde aşağıdaki jüri tarafından oybirliği ile kabul edilmiştir.


Doç.Dr. Mustafa İMAMOĞLU
Jüri Başkanı


Doç.Dr. Mustafa GÜLFEN
Üye


Yard.Doç.Dr. Asude ATEŞ
Üye

TEŞEKKÜR

Yüksek lisans eğitimim boyunca ilminden faydalandığım, insani ve ahlaki değerleri ile de örnek edindiğim, yanında çalışmaktan onur duyduğum ve ayrıca tecrübelerinden yararlanırken göstermiş olduğu hoşgörü ve sabırdan dolayı değerli Danışman Hocam Sayın Doç. Dr. Mustafa İMAMOĞLU'na,

Deneysel çalışmalarım boyunca bilgi ve emeğini esirgemeyen Sayın Yard. Doç. Dr. Hüseyin ALTUNDAĞ'a,

Yüksek lisans eğitimim boyunca bilgi ve tecrübelerini paylaşan Sakarya Üniversitesi Kimya Bölümünün tüm öğretim üyelerine,

Tüm çalışmalarım boyunca birlikte çalıştığım, yaşadığım her türlü zorlukta varlığından güç aldığım arkadaşım Duygu ÇAĞIRDI'ya,

Deneysel çalışmalarımda bana destek veren Ferhat AYDEMİR'e,

Hayatım boyunca yanımda olan, desteklerini hiçbir zaman esirgemeyen ve bugünlere gelmemi sağlayan aileme, nişanlım Mümin VATANSEVER'e ve dostlarıma sonsuz teşekkürlerimi sunarım.

İÇİNDEKİLER

TEŞEKKÜR.....	ii
İÇİNDEKİLER	iii
SİMGELER VE KISALTMALAR LİSTESİ.....	v
ŞEKİLLER LİSTESİ	vii
TABLolar LİSTESİ.....	vii
	i
ÖZET.....	ix
SUMMARY.....	x
BÖLÜM 1.	
GİRİŞ.....	1
BÖLÜM 2.	
ZENGİNLEŞTİRME.....	4
2.1. Silika Jelin Yapısı ve Modifiye Edilmesi.....	7
2.2. Krom Tayininde Kullanılan Analitik Yöntemler.....	8
2.3. Cr(VI) Zenginleştirilmesi Konusunda Yapılmış Çalışmalar.....	9
BÖLÜM 3.	
MATERYAL VE METOT	13
3.1. Kullanılan Cihazlar.....	13
3.2. Kullanılan Kimyasallar.....	13
3.3. Deneysel Yöntem.....	14
3.3.1. Kolon katı faz ekstraksiyonu prosedürü.....	14
3.3.2. Kesikli adsorpsiyon işlemi	16
3.3.3. Geliştirilen yöntemin validasyonu ve uygulaması	16

BÖLÜM 4.

SONUÇLAR	18
4.1. Kolon Katı Faz Ekstraksiyon Çalışmaları	18
4.1.1. Numune pH'nın etkisi	18
4.1.2. Elüsyon çözeltisinin türü ve hacmi	20
4.1.3. Akış hızının etkisi	21
4.1.4. Çözelti hacminin etkisi.....	22
4.1.5. Matriks iyonların etkisi.....	22
4.1.6. Geliştirilen yöntemin analitik performansı.....	24
4.2. Kesikli Adsorpsiyon Çalışmaları.....	25
4.2.1. Karıştırma süresinin etkisi	25
4.2.2. Cr(VI) adsorpsiyon izotermi.....	26
4.2.3. Sıcaklık etkisi.....	28
4.3. Geliştirilen Yöntemin Uygulanması.....	30

BÖLÜM 5.

TARTIŞMA VE ÖNERİLER.....	33
KAYNAKLAR.....	35
ÖZGEÇMİŞ	43

SİMGELER VE KISALTMALAR

°C	: Santigrad derece
dak.	: Dakika
mmol	: Milimol
mA	: Miliamper
L	: Litre
mL	: Mililitre
g	: Gram
mg	: Miligram
µg	: Mikrogram
mm	: Milimetre
cm	: Santimetre
nm	: Nanometre
% R	: % Geri kazanım
M	: Molarite
ppm	: Milyonda bir kısım
ppb	: Milyarda bir kısım
C _e	: Denge konsantrasyonu
C _o	: Başlangıç konsantrasyonu
q _e	: Dengede adsorbentin gramı başına adsorplanan miktarı
q _{max}	: Adsorbanın tek tabaka kapasitesi
b	: Langmuir sabiti
n	: Freundlich sabiti
K _f	: Freundlich sabiti
FAAS	: Alevli atomik absorpsiyon spektrometresi
GF-AAS	: Grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektrometresi
ICP-AES	: İndüktif eşleşmiş plazma atomik emisyon spektrometresi

ICP-MS	: İndüktif eşleşmiş plazma kütle spektrometresi
XRF	: X-ışınları floresans spektrometresi
NAA	: Nötron aktivasyon analizi
q_s	: Eser elementin numunedeki miktarı
q_c	: Eser elementin elüattaki miktarı
BAPA-SG	: Bis(3-aminopropil)amin bağlı silika jel
LOD	: Gözlenebilme sınırı
LOQ	: Tayin sınırı

ŞEKİLLER LİSTESİ

Şekil 2.1.	Katı faz ekstraksiyonunun uygulama basamakları.....	6
Şekil 3.1.	BAPA-SG'nin yapısı.....	13
Şekil 3.2.	Zenginleştirme çalışmaları sırasında kullanılan düzenek.....	15
Şekil 4.1.	Cr(III) ve Cr(VI) iyonlarının geri kazanımına pH' ın etkisi.....	19
Şekil 4.2.	Cr(VI) iyonlarının geri kazanımına farklı akış hızlarının etkisi..	21
Şekil 4.3.	Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına çözelti hacminin etkisi.....	23
Şekil 4.4.	Cr(VI) iyonları adsorpsiyonuna karıştırma süresinin etkisi.....	25
Şekil 4.5.	Cr(VI) iyonları için farklı dozlarda BAPA-SG üzerinde adsorpsiyon izotermi a) 50 mg b) 100 mg.....	27
Şekil 4.6.	Sıcaklığın Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonuna etkisi	28
Şekil 4.7.	BAPA-SG ile Cr(VI) adsorpsiyonu için $1/T$ 'e karşı $\ln K_d$ grafiği	30

TABLolar LİSTESİ

Tablo 3.1.	Alevli atomik absorpsiyon spektrometresinde Cr(VI) elementinin ölçüm koşulları.....	13
Tablo 4.1.	Numune pH'ın Cr(III) ve Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi..	19
Tablo 4.2.	Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına elüsyon çözeltisinin konsantrasyonu ve miktarının etkisi.....	20
Tablo 4.3.	Akış hızının Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi.....	21
Tablo 4.4.	Çözelti hacminin Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi	22
Tablo 4.5.	Matriks iyonlarının Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi	23
Tablo 4.6.	Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerine adsorpsiyonunun Langmiur ve Freundlich sabitleri.....	28
Tablo 4.7.	Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerinde adsorpsiyonu için termodinamik parametreler.....	29
Tablo 4.8.	Cr(III) ve Cr(VI) eklenen örnek çözeltilerde (50 mL) Cr(VI)'nın spektrofotometrik yöntem ve SPE metoduyla belirlenmesi.....	31
Tablo 4.9.	Farklı miktarlarda Cr(III) ve Cr(VI) içeren çözeltilerde Cr(VI)'nın seçici olarak belirlenmesi.....	31
Tablo 4.10.	Cr(VI) iyonlarının belirlenmesi için önerilen metodun su numunelerine uygulanması.....	32

ÖZET

Anahtar kelimeler: Katı faz ekstraksiyonu, modifiye silika jel, Cr(VI), zenginleştirme, bis(3-aminopropil)amin, Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi.

Bu çalışmada bis(3-aminopropil)amin bağlı silika jel (BAPA-SG) ile Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonu ve zenginleştirilmesi incelendi. Kolon katı faz ekstraksiyon yöntemi ile yapılan zenginleştirme çalışmalarında çözelti pH'ı, çözelti hacmi, elüent çözeltisinin türü ve hacmi, numune akış hızı, çözelti hacmi, bazı anyon ve kationların girişim etkisi gibi çeşitli parametrelerin etkileri incelendi. Cr(VI) iyonu için kantitatif geri kazanımlar pH 2,0'de elde edildi ve 5,0 mL 2 mol L⁻¹ HCl çözeltisi kullanılarak elüsyonu yapıldı. Diğer taraftan pH 2,0'de Cr(III) iyonunun adsorpsiyonu % 5'in altında bulundu. Böylece geliştirilen bu yöntem ile her iki iyonu içeren numuneden Cr(VI) iyonları seçimli olarak ayrılabilir ve tayin edilebilir. Cr(VI) iyonları için zenginleştirme faktörü 200 ve geliştirilen metodun gözlenebilme sınırı (LOD) 0,11 µg L⁻¹ bulundu. Geliştirilen yöntem çeşitli su numunelerine başarıyla uygulanarak Cr(VI) tayin edildi. Kesikli yöntem ile yapılan Cr(VI) adsorpsiyon çalışmalarında karıştırma süresi ve sıcaklığın etkisi incelendi. Ayrıca Cr(VI) adsorpsiyon denge verileri Langmuir ve Freundlich izoterm modellerine uygulandı ve Langmuir eşitliğinin denge verilerine uyumlu olduğu bulundu. Langmuir izoterminden BAPA-SG'nin Cr(VI) adsorpsiyon kapasitesi 75,5 mg g⁻¹ olarak hesaplandı.

ADSORPTION AND PRECONCENTRATION OF Cr(VI) IONS ON BIS(3-AMINOPROPYL)AMINE-BONDED SILICA GEL

SUMMARY

Key words: Solid phase extraction, modified silica gel, Cr(VI), preconcentration bis(3-aminopropyl)amine, flame atomic absorption spectrometer.

In this study, adsorption and preconcentration of Cr (VI) ions using bis(3-aminopropyl) amine bonded silica gel (BAPA-SG) were examined. Effect of various parameters such as solution pH, solution volume, eluent solution type and volume, sample flow rate, volume of solution and interference effects of some anions and cations were investigated in the preconcentration studies carried out by column solid phase extraction method. Quantitative recoveries of Cr (VI) ions were obtained at pH 2.0 and their elution was made using 5,0 ml of 2 mol L⁻¹ solution of HCl. On the other hand, adsorption of Cr(III) ions at pH 2.0 was below 5%. So, Cr(VI) ions selectively can be separated and determined from the sample containing both Cr(VI) and Cr(III) using this developed method. The preconcentration factor of Cr(VI) ions was 200 and detection limit was found to be 0.11 µg L⁻¹. Cr(VI) was successfully determined in various water samples by application of the developed method. The batch adsorption studies of Cr(VI) performed for investigation of contact time and temperature effects. In addition, adsorption equilibrium data of Cr(VI) was applied for the Langmuir and Freundlich isotherm models and the Langmuir equation was found to be compatible with the equilibrium data. Adsorption capacity of BAPA-SG for Cr(VI) was calculated as 75.5 mg g⁻¹ by Langmuir isotherm.

BÖLÜM 1. GİRİŞ

Krom yaygın olarak kullanılan ağır metaller arasında yer almakta olup deri tabaklama, çelik işleri, kaplama, korozyon kontrolü, selüloz üretimi, kağıt üretimi, krom ve krom pigment üretimi gibi endüstrilerin atık suları ile çevreye bırakılır [1-3]. Krom, çevresel örneklerde Cr(III) ve Cr(VI) olmak üzere iki kararlı yükseltgenme basamağında bulunur [1,4]. Bilindiği üzere Cr(III) insan glukoz metabolizması için gereklidir. Buna karşılık Cr(VI) kanserojen ve toksiktir. Yüksek dozda Cr(VI) bileşiklerinin alımı ölüme sebep olabilir [3,5,6]. Bu sebeplerden dolayı atık sular çevreye salınmadan önce arıtılmalı ve atık sulardaki Cr(VI) konsantrasyonu kabul edilebilir seviyelere (Türkiye’de $0,5 \text{ mg L}^{-1}$) indirilmelidir.

İnsan sağlığını korumak için yiyecekler ve içme suları gibi çevresel numunelerdeki Cr(VI) seviyesi izlenmelidir. Bu nedenle Cr(VI) tayini için yöntem geliştirmek analitik kimyanın önemli araştırma konularının arasında yer almaktadır. Birçok laboratuvarında metal iyonu seviyelerini tayin etmek için yaygın olarak atomik spektrometrik yöntemler kullanılır. Bunlar teknikler alevli ve elektrotermal atomik absorpsiyon spektrometresi (FAAS ve ETAAS), indüktif eşleşmiş plazma atomik emüsyon ya da kütle spektrometresi (ICP-AES ve ICP-MS) olarak sıralanabilir. Bu enstrümantal tekniklerle yalnızca toplam krom miktarı tayin edilebilir [6-8]. Ayrıca matriks girişimleri ve yetersiz duyarlılık sebebiyle de bu tekniklerle gerçek numunelerde eser düzeydeki kromun doğrudan belirlenmesi mümkün olmayabilir [1,8]. Hem kromun farklı yükseltgenme basamaklarındaki türlerini tayin etmek hem de krom tür ya da türlerinin derişimini artırmak için ölçüm basamağından önce önderiştirme-ayırma işlemlerine ihtiyaç vardır. Katı faz ekstraksiyonu [6,7], sıvı-sıvı ekstraksiyonu [3,9], bulutlanma noktası ekstraksiyonu [10,11], dispersif sıvı sıvı mikroekstraksiyonu [12,13] ve birlikte çöktürme [14-16] gibi ayırma/zenginleştirme yöntemleri yaygın olarak kullanılan teknikler arasında yer almaktadır. Son yıllarda

zenginleştirme ve/veya türleme ile ilgili yayınlanmış birçok derleme makale çalışması bulunmaktadır [17-19].

Sorpsiyon metodu, hem Cr(VI) içeren atık suların arıtımı hem de eser Cr(VI) iyonlarının ölçüm basamağından önce katı faz ekstraksiyonu için yaygın olarak kullanılan yöntemler arasında kabul edilir. Sorpsiyon yöntemi düşük seviyede metal iyonu içeren atık suların arıtımında kimyasal çöktürme ve elektrokimyasal metotlardan daha etkilidir. Bir zenginleştirme tekniği olarak sorpsiyon yöntemi diğer metotlarla mukayese edildiğinde, yüksek zenginleştirme faktörü sağlaması, hızlı olması, maliyetinin düşük olması ve çeşitli enstrümanlarla kombine edilmesi gibi avantajları vardır [20-24].

Sorpsiyon yönteminin performansı ve etkililiği, sorbentin fiziksel ve kimyasal özelliklerine bağlıdır. Sorbentin seçiciliğini genellikle yüzeyindeki fonksiyonel gruplar belirler. Karbon nanotüpler [25], fonksiyonel polimerler [26], aktif karbon [27], modifiye silika jeller [28] ve şelat reçineleri [29] yaygın olarak kullanılan sorbentlerdir. Fonksiyonel gruplar içeren şelat reçineleri, metal iyonları ile kompleks kabiliyetlerinden dolayı diğer sorbentlerden daha seçicidir. Bu reçineler organik ya da silika gibi inorganik destek materyallerine organik fonksiyonel grupların kovalent olarak bağlanması ile sentezlenmektedir [30]. Metal iyonlarının şelasyonu için fonksiyonel grupların yapısında N, S, O ve P atomları bulunmalıdır [31]. Pearson'un asit-baz kavramına göre (sert ve yumuşak asit ve bazlar), sert metal iyonları (örn. Cu(II) ve Ni(II)) sert donör atomlar ile (örn. O) koordine olabilir ve yumuşak metal iyonları (örn. Pt(II) ve Ag(I)) yumuşak donör atomlar (örn. S) ile koordine olabilir. Azot donör atomu sınır grupta yer almakta ve her iki grup metal iyonu ile koordinasyon yapabilme özelliğine sahiptir [32]. Azot bağlı reçinelerin temel özellikleri arasında asidik ortamda anyon değiştirici ve nötr ya da bazik ortamda şelatör olarak davranması sayılabilir. Asidik pH değerlerinde bulunan çözelti içerisine ilave edilen reçinenin yapısında bulunan azot atomu protonlanarak anyon değiştirici olarak davranmaktadır [33]. Bu nedenle azot donör atomu içeren reçineler negatif yüklü Cr(VI) iyonlarını adsorplamayabilme yeteneğine sahip oldukları bilinmektedir. Azot içeren reçineler üzerine Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonu ile ilgili çeşitli çalışmalar literatürde bulunmaktadır [34-36].

Bu çalışmada, bis(3-aminopropil)amin bağı silika jel (BAPA-SG) kullanılarak Cr(VI) iyonlarının kolon katı faz ekstraksiyonu ve kesikli yöntemle adsorpsiyonu araştırıldı. Numune pH'sı, numune hacmi, numunenin akış hızı, matriks etkisi gibi parametreler ayrıntılı olarak incelendi. Kesikli yöntem ile sıcaklık etkisi, başlangıç konsantrasyonu ve karıştırma süresinin etkileri araştırılarak Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyon dinamikleri incelendi. Eser düzeyde Cr(VI) iyonları içeren örnek çözeltiler optimum koşullarda kolondan geçirildikten sonra FAAS ile tayin edildi. Ayrıca geliştirilen yöntem çevresel su örneklerinde Cr(VI) derişimini tayin etmek için kullanıldı.

BÖLÜM 2. ZENGİNLEŞTİRME

Teknolojinin gelişmesiyle hava, su, toprak kirliliği ve bu kirliliklerin canlılar üzerindeki etkisi gibi çevre sorunları giderek önem kazanmıştır. Bu sebeple eser element analizleri analitik kimyanın en önemli dallarından biridir. Eser düzeydeki metal iyonlarının insan metabolizmasına olumlu ya da olumsuz etkileri, eser element tayinlerini daha da önemli hale getirmiştir [37].

Eser elementlerin tayininde alevli atomik absorpsiyon spektrometresi (FAAS), grafit fırınlı atomik absorpsiyon spektrometresi (GF-AAS), indüktif eşleşmiş plazma-atomik emisyon spektrometresi (ICP-AES), indüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS), x-ışınları floresans spektrometresi (XRF), nötron aktivasyon analizi (NAA), UV-görünür spektrofotometre ve florimetre gibi spektral aletlerin yanı sıra voltametri gibi elektroanalitik yöntemler de kullanılmaktadır [38].

Ancak numunede bulunan başka iyonların ve organik maddelerin yanında çok düşük derişimlerde bulunabilen metal iyonlarının tayini güçtür. Bu sebeple eser metallerin matriks ortamından ayrılması gerekir. Eser düzeydeki türlerin analizinde ölçüm adımından önce matriksten ayrılması işlemine önderiştirme veya zenginleştirme denir.

Zenginleştirme yöntemlerinin performansının ölçülmesinde yaygın olarak iki kıstas kullanılır. Bunlardan birincisi, istenilen eser elementin bulunduğu ortamdan alınmasının ölçüsü olan yüzde geri kazanma verimi (% R) olup aşağıdaki formül ile hesaplanır;

$$\%R = \frac{C_e V_e}{C_s V_s} \times 100 \quad (2.1)$$

Burada, C_s ile C_e sırasıyla eser elementin numunedeki ve zenginleştirme sonrasında çözeltideki derişimleri (mg L^{-1}) ve V_s ile V_e sırasıyla numunenin ve zenginleştirme sonrası çözeltilinin hacmidir (L).

İdeal bir ayırmada yüzde geri kazanma verimi 100 olmalıdır. Fakat, uygulamalarda kabul edilebilir kantitatif geri kazanım aralığı % 95-105 aralığındadır [39].

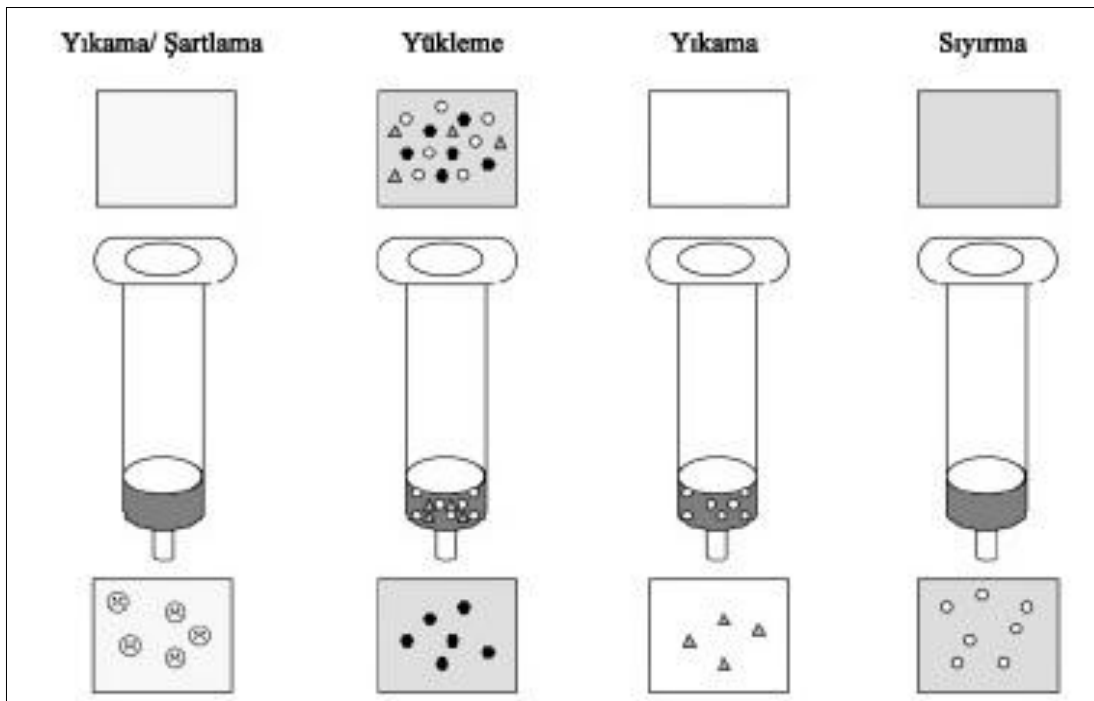
Örnek analiz edilmeden önce analitin matriksten ayrılması ve ön deriştirilmesi amacıyla pek çok yöntem geliştirilmiştir. Buharlaştırma, sıvı-sıvı ekstraksiyonu [3,9], çöktürme ve birlikte çöktürme [40], elektrokimyasal biriktirme ve çöktürme [41], bulutlanma noktası ekstraksiyonu [10,11] ile katı faz ekstraksiyonu [6,7] eser analizlerde yaygın olarak kullanılan zenginleştirme yöntemleridir.

Daha az organik çözücü kullanılması, hızlı olması, büyük hacimli çözeltilerle çalışma olanağı sunması, örnek başına çok az miktarda katı faz gerektirmesi sebebiyle katı faz ekstraksiyon yöntemleri diğer metotlara göre daha yaygındır. Katı faz ekstraksiyon tekniğinin uzun ve yavaş olması gibi dezavantajlarına rağmen doğru ve kesinliği yüksek sonuçlar sağlama şansı vardır. Çevre kirliliği açısından da daha az riskli olması ve akışa enjeksiyon sistemleri ile daha kolay kombine edilebilmesi nedeniyle katı faz ekstraksiyonu diğer yöntemlere üstünlük sağlamaktadır [42].

Eser metal iyonlarının zenginleştirilmesinde katı faz ekstraksiyon (SPE) tekniği sulu fazdaki eser analitin katı destek materyali üzerinde sorpsiyonuna dayanmaktadır. Sorpsiyon, gaz ya da çözelti fazından iyon ya da molekülün genellikle bir katı ya da sıvı madde üzerinde fiziksel adsorpsiyonunu, kimyasal adsorpsiyonunu (kemisorpsiyon) ve kapiler konsantrasyonunu (kapiler yoğunlaşması) kapsamaktadır. SPE tekniğinin kesikli, filtrasyon ve kolon olmak üzere üç farklı uygulaması bulunmaktadır. Kolon SPE yöntemi otomasyona imkan verdiği için yaygın olarak kullanılır. Kolonda maddenin alıkonmasını etkileyen faktörler numune çözeltilisinin pH'sı, akış hızı ve matriks iyonlarıdır. Kolonda adsorbe edilen analitin geri kazanılmasını etkileyen faktörler ise elüentin tipi, derişimi ve akış hızıdır [43-45].

Katı faz ekstraksiyonunun uygulanması yıkama/şartlandırma, yükleme, yıkama ve sıyırma basamaklarından oluşmaktadır. Bu basamaklar şematik olarak Şekil 2.1’de gösterilmektedir.

Birinci basamak olan yıkama/şartlandırma işleminde analit iyonları kolondan geçirilmeden önce, katı fazın uygun bir çözelti ile şartlandırılır. Şartlandırma işlemi genellikle örnekle aynı pH’daki tampon bir çözeltinin katı fazdan geçirilmesi yoluyla yapılır.



Şekil 2.1. Katı faz ekstraksiyonunun uygulama basamakları [31]

Yükleme basamağında örnek çözeltinin katı fazdan geçirilerek eser elementin katı faz üzerinde sorpsiyonu sağlanır. Bu işlem sırasında katı faza adsorplanan analit iyonları ile birlikte istenmeyen matriks bileşenleri de tutunabilir.

Yıkama adımında adsorban üzerinde tutunmuş olan istenmeyen matriks bileşenlerinin katı fazdan uzaklaştırılması işlemi yapılır. Burada kullanılan çözücü analiti etkilemeden sadece matriks bileşenlerini önemli ölçüde desorbe edebilmelidir.

Sıyırma ise katı faz üzerine adsorplanan analit iyonlarının uygun bir çözücü kullanılarak daha küçük bir hacme alınması işlemidir.

SPE tekniğinde, aktif karbon, iyon değiştirici reçineler, gözenekli organik polimerler (stiren-divinilbenzen kopolimerler, poli(klorotrifloroetilen)reçineler poliüretan köpükler), kompleks oluşturan sorbentler (şelatlaştırıcı reçineler) ile selüloz ve kitin gibi doğal polimerler sorbent olarak kullanılır [43-45].

2.1. Silika Jelin Yapısı ve Modifiye Edilmesi

Yer kabuğunun % 28'ini oluşturan silisyum elementi, oksijenden sonra doğada en fazla bulunan elementtir. Kristal ya da amorf yapıda olabilen silikanın kristal yapıdaki haline kuvars, amorf yapıya haline silika jel örnek olarak gösterilebilir.

Oldukça gözenekli bir yapıya ve büyük yüzey alanına sahip olan silika jel, siloksan (Si-O-Si) ve silanol (Si-OH) gruplarından oluşur. Silika jel, ısı işlemlere karşı dayanıklı olması, su ve organik çözücülerde şişmemesi ve deformasyona uğramadığı için mekanik dayanıklılığa sahip olmasından dolayı iyi bir adsorban olarak kabul edilir. Silika jelin reaktivitesi yüzeyinde bulunan silanol (Si-OH) gruplarına bağlıdır. Bu silanol gruplarının değişik organik gruplarla reaksiyona sokulması ile saf silika jele göre daha yüksek adsorpsiyon kapasitesine ve seçiciliğe sahip sorbentler hazırlanmaktadır [46,47].

Modifiye silika jeller; impegrenasyon (doldurma, fiziksel tutunma), organik fonksiyonel grubun kovalent bağlanması ve sol-jel yöntemiyle hazırlanabilir [48].

İmpegrenasyon yöntemi ile silika jelin modifikasyonunda, katı adsorban şelat yapıcı bir reaktif çözeltisinin içinde bir süre çalkalanır veya reaktif çözeltisi kolona doldurulmuş adsorban üzerinden geçirilerek adsorban yüzeyi şelatlayıcı ile kaplanır. Bu yöntemde adsorban yüzeyi ile şelatlayıcı arasında adsorpsiyona dayalı fiziksel bir kuvvet mevcuttur [49]. Fiziksel adsorpsiyon ile modifiye edilen silika jellerin kullanımı kararlılık açısından sınırlı ve adsorpsiyon kapasitelerinin kimyasal olarak modifiye edilen silika jellerden daha az olması gibi dezavantajları vardır [47].

Silika jelin kimyasal modifikasyonu, katı adsorbanın yüzeyine şelat yapıcı grupların kimyasal işlemle bağlanması temeline dayanır. Şelat yapıcı reaktif ile katı adsorban reaksiyona sokulur. Böylece adsorban yüzeyi ile şelatlayıcı arasında kimyasal bir bağ oluşturularak yeni bir şelatlayıcı adsorban elde edilmiş olur [47].

Sol-jel yöntemi ile modifiye silika jellerin sentezinde, tetraetoksi (veya metoksi) silan ile çeşitli alkoksi silan bileşiklerinin birlikte ya da ayrı ayrı hidrolizlenmesinin ardından kondenzasyon reaksiyonları ile makromoleküler bir ağ yapısı elde edilir. Böylece saydam ya da beyaz renkli organik-inorganik hibrit materyal solları ve jelleri elde edilmiş olur.

Sol jel prosesi aşağıdaki basamaklardan oluşur. Bunlar;

- a) Çok saf olan çıkış maddelerinin homojen çözeltilerini hazırlamak,
- b) Gerekli maddeler eklenerek bu çözeltiyi sol durumuna getirmek,
- c) Sol üzerinde kondenzasyon reaksiyonları oluşturularak karışımın jel durumuna geçmesini sağlamak,
- d) Bu jelin uygun işlemlerden geçirilmesiyle (ısı gibi) tasarlanan malzemeye ulaşmaktır [39].

2.2. Krom Tayininde Kullanılan Analitik Yöntemler

Krom tayininde kullanılan başlıca yöntemler; FAAS, GF-AAS, ICP-AES, ICP-MS ve UV-Görünür bölge absorpsiyon spektrofotometresi olarak sıralanabilir [50].

Atomik spektroskopik tekniklerin Cr tayin sınırları $\mu\text{g L}^{-1}$ ile mg L^{-1} arasındadır. Konsantre numuneler için geniş bir doğrusallık aralığı sağlayabileceklerinden ICP-AES ve FAAS kullanılabilir. Düşük düzeyde krom içeren numuneler için ise GF-AAS ve ICP-MS teknikleri uygundur. Fakat bu yöntemler ile sadece toplam Cr derişimi belirlenebilir, değişik yükseltgenme basamaklarındaki Cr seviyeleri tayin edilemez. Krom türlerinden biri ya da her ikisinin derişimi tayin edilmek istendiğinde, ön işlemler yapılarak Cr türlerinin birbirinden ayrılması gereklidir.

UV-Görünür bölge absorpsiyon spektrofotometresi ile seçimli olarak Cr(III)'ün yanında Cr(VI) derişimi tayin edilebilir. Bu metot pH 1-3 arasında Cr(VI)'nın difenilkarbazit (DPC) ile reaksiyonuna dayanmaktadır ve derişim aralığı 0,05 ile 3 mg L⁻¹ olan arasında olan Cr(VI)'nın tayininde uygulanabilir. Uygulama aralığı numunenin seyreltilmesi ile genişletilebilir. Cr(VI) ve varsa Cr(III)'ün yükseltgenme basamağını kararlı tutabilmek için numune ön işleme tabi tutulur. Cr(VI)'nın 1,5 difenil karbazit ile reaksiyona girmesi ile kırmızı-viyole renkli krom-1,5-difenil karbazon kompleksi oluşur. Bu kompleksin absorpsiyonu 540-550 nm'de ölçülür [51,52].

2.3. Cr(VI) Zenginleştirilmesi Konusunda Yapılmış Çalışmalar

Tüzen ve arkadaşları tarafından, çevresel numunelerinde Cr(III) ve Cr(VI) türlemesi çalışılmıştır. Prosedür Cr(III)'ün *Bacillus sphaericus* yüklü Dianion SP-850 üzerine kantitatif biyosorpsiyonuna dayanmaktadır. pH 5'te Cr(VI) nin biyosorbent üzerine adsorpsiyonunun %5 in altında olduğu tespit edilmiştir. Cr(VI)'nın derişik H₂SO₄ ve etanol ile indirgenmesinden sonra, sistem total krom için uygulanmıştır. Optimum elüent çözeltisi olarak 8-10 mL 1 mol L⁻¹ HCl kullanılmıştır. Cr(VI) konsantrasyonu, total krom derişiminden Cr(III) derişimi çıkarılarak hesaplanmıştır. Cr(III) geri kazanımına etki eden pH, biyosorbent miktarı gibi faktörlerin etkileri araştırılmıştır. Bazı alkali, toprak alkali metal iyonlarının ve bazı geçiş metallerinin geri kazanım üzerine etkileri incelenmiştir. Biyosorbentin Cr(III) kapasitesi 6,95 mg g⁻¹ olarak bulunmuştur. Cr(III) ün gözlenebilir sınıırı 0,5 µg L⁻¹ bulunmuştur. Geliştirilen yöntem çevresel su numunelerinde Cr(III) ve Cr(VI) türlemesi için başarıyla uygulanmıştır [53].

Narin ve arkadaşları tarafından, Amberlit XAD-1180 reçinesi kullanılarak çevre ve ilaç örneklerinde Cr(III), Cr(VI) ve total krom tayini FAAS ile yapılmıştır. Yöntem Cr(VI)-difenilkarbazon kompleksinin Amberlit XAD-1180 reçinesi üzerine adsorpsiyonuna dayanmaktadır. Toplam krom tayini ise Cr(III)'ün Cr(VI)'ya yükseltgenerek geliştirilen katı faz ekstraksiyonu metodunun uygulanması ile yapılmıştır. Cr(III) miktarı, total krom içeriğinden Cr(VI) içeriği çıkarılarak hesaplanmıştır. Cr(VI)'nın Amberlit XAD-1180 reçinesi üzerine adsorpsiyonunda

kantitatif sonuçlar elde edilebilmesi için gereken analitik şartlar araştırılmıştır. Bazı alkali, toprak alkali metal iyonlarının ve bazı anyonların Cr(VI) geri kazanımı üzerine etkileri incelenmiştir. Zenginleştirme faktörü 75 olarak bulunmuştur. Gözlenebilirlik sınırı Cr(VI) ve total krom için sırasıyla 7,7 ve 8,6 $\mu\text{g L}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Metot yiyecek, su ve ilaç numunelerine başarıyla uygulanmıştır [54].

Saygı ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada atomik absorpsiyon spektrometresi ile ölçüm basamağından önce çevresel su numunelerinde krom türlemesi için katı faz ekstraksiyonu metodu geliştirilmiştir. Metot Cr(VI)'nın Dowex M 4195 şelat reçinesinde katı faz ekstraksiyonuna dayanmaktadır. Cr(III)'ün Cr(VI)'ya H_2O_2 kullanılarak yükseltgenmesinden sonra, geliştirilen yöntem total krom tayini için uygulanmıştır. Cr(III) derişimi, total krom derişiminden Cr(VI) derişimi çıkarılarak hesaplanmıştır. Geliştirilen metot; pH, elüent tipi, numune ve elüentin akış hızı ve matriks etkisi gibi çeşitli analitik parametreler incelenerek optimize edilmiştir. Çözeltinin pH değeri 2,0'a ayarlandıktan sonra kolonda adsorplanan Cr(VI)'yı elüe etmek için 8 mL hacminde 4 mol L^{-1} konsantrasyonunda NH_3 kullanılmıştır. Dowex M 4195 reçinesinin Cr(VI) adsorpsiyon kapasitesi 29,7 mg g^{-1} olarak hesaplanmıştır. Önerilen yöntemin Cr(VI) gözlenebilirlik sınırı 1,94 ve tayin sınırı 6,47 $\mu\text{g L}^{-1}$ olarak bulunmuştur. Geliştirilen yöntem krom türlemesi için çevresel su numunelerine uygulanmış ve başarılı sonuçlar elde edilmiştir [55].

Jiang ve arkadaşları tarafından çalışmada zinkon immobilize edilmiş silika kaplı Fe_3O_4 nanopartikülleri kullanılarak Cr(III) ve Cr(VI) türlemesi yapılmıştır. Adsorban üzerinde Cr(III) iyonlarının pH 9,1'de, her iki iyonunda pH 6,5'de kantitatif olarak adsorplandığı bulunmuştur. Kolonda adsorplanan krom türleri 2 mol L^{-1} HCl çözeltisi ile elüe edilmiş ve derişimleri GFAAS ile tayin edilmiştir. Krom türlerinin ayrılmasına ve ekstraksiyonun etki eden çeşitli faktörler (pH, ekstraksiyon zamanı, konsantrasyon, elüent hacmi, örnek hacmi, matriks iyonları) sistematik olarak incelenmiştir. Yöntemin gözlenebilirlik sınırı Cr(III) ve Cr(VI) için sırasıyla 0,016 ve 0,011 ng mL^{-1} olarak bulunmuştur. Yöntemin kesinliği 0,1 ng mL^{-1} derişimdeki Cr(III) ve Cr(VI) çözeltileri kullanılarak çalışılmış ve sırasıyla % 6,0 ve % 6,2 olarak bulunmuştur. Geliştirilen yöntem çeşme ve göl sularında Cr(III) ile Cr(VI) tayini için

uygulanmıştır, aşılama yapıldığında geri kazanım yüzdeleri 88 ile 109 arasında bulunmuştur [56].

Martendal ve arkadaşları tarafından sularda bulunan krom türlemesi için akışa enjeksiyon sistemi ve atomik absorpsiyon spektrometresine bağlı bir katı faz ekstraksiyon yöntemi geliştirilmiştir. Adsorban olarak Nb₂O₅ ile modifiye edilmiş silika jel kullanılmıştır. Çözeltinin pH değeri 6-9 aralığında değiştirilerek Cr(III) ile Cr(VI)'nın ayrılması sağlanmıştır. Total krom miktarı, Cr(VI)'nın asidik ortamda sodyum sülfite ile Cr(III)'e indirgenmesinden sonra belirlenmiştir. Zenginleştirme ve indirgenme prosedürlerinin değişkenleri tam faktöriyel ve Doehlert tasarımları kullanılarak optimize edilmiştir. Cr(III)'ün gözlenebilirlik sınırı 0,34 µg L⁻¹ ve kesinliği % 4,6'dan küçük olarak bulunmuştur. Geliştirilen metot çeşitli çevresel örneklerle uygulanarak % 90 ile % 105 arasında geri kazanım değerleri elde edilmiştir. NIST 1640 ve NIST 1643e sertifikalı referans maddeleri ile yöntemin doğruluğu kontrol edilmiş ve analiz sonuçlarının sertifika değerleri ile uyumlu olduğu tespit edilmiştir [57].

Tavallali ve arkadaşları tarafından nano boyutlu alümina kaplı manyetik nanopartikül kullanılarak Cr(III) ve Cr(VI) türlemesi için bir yöntem geliştirilmiştir. Metot Cr(III)'ün 1-(2-pridilazo)-2-naftol ile yaptığı kompleksin Triton X-114 surfaktanının yarı miselinin içinde hapsolmesine dayanmaktadır. Cr(III) derişimi FAAS ile tayin edilmiştir. Askorbik asit kullanılarak Cr(VI) iyonları Cr(III) iyonlarına indirgendikten sonra total krom derişimi tayin edilmiştir. Cr(VI) derişimi ise Cr(III) derişimi ile toplam krom derişimi farkından hesaplanmıştır. Geliştirilen yöntem toprak gibi komplike matiklere de herhangi bir özel ön işlem yapılmaksızın başarıyla uygulanmıştır [58].

Duran ve arkadaşları tarafından yapılan çalışmada çay endüstrisi atığından üretilmiş olan aktif karbon krom türlemesi için kullanılmıştır. Krom tayini FAAS kullanılarak yapılmıştır. Üretilen aktif karbon karakterize edildikten sonra kesikli yöntem ile Cr(III)'ün adsorpsiyonunda kullanılmıştır. Cr(III)'ün adsorpsiyonu yaklaşık olarak sıfır olarak bulunurken Cr(III) adsorpsiyonu ise 95 ile 100 aralığında çıkmıştır. Bu nedenle toplam krom derişimi Cr(VI) iyonlarının Cr(III)'e indirgendikten sonra

geliştirilen yöntemle zenginleştirilerek bulunmuştur. Toplam krom derişimden Cr(III) derişimi çıkartılarak da Cr(VI) derişimi hesaplanmıştır. Adsorpsiyon ve türleme için uygun koşullar; çözelti pH'sı, elüent türü ve hacmi, adsorban dozajı, adsorpsiyon ve desorpsiyon süresi gibi çeşitli faktörler çalışılarak belirlenmiştir. Aktif karbonun adsorpsiyon kapasitesi 61 mg g⁻¹ olarak bulunmuştur. Cr(III)'ün gözlenebilme sınırı 0,27 µg L⁻¹ ve zenginleştirme faktörü 50 olarak bulunmuştur. Dere, musluk ve deniz suyu numunelerinde krom türlemesi ve tayini yapılmıştır. Ayrıca mikrodalga çözündürülmesi yapıldıktan sonra tütün ve patlıcan örneklerinde toplam krom tayini yapılmıştır [59].

BÖLÜM 3. MATERYAL VE METOT

3.1. Kullanılan Cihazlar

Bu çalışmada Cr iyonlarının ölçümleri için Shimadzu AA6701F atomik absorpsiyon spektrometresi kullanıldı. Spektrometrenin çalışma koşulları üretici firmanın önerdiği şekliyle uygulandı. Elementin ölçüm koşulları Tablo 3.1.'de gösterildi.

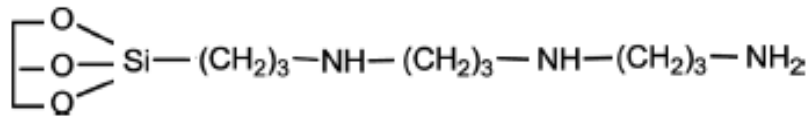
Tablo 3.1 Alevli atomik absorpsiyon spektrometresinde Cr (VI) elementinin ölçüm koşulları

Element	Dalga boyu (nm)	Slit Aralığı (nm)	Lamba Akımı (mA)	Asetilen Akış Hızı (L dak. ⁻¹)
Cr	357,9	0,5	6	1,8

Deneysel çalışmadaki çözeltilerin pH değerleri Schott marka CG 840 model pH metre ile ölçüldü. Kesikli adsorpsiyon deneylerinde IKA marka KS 4000i model sıcaklık kontrollü inkübatör çalkalayıcı kullanıldı.

3.2. Kullanılan Kimyasallar

Çalışmada adsorban olarak daha önceki çalışmada sentez ve karakterizasyonu verilen bis(3-aminopropil)amin bağlı silika jel (BAPA-SG) kullanıldı [60].BAPA-SG'nin yapısı Şekil 3.1'de gösterilmektedir.



Şekil 3.1. BAPA-SG'nin yapısı

Tüm plastik ve cam malzemeler bir gece % 10 v/v HNO₃ çözeltisi içinde bekletildi ve daha sonra destile deiyonize su ile yıkandı. Deneysel çalışmanın tüm

aşamalarında Merck firması tarafından üretilmiş analitik saflıkta asitler ve diğer kimyasallar kullanıldı. Çözeltilerin hazırlaması için destile deiyonize su (Milli-Q Millipore 18,2 MΩ cm⁻¹ direnci) kullanıldı.

Çalışmada kullanılan standart Cr(VI) çözeltileri, K₂Cr₂O₇ 'dan derişimi 1000 mg L⁻¹ olarak hazırlanan Cr(VI) çözeltisinin günlük olarak art arda seyreltilmesiyle elde edildi. Standart Cr(III) çözeltileri ise derişimi 1000 mg L⁻¹ derişimdeki standart Cr(III) çözeltisinin (Merck) çözeltisinin günlük olarak art arda seyreltilmesiyle hazırlandı. Çözeltilerin pH değerlerini ayarlamak için seyreltik NaOH ve HCl (0,1 mol L⁻¹) çözeltileri kullanıldı.

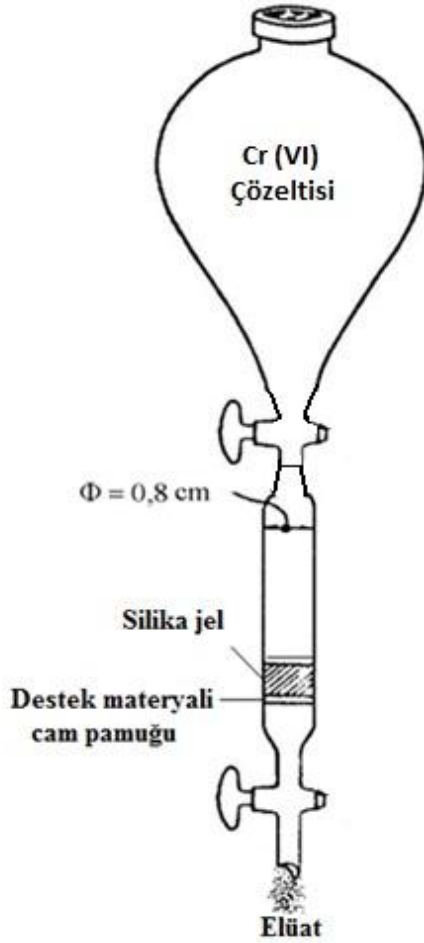
3.3. Deneysel Yöntem

Bis(3-aminopropil)amin bağı silika jel ile Cr(VI) iyonlarının kolon katı faz ekstraksiyon yöntemi kullanılarak zenginleştirilme şartları ve kesiklim yöntem ile de adsorpsiyon dinamikleri araştırıldı. Deneysel çalışmada belirlenen optimum koşullar altında Cr(VI) iyonları zenginleştirilerek FAAS ile tayin edildi.

3.3.1. Kolon katı faz ekstraksiyonu prosedürü

Kolon katı faz prosedürünü optimize etmek için pH, akış hızı, numune çözeltinin hacmi ve matriks iyon içeriği, elüent çözeltisinin tipi ve hacmi gibi parametreler incelendi.

Kolon katı faz ekstraksiyonu deneylerinde 15 cm uzunluğunda ve 0,8 mm çapında bir tarafı musluklu diğer tarafı şilifli cam bir kolon kullanıldı. Kolona 0,4 gram BAPA-SG dolduruldu. Silika jeli kolonda tutabilmek için kolonun alt kısma cam pamuğu yerleştirildi. Ayrıca kolondaki BAPA-SG'nin stabilizasyonunu silika jelin üzerine de yine çok az miktarda cam pamuğu konuldu. Kolonun üst kısmına geçirilecek olan çözeltinin konulabileceği bir balon takıldı ve numune çözeltilerinin uygun akış hızlarında geçebilmesi için kolon bir peristaltik pompaya bağlandı. Bu şekilde hazırlanmış kolon düzeneği Şekil 3.2'de gösterildi.



Şekil 3.2. Zenginleştirme çalışmaları sırasında kullanılan düzenek

Hacmi 50 mL, derişimi $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ ve pH'sı 2,0 olarak ayarlanan Cr(VI) çözeltisi hazırlandı ve 5 mL dak^{-1} akış hızında kolondan geçirildi. Daha sonra kolonda tutulan Cr(VI) iyonları 5 mL hacmindeki 2 mol L^{-1} HCl çözeltisiyle elüe edildi. Elüattaki Cr(VI) derişimini belirlemek için FAAS ile ölçüm alındı. Ölçüm sonuçlarından % geri kazanım (% R) aşağıdaki denklem kullanılarak hesaplandı.

$$\text{Geri kazanım, \%} = \frac{C_e \cdot V_e}{C_s \cdot V_s} \times 100 \quad (3.1)$$

Burada; C_e ile C_s sırasıyla Cr(VI) iyonlarının elüat ve numune çözeltisindeki konsantrasyonunu (mg L^{-1}) ve V_e ile V_s ise sırasıyla elüat ve numune çözeltisinin hacimlerini (L) temsil etmektedir [61]. Kolon kullanımdan sonra deiyonize su ile yıkanarak tekrar kullanıma hazır hale getirildi. Tüm deneyler üçer kez tekrarlanarak

yapıldı. Ayrıca optimum şartlar altında zenginleştirme deneyleri sekiz kez tekrar edilerek yöntemin kesinliği araştırıldı.

3.3.2. Kesikli adsorpsiyon işlemi

BAPA-SG kullanılarak Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyon dinamiği kesikli adsorpsiyon modeli kullanılarak araştırıldı. Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonuna başlangıç konsantrasyonu, karıştırma süresi ve sıcaklık parametrelerinin etkileri incelendi. Değişik konsantrasyonlardaki (25 ile 250 mg L⁻¹ arasında) 50 mL Cr(VI) iyonları içeren çözeltilere belirli miktarda (50 ve 1000 mg) BAPA-SG ilave edildikten sonra belirli bir sıcaklıkta değişik sürelerde karıştırıcıda çalkalandı. Karışım mavi bant süzgeç kağıdı (Macherey-Nagel GmbH & Co. KG, Düren, Germany) ile süzülükten sonra çözeltide kalan Cr(VI) iyonlarının konsantrasyonlarını belirlemek için FAAS ile ölçüm alındı ve adsorplanan Cr(VI) miktarları aşağıdaki eşitlik ile,

$$q_e = \frac{(C_0 - C_e) \cdot V}{m} \quad (3.2)$$

hesaplandı. Burada; q_e , BAPA-SG'nin gramı başına üzerinde adsorplanan Cr(VI) miktarı (mg g⁻¹); C_0 , çözeltideki Cr(VI) iyonlarının başlangıç konsantrasyonu (mg L⁻¹); C_e , denge zamanında çözeltide kalan Cr (VI) konsantrasyonu (mg L⁻¹); V , çözelti hacmi (L); m , ise BAPA-SG miktarıdır (g) [62].

3.3.3. Geliştirilen yöntemin validasyonu ve uygulaması

Cr(VI) ve Cr(III) iyonlarının her ikisini ihtiva eden ticari sertifikalı sulu referans madde bulunamadığından, belirli derişimde Cr(VI) ve Cr(III) içeren çözeltiler hazırlandıktan sonra hem UV-Görünür bölge spektrofotometresi ile hem de geliştirilen SPE-FAAS yöntemi kullanılarak bu çözeltilerdeki Cr(VI) iyonlarının derişimi tayin edildi.

Cr(VI) iyonlarının belirlenebilmesi için geliştirilen zenginleştirme tekniği Sakarya ilinden toplanan çevresel su örneklerine uygulandı. Laboratuvardaki musluktan, Çark

deresinden ve Sakarya nehrinden alınan su numunelerindeki Cr(VI) derişimleri tayin edildi. Alınan su numunelerin pH'sı 2,0'ye ayarlandıktan sonra selüloz membran filtreden geçirilerek süzöldü. Su numuneleri BAPA-SG doldurulmuş kolondan geçirildi. Kolonda adsorblanan Cr(VI) iyonlarını elüe etmek için 5 mL hacmindeki 2,0 mol L⁻¹ HCl kullanıldı ve elde edilen elüattaki Cr(VI) derişimi FAAS ile tayin edildi.

BÖLÜM 4. SONUÇLAR

4.1. Kolon Katı Faz Ekstraksiyon Çalışmaları

4.1.1. Numune pH'sının etkisi

Gözenekli polimerler, aktif karbon, modifiye silika jel ve fonksiyonel grup bağlı silika jel gibi sorbentlerin birçoğu ile yapılan metal iyonlarının katı faz ekstraksiyonunda numune çözeltisinin pH'sı önemli bir faktördür [63,64].

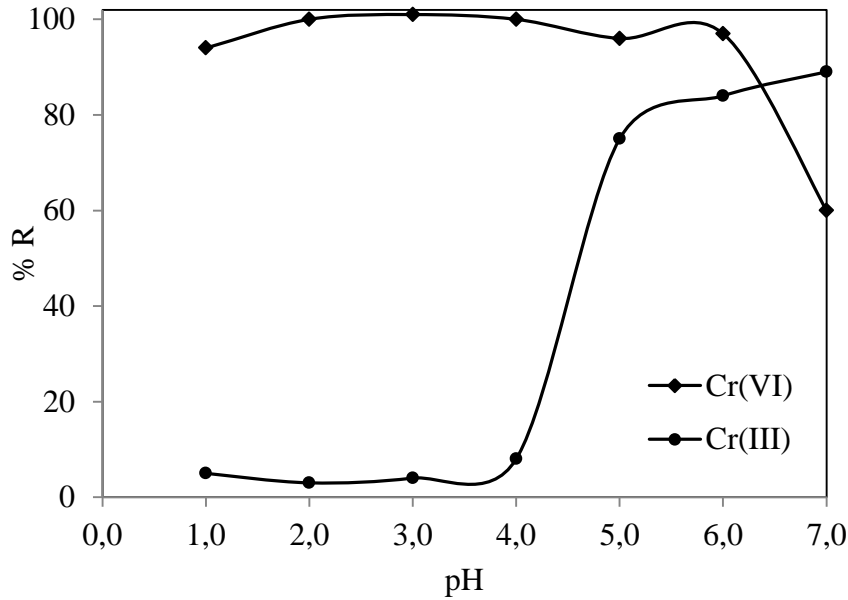
Cr(III) ve Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG dolgulu kolonda katı faz ekstraksiyon deneyleri bu iyonların $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ konsantrasyondaki ayrı ayrı çözeltileri hazırlanarak çalışıldı. Bu çözeltilerin pH değerleri 1,0 ile 7,0 arasında değişen değerlere ayarlandı. Daha sonra çözeltilere zenginleştirme prosedürü uygulandı. Numune çözeltilerini kolondan 5 mL dak.^{-1} akış hızında geçirildi ve 5 mL hacmindeki $2,0 \text{ mol L}^{-1}$ HCl çözeltisiyle elüe edildi. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.1'de verildi. Numune pH'sı ile Cr(III) ve Cr(VI) geri kazanımının değişimi Şekil 4.1'de gösterildi.

Numune çözeltisinin pH'sının 1,0'den 2,0'ye artırılmasıyla Cr(VI) iyonlarının geri kazanımının arttığı ve kantitatif geri kazanım değerine ulaştığı görülmektedir. pH 2,0'den 6,0'ya kadar hep kantitatif olarak ($\geq 95\%$) geri kazanım değerleri elde edilirken, daha yüksek pH'larda ise Cr(VI) geri kazanımında düşüş meydana geldiği bulundu. Bununla birlikte pH 1,0 ile 4,0 aralığında ise Cr(III) iyonlarının geri kazanımı %5'den düşüktür. Fakat pH 4,0'te ve daha yüksek pH değerlerinde Cr(III) geri kazanımı belirgin olarak artmaktadır. Sulu çözeltinin pH'sı 2,0 veya 3,0 değerine ayarlandığında Cr(III) iyonlarının geri kazanım değerleri %5'in altında iken Cr(VI) iyonlarının geri kazanım değerleri % 95'in üstündedir. Böylece, numune çözeltisinin pH değerinin ayarlanmasıyla Cr(III) ve Cr(VI) içeren çözeltilerdeki bu iyonların birbirinden ayrılabilmesi anlaşılmakta ve ölçüm adımından önce BAPA-SG dolu kolon kullanıldığında Cr(III) ve Cr(VI) ihtiva eden numunelerdeki Cr(VI)

iyonlarının derişimi AAS kullanılarak seçimli olarak belirlenebilir. Bu bulgular sonucunda Cr(VI) iyonlarının katı faz ekstraksiyonu için optimum pH 2 olarak seçilmiştir.

Tablo 4.1 Numune pH'ının Cr(III) ve Cr(VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi

pH	Cr(VI) iyonlarının % Geri Kazanımı (%R)	Cr(III) iyonlarının % Geri Kazanımı (%R)
1,0	94 ± 1	5 ± 3
2,0	100 ± 3	3 ± 3
3,0	101 ± 2	4 ± 1
4,0	100 ± 3	8 ± 1
5,0	96 ± 2	75 ± 1
6,0	97 ± 1	84 ± 1
7,0	60 ± 1	89 ± 4



Şekil 4.1. Cr(III) ve Cr(VI) iyonlarının geri kazanımına pH'ının etkisi (çözelti hacmi 50 mL, Cr(III) ve Cr(VI) metal iyon miktarları 0,025 mg, elüent 2 mol L⁻¹ 5 mL HCl, numune çözeltisinin akış hızı 5 mL min⁻¹) (n=3)

4.1.2. Elüsyon çözeltisinin türü ve hacmi

Uygun elüsyon çözeltisinin seçimi, analitin geri kazanımını etkileyen en önemli faktörlerden biri olarak kabul edilir. Elüent çözeltisinin Cr(VI) geri kazanımına etkisi hidroklorik asit ve nitrik asit çözeltilerinin farklı konsantrasyonları ve hacimleri kullanılarak incelendi. Elde edilen sonuçlar Tablo 4.2’de gösterildi.

Tablo 4.2. Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına elüsyon çözeltisinin konsantrasyonu ve miktarının etkisi (çözelti hacmi 50 mL, Cu(VI) iyonlarının miktarı 0,025 mg, çözelti pH’ı 2, numune çözeltisinin akış hızı 5 mL dak.⁻¹) (n=3)

Elüsyon çözeltisi	Çözelti Hacmi (mL)	% Geri Kazanım (%R)
0,5 M HNO ₃	5 mL	3 ± 2
0,5 M HNO ₃	10 mL	35 ± 4
1,0 M HNO ₃	5 mL	25 ± 3
1,0 M HNO ₃	10 mL	86 ± 3
2,0 M HNO ₃	5 mL	48 ± 1
2,0 M HNO ₃	10 mL	99 ± 2
0,5 M HCl	5 mL	54 ± 1
0,5 M HCl	10 mL	99 ± 3
1,0 M HCl	5 mL	98 ± 2
1,0 M HCl	10 mL	100 ± 2
2,0 M HCl	5 mL	98 ± 3
2,0 M HCl	10 mL	100 ± 3

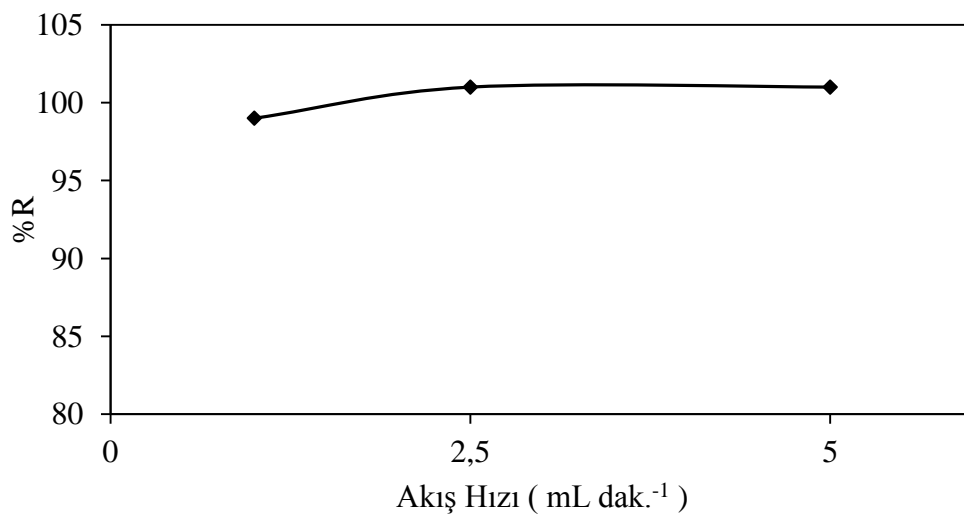
Tablo incelendiğinde 2,0 M HNO₃’ün 10 mL hacminde, 0,5 M HCl’in 10 mL, 1,0 ve 2,0 M HCl’in 5 ve 10 mL’lik hacimlerinde kantitatif geri kazanımların elde edildiği görülmektedir. Çalışmanın sonraki basamaklarında elüent olarak 5 mL 2,0 M HCl çözeltisi kullanıldı.

4.1.3. Akış hızının etkisi

Numune çözeltisinin kolondan akış hızının Cr(VI)'nın BAPA-SG üzerine adsorplanmasına etkisini incelemek amacıyla 50 mL hacminde, $0,5 \text{ mg L}^{-1}$ konsantrasyonunda pH'sı 2,0 olan Cr(VI) çözeltileri hazırlandı. Hazırlanan çözeltiler, 1 ile 5 mL dak^{-1} arasında değişen farklı akış hızlarında kolondan geçirildi. Silika jelde adsorplanan Cr(VI) iyonları 5 mL hacimdeki 2,0 M HCl ile elüe edildi ve ele geçen çözelti 5 mL'lik balon jodede toplandı. Çözeltilerde yapılan ölçümler sonucunda geri kazanımlar hesaplandı. Akış hızının Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi Tablo 4.3'de verildi ve elde edilen değerler yardımıyla çizilen grafik Şekil 4.2'de gösterilmektedir.

Tablo 4.3. Akış hızının Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi

Akış Hızı (mL dak.^{-1})	% Geri Kazanım (%R)
1,0	99 ± 2
2,50	101 ± 1
5,0	101 ± 1



Şekil 4.2. Cr(VI) iyonlarının geri kazanımına farklı akış hızlarının etkisi (çözelti hacmi 50 mL, Cr(VI) iyonlarının miktarı $0,025 \text{ mg}$, pH 2, elüent $5 \text{ mL } 2 \text{ mol L}^{-1} \text{ HCl}$) ($n=3$)

Bulunan sonuçlar, 1 ile 5 mL dak.⁻¹ arasında deęişen akış hızlarının hepsinde kantitatif geri kazanımların elde edildiğini göstermektedir. Bu sebeple çalışmanın sonraki basamaklarında en yüksek akış hızı olan 5 mL dak.⁻¹ kullanıldı.

4.1.4. Çözelti hacminin etkisi

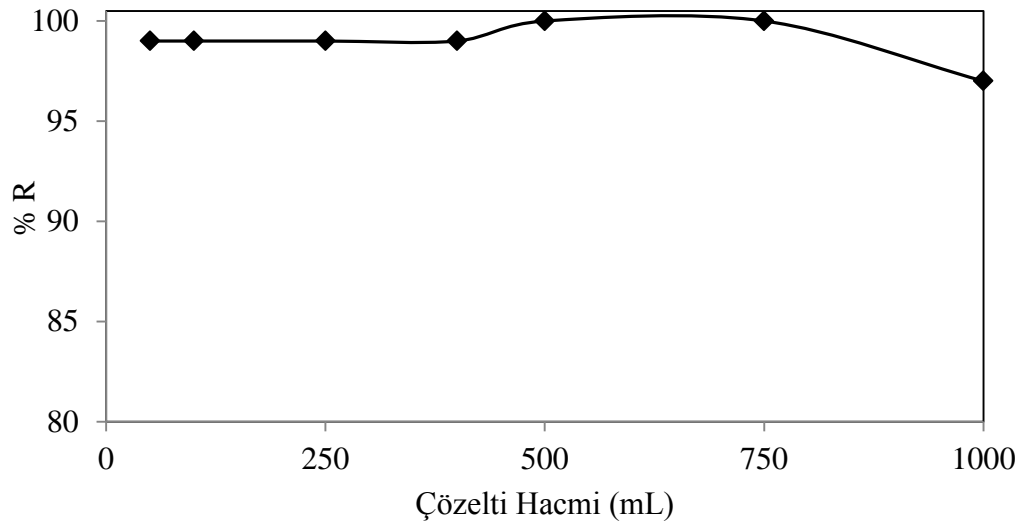
Çözelti hacminin Cr(VI) geri kazanımına etkisi 50 ile 1000 mL arasında deęişen farklı hacimdeki numune çözeltileri kullanılarak incelendi. Çözelti hacminin Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi sonuçları Tablo 4.4’de verildi. Ayrıca çalışmadan elde edilen sonuçlar Şekil 4.3’de gösterildi. Sonuçlar, 1000 mL gibi büyük numune hacimleri kullanıldığında dahi kantitatif geri kazanım elde edildiğini göstermektedir ki bu yöntemin avantajları arasında sayılabilir. Geliştirilen yöntemin zenginleştirme katsayısı en yüksek çözelti hacminin (1000 mL) en düşük elüent hacmine (5 mL) oranından hesaplandı. Sonuç olarak zenginleştirme faktörü 200 olarak bulundu.

Tablo 4.4. Çözelti hacminin Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına etkisi

Hacim (mL)	Geri Kazanım (%R)
50	99 ± 1
100	99 ± 3
250	99 ± 3
400	99 ± 2
500	100 ± 2
750	100 ± 1
1000	97 ± 1

4.1.5. Matriks iyonların etkisi

Matriks etkisi ağır metallerin gerçek numunelerde tayin edilmesinde önemli bir problemdir. Bu çalışmada bazı önemli matriks iyonlarının Cr(VI) geri kazanımı üzerine etkisi incelendi. Sonuçlar Tablo 4.5.’ de verildi.



Şekil 4.3. Cr (VI) iyonlarının geri kazanımına çözelti hacminin etkisi (Cr (VI) iyonlarının miktarı 0,025 mg, pH 2, 5 mL elüent 2 mol L⁻¹ HCl, numune çözeltisinin akış hızı, 5 mL dak.⁻¹) (n=3)

Tablo 4.5. Matris iyonlarının Cr (VI) geri kazanımına etkisi

Matriks İyonu	Bileşiği	Konsantrasyon (mg L ⁻¹)	Geri Kazanım (%R)
Na ⁺	NaCl	1000	99 ± 1
K ⁺	KCl	500	98 ± 2
Ca ²⁺	CaCl ₂	500	95 ± 2
Mg ²⁺	MgCl ₂	100	98 ± 1
NH ₄ ⁺	NH ₄ Cl	250	97 ± 1
Cl ⁻	NaCl	1000	99 ± 1
NO ₃ ⁻	Na(NO ₃)	500	97 ± 3
SO ₄ ²⁻	Na ₂ SO ₄	250	98 ± 2
CH ₃ COO ⁻	CH ₃ COONa	500	98 ± 2
Cr ³⁺	Cr(NO ₃) ₃	10	103 ± 2
Ni ²⁺	Ni(NO ₃) ₂	10	102 ± 2
Cu ²⁺	Cu(NO ₃) ₂	10	98 ± 3
Fe ³⁺	Fe(NO ₃) ₃	10	101 ± 1

Sonuçlardan hem alkali ve toprak alkali metal iyonlarının hem de ağır metal iyonlarının Cr(VI) iyonlarının geri kazanımını çalışılan konsantrasyonlarında önemli derecede etkilemediği anlaşılmaktadır. Su numunelerinde yaygın olarak bulunan Cl^- , NO_3^- , SO_4^{2-} ve CH_3COO^- gibi anyonların da incelenen derişimlere kadar önemli bir etki yapmadıkları görülmektedir. Sonuç olarak uygulanan zenginleştirme prosedüründe incelenen matriks iyonlarının belirtilen derişimlerinde kantitatif geri kazanım sonuçları (>95) elde edilmiştir. Bundan dolayı geliştirilen metodun bu tür iyonları içeren çeşitli çevresel su örneklerine başarılı bir şekilde uygulanabileceği anlaşılmaktadır.

4.1.6. Geliştirilen yöntemin analitik performansı

Çalışmada önerilen metodun analitik performansı kolon yöntemi kullanılarak optimum koşullar altında değerlendirildi.

BAPA-SG doldurulmuş kolonda Cr(VI)'ı adsorpsiyon ve zenginleştirmesinde optimum koşullar; çözelti pH'ı 2,0, elüent 5 mL 2 M HCl çözeltisi, akış hızı 5 mL dak^{-1} , maksimum uygulanabilir çözelti hacmi 1000 mL olarak bulundu.

Yöntemin kesinliği 50 mL hacminde ve 0,5 mg L^{-1} konsantrasyondaki Cr(VI) çözeltisinin 10 kez zenginleştirilmesi ile çalışıldı. Yüzde geri kazanım ve yüzde bağlı standart sapma değerleri sırasıyla 98 ve 3 olarak bulundu.

Çalışılabilen maksimum numune hacmi (1000 mL), elüent hacmine (5 mL) bölünerek zenginleştirme faktörü 200 bulundu.

Kolondaki BAPA-SG 35-40 kez Cr(VI) alım döngüsünde kullanılabilir bu da BAPA-SG'nin oldukça kararlı olduğunu gösterir.

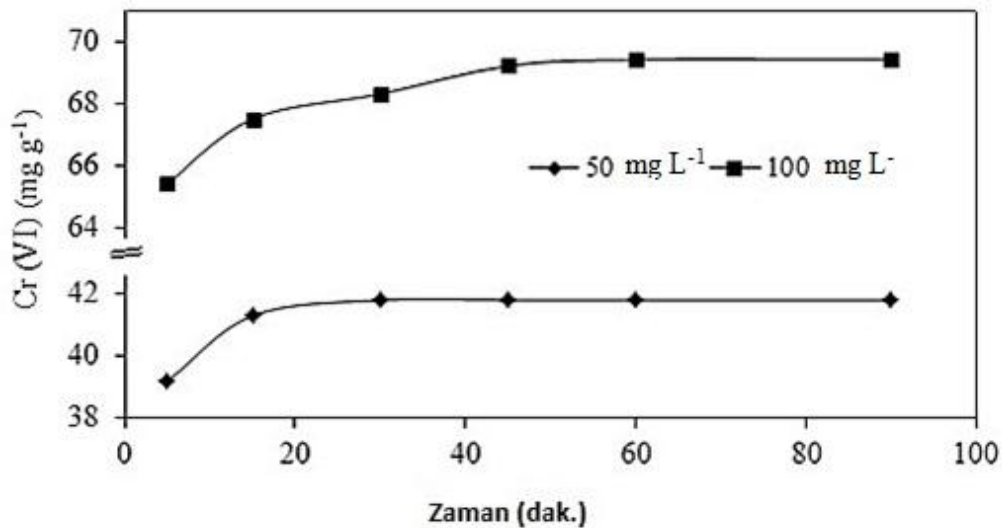
Kör çözeltinin (n=10) ölçüm sonuçlarının standart sapmasının 3 katına (3σ) göre hesaplanan Cr(VI)'nin enstrümantal gözlenebilme sınırı (LOD) 22,8 ppb olarak bulundu. Analitik gözlenebilme sınırı ise enstrümantal gözlenebilme sınırının zenginleştirme faktörüne (200) bölünmesiyle 0,11 $\mu\text{g L}^{-1}$ olarak hesaplandı.

4.2. Kesikli Adsorpsiyon Çalışmaları

Verilen bir çözeltilerden analit iyonlarının kantitatif olarak geri kazanılmasında ne kadar sorbent miktarının gerekli olduğunun belirlenmesinde adsorpsiyon kapasitesi önemli bir faktördür. BAPA-SG' nin Cr (VI) iyonlarını adsorplayabilme yeteneği kesikli adsorpsiyon metodu kullanılarak incelendi.

4.2.1. Karıştırma süresinin etkisi

Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerine adsorpsiyonunda karıştırma süresi dengeye ulaşmayı etkileyen bir faktördür. Bunun için pH'ları 2,0 olan 50 ve 100 mg L⁻¹ konsantrasyonlarındaki 50 mL'lik Cr(VI) çözeltilerine 50 mg BAPA-SG ilave edildi ve elde edilen süspansiyonlar 200 rpm karıştırma hızında 25±1°C'de farklı karıştırma sürelerinde karıştırıldı. Sonra çözeltilerde adsorplanmadan kalan Cr(VI) konsantrasyonları analiz edildi. Şekil 4.4'de gösterilen sonuçları incelendiğinde Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonunun 60 dakikada dengeye ulaştığı görülmektedir. Ayrıca her başlangıç konsantrasyonu için Cr(VI) adsorpsiyonunun %94'ünün ilk 5 dakika içerisinde meydana gelmiştir. Bu nedenle, Cr (VI) adsorpsiyonunun hızlı bir süreç olduğu söylenebilir.



Şekil 4.4. Cr(VI) iyonları adsorpsiyonuna karıştırma süresinin etkisi

4.2.2. Cr(VI) adsorpsiyon izotermi

Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyon izotermelerini elde etmek için $25\pm 1^\circ\text{C}$ sıcaklıkta, pH'ı 2,0 olarak ayarlanan 50 mL hacminde, farklı konsantrasyonlarda ($25\text{-}250\text{ mg L}^{-1}$) Cr(VI) çözeltilerine 50 mg ve 100 mg BAPA-SG ilave edilerek 60 dakika karıştırıldı. Yapılan işlem sonrasında çözeltide kalan Cr(VI) konsantrasyonu FAAS ile belirlendi ve adsorbe olan Cr(VI) miktarı hesaplandı.

Literatürde bir çok adsorpsiyon izotermi bulunmakla birlikte, bunlar arasında Langmiur ve Freundlich izotermi en basit, güvenilir, kullanışlı olanlarıdır. Bu sebeple Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyon verilerini değerlendirmek için Langmiur ve Freundlich eşitlikleri kullanıldı.

Langmuir [65] izotermi teorik bir modele dayanır. Bu modele göre adsorpsiyon adsorban yüzeyi üzerinde enerji ve yapı bakımından homojen olarak gerçekleşir ve adsorplanan iyon ya da moleküller arasında bir etkileşim meydana gelmez ve adsorban yüzeyi üzerindeki adsorpsiyon bölgeleri bir tek tabaka adsorbat ile dolar. Bu izotermin lineer olmayan hali aşağıdaki formülle ifade edilir;

$$q_e = \frac{K_L q_{\max} C_e}{1 + K_L C_e} \quad (4.1)$$

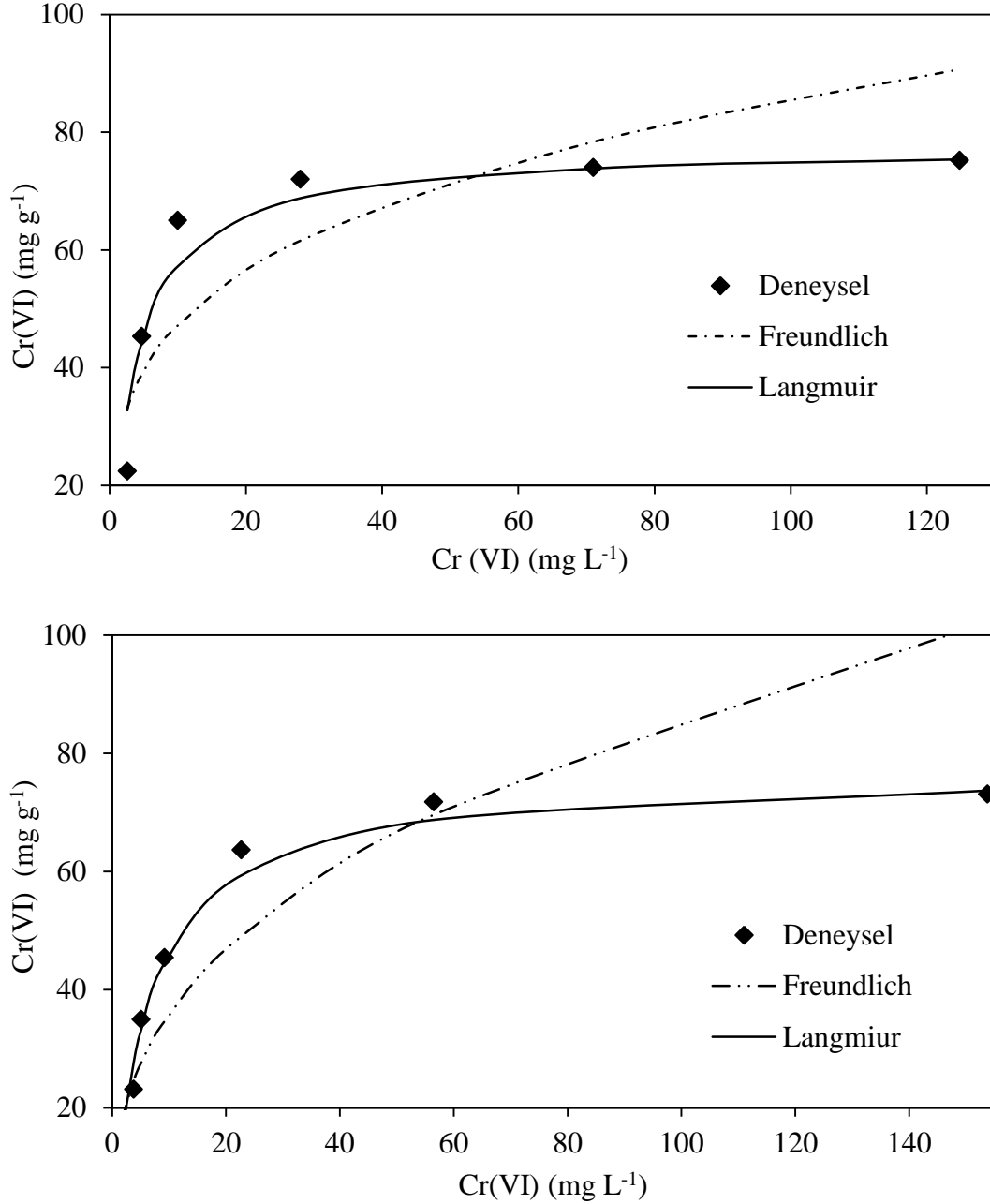
Burada, q_e (mg g^{-1}) ve C_e (mg L^{-1}) BAPA-SG' in gramı başına sırasıyla sulu çözeltideki ve dengedeki adsorplanan Cr(VI) miktarını gösterir. q_{\max} ve K_L sırasıyla maksimum adsorpsiyon kapasitesi (mg g^{-1}) ve adsorpsiyon enerjisi (L mg^{-1}) ile ilişkili sabitlerdir [66].

Freundlich eşitliği [67] heterojen adsorpsiyona dayanan deneysel bir sabittir ve aşağıdaki eşitlikle verilir;

$$q_e = K_F C_e^{1/n} \quad (4.2)$$

Burada; K_F bağıl adsorpsiyon kapasitesini ifade eder ve n adsorpsiyon olayının şiddetiyle ilgilidir ve $n > 1$ olduğunda adsorpsiyon oldukça elverişlidir [68].

Langmuir, Freundlich ve deneysel izotermeler Şekil 4.5’de gösterilmektedir. Langmuir ve Freundlich izotermelerinin hesaplanan izoterm sabitleri ve regresyon katsayıları Tablo 4.6’da verilmektedir.



Şekil 4.5. Cr(VI) iyonları için farklı dozlarda BAPA-SG üzerinde adsorpsiyon izotermeleri a) 50 mg
b) 100 mg

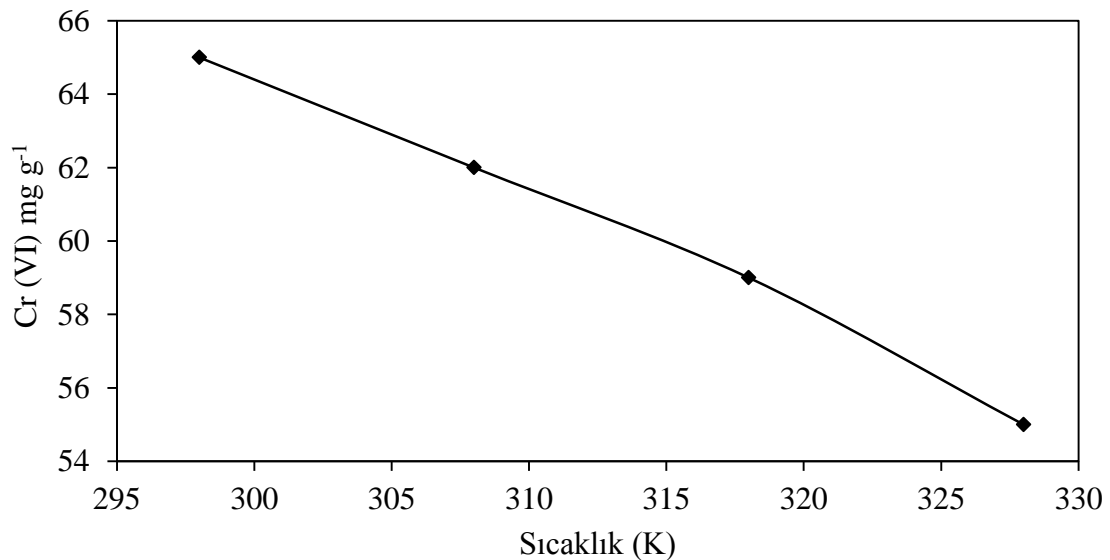
Tablo 4.6. Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerine adsorpsiyonunun Langmuir ve Freundlich sabitleri

BAPA-SG (mg)	Langmuir Sabitleri			Freundlich Sabitleri		
	q_{\max} (mg g ⁻¹)	K_L (L mg ⁻¹)	r^2	K_F (mg g ⁻¹)	n	r^2
50	77,5	0,28	0,9989	26,0	3,9	0,6937
100	76,9	0,15	0,9988	14,8	2,6	0,8244

Hem Şekil 4.5.'deki izoterm eğrilerinden hem de Langmuir izoterminin korelasyon katsayısının daha yüksek ve 1'e yakın olmasından dolayı Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerinde adsorpsiyonunun en iyi Langmuir izoterm eşitliği ile açıklanabildiği sonucuna varılmıştır. BAPA-SG'nin adsorpsiyon kapasitesi Langmuir izoterminden 77,5 mg g⁻¹ olarak hesaplanmıştır.

4.2.3. Sıcaklık etkisi

Bir adsorpsiyonun termodinamik özellikleri prosesin kendiliğinden olup olmayacağını belirlemek için önemlidir. Sıcaklığın Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonuna etkisi Şekil 4.6' da gösterildi.



Şekil 4.6. Sıcaklığın Cr(VI) iyonlarının adsorpsiyonuna etkisi

Elde edilen sonuçlar, BAPA-SG üzerine Cr(VI) adsorpsiyonunun sıcaklık artışıyla azaldığını ve Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerindeki adsorpsiyonunun ekzotermik bir proses olduğunu göstermektedir.

Cr(VI) adsorpsiyonunun çeşitli sıcaklıklardaki, ΔG , ΔH ve ΔS gibi termodinamik parametreleri literatürdeki gibi hesaplandı [68]. ΔG değeri,

$$\Delta G = -RT \ln K_d \quad (4.3)$$

eşitliği ile hesaplandı. Burada R evrensel gaz sabiti ($8,314 \text{ J mol}^{-1} \text{ K}^{-1}$), T sıcaklık (K) ve K_d dağılım katsayısıdır. Adsorpsiyon denge sabiti K_d aşağıdaki denklem ile hesaplandı;

$$K_d = \frac{C_a}{C_e} \quad (4.4)$$

Burada, C_a BAPA-SG'nin birim kütlesi üzerine adsorplanan Cr(VI) konsantrasyonu, C_e ise Cr(VI)'nin çözelti içerisindeki denge konsantrasyonudur (mg L^{-1}) [68].

ΔG , ΔH ve ΔS arasındaki ilişki aşağıdaki denklem ile verilir [69,70];

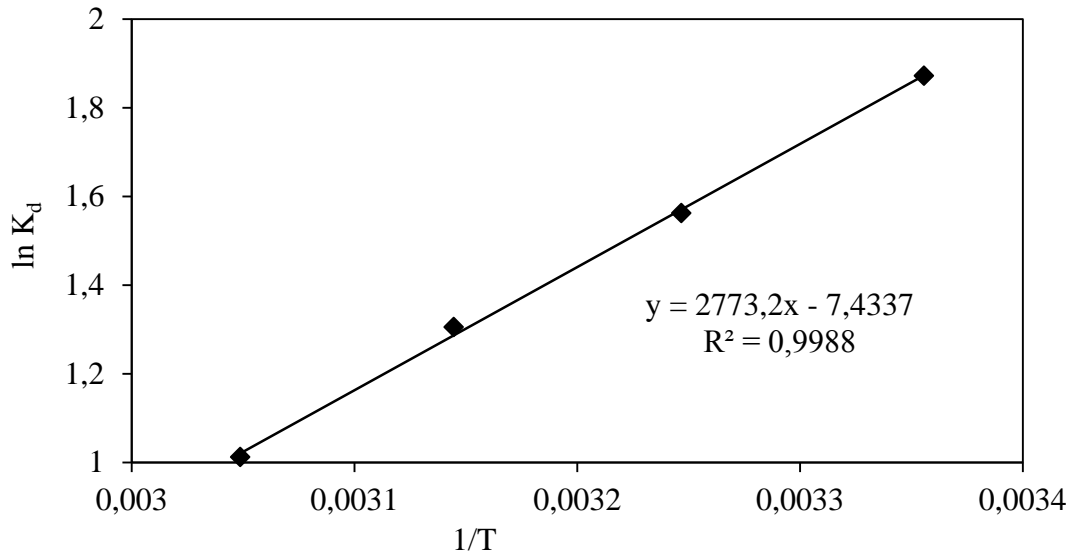
$$\Delta G = \Delta H - T\Delta S \quad (4.5)$$

$$\ln K_d = \frac{\Delta S}{R} - \frac{\Delta H}{RT} \quad (4.6)$$

ΔH ve ΔS değerleri $\ln K_d$ 'ye karşı $1/T$ grafiği (Şekil 4.7.) çizilerek hesaplandı ve Tablo 4.7'de gösterildi.

Tablo 4.7. Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerindeki adsorpsiyonu için termodinamik parametreler

T (K)	ΔG (kJ mol ⁻¹)	ΔS (J mol ⁻¹ K)	ΔH (kJ mol ⁻¹)
298	-4,5	-61,8	-23,1
308	-4,0		
318	-3,4		
328	-2,8		



Şekil 4.7. BAPA-SG ile Cr(VI) adsorpsiyonu için $1/T$ 'e karşı $\ln K_d$ grafiği

Negatif ΔG değerleri BAPA-SG üzerine Cr(VI) adsorpsiyonun bir başlatma (indüksiyon) periyoduna ihtiyaç duyulmadan kendiliğinden gerçekleşmesinin mümkün olduğunu gösterir. Sıcaklığın artmasıyla ΔG değerinin daha pozitif değerler aldığı görülmektedir. Bu durum sıcaklık artışıyla adsorpsiyonun azaldığını gösterir. Negatif ΔH değeri ise BAPA-SG üzerine Cr(VI) adsorpsiyonunun ekzotermik bir süreç olduğunu ve sıcaklık artışıyla sorpsiyon kapasitesinin azaldığını gösterir. Negatif ΔS Cr(VI)'nın BAPA-SG üzerine adsorpsiyonu sırasında katı/sıvı ara yüzeyindeki rastlantısallığında bir düşüş olduğunu gösterir [71,72].

4.3. Geliştirilen Yöntemin Uygulaması

Cr(VI) ve Cr (III) iyonlarının her ikisini ihtiva eden ticari sulu sertifikalı referans madde bulunmadığından, Cr(VI) ve Cr(III) içeren sentetik çözeltiler kullanılarak yeni geliştirilen SPE metodu ve UV-Görünür Bölge spektrofotometresi ile analiz edildi. Tablo 4.8'de verilen sonuçlar, geliştirilen SPE yönteminin her iki krom türünü içeren çözeltilerde Cr(VI)'nın seçici olarak belirlenebilmesi için kullanabileceğini gösterir. Literatürde DPC yönteminin algılama sınırının 8 ng mL^{-1} olduğu rapor edilmişken [69], yeni geliştirilen SPE yönteminin LOD değeri ise $0,11 \text{ } \mu\text{g L}^{-1}$ olarak bulundu. Bu durum SPE tekniği ile daha düşük konsantrasyonlardaki Cr(VI) iyonlarının belirlenebileceğini göstermektedir.

Tablo 4.8. Cr(III) ve Cr(VI) eklenen örnek çözeltilerde (50 mL) Cr(VI) 'nın spektrofotometrik yöntem ve SPE metoduyla belirlenmesi (SPE koşulları; pH 2, elüent 5 mL 2,0 M HCl) (n=3)

Eklenen (µg)		Geliştirilen SPE metoduyla Bulunan Değer (µg)			DPC metoduyla Bulunan Değer (µg)
Cr(III)	Cr(VI)	Toplam Cr	Cr(VI)	Cr(III)	Cr(VI)
5,0	5,0	10,1± 0,3	5,1±0,3	5,0±0,1	5,0±0,2
10,0	10,0	19,8±0,3	10,1±0,2	9,7±0,1	10,1±0,2

FAAS kullanılarak Cr(VI) iyonlarının seçici olarak belirlenebilmesi için, SPE prosedürü çeşitli miktarla Cr(VI) ve Cr(III) içeren çözeltilere de uygulandı. Tablo Tablo 4.9'da verilen sonuçlar, çözeltilere eklenen ve bulunan Cr(VI) iyon miktarının uyumlu olduğunu göstermektedir.

Tablo 4.9. Farklı miktarlarda Cr(III) ve Cr(VI) içeren çözeltilerde Cr(VI)'nın seçici olarak belirlenmesi (Çözelti hacmi 50 mL, pH 2,0, elüent 5 mL 2,0 M HCl) (n=3)

Eklenen (µg)		Bulunan Cr(VI) (µg)	Cr(VI) İyonlarının Yüzde Geri Kazanımı
Cr(III)	Cr(VI)		
10,0	10,0	9,9 ± 0,1	98 ± 1
10,0	50,0	49,0 ± 1,4	98 ± 3
50,0	10,0	9,8 ± 0,4	98 ± 4
2,0	10,0	9,8 ± 0,1	99 ± 2
10,0	2,0	2,0 ± 0,1	98 ± 4

Sonuçlar, Cr(VI) tayininin, çözeltideki Cr(III) iyonlarının varlığından etkilenmediğini açıkça göstermektedir. Bu nedenle, geliştirilen yöntemin Cr(III) ve Cr(VI) iyonları içeren çözeltilerde Cr(VI) iyonlarının belirlenebilmesi için başarıyla kullanılabilir olduğu sonucuna varılabilir.

Cr(VI) iyonlarının belirlenebilmesi için geliştirilen zenginleştirme tekniği Sakarya ilinden toplanan çevresel su örneklerine uygulandı. Sakarya Üniversitesinden alınan musluk suyu, Çark deresi ve Sakarya Nehri suyu numunelerindeki Cr(VI) miktarı

SPE prosedürüyle FAAS kullanılarak belirlendi. Tablo 4.10'da çevresel su örneklerinde Cr(VI) iyonlarının belirlenmesinde elde edilen sonuçlar verildi.

Tablo 4.10. Cr(VI) iyonlarının belirlenmesi için önerilen metodun su numunelerine uygulanması, çözelti hacmi 100 mL, pH: 2, elüent 2,0 M 5mL HCl) (n=3)

Numuneler	Eklenen miktar (µg)	Bulunan değer (µg)	Geri kazanım (%)	RSD (%)
Çeşme Suyu	-	< LOD	-	-
	1,0	0,97 ± 0,02	97 ± 2	2,1
	2,0	1,93 ± 0,06	97 ± 3	3,1
Çark Deresi	-	< LOD	-	-
	1,0	1,01 ± 0,03	101 ± 3	2,9
	2,0	1,93 ± 0,03	97 ± 1	1,5
Sakarya Nehri	-	< LOD	-	-
	1,0	1,00 ± 0,05	100 ± 5	5,0
	2,0	2,00 ± 0,05	100 ± 3	2,5

BÖLÜM 5. TARTIŞMA VE ÖNERİLER

Bu çalışmada Cr(VI) iyonlarının kolon katı faz ekstraksiyonu ve bis(3-aminopropil)amin silika jel üzerine adsorpsiyonu için optimum şartlar tespit edildi. Bu optimum şartlar; pH 2,0'de, 1000 mL hacmindeki çözeltilerin 5 mL dak.⁻¹ akış hızında, elüsyon çözeltisi olarak 5 mL 2,0 M HCl kullanıldığında kantitatif geri kazanımların elde edilebildiği bulundu. 1000 mg L⁻¹ derişimdeki Cl⁻ iyonlarının varlığında dahi kantitatif geri kazanımların elde edilebildiği bulundu.

Bu çalışmada geliştirilen zenginleştirme yöntemi kullanılarak FAAS ile Cr(VI) için gözlenebilme sınırı 0,11 µg L⁻¹ olarak bulundu. Saygı ve arkadaşları tarafından Dowex M 4195 şelat reçinesi kullanılarak yapılan zenginleştirme prosedüründe [55] ise Cr(VI) gözlenebilme sınırı 1,94 µg L⁻¹ verilmiştir. Pridin grubu bağlı mezo gözenekli silika ile zenginleştirildikten sonra UV-Görünür Bölge spektrofotometre kullanılarak yapılan çalışmada [73] ise gözlenebilme sınırı 2,3 µg L⁻¹ olarak verilmiştir.

BAPA-SG kullanılarak yapılan zenginleştirme çalışmasında zenginleştirme katsayısı 200 olarak bulunmuşken Dowex M 4195 ile yapılan çalışmada [55] 31 ve pridin grubu bağlı mezo gözenekli silika ile yapılan çalışmada [73] ise 200 olarak rapor edilmiştir.

Cr(VI) için BAPA-SG'nin adsorpsiyon kapasitesi 77,5 mg g⁻¹, Dowex M 4195'nin ki 29,7 mg g⁻¹[55], pridin grubu bağlı mezo gözenekli silikanınki 136 mg g⁻¹ [73] ve 2-merkaptto pridin bağlı mezo gözenekli silikanınki ise 252 mg g⁻¹ [74] olarak rapor edilmiştir.

Silika jelin adsorpsiyon kapasitesinin bulunabilmesi için kolon deneylerinin yanında kesikli adsorpsiyon deneyleri de yapıldı ve Cr(VI) iyonlarının BAPA-SG üzerinde adsorpsiyonunun en iyi Langmuir izoterm eşitliği ile açıklanabildiği sonucuna varıldı.

Cr(VI) ve Cr (III) iyonlarının her ikisini içeren ticari sıvı sertifikalı referans madde bulunmadığından, Cr(VI) ve Cr(III) içeren sentetik çözeltiler kullanılarak yeni geliştirilen SPE metodu ve UV-görünür bölge spektrofotometresi ile analiz edildi. Daha sonra metot çeşitli çevresel su numunelerine uygulandı.

Sonuç olarak çeşitli çevresel su numunelerden Cr (VI) iyonlarının BAPA-SG üzerinde katı faz ekstraksiyonundan sonra FAAS ile seçimli olarak belirlenebilmesi için yeni bir metot geliştirildi ve başarılı sonuçlar elde edildi.

KAYNAKLAR

- [1] BARTYZEL, A., CUKROWSKA, E., Solid phase extraction method for the separation and determination of chromium(III) in the presence of chromium(VI) using silica gel modified by N,N'-bis-(alpha-methylsalicylidene)-2,2-dimethyl-1,3-propanediimine. *Analytica Chimica Acta*, 707(1):204-209, 2011.
- [2] KUMAR, A., RIYAZUDDIN P., Chromium speciation in groundwater of a tannery polluted area of Chennai City, India. *Environmental Monitoring & Assessment*, 160(1-4):579-591, 2010.
- [3] BENI, A., KAROSI, R., POSTA, J., Speciation of hexavalent chromium in waters by liquid-liquid extraction and GFAAS determination. *Microchemical Journal*, 85(1):103-108, 2007.
- [4] DONDURMACIOĞLU, F., FİLİK, H., Application of a ternary complex of chromium(VI) with phenylfluorone for cloud point extraction-spectrophotometric speciation of Cr(VI) and Cr(III) in aqueous solutions. *Journal Of Analytical Chemistry*, 64(5):455-461, 2009.
- [5] PAUSTENBACH, D.J. , FINLEY, B.L., MOWAT, F.S. , KERGER, B.D., Human health risk and exposure assessment of chromium (VI) in tap water. *Journal Of Toxicology And Environmental Health-Part A*: 66, 14: 1295-1339, 2003.
- [6] NARIN, I., SURME, Y., SOYLAK, M., DOGAN, M., Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in environmental samples by solid phase extraction on Ambersorb 563 resin. *Journal Of Hazardous Materials*, 136:579-584, 2006.
- [7] DADFARNIA, S., SHABANI, A., SHISHEBOR, M., CISAKHT, K., Separation, preconcentration and speciation of chromium by solid phase extraction on immobilised ferron. *International Journal Of Environmental Analytical Chemistry*, 91:1320-1328, 2011.
- [8] TUZEN, M., SOYLAK, M., Chromium speciation in environmental samples by solid phase extraction on Chromosorb 108. *Journal Of Hazardous Materials*, 129:266-273, 2006.

- [9] ABKENAR, S.D., HOSSEINI, M., DAHAGHIN, Z., SALAVATI-NIASARI, M., JAMALI, M.R., Speciation of chromium in water samples with homogeneous liquid-liquid extraction and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Bulletin Of The Korean Chemical Society*, 31:2813-2818, 2010.
- [10] ULUSOY, H., GURKAN, R., YILMAZ, O., AKCAY, M., Development of a cloud point extraction and preconcentration method for chromium(III) and total chromium prior to flame atomic absorption spectrometry. *Journal Of Analytical Chemistry*, 67:131-139, 2012.
- [11] YILDIZ, Z., ARSLAN, G., TOR, A., Preconcentrative separation of chromium(III) species from chromium(VI) by cloud point extraction and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Microchimica Acta*, 174:399-405, 2011.
- [12] LIANG, P., PENG, L.L., Determination of nickel in water samples by graphite furnace atomic absorption spectrometry after ionic liquid-based dispersive liquid-liquid microextraction preconcentration. *Atomic Spectroscopy*, 33:53-58, 2012.
- [13] SOYLAK, M., YILMAZ, E., Ionic liquid-based method for microextraction/enrichment of gold from real samples and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Atomic Spectroscopy*, 34:15-19, 2013.
- [14] SARACOGLU, S., YILMAZ, E., SOYLAK, M., Speciation of chromium after coprecipitation with cu-violuric acid and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Current Analytical Chemistry*, 8:358-364, 2012.
- [15] SOYLAK, M., AYDIN, A., Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in environmental samples by using coprecipitation with praseodymium(III) hydroxide and determination by flame atomic absorption spectrometry. *Journal Of The Iranian Chemical Society*, 9(3):263-267, 2012.
- [16] DURAN, A., TUZEN, M., SOYLAK, M., Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in geological and water samples by ytterbium(III) hydroxide coprecipitation system and atomic absorption spectrometry. *Food And Chemical Toxicology*, 49:1633-1637, 2011.
- [17] ZHAO, X.W., SONG, N. Z., ZHOU, W.H., JIA, Q., Preconcentration procedures for the determination of chromium using atomic spectrometric techniques: A review. *Central European Journal Of Chemistry*, 10:927-937, 2012.

- [18] PYRZYNSKA, K., Redox speciation of chromium using sorption-based systems. *Trac-Trends in Analytical Chemistry*, 32:100-112, 2012.
- [19] PYRZYNSKA, K.K., Non-chromatographic speciation analysis of chromium in natural waters. *International Journal Of Environmental Analytical Chemistry*, 92:1298-1311, 2012.
- [20] IMAMOGLU, M., Adsorption of Cd(II) ions onto activated carbon prepared from hazelnut husks, *Journal of Dispersion Science and Technology*, 34:1183-1187, 2013.
- [21] YAMAN, M., ERALA, E., Combining preconcentration methods for the determination of lead and nickel in ambient air by FAAS. *Atomic Spectroscopy*, 33:212-217, 2012.
- [22] IMAMOGLU, M., ALBAYRAK, S., FAAS determination of Au and Pd after selective preconcentration on ethylenediamine silica material prepared by the sol-gel method. *Atomic Spectroscopy*, 33:30-35, 2012.
- [23] IMAMOGLU, M., TEKIR, O., Removal of copper (II) and lead (II) ions from aqueous solutions by adsorption on activated carbon from a new precursor hazelnut husks. *Desalination*, 228 (1-3):108-113, 2008.
- [24] IMAMOGLU, M., AYDIN, A.O., Column solid phase extraction of gold, palladium and copper at trace levels on modified silica gel for their atomic absorption spectrometric determination. *Fresenius Environmental Bulletin*, 14:940-946, 2005.
- [25] DURUKAN, I., SOYLAK, M., DOGAN, M., Enrichment and separation of Fe(III), Mn(II), Ni(II), and Zn(II) as their congo red chelates on multiwalled carbon nanotube (MWCNT) disk in food and water samples. *Atomic Spectroscopy*, 34:20-25, 2013.
- [26] ALTUNDAG, H., DUNDAR, M.S., Speeding up of a thallium speciation using ion exchange column system. *Fresenius Environmental Bulletin*, 18:2102-2107, 2009.
- [27] DURAN, C., OZDES, D., GUNDOGDU, A., IMAMOGLU, M., SENTURK, H.B., Tea-industry waste activated carbon, as a novel adsorbent, for separation, preconcentration and speciation of chromium. *Analytica Chimica Acta*, 688:75-83, 2011.
- [28] OZCELIK, G., IMAMOGLU, M., YILDIZ, Z.S., KARA, D., Chemically modified silica gel with *N*-(2-aminoethyl)-Salicylaldimine for simultaneous solid phase extraction and preconcentration of Cu(II), Ni(II), Cd(II) and Zn(II) in waters. *Water, Air, & Soil Pollution*, 223: 5391-5399, 2012.

- [29] ER, C., SENKAL, B.F., YAMAN, M., Determination of lead in milk and yoghurt samples by solid phase extraction using a novel aminothioazole-polymeric resin. *Food Chemistry*, 137:55-61, 2013.
- [30] IMAMOGLU, M., GUNES, V., Column solid phase extraction of copper and nickel on triethylenetetramine bonded silica gel for their atomic absorption spectrometric determination. *Instrumentation Science & Technology*, 36: 105-116, 2008.
- [31] CAMEL, V., Solid phase extraction of trace elements. *Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy*, 58: 1177-1233, 2003.
- [32] PEARSON, G.R., Hard and soft acids and bases. *Journal Of The American Chemical Society*, 85:3533- 3539, 1963.
- [33] IMAMOGLU, M., GUNES, V., Solid phase extraction of au and pd by silica gel functionalized with triethylenetetramine for determination by FAAS. *Atomic Spectroscopy*, 33:205-211, 2012.
- [34] EBRAHIMZADEH, H., ASGHARINEZHAD, A.A., TAVASSOLI, N., SADEGHI, O., AMINI, M.M., KAMAREI, F., Separation and spectrophotometric determination of very low levels of Cr(VI) in water samples by novel pyridine-functionalized mesoporous silica. *International Journal Of Environmental Analytical Chemistry*, 92:509-521, 2012.
- [35] IDRIS, S.A., ALOTAIBI, K., PESHKUR, T.A., ANDERSON, P., GIBSON, L.T., Preconcentration and selective extraction of chromium species in water samples using amino modified mesoporous silica. *Journal Of Colloid And Interface Science*, 386:344-349, 2012.
- [36] WANG, Z., FANG, D.M., LI, Q., ZHANG, L.X., QIAN, R., ZHU, Y., QU, H.Y., DU, Y.P., Modified mesoporous silica materials for on-line separation and preconcentration of hexavalent chromium using a microcolumn coupled with flame atomic absorption spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 725:81-86, 2012.
- [37] KARATAS, C., TURHAN, O., KARA D., Synthesis and application of a new functionalized resin for use in an on-line, solid phase extraction system for the determination of trace elements in waters and reference cereal materials by flame atomic absorption spectrometry. *Food Chemistry*, 141: 655-661, 2013.
- [38] TURKER, A., R., Separation, preconcentration and speciation of metal ions by solid phase extraction. *Separation & Purification Reviews*, 41(3): 169-206, 2012.
- [39] AKDEMIR, E., Sol jel yöntemi ile sentezlenen etilendiamin-silika materyali ile nikel'in zenginleştirme şartlarının araştırılması, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2008.

- [40] LEE, JM., BOYLE, E.A., ECHEGOYEN-SANZ, Y., FITZSIMMONS, JN., ZHANG, RF., KAYSER, RA., Analysis of trace metals (Cu, Cd, Pb, and Fe) in seawater using single batch nitrilotriacetate resin extraction and isotope dilution inductively coupled plasma mass spectrometry. *Analytica Chimica Acta*, 686:93-101, 2011.
- [41] KNAPEK, J., KOMAREK, J., KRASENSKY, P., Determination of cadmium by electrothermal atomic absorption spectrometry using electrochemical separation in a microcell. *Spectrochimica Acta Part B-Atomic Spectroscopy*, 60(3): 393-398, 2005.
- [42] TOPALAK, Z., Katı faz ekstraksiyonu yöntemi ile metal önderiştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Sağlık Bilimleri Enstitüsü, Kayseri, 2012.
- [43] YASAR, Y., Polimerik şelatlaştırıcıların sorpsiyon yöntemiyle eser ağır metallerin tayininde kullanımı, Yüksek Lisans Tezi, Selçuk Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Konya, 2008.
- [44] TERADA, K., Preconcentration of trace elements by sorption. *Analytical Sciences*, 7:187-196, 1991.
- [45] MOKHODOEVA, O. B., MYASOEDOVA, G. V. , KUBRAKOVA, I. V., Sorption preconcentration in combined methods for the determination of noble metals. *Journal of Analytical Chemistry*, 62(7): 607–622, 2007.
- [46] GUVEN, G., Bazı termofilik bakteriler yardımıyla bazı metal iyonlarının ayırma ve zenginleştirme olanaklarının araştırılması, Doktora Tezi, Adnan Menderes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Aydın, 2010.
- [47] KARA, D., FISHER, A., Modified Silica Gels and Their Use for the Preconcentration of Trace Elements. *Separation & Purification Reviews*, 41: 267–317, 2012.
- [48] CAGIRDI, D., Bis(3-Aminopropil)amin bağlı silika jel ile Cu(II) iyonlarının zenginleştirilerek çeşitli gıda ve su örneklerinde FAAS ile tayini, Yüksek Lisans Tezi, Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Sakarya, 2012.
- [49] KARİPER, A. İ., Katı faz ekstraksiyonu ile eser element ZENGİNleştirilmesi, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, Kayseri 2008.
- [50] GOMEZ, V., CALLAO, M.P., Chromium determination and speciation since 2000. *Trends in Analytical Chemistry*, 25(10):1006-1015, 2006.
- [51] Türk Standartı TS ISO 11083, Türk Standartları Enstitüsü, Ankara, 1999.

- [52] Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th ed., American Public Health Association, Washington, DC, 1998.
- [53] TUZEN, M., ULUOZLU, O. D., SOYLAK, M., Cr(VI) and Cr(III) speciation on *Bacillus sphaericus* loaded diaion SP-850 resin. *Journal of Hazardous Materials*, 144(1-2):549-55, 2007.
- [54] NARIN, I., KARS, A., SOYLAK, M., A novel solid phase extraction procedure on Amberlite XAD-1180 for speciation of Cr(III), Cr(VI) and total chromium in environmental and pharmaceutical samples. *Journal of Hazardous Materials*, 150(2):453-458, 2008.
- [55] SAYGI, K.O., TUZEN, M., SOYLAK, M., ELCI, L., Chromium speciation by solid phase extraction on Dowex M 4195 chelating resin and determination by atomic absorption spectrometry, *Journal of Hazardous Materials*, 153(3):1009-1014, 2008.
- [56] JIANG, H. M., YANG, T., WANG, Y. H., LIAN, H. Z., HU, X., Magnetic solid-phase extraction combined with graphite furnace atomic absorption spectrometry for speciation of Cr(III) and Cr(VI) in environmental waters, *Talanta*, 116:361–367, 2013.
- [57] MARTENDAL, E., MALTEZ, H. F., CARASEK, E., Speciation of Cr(III) and Cr(VI) in environmental samples determined by selective separation and preconcentration on silica gel chemically modified with niobium(V) oxide, *Journal of Hazardous Materials*, 15;161(1):450-456, 2009.
- [58] TAVALLALI, H., DEILAMY-RAD, G., PEYKARIMAH, P., Preconcentration and speciation of Cr(III) and Cr(VI) in water and soil samples by spectrometric detection via use of nanosized alumina-coated magnetite solid phase, *Environmental Monitoring and Assessment*, 185:7723–7738, 2013.
- [59] DURAN, C., OZDES, D., GUNDOGDU, A., IMAMOGLU, M., SENTURK, H. B., Tea-industry waste activated carbon, as a novel adsorbent, for separation, preconcentration and speciation of chromium, *Analytica Chimica Acta*, 688:75-83, 2011.
- [60] SIVRIKAYA, S., ALTUNDAG, H., ZENGİN, M., IMAMOGLU, M., Separation, preconcentration, and recovery of Pd(II) ions using newly modified silica gel with Bis(3-Aminopropyl)Amine. *Separation Science And Technology*, 46(13): 2032-2040, 2011.
- [61] YALCINKAYA, O., ERDOGAN, H., CIFTCI, H., TURKER, A.R., Preconcentration of Aluminum on Nano ZrO₂/B₂O₃ and its determination by flame atomic absorption spectrometry. *Spectroscopy Letters*, 45 (5): 344-351, 2012.

- [62] KIZILKAYA, B., Usage of biogenic apatite (Fish Bones) on removal of basic fuchsin dye from aqueous solution. *Journal Of Dispersion Science And Technology*, 33(11): 1596-1602, 2012.
- [63] AYDEMIR, F., ALTUNDAG, H., IMAMOGLU, Removal of Cr(VI) from aqueous solution by hazelnut husk carbon. *Fresenius Environmental Bulletin*, 21 (11C): 3589-3594, 2012.
- [64] SARI, A., TUZEN, M., CITAK, D., Equilibrium, thermodynamic and kinetic studies on biosorption of mercury from aqueous solution by macrofungus (*Lycoperdon perlatum*) biomass. *Separation Science and Technology*, 47 (8): 1167-1176, 2012.
- [65] I. LANGMUIR, Adsorption of gases on glass, mica and platinum. *Journal of The American Chemical Society*, 40: 1361-1403, 1918.
- [66] KADIMPATI, K.P., MONDITHOKA, K.P., BHEEMARAJU, S., CHALLA, V. R. M., Entrapment of marine microalga, *isochrysis galbana*, for biosorption of Cr(III) from aqueous solution: isotherms and spectroscopic characterization. *Applied Water Science*, 3(1): 85-92, 2013.
- [67] FREUNDLICH, H.M.F., Over the adsorption in solution. *The Journal of Physical Chemistry*, 57(A): 385-470, 1906.
- [68] GUNDOGDU, A., DURAN, C., SENTURK, H.B., SOYLAK, M., OZDES, D., SERENCAM H., IMAMOGLU M., Adsorption of phenol from aqueous solution on a low-cost activated carbon produced from tea industry waste: equilibrium, kinetic, and thermodynamic study. *Journal Of Chemical And Engineering Data*, 57 (10): 2733-2743, 2012.
- [69] SERENCAM, H., OZDES, D., DURAN, C., TUFEKCI, M., Biosorption properties of *Morus alba* L. for Cd (II) ions removal from aqueous solutions. *Environmental Monitoring And Assessment*, 185 (7): 6003-6011, 2013.
- [70] SIVRIKAYA, S., ALBAYRAK, S., IMAMOGLU, M., GUNDOGDU, A., DURAN, C., YILDIZ, H., Dehydrated hazelnut husk carbon: a novel sorbent for removal of Ni (II) ions from aqueous solution. *Desalination And Water Treatment*, 50(1-3): 2-13, 2012.
- [71] MAKSIN, D.D., NASTASOVIC, B.A., MILUTINOVIC-NIKOLIC, D.A., SURUCIC, T.L., SANDIC, P.Z., HERCIGONJA, V.R., ONJIA, E.A., Equilibrium and kinetics study on hexavalent chromium adsorption onto diethylene triamine grafted glycidyl methacrylate based copolymers. *Journal Of Hazardous Materials*, 209: 99-110, 2012.

- [72] TUZEN, M., SARI, A., MENDIL, D., ULUOZLU, O.D., SOYLAK, M., DOGAN, M., Characterization of biosorption process of As(III) on green algae *Ulothrix cylindricum*. *Journal Of Hazardous Materials*, 165:(1-3) 566-572, 2009.
- [73] EBRAHIMZADEH, H., ASGHARINEZHAD, A. A., TAVASSOLI N., SADEGHI, O., AMINI M. M., KAMAREI, F., Separation and spectrophotometric determination of very low levels of Cr(VI) in water samples by novel pyridine-functionalized mesoporous silica, *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 92:4, 509-521, 2012.
- [74] PEREZ-QUINTANILLA, D., DEL HIERRO, I., FAJARDO, M., SIERRA, I., Cr(VI) adsorption on functionalized amorphous and mesoporous silica from aqueous and non-aqueous media, *Materials Research Bulletin* 42:8, 1518-1530, 2007.

ÖZGEÇMİŞ

Elif Akyüz, 1987 yılında Sakarya'da doğdu. Ortaöğretimini Dr. Nuri Bayar İlköğretim Okulunda ve lise öğrenimini Arifiye Anadolu Öğretmen Lisesinde tamamladı. 2005 yılında girdiği Hacettepe Üniversitesi Ortaöğretim Fen ve Matematik Alanlar Eğitimi Bölümü Kimya Eğitimi Anabilim Dalından ve 2007 yılında girdiği Eskişehir Anadolu Üniversitesi İşletme Bölümünden 2011 yılında mezun oldu. Aynı yıl Sakarya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Anabilim Dalı Analitik Kimya Bilim Dalında Yüksek Lisans öğrenimine başladı. 2012 Haziran ayında çalışmaya başladığı Türkiye Vakıflar Bankası T.A.O'da görevine uzman yardımcısı olarak devam etmektedir.