

ÖZET

BAZI ESER METAL İYONLARININ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRİK TAYİNLERİ ÖNCESİ KATI FAZ EKSTRAKSİYONLARI

NARİN İbrahim Niğde Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Anabilim Dalı

Danışman : Prof. Dr. Kadriye KAYAKIRILMAZ Ortak Danışman : Doç. Dr. Mustafa SOYLAK

Mart 2002, 158 sayfa

Bu çalışmada, altı elementin (nikel(II), kadmiyum(II), kobalt(II), bakır(II), kurşun(II) ve krom(III)), alevli AAS ile tayinleri öncesi Amberlite XAD-16-PAN şelat reçinesi dolgulu mini kolonda zenginleştirilmesini esas alan yeni bir yöntem geliştirildi. Yeni sentezlenen şelat reçinesi Amberlite XAD-16 reçinesine 1-(2-piridilazo)-2-naftol (PAN) kimyasal olarak bağlanmasıyla sentezlendi. Sentezlenen şelat reçinesi; FTIR, elementel analiz, termogravimetrik analiz ve taramalı elektron mikroskop yöntemleri ile karakterize edildi. Yöntemin optimizasyonu; örnek gözetlisinin pH'sı, reçine miktarı, örnek hacmi ve yabancı iyon etkileri gibi çeşitli analitik parametreler araştırılarak yapıldı. Geliştirilen yöntem Niğde iliinden toplanan çeşme suyu örneklerine uygulandı. Tezin ikinci bölümünde, krom (III) ve krom (VI) türlemesi için yeni bir yöntem geliştirildi. Geliştirilen yöntemin esasını Cr(VI)-APDC selatinin Amborsorb 563 reçinesi dolgulu mini kolonda tutunması oluşturmaktadır. Krom (III) iyonları H₂O₂ ile krom (VI)ya yükseltgendikten sonra, geliştirilen yöntem uygulanarak toplam krom miktarları tayin edildi. Krom(III) düzeyleri, toplam kromdan krom(VI) iyonları çıkartılarak hesaplandı. Kantitatif krom türlemesi için örnek gözetlisinin pH'sı, ligand miktarı, örnek hacmi gibi analitik parametreler araştırıldı. Geri kazanım değerleri % 95 'den fazla bulundu. Doğal suların ana bileşen iyonları ve bazı metal iyonlarının yöntem bozucu etkilerinin olmadığı belirlendi. Gözlenebilir sınır Cr(VI) için 2,70 (µg/L olarak bulundu(3 an.)). Önerilen metod Bor Deri Sanayi bölgesinden toplanan deri atık suyunun krom türlemesine başarıyla uygulandı. III

Anahtar Sözcükler : Selat Reçinesi, Amberlite XAD-16, Türleme, Krom, Katı Faz Ekstraksiyonu, Atık Su Analizi, APDC, Zenginleştirme IV

SUMMARY

SOLID PHASE EXTRACTION PRIOR TO ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY DETERMINATION OF SOME TRACE METAL IONS

NARİN İbrahim Niğde University Graduate School of Natural and Applied Sciences Department of Chemistry

Supervisor : Prof. Dr. Kadriye KAYAKIRILMAZ Co-Advisor : Doç. Dr. Mustafa SOYLAK

March 2002, 158 pages

In this study, a new method based on enrichment of six elements was developed on a column filled with Amberlite XAD-16-PAN chelating resin before their determinations by flame AAS. A new chelating resin was synthesized by coupling Amberlite XAD-16 resin with 1-(2-pyridylazo)-2-naphthol through an azo spacer. The synthesized chelating resin was characterized by IR spectra, elemental analyses, thermogravimetric analysis and scanning electron microscope techniques. To optimize the method, the effects of various analytical parameters such as pH of sample solutions, amount of resin, volume of sample and diverse ions were investigated. The method was applied to tap water samples collected from Niğde. In the second part of the thesis, a simple method has been established for speciation of chromium (III) and chromium (VI). The method is based on the solid phase extraction of the Cr(VI)-APDC chelate on the Amborsorb 563 carbonaceous resin filled mini column. After oxidation of chromium (III) to chromium(VI) by using hydrogen peroxide, the method was applied to the determination of total chromium. The level of chromium (III) is calculated by difference of total chromium and chromium (VI) concentrations. The influence of analytical parameters including pH, amounts of reagents, sample volume on the quantitative speciation values of chromium were investigated. Recoveries of more than % 95 were found. No interferences due to major components of the natural waters samples and some metal ions were observed. The detection limit based on the 3σ criterion was 2,70 µg/L for chromium (VI). The presented method was applied for the speciation of V chromium in the tannery wastewater samples from Bor Organized Industrial Region-Niğde with satisfactory result.

Key Words: Chelating Resin, Amberlite XAD-16, Speciation, Chromium, Solid Phase Extraction, Waste Water Analysis, APDC, Enrichment VI