

**T.C.  
EGE ÜNİVERSİTESİ  
FEN FAKÜLTESİ  
KİMYA BÖLÜMÜ**

**MİKRODALGA, UV VE HOT PLATE İLE  
BOZUNDURULMUŞ SİRKE ÖRNEKLERİNDE  
KADMIYUM, KURŞUN VE BAKIR İÇERİĞİNİN  
POTANSİYOMETRİK SIYIRMA ANALİZİ İLE  
İNCELENMESİ**

**Danışman: Doç. Dr. H. İsmet GÖKÇEL**

**Hazırlayan: Ebru TOSCALI, M. Hilmi EREN**

**İZMİR  
Haziran, 2004**



**Diploma Çalışması Sınav Sonuç Formu**

**Ebru TOSCALI ve M. Hilmi EREN**, tarafından **Doç. Dr. H. İsmet GÖKÇEL** yönetiminde hazırlanan **“MİKRODALGA, UV VE HOT PLATE İLE BOZUNDURULMUŞ SİRKE ÖRNEKLERİNDE KADMİYUM, KURŞUN VE BAKIR İÇERİĞİNİN POTANSİYOMETRİK SIYIRMA ANALİZİ İLE İNCELENMESİ”** başlıklı tez tarafımızdan okunmuş, kapsamı ve niteliği açısından Diploma Çalışması olarak kabul edilmiştir.

22.06.2004

.....

**Danışman**

**Doç. Dr. H. İsmet GÖKÇEL**

**Prof Dr. Hüseyin TURAL**

**Doç. Dr. F. Nil ERTAŞ**



## ÖZET

Sirke örneklerinde iz düzeyde bulunan kadmiyum, kurşun ve bakırın Potansiyometrik Sıyırma yöntemi ile eş zamanlı analizi yapılmaya çalışılmıştır. Sirkede bulunan organik maddeler bu metalleri bağladığı için bozundurma işleminin analiz sonuçlarına olası etkileri araştırılmıştır. Bu amaçla üç farklı bozundurma tekniği (Mikrodalga, UV ve Hot Plate) ile bozundurulmuş sirke örnekleri ve bozundurma işlemi uygulanmamış sirke örnekleri analizlenerek, sonuçlar karşılaştırılmıştır. Potansiyometrik sıyırma analizi sonuçlarına biriktirme potansiyeli, pH, sıcaklık, civa derişimi, önderiştirme süreleri, elektrot dönme hızı ve örnek derişimi gibi bir çok parametre etki etmektedir. Bunlardan kimileri incelenmiş ve benzer işlem görmüş örnekler İndüktif Eşleşmiş Plazma Spektroskopisi ile (ICP) de analizlenerek elde edilen sonuçlar karşılaştırılmıştır.

**Anahtar Sözcükler:** Mikrodalga bozundurma, örnek hazırlama, sirke analizi, potansiyometrik sıyırma analizi, ağır metal analizi



## ÖNSÖZ

Potansiyometrik Sıyırma Analizinin doğal örneklere uygulanması ile ilgili bu çalışmamızda bizi bilgileri, önerileri ve yakın ilgileri ile sürekli destekleyen, çalışma ve araştırma gücümüzü arttıran, bilimsel çalışmayı bize sevdiren danışmanımız Doç. Dr. H.İsmet GÖKÇEL'e teşekkür ediyoruz.

Yorumları ve çözümleriyle katkıda bulunan Doç. Dr. F. Nil ERTAŞ'a, çalışmamıza olan büyük desteklerinden dolayı Eksper Laboratuvar Endüstriyel ve Kimyasal Ürünler Şirketinden Kaan KARAMANOĞLU'na, Tariş AR-GE biriminden Birgül (KESEBİR) ŞAKİROĞLU'na, araştırmamız boyunca bizim yanımızda olan ve çalışmamıza büyük katkısı olan Yüksek Lisans Öğrencisi Didem GİRAY'a ve bizi her zaman destekleyen ailelerimize teşekkür ediyoruz.

2004, Bornova

Ebru TOSCALI & M. Hilmi EREN





# İÇİNDEKİLER

ÖZET .....	V
ÖNSÖZ .....	VII
İÇİNDEKİLER .....	IX
ŞEKİL LİSTESİ.....	XI
TABLO LİSTESİ.....	XIV

## Bölüm 1

### GİRİŞ

1.1. İz Metal Analizi .....	1
1.1.1. Ağır Metaller ve Etkileri .....	2
1.1.2. Kadmiyum.....	4
1.1.3. Kurşun .....	6
1.1.4. Bakır .....	7
1.1.5. Sirkede Kadmiyum, Kurşun ve Bakır .....	9
1.2. Örnek Hazırlama Teknikleri .....	10
1.2.1. UV Bozundurma .....	12
1.2.2. Mikrodalga Bozundurma .....	13
1.2.2.1. Tarihi Gelişimi .....	13
1.2.2.2. Kuramsal Bilgi .....	15
1.2.2.3. Bozundurmada Kullanılan Asitler ve Matriks Etkileri.....	19
1.3. Voltammetri .....	21
1.3.1. Voltammetri ve Elektrokimyasal Olaylar .....	23
1.3.1.1. Elektriksel Çift Tabaka ve Polarlanma Olayları.....	23
1.3.1.2. Elektroda Kütle Taşınması ve İyonik Mobilite .....	28
1.3.2. Voltammetride Kullanılan Elektrotlar.....	31
1.3.3. Potansiyometrik Sıyırma Analizi .....	34
1.4. İndüktif Eşleşmiş Plazma Emisyon Spektroskopisi.....	41
1.5. Çalışmanın Kaynakçadaki Yeri ve Amacı.....	45

## **Bölüm 2**

### **DENEYSEL KESİM**

2.1. Reaktifler ve Çözeltiler.....	47
2.2. Cihazlar.....	47
2.3. İşlem .....	49

## **Bölüm 3**

### **BULGULAR ve TARTIŞMA**

3.1. Mikrodalga İle Bozundurulmuş Sirke Örneklerinin Analizleri .....	52
3.1.1. ICP Ölçümleri.....	52
3.1.2. PSA Ölçümleri.....	52
3.2. UV İle Bozundurulmuş Sirke Örneklerinin Analizleri .....	54
3.2.1. ICP Ölçümleri.....	54
3.2.2. PSA Ölçümleri.....	55
3.3. Hot Plate Yöntemi İle Bozundurulmuş Sirke Örneklerinin Analizi .....	57
3.4. Bozundurma İşlemi Uygulanmamış Sirke Örneklerinin Analizleri .....	58
3.4.1. ICP Ölçümleri.....	58
3.4.2. PSA Ölçümleri.....	59

## **Bölüm 4**

### **SONUÇ**

<b>KAYNAKLAR.....</b>	<b>65</b>
-----------------------	-----------

#### **EKLER**

EK 1 Mikrodalga Bozundurma Programı .....	66
EK 2 PSA İle Yapılan Analizin Programı.....	67
EK 3 Ölçüm Sonuçlarının Hesaplanmasına İlişkin Örnek.....	68

## ŞEKİL LİSTESİ

Şekil 1.1. Ağır Metallerin Etkilerinin Derişimle Deęişimi .....	3
Şekil 1.2. Sirke Örnekleri .....	9
Şekil 1.3. Analizde Harcanan Sürenin Daęılımı .....	10
Şekil 1.4. Analizde Yapılan Hataların Daęılımı .....	11
Şekil 1.5. Örnek Hazırlamanın Önemi Hakkındaki Görüşler .....	11
Şekil 1.6. UV Bozundurma Cihazı.....	12
Şekil 1.7. Mikrodalga ve Hot Plate Bozundurma Sürelerinin Farklı Yöntemlerle Karşılaştırması .....	14
Şekil 1.8. Mikrodalga Bozundurma Fırını.....	15
Şekil 1.9. Buffalo Nehri Çökeltisinin Mikrodalga Bozundurma Grafięi .....	17
Şekil 1.10. Elektromanyetik Işının Elektriksel ve Manyetik Alanı.....	17
Şekil 1.11. Elektromanyetik Işının Dalga boyu ve Maddeyle Etkileşim Türleri	18
Şekil 1.12. Voltammetrik Analiz Cihazı .....	21
Şekil 1.13. Elektriksel Çift Tabaka Modelleri.....	24
Şekil 1.14. Elektrot Potansiyelinin Uzaklık İle Deęişimi .....	25
Şekil 1.15. Nernst Diffüzyon Tabakası ve Derişim Deęişimi .....	27
Şekil 1.16. İyonların Rölaksasyon Etkisi .....	29
Şekil 1.17. Diffüzyon Olayının Grafikselsel Gösterimi .....	30
Şekil 1.18. Karşılaştırma Elektrotları .....	33
Şekil 1.19. Karşılaştırma Elektrotlarının Potansiyellerinin Sıcaklıkla Deęişimi .	34
Şekil 1.20. Voltammetride Kullanılan Elektrotlar.....	35
Şekil 1.21. Potansiyometrik Sıyırma Analizinde Elde Edilen Pikler(Çizim).....	35
Şekil 1.22. Potansiyometrik Sıyırma Analizinde Standart Katma Yöntemi İle Elde Edilen Pikler(Çizim).....	36
Şekil 1.23. Çalışma Potansiyelinin Belirlenmesi İçin Oluşturulan Grafik.....	38
Şekil 1.24. Uyarılmış Bir Atom Veya İyonun Işın Yayması.....	41
Şekil 1.25. İndüktif Eşleşmiş Plazma Emisyon Spektroskopisi (ICP-OES) Cihazının Temel Bileşenleri .....	41

Şekil 1.26. ICP’de Plazma Oluşum Aşamaları: A) Argon gazı verilmesi, B) Radyo frekans uygulanması, C) Kıvılcımla ilk serbest elektronların oluşması, D) Radyo frekans etkisiyle elektron artması ve plazma oluşumu, E) Örneğin plazmaya gönderilmesi .....	42
Şekil 1.27. Plazmanın Yapısı .....	43
Şekil 1.28. ICP’ de Plazmanın Görünümü .....	44
Şekil 1.29. ICP’de Belirtme Sınırları .....	45
Şekil 2.1 Analizin Yapıldığı Voltammetri Cihazı .....	48
Şekil 2.2 UV Bozundurma Yapıldığı Cihaz .....	48
Şekil 2.3. Potansiyometrik Sıyırma Analizinde Kullanılan Elektrotlar ve Hücrenin Görünümü .....	50
Şekil 3.1. Beş Farklı Derişimdeki Kadmiyum, Kurşun ve Bakır Karışımına İlişkin Pikler. 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	51
Şekil 3.2. Mikroalga Bozundurma Yöntemi İle Bozundurulmuş A Sirkesi İçin PSA Pikleri (Cd piki genişletilmiş skala ile de verilmiştir.) 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb	53
Şekil 3.3. Mikroalga Yöntemi İle Bozundurulmuş B Sirkesi İçin PSA Pikleri (Cd piki genişletilmiş skala ile verilmiştir) 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	53
Şekil 3.4. UV Bozundurulmuş A Sirkesine Ait Kadmiyum, Kurşun ve Bakırın PSA Pikleri. 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	55

Şekil 3.5. UV Bozundurulmuş B Sirkesine Ait Kadmiyum, Kurşun ve Bakırın PSA Pikleri. 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	56
Şekil 3.6. Kadmiyum, Kurşun ve Bakır İçin Standart Katma Kalibrasyon Grafikleri.....	56
Şekil 3.7. Hot Plate Yöntemi ile Bozundurulmuş A Sirkesi PSA Pikleri 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	57
Şekil 3.8. Hot Plate Yöntemi ile Bozundurulmuş B Sirkesi PSA Pikleri 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	58
Şekil 3.9. UV Bozundurulmuş ve Bozundurma İşlemi Yapılmamış B Sirkesinin ICP’de Yapılan Analiz Sonuçlarının Karşılaştırılması. ....	59
Şekil 3.10. Bozundurma İşlemi Yapılmamış A Sirkesi İçin PSA Pikleri (Cd piki genişletilmiş skala ile de verilmiştir.). 1)Zemin 2)6,24 ppb Cd ve Pb 3)12,19 ppb Cd ve Pb 4)17,86 ppb Cd ve Pb 5) 23,27 ppb Cd ve Pb 6) 28,44 ppb Cd ve Pb .....	60
Şekil 3.11. A Sirkesindeki Kurşun Analizine Bozundurma Yöntemlerinin Etkisinin PSA’da Karşılaştırılması .....	61

## TABLO LİSTESİ

Tablo 1.1. Temel Endüstrilerden Atılan Metal Türleri .....	3
Tablo 1.2. Florida Topraklarındaki Elementlerin Üç farklı Bozundurma Yöntemine Göre Analiz Sonuçları (mg/kg) .....	16
Tablo 1.3. Mikrodalga İle Bozundurulmuş Buffalo Nehri Çökeltisinin Analiz Sonucu ve Sertifikalı Değerleri.....	16
Tablo 1.4. Bazı Materyallerin Mikrodalga Işını Absorplama Değerleri .....	19
Tablo 1.5. Bazı Voltammetrik Analizlere Ait Belirtme Alt Sınırları.....	22
Tablo 1.6. İyonların Elektriksel Alandaki Hızlarının Derişimle Değişimi .....	29
Tablo 1.7. Karşılaştırma Elektrotlarının Potansiyellerinin (Standart Hidrojen Elektroduna karşı) Sıcaklıkla ve Derişimle Değişimi .....	33
Tablo 1.8. Metallerin Atomik Çözünürlüğü ve Cıva İçinde Diffüzyon Katsayıları	37
Tablo 1.9. İntermetalik Bileşikler .....	40
Tablo 3.1. Mikrodalga Bozundurulmuş A ve B Sirkesi İçin ICP'de Analiz Sonuçları. ....	52
Tablo 3.2. Mikrodalga Bozundurulmuş A ve B Sirkesi İçin PSA'da Analiz Sonuçları. ....	54
Tablo 3.3. UV Bozundurulmuş B Sirkesi İçin ICP'de Analiz Sonuçları. ....	54
Tablo 3.4. UV Bozundurulmuş A ve B Sirkesi İçin PSA'da Analiz Sonuçları. ....	57
Tablo 3.5. Hot Plate Yöntemi İle Bozundurulmuş A ve B Sirkesi İçin PSA'da Analiz Sonuçları. ....	58
Tablo 3.6. Bozundurma İşlemi Uygulanmamış A ve B Sirkesi İçin ICP'de Analiz Sonuçları.....	59
Tablo 3.7. Bozundurma İşlemi Uygulanmamış A Sirkesi İçin PSA'da Analiz Sonuçları.....	60