

The Removal of Cd from Aqueous Solution Using Sorbents Almont Shell Immobilized On Amberlite XAD-4

*¹İbrahim Teğin and ¹Selma Akdeniz

*¹Faculty of Science and Art, Department of Chemistry, Siirt University, Turkey

Abstract

In this study, sorbents as almont shell with Amberlite XAD-4 immobilized on polymers of Cd (II) ion was investigated conditions of enrichment by solid phase extraction method. The effect of the recovery yield of the ambient pH, eluent type and concentration, solution flow rate, the effect of solution volume, salt effect, column repeatability, examined the application of certified reference material and environmental samples. Improved method has provided 10 times enrichment for Cd. Under optimum conditions, Cd recovery yield was found to be $98.50 \pm 3.89\%$ for the 95% confidence level. Besides, the relative standard deviation of Cd was found to be 3.21% for 3 repeat experiments.

Key words: Amberlite XAD-4, solid phase extraction, trace element

Amberlit XAD-4 Polimerinin Biyosorbent Katkı Malzemesi Badem Kabuğu Kullanılarak Sulu Çözeltiden Cd Giderilmesi

Özet

Bu çalışmada, biyosorbent olarak badem kabuğu ile immobilize edilmiş amberlit XAD-4 polimerinin üzerine Cd(II) iyonlarının katı faz özütleme yöntemi ile zenginleştirilme şartları araştırıldı. Çalışılan metal iyonunun geri kazanma verimine ortamın pH'ı, elüent türü ve derişimi, çözelti akış hızı, çözelti hacminin etkisi, tuz etkisi, kolonun tekrarlanabilirliği, sertifikalı referans madde ve çevre örneklerine uygulanması incelendi. Geliştirilen yöntem ile Cd için 40 kat zenginleşme gerçekleştirildi. Optimum şartlarda, % 95 güven seviyesinde Cd geri kazanım verimi % $98,87 \pm 3,85$ olarak bulunmuştur. Ayrıca % 95 güven seviyesinde, 3 tekrar deneyi için % bağıl standart sapma değeri Cd için % 3,21 olarak bulunmuştur.

Anahtar Kelimeler: Amberlit XAD-4, solid faz ekstraksiyonu, eser element

1. Giriş

Gelişen dünyada ağır metal kirliliği, halk sağlığı ve doğal hayat için önemli bir risk olup her geçen gün kapsamı genişleyip, etkileri artmaktadır. Bu elementlerin çok düşük miktarlarda var olması bile çevre ve insan sağlığı için önemliyken, fazla miktarlarının akut ve kronik zehirlenmeye neden olduğu bilinmektedir [1].

Çevrede ve atmosferde bulunan eser elementler, girdikleri tepkimeler sonucu, gösterdikleri zararlı

*Corresponding author: Address: Faculty of Science and Art, Department of Chemistry Siirt University, 56100, Siirt TURKEY. E-mail address: Ibrahim.tegin@siirt.edu.tr, Phone: +904842542073/2595

etkiler nedeniyle günümüzde birinci derecede kirleticiler arasında bulunmaktadır. Bu sorunlar ekolojik çevrede yaşayan canlıların sağlığını tehdit ederek gelecek kuşakları da etkileyecek duruma gelmektedir. İşte bu yüzden eser elementlerin çevre ve insan sağlığı açısından tayini oldukça önemlidir. Canlılar için hayati öneme sahip bir element, çevre kirliliğinin artması sonucu vücuda biraz yüksek dozda alınması durumunda canlıların besin zincirine girerek organizma üzerinde toksik etki yapabilmektedir. Mesela demir, bakır, mangan, çinko, krom gibi elementler canlılar için gereklidir [2].

Ağır metallerin analizinde yaygın olarak Alevli atomik Absorpsiyon spektroskopisi, elektrotermal atomik absorpsiyon spektroskopisi, İndüktif eşleşmiş plazma-optik emisyon spektroskopisi ve indüktif eşleşmiş plazma-kütle spektroskopisi gibi analitik teknikler kullanılmaktadır.

Bu çalışmanın amacı, biyosorbentlerle ile modifiye edilmiş Amberlit XAD-4'ü katı faz özütleme yönteminde adsorban olarak kullanılarak eser düzeydeki Cd(II) iyonunun zenginleştirme şartlarını araştırmaktır. Çalışılan metal iyonların geri kazanma verimine ortamın pH'ı, elüent türü ve derişimi, çözelti akış hızı, çözelti hacminin etkisi, tuz etkisi, kolonun tekrarlanabilirliği, sertifikalı referans madde (Aquatic Plant Sample) ve çevre örneklerine uygulanması incelendi.

2. Materyal ve Metot

2.1. Kullanılan Aletler ve Çalışma Koşulları

Metal iyonlarının konsantrasyonunu belirlemek için Perkin Elmer AAnalyst 700 markalı Atomik Absorpsiyon Spektrometresi kullanıldı. pH ölçümleri için HANNA Instruments HI 2211 Ph/ORP Meter markalı pH metre kullanıldı. Çözeltiyi kolon üzerinden geçirmek için Watson Marlow 120 S markalı peristaltik pompa kullanıldı. Çalışma suresince çapı 1cm ve boyu 10 cm (1.0 cm x 10 cm) filtrasyon kolonları kullanıldı. Atomik absorpsiyon spektrofotometrenin çalışma koşulları ve çalışmada yer alan analitin analitiksel karakteristikleri Tablo 1 ve Tablo 2'de özetlendiği gibidir.

Tablo 1. Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresinin Çalışma Koşulları

Cd ²⁺	
Dalga Boyu (nm)	228,8-326,1
Asetilen Akış Hızı (L/dakika)	1,8
Bağlı Gürültü	0,9-1,0
Konsantrasyon (mg/L)	0,028-11

Tablo 2. Çalışmada Yer Alan Analitin Analitiksel Karakteristikleri

Metot	Element	Lineer Aralık	Slope	İntercept	R2	Regresyon Eşitliği
AAS	Cd ²⁺	0,028-11	0,09157	0,001137	0,9975	A=0,1841+0,0023

A= Absorbans, BSS=Bağlı Standart Sapma, C=Konsantrasyon

Çalışma süresince kadmiyum çözeltileri günlük olarak, stok standart çözeltilerinden (Merck, 1000 mg/L) seyreltilerek hazırlandı. BCR-670 Aquatic Plant Sample sertifikalı standart referans madde

(SRM) örneği Berghof Speed Wave mikrodalga örnek çözücü sistemi kullanılarak çözünürleştirildi.

Eser metallerin tayininde kimyasal kirlenme ve analit kayıpları analit derişimini deęiřtiren önemli faktörlerdendir. Laboratuvar çevresindeki tozlar, reaktiflerin saflığı ve örneklerin temasta olduęu laboratuvar malzemeleri potansiyel kirlenme kaynaklarıdır. Sıvı örnekler hazırlanırken, katıların çözülmesi için kullanılan reaktiflerden ve kap çeperlerinden kirlilik gelebilir ve dolayısıyla eser metal ölçümlerinde pozitif hatalar olabilir. Bu yüzden kullanılan laboratuvar malzemeleri kullanılmadan önce temizlendi ve kurutuldu. Çalışmalarda kullanılan cam malzemeler sırasıyla deterjan, çeşme suyu, 1:1 HNO₃, çeşme suyu, 1:1 HCl, çeşme suyu ve son olarak deiyonize su ile iyice yıkandı [3]. Durulandıktan sonra etüvde kurutulup işleme hazır hale getirildi.

2.2. Adsorbentin Hazırlanması

Amberlit XAD-4 kopolimerleri, farklı monomerler kullanılarak elde edilen geniş yüzey alanına sahip bir polimer çeşididir. Bu polimerler, sert ve deęişmeyen gözeneklere sahiptir. Organik çözücülere, asit ve bazik ortamlara karşı dayanıklıdır. Deneyde kullanılan Amberlit XAD-4 polimerinin ortalama yüzey alanı 780 m²/g ve gözenek çapı 5 nm, polistiren–divinilbenzen kopolimeri olup apolar özelliğine sahiptir. Bu polimer Sigma Aldrich firmasından temin edilmiştir. Kolonlarda kullanmak üzere yaklaşık 50 g Amberlit XAD-4 alınarak sırasıyla etanol, 4 M HCl ve saf su içinde 60 dakika süreyle temasta tutuldu. Daha sonra yıkayıp 105 °C’da kuruyana kadar etüvde bekletildi. Kurutulan Amberlit XAD-4 polimeri daha sonraki çalışmalarda kullanılmak üzere polietilen şişelerde muhafaza altına alındı.

2.3. Biyosorbentin Hazırlanması

Biyosorbent olarak kullanılan Badem kabuęu memert markalı öğütücüde öğütüldü. Bu öğütülme aşamaları -60 mesh boyutuna gelinceye kadar devam ettirildi. Daha sonra biyosorbent destile su ile yıkandıktan sonra etüvde kurutulup -60 mesh boyutuna gelecek şekilde havanda öğütüldü. Bu şekilde biyosorbente bulunan safsızlıklar uzaklaştırıldı.

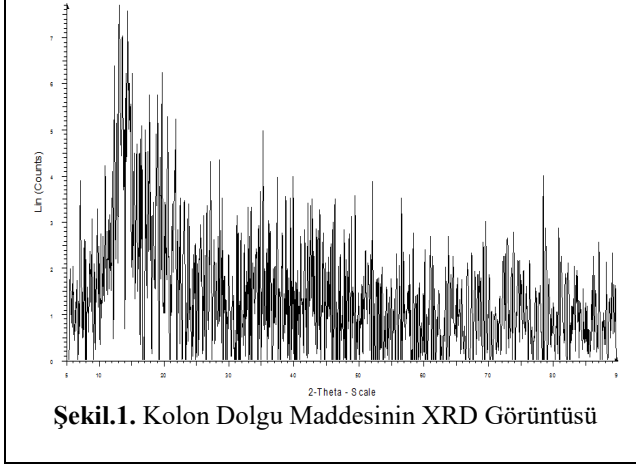
2.4.SPE Kolonunun Hazırlanması

Biyosorbent olarak kullanılan Badem kabuęu memert markalı öğütücüde öğütüldü. Bu öğütülme aşamaları -60 mesh boyutuna gelinceye kadar devam ettirildi. Daha sonra biyosorbent destile su ile yıkandıktan sonra etüvde kurutulup -60 mesh boyutuna gelecek şekilde havanda öğütüldü. Daha sonra Cd için, 0.250 g Badem kabuęu + 1.00g Amberlit XAD-4 ve 10 mL saf su ile manyetik karıştırıcıda 60 dakika boyunca IKA Werke RT-10P markalı manyetik karıştırıcıyla karıştırıldı. Elde edilen karışım etüvde kurutuldu. Kurutulan karışım tekrar havanda öğütülüp -60 mesh boyutuna getirildi. Hazırlanan karışım çapı 1 cm ve boyu 10 cm olan SPE kolonlarına doldurulup deneyde kullanılmak üzere hazır hale getirildi.

2.5. Kolon Dolgu Materyalinin Karakterizasyonu

Kolon Dolgu Maddesinin XRD, SEM, FTIR, TGA ve BET analizi yapılmış ve görüntüler Şekil 1-

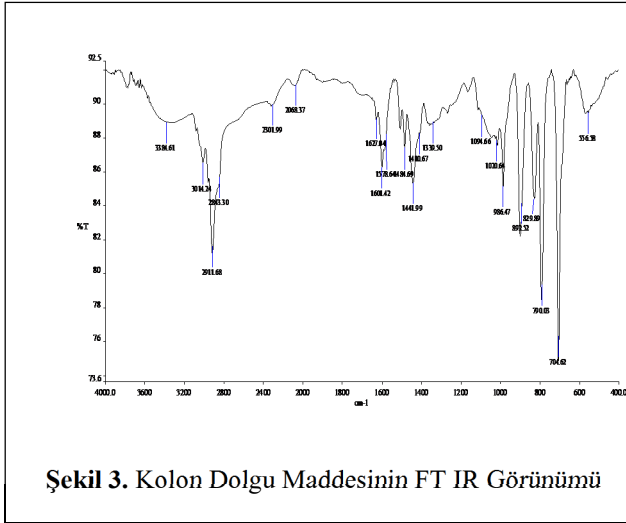
4 ve Tablo 3'te verilmiştir.



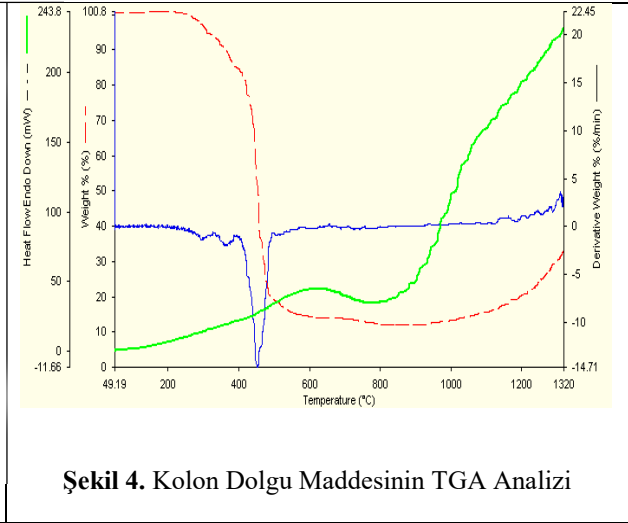
Şekil.1. Kolon Dolgu Maddesinin XRD Görüntüsü



Şekil.2. Kolon Dolgu Maddesinin SEM Görüntüsü



Şekil 3. Kolon Dolgu Maddesinin FT IR Görünümü



Şekil 4. Kolon Dolgu Maddesinin TGA Analizi

Tablo 3. Kolon Dolgu Maddesinin BET Analizi

Yüzey Alanı

Tek Nokta Yüzey Alanı, P/Po = 0,349514807: 612.5222 m²/g

BET Yüzey Alanı: 396.9105 m²/g

Gözenek Hacmi

Az Gözenekli Tek Noktalı Adsorpsiyonda Toplam Gözenek Hacmi : 1185.563 Å

Az Gözenekli Tek Noktalı Adsorpsiyonda Toplam Genişlik P/Po = 0.983395574: 1.034915 cm³/g

Gözenek Boyutu

Adsorpsiyonun Ortalama Gözenek Genişliği (4V/A BET ile) :104.2970

Kadmium İyonu İçin Önderiştirme Prosedürü

Badem kabuğuna immobilize edilmiş amberlit XAD-4 ile dolgulu kolonlar çalışılacak pH'ya tampon çözeltiler yardımıyla ayarlanarak kolonların şartlanması sağlandı. Farklı derişimlerde Cd (II) içeren model çözelti akış hızı 3,05mL/dakika olacak şekilde kolondan geçirildi. Kolonlarda tutulan metal iyonu 1,5 M HNO₃ kullanarak, akış hızı 3,05mL/ dakika olacak şekilde elüe edildi.

2.6. Teori / Hesaplama

Eser analizde kullanılan zenginleştirme yöntemlerinin değerlendirilmesinde istenilen eser elementin ortamdaki ayrılmasının ölçüsü olan geri kazanma verimi, R'dir. Geri kazanma verimi aşağıdaki formül ile hesaplanır.

$$\%R = (Q / Q_0) \times 100$$

Burada;

Q₀: Numunede bulunan analiz elementinin derişimi,

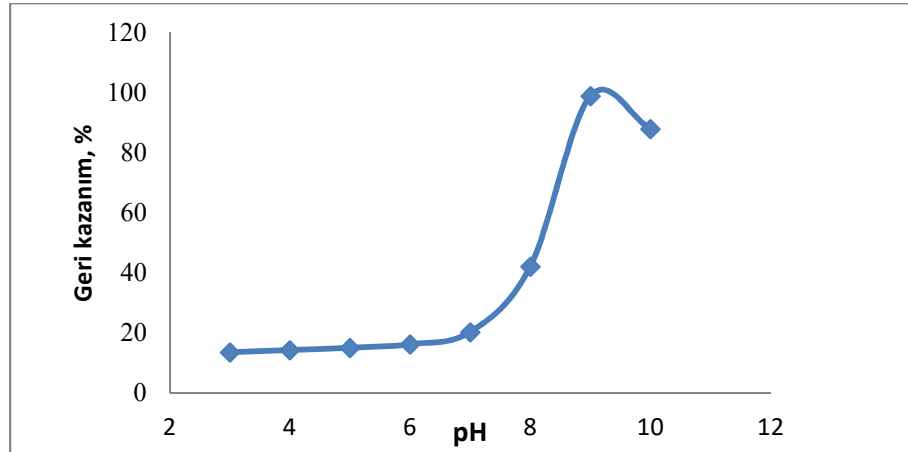
Q: Zenginleştirme sonrası analiz elementinin derişimi,

İdeal olan, R değerinin %100 olmasıdır. Ancak uygulamada % 99'dan daha büyük geri kazanma verimine ulaşmak her zaman mümkün değildir [4].

3. Sonuçlar

3.1. pH Etkisi

Bu aşamada 0,25g badem kabuğu ve 1,0 g Amberlite XAD-4'ten oluşan kolondan pH= 3,0-10,0 aralığında 2 ppm 50 mL Cd çözeltisi geçirildi. Sonuçlar şekil 5'te verilmiştir.

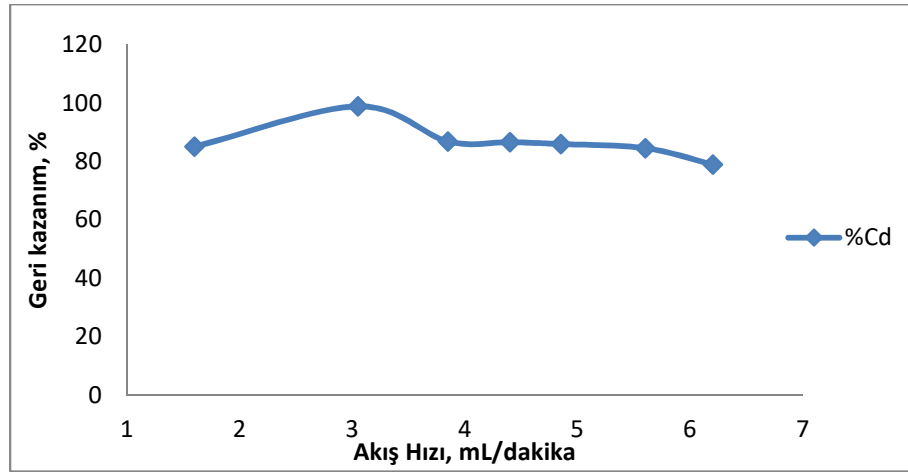


Şekil 5. Geri Kazanım Değerlerine pH Etkisi

Şekil 5 incelendiğinde, badem kabuğu için kadmiyum pH 9,0'da kantitatif olarak geri kazanıldığı görülmüştür. Bu verilerden yararlanılarak zenginleştirme çalışmamızda optimum geri kazanma veriminin en uygun pH değeri pH 9,0 olarak seçilmiştir. Bundan sonra yapılacak badem çalışmalarında kadmiyum için optimum pH 9,0 üzerinden devam edilmesi uygun görülmüştür.

3.2. Örnek Akış Hızı Etkisi

Örnek akış hızının geri kazanma değerlerine etkisini incelemek amacıyla Badem kabuğuna immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımından geçirilen 50 mL hacmindeki Cd için akış hızı 1-7 mL/dakika aralığında olacak şekilde peristaltik pompa yardımıyla kolondan geçirildi. Elde edilen sonuçlar Şekil 6’da verilmiştir

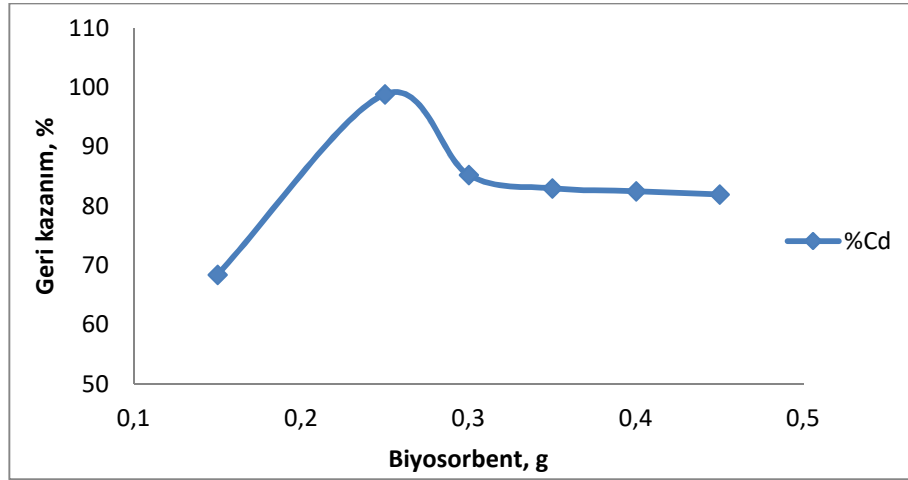


Şekil.6. Geri Kazanım Değerlerine Örnek Akış Hızının Etkisi

Şekil 6 incelendiğinde geri kazanma veriminin en iyi olduğu en yüksek akış hızı 3,05 mL/dakika olarak görülecektir.

3.3. Biyosorbent Etkisi

Biyosorbentin geri kazanma verimine etkisini incelemek için hazırlanan katı fazdan 0,150, 0,250, 0,300, 0,350, 0,400, 0,450 g biyosorbent tartılarak belli aşamalar uygulanıp badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımları kolona yerleştirildi. Daha sonra hazırlanmış olan 2 ppm Cd pH 9,0’da 3,05 mL/dakika akış hızıyla geçirildi. Sonra, biyosorbentte tutunan analit, 5 mL 0,5 M HCl kolondan geçirilerek geri alındı. Daha sonra geri alınan çözeltideki metal iyonları AAS ile tayin edildi. Elde edilen sonuçlar Şekil 7’de verilmiştir.

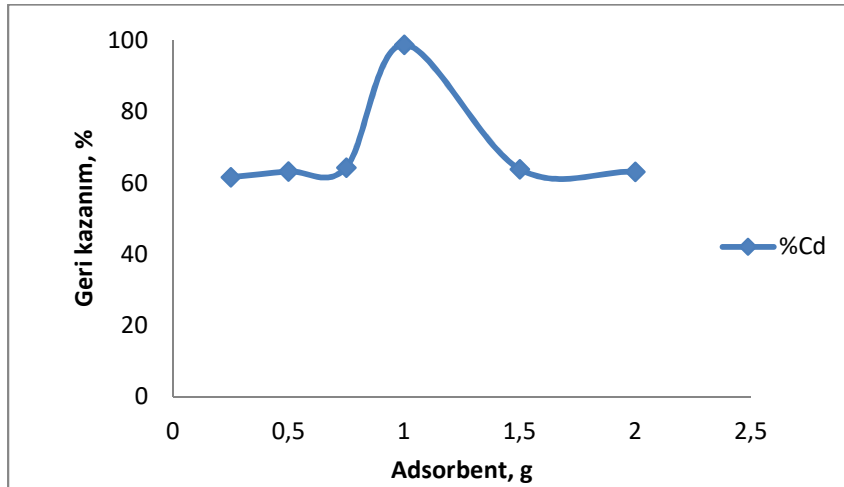


Şekil7. Geri Kazanım Değerlerine Biyosorbent Etkisi

Şekil 9 incelendiğinde Cd için optimum biyosorbent miktarı 0,25 gram olarak tespit edilmiştir.

3.4. Adsorbent Etkisi

Adsorbentin geri kazanma verimine etkisini incelemek için hazırlanan katı fazdan fazdan biyosorbent olarak Badem kabuğu Cd için 0,25 gram alınıp 0,25, 0,50, 0,75, 1,0, 1,5, 2,0 gram adsorbent olarak kullandığımız Amberlit XAD-4 tartılarak herbiri için ayrı ayrı aşamalardan geçirilip hazırlanan karışım kolonlara yerleştirildi. Daha sonra hazırlanmış olan 2 ppm Cd en uygun pH'ya ayarlandı ve kolondan en uygun akış hızında geçirildi. Sonra, adsorbente tutunan analit, 5 mL 0,5 M HCl kolondan geçirilerek geri alındı. Daha sonra geri alınan çözeltideki metal iyonları AAS ile tayin edildi. Cd(II) geri kazanma verimine Amberlit XAD-4 ve badem kabuğu karışımında adsorbent etkisi Şekil 8'de verilmiştir.

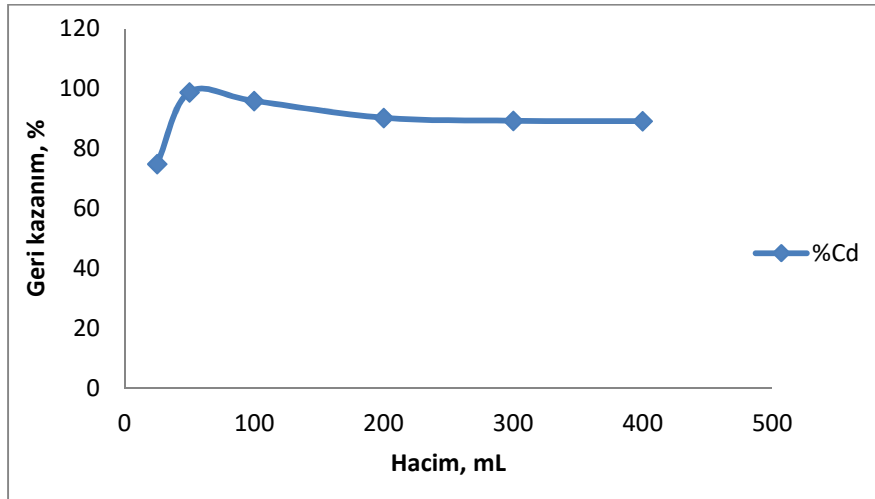


Şekil 8. Geri Kazanım Değerlerine Adsorbent Etkisi

Şekil 8 incelendiğinde Cd için optimum adsorbent 1,0 gram Amberlit XAD-4 olarak görülecektir.

3.5. Hacim Etkisi

Badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımından geçirilen örnek çözelti hacminin geri kazanım verimine etkisini araştırmak amacıyla, ayrı ayrı Cd(II) için 2ppm içeren çözeltilerden, 25, 50, 100, 200, 300, 400 mL'lik örnek çözeltileri hazırlanarak kolonlardan daha önce belirlenen en uygun şartlarda (Cd(II) için pH 9,0 , 3,05 mL/dakika akış hızı, 0,25 g badem kabuğu, 1,0 gram Amberlit XAD-4) geçirildi. Kolonda tutunan metal iyonu 5 mL 0,5 M HCl çözeltisi ile geri alındı. Geri alınan çözeltideki Cd(II) iyonları AAS ile tayin edildi. Çözelti hacminin çalışılan elementlerin geri kazanım verimine etkisi Şekil 9'da verilmiştir.



Şekil 9. Geri Kazanım Değerlerine Örnek Hacminin Etkisi

Şekil 9 incelendiğinde Cd için 50 mL hacim en uygun hacim olduğu görülmüştür.

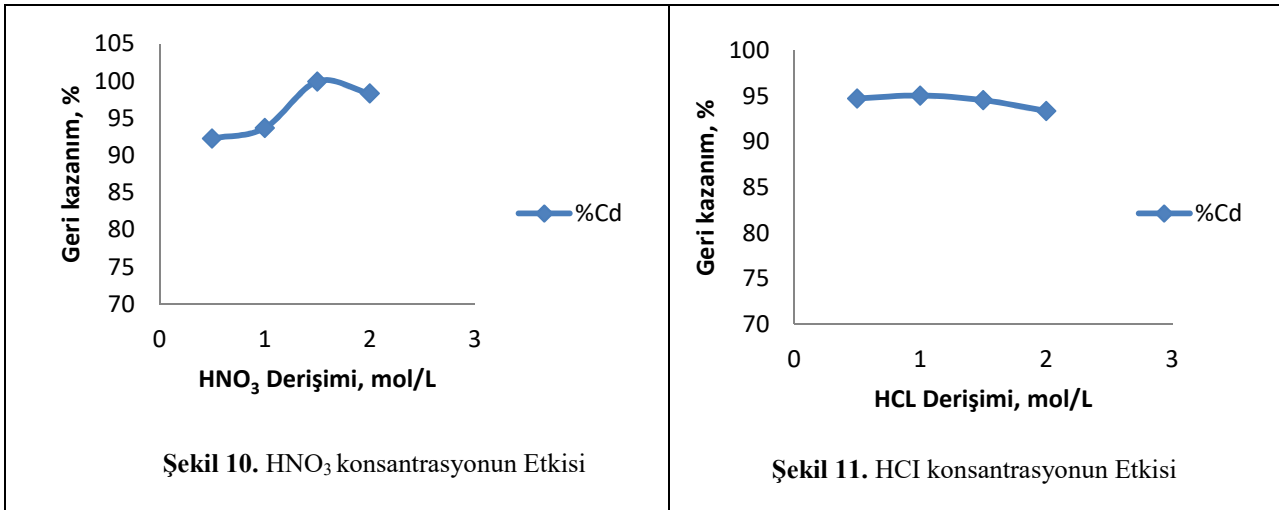
3.6. Elüent Türü ve Derişiminin Etkisi

Badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımından oluşan dolgulu kolonda tutunan Cd(II) iyonunun kantitatif olarak geri kazanılması için uygun bir elüe edicinin kullanılması gerekir. Bu amaç için pH 9,0, akış hızı 3,05 mL/dakika, 0,25 g badem kabuğu, 1,0 g Amberlit XAD-4, 50 mL hacmindeki örnek çözeltiler belirlenen şartlarda kolondan geçirilmiştir. Elüasyon işlemi için elüent türü derişimi ve hacmi Tablo 2'de verilmiştir. Elüasyon işleminde 0,5 M, 1,0 M, 1,5, 2,0 M HCl ve 0,5 M, 1,0 M, 1,5, 2,0 M HNO₃ ile geri kazanım değerlerinin kantitatif olmadığı gözlenirken çalışılan diğer konsantrasyon değerlerinde kantitatif sonuçlar elde edilmiştir. Cd(II)

iyonu için pH 9,0’da geri kazanma verimine elüent türü, derişimin etkisinin incelenmesi için yapılan çalışmanın sonuçlarına göre, düşük hacim ve düşük konsantrasyonda, maksimum geri kazanma veriminin sağlandığı asit çözeltisi Cd için 5 mL 1,5M HNO₃ olarak belirlenmiştir. Sonuçlar Tablo 4’te ve Şekil 10-11’de verilmiştir.

Tablo 4. Elüent Tipi ve Miktarının Geri Kazanıma Etkisi

Elüasyon Çözelti Türü	Elüasyon Derişimi (mol/L)	Çözelti Hacmi (mL)	Cd(II) Geri Kazanım Verimi (%)
HCl	0,5	5	92,30
	1,0	5	95,07
	1,5	5	94,56
	2,0	5	93,37
HNO ₃	0,5	5	92,27
	1,0	5	93,68
	1,5	5	98,35
	2,0	5	98,31



Tablo 4 ve Şekil 10-11 incelendiğinde en uygun elüentin Cd için 1,5 M HNO₃ olduğu görülmektedir.

3.7. Yabancı İyonların Etkisi

Gerçek örneklerde eser metallerin tayin edilmesi yabancı iyonların matriks etkisi yapmasından dolayı zorlaşmaktadır. Matriks etkisini incelemek için su örneklerinde yer alan Na⁺, Cl⁻, Mn²⁺, Mg²⁺, Ca²⁺, F⁻ iyonlarının Cd (II) analit iyonlarının geri kazanım değerlerine etkisi incelendi. Farklı

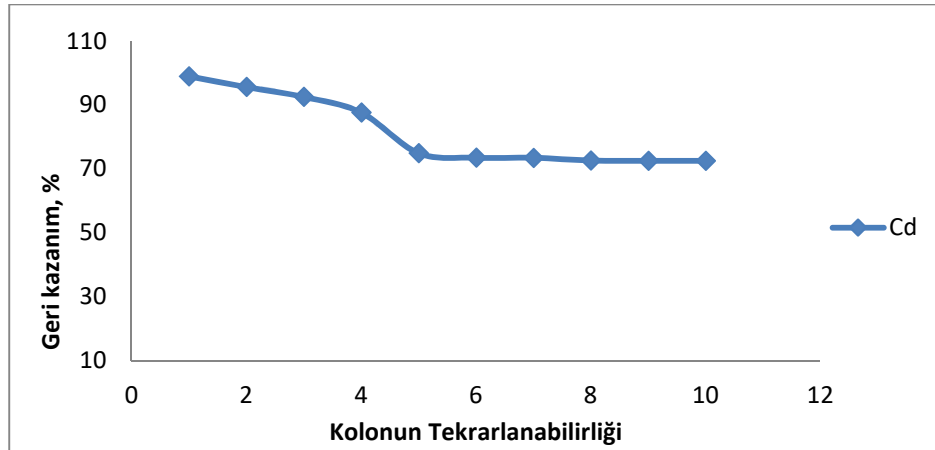
derişimlerde bu iyonların yer aldığı model çözeltilere geliştirilen yöntem uygulanıp geri kazanım değerleri incelendi. Elde edilen sonuçlar Tablo 5’te verilmiştir.

Tablo 5. Yabancı İyonların Geri Kazanıma Etkisi

İyon	Eklene Tuzu	Derişim (mg/L)	Cd(II) için Geri Kazanım, (%)
Na ⁺	NaCl	10000	98,84 ± 1,26
Cl ⁻	BaCl ₂ .H ₂ O	20	85,82 ± 1,96
Mn ²⁺	MnSO ₄ .H ₂ O	50	82,89 ± 1,78
Mg ²⁺	Mg(NO ₃) ₃ .6 H ₂ O	5000	85,69 ± 1,87
Ca ²⁺	CaCl ₂ .2H ₂ O	3000	83,50 ± 1,98
F ⁻	KF	1000	98,38 ± 1,65

3.8. Kolonun Tekrarlanabilirliği

Zenginleştirme çalışmalarında absorbanın tekrar kullanılabilirliği oldukça önemli bir faktördür. Bu amaçla 2ppm Cd çözeltisi hazırlandı. Hazırlanan bu çözelti daha önce belirlenen optimum koşullarda Badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 kolon dolgu maddesi için belirlenen optimum koşullarda Cd çözeltisi 10 defa geçirildi. Elde edilen sonuçlar Şekil 12’de verilmiştir.



Şekil 12. Kolonun Tekrarlanabilirliği

3.9. Yöntemin Kesinliği

Optimum zenginleştirme şartları belirlendikten sonra, geliştirilen yöntemin kesinliği incelenmiştir. Elde edilen sonuçlar Tablo 6’da verilmektedir.

Tablo 6. Kesinlik Sonuçları

Element	(%) $R \pm t s/\sqrt{N}$	% Bağıl Standart Sapma
Cd	$98,87 \pm 1,85$	3,21

% 95 Güven Seviyesinde N= 3 BSS: Bağıl Standart Sapma

3.10. Yöntemin Gerçek Numunelere Uygulanması

Yöntem Atık su, Musluk suyu, Van Gölü suyu, Tuz Kuyusu (Erbine) ve Bloris Suyu örneklerine uygulanmış olup elde edilen sonuçlar Tablo.7’de verilmektedir.

Tablo 7. Gerçek Numunelere Uygulama

Su Örneği	Cd için Geri Kazanım, %
Atık Su	T.E
Van Gölü suyu	T.E
Musluk Suyu	T.E
Erbine Suyu	T.E
Billoris Suyu	T.E

Sonuçlar % 95 güven seviyesi ile 3 ölçümün ortalamasıdır ($x \pm ts/\sqrt{N}$), T.E: Tespit Edilemedi.

3.11. Geliştirilen Yöntemin Sertifikalı Referans Standart Maddeye Uygulanması

Geliştirdiğimiz zenginleştirme metodunun doğruluğunu anlamak için yöntemimizi standart referans maddeye uyguladı.. Tartılan 0,535 g BCR-670 Aquatic Plant örneği üzerine 10 mL HNO₃ ve 2 mL H₂O₂ ilave edilip mikrodalga fırında çözünürleştirme işlemi yapıldı. Elde edilen çözelti optimum koşullarda kolondan geçirildi. Elde edilen sonuçlar, bulunan değerler ile sertifikalı değerlerin uyumlu olduğunu gösterdi kullanılarak AAS ile tayin edildi. Elde edilen sonuçlar Tablo 8’de verilmiştir.

Tablo 8. Sertifikalı Referans Maddede (BCR-670 Aquatic Plant Sample) Cd Analizi

Sertifikalı Referans Standart Madde	Cd ²⁺	
	Sertifikalı Değer	Bulunan Değer
BCR-670 Aquatic Plant	$75,50 \pm 2,50$	$73,70 \pm 2,30$

%95 güvenle 3 deęerin ortalamasıdır. $x \pm ts/\sqrt{N}$

3.12. Gözlenebilme Sınırı

Analit iyonlarının gözlenebilme sınırının tayini için 12 paralel kör örneğe geliştirilen yöntem uygulandı. Kör değerlerin standart sapmasının üç katı ve on katı esas alan gözlenebilme sınırı değerleri zenginleştirme faktörüne bölünerek hesaplandı. Çalışmaların sonuçları Tablo 9'da verilmiştir.

Tablo 9. Gözlenebilme Sınırı ve tayin sınırı

Element	LOD(ppb)	LOQ(ppb)
Cd(II)	5,1	17,2

4. Tartışma ve Sonuç

Bu çalışmada, biyosorbentlere immobilize edilmiş Amberlit XAD-4, polimerinin üzerinde Cd(II) iyonunun katı faz özütleme yöntemi ile zenginleştirilme şartları araştırıldı. Çalışılan metal iyonunun geri kazanma verimine örnek çözeltisinin ortamının pH'sının, elüent çözeltilerinin türü ve derişimi, çözelti akış hızının ve çözelti hacminin etkisi, tuz etkisi, referans madde etkisi ve kolonun tekrarlanabilirliği incelendi. Yapılan analizler sonucunda Badem kabuğuna immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımı için optimum koşullar Cd için: pH 9, Akış Hızı 3,05 mL/dakika, biyosorbent (badem kabuğu) 0,250 gram, adsorbent (Amberlit XAD-4) 1,00 gram, hacim 50 ml, elüent 1,5 M HNO₃ optimum koşulları belirlendi. Geliştirilen yöntem ile badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımında Cd için 10 kat zenginleşme gerçekleştirildi. Badem kabuğu immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımında Cd için gözlenebilme sınırı LOD değeri 5,1, LOQ değeri 17,2 olarak belirlendi. Yöntemin optimum şartlarda 3 tekrar deneyi için geri kazanma veriminin tekrarlanabilirliği (kesinliği), % 95 güven seviyesinde badem kabuğu için Cd $98,87 \pm 1,85$ olarak bulunmuştur. Ayrıca % 95 güven seviyesinde, 3 tekrar deneyi için % bağıl standart sapma değeri; badem kabuğuna immobilize edilmiş Amberlit XAD-4 karışımının Cd için %3,21 olarak bulunmuştur. Yöntemin kesinliği, çalışılan iyonlar için gözlenebilme sınırı, bilinen miktarda metal iyonları eklenerek ve Standart referans maddeler kullanılarak yöntemin doğruluğu belirlendi. Geliştirilen yöntem Çeşme Suyu, Atık Su, Van Gölü Suyu, Erbine Suyu, Billoris kaplıca suyu örneklerinde, çalışılan metal iyonların tayinine uygulandı. Ancak çevre örneklerinde kadmiyum iyonu tespit edilememiştir.

Teşekkür

Bu çalışma Siirt Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Birimi tarafından 2015-SİÜFEB-34 kodlu araştırma projesi ile desteklenmiştir.

Referanslar

- [1] Kaya, F.; Atakol, O.; Doğan, S. Katı Faz Ekstraksiyonu ile Bakır ve Nikelin Önderiştirilmesinde ONNO ve ONO Tipi Schiff Bazlarının Karşılaştırılması, SDU JOURNAL OF SCIENCE, 2014, 9, 176-185.

- [2] Aydın, F.A., Birlikte Çöktürme ve Katı Faz Özütlemesi ile Bazı Ağır Metal İyonlarının Zenginleştirilmeleri. Doktora Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kayseri, 2008.
- [3] Saraçođlu, S., Chromosorb-102 Reçinesi Kullanılarak Katı Faz Özütleme Yöntemiyle Eser Elementlerin Zenginleştirilmesi ve AAS ile Tayini, Doktora Tezi, *Erciyes Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kayseri, 2001.
- [4] Bağ , H., Sepiolit kullanılarak Bazı Eser Elementlerin Zenginleştirme Şartlarının Araştırılması ve Alevli Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi ile Tayinleri, Yüksek Lisans Tezi, *Gazi Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü*, 1995.