

TC
TRAKYA ÜNİVERSİTESİ
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

GÖKÇEADA KAZISINDAN ÇIKARILAN ARKEOLOJİK MALZEMELERİN
ESER ELEMENT İÇERİĞİ ÖLÇÜMÜ İÇİN ÇEŞİTLİ ANALİTİK
TEKNİKLERİN KARŞILAŞTIRILMASI

GÖKHAN GÜNDOĞAN

YÜKSEK LİSANS TEZİ

KİMYA ANABİLİM DALI

Tez Danışmanı: DOÇ. DR. YILDIZ KALEBAŞI

EDİRNE 2018

Gökhan GÜNDOĞAN'nın hazırlamış olduğu "Gökçeada Kazısından Çıkarılan Arkeolojik Malzemelerin Eser Element İçeriği Ölçümü İçin Çeşitli Analitik Tekniklerin Karşılaştırılma" başlıklı bu tez, tarafımızca okunmuş, kapsam ve niteliği açısından Kimya Anabilim Dalında bir yüksek lisans tezi olarak kabul edilmiştir.

T.C. FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

Jüri Üyeleri YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI

Doç. Dr. Aylin YILDIZ

Dr. Öğr. Üyesi Kenan SEZER

Tez Savunma Tarihi: 29/05/2018

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurullarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmamda, ilmi eserlerin bilimsel ya da akademik amaçlarla kullanılmasına ilişkin hakları koruyan ve bu tür eserlerin yayınına ilişkin olarak gerekli şartları sağladığımı onaylarım.

Doç. Dr. Yıldız KALEBAŞI

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü onayı

Fen Bilimleri Enstitüsü Müdürü

Prof. Dr. Murat YURTCAN

29/05/2018

Gökhan GÜNDOĞAN

T.Ü. FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ

KİMYA YÜKSEK LİSANS PROGRAMI

DOĞRULUK BEYANI

Trakya Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü, tez yazım kurallarına uygun olarak hazırladığım bu tez çalışmada, tüm verilerin bilimsel ve akademik kurallar çerçevesinde elde edildiğini, kullanılan verilerde tahrifat yapılmadığını, tezin akademik ve etik kurallara uygun olarak yazıldığını, kullanılan tüm literatür bilgilerinin bilimsel normlara uygun bir şekilde kaynak gösterilerek ilgili tezde yer aldığını ve bu tezin tamamı ya da herhangi bir bölümünün daha önceden Trakya Üniversitesi ya da farklı bir üniversitede tez çalışması olarak sunulmadığını beyan ederim.

29/05/2018

Gökhan GÜNDOĞAN



Yüksek Lisans Tezi

Gökçeada Kazısından Çıkarılan Arkeolojik Malzemelerin Eser Element İçeriği Ölçümü
İçin Çeşitli Analitik Tekniklerin Karşılaştırılması

T.Ü. Fen Bilimleri Enstitüsü

Kimya Anabilim Dalı

ÖZET

Arkeolojik eserlerde yapılan eser element analizlerinin sonuçlarına göre o eserin kaynağı hakkında, eğer eser renkli ise o rengi veren element hakkında yorum yapabiliriz. Yine eser element sonuçlarına bakılarak o eseri yaparken kullanılmış olan teknoloji hakkında yorum yapılabilmektedir.

Bu çalışmada, eser element çözünürleştirme yöntemlerinden olan mikrodalga ve yaş çözünürleştirme karşılaştırılmış ve sonuçlara göre mikrodalga çözünürleştirme yönteminin daha iyi bir yöntem olduğu gözlenmiştir. Küp örnekleri ile bölgedeki kil ocağından alınan kil örneği karşılaştırılmış ve eser element sonuçlarının örtüşmesi sonucu, bu küplerin bölgede bulunan kilden yapılmış olabileceği sonucuna varılmıştır. Küp örnekleri kahverengidir ve bu rengin Fe ve Mn elementlerinden kaynaklandığı söylenebilir. Bölgeden alınan sıva örnekleri ile bölgeden alınan toprak numunelerinin sonuçları karşılaştırılarak kaynak belirlemeyi amaçlıyorduk. Fakat sonuçların çok değişken olmasından dolayı bu konu hakkında yorum yapılamamıştır.

Yıl: 2018

Sayfa Sayısı:60

Anahtar Kelimeler: Eser element, mikrodalga çözünürleştirme, yaş çözünürleştirme, eser element analizi, atomik absorpsiyon spektroskopisi

Master Thesis

Comparison Of Various Analytical Techniques For Measuring The Trace Element Content Of Archaeological Materials Excavated From Gökçeada

Trakya University Institute of Natural Sciences

Chemistry

ABSTRACT

According to the results of trace element analysis made in archaeological works, we can comment on that work's source, and if the work is colored, we can comment on that color giving element. By reviewing the results of the trace elements, it is possible to make comments about the technology that was used in making the artifact.

In this study, microwave and wet solubilization, which are trace element solubilization methods, were compared and it was observed that microwave solubilization method was a better method than the results. The clay specimens and the clay specimen taken from the clay ovens in the region were compared and the result of overlapping the trace element results was the result that these clusters could have been made of clay in the region. It is brown in the cube specimens and it can be said that these colors originate from Fe and Mn elements. We aimed to determine the sources by comparing the results of soil samples taken from the region with plaster samples taken from the region. But since the results are so variable, no comment can be made on this topic.

Year : 2018

Number of Pages : 60

Keywords : trace element, microwave resolution, wet resolution, trace element analysis, atomic absorption spectroscopy

TEŐEKKÖR

Çalıőmalarım sırasında yardımını ve bilgilerini esirgemeyen, yol göstericim olan danıőmanım Sayın Doç. Dr. Yıldız KALEBAŐI'na teőekkÖrÖ borç bilirim.

Bize analiz yaptıđımız arkeolojik numuneleri veren Sayın Prof. Dr. Burçin ERDOĐU'ya ve kazı çalıőma ekibine teőekkÖrÖ borç bilirim.

Ayrıca deneysel çalıőmalarım sırasında yardımlarını hiçbir zaman esirgemeyen, deđerli eőim Tuđerçe GÖNDUĐAN'a, çalıőma arkadaşlarım Ali DEMİRKAN ve Burcu MANGAN'a teőekkÖrÖ ederim.

Son olarak da kuőkusuz, hem maddi hem manevi desteklerini hiçbir konuda esirgememiő olan ve beni bugÖnlere getiren sevgili aileme sonsuz teőekkÖrÖlerimi bir borç bilirim.

Mayıs-2018

GÖkhan GÖNDUĐAN

İÇİNDEKİLER DİZİNİ

ÖZET.....	I
ABSTRACT.....	II
TEŞEKKÜR.....	III
İÇİNDEKİLER DİZİNİ	IV
SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ	VII
ŞEKİLLER DİZİNİ.....	VIII
ÇİZELGELER DİZİNİ	X
1. BÖLÜM	1
GİRİŞ	1
2. BÖLÜM	5
GENEL BİLGİLER	5
2.1. Eser Element.....	5
2.1.1. Eser element analizi için Örnek Hazırlama.....	6
2.1.2. Eser Element Analizleri İçin Çözünürleştirme Metotları.....	6
2.1.2.1. Yaş Çözünürleştirme	7

2.1.2.2.	Mikrodalga Çözünürleştirme.....	8
2.1.2.3.	Yakma	9
2.1.2.4.	Eritme	9
2.2.	ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ	9
2.2.1.	Işık kaynakları.....	10
2.2.2.	Atomlaştırıcılar	11
2.2.3.	Monokromatör	13
2.2.4.	Dedektör.....	13
3.	BÖLÜM	14
	METOT VE MATERYAL	14
3.1.	Materyal.....	14
3.1.1.	Kimyasallar ve Cihazlar.....	14
3.2.	Yöntem	15
3.2.1.	Çözünürleştirme İşlemi	15
3.2.2.	Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Çalışma Koşulları	19
4.	BÖLÜM	20
	BULGULAR VE TARTIŞMA	20
4.1.	Nem Tayini.....	20
4.2.	İletkenlik.....	23
4.3.	pH Tayini.....	26
4.4.	Bakır Tayini.....	29

4.5. Çinko Tayini.....	31
4.6. Demir Tayini	33
4.7. Kadmiyum Tayini.....	36
4.8. Kobalt Tayini.....	38
4.9. Krom Tayini	40
4.10. Kurşun Tayini	42
4.11. Mangan Tayini.....	46
4.12. Nikel Tayini	48
5. BÖLÜM	50
SONUÇLAR ve TARTIŞMALAR.....	50
BENZER ÇALIŞMALAR	54
6. KAYNAKLAR	56
ÖZGEÇMİŞ	60

SİMGELER VE KISALTMALAR DİZİNİ

HCl	Hidroklorik asit
H ₂ SO ₄	Sülfürik asit
HNO ₃	Nitrik asit
HClO ₄	Perklorik asit
HF	Hidroflorik asit
H ₂ O ₂	Hidrojen peroksit
AAS	Atomik absorpsiyon spektroskopisi
Zn	Çinko
Cu	Bakır
Fe	Demir
Cd	Kadmiyum
Co	Kobalt
Cr	Krom
Pb	Kurşun
Mn	Mangan
Ni	Nikel

ŞEKİLLER DİZİNİ

Şekil 1.1. Uğurlu-Zeytinlik'in Konumu	2
Şekil 1.2. Uğurlu-Zeytinlik Doğu Açmaları, II. Evre.....	2
Şekil 1.3. Uğurlu-Zeytinlik Batı Açmaları	3
Şekil 1.4. Arkeolojik Çalışma Esnasında Çekilen Fotoğraf I	3
Şekil 1.5. Arkeolojik Çalışma Esnasında Çekilen Fotoğraf II.....	4
Şekil 2.1. AAS Bileşenleri	10
Şekil 2.2. Oyuk Katot Lambası.....	11
Şekil 2.3. Alevli Atomlaştırıcı	12
Şekil 3.1. Toz Haline Getirilmiş Numuneler	16
Şekil 3.2. Mikrodalga Çözünürleştirme İşlemi I.....	17
Şekil 3.3. Mikrodalga Çözünürleştirme İşlemi II	17
Şekil 3.4. Yaş Çözünürleştirme İşlemi	18
Şekil 3.5. Çözünürleştirme Sonra Numunelerin Seyreltilmesi	18
Şekil 3.6. Numunelerin Okutulması	19
Şekil 4.1. Nem Miktarlar	22
Şekil 4.2. İletkenlik Ölçümü	24

Şekil 4.3. İletkenlik Değerleri.....	25
Şekil 4.4. pH Metre.....	27
Şekil 4.5. pH Değerleri	28
Şekil 4.6. Bakır Analizi Sonuçları	30
Şekil 4.7. Çinko Analizi Sonuçları	32
Şekil 4.8. Demir Analizi Sonuçları	35
Şekil 4.9. Kadmiyum Analizi Sonuçlar	37
Şekil 4.10. Kobalt Analizi Sonuçları	39
Şekil 4.11. Krom Analizi Sonuçları.....	41
Şekil 4.12. Kurşun Analizi sonuçları	45
Şekil 4.13. Mangan Analizi Sonuçları	47
Şekil 4.14. Nikel Analizi Sonuçları	49

ÇİZELGELER DİZİNİ

Çizelge 2.1. Çözünürleştirme Yöntemleri	6
Çizelge 2.2. Atomlaştırmada Kullanılan Bazı Alevlerin Özellikleri	12
Çizelge 3.1. Numune Kodlaması	15
Çizelge 4.1. Numunelerin Nem Miktarları	20
Çizelge 4.2. İletkenlik Değerleri	23
Çizelge 4.3. pH Değeri.....	26
Çizelge 4.4. Bakır Analizi Sonuçları	29
Çizelge 4.5. Çinko Analizi Sonuçları	31
Çizelge 4.6. Demir Analizi Sonuçları (Seyreltilmiş)	33
Çizelge 4.7. Demir Analizi Sonuçları	34
Çizelge 4.8. Kadmiyum Analizi Sonuçları	36
Çizelge 4.9. Kobalt Analizi Sonuçları	38
Çizelge 4.10. Krom Analizi Sonuçları	40
Çizelge 4.11. Kurşun Analizi Sonuçları (Standart ilave edildikten sonra)	42
Çizelge 4.12. Kurşun Analizi Sonuçları	43
Çizelge 4.13. Mangan Analizi Sonuçları	46

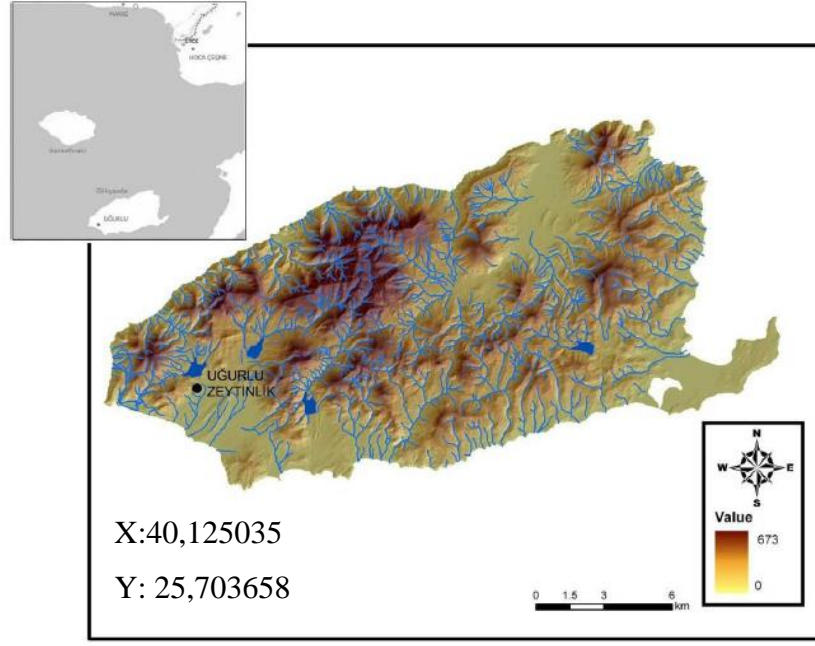
Çizelge 4.14. Nikel Analizi Sonuçları	48
Çizelge 5.1. Mikrodalga ve Yaş Çözünürleştime Yöntemlerinin İstatiksel Karşılaştırması.....	51

1. BÖLÜM

GİRİŞ

Arkeometri, insanlığın kültür tarihini anlamada arkeologlara yardımcı olabilmek için antik eserlerin pozitif bilim yöntemleriyle incelenmesidir. Arkeolojik nesnelerin fiziksel ve kimyasal tanımlamaları, geçmiş dönemlere ait birçok bilgi verebilir (Senvaitiene, Smirnova, Beganskiene, & Kareiva, 2007). Yapılan arkeometrik analizler sonucu o toplumun yapmış olduğu ticaret hakkında, o malzemenin yapımında kullanılan teknoloji ve kullanılan hammadde hakkında bilgi sahibi olabiliriz. Bir eser restore edilecekse restorasyon sırasında kullanılacak malzemelere yine o esere yapılan arkeometrik analizlerle karar verilebilir.

Doğu Ege Adaları'nda bilinen en erken Neolitik yerleşmesi Gökçeada'da yer alan Uğurlu-Zeytinlik yerleşmesidir ve en erken buluntular MÖ 6500 yıllarına kadar inmektedir. Uğurlu-Zeytinlik yerleşmesi adanın Güney batısındaki ovalık alanda, İsa Tepesi'nin (veya Doğanlı Tepe) eteklerinde yer alır. Yerleşimin batısından Pilon Deresi akmaktadır. Höyüğün hemen yanında tatlı bir su kaynağı bulunur (Erdoğu, 2002).



Şekil 1.1. Uğurlu-Zeytinlik'in Konumu



Şekil 1.2. Uğurlu-Zeytinlik Doğu Açmaları, II. Evre



Şekil 1.3. Uğurlu-Zeytinlik Batı Açmaları



Şekil 1.4. Arkeolojik Çalışma Esnasında Çekilen Fotoğraf I



Şekil 1.5. Arkeolojik Çalışma Esnasında Çekilen Fotoğraf II

Metaller, endüstri ve uygarlığın temelini oluştururlar. İnsanlar taş devriyle bakır işlemeyi öğrenmiş ve zamanla diğer metalleri işlemeye başlamıştır. Bir taraftan metalleri işleyerek kendileri için faydalı araç ve gereçler yaparak, diğer taraftan da çevresini kirletmeye başlamıştır.

Metaller maden cevherlerinin ve kayaların içerisinde bulduklarından dolayı organizmalarda, toprakta, sedimentlerde ve sularda da bulunması doğaldır. Ağır metal birikimi yıllar geçtikçe kayaların parçalanması, taşınması ve tortulanması gibi doğal süreçler sonucu ve insanların faaliyetleri sonucunda göl ve deniz diplerinde artmaktadır. Suda çözünen metaller zamanla çökerek sedimentte birikir. Bu birikme nehir ve göllerin denizle birleştiği kısımlarda daha fazladır.

Bu çalışmada uğurlu-zeytinlik bölgesinde bulunmuş olan siva örneklerinde, tarihi eserlerde, kil örneklerinde ve bölgeden alınan toprak numunelerinde eser element analizi yapılmıştır. Bu bölgede yaşamış olan toplumun kullandığı araç ve gereçlerde ağır metal birimi olup olmadığı yaş çözünürleştirme ve mikrodalga çözünürleştirme metotlarıyla kıyaslanarak araştırılmıştır.

2. BÖLÜM

GENEL BİLGİLER

2.1. Eser Element

Eğer bir elementin konsantrasyon $100 \mu\text{g/g}$ 'in altındaysa eser element olarak tanımlanır, 10 ng/g 'in altında ise ultra eser element olarak isimlendirilir. (Minczewski, Chwastowska, & Dbycynski, 1982)

Geliştirilen yöntemlerle eser bileşenler de alt gruplara ayrılmıştır. Bunlar:

- Konsantrasyonu 10^2-10^4 ppm ya da gramda 10^2-10^4 mg olanlara eser bileşenler,
- Konsantrasyonu $10^{-7}-10^{-4}$ ppm ya da gramda 0.1-100 pg (pikogram) olanlara, mikro-eser bileşenler,
- Konsantrasyonu $10^{-10}-10^{-7}$ ppm ya da gramda 0.1-100 fg (fentogram) olanlar, nano-eser bileşenler denir

Ayrıca numune miktarı 0,1-1mg arasında ve numunedeki eser bileşen konsantrasyonu %0.01 seviyesindeyse, buna mikro eser analiz ya da sub-eser analiz denir (Gündüz, 2002).

Bazı elementler çok az miktarda bulunmalarına rağmen canlı vücudu için gereklidir. Canlı vücudun da C, O, P, N, H, Mg, K, Cl, Ca, Na ve S elementleri bulunur. Bunların dışında 40 civarı element eser seviyede bulunur. Ar, Pb ve Hg gibi bazı

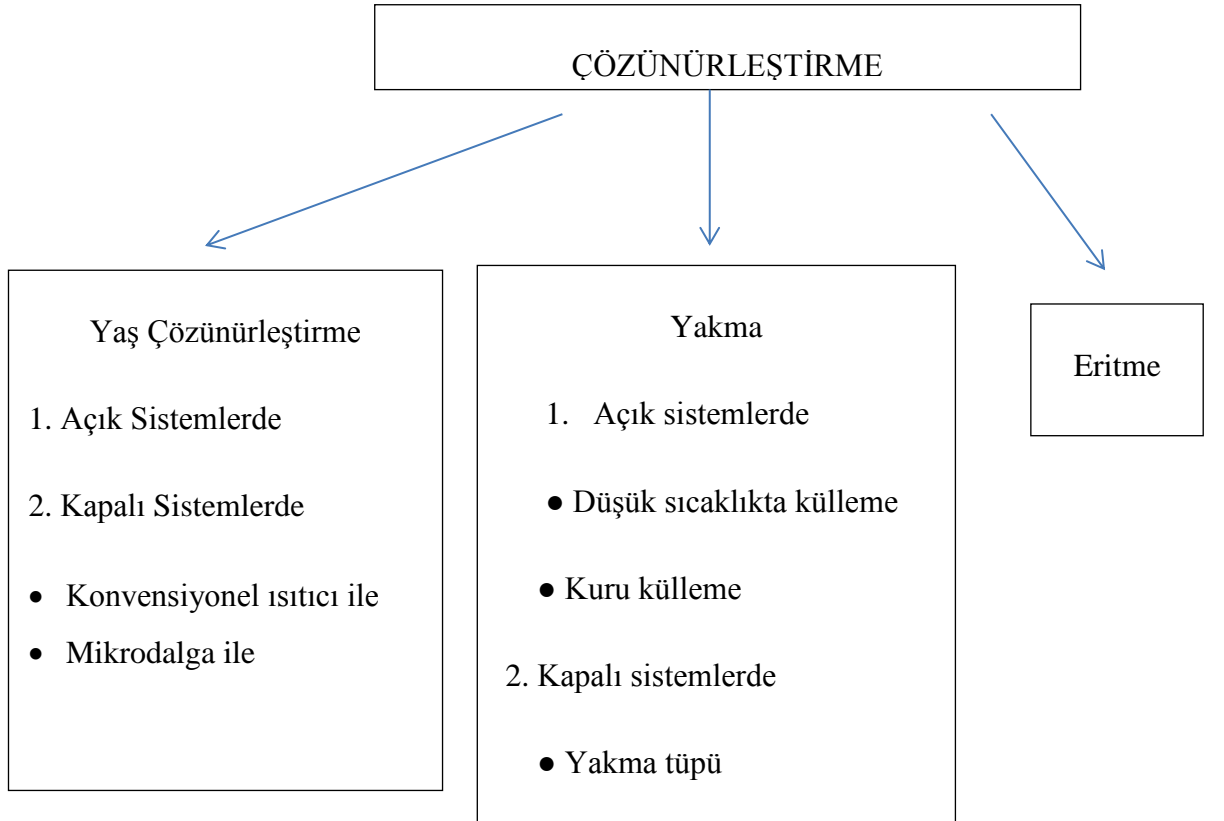
elementler vücut için eser seviyelerde bile zehirlidir. Eser elementler enzim sisteminde, nükleik asit ve protein sentezinde görev alır.

2.1.1. Eser element analizi için Örnek Hazırlama

Çoğu analitiksel metot için numuneyi çözelti formuna geçirmemiz gereklidir. Bu sebeple örneğin, inorganik asitlerle açık veya kapalı sistemlerde, yakma ile ya da eritiş yöntemi gibi metotlarla çözmemiz gerekir.

2.1.2. Eser Element Analizleri İçin Çözünürleştirme Metotları

Çizelge 2.1. Çözünürleştirme Yöntemleri (Vandecasteele & Block, 1993)



2.1.2.1. Yaş Çözünürleştirme

Numune homojenize edildikten sonra kurutulur. Kurutulan örnekten belirli bir miktar beher içine tartılır sonra üzerine çözünürleştirme işlemi için reaktif eklenir. Beherin üstü kapatıldıktan sonra beher ısıtıcı üstüne konur. Çeker ocak içinde karışım berraklaşana kadar çözünürleştirme işlemine devam edilir. Çözünürleştirme işlemi bittikten sonra karışım önce ultra saf su ile seyreltilir sonrada süzülür (Smrkolj, Pograjc, Hlastan-Ribi, & Stibilj, 2005).

- Bu teknikte örnekler, genellikle HCl, HF, HNO₃, HClO₄, H₂SO₄, H₂O₂ gibi yükseltgeyici reaktifler ya da bunların karışımlarında çözülür.
- H₂SO₄ ile çözünürleştirme: Kaynama noktası diğer asitlere göre daha yüksektir. Yüksek sıcaklıklarda çözünürleştirme işlemi gerçekleştirilmek istenildiği durumlarda kullanılır.
- HCl ile çözünürleştirme: Karbonatlar, Oksitler, sülfürlerin ve fosfatların çözünürleştirilmesinde kullanılır.
- HNO₃ ile çözünürleştirme: civa sülfürleri, arsenik ve antimonu çözebildiği için tercih edilmektedir.
- HF ile çözünürleştirme: Niyobatlar, silikatlar ve tantalatlar çözünürleştirilmek istendiğinde tercih edilen reaktiftir (TC. Milli Eğitim Bakanlığı, 2012) (Minczewski, Chwastowska, & Dbycynski, 1982) (Zhou, Wong, Koh, & Wee, 1996).

Açık Sistemlerde Yaş Çözünürleştirme

Bu yöntem inorganik ve organik maddelerin çözünürleştirilmesinde kullanılır. İçinde örnek bulunan asit karışımı, katı örnek kaybolana kadar ısıtıcı üstünde ya da alevle ısıtılır. Parçalama işlemi asitin kaynama noktasında yapılır.

Yaş çözünürleştirme açık kaplarda yapıldığında sistematik hatalar verebilir:

- Kaptan ve reaktiften gelen kontaminasyonlar

- Kabin çeperlerinde meydana gelen adsorpsiyon veya kap malzemesi ile gerçekleşen reaksiyon sonucu element kayıpları
- Buharlaştırma sonucu element kayıplarından gelen hatalar. (Sandel & Onishi, 1978)

Kapalı Sistemlerde Yaş Çözünürleştirme

Açık sistemlerde ortaya çıkan sistematik hatalar kapalı kaplarda basınç altında çözünürleştirme tekniklerinin geliştirilmesine neden olmuştur.

Kapalı sistemlerin açık sistemlere göre bazı avantajları vardır:

- Buharlaştırma olmadığından element kayıpları yoktur.
- Yüksek sıcaklıklara çıkıldığından çözünürleştirme artar ve reaksiyon süresi kısalmır.
- Nitrik asit çok yüksek saflıkta olduğundan pek çok çözünürleştirme işleminde reaktif olarak kullanılabilir.
- Reaktif miktarı azaldığından blank değerleri de azalır.
- Dışardan gelen kontaminasyonlar ortadan kalkar.

2.1.2.2. Mikrodalga Çözünürleştirme

Mikrodalga yardımıyla parçalamanın amaçlarını şöyle sıralayabiliriz:

- Tam çözünürleştirme sağlayarak daha berrak bir çözelti elde etmek,
- Matriksi tamamen uzaklaştırarak matriksten gelen girişimleri engellemek,
- Çözünürleştirme sırasında her türlü analit kaybını önlemek,
- Daha düşük reaktif hacmi ile çalışmak.

Mikrodalga parçalama tekniğinin avantajlarını şöyle sıralamak mümkündür:

- Uygulanabilirliğinin hızlı ve kolay olması,
- Minimum enerji ve kimyasal sarfıyatı gerekmesi,

- Çözünürleştirme sırasında çevresel kirliliğe sebep olmaması,
- Uçucu bileşenlerin kaybını engellemesi,
- Kullanılan teflon kapların mikrodalga enerjisini absorbe etmemesinden dolayı enerji kaybının olmaması,
- Yüksek sıcaklıklara çıkılabilmesi.

2.1.2.3.Yakma

Homojenize edilen katı numune önce kroze alınır. Külleme işlemi hızlandırılmak isteniyorsa numuneye etil alkol ilave edilerek 400 °C de ön yakma işlemi uygulanır. Krozeler kül fırınına konur ve 500-700 °C de yakma işlemi yapılır. Yakma işlemi krozedeki maddelerin tamamı yanana kadar (yaklaşık 2 saat) sürdürülür. Eğer kroze içindeki kül açık gri renkteyse yakma işlemi tamamlanmıştır. Eğer külün rengi siyah ise ortamda hala organik bileşenler bulunmaktadır ve yakma işlemine devam edilir. Daha sonra krozeler kül fırınından alınır ve soğumak üzere oda sıcaklığına bırakılır. Daha sonra asit ya da asit karışımlarıyla numuneler çözülür. Daha sonra çözünen numuneler ultra saf su ile seyreltilir, daha sonra süzülür ve analiz edilir. (Milacic & Kralj, 2003)

2.1.2.4. Eritme

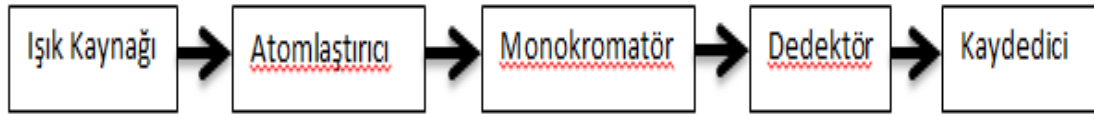
Numune eritiş maddesi adı verilen ve suda çözünen bir reaktif ile eritilir. Eritme işleminin gerçekleşmiş olduğu yüksek sıcaklık (300°C - 1000°C) ve kullanılan fazla miktarda eritiş maddesi sonucu ortamdaki pek çok madde parçalanır. Fakat kullanılan fazla reaktiften ve kaplardan gelen kirlilikten dolayı eser element analizlerinde eritme yöntemi çok fazla tercih edilmez.

2.2. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ

AAS teorisi ilk olarak yirminci yüzyılın başlarında ortaya atılmıştır. Avustralya'da Walsh'ın 1955 yılında oyuk katot lambasını icat etmesiyle AAS analitik

analizlerde kullanılmaya başlanmıştır. AAS, yüksek sıcaklıkta gaz halde olan atomlaştırılmış elementlerin elektromanyetik ışınları absorplanması üzerine kurulmuştur (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997). Atomik absorpsiyonun ilk analitik uygulaması Müller tarafından yapılan civa tayinidir. Günümüzde 70'in üzerindeki elementin analizi AAS ile duyarlı bir şekilde yapılmaktadır. AAS de kullanılan alevli teknikler ucuz, pratik ve kullanılması kolaydır.

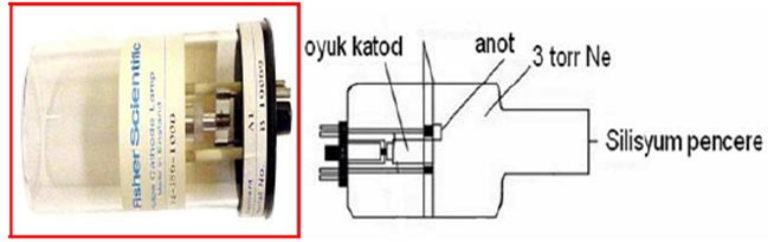
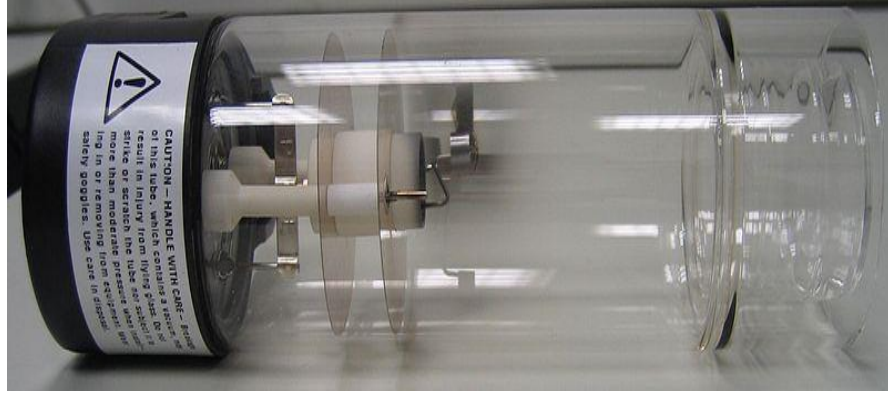
AAS nin en önemli bileşenleri; analizi yapılacak olan elementin absorplayacağı ışığı yayan bir ışık kaynağı, elementin atomik buhar hale dönüştürüldüğü bir atomlaştırıcı, dalga boyunu diğer dalga ayıran monokromatör ve ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektör (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997) (Welz & Sperling, 1999).



Şekil 2.1. AAS Bileşenleri

2.2.1. Işık kaynakları

- AAS'de en çok oyut katot lambası kullanılır. Oyut katot lambası düşük basınçta neon veya argon gibi asal bir gazla doldurulmuştur. Anot tungsten veya nikelden katot ise analiz edilecek olan elementten yapılmıştır. Katot-anot arasına elektriksel bir gerilim uygulanarak lamba içerisindeki asal gaz iyonlaştırılır. Ortamda bulunan elektronlar ve iyonlar katoda çarparak katot yüzeyinden metal atomlarını koparırlar ve uyarırlar. Atomlar uyarılmış enerji düzeyinden temel enerji düzeylerine dönerken kendilerine özgü dalga boyunda ışımaya yaparlar (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997).



Oyuk katot lambası

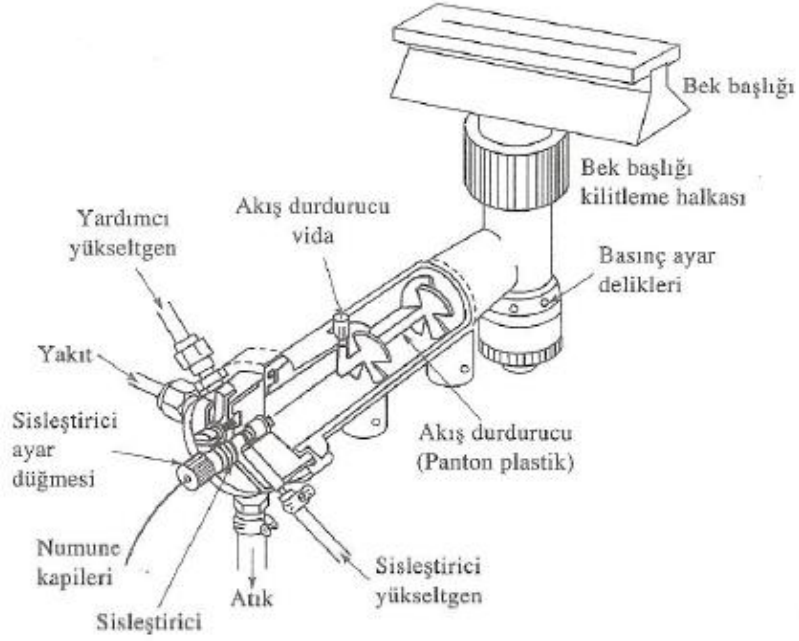
Şekil 2.2. Oyuk Katot Lambası

- AAS’de kullanılan bir başka ışık kaynağı ise elektrotsuz boşalım lambalarıdır. Işık şiddetleri oyuk katot lambalarına göre 10-100 kat daha fazladır. Bu lambalar ise, absorpsiyonu 200 nm dalga boyunun altında olan ve uçucu elementlerin analizlerinde kullanılır. Bu lambalarda elektrot bulunmaz, Lamba, birkaç torr basınçta argon gibi inert bir gazdan ve analit elementini içeren kapalı bir kuartz tüpten oluşmaktadır. Lamba içerisinde bulunan atomlar mikrodalga ışınları ya da radyo frekansı yardımıyla uyarılır. İlk önce argon atomlarının iyonlaşması sağlanır, bu iyonlar da analit atomlarına çarparak onları uyarır. Oyut Katot lamalarının performansı elektrotsuz boşalım lambalarına göre daha iyidir (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997).

2.2.2. Atomlaştırıcılar

AAS’de alevli ve elektrotermal olmak üzere iki çeşit atomlaştırıcı kullanılmaktadır. Elementler burada atomik buhar haline gelir.

- Alevli atomlaştırıcılarda kullanılan alev, yakıcı ve yanıcı gazların belirli hacimlerde karıştırılmasıyla elde edilir. Yakıcı ve yanıcı gazlar seçilirken analiz edilecek olan elementin atomlaşma sıcaklığına dikkat edilir. (Yıldız, Genç, & Bektaş, 1997)



Şekil 2.3. Alevli Atomlaştırıcı

Çizelge 2.2. Atomlaştırmada Kullanılan Bazı Alevlerin Özellikleri

Yükseltgen Gaz	Yanıcı Gaz	Sıcaklık (°C)
Hava	Propan	1700-1900
Oksijen	Propan	2700-2800
Hava	Hidrojen	2000-2100
Oksijen	Hidrojen	2550-2700
Oksijen	Metan	2500-2950
Hava	Asetilen	2100-2400
Oksijen	Asetilen	3050-3150
Nitröz Oksit	Asetilen	2600-2800

- Elektrotermal atomlařtırıcı olarak grafit fırın kullanılır. Grafit fırın alevli atomlařtırıcılara göre daha hassastır fakat daha pahalıdır. Özellikle ağır metal elementlerinin tayininde ppb seviyelerine inebilmek için kullanılır.

2.2.3. Monokromatör

AAS'de monokromatör, incelenen elementin rezonans hattını diđer hatlardan ayırmaktır için kullanılır (Welz, 1985).

2.2.4. Dedektör

AAS'de ışık sinyalinin elektrik sinyaline dönüřtürmek için, fotoçoğaltıcı tüpler kullanılır (Welz, 1985).

3. BÖLÜM

METOT VE MATERYAL

3.1. Materyal

3.1.1. Kimyasallar ve Cihazlar

Çalışmada kullanılan başlıca ekipmanlar ise;

- AAS (Perkin Elmer AAnalyst 800)
- Mikrodalga (CEM MARSPress)
- Etüv
- pH metre
- İletkenlik Cihazı
- Hassas terazi

Çalışmada kullanılan kimyasallar ise;

- 18.2 M Ω /cm iletkenlikte ultra saf su
- HNO₃
- Zn 1000 ppm Stok
- Cu 1000 ppm Stok
- Fe 1000 ppm Stok
- Cd 1000 ppm Stok

- Co 1000 ppm Stok
- Cr 1000 ppm Stok
- Pb 1000 ppm Stok
- Mn 1000 ppm Stok
- Ni 1000 ppm Stok

3.2. Yöntem

Çizelge 3.1. Numune Kodlaması

1-7 nolu numuneler kazı bölgesinden alınan sıva örnekleri
8-11 nolu numuneler kazı bölgesinden alınan küp örnekleri
12-13 nolu numuneler kazı bölgesinden alınan kerpiç örnekleri
14-15 nolu numuneler kazı bölgesinden alınan cüruf örnekleri
16-21 nolu numuneler bölgeden alınan taş örnekleri
22 nolu numuneler bölgeden alınan kil örnekleri
23 nolu numune bölgeden alınan toprak örneği

3.2.1. Çözünürleştirme İşlemi

- **Mikrodalga ile çözünürleştirme:** Numuneler toz haline getirildikten sonra 24 saat 105°C’de etüvde bekletildi. Daha sonra numunelerden yaklaşık 0,4 gr alınarak üzerine 8 mL HNO₃ ilave edilerek mikrodalgada çözünürleştirme işlemi uygulandı. Çözünen numuneler süzildükten sonra 50mL’ye ultra saf su ile seyreltildi (Marcos, et al., 2011).
Mikrodalga yakma programı;
 - 1. Basamak: 1200 W güçte 5 dakika
 - 2. Basamak: 1200 W güçte 15 dakika (CEM Library, 2012).
- **Yaş çözünürleştirme:** Numuneler toz haline getirildikten sonra 24 saat 105°C’de etüvde bekletildi. Numunelerden 0,4 gram alındı üzerine 8 mL HNO₃

ilave edildi ve ısıtıcı tabla üzerinde 80°C yaşı çözünürleştirme işlemi uygulandı. Çözünürleştirme işlemi tamamlandıktan sonra numuneler süzülüp 50mL'ye ultra saf su ile tamamlandı.

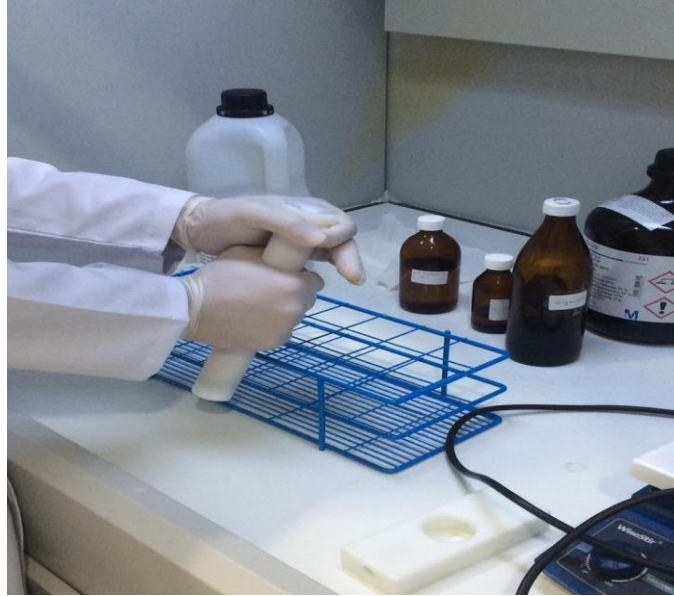
Toz halindeki numunelere nem analizi yapıldı. Mikrodalga ile çözünürleştirilen numunelerde Zn, Cu, Fe, Cd, Co, Cr, Pb, Mn ve Ni analizleri yapıldı. Numuneler su ile çözülerek iletkenlik ve pH analizi yapıldı.



Şekil 3.1. Toz Haline Getirilmiş Numuneler



Şekil 3.2. Mikrodalga Çözünürleştirme İşlemi I



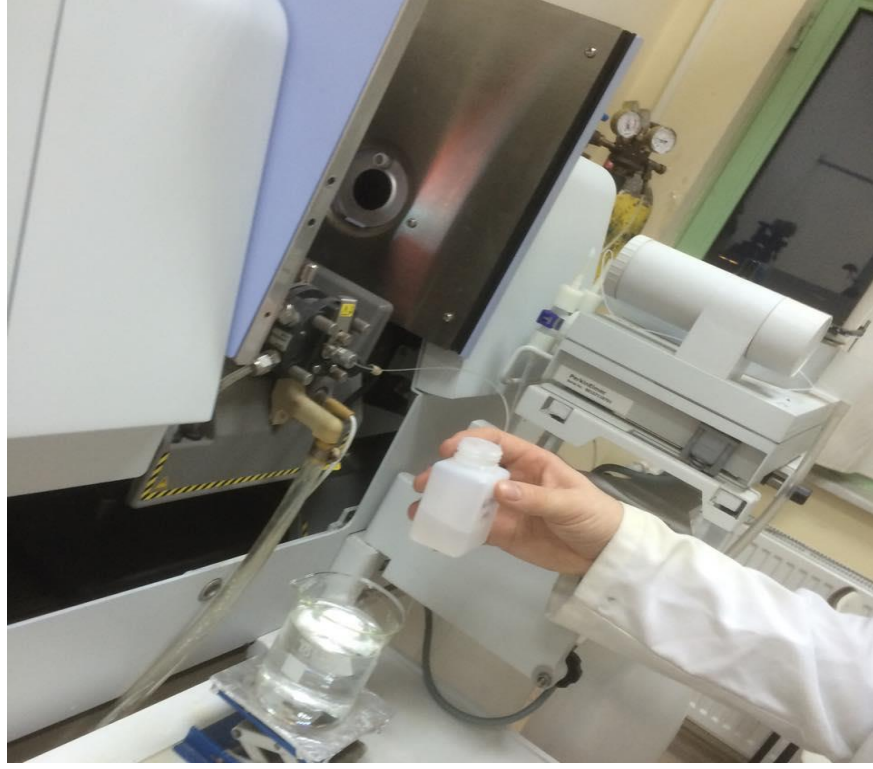
Şekil 3.3. Mikrodalga Çözünürleştirme İşlemi II



Şekil 3.4. Yaş Çözünürleştirme İşlemi



Şekil 3.5. Çözünürleştirme Sonra Numunelerin Seyreltilmesi



Şekil 3.6. Numunelerin Okutulması

3.2.2. Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi Çalışma Koşulları

- Alev: Hava/Asetilen alevi
- Işık Kaynağı: Perkin Elmer marka EDL lamba
- Taşıyıcı Gaz: Argon
- Taşıyıcı Gaz Basıncı: 2.0-2.5 bar
- Atomlaştırıcı: Alevle ısıtılan kuartz T- hücre (QTA)
- Hava Basıncı: 200 kPa
- Ölçüm Süresi: 20 s (Perkin Elmer Handbook, 2000)

4. BÖLÜM

BULGULAR VE TARTIŞMA

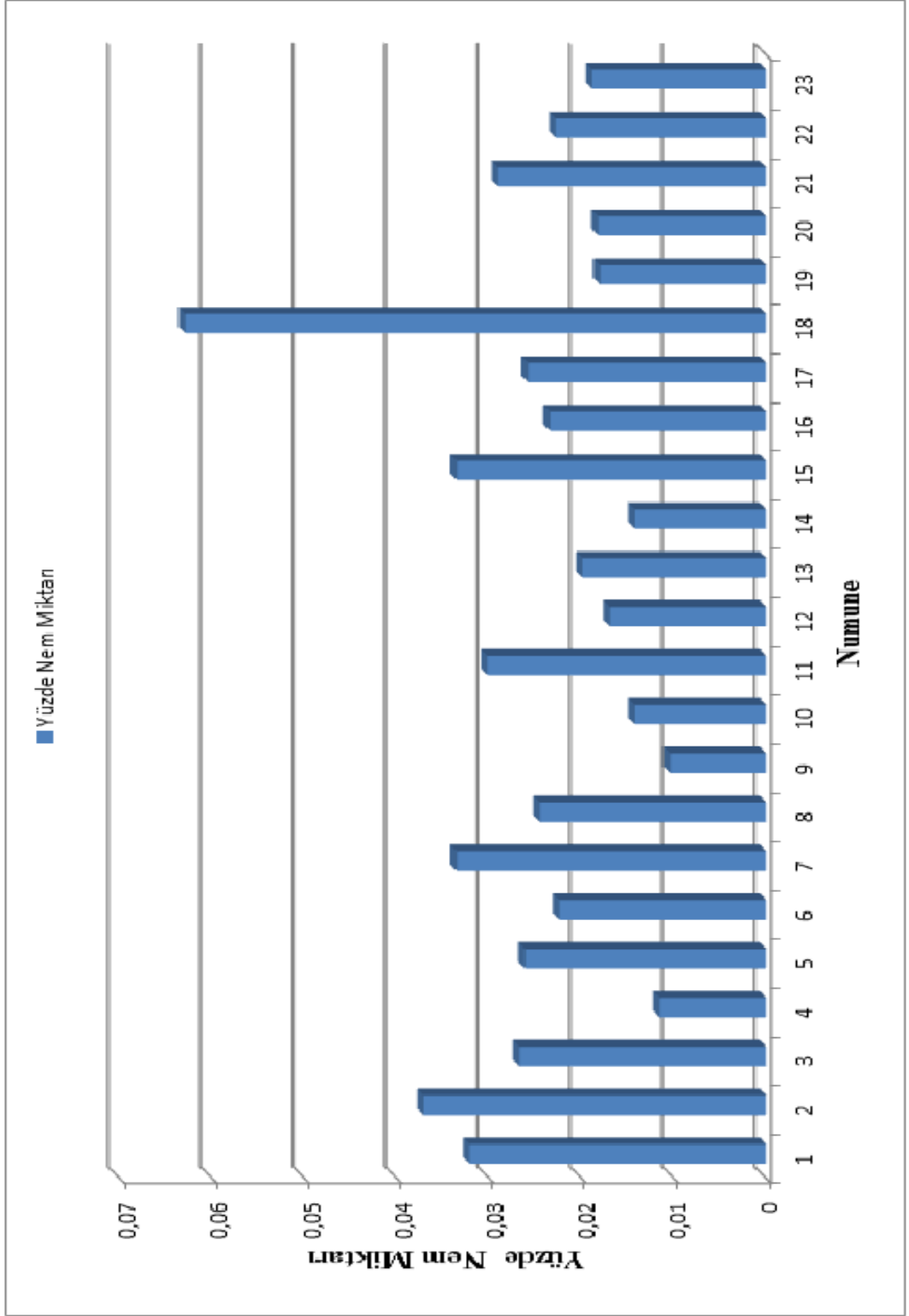
4.1. Nem Tayini

Numunelerden ortalama 4 gr alınarak nem tayin cihazında 130 °C’de nem tayini yapıldı.

Çizelge 4.1. Numunelerin Nem Miktarları

Numune	Yüzde nem miktarı
1	%3,21
2	%3,71
3	%2,67
4	%1,15
5	%2,61
6	%2,24
7	%3,35
8	%2,45
9	%1,04
10	%1,42
11	%3,02
12	%1,69
13	%1,99

Numune	Yüzde nem miktarı
14	%1,42
15	%3,35
16	%2,34
17	%2,58
18	%6,29
19	%1,80
20	%1,82
21	%2,90
22	%2,28
23	%1,88
24	%2,26



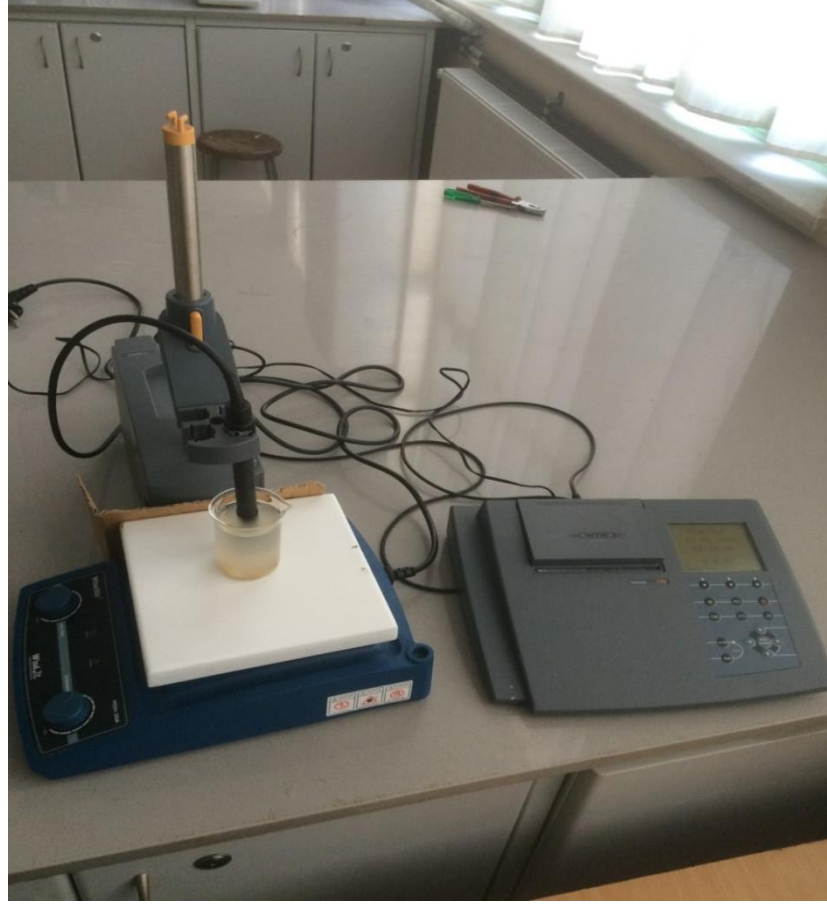
Şekil 4.1. Nem Miktarlar

4.2. İletkenlik

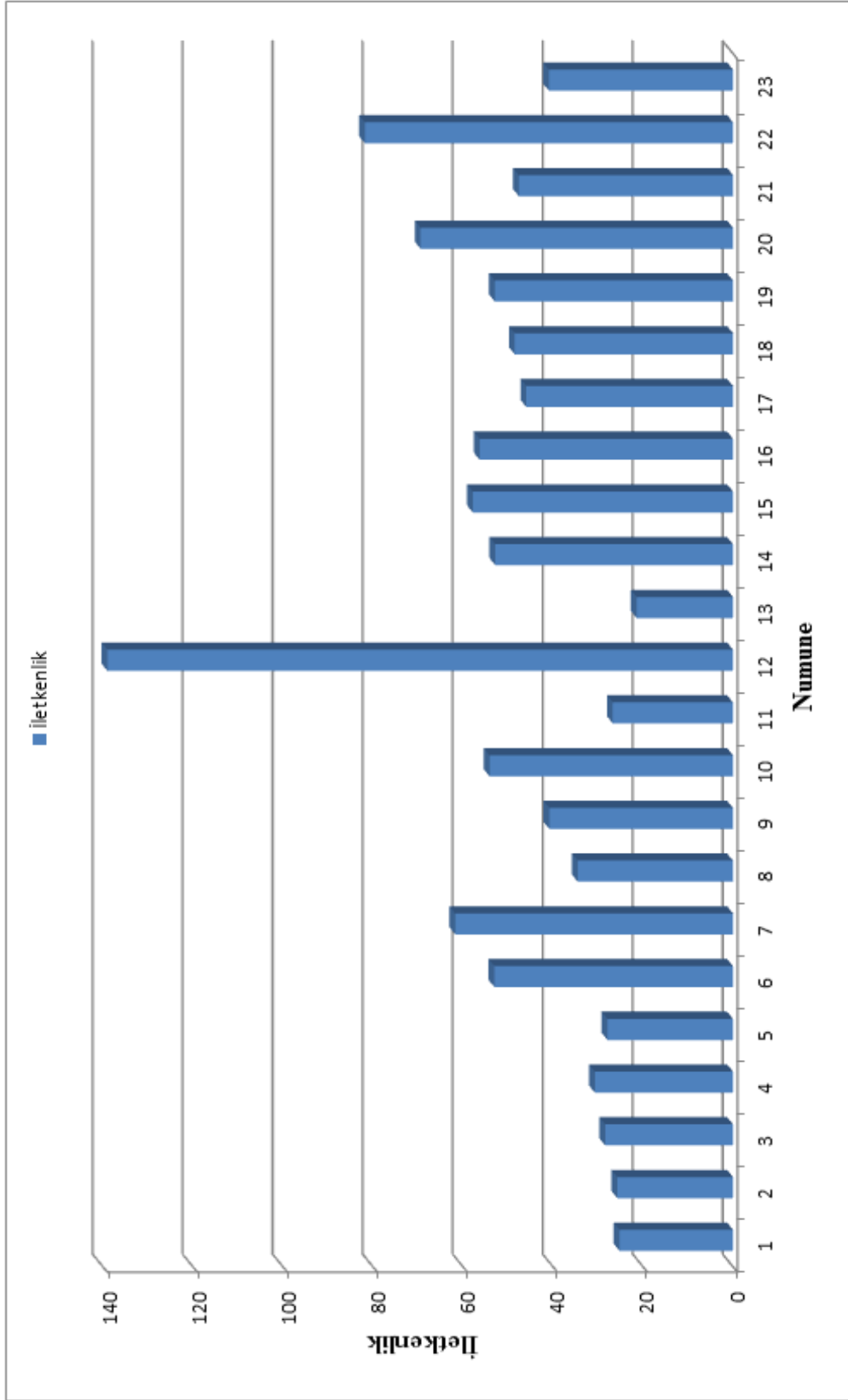
Her örnekten 1'er gram alındı ve 100mL'ye su ile seyreltildi. 24 saat bekledikten sonra ölçümler alındı.

Çizelge 4.2. İletkenlik Değerleri

Numune	İletkenlik ($\mu\text{S}/\text{cm}$)
1	25,2
2	25,7
3	28,4
4	30,7
5	27,9
6	53,0
7	61,7
8	34,5
9	40,8
10	54,1
11	26,7
12	139,0
13	21,4
14	52,8
15	57,8
16	56,3
17	45,9
18	52,9
19	48,5
20	69,4
21	47,6
22	81,8
23	40,9
24	35,9
Su	0,7



Şekil 4.2. İletkenlik Ölçümü



Şekil 4.3. İletkenlik Değerleri

4.3. pH Tayini

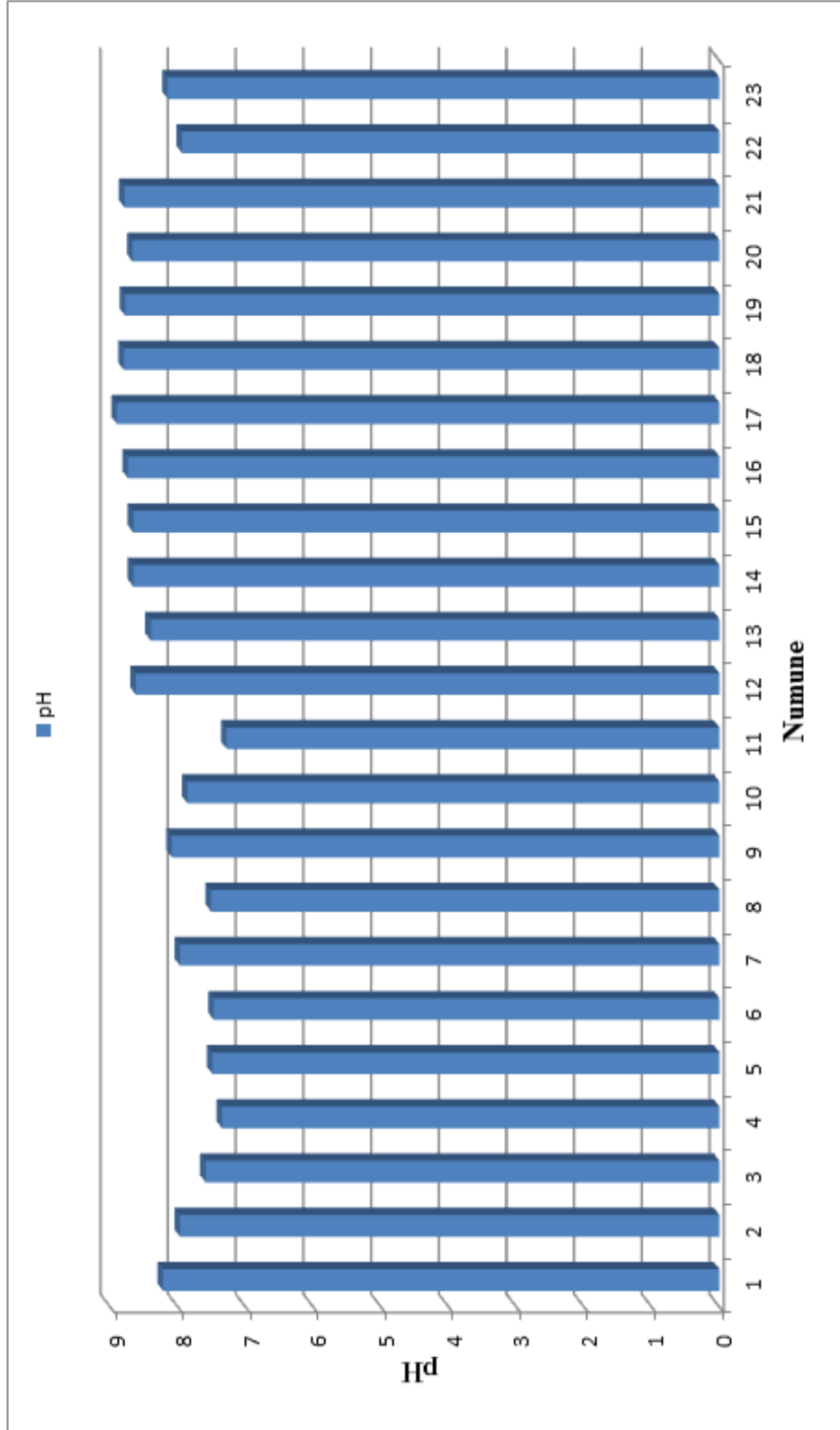
İletkenlikte kullanılan numunelerde pH tayini yapıldı.

Çizelge 4.3. pH Değeri

Numune	pH
1	8,22
2	7,97
3	7,59
4	7,35
5	7,49
6	7,47
7	7,97
8	7,51
9	8,09
10	7,86
11	7,28
12	8,62
13	8,40
14	8,66
15	8,66
16	8,74
17	8,90
18	8,80
19	8,78
20	8,67
21	8,79
22	7,94
23	8,15
Su	5,80
Tampon çözelti (pH:7)	7,2



Şekil 4.4. pH Metre

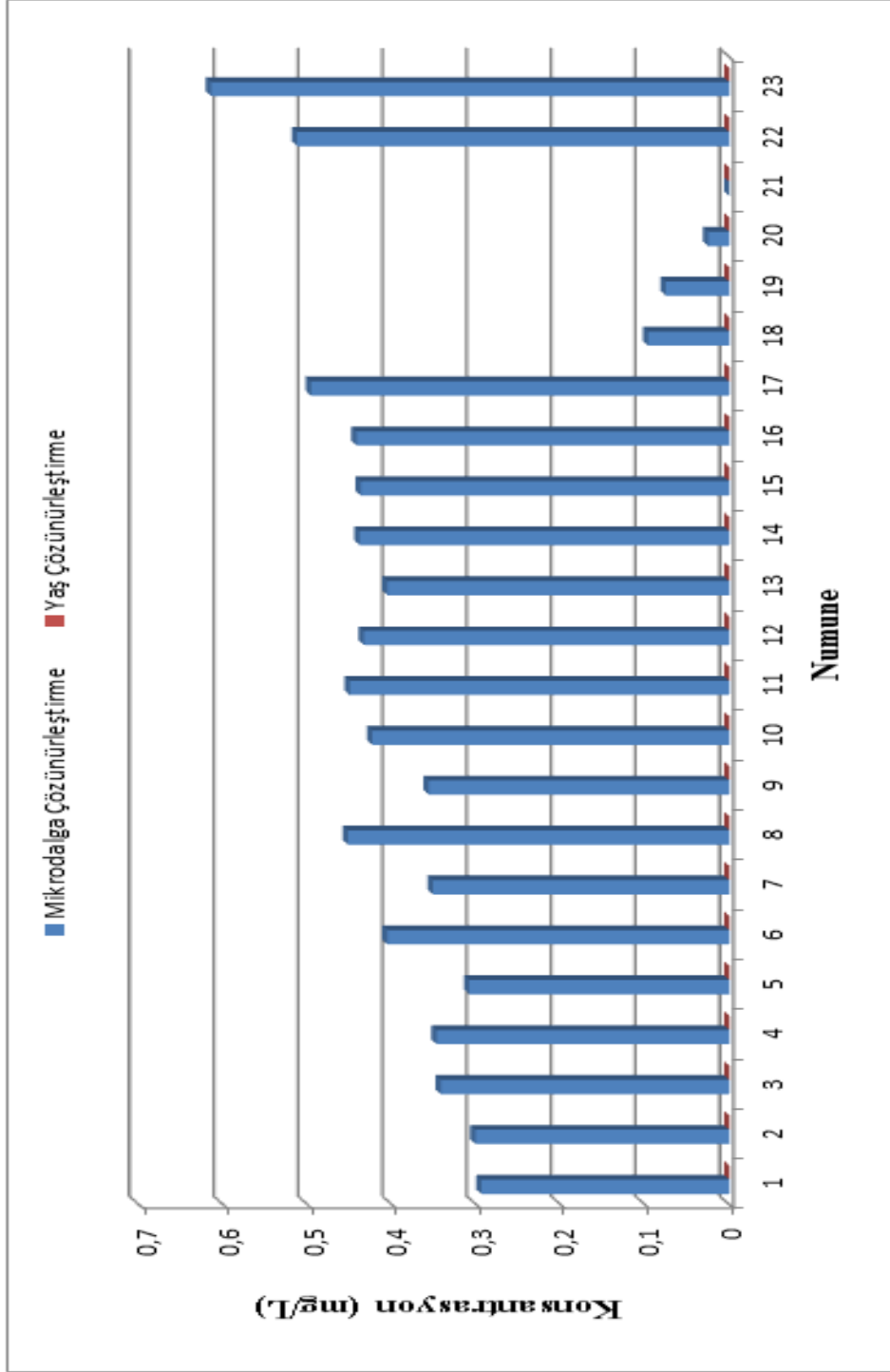


Şekil 4.5. pH Değerleri

4.4. Bakır Tayini

Çizelge 4.4. Bakır Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga çözünürleştirme yöntemiyle hazırlanmış numunelerde Bakır Analizi	Yaş çözünürleştirme yöntemiyle hazırlanmış numunelerde Bakır Analizi
1	0,294	Negatif
2	0,301	Negatif
3	0,342	Negatif
4	0,347	Negatif
5	0,308	Negatif
6	0,405	Negatif
7	0,351	Negatif
8	0,452	Negatif
9	0,356	Negatif
10	0,423	Negatif
11	0,450	Negatif
12	0,433	Negatif
13	0,405	Negatif
14	0,438	Negatif
15	0,437	Negatif
16	0,442	Negatif
17	0,496	Negatif
18	0,096	Negatif
19	0,075	Negatif
20	0,025	Negatif
21	Negatif	Negatif
22	0,512	Negatif
23	0,614	Negatif

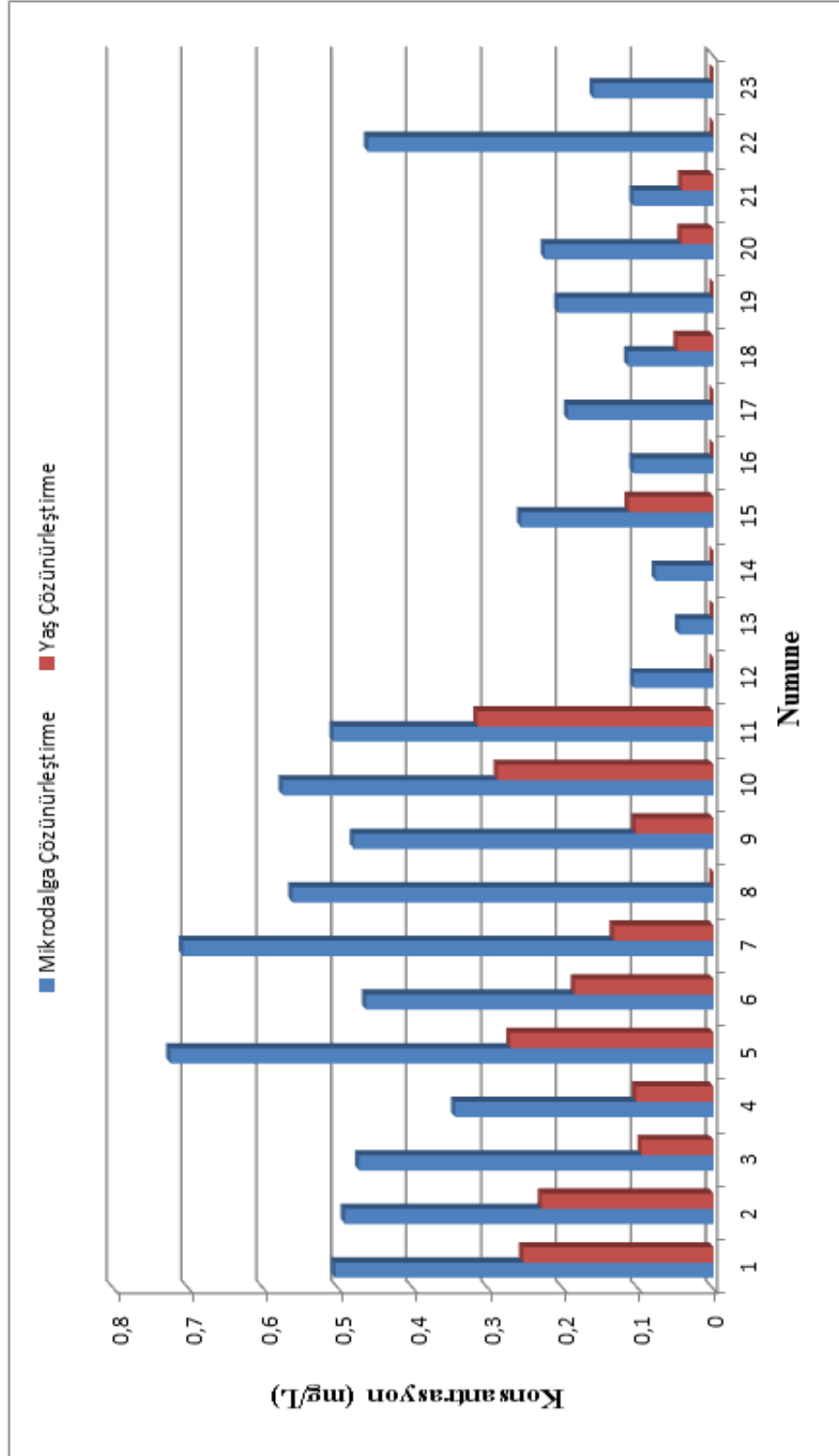


Şekil 4.6. Bakır Analizi Sonuçları

4.5. Çinko Tayini

Çizelge 4.5. Çinko Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Çinko Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Çinko Analizi
1	0,505	0,254
2	0,492	0,229
3	0,473	0,096
4	0,345	0,103
5	0,725	0,271
6	0,464	0,185
7	0,708	0,133
8	0,562	Negatif
9	0,480	0,104
10	0,575	0,288
11	0,507	0,315
12	0,106	Negatif
13	0,046	Negatif
14	0,077	Negatif
15	0,257	0,113
16	0,107	Negatif
17	0,194	Negatif
18	0,114	0,048
19	0,207	Negatif
20	0,225	0,043
21	0,107	0,042
22	0,461	Negatif
23	0,160	Negatif



Şekil 4.7. Çinko Analizi Sonuçları

4.6. Demir Tayini

Çizelge 4.6. Demir Analizi Sonuçları (Seyreltilmiş)

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Demir Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Demir Analizi
1	6,256*	5,854*
2	6,015**	4,565*
3	6,175*	3,788*
4	7,529*	1,682*
5	7,126*	2,384*
6	5,637**	3,845*
7	6,555**	1,477*
8	5,235**	Negatif*
9	4,317**	0,197*
10	4,544**	3,062*
11	4,273**	3,687*
12	3,763**	2,331*
13	0,944*	Negatif*
14	0,738*	0,230*
15	1,918*	0,746*
16	0,882*	0,373*
17	1,331*	0,783*
18	1,857**	1,427*
19	1,030**	0,847*
20	1,495**	1,073*
21	0,792**	0,510*
22	5,272**	Negatif*
23	2,300*	0,049*

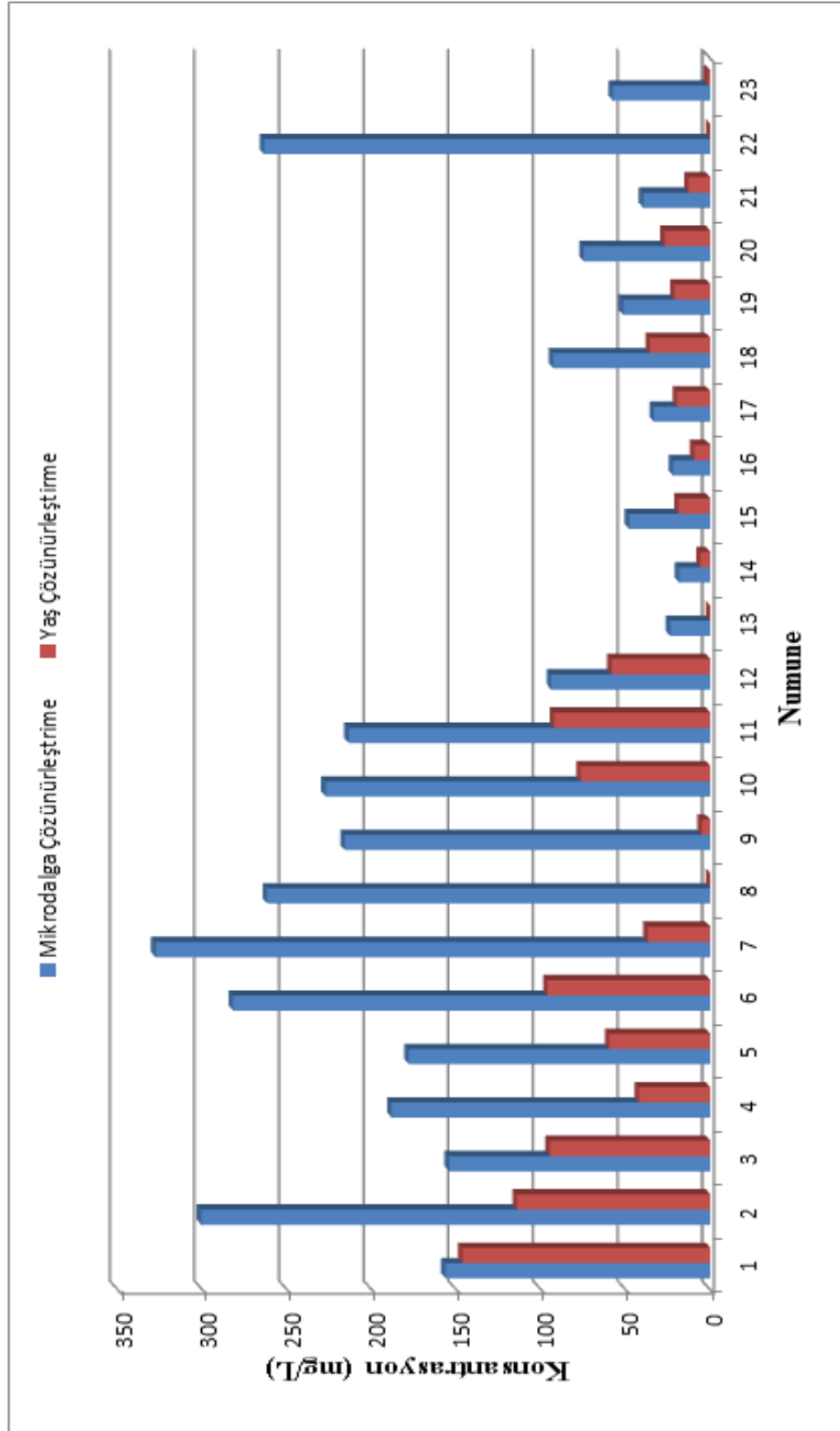
* Numunelerden 1mL alındı ve üzerine 25mL'ye ultra saf su ile seyreltildi.

** Numunelerden 1mL alındı ve üzerine 50mL'ye ultra saf su ile seyreltildi.

$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$ formülüyle seyreltmeden önceki konsantrasyonlar hesaplandı.

Çizelge 4.7. Demir Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Demir Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Demir Analizi
1	156,400	146,35
2	300,750	114,125
3	154,375	94,7
4	188,225	42,05
5	178,150	59,6
6	281,850	96,125
7	327,750	36,925
8	261,750	Negatif
9	215,850	4,925
10	227,200	76,55
11	213,650	92,175
12	94,0750	58,275
13	23,600	Negatif
14	18,450	5,75
15	47,950	18,65
16	22,050	9,325
17	33,275	19,575
18	92,850	35,675
19	51,500	21,175
20	74,750	26,825
21	39,600	12,75
22	263,600	Negatif
23	57,500	1,225

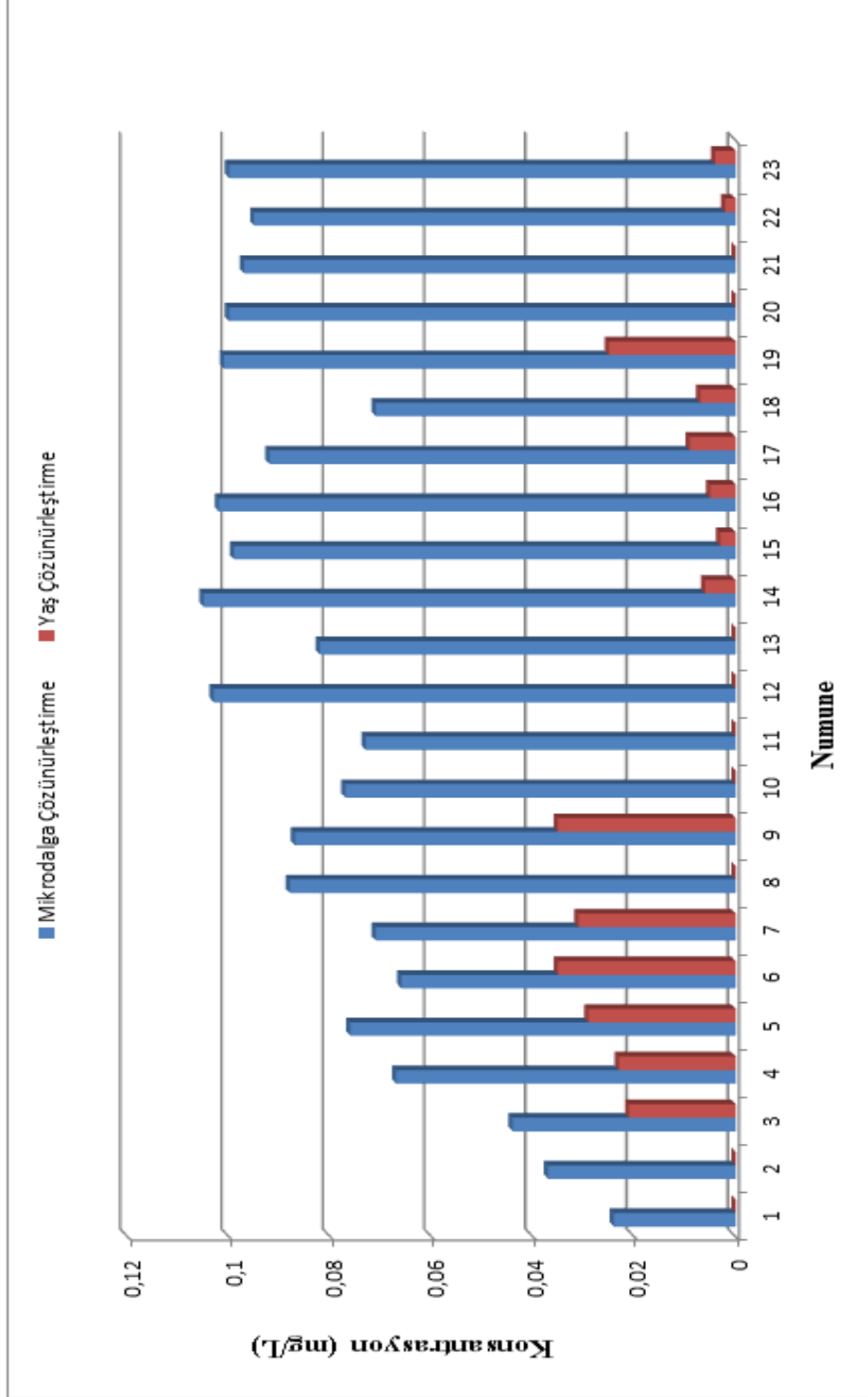


Şekil 4.8. Demir Analizi Sonuçları

4.7. Kadmiyum Tayini

Çizelge 4.8. Kadmiyum Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kadmiyum Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kadmiyum Analizi
1	0,024	Negatif
2	0,037	Negatif
3	0,044	0,021
4	0,067	0,023
5	0,076	0,029
6	0,066	0,035
7	0,071	0,031
8	0,088	Negatif
9	0,087	0,035
10	0,077	Negatif
11	0,073	Negatif
12	0,103	Negatif
13	0,082	Negatif
14	0,105	0,006
15	0,099	0,003
16	0,102	0,005
17	0,092	0,009
18	0,071	0,007
19	0,101	0,025
20	0,100	Negatif
21	0,097	Negatif
22	0,095	0,002
23	0,100	0,004

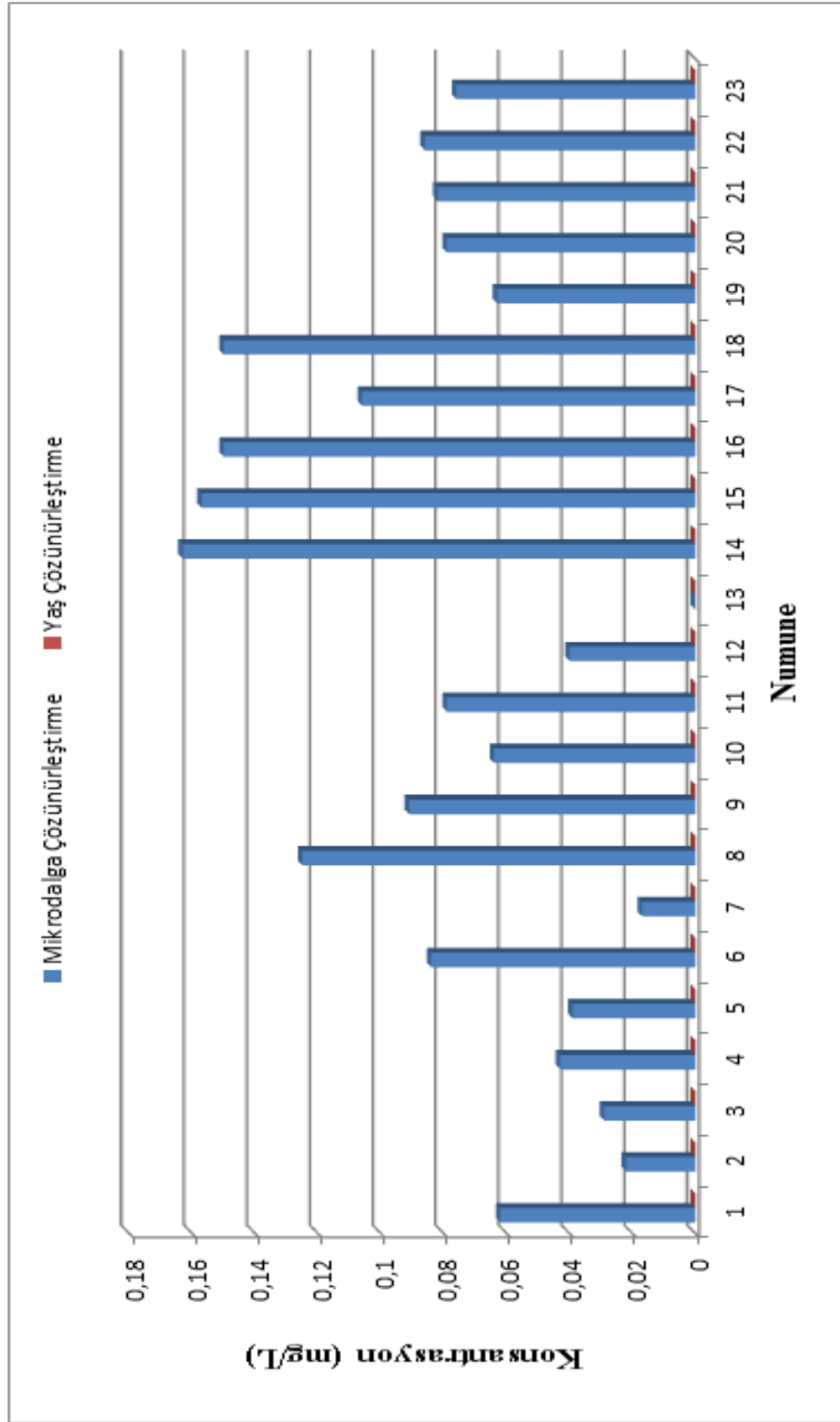


Şekil 4.9. Kadmiyum Analizi Sonuçlar

4.8. Kobalt Tayini

Çizelge 4.9. Kobalt Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kobalt Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kobalt Analizi
1	0,062	Negatif
2	0,022	Negatif
3	0,029	Negatif
4	0,043	Negatif
5	0,039	Negatif
6	0,084	Negatif
7	0,017	Negatif
8	0,125	Negatif
9	0,091	Negatif
10	0,064	Negatif
11	0,079	Negatif
12	0,040	Negatif
13	Negatif	Negatif
14	0,163	Negatif
15	0,157	Negatif
16	0,150	Negatif
17	0,106	Negatif
18	0,150	Negatif
19	0,063	Negatif
20	0,079	Negatif
21	0,082	Negatif
22	0,086	Negatif
23	0,076	Negatif

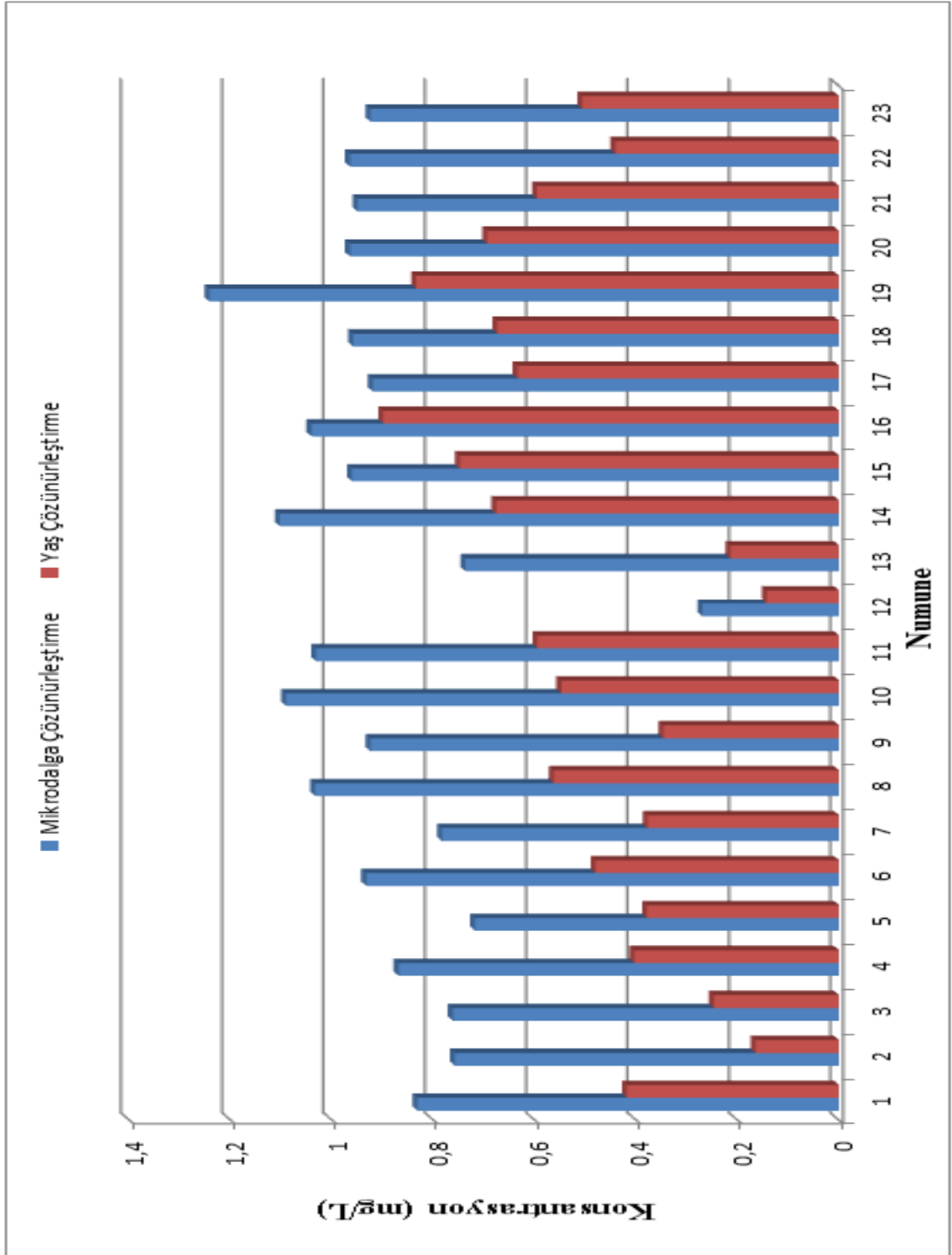


Şekil 4.10. Kobalt Analizi Sonuçları

4.9. Krom Tayini

Çizelge 4.10. Krom Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Krom Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Krom Analizi
1	0,832	0,418
2	0,758	0,165
3	0,762	0,247
4	0,869	0,404
5	0,718	0,379
6	0,933	0,480
7	0,784	0,378
8	1,034	0,563
9	0,925	0,347
10	1,091	0,548
11	1,032	0,595
12	0,270	0,143
13	0,737	0,214
14	1,103	0,677
15	0,961	0,748
16	1,041	0,899
17	0,920	0,634
18	0,959	0,674
19	1,242	0,834
20	0,965	0,694
21	0,950	0,596
22	0,965	0,441
23	0,925	0,507



Şekil 4.11. Krom Analizi Sonuçları

4.10. Kurşun Tayini

Pb analizi için bütün numunelerden 1mL alındı ve üzerine 20 ppm 1mL Pb standart çözeltisi ilave edildi. Hazırlanan 20 ppm lik çözelti 19,85 olarak okundu.

Çizelge 4.11. Kurşun Analizi Sonuçları (Standart ilave edildikten sonra)

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kurşun Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kurşun Analizi
1	9,895	Negatif
2	9,910	Negatif
3	9,920	Negatif
4	9,942	Negatif
5	9,988	Negatif
6	9,779	Negatif
7	9,768	Negatif
8	9,791	Negatif
9	9,800	Negatif
10	9,797	Negatif
11	9,840	Negatif
12	9,860	Negatif
13	9,900	Negatif
14	9,897	Negatif
15	9,928	Negatif
16	9,831	Negatif
17	9,952	Negatif
18	10,010	Negatif
19	9,803	Negatif
20	9,889	Negatif
21	9,849	Negatif
22	9,909	Negatif
23	9,871	Negatif

Standart ilave edilmeden önceki konsantrasyonları aşağıdaki formüllerle hesaplandı.

$$C_1 \times V_1 = C_2 \times V_2$$

$$19,6 \times 1 = C_2 \times 2$$

$$C_2 = 9,8$$

$$C_n = (C_0 - 9,8) \times 2$$

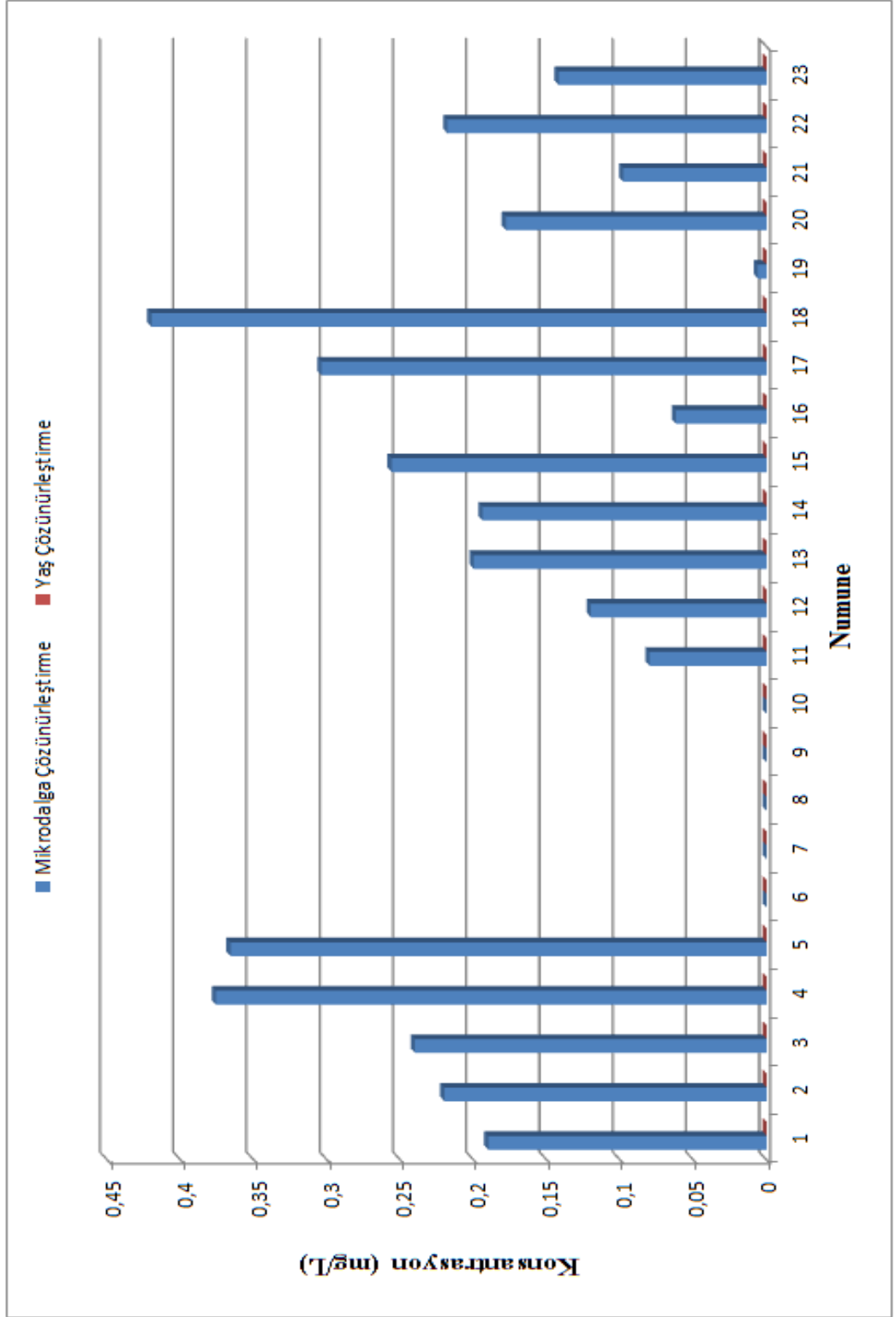
C_n : Numune konsantrasyonu

C_0 : Ölçülen Konsantrasyon

Çizelge 4.12. Kurşun Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kurşun Analizi
1	0,190
2	0,220
3	0,240
4	0,376
5	0,366
6	Negatif
7	Negatif
8	Negatif
9	Negatif
10	Negatif
11	0,080
12	0,120
13	0,200
14	0,194
15	0,256
16	0,062
17	0,304

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Kurşun Analizi
18	0,420
19	0,262
20	0,178
21	0,098
22	0,218
23	0,142

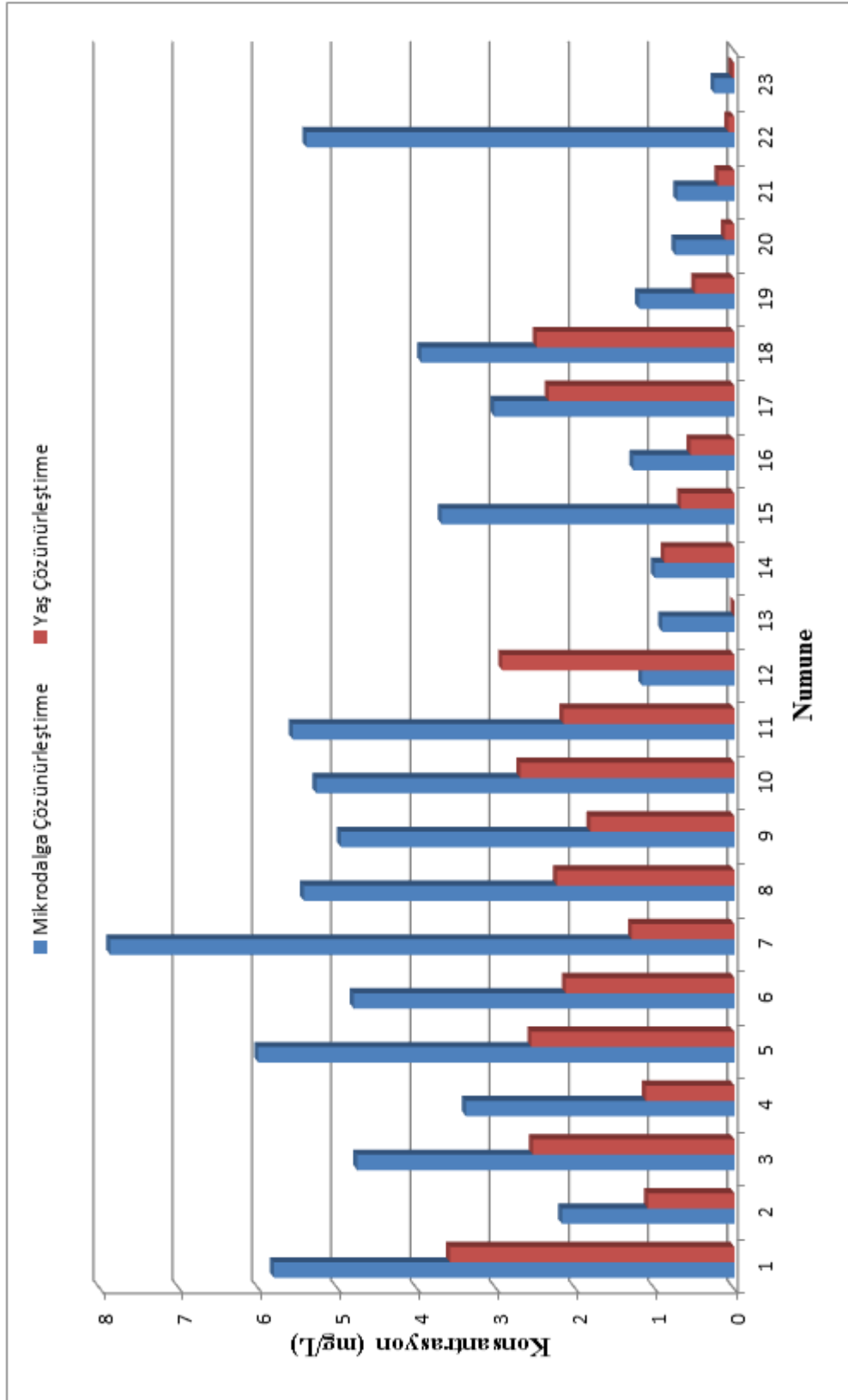


Şekil 4.12. Kurşun Analizi sonuçları

4.11. Mangan Tayini

Çizelge 4.13. Mangan Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Mangan Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Mangan Analizi
1	5,811	3,589
2	2,175	1,092
3	4,762	2,543
4	3,389	1,118
5	6,010	2,562
6	4,805	2,129
7	7,878	1,294
8	5,433	2,238
9	4,967	1,818
10	5,276	2,701
11	5,574	2,157
12	1,164	2,931
13	0,911	Negatif
14	1,007	0,882
15	3,695	0,676
16	1,274	0,552
17	3,029	2,344
18	3,952	2,493
19	1,203	0,495
20	0,744	0,120
21	0,722	0,203
22	5,401	0,075
23	0,253	0,024

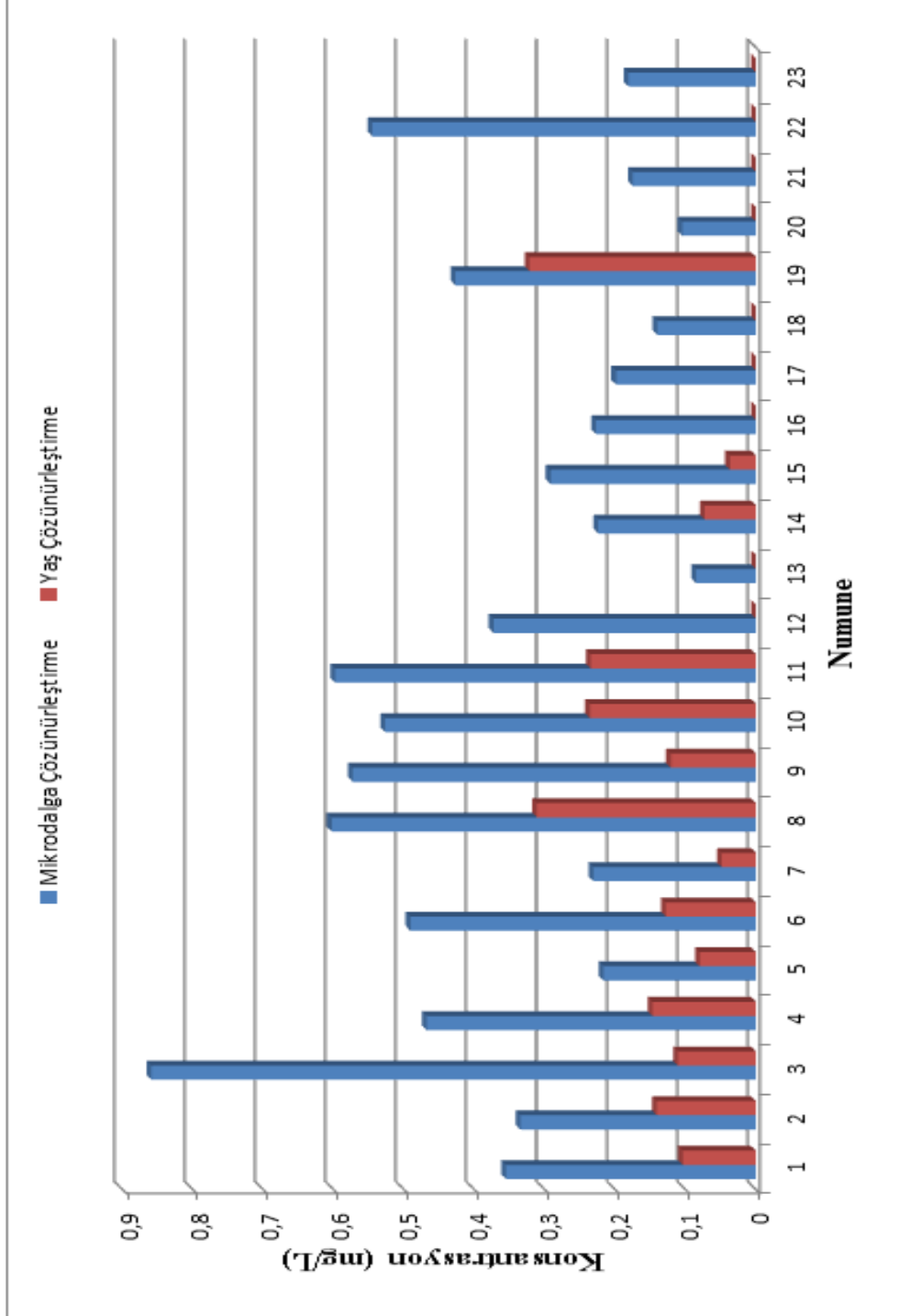


Şekil 4.13. Mangane Analizi Sonuçları

4.12. Nikel Tayini

Çizelge 4.14. Nikel Analizi Sonuçları

Numune	Mikrodalga Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Nikel Analizi	Yaş Çözünürleştirme Yöntemiyle Hazırlanmış Numunelerde Nikel Analizi
1	0,355	0,104
2	0,335	0,141
3	0,859	0,111
4	0,468	0,147
5	0,217	0,080
6	0,491	0,128
7	0,231	0,049
8	0,603	0,311
9	0,573	0,121
10	0,527	0,236
11	0,598	0,235
12	0,373	Negatif
13	0,085	Negatif
14	0,224	0,073
15	0,292	0,037
16	0,227	Negatif
17	0,199	Negatif
18	0,140	Negatif
19	0,427	0,322
20	0,105	Negatif
21	0,175	Negatif
22	0,545	Negatif
23	0,181	Negatif



Şekil 4.14. Nikel Analizi Sonuçları

5. BÖLÜM

SONUÇLAR ve TARTIŞMALAR

İki yöntemi karşılaştırmak için istatistiksel analiz yapıldı. Bu amaçla iki yöntemle elde edilen sonuçların ortalamaları alınarak karşılaştırılma yapıldı ve iki yöntemin performansları karşılaştırıldı (Skoog, Holler, & Nieman, 1998) (Skoog D. , Holler, West, & Crouch, 2004).

$|X_{ort1} - X_{ort2}| \leq t s [(1/N_1) + (1/N_2)]^{1/2}$ ise iki yöntem arasında anlamlı bir fark yoktur.

X_{ort1}: Mikrodalga ile çözünürleştirme ortalaması

X_{ort2}: Yaş çözünürleştirme ortalaması

t: İstatistiksel faktör

s: Standart sapma

N₁: Mikrodalga ile çözünürleştirilmiş numunelerin ölçüm sayısı

N₂: Yaş çözünürleştirme ölçüm sayısı

Burada:

$$s = [((N_1 - 1) (s_1)^2 + (N_2 - 1) (s_2)^2) / (N_1 + N_2 - 2)]^{1/2}$$

$$t = 2.00 \text{ (} N_1 + N_2 \text{ için \%95 güvenirlilik düzeyinde)}$$

Çizelge 5.1. Mikrodalga ve Yaş Çözünürleştirme Yöntemlerinin İstatiksel Karşılaştırması

	Cu	Zn	Fe	Cd	Co
1	0,294>0,038	0,251>0,060	10,050>0,068	0,024>0,014	0,062>0,025
2	0,301>0,027	0,263>0,038	186,625>0,039	0,037>0,020	0,022>0,016
3	0,342>0,068	0,377>0,082	59,675>0,101	0,023<0,030	0,029>0,027
4	0,347>0,087	0,242>0,101	146,175>0,051	0,044>0,028	0,043>0,024
5	0,308>0,054	0,454>0,056	118,550>0,082	0,047>0,028	0,039>0,027
6	0,405>0,017	0,279>0,066	185,725>0,099	0,031>0,025	0,084>0,041
7	0,351>0,085	0,575>0,068	290,825>0,112	0,040>0,024	0,017>0,011
8	0,452>0,096	0,562>0,119	261,750>0,066	0,088>0,053	0,125>0,040
9	0,356>0,080	0,376>0,027	210,925>0,084	0,052>0,015	0,091>0,024
10	0,423>0,113	0,287>0,095	150,650>0,044	0,077>0,049	0,064>0,033
11	0,450>0,050	0,192>0,096	121,475>0,030	0,073>0,021	0,079>0,023
12	0,433>0,081	0,106>0,066	35,800>0,040	0,103>0,055	0,040>0,030
13	0,405>0,097	0,046>0,028	23,600>0,054	0,082>0,039	Negatif
14	0,438>0,119	0,077>0,035	12,700>0,046	0,099>0,031	0,163>0,033
15	0,437>0,058	0,144>0,070	29,300>0,028	0,096>0,036	0,157>0,030
16	0,442>0,135	0,107>0,063	12,725>0,042	0,097>0,039	0,150>0,034
17	0,496>0,092	0,194>0,078	13,700>0,041	0,083>0,024	0,106>0,035
18	0,096>0,018	0,066>0,037	57,175>0,032	0,064>0,033	0,150>0,024
19	0,075>0,043	0,207>0,078	30,325>0,052	0,076>0,016	0,063>0,029
20	0,025>0,017	0,182>0,088	47,925>0,055	0,100>0,026	0,079>0,045
21	Negatif	0,065>0,030	26,850>0,043	0,097>0,030	0,082>0,031
22	0,517>0,127	0,461>0,039	263,600>0,043	0,093>0,023	0,086>0,035
23	0,614>0,041	0,160>0,022	56,275>0,059	0,096>0,043	0,076>0,033

	Cr	Pb	Mn	Ni
1	0,414>0,043	0,190>0,027	2,222>0,046	0,251>0,037
2	0,593>,0310	0,220>0,033	1,083>0,041	0,194>0,049
3	0,515>0,067	0,240>0,062	2,219>0,039	0,748>0,039
4	0,465>0,082	0,376>0,014	2,271>0,039	0,321>0,063
5	0,339>0,039	0,366>0,055	3,448>0,051	0,137>0,062
6	0,453>0,062	Negatif	2,676>0,065	0,363>0,064
7	0,406>0,092	Negatif	6,584>0,034	0,182>0,060
8	0,471>0,096	Negatif	3,195>0,056	0,292>0,047
9	0,578>0,054	Negatif	3,149>0,035	0,452>0,058
10	0,543>0,096	Negatif	2,575>0,055	0,291>0,062
11	0,437>0,055	0,080>0,047	3,417>0,039	0,363>0,039
12	0,127>0,041	0,120>0,066	1,767>0,059	0,373>0,061
13	0,523>0,053	0,200>0,069	0,911>0,028	0,085>0,051
14	0,426>0,065	0,194>0,038	0,125>0,048	0,151>0,077
15	0,213>0,060	0,256>0,053	3,019>0,053	0,255>0,032
16	0,142>0,056	0,062>0,067	0,722>0,046	0,227>0,043
17	0,286>0,064	0,304>0,035	0,685>0,050	0,199>0,031
18	0,285>0,068	0,420>0,040	1,459>0,056	0,140>0,032
19	0,408>0,087	0,006<0,015	0,708>0,060	0,105>0,046
20	0,271>0,068	0,178>0,066	0,624>0,068	0,105>0,042
21	0,354>0,066	0,098>0,020	0,519>0,044	0,175>0,043
22	0,524>0,084	0,218>0,084	5,326>0,080	0,545>0,052
23	0,418>0,082	0,142>0,094	0,229>0,097	0,181>0,036

$| \bar{X}_{ort1} - \bar{X}_{ort2} | \leq t s [(1/N_1) + (1/N_2)]^{1/2}$ formülü ile hesaplanan sonuçlara göre; 19. numunede yapılan Pb analizi ve 3. numunede yapılan Cd analizi dışında hepsinde mikrodalga çözünürleştirme, yaş çözünürleştirmeye göre daha iyi sonuçlar vermiştir. Bunun nedeni de daha önce bahsetmiş olduğumuz element kayıplarının engellenmesi,

daha yüksek sıcaklıklara çıkılması, daha homojen bir çözelti elde edilmesi gibi mikrodalga çözünürleştirmenin avantajları sebep olarak gösterilebilir.

Yapılan pH analiziyle; pH'ın eser element birikimine etkisi araştırılmak istenmiştir. pH değerleri arasında çok büyük fark görülmemektedir. En yüksek pH 17. numuneye, en düşük pH ise 11. numuneye aittir. Bu sonuçlar yapılan metal analizleri ile karşılaştırıldığında; metal konsantrasyonlarının en yüksek veya en düşük olduğu konsantrasyonlar 11. ve 17. numunelere ait değildir.

Yapılan iletkenlik analiziyle; iletkenliğin eser element birikimine etkisi araştırılmak istenmiştir. En yüksek iletkenlik 12. numuneye en düşük iletkenlik ise 13. numuneye aittir. Bu sonuçlar yapılan metal analizleri ile karşılaştırıldığında; metal konsantrasyonlarının en yüksek veya en düşük olduğunu konsantrasyonlar 12. ve 13. numunelere ait değildir.

Küp örnekleri (8-9-10-11. numuneler) bölgedeki kil ocağından alınan kil örneği (22.numune) ile karşılaştırıldı. Pb sonuçları hariç diğer eser element sonuçları benzerdir. Bu küplerin yapımında bölgeden çıkartılan kil kullanılmış olabilir.

Bölgeden alınan toprak örneği (23. numune) ile sıva örnekleri (1-2-3-4-5-6-7. numuneler) ve kerpiç örneklerinin (12 ve 13. numuneler) eser element sonuçları karşılaştırıldı. Sonuçlar çok değişkenlik göstermiştir. Bu sonuçlara göre sıva örnekleri ve kerpiçler hazırlanırken bu bölgedeki toprağın kullanılmadığı söylenebilir. Ya da bazı eser elementler renk vermesi için bilinçli olarak katılmış olabilir.

Küp örneklerindeki kahverengi renk Fe ve Mn elementlerinden kaynaklanıyor olabilir. Fakat bu elementlerin kil ocağından alınan numunede de bulunması, bu elementlerin bilinçli olarak katılmadığı söylenebilir.

BENZER ÇALIŞMALAR

İbrahim Narin, Mustafa Tuzen, Hayati Sarı, Mustafa Soylak'ın yapmış olduğu 2005 yılında yapmış oldukları “Heavy Metal Content of Potato and Corn Chips from Turkey” çalışmasında; mikrodalga çözünürleştirme ve yaş çözünürleştirme yöntemlerini karşılaştırarak Cu, Zn, Mn ve Fe elementlerinin analizlerini yapmışlardır. Bu çalışmada yaş çözünürleştirme ve mikrodalga çözünürleştirme arasında büyük fark gözlenmemiştir (Narin, Tuzen, Sarı, & Soylak, 2005).

Alaadin ÇUKUR ve Şeref KUNÇ (1990) tarafından gerçekleştirilen Acem Höyük Bakır Buluntu Analizleri çalışmasında da; kazıda bulmuş oldukları bakırlarla Yukarı Fırat havzasındaki bakır kaynağından aldıkları örnekleri karşılaştırmışlardır. Ni ve Fe sonuçlarının örtüşmesi sonucu bakır aletlerinin yapımında bu kaynaktan gelen bakırın kullanılmış olabileceğini söylemişlerdir (Çukur & Kunç, 1990).

Ali Akın AKYOL, Çiğdem GENÇLER GÜRAY, Yusuf Kağan KADIOĞLU ve Şahinde DEMİRCİ' nin yapmış olduğu Elaiussa- Sebaste Cam Örnekleri Arkeometri çalışmasında Fe ve Mn elementlerinin birlikte kahverengini oluşturabileceğini, Mn miktarı arttıkça rengin mora dönebileceğini ve mavi rengin Co elementinden kaynaklanabileceğini söylemişlerdir (Akyol, Güray, Kadioğlu, & Demirci, 2009).

Şahinde DEMİRCİ ve Ömür BAKIRER tarafından gerçekleştirilen Alanya Selçuklu Sarayı Kazısı Cam Buluntularının Malzeme Özellikleri çalışmasında morumsu mavi rengin Fe, Mn ve Cu'dan kaynaklandığını söylemişlerdir (Demirci & Bakırer, 2010).

Beril TUĞRUL ve Sait BAŞARAN tarafından gerçekleştirilen Enez Cam Buluntularının Tahribatsız Muayene Metodlarıyla İncelenmesi çalışmasında; mavi rengi Co elementinin verdiğini söylemişlerdir (Tuğrul & Başaran, 1991).

Billur TEKKÖK, Ali Akın AKYOL, Yusuf Kağan KADIOĞLU ve Şahinde DEMİRCİ'nin yapmış olduğu Bir Grup Troia Seramiğinde Sır ve Malzeme Analizleri çalışmasında; hardal sarısı rengin Fe, Mn, Mo, Sb ve Cu kullanılarak verildiğini söylemişlerdir (Tekkök, Akyol, Kadioğlu, & Demirci, 2008) .

İçten TANSEL, Zeynep KALAYIOĞLU, Şahinde DEMİRCİ'nin yapmış olduğu Gerçek Ve Sahte Sikkelerin Arkeometrik Yöntemler Kullanılarak Ayrılması Ve Gruplandırılması adlı çalışmada yapılan element analizleri sonucunda; maliyeti azaltmak için sahte sikkelere Ag yerine Cu katıldığı bulunmuştur (Tansel, Kalayioğlu, & Demirci, 2012).

F. ÇOBAN, Ü. KÖKLÜ, S. AKMAN, S. KUNÇ ve A. ÇUKUR tarafından yapılmış olan Ayasofya Çinilerinin Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Çeşitli Metotlarla İncelenmesi çalışmasında yapılan element analizleri sonucu; mavi çinilerin Co elementi, turkuaz çinilerin ise Cu elementi ile renklendirildiğini söylemişlerdir (Çoban, Köklü, Akman, Kunç, & Çukur).

6. KAYNAKLAR

- Akyol, A. A., Güray, Ç. G., Kadiođlu, Y. K., & Demirci, Ş. (2009). Elaiussa- Sebaste Cam Örnekleri ArkeometriÇalışmalar. 24. *Arkeometri Sonuçları* (s. 13-28). Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Anıtlar ve Müzeler Genel Müdürlüğü.
- CEM Library. (2012). Microwave Dissolution Of Soil Samples. CEM.
- Çoban, F., Köklü, Ü., Akman, S., Kuñç, S., & Çukur, A. (1993). Ayasofya Çinilerinin Fiziksel ve Kimyasal Özelliklerinin Çeşitli Metotlarla İncelenmesi . 8. *Arkeometri Sonuçları Toplantısı* (s. 331-335). Ankara: Ankara Üniversitesi Basımevi.
- Çukur, A., & Kuñç, Ş. (1990). Acem Höyük Bakır Buluntu Analizleri. 5. *Arkeometri Sonuçları Toplantısı* (s. 33-39). Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Anıtlar ve Müzeler Genel Müdürlüğü; Ankara Üniversitesi Basımevi.
- Demirci, Ş., & Bakırer, Ö. (2010). Alanya Selçuklu Sarayı Kazısı Cam Buluntularının Malzeme Özellikleri. 25. *Arkeometri Sonuçları* (s. 213-225). Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Anıtlar ve Müzeler Genel Müdürlüğü.
- Erdođu, P. D. (2002). UĞURLU-ZEYTİNLİK: GÖKÇEADA'DA TARİH ÖNCESİ. *Trakya Üniversitesi Edebiyat Fakültesi Dergisi*, 1-16.
- Gündüz, P. D. (2002). *İnstrümental Analiz*. Ankara: Gazi Kitapevi.
- Marcos, D. R., Jason, P., Humberto, G., Y., C. A., Gustavo, C. J., Alfredo, C. T., et al. (2011). Comparison of ICP-OES and XRF Performance for Pb and As Analysis

- in Environmental Soil Samples from Chihuahua City, Mexico. *Physical Review & Research International*, 1(2),29-44.
- Milacic, R., & Kralj, B. (2003). Determination of Zn, Cu, Cd, Pb, Ni and Cr in Some Slovenian Food Stuffs. *European Food Research and Technology*, 217, 211-214.
- Minczewski, J., Chwastowska, J., & Dbycynski, R. (1982). *Separation and Preconcentration*. New York: John Wiley and Sons.
- Narin, İ., Tuzen, M., Sarı, H., & Soylak, M. (2005). Heavy Metal Content of Potato and Corn Chips from Turkey. *Bulletin of Environmental Contamination and Toxicology*, 74 , 1072-1077.
- Perkin Elmer Handbook. (2000). Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrometry. Perkin Elmer.
- Sandel, E. B., & Onishi, H. (1978). *Photometric Determination of Traces-of Metals-General Aspects*. New York: Wiley.
- Senvaitiene, J., Smirnova, J., Beganskiene, A., & Kareiva, A. (2007). XRD and FTIR characterisation of lead oxide-based pigments and glazes. *Acta Chimica Slovenica*, 185-193.
- Skoog, D., Holler, F., & Nieman, T. (1998). *Enstrümental Analiz İlkeleri*. Ankara: Bilim Yayıncılık.
- Skoog, D., Holler, F., West, M., & Crouch, S. (2004). *Analitik Kimya Temel İlkeleri*. Ankara: Bilim Yayıncılık.
- Smrkolj, P., Pograjc, L., Hlastan-Ribi, C., & Stibilj, V. (2005). Selenium Content in Selected Slovenian Food Stuff sand Estimated Daily Intakes of Selenium. *Food Chemistry* 90, 90, 691-697.
- Tansel, İ., Kalayioğlu, Z., & Demirci, Ş. (2012). Gerçek Ve Sahte Sikkelerin Arkeometrik Yöntemler Kullanılarak Ayrılması Ve Gruplandırılması. 27.

Arkeometri Sonuçları (s. 277-303). Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Anıtlar ve Müzeler Genel Müdürlüğü; İsmail Aygöl Ofset Matbaacılık.

TC. Milli Eğitim Bakanlığı. (2012). Mart 30, 2018 tarihinde <http://megep.meb.gov.tr/>: http://megep.meb.gov.tr/mte_program_modul/moduller_pdf/Atomik%20Absorpsiyon%20Spektrofotometresi.pdf adresinden alındı

Tekkök, B., Akyol, A. A., Kadioğlu, Y. K., & Demirci, Ş. (2008). Bir Grup Troia Seramiğinde Sır ve Malzeme Analizleri. 23. *Arkeometri Sonuçları* (s. 173-186). Ankara: KÜLTÜR VE TURİZM BAKANLIĞI DÖSİMM BASIMEVİ.

Tuğrul, B., & Başaran, S. (1991). Enez Cam Buluntularının Tahribatsız Muayene Metodlarıyla İncelenmesi. 6. *Arkeometri Sonuçları* (s. 29-40). Ankara: T.C. Kültür Bakanlığı Anıtlar ve Müzeler Genel Müdürlüğü; Ankara Üniversitesi Basımevi.

Vandecasteele, C., & Block, C. B. (1993). *Modern Methods for Trace Element*. England: John Wiley&Sons Ltd.

Welz, B. (1985). *Atomic Absorption Spectrometry*. Weinheim: Federal Republic of Germany.

Welz, B., & Sperling, M. (1999). *Atomic Absorption Spectrometry, 3rd Completely Revised*. Weinheim: Wiley-VCH.

Yıldız, P., Genç, P. D., & Bektaş, P. D. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri* (s. 94). içinde Ankara: Hacettepe Yayınları.

Yıldız, P., Genç, P. D., & Bektaş, P. D. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri* (s. 97). içinde Ankara: Hacettepe Yayınları.

Yıldız, P., Genç, P. D., & Bektaş, P. D. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri* (s. 93-94). içinde Ankara: Hacettepe Yayınları.

Yıldız, P., Genç, P. D., & Bektaş, P. D. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri* (s. 93). içinde Ankara: Hacettepe Yayınları.

Yıldız, P., Genç, P. D., & Bektaş, P. D. (1997). *Enstrümental Analiz Yöntemleri* (s. 85). içinde Ankara: Hacettepe Yayınları.

Zhou, C. Y., Wong, M. K., Koh, L. L., & Wee, Y. C. (1996). Microwave-assisted dilute acid extraction of trace metals from biological samples for atomic absorption spectrometric determination. *Journal of Analytical Atomic Spectrometry*, 11, 585-590.

ÖZGEÇMİŞ

27.03.1990 Edirne’de doğdum. Liseyi Edirne 80. Yıl Cumhuriyet Anadolu Lisesi’nde okudum. 2008 yılında Bozok Üniversitesi Kimya Bölümü’nü kazandım. 2008 yılının bahar döneminde Trakya Üniversitesi Kimya Bölümü 2. öğretimine geçiş yaptım. 2010 yılında üniversite sınavına girerek Trakya Üniversitesi Kimya Bölümü 1. Öğretimi kazandım. 2012 yılında Trakya Üniversitesi Kimya Bölümü’nden mezun oldum. 2012 yılında Trakya Üniversitesi Kimya Bölümü’nde yüksek lisansa başladım. 3,5 yıldır özel bir gıda laboratuvarında kimyager olarak kimya bölüm sorumlusu olarak çalışıyorum.

Adres: Şükrüpaşa Mah. Konak Sitesi D blok Daire 1 Merkez/ Edirne

Tel: 05368712060

e-posta: gokhangundugan@hotmail.com.tr