

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**DENİZLİ BÖLGESİNDE YETİŞEN YÖRESEL ÜZÜMLERDE  
ESER METAL TAYİNLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**MÜRVET KEKEÇ**

**DENİZLİ, AĞUSTOS - 2023**

**T.C.  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ  
FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**



**DENİZLİ BÖLGESİNDE YETİŞEN YÖRESEL ÜZÜMLERDE  
ESER METAL TAYİNLERİ**

**YÜKSEK LİSANS TEZİ**

**MÜRVET KEKEÇ**

**DENİZLİ, AĞUSTOS - 2023**

**Bu tezin tasarımı, hazırlanması, yürütülmesi, arařtırmalarının yapılması ve bulgularının analizlerinde bilimsel etięe ve akademik kurallara özenle riayet edildiđini; bu çalışmanın doğrudan birincil ürünü olmayan bulguların, verilerin ve materyallerin bilimsel etięe uygun olarak kaynak gösterildiđini ve alıntı yapılan çalışmalara atfedildiđine beyan ederim.**

**MÜRVET KEKEÇ**

## ÖZET

**DENİZLİ BÖLGESİNDE YETİŞEN YÖRESEL ÜZÜMLERDE ESER  
METAL TAYİNLERİ  
YÜKSEK LİSANS TEZİ  
MÜRUVET KEKEÇ  
PAMUKKALE ÜNİVERSİTESİ FEN BİLİMLERİ ENSTİTÜSÜ  
KİMYA ANABİLİM DALI**

**(TEZ DANIŞMANI: PROF. DR. ÜMİT DİVRİKLİ)**

**DENİZLİ, AĞUSTOS - 2023**

Bu çalışmada Denizli ilindeki Bekilli, Honaz, Çal ve Buldan olmak üzere dört ilçeden toplanmış üzüm, kuru üzüm ve üzümün yetiştği toprak örneklerinde, Cr, Pb, Cu, Ni, Fe ve Mn derişimleri alevli atomik absorpsiyon spektrometrisi ile tayin edilmiştir. Örnekler, analizden önce yaş yakma ve mikrodalga fırın yakma olmak üzere iki ayrı yöntemle çözünürleştirilmiştir. Her iki yakma yöntemiyle elde edilen sonuçlarda ağır metal miktarlarının, toprak örneğinde en çok, yaş üzüm örneğinde ise en az olduğu görülmüştür. Genel olarak mikrodalga fırın yöntemi ile çözünürleştirme yapılan örneklerde ağır metal düzeyleri daha yüksek bulunmuştur. Bulunan sonuçlar literatürdeki sınır değerler karşılaştırılmıştır. Bu iki çözünürleştirme yöntemi ile elde edilen sonuçlar %BSS bağıl standart sapma, % bağıl hata olarak karşılaştırılmıştır, sonuçlar %5'in altında bulunmuştur. Gözlenebilme sınırı değerleri (LOD) Cr için 0,2451 µg/mL, Pb için 0,1363 µg/mL, Ni için 0,1254 µg/mL, Cu için 0,1382 µg/mL, Mn için 0,0682 µg/mL, Fe için 0,3718 µg/mL; Tayin sınırı değerleri (LOQ) ise Cr için 0,4607 µg/mL, Pb için 0,4565 µg/mL, Ni için 0,2543 µg/mL, Cu için 0,3827 µg/mL, Mn için 0,1658 µg/mL, Fe için 0,8635 µg/mL olarak hesaplanmıştır.

**ANAHTAR KELİMELELER:** Ağır metal, eser metal, üzüm, kuru üzüm, toprak, yaş yakma ile çözünürleştirme, mikrodalga fırın ile çözünürleştirme, atomik absorpsiyon spektrometrisi

## ABSTRACT

**TRACE METAL DETERMINATIONS IN LOCAL GRAPES GROWING IN  
DENİZLİ REGION  
MSC THESIS  
MÜRVEK KEKEÇ  
PAMUKKALE UNIVERSITY INSTITUTE OF SCIENCE  
CHEMISTRY**

**(SUPERVISOR: PROF. DR. ÜMİT DİVRİKLİ)**

**DENİZLİ, AUGUST 2023**

In this study, Cr, Pb, Cu, Ni, Fe and Mn concentrations were determined by flame atomic absorption spectrometry (AAS) in the soil samples of grapes, raisins and soil samples where grapes are grown collected from four districts of Denizli, Bekilli, Honaz, Çal and Buldan. Before analysis, samples were solubilized by two different methods, wet incineration and microwave incineration. In the results obtained by both solubilization methods, it was observed that the heavy metal amounts were the highest in the soil sample and the least in the fresh grape sample. In general, heavy metal levels were found to be higher in samples that were solubilized by microwave oven method. The results were compared with the limit values in the literature. The results obtained with these two solubilization methods were compared as %RSD relative standard deviation, % relative error, and the results were found below 5%. Limit of detection values (LOD) 0.2451 µg/mL for Cr, 0.1363 µg/mL for Pb, 0.1254 µg/mL for Ni, 0.1382 µg/mL for Cu, 0.0682 µg/mL for Mn, as 0.3718 µg/mL for Fe; Limit of determination values (LOQ) are 0.4607 µg/mL for Cr, 0.4565 µg/mL for Pb, 0.2543 µg/mL for Ni, 0.3827 µg/mL for Cu, 0.1658 µg/ for Mn mL was calculated as 0.8635 µg/mL for Fe.

**KEYWORDS:** Heavy metal, trace metal, grape, raisin, soil, wet combustion solubilization, microwave solubilization, atomic absorption spectrometry

# İÇİNDEKİLER

Sayfa

ÖZET.....	i
ABSTRACT .....	ii
İÇİNDEKİLER .....	iii
TABLO LİSTESİ .....	vii
SEMBOL LİSTESİ .....	viii
ÖNSÖZ.....	ix
<b>1. GİRİŞ.....</b>	<b>1</b>
1.1 Tezin Amacı .....	2
<b>2. AĞIR METALLER ve İNSAN SAĞLIĞI ÜZERİNE ETKİLERİ .....</b>	<b>3</b>
2.1 Genel bilgiler .....	3
2.2 Ağır Metaller .....	4
2.2.1 Krom .....	4
2.2.2 Kurşun.....	4
2.2.3 Nikel.....	5
2.2.4 Bakır.....	5
2.2.5 Mangan .....	6
2.2.6 Demir .....	7
2.3 Literatür Çalışmaları.....	8
2.3.1 Yaş Üzüm, Kuru Üzüm ve Bağ Toprağında Ağır Metal Analizi ile İlgili Yapılan Çalışmalar.....	8
2.4 Ağır Metal Sınır Değerleri .....	11
<b>3. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ (AAS) .....</b>	<b>13</b>
<b>4. ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ.....</b>	<b>14</b>
4.1 Kuru Yakma Metodu .....	14
4.2 Yaş Yakma Metodu .....	14
4.3 Mikrodalga Fırın ile Yakma Metodu.....	15
<b>5. DENEY BÖLÜMÜ .....</b>	<b>16</b>
5.1 Deneyde Kullanılan Alet ve Ekipmanlar.....	16
5.1.1 Atomik Absorpsiyon Spektrometresi.....	16
5.1.2 Analitik Terazî .....	16
5.1.3 Mikrodalga Fırın Cihazı.....	17
5.2 Materyal.....	17
5.2.1 Deneydeki Reaktifler ve Çözelti Hazırlığı.....	17
5.2.2 Örneklerin Alınması .....	18
5.3 Çözünürleştirme Basamakları .....	19
5.3.1 Yaş Yakma ile Çözünürleştirme Metodu.....	20
5.3.2 Mikrodalga Fırın Yakma ile Çözünürleştirme Metodu .....	21
5.4 Deney Sonuçları ve Değerlendirme.....	24
5.4.1 Yaş Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Düzeyleri.....	24
5.4.2 Mikrodalga Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Düzeyleri .....	29
5.4.3 Yaş Yakma ve Mikrodalga Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Miktarlarının Karşılaştırılması .....	34

<b>6. METODUN GEÇERLİLİĞİ.....</b>	<b>40</b>
6.1 Doğrusallık .....	40
6.1.1 Kalibrasyon Eğrileri.....	40
6.2 Kesinlik .....	44
6.3 Doğruluk.....	46
6.3.1 % Bağıl Hata .....	46
6.3.2 Standart Ekleme ve % Geri Kazanım (% R).....	48
6.4 Gözlenebilme sınırı (LOD) ve Tayin Sınırı (LOQ).....	49
<b>7. SONUÇ ve TARTIŞMA.....</b>	<b>50</b>
<b>8. KAYNAKÇA .....</b>	<b>55</b>
<b>9. ÖZGEÇMİŞ .....</b>	<b>61</b>

## ŞEKİL LİSTESİ

### Sayfa

Şekil 3. 1: Alevli AAS cihazı akış şeması (Skoog 1998).....	13
Şekil 5. 1: Mikrodalga fırın cihazı .....	17
Şekil 5. 2: Honaz ilçesine ait yaş üzüm örnekleri .....	18
Şekil 5. 3: Buldan ilçesine ait yaş üzüm örnekleri .....	19
Şekil 5. 4: Honaz ilçesine ait kuru üzüm örnekleri .....	20
Şekil 5. 5: Yaş yakma metodu çözünürleştirme akış şeması .....	21
Şekil 5. 6: Mikrodalga fırın yakma metodu çözünürleştirme yöntemi akış şeması .....	22
Şekil 5. 7: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarları .....	26
Şekil 5. 8: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarları .....	26
Şekil 5. 9: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarları .....	27
Şekil 5. 10: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarları .....	28
Şekil 5. 11: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarları .....	28
Şekil 5. 12: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarları .....	29
Şekil 5. 13: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarları .....	31
Şekil 5. 14: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarları .....	31
Şekil 5. 15: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarları .....	32
Şekil 5. 16: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarları.....	33
Şekil 5. 17: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarları.....	33
Şekil 5. 18: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarları .....	34
Şekil 5. 19: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarlarının karşılaştırılması .....	36
Şekil 5. 20: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarlarının karşılaştırılması .....	36
Şekil 5. 21: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarlarının karşılaştırılması .....	37
Şekil 5. 22: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarlarının karşılaştırılması .....	38



Şekil 5. 23: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarlarının karşılaştırılması .....	38
Şekil 5. 24: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarlarının karşılaştırılması .....	39
Şekil 6. 1: Cr Kalibrasyon Doğrusu .....	41
Şekil 6. 2: Pb Kalibrasyon Doğrusu .....	42
Şekil 6. 3: Ni Kalibrasyon Doğrusu .....	42
Şekil 6. 4: Cu Kalibrasyon Doğrusu .....	43
Şekil 6. 5: Mn Kalibrasyon Doğrusu.....	43
Şekil 6. 6: Fe Kalibrasyon Doğrusu .....	44

## TABLO LİSTESİ

### Sayfa

Tablo 2. 1: FAO/WHO tarafından belirlenen gıdalarda kabul edilebilir ağır metal düzeyleri .....	11
Tablo 2. 2 : Toprakta ağır metal sınır değerleri .....	12
Tablo 5. 1: AAS cihazının ölçüm koşulları.....	16
Tablo 5. 2: Toprak numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı .....	23
Tablo 5. 3: Üzüm ve kuru üzüm numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı .....	23
Tablo 5. 4: Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarları .....	25
Tablo 5. 5: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarları .....	30
Tablo 5. 6: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarlarının karşılaştırılması .....	35
Tablo 6. 1: Korelasyon katsayıları ( $R^2$ ).....	41
Tablo 6. 2: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metoduyla çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta % bağıl standart sapma (%BSS) değerlerinin karşılaştırılması .....	45
Tablo 6. 3: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metoduyla çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta % Bağıl Hata .....	47
Tablo 6. 4: Yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerinde $\%R \pm SD$ değerleri ..	48
Tablo 6. 5: LOD ve LOQ Değerleri .....	49

## SEMBOL LİSTESİ

<b>µg</b>	:	Mikrogram
<b>mL</b>	:	Mililitre
<b>µL</b>	:	Mikrolitre
<b>L</b>	:	Litre
<b>Kg</b>	:	Kilogram
<b>mg</b>	:	Miligram
<b>ppm</b>	:	Milyonda Bir Birim
<b>g</b>	:	Gram
<b>°C</b>	:	Santigrat Derece
<b>SD</b>	:	Standart Sapma
<b>S</b>	:	Standart Sapma
<b>A</b>	:	Absorbans
<b>C</b>	:	Konsantrasyon
<b>AAS</b>	:	Atomik Absorpsiyon Spektrometresi
<b>%BSS</b>	:	Yüzde Bağlı Standart Sapma
<b>%R</b>	:	Yüzde Geri Kazanım
<b>R<sup>2</sup></b>	:	Korelasyon Katsayısı
<b>TGK</b>	:	Türk Gıda Kodeksi
<b>FAO</b>	:	Birleşmiş Milletler Gıda ve Tarım Örgütü
<b>WHO</b>	:	Dünya Sağlık Örgütü
<b>LOD</b>	:	Gözlenebilme Sınırı
<b>LOQ</b>	:	Tayin Sınırı
<b>GSA</b>	:	Gözlenebilme Sınırının Altında

## ÖNSÖZ

Tez çalışmam süresince yardımlarını asla esirgemeyen, enerjisini daima yüksek tutup bana attığım bütün adımlarımda destek olan, tecrübelerinden yararlandığım danışman hocam Sayın Prof. Dr. Ümit DİVRİKLİ'ye, teşekkürlerimi ve sonsuz şükranlarımı sunarım.

Her sorumu bıkmadan cevaplayan ve güler yüzünü eksik etmeyen hocam Sayın Prof. Dr. Ayşen HÖL'e, deneyimlerinden yararlandığım hocam Sayın Prof. Dr. Aslıhan ARSLAN KARTAL'a ve üzüm örneği toplarken yardım aldığım hocam Sayın Prof. Dr. Fikret KARCI'ya ve yüksek lisans eğitim ve öğretim sürem boyunca birçok bilgi edindiğim Pamukkale Üniversitesi Kimya Bölümündeki bütün hocalarıma çok teşekkür ederim.

Ayrıca bu tez çalışmamda sürekli yardım aldığım özverili davranışlarıyla her zaman yanımda olan sevgili eşim Nihat KEKEÇ'e, yorulmak nedir bilmeyen canım annem Emine YALÇIN'a, üzerimde emeği olan anneannem merhum Mürüvvet ERDOĞAN'a ve eşsiz kızlarım Mira KEKEÇ ve Nora KEKEÇ'e çok teşekkür ederim.

# 1. GİRİŞ

Son yıllarda dünyanın en büyük sorunlarından biri de çevre ve gıda kirliliği olmaya başlamıştır. Kirlilik ise evsel ve endüstri atıklarındaki zehirli metallere ileri gelmektedir. Bu toksikolojik etkiye uğrayan gıdalarda, tarım ürünlerinde, bitkilerde ağır metal kirliliği olarak kendini göstermektedir. Ayrıca kullanım dışı atık sulara salınan ağır metallere karşı karşıya kalan insan hayvan ve bitkilerde bu durum geri dönüşü olmayan hasarlara neden olmaktadır. Bundan dolayı bazı gelişmişlik seviyesi yüksek olan ülkeler, ağır metal kirliliğini engelleyebilmek için önemli ölçüde bütçe ayırmaktadırlar (Dirican 2016).

Doğal çevrede kirlenme sonucunda meydana gelen ağır metal birikmesi çevreye ait çok önemli sorunlar doğurmaktadır. Bu elementlerin çoğu canlılarda birikme eğilimi gösterir. Bu birikme, insan bedeni ve diğer canlılarda zehirlenme, çeşitli hastalıklar ve daha da ötesinde ölüme kadar gidebilmektedir (Topbaş ve diğ. 1998).

Bu toksik etkiyi gösteren ağır metallere toprakta birikme potansiyeli daha fazladır. Bu nedendir ki kirlenmiş sularda yapılan tarım faaliyetleri sonucunda toprakta biriken söz konusu ağır metallere toprakta yetişen tarım ürünleri ve bitkilere kolaylıkla geçer. Sonuç olarak gıda alımı yoluyla gerek insan gerek hayvan sağlığını tehlikeye düşürür.

Bu sebeplerden dolayı ağır metallere bazı gıdalarda, bitkilerde ve toprakta bulunabilecek maksimum seviyeleri araştırılmaya başlanmıştır. İnsanlar tarafından günlük ve haftalık alınabilecek limit dozajlar hesaplanmış ve bu değerler çeşitli ulusal ve uluslararası kuruluşlar tarafından belirlenmiştir.

Bu çalışmada yaş küllü etme ve mikrodalga küllü etme metotları ile, Denizli'ye bağlı bazı ilçelerde yetişen yaş üzüm, kuru üzüm ve üzüm örneğinin alındığı toprakta ağır metal tayini AAS cihazı kullanılarak yapılmıştır.

## 1.1 Tezin Amacı

İnsan hayvan ve bitkilerde ağır metal birikmesinin neden olduğu ciddi sađlık problemleri hastalıklar ve ölümlerin azaltılması ve ortadan kaldırılması için gıdalarda ve toprakta ağır metal analizi çok önem arz eder. Bu sebeple bu çalışmada, yaş yakma ve mikrodalga fırın ile yakma teknikleri ile çözünürleştirme yapılan yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerinde ağır metal derişimlerinin AAS cihazıyla tayini amaçlanmıştır.

Toprak ve üzüm örneklerinde var olan metal derişimlerinin, TGK'ya, uluslararası kuruluşlar olan FAO, WHO'ya ve bazı araştırmacılara göre gıdalarda ve toprakta belirlenen maksimum limit değerleri ile karşılaştırılarak canlı sađlığı için tehlike yaratıp yaratmadığının belirlenmesi de çalışmanın amaçları arasındadır.

Tez çalışmasında ayrıca iki farklı çözündürme yöntemi kullanılıp sonuçlar doğruluk, güvenilirlik ve doğrusallık açısından incelenerek hangi yöntemin daha güvenilir ve doğru sonuçlar verdiği tespit edilmeye çalışılmıştır.

Bu çalışma Denizli'nin dört farklı ilçesinden bazı üzüm çeşitleri, üzümlerin alındığı toprağın ağır metal içeriklerinin (Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe) alevli AAS ile tayinlerini amaçlamaktadır.

## 2. AĞIR METALLER ve İNSAN SAĞLIĞI ÜZERİNE ETKİLERİ

### 2.1 Genel bilgiler

Ağır metaller, çevrede kirlenme meydana getiren ve toksik etkisi yüksek olan kirleticiler olarak adlandırılır (Duffus 2002).

Ağır metaller; az miktarlarda toksikolojik etki gösterebilen elementlerdir. Ağır metaller organizmaya birçok farklı yolla girebilmektedir, fakat vücuttan boşaltım sistemiyle atılması kendiliğinden olmayabilir. Bu nedenle vücutta birikmeye başlarlar ve yeterli düzeye ulaştığında toksikolojik etki gösterip çeşitli ciddi hastalıklara, kansere, hatta ölümlere neden olabilmektedirler (Özbolet ve Tuli 2016).

Bu metaller yüksek dozajlara ulaştığında insanın cinsiyeti, yaşı, immünolojik sistemi, beslenmesi vb. faktörlere bağlı olarak ciddi kronik hastalıklara ve kansere neden olabilmektedir (Kara ve Kara 2018).

Ağır metaller eski çağlardan beri insan sebebiyle atmosfer ve toprağa yayılmaya başlamışlardır. Endüstrileşme faaliyetleri sonucu su ve hava kirleticileri kimyasal yollarla toprağa karışma eğilimindedir. Dış dünyada maruz kalınan metallere kurşun (Pb), krom (Cr), demir (Fe), bakır (Cu), nikel (Ni), mangan (Mn) (mangan) ağır metal olarak sayılırlar. Ağır metallerin atmosfere yayılması farklı yollarla olabilmektedir. Atmosfere yayılan ağır metaller, toprağa yeryüzü sularına sonrasında da yeraltındaki sulara geçerek ekolojik sisteme zarar verebilmektedirler (Seven ve diğ. 2018).

Ağır metallerin neden olduğu hava toprak ve su kirliliği sonucu kirlenmiş topraklarda yapılan sebze meyve üretimiyle birlikte gıda üretimine katılmakta ve sonuç olarak insan sağlığını tehdit eder düzeye ulaşabilmektedir (Çağlarırnak ve Hepçimen 2010).

## 2.2 Ağır Metaller

### 2.2.1 Krom

Doğada her yerde bulunabilen bir metaldir. Krom bir bitki besin maddesi olmayıp toprakta fazla bulunduğunda bitkiler tarafından alınır ancak kaynakları krom içeren toprağa eklenen mineraller, atıklar ve artıklardır. İnsan sağlığı için önemli bir element olan krom, fazla alındığında hastalığa neden olabilir (Kara ve Kara 2018).

Fazla miktarlarda krom bitkiler üzerinde toksik etkilere sahip olabilir. Krom zehirlenmesi ile bitkinin kökleri küçülür, yapraklarda yanık lekeleri oluşur ve kahverengimsi kırmızı renge dönüşür (Seven ve diğ. 2018).

Ortalama krom alımı günde 30-200 µg'dır. Bu miktarda kromun toksik etkisi yoktur ve bir yetişkinin günlük krom ihtiyacını karşılar. Et, tahıllar, baklagiller ve baharatlar en iyi krom kaynaklarıdır, ancak süt ürünleri, birçok sebze ve meyve az miktarda krom içerir. Sulu ortamda biriktiğinden yüksek düzeyde kroma maruz kalan balıkları tüketmek çok tehlikelidir. Krom eksikliği diyabet hastalığına yol açabilir. Kroma alerjisi olan kişilerde astım atakları, cilt tahrişi, ülserler, böbrekler ve karaciğerde hasar görülebilir. Dolaşım sistemi ve sinir sistemine de zarar verebilir. Krom boya, kağıt, kauçuk ve çimento gibi malzemelerin üretiminde kullanılır (Kahvecioğlu ve diğ. 2003).

### 2.2.2 Kurşun

Kurşun, insan faaliyetleri yoluyla ekosistem döngülerine zarar veren ilk metaldir. Kurşun, toksik özelliklere sahip metal veya bileşik olarak atmosfere giren çevreyi kirleten ana ağır metaldir. Günümüzde kurşunsuz benzin kullanımı atmosfere kurşun emisyonlarını azaltmış olsa da kurşunsuz benzinin bileşimindeki kurşun, birincil metal üretiminin birçok aşamasından atmosfere kurşun ve bileşiklerini salmaktadır. Kurşunun diğer önemli kullanımları arasında konserve kapakları, kurşun-kalay alaşımlı kaplar, seramik sırlar, böcek ilaçları, kozmetik malzemeleri, tarım ilaçları, sigara, eski evlerde bulunan su tesisatları ve piller bulunur.



İnsan vücudundaki tahmini kurşun miktarı ortalama 125-200 mg'dır. Kurşunun çoğu kemiklerde depolanır, ancak beyne, rahimdeki fetüse ve anne sütüne de geçebilir. Dünya Sağlık Örgütü sınıflandırmasına (WHO 1996) göre kurşun, Grup 2 kanserojendir (Kahvecioğlu ve diğ. 2004).

Değişik yüzdelerde olmak üzere çeşitli bitkilerde kurşun bulunur. Topraktaki çözünebilir kurşun konsantrasyonu 0.05-5 ppm seviyesindedir. Bitkilerdeki doğal kurşun seviyesi 5 ppm'in altındadır (Seven ve diğ. 2018).

### **2.2.3 Nikel**

Oral olarak alınan nikelin çoğu vücut tarafından emilmez ve dışkıyla atılır. Bir kısmı akciğer, bağırsak ve deri gibi dokularda birikebilir. Gıdaya uygulanan bazı işlemler, araç ve gereçler de nikel kontaminasyon seviyesini etkiler. Örneğin tanelerin öğütülmesi veya ezilmesi bu ürünlerin nikel içeriğini azaltırken, pişirme işlemi nikel içeriğini artırır (Çağlarırnak ve Hepçimen 2010).

Nikel doğada eser miktarda bulunan bir elementtir. Günlük nikel alımının yaklaşık yarısı ekmek, içecek ve müsli tüketiminden gelmektedir. Nikel genel olarak paslanmaz çelik, bakır-nikel alaşımlarının üretiminde kullanılmaktadır. Saf nikel ayrıca elektrolitik kaplamalarda ve alkalın pillerde, madeni paralarda, mıknatıslarda, elektrotlarda, elektrik konektörlerinde ve tıbbi protezlerde kimyasal katalizör olarak kullanılır. Bitkiler nikeli emer ve vücutlarına dahil eder. Ekolojik döngüde, nikelin sebze ve meyvelerden organizma vücuduna alımı yüksektir. Nikele maruz kalma, nikel ile kirlenmiş toprak veya su ile cilt teması yoluyla da meydana gelebilir. Nikele maruz kalmanın en büyük sağlık riski solunum yolu kanseridir. Deri yoluyla emilmesi alerjik cilt hastalıklarına neden olur. Nikel içeren takılar kullanıldığında cilt etkileşimleri meydana gelebilir (Seven ve diğ. 2018).

### **2.2.4 Bakır**

Bakırın bitkiler ve organizmalar üzerindeki etkileri, organizmanın kimyasal formuna ve büyüklüğüne bağlıdır. Küçük ve basit canlılar için zehirlidir, ancak büyük

canlıların temel yapı elemanıdır. Bu nedenle bakır ve bileşikleri, tarım zararlıları ve yumuşakçalara karşı fungusit, biyosit, antimikrobiyal ve insektisit olarak yaygın bir şekilde kullanılmaktadır. Örneğin bakır içeren kireç sütü karışımları “Bordo karışımları” olarak bilinir ve bağcılıkta fungusit olarak kullanılır. Endüstride çok farklı alanlarda kullanılabilir. Hastanelerde kapı kolları ve sık dokunulan kısımlar için bakır alaşımlı malzemeler kullanılır ve malzemenin antiseptik özelliği çeşitli bakterilerin üremesini engellemek için kullanılır. Bakır birçok sebze ve meyvede doğal olarak bulunur (Kahvecioğlu ve diğ. 2004).

Mineral topraklarda, özellikle kumlu ve çakıllı topraklarda bakır noksanlığı oluşur. Bakır organlar, kabuklu deniz ürünleri, kabuklu yemişler ve tohumlar başta olmak üzere birçok gıdada bulunur. Buğday kepeği ve tam tahıl ürünleri de iyi bakır kaynaklarıdır (Seven ve diğ. 2018).

Günlük maksimum bakır alımı değeri kadınlarda 12 mg/gün, erkeklerde 10 mg/gün, 6-10 yaş grubu çocuklarda ise 3 mg/gündür. Bakır yetersizliğine bağlı olarak hem insan hem de hayvanlarda büyüme ve gelişme geriliği, çeşitli enfeksiyonlar, osteoporoz, kansızlık, saçta renk pigmentasyonu kaybı görülebilir. Bakır vücut fonksiyonları açısından önemli olmakla beraber özellikle saç, deri esnek kısımları, kemik ve bazı iç organların temel bileşenidir. Nadir de olsa akut bakır zehirlenmesi görülebilir; belirtileri ise karın ağrısı, mide bulantısı, ishaldir (Kahvecioğlu ve diğ. 2004).

Bakırın düşük miktarları bile tarımsal mahsullerde, suda yaşayan canlılarda ve insanlarda toksik etki gösterebilir. Topraktaki bakır kaynakları mineraller, toprak organik maddesi ve bazı böcek ilaçlarıdır. Bitkiler için bir besin elementi olan bakır, bitkiler tarafından topraktan iyonlar halinde emilir (Kara ve Kara 2018).

### **2.2.5 Mangan**

Mangan bağ ve kemik dokusu oluşumunda, büyüme ve üreme işlevinde, protein sentezinde, mukopolisakkarit üretiminde ve fosforilasyonda rol oynar. Ceviz, fındık, tahıl, çay ve sebzelerde yaygın olarak bulunur. Mangan kadınlarda doğurganlık için gereklidir. Erkeklerde manganez eksikliği infertiliteye neden olur. Mangan

zehirlenmesi madencilerde, ilaç sektörü işçilerinde, çömlek ve cam işçilerinde görülür; psikiyatrik ve nörolojik hastalıklara yol açar (Özgünen ve Üstdal 1997).

Manganez demir-çelik ve kimya endüstrisinde kullanılır. Genelde manganez tüketiminin yaklaşık %95'i cevher ve alaşım şeklinde demir-çelik, %5'i de kimya sanayinde kullanılır. Kimya sanayinde kullanılan manganez; suni gübre, cam, pil, seramik, oto boyası, çimento, ilaç, fotoğrafçılık, petrokimya ve elektronik endüstrisinde kullanılmaktadır ([www.marbleport.com](http://www.marbleport.com) 2014).

Manganez kemik ve bağ dokuları için çok elzem bir mineraldir. Manganez eksikliğinde kilo kaybı, mide bağırsak sistemi sorunları, cilt tahrişi, saçların geç uzaması ve saçta beyazlamalar; fazlalığında ise kronik mangan zehirlenmesi görülmektedir. Emilimi çok az olup ve bağırsak ve safra kesesi yoluyla vücuttan uzaklaştırılmaktadır (Tosmur 2004).

İnsan vücudunda, ortalama 10 ila 20 mg mangan içerir ve bunun %25 ila %40'ı kemikte bulunmaktadır (Aschner ve Aschner 2005).

## **2.2.6 Demir**

Demir, bitki fotosentezinde önemli bir göreve sahiptir, eksikliğinde fotosentez olayı gerçekleşmez. Demir toksisitesi daha az yaygın görülmekle birlikte toksik etki sonucu yapraklarda çürümeye, gövde ve köklerde ise boy kısalığına neden olur. Toprakta büyük miktarda manganez birikimi bitkinin demir alımını engeller. Klorofil sentezi demir eksikliğinden etkilenir. Toprağa uygulanan demir içeren gübreler, kireç içeriği yüksek olan koşullarda etkisiz hale gelebilmektedir (Yerli ve diğ. 2020).

Demir, oksijen taşımakla görevli proteinler hemoglobin ve miyoglobin ile demir açısından zengin bir protein olan 'ferritin' yapımında yer alır (Alkış 2011).

Aşırı miktarda karbonhidratlı ve süt ürünleriyle besleniliyor ise, kanda bir mikroorganizma çeşidi olan parazit varsa ve de fazla kan kaybı söz konusu ise demir eksikliği ortaya çıkar. Bu durum kansızlık, halsizlik ve mental retardasyona neden olur (Bertini ve diğ. 1994).

Vücutta erkeklerde toplam 3,45 gram, kadınlarda ise 2,45 gram bulunan demirin %60-70'i kan hücrelerinde, %10-12'si kas, miyoglobin isimli kan proteininde ve enzimlerde, %15-30'u kan hücresi üreten organ ve kemiklerde depolanır. Demir eksikliği vücutta örneğin besinlerden yetersiz demir alımı, sindirim sistemindeki emilim bozuklukları ve kan hücrelerinin azalması şeklinde kendini gösterir. Demir içeriği açısından zengin besinler et, karaciğer ve dalak gibi et ürünleridir. Belirli bozuklukların bir sonucu olarak veya ilaçların ihtiyaç duyduğundan daha fazla demir alındığında vücutta fazla demir birikir. Gerekli tedavi alınmazsa siroz, diyabet, kalp büyümesi gibi ciddi sorunlara yol açabilir (Alkış 2011).

## **2.3 Literatür Çalışmaları**

### **2.3.1 Yaş Üzüm, Kuru Üzüm ve Bağ Toprağında Ağır Metal Analizi ile İlgili Yapılan Çalışmalar**

Özmen ve Aksu (2012) Elazığ ilinde yetişmiş üzüm ve üzüm ürünlerinde AAS cihazı kullanarak ağır metal tayini yapmışlardır. Cu  $14,78 \pm 9,51$  mg/kg (siyah üzüm çekirdeği),  $0,39 \pm 0,14$  mg/L (beyaz üzüm suyu); Fe  $33,94 \pm 15,11$  mg/kg (siyah üzüm çekirdeği),  $0,85$  mg/L (beyaz üzüm suyu); Cu  $6,57 \pm 4,20$  mg/kg (Orcik),  $2,23 \pm 1,36$  mg/L (pekmez), Fe  $19,77 \pm 26,38$  mg/kg (pestil),  $2,51 \pm 2,80$  mg/L (pekmez) olarak elde etmişlerdir. Yetiştirilen topraktaki değerler ise Cu  $7,67 \pm 3,14$  mg/kg, Fe  $190,66 \pm 22,09$  mg/kg, Pb  $27,36 \pm 12,58$  mg/kg, Ni  $28,23 \pm 5,31$  mg/kg olarak bulunmuştur.

Esetlili ve Bayız (2021) yaptıkları çalışmada, Salihli ilçesinde bulunan bağ alanlarından toprak ve üzüm örnekleri alarak ağır metal içeriklerinin (Mn, Cu, Fe, Pb, Ni, ve Cr) AAS cihazı ile belirlenmesini amaçlamışlardır. Toprağın yüzey bölgesinde toplam ortalama Cr  $10,16-19,05$  mg/kg, Pb  $5,62-12,76$  mg/kg, Ni  $9,98-39,86$  mg/kg, Cu  $7,14-29,12$  mg/kg, Mn  $11,22-22,03$  mg/kg, Fe  $2,95-2,20$  mg/kg olarak bulmuşlardır. Üzüm örneklerinde ise Fe  $21-45$  mg/kg, Mn  $1.50-4.10$  mg/kg, Cu  $2.50-4.50$  mg/kg, Ni  $0.15-0.50$  mg/kg aralığında, Cr ve Pb'un ise eser düzeyde bulunduğunu belirlemişlerdir.

Altundağ ve Tüzen (2011) Sakarya ilçesindeki bazı kuru meyvelerde ağır metal düzeylerini iki farklı yöntem kullanarak ICP-OES ile tayin etmişlerdir. Kuru üzümdeki ağır metal miktarlarını yaş yakma metoduyla Cr  $0,67 \pm 0,006$   $\mu\text{g/g}$ , Cu  $2,54 \pm 0,14$   $\mu\text{g/g}$ , Mn  $3,23 \pm 0,14$   $\mu\text{g/g}$ , Ni  $2,12 \pm 0,11$   $\mu\text{g/g}$ , Pb  $0,91 \pm 0,14$   $\mu\text{g/g}$ , Fe  $40,36 \pm 4,19$   $\mu\text{g/g}$  olarak tayin etmişlerdir. Mikrodalga metoduyla yaptıkları tayinde ise Cr  $0,78 \pm 0,12$   $\mu\text{g/g}$ , Cu  $2,37 \pm 0,17$   $\mu\text{g/g}$ , Mn  $3,02 \pm 0,31$   $\mu\text{g/g}$ , Ni  $2,18 \pm 0,35$   $\mu\text{g/g}$ , Pb  $0,81 \pm 0,11$   $\mu\text{g/g}$ , Fe  $38,67 \pm 3,87$   $\mu\text{g/g}$  olarak bulmuşlardır.

Duran ve diğ. (2008) Kayseri’de dokuz farklı kuru meyve örneğinde eser element seviyelerini yaş kül etme yöntemini uygulayarak alevli AAS ile belirlemişlerdir. Siyah kuru üzüm örneklerindeki bulunan eser metal değerleri sırasıyla Cu  $4,52 \pm 0,37$   $\mu\text{g/g}$ , Ni  $2,12 \pm 0,37$   $\mu\text{g/g}$ , Pb  $7,80 \pm 0,71$   $\mu\text{g/g}$ , Fe  $54,55 \pm 5,2$   $\mu\text{g/g}$ , Cr  $4,02 \pm 0,30$   $\mu\text{g/g}$ ’dır.

Şamil ve diğ. (2005), AAS ile Isparta’nın Şarkıkaraağaç ilçesinde yetiştirilen üzümlerde Cu derişimini  $0.20-0.33$  mg/kg olarak bulmuşlardır.

Saraçoğlu ve diğ. (2009) Kayseri’de yetiştirilen kuru kayısı örneklerinde mikrodalga yakma yöntemini kullanarak minimum ve maksimum değerleri sırasıyla Cu için  $0,92 \pm 0,07/6,49 \pm 0,45$   $\mu\text{g/g}$ , Mn için  $0,97 \pm 0,08/8,27 \pm 0,51$   $\mu\text{g/g}$ , Fe için  $10,4 \pm 0,9/80,1 \pm 3,5$   $\mu\text{g/g}$ , Pb için  $0,72 \pm 0,05/3,77 \pm 0,18$   $\mu\text{g/g}$ , Ni için  $2,30 \pm 0,10/5,83 \pm 0,37$   $\mu\text{g/g}$ , Cr için  $4,76 \pm 0,32/28,9 \pm 1,5$   $\mu\text{g/kg}$  olarak tespit etmişlerdir.

Assis ve diğ. (2008) Brezilya’da üretilmiş olan 20 farklı çeşit üzümün suyunda yapılan eser metal tayininde Ni;  $0,032$  mg/L, Cu;  $1,28$  mg/L, Pb;  $1,44$  mg/L olarak tespit edilmiştir.

Angelova ve diğ. (1999) Bulgaristan’da sanayi açısından aynı bölgeden kirli kısımlarından toplanan üzüm örneklerindeki yapılan analizlerde bulunan değerler sırasıyla Cu;  $4,0-0,9-11,3$  mg/kg, Pb;  $1,8-0,3-2,3$  mg/kg; kirletilmemiş kısımlarından toplanan üzüm örneklerindeki analizlerde ise Pb;  $0,4$ -te (tayin edilemedi)- $2,0$  mg/kg, Cu;  $3,6-0,3-7,6$  mg/kg olduğu belirlenmiştir.

Prabagar ve diğ. (2021) Sri Lanka’da üzüm ekili alanlardan üzüm ve toprak örneği alarak ağır metal derişimlerini belirlemişleridir. Üzüm örneklerinde minimum

ve maksimum deęerleri sırasıyla Pb <0,05 mg/kg, Ni <0,05-0,2 mg/kg, Cu 0,3-1,3mg/kg olarak bulmuşlardır. Toprak örneklerinde Pb<3,1-11,6 mg/kg, Ni 0,28-48,3 mg/kg; Cu ise 3,6-20,3 mg/kg olarak belirlemişlerdir.

Baędatlıoęlu ve dię. (2010) bazı meyve ve yapraklı sebze çeşitlerinde ağır metal seviyelerini AAS kullanarak tespit etmişlerdir. Tespit edilen derişimler Fe, Cu ve Pb için sırasıyla 0,56 ile 329,7; 0,01 ile 5,67 ve 0,001 ile 0,97 µg/g arasında deęişmiştir. Üzüm örneklerindeki tespit edilen derişimler Pb 0,001-0,015 µg/g; Cu 0,40-0,71 µg/g; Fe 2,35-4,48 µg/g olmakla birlikte asma yapraęı örnekleri için bu deęerler Pb 0,042-0,105 µg/g; Cu 0,01-41,98 µg/g ve Fe için 10,04-14,20 µg/g olarak belirlemişlerdir.

Karakaşeva ve dię. (2012) Makedonya'nın doğusundaki üzüm baęlarından alınan yöreye özgü beş farklı çeşit üzümde ve baę topraęında ağır metal birikimini araştırmışlardır. Yaptıkları araştırmada üzümde buldukları derişimler Pb 0,01-7,42 mg/kg, Ni 0,19-1,27 mg/kg, Cu 8,88-13,01 mg/kg, Mn 15,77-24,36 mg/kg, Fe 43,44-80,73 mg/kg; toprakta ise Pb 14,19-26,9 mg/kg, Ni 145,11-198,81 mg/kg, Cu 37,61-53,5 mg/kg, Mn 722-1081 mg/kg, Fe 2321-3080 mg/kg arasında deęişmiştir.

Alagic ve dię. (2014) Doęu Sırbistan tarafından seçilen dokuz farklı bölgeden örnekler alarak Cu, Ni ve Pb seviyeleri tespit etmişlerdir. Üzüm meyvesinde tespit edilen deęerler Cu  $8,04 \pm 0,06$  ile  $33,05 \pm 0,09$  mg/kg; Ni  $0,415 \pm 0,005$  ile  $0,620 \pm 0,005$  mg/kg ve Pb  $0,38 \pm 0,009$  ile  $3,18 \pm 0,06$  mg/kg; topraktaki deęerleri ise Cu  $13,3 \pm 0,2$  ile  $3250 \pm 17$  mg/kg; Ni  $16,67 \pm 0,09$  ile  $51,2 \pm 0,3$  mg/kg; Pb  $22,7 \pm 0,1$  ile  $310 \pm 4$  mg/kg aralıęında bulmuşlardır.

Mirzaei ve dię. (2019) İnan'da uzun süreyle gübrelenmiş baęlarda toprak ve üzümlerin ağır metal konsantrasyonlarını araştırmak ekolojik ve saęlık riskleri açısından deęerlendirmişlerdir. Toprak örneęinde Cu 51,82 mg/kg; Pb 22,50 mg/kg ve Cr 9,50 mg/kg; üzüm örneęinde ise Cu 5,14 mg/kg; Pb 1,02 mg/kg ve Cr 0,36 mg/kg olarak konsantrasyonları belirlemişlerdir.

## 2.4 Ağır Metal Sınır Değerleri

Gıda maddelerinde ulusal uluslararası kuruluşların belirlediği ağır metal sınır değerleri bulunmaktadır.

TGK' ya göre ise dutsu meyve ve küçük meyvelerde maksimum Pb oranı 0,2 mg/kg/yaş ağırlık olarak belirlenmiştir (Anonim 2002).

TGK 'de kuru meyvelerde ağır metaller için bir sınır değer belirtilmemiştir (Anonim 2002).

FAO/WHO' ya göre gıdalarda bazı ağır metallerin kabul edilebilir limitleri Tablo 2.1'de verilmiştir (FAO/WHO 2001).

**Tablo 2. 1:** FAO/WHO tarafından belirlenen gıdalarda kabul edilebilir ağır metal düzeyleri

Metal	Konsantrasyon µg/g
Cr	2,3
Pb	0,3
Ni	67
Cu	73,3
Mn	500
Fe	425,5

Topraktaki ağır metal sınır değerleriyle ilgili birçok araştırmacının belirlediği sınır değerler vardır. Bu değerler ve ülkemizdeki bazı araştırmacılar tarafından kullanılan sınır değerler Tablo 2.2'de verilmiştir.

**Tablo 2. 2 :** Toprakta ağır metal sınır değerleri

Metal	Konsantrasyon mg/kg	Kaynakça
Cr	5-1500	Alloway 1990
	100	Kabata-Pendias 1979
	100	Kloke 1979
	100	Saatçı 1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994
Pb	2-300	Alloway 1990
	100	Kabata-Pendias 1979
	100	Kloke 1979
	8-20	Bergmann 1993
	100	Saatçı 1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994
Ni	2-750	Alloway 1990
	100	Kabata-Pendias 1979
	50	Kloke 1979
	40-50	Bergmann 1993
	100	Linzon 1978
	50	Saatçı 1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994
Cu	2-250	Alloway 1990
	100	Kabata-Pendias 1979
	100	Kloke 1979
	100	Linzon 1978
Mn	164-1330	Kabata-Pendias ve Pendias 1992
	200-3000	Mengel ve Kirkby 1987
	300-1420	Saatçı 1988
Fe	1140-51000	Reimann ve Caritat 1998

Türkiye’de tarım topraklarındaki Cr ve Pb seviyelerini belirlemek üzere araştırmacılar tarafından yapılmış olan çalışmalarda sınır değeri olarak 100 mg/kg, Ni için 50 mg/kg sınır değeri belirlenmiştir (Saatçı ve diğ. 1988, Hakerlerler ve diğ 1994, Elmacı 1995).



### 3. ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ (AAS)

AAS birçok metal ve bazı geçiş metalleri için geçerli olan kantitatif (nicel) analiz metotlarından birisidir.

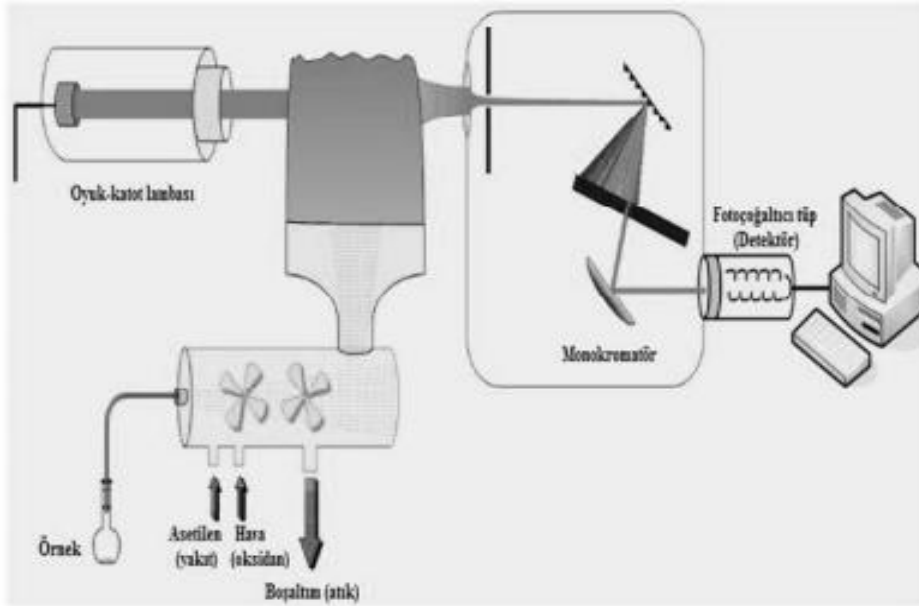
AAS; Elektromanyetik radyasyonun yüksek sıcaklıkta gaz halindeki elementlerin atomları tarafından soğurulmasına dayanan bir sistemdir.

Bir elementin AAS ile belirlenebilmesi için elementin önce nötralle edilmesi, sonra buharlaştırılması ve ardından bir kaynaktan gelen elektromanyetik ışın yolunda dağılması gerekir.

Teknoloji ilerledikçe AAS yöntemleri ucuz, kullanışlı ve kolay kullanılabilir olmaları nedeniyle analitik uygulamalarda tercih edilmektedir (Armağan 2000).

AAS'nin temel bileşenleri, ışık yayan ışın kaynağı, numune çözeltisinin atomik buhar haline getirildiği atomlaştırıcı, çalışılan dalga boyunu diğer dalga boylarından ayıran monokromatör, ışık şiddetinin ölçüldüğü dedektör ve çeşitli sonuçların verildiği bir gösterge kaydedicidir (Tokman 2007).

Alevli AAS cihazının akış şeması Şekil 3.1'de verilmiştir.



Şekil 3. 1: Alevli AAS cihazı akış şeması (Skoog 1998)

## 4. ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ

Eser element tayini için numunelerin çözünürleştirilmesi için, yaş yakma, kuru yakma ve mikrodalga fırın ile yakma metodu olmak üzere üç temel yöntem kullanılmaktadır. Hangi yöntemin seçileceği numunenin türüne, kullanılan cihaza ve analizine bağlıdır.

Bu çalışmada yaş yakma ve mikrodalga fırın ile yakma yöntemleri kullanılmıştır.

### 4.1 Kuru Yakma Metodu

Kuru yakma yönteminde homojenize edilen katı numuneler kroze içerisine alınır. Katı numuneler yanmayı hızlandırmak için 400°C'de önceden yakma işlemine tabi tutulur. Öncelikle kroze kül fırınına yerleştirilir sonrasında fırının sıcaklığı 500-700°C'ye programlanır yanmayan madde kalmayınca kadar ortalama 2 saat süreyle yakma işlemine devam edilir. Elde edilen külün rengi açık gri ise yanma tamamlanmış demektir. Siyah kül rengi, malzemenin tamamıyla yanmadığını ve hala organik fraksiyonlar içerdiğini gösterir. Kroze daha sonra oda sıcaklığına soğutulur ve asit karışımı eklenir ve numune çözülür. Son olarak hazırlanan çözelti saf su ile seyreltilip, süzildikten sonra analiz edilir (Milacic ve Kralj 2003).

### 4.2 Yaş Yakma Metodu

Yaş yakma metodunda katı numuneler homojenize edildikten sonra kurutulur. Daha sonra kurutulan örnek beher içerisine alınıp hassas terazide tartılır ve çözüldürme işleminde kullanılan reaktifler eklenir. Reaktifler genellikle inorganik asitler veya bunların bir karışımı olabilmektedir. Reaktifler eklendikten sonra, saat

camı beher üzerine kapatılır ve numunenin ısıtılmış plaka üstünde çözünmesi beklenir. Numunelerin çözünme süresi kullanılan reaktif ya da asit karışımlarına göre farklılık gösterebilir (Snrkoli ve diğ. 2005).

Daha sonra çözelti deiyonize su ile seyreltilerek süzülür ve analize hazır hale getirilir.

### **4.3 Mikrodalga Fırın ile Yakma Metodu**

Daha temiz, hızlı ve kullanışlı olması nedeniyle son zamanlarda diğerközündürme yöntemlerinden çok daha yaygın olarak kullanılmaya başlanmıştır. Çözündürme işlemi açık veya kapalı kaplarda gerçekleştirilir. En çok tercih edilen biçim, kapalı bir kaptaki çözündürmedir. Bu yöntemin seçilmesinin nedeni, zararlı gaz difüzyonunu ve numune kontaminasyonunu önlemekle birlikte çok uçucu minerallerin numuneden uzaklaştırılmasını engellemektir.

Çözünürleştirme işlemi basınç ve sıcaklık programı ile gerçekleştirilir. Bu nedenle basınç, sıcaklık, zaman ve reaktif seçimi bu yöntemde çok önem arz eder. Çözündürme işlemi için genellikle nitrik asit, hidroklorik asit, hidroflorik asit, sülfürik asit gibi çeşitli asit türevleri ve hidrojen peroksit kullanılabilir. Katı bir numuneyi çözmek için çok az çözücüye ihtiyaç duyulur. Bu yöntem, eser ve ultra eser element tayinlerinde ve numune çözünürleştirmede sık kullanılmaktadır (Mantovi ve diğ. 2003, Valiente ve diğ. 2002).

## 5. DENEY BÖLÜMÜ

### 5.1 Deneyde Kullanılan Alet ve Ekipmanlar

#### 5.1.1 Atomik Absorpsiyon Spektrometresi

Spektroskopik eser metal tayini için döteryum zemin düzeltme fonksiyonlu Perkin Elmer marka AAS 200 cihazı kullanılmıştır. Ölçümler için ışın kaynağı olarak oyuk katot lambası kullanılmıştır.

Cihazın ölçümünün koşulları Tablo 5.1 'de gösterilmiştir.

**Tablo 5. 1:** AAS cihazının ölçüm koşulları

Element	Dalga boyu (nm)	Slit (mm)	Lamba akımı (mA)	Alev akış hızı (L/dk)	
				Asetilen	Hava
Cr	357,87	2,7/0,8	25	3	10
Pb	283,31	2,7/1,05	25	1,86	10
Ni	232	1,8/1,35	25	2,5	12
Cu	324,75	2,7/0,8	25	1,86	10
Mn	279,48	1,08/0,6	25	2,34	10
Fe	248,33	1,8/1,35	25	2,5	10

#### 5.1.2 Analitik Terazı

Tartımlar Denver Instrument APX-200 marka  $\pm 0.0001$  g duyarlılığındaki analitik teraziyle yapılmıştır.

### 5.1.3 Mikrodalga Fırın Cihazı

Yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerinin çözünürleştirilmesi Berghof speedwave markalı cihazla yapılmıştır. Cihazın şekli Şekil 5.1’de gösterilmiştir.



Şekil 5. 1: Mikrodalga fırın cihazı

## 5.2 Materyal

### 5.2.1 Deneydeki Reaktifler ve Çözelti Hazırlığı

Tez çalışması süresince çözeltilerin seyreltme ve hazırlama basamaklarında ters ozmosla elde edilen, direnci en az 18 M $\Omega$  olan ultra saf su kullanılmıştır.

Tüm plastik ve cam kaplar seyreltik (1+9) nitrik asit ile temizlenmiş ve kullanılmadan önce ultra saf su ile çalkalanmıştır.

Analitik saflıktaki %65’lik HNO<sub>3</sub> (nitrik asit) ile %30’luk H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (hidrojen peroksit) çözeltileri Isolab’dan temin edilmiştir.

Seyreltik metal çözeltileri 1000 mg/L derişimdeki stok çözeltilerin saf su ile seyreltilmesiyle hazırlanmıştır.

### 5.2.2 Örneklerin Alınması

Deneyde kullanılan yaş üzüm, kuru üzüm ve üzümün yetiştiğı bağdan alınan toprak örnekleri Denizli ilinin Bekilli, Buldan, Çal ve Honaz ilçelerinden toplanmıştır. Yaş kırmızı üzüm örneğı Şekil 5.2' de verilmiştir.



Şekil 5. 2: Honaz ilçesine ait yaş üzüm örnekleri

Bekilli ve Honaz'dan (red globe cinsi üzüm) toplanan üzümler kırmızı üzüm, Çal ve Buldan'dan (sultani cinsi üzüm) toplanan üzümler ise beyaz(sarı) üzümdür. Yaş beyaz üzüm örneğı Şekil 5.3'te gösterilmiştir.



**Şekil 5. 3:** Buldan ilçesine ait yaş üzüm örnekleri

### **5.3 Çözünürleştirme Basamakları**

Yaş üzüm ve kuru üzüm (bağda kurutulmaya bırakılmış) örnekleri çalışılan ilçelerin bağından toplanıp laboratuvara getirilmiş, öncelikle ayıklanıp yıkanmıştır, sonra saf sudan geçirilip etüvde 50°C’de 24 saat kurutulmuştur. Bağda kurutulan kuru üzüm örnekleri Şekil 5.4’te verilmiştir.



**Şekil 5. 4:** Honaz ilçesine ait kuru üzüm örnekleri

Bağdan alınan toprak örneği ise önce elenmiştir arkasından petri kabına yayılıp etüvde 50°C’de 24 saat kurutulmaya bırakılmıştır.

### **5.3.1 Yaş Yakma ile Çözünürleştirme Metodu**

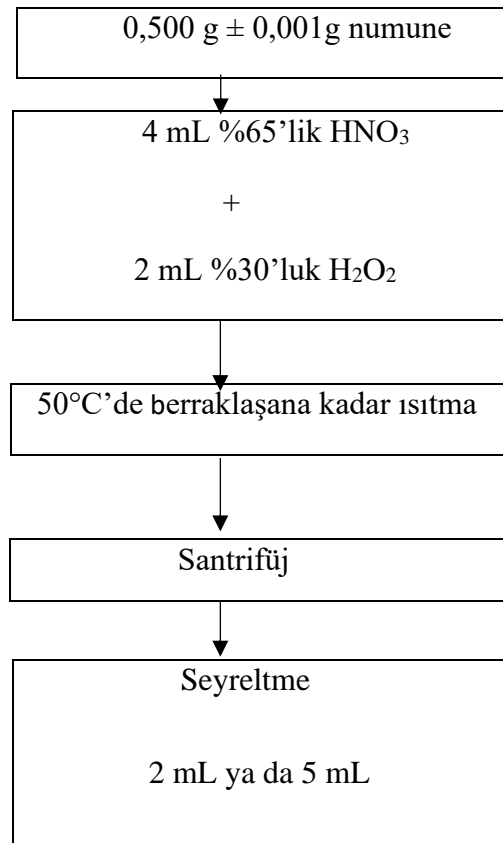
Yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerinden ortalama  $0,500 \pm 0,001$  g örnek tartılarak 50 mL’lik behere konularak üzerine 4,0 mL derişik  $HNO_3$  ve 2,0 mL derişik  $H_2O_2$  eklenip saat camı kapatılarak çeker ocakta karıştırıcılı ısıtıcı tabla üzerinde 50°C’de berraklaşana kadar yaklaşık 1 saat ısıtmaya bırakılmıştır. Çözelti berraklaştıktan sonra ısıtma işlemine son verilip soğumaya bırakılmıştır. Sonrasında santrifüj tüpüne alınarak 3 dk boyunca 3000 devir hızla santrifüj edilmiştir. Üzerine saf su ilave edilerek tayin edilecek analitler hazır hale getirilmiştir.

Cr, Pb, Ni ve Cu tayini için üzüm, kuru üzüm ve toprak numunelerinden 1000’er  $\mu L$  alınıp üzerleri saf suyla 2 mL olacak şekilde tamamlanmıştır. Mn ve Fe



tayini için ise üzüm ve kuru üzüm numunesinden 2500'er  $\mu\text{L}$ , toprak numunesinden 50 $\mu\text{L}$  alınıp 5'er mL 'ye tamamlanmıştır.

Her bir örnekten 3 paralel numune hazırlanmıştır ve her biri 3 kez tekrarlı olacak şekilde cihazda okutulmuştur. Metodun akış şeması Şekil 5.5'te verilmiştir (Akyol 2018).



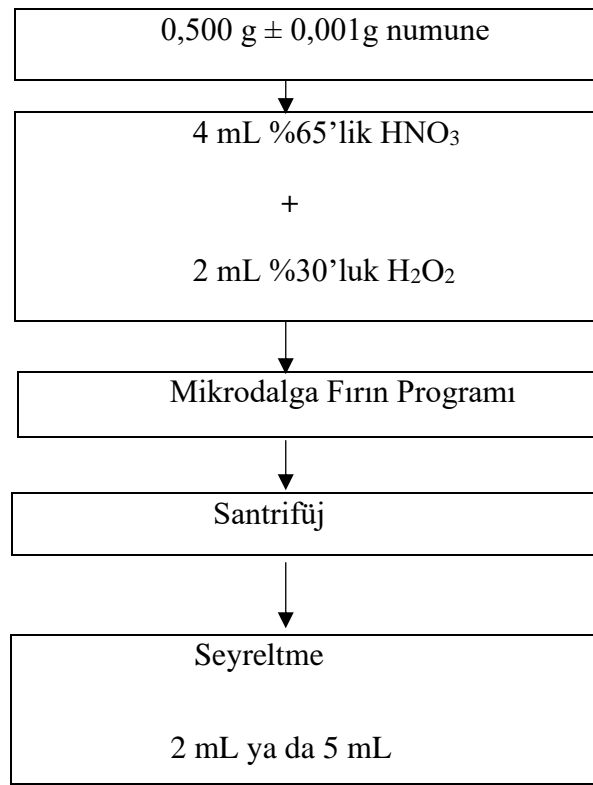
Şekil 5. 5: Yaş yakma metodu çözünürleştirme akış şeması

### 5.3.2 Mikrodalga Fırın Yakma ile Çözünürleştirme Metodu

Yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak numunelerinden ortalama 0,500 ± 0,001 g tartılarak, basınçlı teflon tüplere konulmuştur. Numunelerin üstüne 4 mL %65'lik HNO<sub>3</sub> ve 2 mL %30'luk H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> ilave edilip teflon disk kapakları kapatılmıştır. Basınçlı tüpler mikrodalga fırının içine yerleştirilip, uygun sıcaklık ve süre program ayarı yapılarak fırın çalıştırılmıştır.

Ayarlanan zamanın bitiminde numunelerin soğuması için beklenmiştir daha sonra numuneler çeker ocak içinde teflon tüp kapakları açılarak, çözeltiler santrifüj tüplerine alınmıştır. 3 dk boyunca 3000 devir hızla santrifüj edilmiştir. Üzerine saf su ilave edilerek tayin edilecek analitler hazır hale getirilmiştir.

Cr, Pb, Ni ve Cu tayini için üzüm, kuru üzüm ve toprak numunelerinden 1000 µL alınıp üzerleri saf suyla 2 mL olacak şekilde tamamlanmıştır. Mn ve Fe tayini için ise üzüm ve kuru üzüm numunesinden 2500'er µL, toprak numunesinden 50µL alınıp 5'er mL 'ye tamamlanmıştır. Her bir örnekten 3 paralel numune hazırlanmıştır ve her biri 3 kez tekrarlı olacak şekilde cihazda okutulmuştur. Kullanılan metodun akış şeması Şekil 5.6'te verilmiştir (Akyol 2018).



Şekil 5. 6: Mikrodalga fırın yakma metodu çözünürleştirme yöntemi akış şeması

Toprak numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı Tablo 5.2'de gösterilmiştir.

**Tablo 5. 2:** Toprak numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı

Adım	1	2	3	4	5
Ulaşılma Zamanı/dk	12	1	1	1	1
Zaman/dk	10	1	10	10	1
Sıcaklık/ °C	175	75	75	75	75

Üzüm ve kuru üzüm numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı Tablo 5.3’de gösterilmiştir.

**Tablo 5. 3:** Üzüm ve kuru üzüm numunelerinin çözünürleştirilmesi için uygulanan mikrodalga fırın programı

Adım	1	2	3	4	5
Ulaşılma Zamanı/dk	5	3	2	1	1
Zaman/dk	5	5	18	1	1
Sıcaklık/ °C	145	170	190	75	75

## 5.4 Deney Sonuçları ve Değerlendirme

Yaş üzüm, kuru üzüm ve üzümlerin alındığı toprak örneklerindeki ağır metal derişimlerinin tayini amacıyla ilk olarak, Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe için kalibrasyon doğruları çizilmiştir. Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen örneklerdeki çalışılan eser metal içerikleri, kalibrasyon doğruları kullanılarak tayin edilmiştir.

Denizli'nin Bekilli, Buldan, Çal ve Honaz ilçelerinin üzüm bağlarından alınan numunelerin mikrodalga ve yaş yakma yöntemi uygulanarak elde edilen analiz sonuçlarından, yöntemin kesinlik göstergesi olan % bağıl standart sapma (%BSS) hesaplanmıştır ve yöntemin doğruluk kriteri olan % bağıl hata değerleri, her iki çözünürleştirme yönteminin birbirine göre % bağıl hatası hesaplanarak gösterilmiştir.

Bu hesaplamalara ek olarak ayrıca Bekilli bölgesindeki üzüm örneklerine standart ekleme yöntemi uygulanmış ve % geri kazanma (%R) değerleri hesaplanmıştır. Ayrıca, gözlenebilme sınırı (LOD) ve kantitatif tayin sınırı (LOQ) değerleri de hesaplanmıştır.

### 5.4.1 Yaş Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Düzeyleri

Yaş yakma metoduyla ile çözünürleştirme yapılan numunelerdeki Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe miktarları alevli AAS ile analiz edilmiştir.

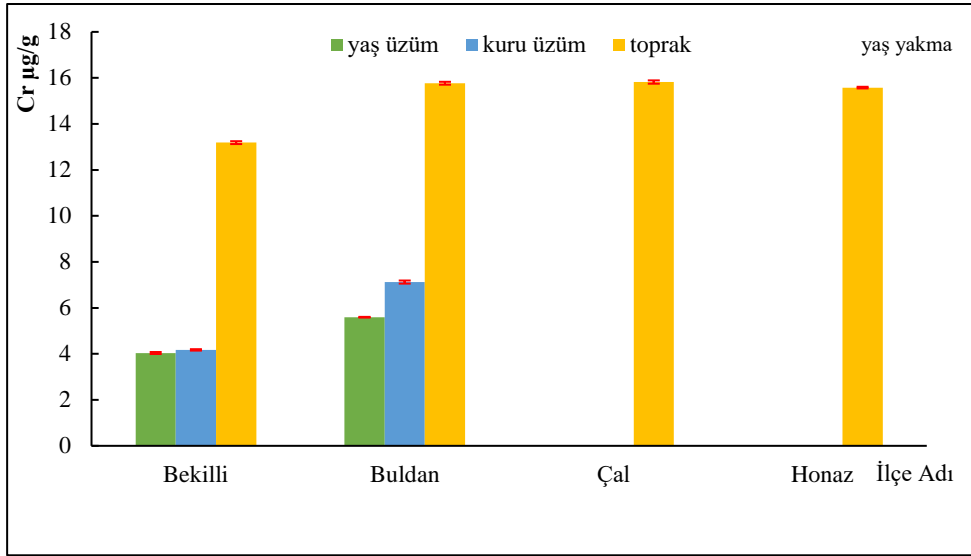
Alevli AAS ile analiz öncesi yaş yakma tekniği uygulanan numunelerdeki Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe miktarları ( $\mu\text{g/g}$ ), standart sapmalarıyla birlikte dört ilçe için Tablo 5.4'te verilmiştir.

**Tablo 5. 4:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarları

Yaş Yakma ( $X \pm SD$ ), $\mu\text{g/g}$				
İlçe	Metal	yaş üzüm	kuru üzüm	toprak
BEKİLLİ	Cr	4,036 $\pm$ 0,044	4,172 $\pm$ 0,031	13,184 $\pm$ 0,062
	Pb	4,145 $\pm$ 0,025	4,298 $\pm$ 0,037	10,579 $\pm$ 0,034
	Ni	3,988 $\pm$ 0,015	4,806 $\pm$ 0,012	6,840 $\pm$ 0,027
	Cu	5,393 $\pm$ 0,011	7,003 $\pm$ 0,043	8,056 $\pm$ 0,026
	Mn	6,108 $\pm$ 0,047	9,808 $\pm$ 0,060	310,573 $\pm$ 1,384
	Fe	34,656 $\pm$ 0,226	34,840 $\pm$ 0,218	2146,242 $\pm$ 1,604
BULDAN	Cr	5,592 $\pm$ 0,015	7,121 $\pm$ 0,067	15,767 $\pm$ 0,063
	Pb	6,302 $\pm$ 0,031	7,543 $\pm$ 0,032	12,282 $\pm$ 0,087
	Ni	GSA	GSA	4,585 $\pm$ 0,074
	Cu	4,367 $\pm$ 0,032	7,195 $\pm$ 0,037	10,848 $\pm$ 0,072
	Mn	5,977 $\pm$ 0,127	8,299 $\pm$ 0,059	504,350 $\pm$ 2,422
	Fe	26,267 $\pm$ 0,067	38,328 $\pm$ 0,172	3315,885 $\pm$ 2,604
ÇAL	Cr	GSA	GSA	15,819 $\pm$ 0,072
	Pb	GSA	GSA	9,435 $\pm$ 0,341
	Ni	GSA	GSA	4,859 $\pm$ 0,063
	Cu	3,993 $\pm$ 0,018	4,061 $\pm$ 0,031	7,190 $\pm$ 0,025
	Mn	6,864 $\pm$ 0,121	11,208 $\pm$ 0,085	418,840 $\pm$ 3,430
	Fe	33,314 $\pm$ 0,221	39,611 $\pm$ 0,263	3861,074 $\pm$ 3,068
HONAZ	Cr	GSA	GSA	15,577 $\pm$ 0,036
	Pb	GSA	GSA	12,116 $\pm$ 0,054
	Ni	4,261 $\pm$ 0,045	5,031 $\pm$ 0,061	7,843 $\pm$ 0,053
	Cu	4,823 $\pm$ 0,038	6,574 $\pm$ 0,051	8,817 $\pm$ 0,039
	Mn	9,647 $\pm$ 0,061	10,961 $\pm$ 0,067	588,141 $\pm$ 1,609
	Fe	26,694 $\pm$ 0,091	36,962 $\pm$ 0,265	2441,358 $\pm$ 4,429

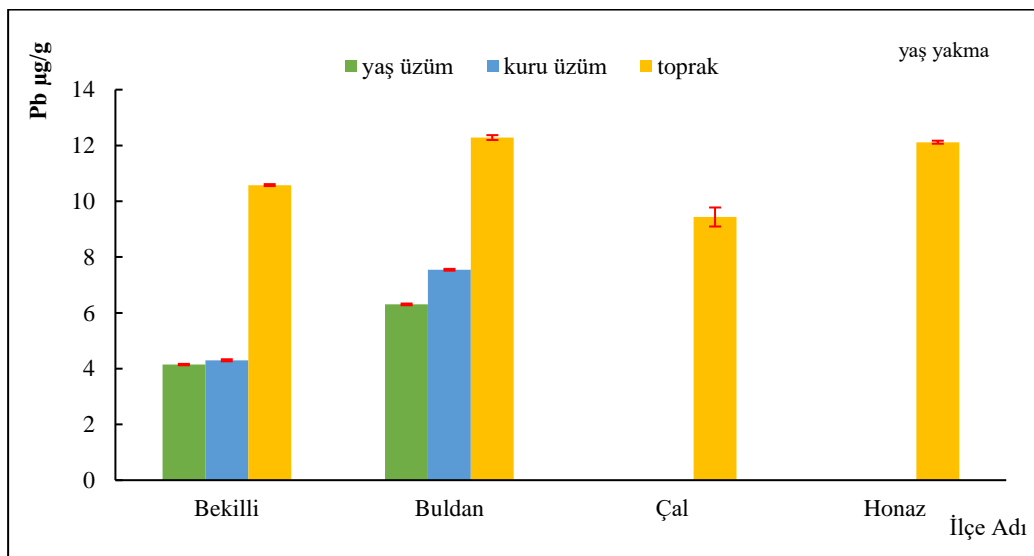
$X \pm SD$ : Ortalama değer $\pm$ standart sapma, GSA: Gözlenebilme sınırının altında

Yaş yakma metoduyla ile çözünürleştirme yapılan numunelerdeki Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe miktarları ve standart sapmalarına ait grafikler Şekil 5.7-5.12’de verilmiştir.



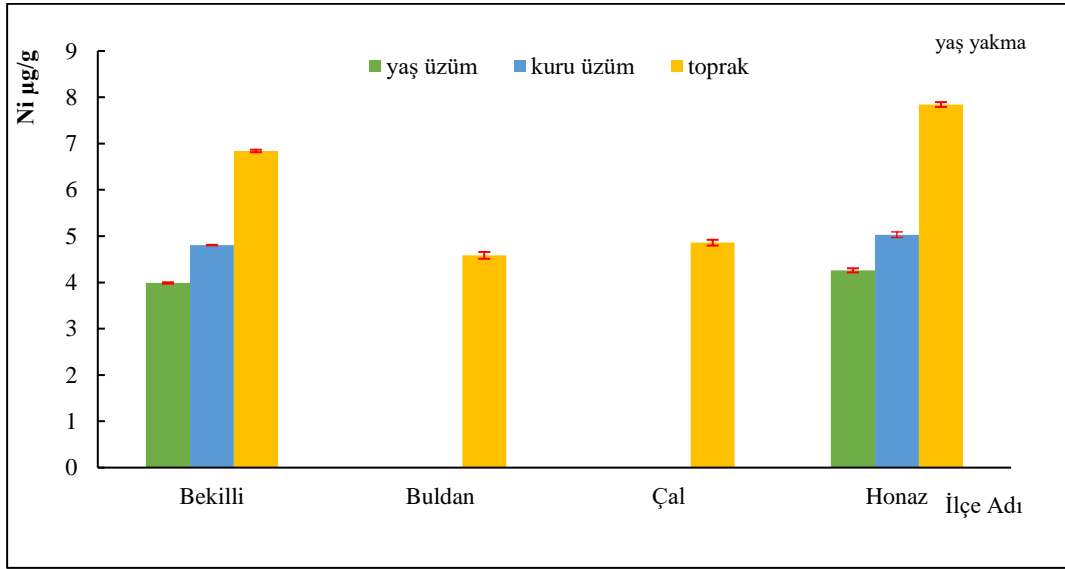
**Şekil 5. 7:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarları

Şekil 5.7'den anlaşılacağı üzere dört ilçedeki yaş üzüm ve kuru üzüm örneklerinde en yüksek Cr miktarı Buldan, en düşük ise Bekilli ilçesine aittir. Çal ve Honaz ilçelerinde yaş üzüm ve kuru üzümde ise krom derişimi gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur. Toprak örneklerinde en yüksek Cr miktarı Çal, en düşük ise Bekilli'ye aittir.



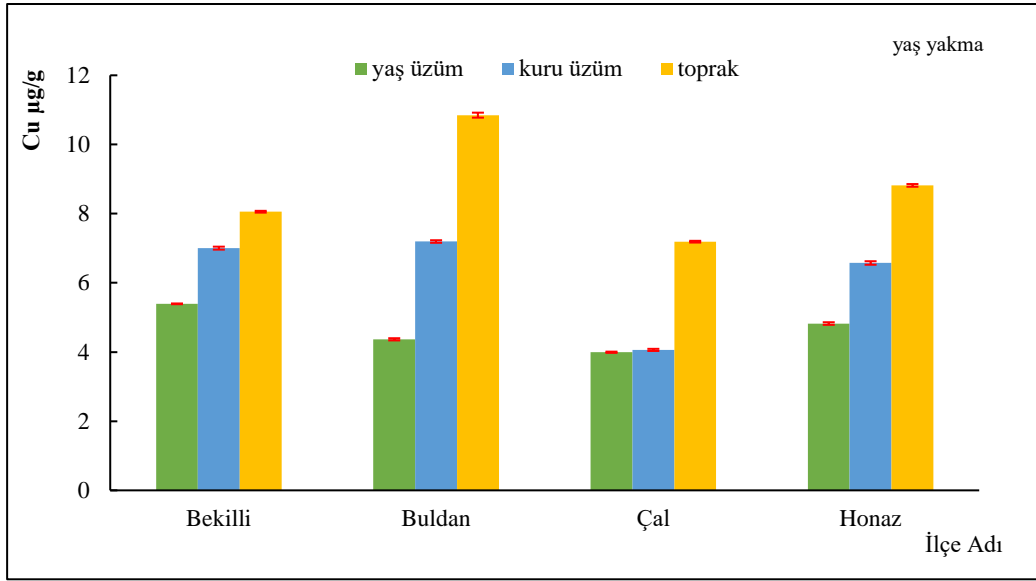
**Şekil 5. 8:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarları

Kurşun miktarı Şekil 5.8’de görüldüğü gibi, yaş ve kuru üzümde en yüksek Buldan, en düşük Bekilli’dir. Çal ve Honaz ilçelerinde yaş üzüm ve kuru üzümde kurşun miktarı ise gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur. Toprakta ise kurşun miktarı, en yüksek Buldan, en düşük Çal olarak belirlenmiştir.



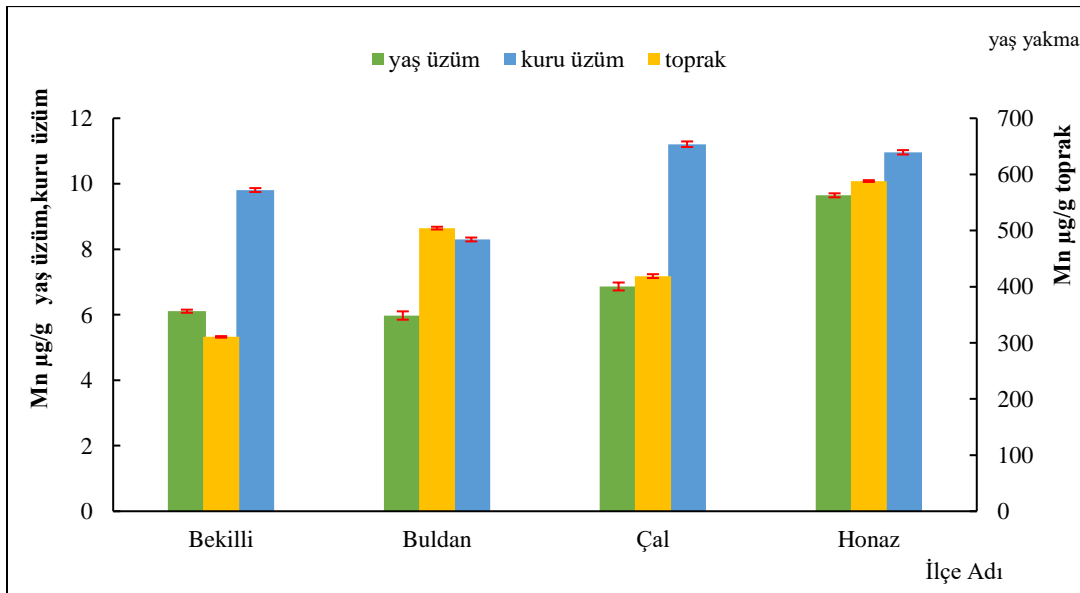
**Şekil 5. 9:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarları

İlçelerdeki Ni miktarları Şekil 5.9’a göre yaş ve kuru üzümde en yüksek Honaz, en düşük Bekilli’dir. Çal ve Buldan ilçelerinde yaş üzüm ve kuru üzüm nikel miktarı ise gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur. Topraktaki en yüksek Ni miktarı Honaz, en düşük ise Buldan olarak Şekil 5.9’daki grafikten anlaşılmaktadır.



**Şekil 5. 10:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarları

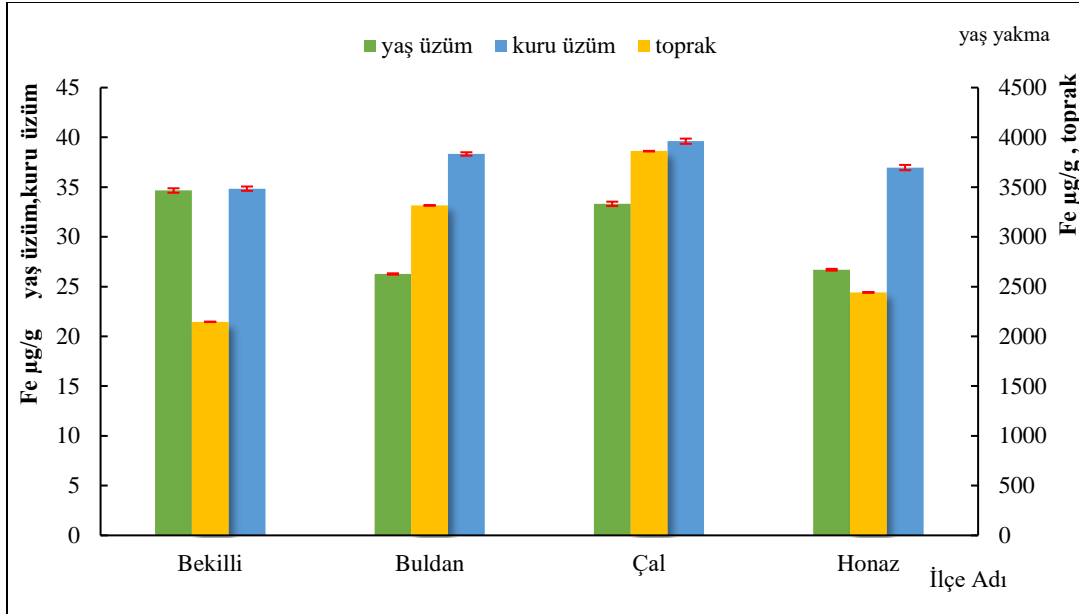
Şekil 5.10’da görüldüğü gibi Cu miktarları ise, yaş üzüm örneklerinde en yüksek Bekilli, en düşük Çal; kuru üzüm ve toprak örneklerinde en yüksek Buldan, en düşük Çal ilçesine aittir.



**Şekil 5. 11:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarları



Şekil 5.11’de ilçelerdeki Mn miktarları en yüksek ve en düşük olarak sırasıyla yaş üzümde Honaz ve Buldan; kuru üzümde Çal ve Buldan; toprakta ise Honaz ve Bekilli’de tespit edilmiştir.



**Şekil 5. 12:** Yaş yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarları

Verilerden elde edilen sonuçlara göre Şekil 5.12’de görüldüğü gibi örneklerdeki en yüksek ve en düşük Fe miktarları sırasıyla yaş üzümde Bekilli ve Buldan, kuru üzüm ve toprakta Çal ve Bekilli olarak belirlenmiştir.

#### 5.4.2 Mikrodalga Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Düzeyleri

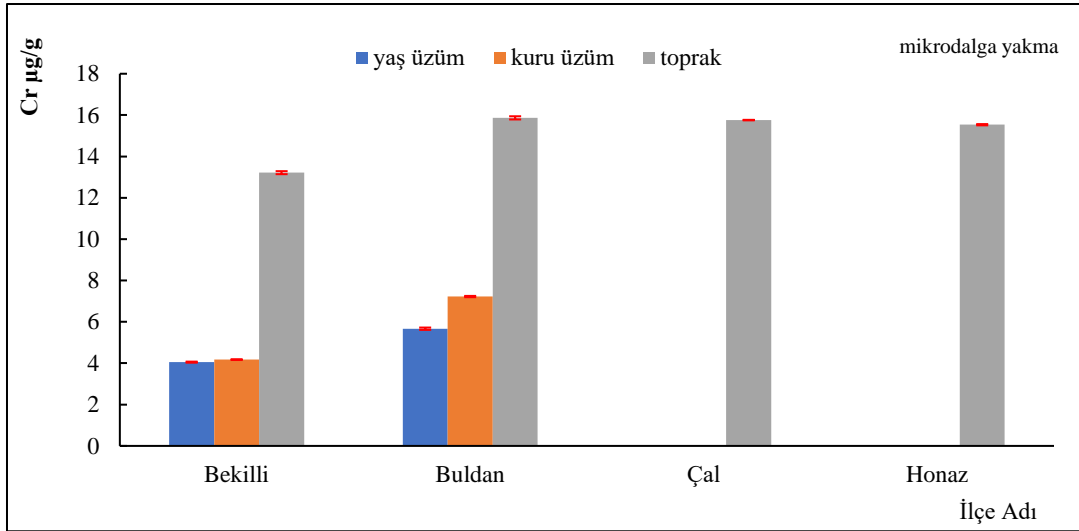
Alevli AAS ile analiz öncesi yaş yakma tekniği uygulanan numunelerdeki Cr, Pb, Ni, Cu, Mn ve Fe miktarları(µg/g), standart sapmalarıyla birlikte olarak dört ilçe için Tablo 5.5 ‘te verilmiştir.

**Tablo 5. 5:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarları

İlçe	Metal	Mikrodalga Yakma (X±SD), µg/g		
		yaş üzüm	kuru üzüm	toprak
BEKİLLİ	Cr	4,052±0,026	4,174±0,019	13,215±0,073
	Pb	4,152±0,017	4,313±0,032	10,542±0,032
	Ni	3,986±0,015	4,801±0,012	6,841±0,022
	Cu	5,395±0,016	7,033±0,031	8,056±0,025
	Mn	6,118±0,041	9,838±0,0452	312,533±1,304
	Fe	34,729±0,201	35,040±0,1974	2148,371±1,535
BULDAN	Cr	5,668±0,057	7,224±0,031	15,866±0,078
	Pb	6,363±0,059	7,622±0,058	12,466±0,051
	Ni	GSA	GSA	4,672±0,058
	Cu	4,374±0,028	7,188±0,058	10,980±0,041
	Mn	6,146±0,117	8,481±0,109	508,910±1,984
	Fe	26,342±0,109	39,187±0,169	3323,603±2,864
ÇAL	Cr	GSA	GSA	15,758±0,013
	Pb	GSA	GSA	9,505±0,368
	Ni	GSA	GSA	4,897±0,046
	Cu	3,999±0,011	4,134±0,033	7,250±0,034
	Mn	6,948±0,084	11,306±0,079	415,927±3,876
	Fe	33,349±0,137	39,797±0,109	3844,564±5,841
HONAZ	Cr	GSA	GSA	15,535±0,031
	Pb	GSA	GSA	12,182±0,045
	Ni	4,279±0,058	5,041±0,054	7,925±0,044
	Cu	4,857±0,044	6,594±0,031	8,908±0,025
	Mn	9,649±0,066	11,011±0,088	592,752±1,265
	Fe	26,723±0,165	37,230±0,135	2458,486±4,344

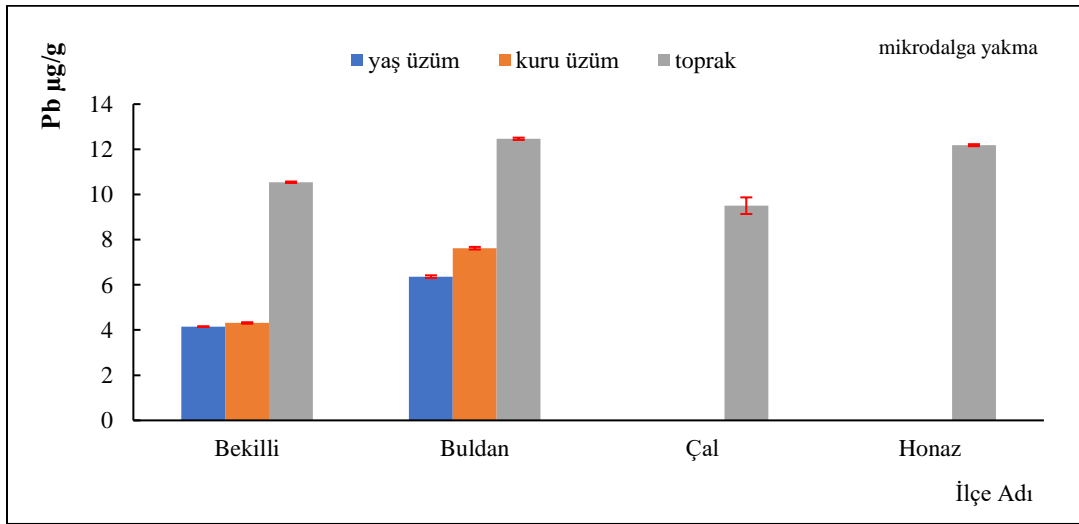
X±SD: Ortalama değer±standart sapma, GSA: Gözlenebilir sınırdan altındadır

Mikrodalga fırın ile yakma metoduyla çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarları ve standart sapmalarına ait grafikler Şekil 5.13-5.18 arasında verilmiştir.



**Şekil 5. 13:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarları

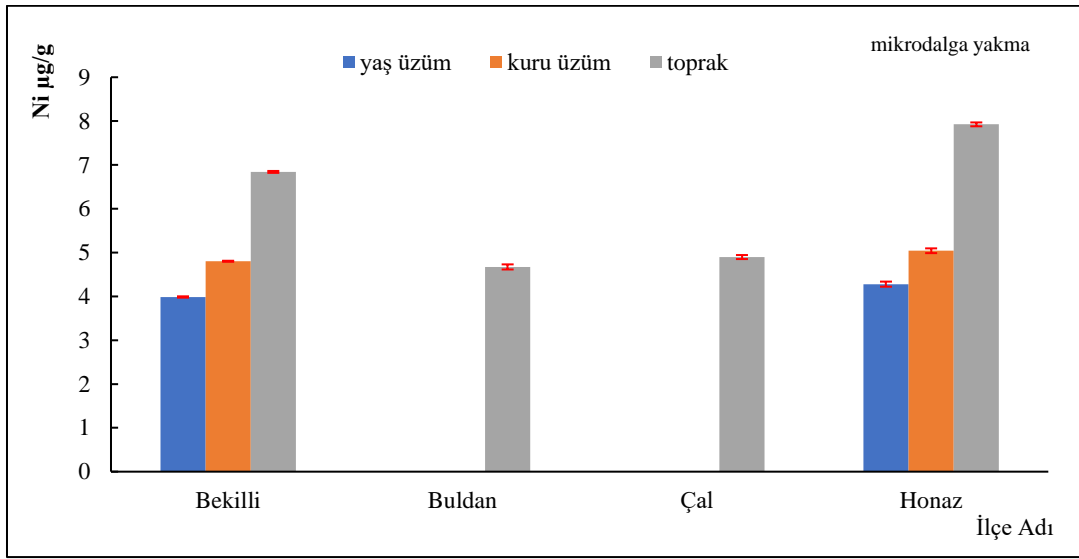
Şekil 5.13'ten anlaşılacağı üzere yaş üzüm, kuru üzüm ve topraktaki krom miktarları en yüksek Buldan, en düşük Bekilli ilçesi olarak görülmektedir. Çal ve Honaz ilçelerinde krom miktarı, yaş ve kuru üzümde cihazın gözlenebilir sınırının altında kalmıştır.



**Şekil 5. 14:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarları

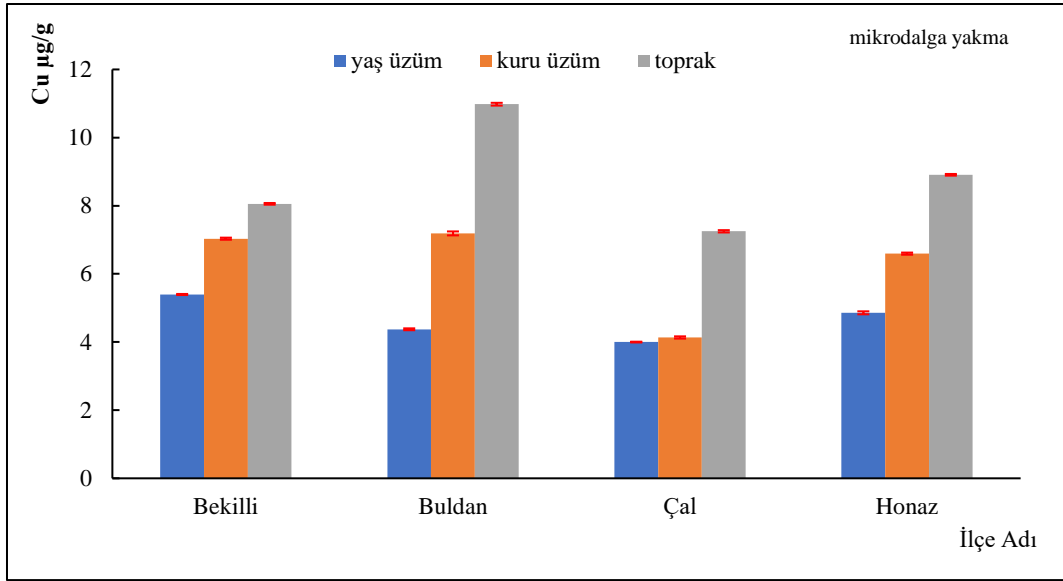
Yaş ve kuru üzüm örneklerinde Şekil 5.14'e göre kurşun seviyeleri en yüksek Buldan, en düşük Bekilli ilçesindedir. Çal ve Honaz yaş ve kuru üzümünde Pb

gözlenebilme sınırının altındadır. Toprak en yüksek Pb miktarı Buldan, en düşük Çal olarak belirlenmiştir.



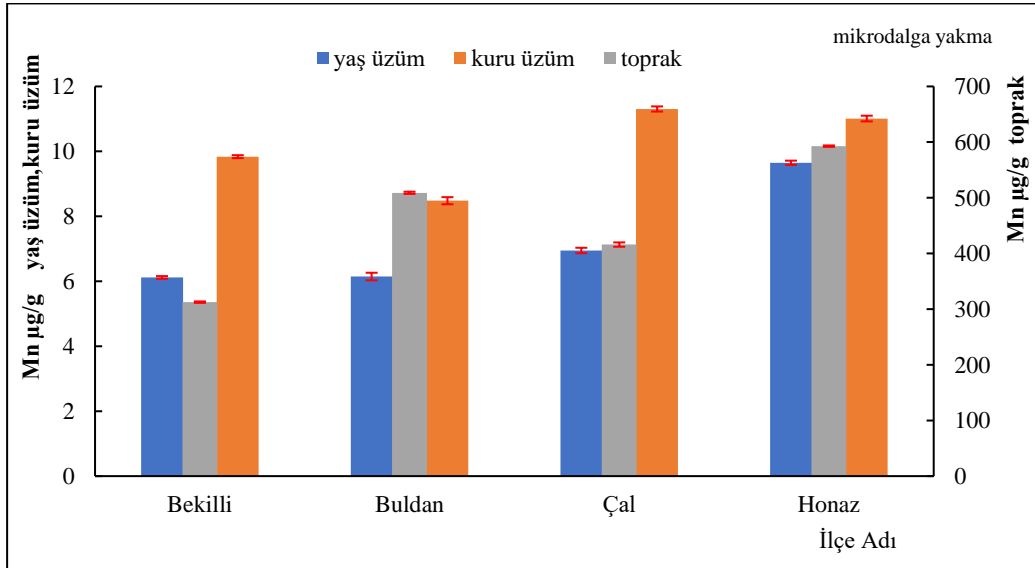
**Şekil 5. 15:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarları

Şekil 5.15'e göre örneklerdeki en yüksek ve en düşük nikel miktarları sırasıyla yaş üzüm ve kuru üzümde Honaz ve Bekilli ilçesinde bulunmuştur; toprak örneklerine bakıldığında ise Honaz ve Buldan ilçesinde bulunmuştur. Buldan ve Çal ilçelerinde yaş üzüm ve kuru üzümde nikel derişimi, gözlenebilme sınırının altında kalmıştır.



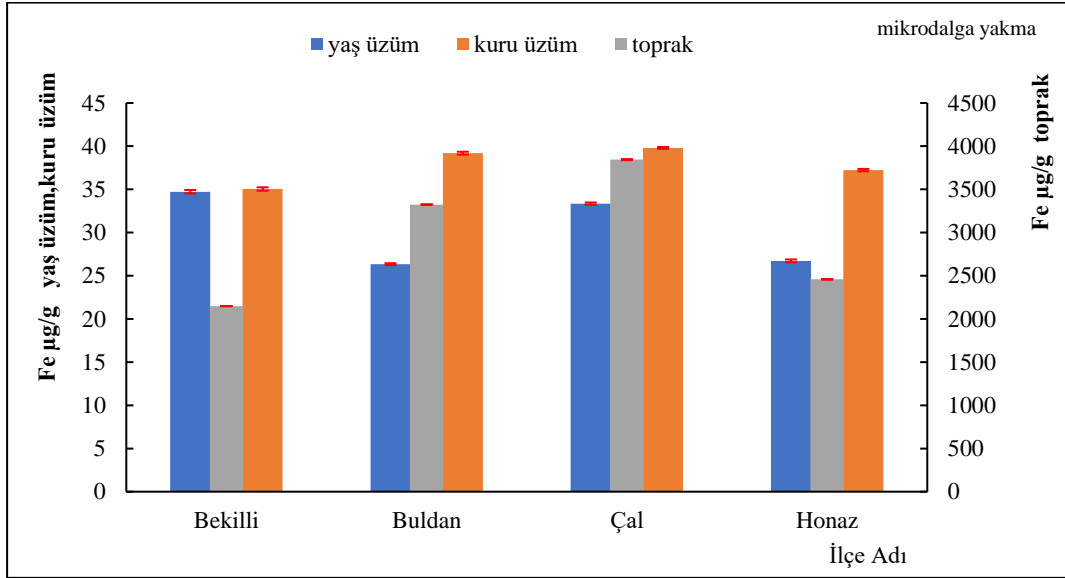
**Şekil 5. 16:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarları

Örneklere Şekil 5.16'dan anlaşılacağı üzere en yüksek ve en düşük bakır miktarları sırasıyla yaş üzümde Bekilli ve Çal, kuru üzüm ve toprakta ise Buldan ve Çal olarak görülmektedir.



**Şekil 5. 17:** Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarları

Şekil 5.17’de görüldüğü gibi örneklerde belirlenen en yüksek ve en düşük mangan miktarları sırasıyla yaş üzüm ve toprakta Honaz ve Bekilli, kuru üzümde ise Çal ve Buldan ilçelerine ait olmak üzere değişiklik göstermiştir.



Şekil 5. 18: Mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarları

Şekil 5.18’e göre ilçelerdeki en yüksek ve en düşük demir miktarları sırasıyla yaş üzümde Bekilli ve Buldan, kuru üzüm ve toprakta ise Çal ve Bekilli ilçesi olarak belirlenmiştir.

### 5.4.3 Yaş Yakma ve Mikrodalga Yakma Metoduyla Çözünürleştirilen Örneklerde Ağır Metal Miktarlarının Karşılaştırılması

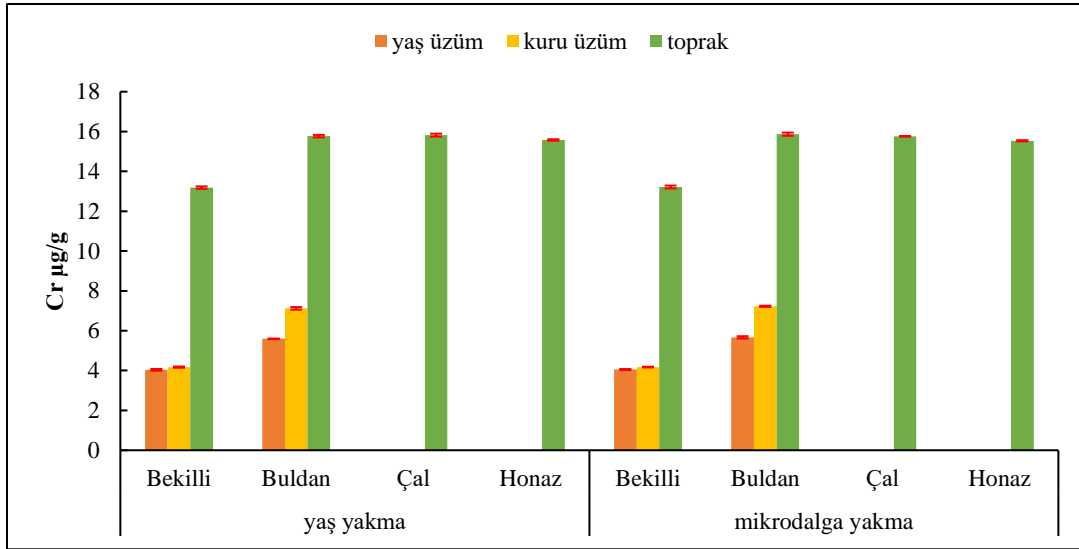
Yaş yakma ve mikrodalga fırın metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarlarının ( $\mu\text{g/g}$ ), standart sapmalarıyla birlikte karşılaştırılmalı tablosu Tablo 5.6’de verilmiştir.

**Tablo 5. 6:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarlarının karşılaştırılması

İlçe	Metal	Yaş Yakma (X±SD), µg/g			Mikrodalga Yakma (X±SD), µg/g		
		yaş üzüm	kuru üzüm	toprak	yaş üzüm	kuru üzüm	toprak
B	Cr	4,036±0,044	4,172±0,031	13,184±0,062	4,052±0,026	4,174±0,019	13,215±0,073
E	Pb	4,145±0,025	4,298±0,037	10,579±0,034	4,152±0,017	4,313±0,032	10,542±0,032
K	Ni	3,988±0,015	4,806±0,012	6,840±0,027	3,986±0,015	4,801±0,012	6,841±0,022
İ	Cu	5,393±0,011	7,003±0,043	8,056±0,026	5,395±0,016	7,033±0,031	8,056±0,025
L	Mn	6,108±0,047	9,808±0,060	310,573±1,384	6,118±0,041	9,838±0,0452	312,533±1,304
L	Fe	34,656±0,226	34,840±0,218	2146,242±1,604	34,729±0,201	35,040±0,197	2148,371±1,535
B	Cr	5,592±0,015	7,121±0,067	15,767±0,063	5,668±0,057	7,224±0,031	15,866±0,078
U	Pb	6,302±0,031	7,543±0,032	12,282±0,087	6,363±0,059	7,622±0,058	12,466±0,051
L	Ni	GSA	GSA	4,585±0,074	GSA	GSA	4,672±0,058
D	Cu	4,367±0,032	7,195±0,037	10,848±0,072	4,374±0,028	7,188±0,058	10,980±0,041
A	Mn	5,977±0,127	8,299±0,059	504,350±2,422	6,146±0,117	8,481±0,109	508,910±1,984
N	Fe	26,267±0,067	38,328±0,172	3315,885±2,604	26,342±0,109	39,187±0,169	3323,603±2,864
	Cr	GSA	GSA	15,819±0,072	GSA	GSA	15,758±0,013
	Pb	GSA	GSA	9,435±0,341	GSA	GSA	9,505±0,368
Ç	Ni	GSA	GSA	4,859±0,063	GSA	GSA	4,897±0,046
A	Cu	3,993±0,018	4,061±0,031	7,190±0,025	3,999±0,011	4,134±0,033	7,250±0,034
L	Mn	6,864±0,121	11,208±0,085	418,840±3,430	6,948±0,084	11,306±0,079	415,927±3,876
	Fe	33,314±0,221	39,611±0,263	3861,074±3,068	33,349±0,137	39,797±0,109	3844,564±5,841
	Cr	GSA	GSA	15,577±0,036	GSA	GSA	15,535±0,031
H	Pb	GSA	GSA	12,116±0,054	GSA	GSA	12,182±0,045
O	Ni	4,261±0,045	5,031±0,061	7,843±0,053	4,279±0,058	5,041±0,054	7,925±0,044
N	Cu	4,823±0,038	6,574±0,051	8,817±0,039	4,857±0,044	6,594±0,031	8,908±0,025
A	Mn	9,647±0,061	10,961±0,067	588,141±1,609	9,649±0,066	11,011±0,088	592,752±1,265
Z	Fe	26,694±0,091	36,962±0,265	2441,358±4,429	26,723±0,165	37,230±0,135	2458,486±4,344

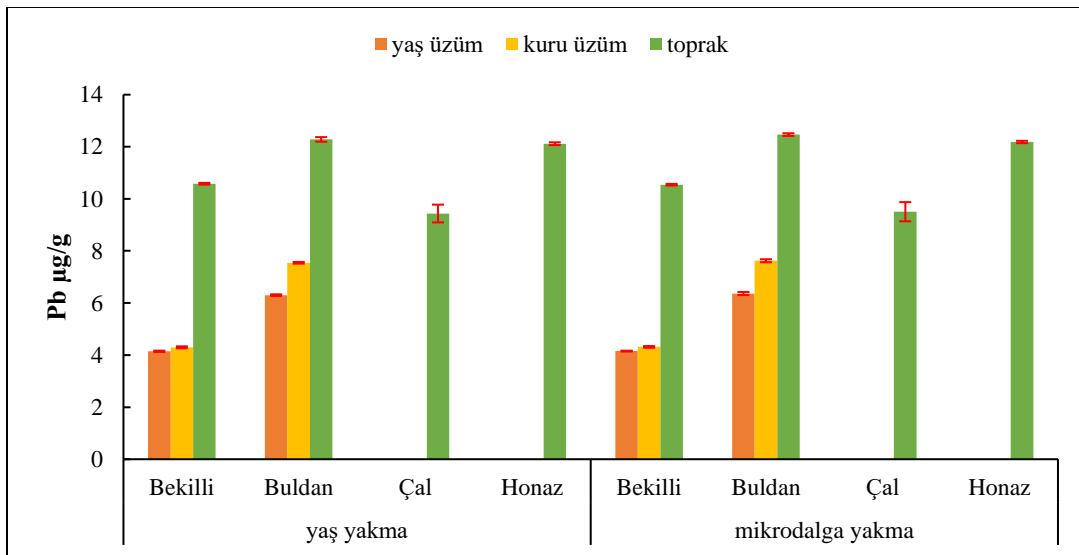
X±SD: Ortalama değer±standart sapma, GSA: Gözlenebilme sınırının altında

Bulunan derişim miktarlarına göre yaş üzüm kuru üzüm ve toprak örneklerinde genel olarak mikrodalga yakma metoduyla elde edilmiş sonuçların biraz daha yüksek olduğu görülmektedir. Bu durumdan farklı olarak Bekilli ilçesinde yaş üzümdeki ve kuru üzümdeki Ni miktarında yine aynı ilçedeki topraktaki Pb miktarında; Buldan ilçesinde kuru üzümdeki Cu miktarında; Çal ilçesinde topraktaki Cr, Mn ve Fe miktarında; Honaz ilçesinde topraktaki Cr miktarında yaş yakma yönteminden elde edilen sonuçların daha yüksek olduğu görülmektedir. Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal miktarlarına ait grafikler Şekil 5.19-5.24'te verilmiştir.



**Şekil 5. 19:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cr miktarlarının karşılaştırılması

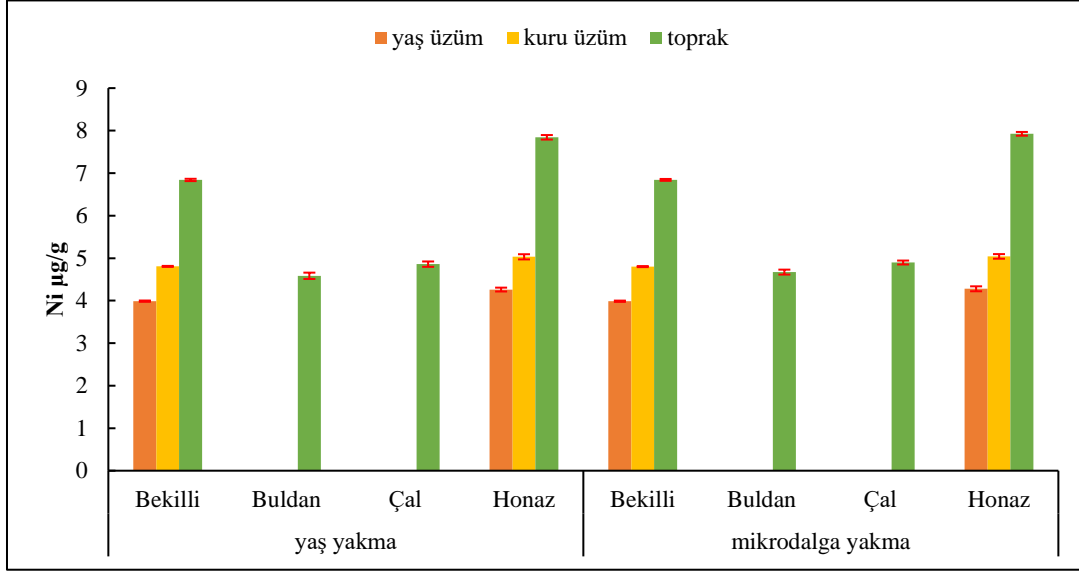
Şekil 5.19'a göre yaş üzüm, kuru üzüm ve topraktaki en yüksek değerler mikro yakma yöntemiyle en düşük değerler ise yaş yakma yöntemiyle bulunmuş sonuçlar olup yaş üzüm, kuru üzüm ve topraktaki en yüksek ve düşük değerler sırasıyla Buldan ve Bekilli ilçesindeki örneklere aittir. Çal ve Honaz'a ait örneklerdeki yaş ve kuru üzümler derişimleri gözlenebilme sınırının altında çıkmıştır.



**Şekil 5. 20:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Pb miktarlarının karşılaştırılması

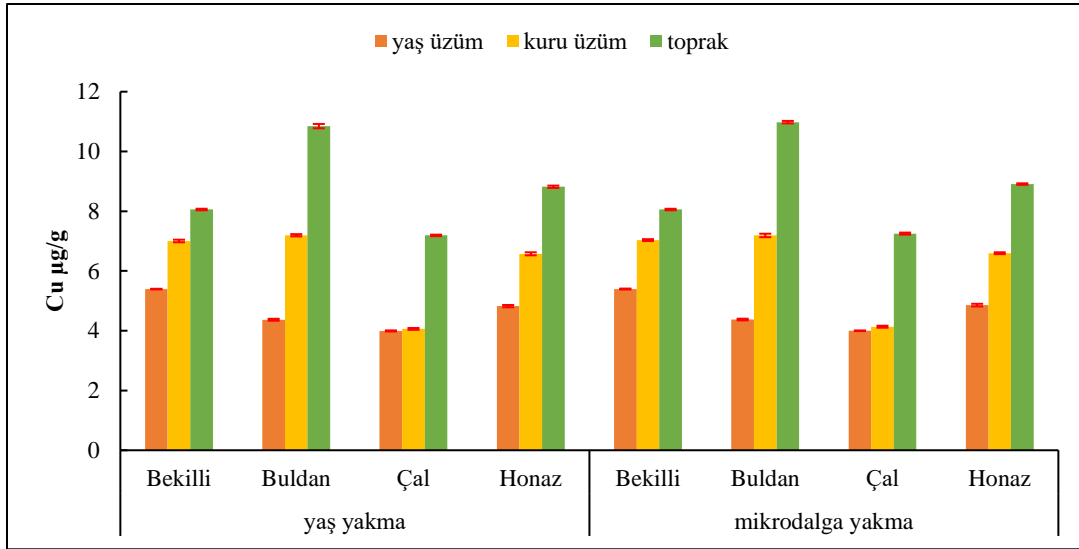


Şekil 5.20'ye göre örneklerdeki kurşun miktarı en yüksek mikro yöntemle en düşük yaş yöntemle elde edilen sonuçlara ait olmakla birlikte yaş üzüm ve kuru üzümde en yüksek ve en düşük derişimler sırasıyla Buldan ve Bekilli; toprak örneklerinde ise en yüksek ve en düşük Buldan ve Çal ilçesinin örnekleridir. Çal ve Honaz'a yaş ve kuru üzüm örnek derişimleri gözlenebilme sınırının altındadır.



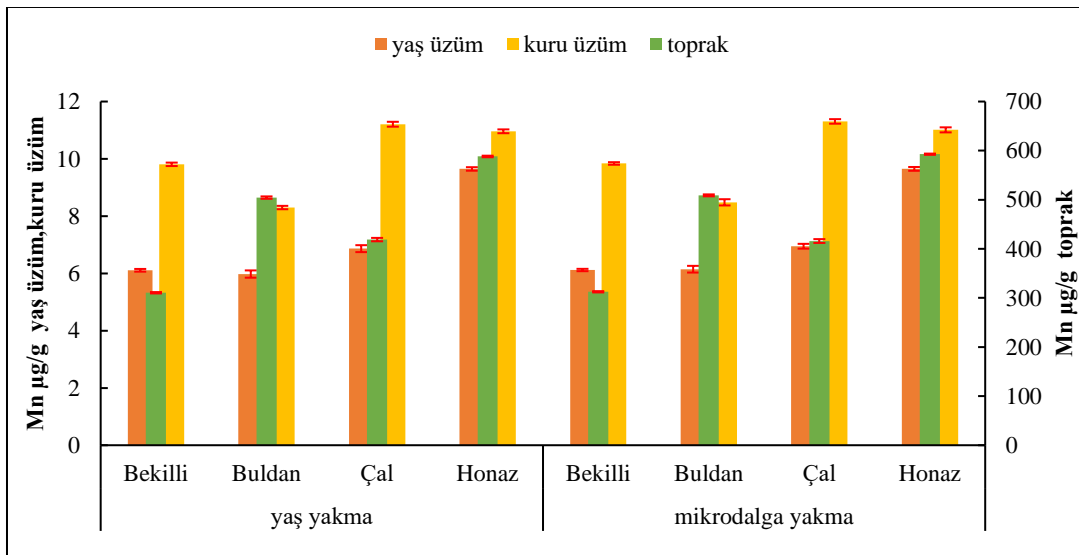
Şekil 5. 21: Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Ni miktarlarının karşılaştırılması

Şekil 5.21'e göre yaş ve kuru üzümde en yüksek ve en düşük nikel seviyeleri sırasıyla: mikrodalga yakma yöntemine ait olup, bulunan değerler yine sırasıyla Honaz ve Bekilli ilçesinin sonuçlarıdır. Toprak örneğinde en yüksek sonuç mikrodalga yakma yöntemi ile elde edilmiştir ve Honaz ilçesindedir, en düşük olan ise yaş yakma yöntemiyle bulunan Buldan ilçesindedir. Ayrıca Buldan ve Çal ilçelerinde yaş ve kuru üzümde nikel seviyeleri gözlenebilme sınırının altında bulunmuştur.



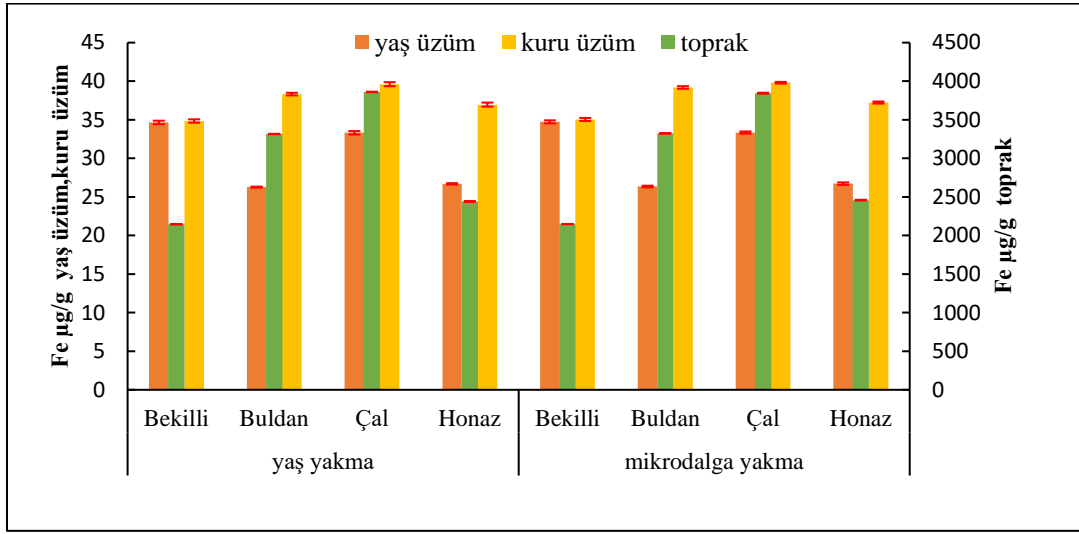
**Şekil 5. 22:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Cu miktarlarının karşılaştırılması

Şekil 5.22'ye göre Cu miktarlarında bulunan en yüksek sonuçlar yöntem açısından farklılık göstermektedir. En yüksek ve en düşük derişimler sırasıyla: yaş üzümde mikrodalga yakmayla Bekilli ve yaş yakmayla Çal; kuru üzümde ise yaş yakmayla Buldan ve yaş yakmayla Çal; toprakta mikrodalga yakmayla Buldan ve yaş yakma yöntemiyle Çal ilçesine aittir.



**Şekil 5. 23:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Mn miktarlarının karşılaştırılması

Şekil 5.23 incelenirse mangan miktarları en yüksek ve en düşük sırasıyla: yaş üzümde mikrodalga yakma yönteminde Honaz ve yaş yakma yönteminde Buldan; kuru üzümde mikrodalga yakma yönteminde Çal ve yaş yakma yönteminde Buldan; son olarak toprakta mikrodalga yakma yönteminde Honaz ve yaş yakma yönteminde Bekilli'ye aittir.



**Şekil 5. 24:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metodu ile çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta dört ilçedeki Fe miktarlarının karşılaştırılması

Şekil 5.24'ten anlaşılacağı üzere anlaşılacağı üzere yaş üzüm örneklerinde en yüksek ve en düşük demir miktarları sırasıyla: mikrodalga yakma yöntemi Bekilli ve yaş yakma yöntemi Buldan ilçesinde; kuru üzümde mikrodalga yakma yöntemi Çal ve yaş yakma yöntemi Bekilli ilçesinde; toprak örneklerinde ise yaş yakma yöntemi Çal ve yaş yakma yöntemi Bekilli ilçesinde tespit edilmiştir.

## 6. METODUN GEÇERLİLİĞİ

Yöntemin geçerliliği, geliştirilen yöntemin doğru ve kesin olup olmadığının değerlendirilmesi amacıyla yapılan çalışmaları kapsamaktadır. Yöntem geçerliliği doğrusallık, kesinlik ve doğruluk gibi parametreler hesaplama yapılarak yorumlanabilir.

### 6.1 Doğrusallık

Analit derişimine karşı dedektörün cevabının doğru orantılı bir şekilde artmasıyla birlikte çizilen grafikte noktaların doğrunun üstünde veya doğruya yakın bir şekilde yer almasıdır.

Korelasyon katsayısı  $R^2$  değeri 1'e ne kadar yakın çıkarsa kalibrasyon doğrusuyla hesaplanan sonuçlar o kadar doğru anlamına gelmektedir.

Dört farklı ilçedeki numunelerin analizi için kullanılan atomik AAS'nin, çalışılan her bir element için, çalışma aralığını belirlemek amacıyla Cu ve Cr için 0-4  $\mu\text{g/mL}$ , Pb için 0-16  $\mu\text{g/mL}$ , Fe ve Ni için 0-5  $\mu\text{g/mL}$  ve Mn için ise 0-2  $\mu\text{g/mL}$  derişim aralığında çözeltiler hazırlanmış ve doğrusal kalibrasyon aralığını belirlemek için AAS ile tayin edilmiştir.

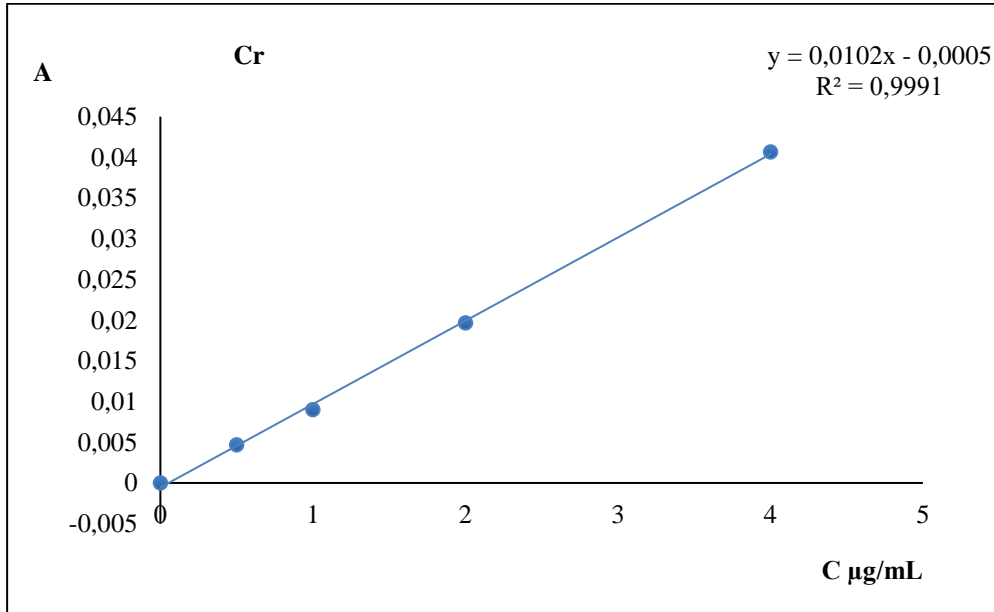
#### 6.1.1 Kalibrasyon Eğrileri

Örnekler AAS ile analiz edilmeden önce çalışılan her bir element için standart çözeltiler hazırlanmış ve alevli AAS cihazında okunarak kalibrasyon doğruları oluşturulmuştur, oluşturulan kalibrasyon doğruları Şekil 6.1-6.6'da verilmiştir. Her elemente ait doğru denklemi grafik üzerinde gösterilmiştir.

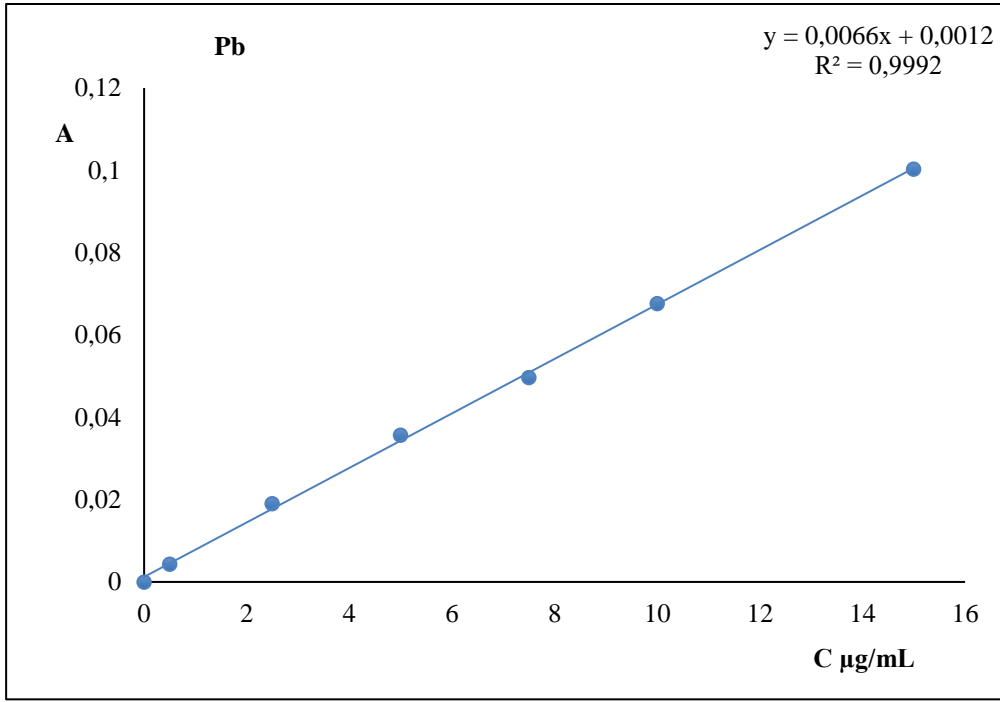
Kalibrasyon eğrilerinin korelasyon katsayıları Cr, Pb, Ni, Cu, Mn, ve Fe için elementleri için sırasıyla Tablo 6.1' de verilmiştir.

Tablo 6. 1: Korelasyon katsayıları (R<sup>2</sup>)

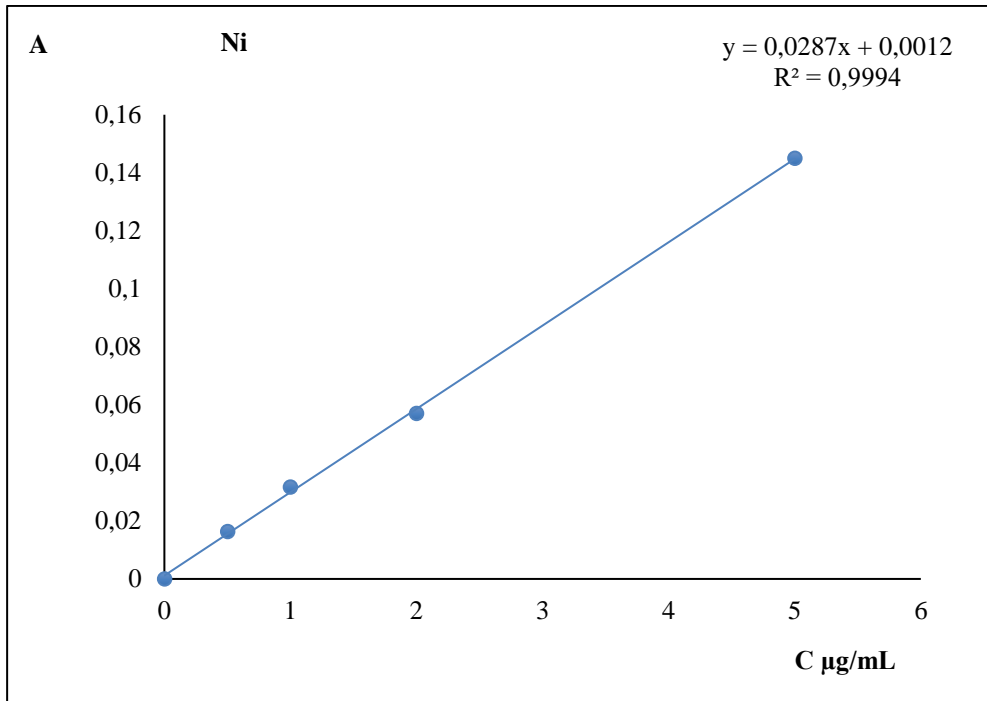
Element	R <sup>2</sup>
Cr	0,9991
Pb	0,9992
Ni	0,9994
Cu	0,9999
Mn	0,9993
Fe	0,9994



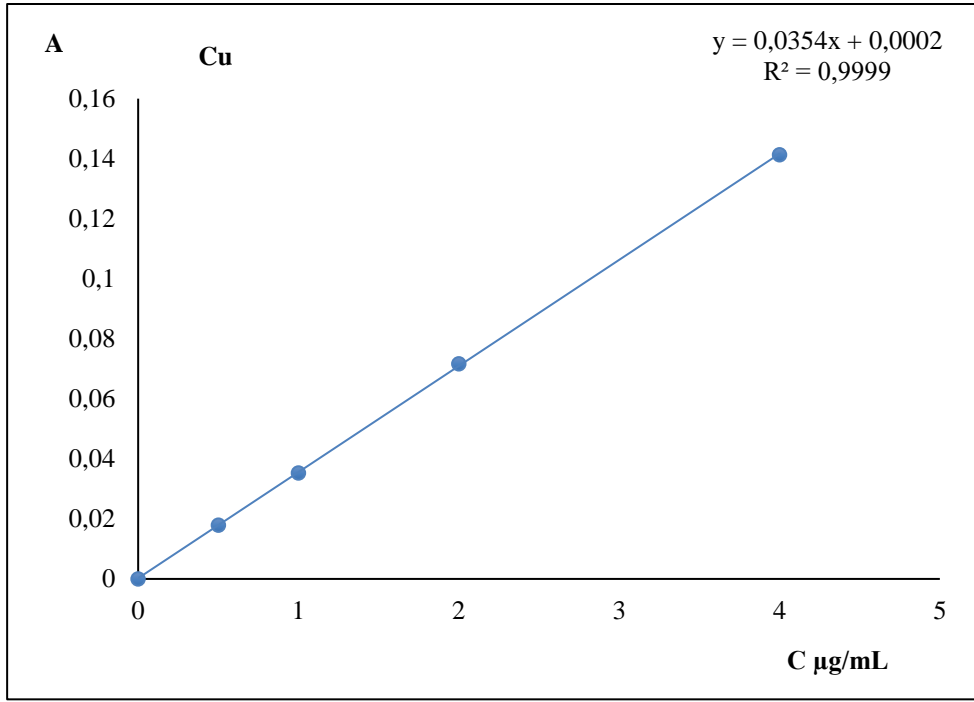
Şekil 6. 1: Cr Kalibrasyon Doğrusu



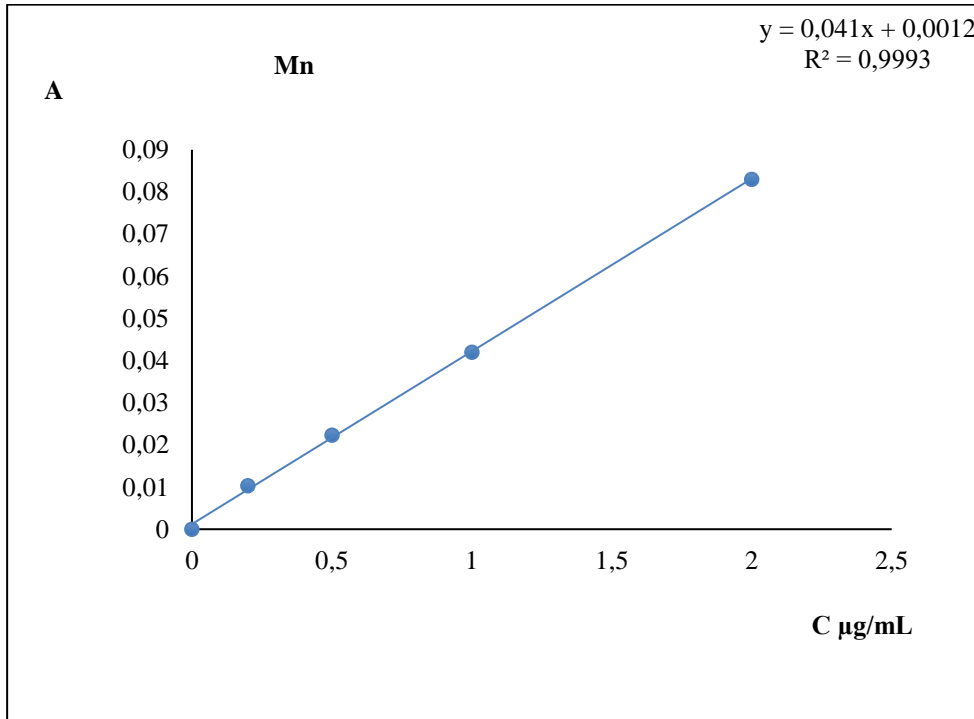
Şekil 6. 2: Pb Kalibrasyon Doğrusu



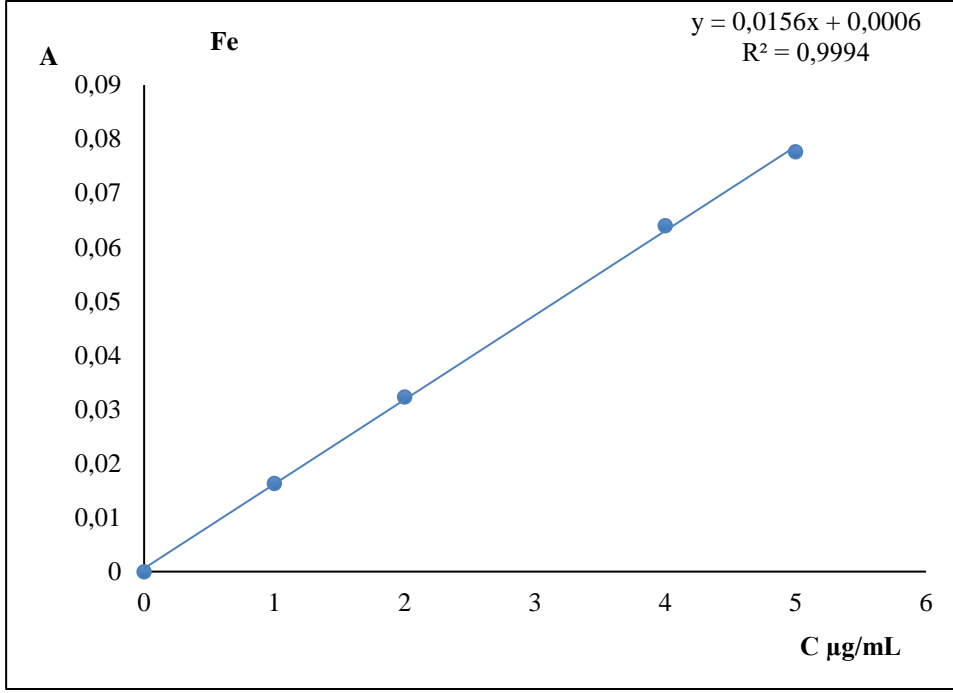
Şekil 6. 3: Ni Kalibrasyon Doğrusu



Şekil 6. 4: Cu Kalibrasyon Doğrusu



Şekil 6. 5: Mn Kalibrasyon Doğrusu



Şekil 6. 6: Fe Kalibrasyon Doğrusu

## 6.2 Kesinlik

Ölçüm sonuçlarındaki birbirlerine yakınlığın ölçüsü veya sonuçların tekrarlanabilirliğinin ölçüsü olarak da ifade edilir. Kesinliğin en önemli ölçütü, % bağlı standart sapma (%BSS)'dir.

% BSS, aynı örnek için, ölçüm sonuçlarının standart sapmasının aritmetik ortalamaya bölünmesi ve 100 ile çarpılması ile hesaplanabilir.

% BSS =  $(S / \bar{X}) \cdot 100$  formülü ile hesaplanır (Eurachem 2012).

Yaş yakma ve mikrodalga yakma yöntemiyle çözünürleştirme yapılan örneklerde yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta % BSS değerleri hesaplanmıştır ve Tablo 6.2'de verilmiştir.



**Tablo 6. 2:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metoduyla çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta % bağıl standart sapma (%BSS) değerlerinin karşılaştırılması

% BSS							
İlçe	Metal	Yaş yakma			Mikrodalga yakma		
		Yaş üzüm	Kuru üzüm	Toprak	Yaş üzüm	Kuru üzüm	Toprak
BEKİLLİ	Cr	0,9925	0,7333	0,4702	0,644	0,4743	0,5591
	Pb	0,6150	0,8631	0,3260	0,4310	0,7441	0,3054
	Ni	0,3836	0,2684	0,4049	0,3988	0,2666	0,323
	Cu	0,2206	0,6140	0,3326	0,2965	0,4293	0,3177
	Mn	0,7792	0,6158	0,4458	0,6799	0,4594	0,4174
	Fe	0,6524	0,6136	0,0747	0,5758	0,5633	0,0714
BULDAN	Cr	0,2736	0,945	0,4046	1,0214	0,4333	0,4954
	Pb	0,4870	0,4003	0,7107	0,9381	0,7609	0,4098
	Ni	GSA	GSA	1,6225	GSA	GSA	1,256
	Cu	0,7464	0,5211	0,6646	0,6493	0,8082	0,3789
	Mn	2,1314	0,7121	0,4803	1,9115	1,2933	0,3899
	Fe	0,2577	0,4456	0,0785	0,04141	0,4425	0,0861
ÇAL	Cr	GSA	GSA	0,4425	GSA	GSA	0,0831
	Pb	GSA	GSA	3,6182	GSA	GSA	3,8788
	Ni	GSA	GSA	1,3159	GSA	GSA	0,9543
	Cu	0,4721	0,7583	0,3518	0,2951	0,8079	0,4718
	Mn	1,7669	0,7601	0,8192	1,2204	0,7058	0,9319
	Fe	0,6652	0,6657	0,0794	0,4120	0,2761	0,1519
HONAZ	Cr	GSA	GSA	0,2368	GSA	GSA	0,2008
	Pb	GSA	GSA	0,4538	GSA	GSA	0,3756
	Ni	1,0633	1,2085	0,677	1,3669	1,0873	0,5661
	Cu	0,7961	0,7680	0,4425	0,9085	0,4564	0,2829
	Mn	0,6324	0,6112	0,2736	0,6932	0,8036	0,2134
	Fe	0,3378	0,7183	0,1814	0,6203	0,3637	0,1767

GSA: Gözlenebilme sınırının altında

Tablodaki sonuçlara göre her iki yöntemde de elementlerin % BSS değerleri <5% olarak bulunmuştur.

### 6.3 Doğruluk

Doğruluk, gerçek değer ile ölçülen değer birbirine olan yakınlığı veya farkını ifade eder. Doğruluk göstergesi için % Bağıl hata ve % geri kazanma hesaplanmıştır (Eurachem 2014).

#### 6.3.1 % Bağıl Hata

Analiz için seçilen ilçelerden alınan yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerindeki ağır metallerin mikrodalga yakma ve yaş yakma çözünürleştirme yöntemleri ile tayinleri sonucunda elde edilen sonuçlar arasındaki bağıl hata değerleri de hesaplanmıştır. Yaş çözünürleştirme yönteminin doğruluğunu kontrol etmek için, yapılan deneysel işlem ve kullanılan reaktifler yönünden bağımsız karşılaştırma yöntemi olarak mikrodalga çözünürleştirme yöntemi seçilmiştir. % Bağıl hata aşağıdaki formül kullanılarak hesaplanmıştır.

$$\% \text{ Bağıl hata} = \frac{(\text{yaş yakma derişim} - \text{mikrodalga yakma derişim})}{\text{mikrodalga yakma derişim}} \cdot 100$$

Elde edilen sonuçlar Tablo 6.3'de gösterilmiştir. Bulunan sonuçlar %5'ten küçüktür.

**Tablo 6. 3:** Yaş yakma ve mikrodalga yakma metoduyla çözünürleştirilen yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta % Bağlı Hata

% Bağlı Hata				
İlçe	Metal	Yaş üzüm	Kuru üzüm	Toprak
BEKİLLİ	Cr	-0,3899	-0,5030	-0,2315
	Pb	-0,1613	-0,3639	0,3528
	Ni	0,0301	0,1166	-0,0058
	Cu	-0,0352	-0,4322	-0,0049
	Mn	-0,1631	-0,3130	-0,6271
	Fe	-0,2119	0,5699	-0,0990
BULDAN	Cr	-1,3372	-1,4175	-0,6296
	Pb	-0,9538	-1,0325	-1,4767
	Ni	GSA	GSA	-1,8641
	Cu	-0,1486	0,0973	-1,2039
	Mn	-2,7607	-2,1469	-0,8961
	Fe	-0,2835	-0,3692	-0,2321
ÇAL	Cr	GSA	GSA	0,3871
	Pb	GSA	GSA	-0,7364
	Ni	GSA	GSA	-0,7840
	Cu	-0,1551	-1,7537	-0,8357
	Mn	-1,2003	-0,8676	0,7004
	Fe	-0,1043	-0,4674	0,4294
HONAZ	Cr	GSA	GSA	0,2703
	Pb	GSA	GSA	-0,5409
	Ni	-0,4533	-0,1785	-1,0384
	Cu	-0,6917	-0,2987	-1,0236
	Mn	-0,0217	-0,4604	-0,7779
	Fe	-0,0108	-0,7217	-0,6967

GSA: Gözlenebilme sınırının altında

### 6.3.2 Standart Ekleme ve % Geri Kazanım (% R)

Çözünürleştirme yönteminin doğruluğunu test etmek için, analit ekleme yöntemine sıklıkla başvurulur. Bu amaçla, Bekilli ilçesinden alınan yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak numunelerine, yaş yakma ve mikrodalga yakma çözünürleştirme işlemleri öncesi ayrı ayrı analitlerden belirli miktarlarda eklenerek, çözünürleştirme yöntemi uygulanmıştır. Son çözeltideki analitler alevli AAS ile tayin edilmiştir ve %R değerleri hesaplanarak standart sapmayla birlikte Tablo 6.4'te verilmiştir.

$$\%R = (\text{bulunan derişim/eklenen derişim}) * 100$$

$$\text{Bulunan derişim} = (\text{son derişim-ilk derişim})$$

$$\%R = \{(\text{son derişim-ilk derişim}) / \text{eklenen derişim}\} * 100$$

% R değerleri %95 üzerinde bulunmuştur. Her iki çözünürleştirme yönteminin %R değerleri incelendiğinde, değerlerin birbirine yakın olup, mikrodalga yakma yönteminin %R değerlerinin daha yüksek olduğu görülmüştür.

**Tablo 6. 4:** Yaş üzüm, kuru üzüm ve toprak örneklerinde %R±SD değerleri

		Doğruluk					
		yaş yakma(%R±SD)			mikrodalga yakma(%R±SD)		
%R	metal	yaş üzüm	kuru üzüm	toprak	yaş üzüm	kuru üzüm	toprak
%R <sub>1</sub>	Cr	97,34 ± 0,67	96,16 ± 0,96	97,18 ± 0,72	98,96 ± 0,42	97,08 ± 0,31	98,22 ± 0,82
	Pb	99,24 ± 0,42	98,32 ± 0,25	98,03 ± 0,86	99,28 ± 0,74	98,75 ± 0,14	99,06 ± 0,36
	Ni	98,11 ± 0,61	97,36 ± 0,21	98,08 ± 0,61	99,02 ± 0,54	98,46 ± 0,23	99,18 ± 0,47
	Cu	97,91 ± 0,91	97,38 ± 0,27	98,02 ± 0,94	98,68 ± 0,91	98,31 ± 0,21	98,06 ± 0,74
	Mn	98,84 ± 0,77	98,32 ± 0,43	97,92 ± 0,75	99,08 ± 0,64	99,12 ± 0,22	98,04 ± 0,96
	Fe	98,27 ± 0,66	97,14 ± 0,25	98,01 ± 0,89	99,13 ± 0,77	98,36 ± 0,16	99,16 ± 0,75
%R <sub>2</sub>	Cr	97,52 ± 0,93	96,09 ± 0,38	97,82 ± 0,77	99,04 ± 0,41	97,01 ± 0,40	98,36 ± 0,66
	Pb	99,35 ± 0,43	97,20 ± 0,07	98,15 ± 0,74	99,39 ± 0,65	98,69 ± 0,08	99,04 ± 0,47
	Ni	98,48 ± 0,26	97,48 ± 0,31	98,34 ± 0,71	99,24 ± 0,41	98,21 ± 0,21	99,11 ± 0,23
	Cu	97,15 ± 0,78	97,14 ± 0,09	97,51 ± 0,91	97,96 ± 0,84	98,16 ± 0,11	98,43 ± 0,97
	Mn	98,86 ± 0,67	98,06 ± 0,31	98,18 ± 0,93	99,02 ± 0,68	99,16 ± 0,35	98,02 ± 0,76
	Fe	98,34 ± 0,42	97,53 ± 0,07	98,26 ± 0,47	98,82 ± 0,95	98,47 ± 0,13	99,17 ± 0,47

%R±SD :ortalama %R ± standart sapma

#### 6.4 Gözlenebilme sınırı (LOD) ve Tayin Sınırı (LOQ)

LOD ve LOQ için 10 paralel kör örnek ile 5 mL çözelti hacminde çalışılmıştır. Kör ölçümlerin absorbanlarının ortalaması ve standart sapmasının 3 katı alınıp toplanmasıyla elde edilen absorban kalibrasyon denkleminde yerine konularak LOD değerleri hesaplanmıştır. Kör ölçümlerin absorbanlarının ortalaması ve standart sapmasının 10 katı alınıp toplanmasıyla elde edilen absorban kalibrasyon denkleminde yerine konularak LOQ değerleri hesaplanmıştır (Eurachem 2014). Bulunan değerler Tablo 6.5'te verilmiştir.

**Tablo 6. 5:** LOD ve LOQ Değerleri

Element	R <sup>2</sup>	LOD µg/mL	LOQ µg/mL
Cr	0,9991	0,2451	0,4607
Pb	0,9992	0,1363	0,4565
Ni	0,9994	0,1254	0,2543
Cu	0,9999	0,1382	0,3827
Mn	0,9993	0,0682	0,1658
Fe	0,9994	0,3718	0,8635

## 7. SONUÇ ve TARTIŞMA

Ağır metaller, insan sağlığını ve doğal ekolojik sisteme zarar veren çevresel kirleticilerdir. Ağır metaller toprak ve suda birikerek ve tarım mahsullerinin ve içme sularının tüketilmesiyle insan vücuduna alınırlar. Toprakta alınan verim miktarını artırmak için zirai kimyasal maddelerin, tarım ve böcek ilaçlarının, bakır içerikli mantar ilaçlarının, gübrelerin aşırı kullanımı ağır metallerin ve eser elementlerin birikmesine neden olmuştur.

Bu çalışma, yaş üzüm, kuru üzüm ve toprakta ağır metal birikimini ve etkisini ortaya çıkarmak amacıyla yapılmıştır.

Yaş üzüm, kuru üzüm ve bağdan alınan toprak numuneleri dört farklı ilçeden toplanmıştır ve ağır metal miktarlarını belirlemek üzere AAS cihazında tayin edilmiştir. Örneklerdeki Cr, Ni, Pb, Cu, Mn ve Fe miktarları AAS ile belirlenmiştir.

Üzüm ve topraktan alınan örnekler AAS ile analizden önce, örneklerin parçalama işleminde yaş yakma ve mikrodalga fırın ile yakma olmak üzere iki ayrı çözünürleştirme metodu kullanılmıştır.

Yaş yakma yöntemi uygulanarak parçalanan dört bölgedeki örneklerde yaş üzümdeki sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarları 4,036-5,592 µg/g aralığında bulunmuştur. Bulunan derişimler Bekilli ve Buldan yaş üzüm örneklerine ait olup, Çal ve Honaz ilçelerinde Cr tespit edilmemiştir. Yaş üzümdeki Pb miktarları 4,145-6,302 µg/g aralığındadır. Bulunan derişimler Bekilli ve Buldan yaş üzüm örneklerine ait olup, Çal ve Honaz ilçelerinde Pb tespit edilmemiştir. Ni miktarları 3,988-4,261 µg/g aralığında olup, Bekilli ve Honaz'a aittir. Buldan ve Çal'da Ni tespit edilmemiştir. Cu derişimleri 3,993-5,393 µg/g arasında değişmektedir, en yüksek derişim Bekilli'ye aittir. Mn miktarları 5,977-9,647 µg/g arasındadır ve en yüksek değer Honaz'a aittir. Fe miktarları 26,267-34,656 µg/g aralığında bulunmuştur, en yüksek değer Bekilli ilçesindedir.

Yaş yakma yöntemi uygulanarak parçalanan dört bölgedeki örneklerde kuru üzümdeki sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarları 4,172-7,121 µg/g arasında bulunmuştur, bu değerler sırayla Bekilli ve Buldan'a aittir; Çal ve Honaz'da tespit

edilmemiştir. Pb miktarları 4,298-7,543 µg/g arasındadır, aynı şekilde Bekilli ve Buldan'a ait olup, Çal ve Honaz'da tespit edilmemiştir. Ni miktarları 4,806-5,031 µg/g arasındadır, Bekilli ve Honaz 'da bulunmuştur, Buldan ve Çal'da tespit edilmemiştir. Cu miktarları 4,061-7,195 µg/g aralığındadır, en yüksek Buldan ilçesindedir. Mn miktarları 8,299-11,208 µg/g aralığındadır, en yüksek Çal ilçesinde bulunmuştur. Fe ise 34,840-39,611 µg/g arasında değişmekte olup en yüksek bulunan ilçe Çal'dır.

Yaş yakma yöntemi uygulanarak parçalanmış dört bölgedeki toprak örneklerinde sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarları 13,184-15,819 µg/g aralığında olup en fazla bulunan ilçe Çal'dır. Pb miktarları 9,435-12,282 µg/g aralığındadır, en fazla Buldan'da bulunmuştur. Ni miktarları 4,585-7,843 µg/g aralığındadır, en fazla bulunan ilçe Honaz'dır. Cu miktarları 7,190-10,848 µg/g arasında olup en fazla Buldan ilçesinde olduğu görülmüştür. Mn miktarları 310,573-588,141 µg/g aralığında olup en fazla Honaz ilçesinde bulunmuştur. Fe miktarları 2146,242-3861,074 µg/g aralığında bulunarak en fazla miktarın Çal ilçesinde olduğu görülmüştür.

Mikrodalga yakma yöntemi uygulanarak parçalama işlemi gerçekleştirilen yaş üzüm örneklerinde sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarları Bekilli ve Buldan ilçesinde 4,052-5,668 µg/g arasında değişmektedir, Çal ve Honaz'da tespit edilmemiştir. Pb miktarlarının Bekilli ve Buldan'da 4,152-6,363 µg/g arasında olduğu ve Çal ve Honaz'da bulunmadığı anlaşılmıştır. Ni miktarı 3,986-4,279 µg/g arasındadır, Bekilli ve Honaz ilçelerinde var olup, Buldan ve Çal ilçelerinde bulunmamıştır. Cu miktarları 3,999-5,395 µg/g aralığındadır, en yüksek değer Bekilli ilçesindedir. Mn miktarları 6,118-9,649 µg/g aralığındadır, en yüksek değer Honaz ilçesindedir. Fe ise 26,342-34,729 µg/g aralığındadır ve en yüksek değer Bekilli ilçesinde olduğu görülmüştür.

Mikrodalga yakma yöntemi uygulanarak parçalama işlemi gerçekleştirilen kuru üzüm örneklerinde sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarı 4,174-7,224 µg/g aralığında Bekilli ve Buldan'da bulunmuştur, Çal ve Honaz ilçelerinde tespit edilmemiştir. Pb miktarı 4,313-7,622 µg/g aralığında Bekilli ve Buldan'da bulunmuştur aynı şekilde Çal ve Honaz'da tespit edilmemiştir. Ni miktarı 4,801-5,040 µg/g aralığında Bekilli ve Honaz ilçelerinde bulunmuştur, Buldan ve Çal ilçelerinde tespit edilmemiştir. Cu miktarları 4,134-7,188 µg/g aralığında bulunarak en yüksek değer Buldan ilçesi olduğu görülmüştür. Mn miktarları 8,481-11,306 µg/g arasında değişip en yüksek

değer Çal'da olduğu görülmüştür. Fe ise 35,040-39,797 µg/g aralığında bulunmuş en yüksek değer Çal ilçesinde olduğu bulunmuştur.

Mikrodalga yakma yöntemi uygulanarak parçalama işlemi gerçekleştirilen toprak örneklerinde sonuçlar şu şekildedir: Cr miktarları 13,215-15,866 µg/g arasında olup en yüksek bulunan ilçe Buldan; Pb miktarları 9,505-12,466 µg/g arasında olup en yüksek Buldan ilçesinde; Ni miktarları 4,672-7,925 µg/g arasında olup en yüksek Honaz ilçesinde; Cu miktarları 7,250-10,980 µg/g aralığında olup en yüksek Buldan ilçesinde; Mn miktarları 312,533-592,752 µg/g aralığında olup en yüksek Honaz ilçesinde; Fe ise 2148,371-3844,564 µg/g aralığında olup en yüksek Çal ilçesinde bulunduğu görülmüştür.

Her iki yakma yöntemiyle elde edilen sonuçlarda ağır metal miktarlarının büyükten küçüğe sırayla toprak, kuru üzüm ve yaş üzümde bulunduğu tespit edilmiştir.

Ayrıca mikrodalga yakma ve yaş yakma ile elde edilen sonuçlarda, mikrodalga yakma yöntemiyle bulunan sonuçların çok büyük fark görülmesi de genelde bir miktar daha yüksek derişimde olduğu belirlenmiştir.

LOD ve LOQ sırasıyla Cr için 0,2451-0,4607 µg/mL; Pb için 0,1363-0,4565 µg/mL ; Ni için 0,1254-0,2543 µg/mL; Cu için 0,1382- 0,3827 µg/mL; Mn için 0,0682-0,1658 µg/mL; Fe için 0,3718-0,8635 µg/mL olarak hesaplanmıştır.

Her iki yönteminde %BSS bağıl standart sapma sonuçlarının %5'in altında olduğu görülmüştür. Aynı şekilde % bağıl hata %5'in altında bulunmuştur.

Geri kazanım % R sonuçları yaş yakma ve mikrodalga fırın ile çözünürleştirme yöntemlerinde %95'in üzerinde bulunmuş olup mikrodalga fırın ile çözünürleştirme yönteminde %R sonuçları yaş yakma yönteminden daha yüksektir. Bu sonuçta mikrodalga fırın ile çözünürleştirme yönteminin daha güvenilir ve doğru yöntem olduğunu göstermektedir.



Mikrodalga yakma yöntemi ve yaş yakma çözünürleştirme yöntemleri zaman açısından karşılaştırıldığında ise, mikrodalga yakma yöntemi kullanılan örneklerin daha kısa sürede çözünürleştirildiği görülüp, bu yöntemin daha kullanışlı olduğu söylenebilir.

Bu çalışmada bulunan sonuçların literatürde yapılan çalışma sonuçlarına yakın, literatürde yapılan çalışma sonuçlarından yüksek veya düşük olduğu görülmüştür. Ayrıca gıda maddelerinde ulusal uluslararası kuruluşların belirlediği ağır metal sınır değerleri bulunmaktadır.

TGK'ya göre ise dutsu meyve ve küçük meyvelerde maksimum Pb oranı 0,2 mg/kg/yaş ağırlık olarak belirlenmiştir (Anonim 2002).

TGK'de kuru meyvelerde ağır metaller için bir sınır değeri belirtilmemiştir.

FAO/WHO'nun belirlediği gıdalardaki kabul edilebilir ağır metal konsantrasyonları Cr 2,3 µg/g, Pb 0,3 µg/g, Ni 67 µg/g, Cu 73,3 µg/g, Mn 500 µg/g, Fe 425,5 µg/g olarak belirlenmiştir.

FAO/WHO'nun ağır metaller için belirlediği kabul edilebilir değerlere göre bu çalışmadaki Bekilli ve Buldan ilçelerine ait yaş üzüm ve kuru üzüm örneklerinde bulunan Cr ve Pb miktarlarının belirlenen sınır değeri aştığı görülmüştür, Çal ve Honaz ilçelerine ait yaş üzüm ve kuru üzüm örneklerinde bulunan Cr ve Pb miktarlarının belirlenen sınır değeri aşmadığı görülmüştür. Bekilli ve Buldan ilçelerine ait yaş üzüm ve kuru üzüm örneklerinde bulunan Pb miktarları, TGK'nin de Pb için belirlediği seviyeden daha yüksek bulunmuştur. Bu durumun sebebinin Bekilli ve Buldan ilçelerinden alınan örneklerin karayolu kenarındaki bağlardan alınması veya topraktaki kimyasal kirleticiler, üzümün kuruması için kullanılan kimyasallar ve kontamine olmuş sulama suyu olabileceği düşünülmektedir.

Yapılan çalışmada yaş üzüm ve kuru üzüm örneklerinde FAO/WHO'ya göre belirlenen Ni, Cu, Mn ve Fe sınır değerlerinin aşılmadığı görülmüştür.

Araştırmacılara göre topraktaki ağır metal sınır değerleri ve ülkemizde kullanılmayı tercih edilen sınır değerleri şöyledir: Cr için 5-1500 mg/kg (Alloway 1990), 100 mg/kg (Kabata-Pendias 1979), 100 mg/kg (Kloke 1979), 100 mg/kg (Saatçı

1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994), Pb için 2-300 mg/kg (Alloway 1990), 100 mg/kg (Kabata-Pendias 1979), 100 mg/kg (Kloke 1979), 8-20 mg/kg (Bergmann 1993), 100 mg/kg (Saatçı 1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994), Ni için 2-750 mg/kg (Alloway 1990), 100 mg/kg (Kabata-Pendias 1979), 50 mg/kg (Kloke 1979), 40-50 mg/kg (Bergmann 1993), 100 mg/kg (Linzon 1978), 50 mg/kg (Saatçı 1988, Elmacı 1995, Hakerlerler 1994), Cu için 2-250 mg/kg (Alloway 1990), 100 mg/kg (Kabata-Pendias 1979), 100 mg/kg (Kloke 1979), 100 mg/kg (Linzon 1978), Mn için 164-1330 (Kabata-Pendias ve Pendias 1992), 200-300 mg/kg (Mengel ve Kirkby 1987), 300-1420 mg/kg (Saatçı 1988), Fe için 1140-51000 mg/kg'dır (Reimann ve Caritat 1998).

Bu çalışmadaki toprak örneklerindeki ağır metal miktarlarında ise belirlenen sınır değerler ve ülkemizde bazı araştırmacılar tarafından kullanılmayı tercih edilen sınır değerlerinin aşılmadığı görülmüştür, dolayısıyla çalışmadaki bahsi geçen topraklarda ağır metal kirliliğinin olmadığı belirlenmiştir.

## 8. KAYNAKÇA

Alagić, S. Č., Tošić, S. B., Dimitrijević, M. D. et al. “Assessment of the quality of polluted areas based on the content of heavy metals in different organs of the grapevine (*Vitis vinifera*) cv Tamjanika” *Environ Sci Pollut Res*, 22, 7155–7175, Doi:10.1007/s11356-014-3933-1, (2014).

Alkış, İ. M., “Türk Şaraplarında Ağır Metallerin Belirlenmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Ankara Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Gıda Mühendisliği Anabilim Dalı Ankara, (2011).

Akyol, E., “Bazı Sebze ve Baharatlarda Ağır Metal Düzeyleri”, Yüksek Lisans Tezi, Pamukkale Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kimya Anabilim Dalı, Denizli, (2018).

Alloway, B., *Heavy Metals in Soils*, Blackie and Sou Ltd., Glasgow and London, (1990).

Altundağ, H., ve Tüzen, M., “Comparison of dry, wet and microwave digestion methods for the multi element determination in some dried fruit samples by ICP-OES”, *Food and Chemical Toxicology*, 49, 2800–2807, (2011).

Angelova, V. R., Ivanov, A. S., and Braikov D. M., “Heavy metals (Pb, Cu, Zn and Cd in the system soil-grapevine-grape”, *Journal of the Science of Food and Agriculture*, 79, 713-721, (1999).

Anonim, Resmi Gazete, Türk Gıda Kodeksi, Gıda Maddelerinde Belirli Bulaşanların Maksimum Seviyelerinin Belirlenmesi. 23.09.2002 tarihli, Sayı 24885, (2002).

Armağan, F., “Kolonda Katı Faz Özütleme ile Bazı Eser Elementlerin Zenginleştirilmesi”, Yüksek Lisans Tezi, Erciyes Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Kayseri (2000).

Aschner, M. ve Aschner, J.L., *Nutritional Aspects Of Manganese Homeostasis*, ISBN: 26:353-62, Yayınevi: Mol Aspects Med., (2005).

Assis, R. A., Kuchler, I. L., Miekeley, N., da Silveira, C. L. P., “Trace Elements and Sodium in Grape Juice: Nutritional and Toxicological Aspects”, *Quimica Nova*, 31(8), 1948-1952, (2008).

Bagdatlioglu, N., Nergiz, C., Ergonul, P. G., “Heavy metal levels in leafy vegetables and some selected fruits”, *Journal für Verbraucherschutz und Lebensmittelsicherheit* ,5 (3-4), 421-428, (2010).

Bergmann, “Ernährungsstörungen bei Kulturpflanzen, Dritte Erweiterte Auflage”, *Gustav Fisher Verleag Jena*, Stuttgart, (1993).

Bertini, I., Gray, H. B., Lippard, S.J., Valentine, J.S, *Bioinorganic chemistry*, *University Science Books*, Mill Valley California, pp 37-106, (1994).

Çağlarırnak, N. ve Hepçimen, A. Z., “Ağır Metal Toprak Kirliliğinin Gıda Zinciri ve İnsan Sağlığına Etkileri”, *Akademik Gıda*, 8 (2), 31-35, (2010).

Duffus J. H, “Heavy metals a meaningless term? (IUPAC Technical Report)”, *Pure and Applied Chemistry*, 74(5), 793-807, (2002).

Dirican, S., “Diyarbakır Yöresinde Doğal Olarak Yetişen Meyan Kökü (*Glycyrrhiza glabra*) Bitkisinde Bazı Eser Elementlerin Spektroskopik Yöntemlerle Tayini”, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Elazığ, (2016).

Duran, A., Tüzen, M., Soylak, M., “Trace element levels in some dried fruit samples from Turkey”, *International Journal of Food Sciences and Nutrition*, November-December 9(7-8), 581-589, (2008).

Elmacı, Ö. L., “Güney Marmara Bölgesi Sanayi Domates Alanlarındaki Toprak, Sulama Suyu ve Domates (*Lycopersicum esculentum*) Meyvelerinde Ağır Metal İçeriklerinin Belirlenmesi”, Doktora Tezi, Ege Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Bornova, (1995).

Esetlili, B. Ç ve Bayız O., “Sultani Çekirdeksiz Üzüm Bağ Alanlarının Ağır Metal İçerikleri Salihli Örneği”, *MAS Journal of Applied Sciences* ,6 (Özel Sayı), 1184-1195, (2021).

Eurachem, *Citac Guide CG4 Quantifying Uncertainty In Analytical Measurement*, Third Edition, (2012).

Eurachem, *The Fitness for Purpose of Analytical Methods: A Laboratory Guide to Method Validation and Related Topics*, Second Edition, (2014).

Hakerlerler, H., Anaç, D., Okur, B. ve Saatçı N., “Gümüldür ve Balçovadaki Satsuma Mandarin Bahçelerinde Ağır Metal Kirliliğinin Araştırılması”, Ege Üniversitesi, Araştırma Fonu Proje No: 92-ZRF-47, Bornova-İzmir, (1994).

Kabata-Pendias, A., *Current Problems in Chemical Degration of Soils, Paper Presented at the Conf. on Soil and Plant Analyses in Environment Protection*, Falenty/Warsaw, October 29.7, (1979).

Kabata-Pendias, A. and Pendias, H., *Trace Elements in Soil and Plants*, 2 nd Edition CRS PRESS, London, (1992).

Kahvecioğlu, Ö., Kartal, G., Güven, A. ve Timur, S., “Metallerin Çevresel Etkileri-I”, *Metalurji Dergisi*, 136, 47-53, (2003).

Kahvecioğlu, Ö., Kartal, G., Güven, A. ve Timur S., “Metallerin Çevresel Etkileri-II”, *Metalurji Dergisi*, 137, 46-51, (2004).

Kara E. E., ve Kara E., “Toprakta Ağır Metal Kirliliğinin İnsan Sağlığına Etkileri ve Çözüm Önerileri”, *Türk Bilimsel Derlemeler Dergisi Turkish Journal of Scientific Reviews* E-ISSN: 2146-0132, 11 (1), 56-62, (2018).

Karakaşeva, E., Jovanova, S., Boev, B. "Accumulation and distribution of heavy metal in perennials parts of vine in five local varieties (rizing, smederevka, hamburg, karatosia and afus ali) from ovce pole (r. macedonia)" *Geologica Macedonica*, 1-11, (2002).

Kloke, A., *Content of Arsenic, Cadmium, Chromium, Fluorine, Lead, Mercury and Nickel in Plants Grown on Contaminated Soil, Paper Presented at United Nations ECE Symp. on Effect of Air-Borne, Pollution on Vegetation*, Warsaw, 192 p., (1979).

Linzon, S. N., “Phytotoxicology Excessive Levels for Contaminants in Soil and Vegetation”, *Report of Ministry of the Environment*, Ontario, Canada, (1978).

“Manganez [Online]”, (3 Nisan 2023), MANGANEZ-DOĞAL KAYNAKLAR- Marbleport- Türkiye'nin Doğal Yapı Taşları Maden ve Mermer Portali, (2014).

Mantovi P, Bonazzi G, Maestri E, Marmiroli N. “Accumulation of Copper and Zinc from Liquid Manure in Agricultural Soils and Crop Plants” *Plant and Soil* ,250, 249: 257, (2003).

Mengel, K., and Kirkby, E.A., *Principles of Plant Nutrition, Publ. Int. Potash Inst.*, Bearn, Switzerland, (1987).

Milacic, R. ve Kralj, B., "Determination of Zn, Cu, Cd, Pb, Ni and Cr in Some Slovenian Food Stuffs", *European Food Research and Technology*, 217:211- 214, (2003).

Mirzaei, Mohsen, Marofi, Safar, Solgi, Eisa, Abbasi, Mozghan, Karimi, Roohollah, Riyahi Bakhtyari, Hamid Reza, “Ecological and Health Risks of Soil and Grape Heavy Metals in Long-Term Fertilized Vineyards (Chaharmahal and Bakhtiari Province of Iran)”, *Environ Geochem Health*, <https://doi.org/10.1007/s10653-019-00242-5>, (2019).

Özbolat, G, Tuli, A., “Ağır metal toksisitesinin insan sağlığına etkileri”, *Arşiv Kaynak Tarama Dergisi*, 25(4):502-521, (2016).

Özgüven, T., Üstdal, M., *Hekimlikte Biyokimya*, Barış kitapevi, pp101-108, İstanbul, (1997).

Özmen, H. ve Aksu, Y., “Elazığ bölgesinde yetiştirilen üzüm (beyaz ve siyah) ve üzüm ürünlerinde ağır metal tayini”, *e-Journal of New World Sciences Academy*, Volume: 7, Number: 1, Article Number: 3A0048, (2012).

Prabagar S., Dharmadasa R. M., Lintha A., Thuraisingam S., Prabagar J., “Accumulation of heavy metals in grape fruit, leaves, soil and water: A study of

influential factors and evaluating ecological risks in Jaffna, Sri Lanka”, *Environmental and Sustainability Indicators* ,12, 10014, (2021).

Reimann, C. and Caritat, P., *Chemical Elements in the Environment*, New York, Berlin Heidelberg: Springer-Verlag, 397 sayfa, (1998).

Saatçi, F., Hakerlerler, H., Tuncay, H. ve Okur, B., “İzmir İli Civarındaki Bazı Önemli Endüstri Kuruluşlarından Tarım Arazileri ve Sulama Sularında Oluşturdukları Çevre Kirliliği Sorunu Üzerinde Bir Araştırma”, Ege Üniversitesi, Araştırma Fonu Proje No: 127, Bornova-İzmir (1998).

Saraçoğlu, S., Tüzen, M., Soylak, M., “Evaluation of trace element contents of dried apricot samples from Turkey”, *Journal of Hazardous Materials*, 167,647–652, (2009).

Seven, T., Can, B., Darende, B. N., Ocak, S., “Hava ve Toprakta Ağır Metal Kirliliği”, *Ulusal Çevre Bilimleri Araştırma Dergisi*, Sayı 1(2), 91-103, (2018).

Skoog, D. A., Holler, F. L. ve Nieman, T. A., *Enstrümantal Analiz İlkeleri* (E. Kılıç ve F. Köseoğlu, H. Yılmaz Çev.). Bilim Yayıncılık, Ankara, (1998).

Smrkolj, P., Pograjc, L., Hlastan-Ribi, C. ve Stibilj, V., "Selenium Content in Selected Slovenian Food Stuff sand Estimated Daily Intakes of Selenium", *Food Chemistry* ,90, 691-697, (2005).

Şamil, A., Tezcan, R., Ceylan, N., Erçetin, M., “Şarkikaraağaç Yöresinde Yetiştirilen Üzüm Çeşitlerinde Bakır ve Çinko Tayini”, *KSÜ Fen ve Mühendislik Dergisi*, 8 (1), 31-34, (2005).

Tokman, N., “Grafit Fırınli Atomik Absorpsiyon Spektrometresinde Bizmut ve Demir Üzerine Bazı İnorganik Tuzların Girişim Etkilerinin Araştırılması”, Doktora Tezi, İstanbul Teknik Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, İstanbul, (2007).

Topbaş, M. T., Brohi, A. R., Karaman, M. R., *Çevre Kirliliği*, T.C. Çevre Bakanlığı, Ankara, (1998).

Tosmur, B., “Muğla Yöresi Çam Ballarındaki Eser Element İçeriğinin İki Farklı Spektroskopik Yöntemle Analizi” Yüksek Lisans Tezi, Muğla Üniversitesi, *Fen Bilimleri Enstitüsü*, Muğla, [\(2004\)](#).

WHO, “Trace Elements in Human Nutrition And Health” World Health Organization, International Atomic Energy Agency & Food and Agriculture Organization of the United Nations Geneva, <https://apps.who.int/iris/handle/10665/37931>, (1996).

Valiente, L., Piccinna, M., Ale, E. R., Grillo A, Smichowski P., “Determination of Selenium in Dietary Supplements by ETAAS and HG-AAS: A Comparative Study Atomic Spectroscopy”, *National Institutes of Health*, 23, 129-134, (2002).

Yerli C., Çakmakçı T., Şahin Ü., Tüfenkçi Ş., “Ağır Metallerin Toprak, Bitki, Su ve İnsan Sağlığına Etkileri”, *Türk Doğa ve Fen Dergisi*, Cilt 9, Özel Sayı, Sayfa 103-114, (2020).



## 9. ÖZGEÇMİŞ

Adı Soyadı : Mürvet Kekeç

Doğum Yeri ve Tarihi : Denizli, 27.01.1981

Lisans Üniversite : Adnan Menderes Üniversitesi Kimya Bölümü

Amasya Üniversitesi Hemşirelik Bölümü

Y. Lisans Üniversite (varsa) : Pamukkale Üniversitesi Kimya Öğretmenliği

Elektronik posta : murvetkekec@hotmail.com

İletişim Adresi : Denizli