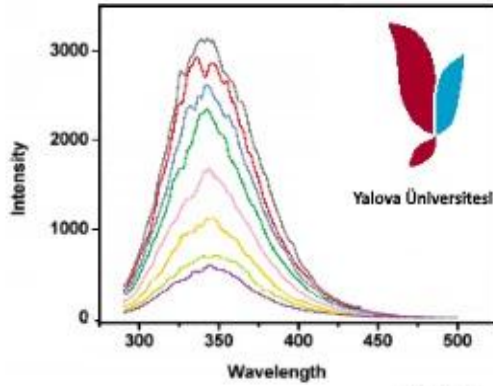
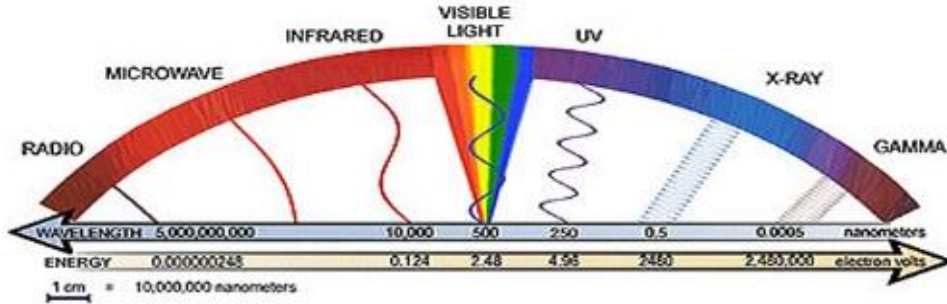


XV. ULUSAL SPEKTROSKOPİ KONGRESİ



**USK 2017
YALOVA**



Uluslararası Katılımlı

**XV. Ulusal Spektroskopi Kongresi
17-19 Mayıs 2017**

XV. Ulusal Spektroskopi Kongresi-Yalova 17-19 Mayıs 2017

YALOVA ÜNİVERSİTESİ

Mühendislik Fakültesi

Kimya Ve Süreç Mühendisliği Bölümü

XV. ULUSAL SPEKTROSKOPİ KONGRESİ

17-19 Mayıs 2017

BİLDİRİ ÖZETLERİ

YALOVA

KURULLAR

Düzenleme Kurulu

Prof. Dr. Jülide HIZAL YÜCESOY (Kongre Başkanı)
Prof. Dr. Mustafa ÖZTAŞ
Doç. Dr. Didem SALOĞLU DERTLİ
Dr. Oya Irmak CEBECİ
Öğr. Gör. Semih ARICI

Davetli Konuşmacılar

Prof. Dr. Reşat APAK (İstanbul Ü.)
Prof. Dr. Yavuz ATAMAN (ODTÜ)
Prof. Dr. Mehmet DOĞAN (Hacettepe Ü.)
Prof. Dr. Şeref GÜÇER (Uludağ Ü.)
Prof. Dr. Münevver SÖKMEN (KGTÜ)
Prof. Dr. A. Rehber TÜRKER (Gazi Ü.)
Prof. Dr. Mustafa TÜZEN (Gaziosmanpaşa Ü.)
Prof. Dr. Mehmet YAMAN (Fırat Ü.)

Bilim Kurulu

Prof. Dr. Rehber TÜRKER (Gazi Ü.)
Prof. Dr. Reşat APAK (İstanbul Ü.)
Prof. Dr. Mustafa SOYLAK (Erciyes Ü.)
Prof. Dr. Durışehvar ÜNAL (İstanbul Ü.)
Prof. Dr. Şerife TOKALIOĞLU (Erciyes Ü.)
Prof. Dr. Nevin ERK (Ankara Ü.)
Doç. Dr. Ayşem ARDA (İstanbul Ü.)

Sürdürülebilirlik Komitesi

Prof. Dr. Şeref GÜÇER (Uludağ Ü.Emekli Ö. Üyesi)
Prof. Dr. Şefik SÜZER (Bilkent Ü.)
Prof. Dr. Ahmet E. EROĞLU (İYTE Ü.)
Prof. Dr. A. Rehber TÜRKER (Gazi Ü.)
Prof. Dr. Erdal DİNÇ (Ankara Ü.)
Prof. Dr. Erdal KENDÜZLER (M. Akif ERSOY Ü.)
Prof. Dr. Mehmet YAMAN (Fırat Ü.)

Teknik Kurul

Umay ÇINARLI

Caner GÜVEN

Nergiz Z. KANMAZ

Ferdi OZAN

Destekleyen Kuruluşlar

- Yalova Belediyesi
- Yalova İl Kültür ve Turizm Müdürlüğü
- SEM Lab.
- Perkin Elmer
- As Teknik
- Rizom Tatil Köyü
- Antis Tur

Teşekkür Ederiz

16 MAYIS		
19:00	AÇILIŞ KOKTEYLİ	
17 MAYIS		
10:00	11:00	Protokol ve Açılış Konuşmaları*
PROTOKOL KONUŞMALARI: *KONGRE BAŞKANI PROF. DR. JÜLİDE HIZAL YÜCESOY *MÜHENDİSLİK FAKÜLTESİ DEKANI PROF. DR. MUSTAFA ÖZTAŞ *YALOVA ÜNİVERSİTESİ REKTÖRÜ PROF. DR. RAFET BOZDOĞAN *YALOVA BELEDİYE BAŞKANI VEFA SALMAN * YALOVA VALİSİ TUĞBA YILMAZ KONGRE AÇILIŞ KONUŞMASI: ** PROF. DR. MEHMET DOĞAN “Spektrokimyasal Analiz Tekniklerinin Tarihsel Gelişimi ve Geleceği”		
11:00	11:30	Çocuk Müzik Gösterisi* *Raif Dinçkök Kültür Merkezi
12:00	13:00	Öğle Yemeği
1. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Mehmet DOĞAN Prof. Dr. Durişehvar ÜNAL
13:00	13:25	Prof. Dr. Şeref GÜÇER
Atomik Spektroskopik Tekniklerinde Bazı Gelişmeler ve Uygulama Alanları		
13:25	13:40	Erkan YILMAZ
Su ve Gıda Örneklerinde Bulunan Kadmiyum’un Ultrasonik Titreşim Temelli Supramoleküler Çözücü Sıvı Faz Mikroekstraksiyonu Sonrası Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi ile Tayini		
13:40	13:55	Abdul Haleem PANHWAR
Ultrasonic Assisted Dispersive Liquid-Liquid Microextraction Method Based on Deep Eutectic Solvent for Separation, Preconcentration and Speciation of Selenium in Water and Environmental Samples		
13:55	14:10	Necibe KILIÇER
Synthesis and Structural Characterization of Non-Geminal Cis-Trans Isomers and Geminal/Non-Geminal Substituted Derivatives of Cyclotriphosphazene with The Reactions of 1,1,3,3-Tetramethylguanidine. Spectroscopic Investigations of The Products.		
14:10	14:25	Hacer GÜMÜŞ
Nikotinamid İçeren Çinko (II) Kompleksinin (C ₆ H ₁₁ N ₂)[ZnBr ₃ (C ₆ H ₆ N ₂ O)] (1A) Yapısal, Spektroskopik ve Elektronik Özellikleri Üzerine Teorik bir Çalışma		
14:25	14:40	Batuhan YARDIMCI
Hümk Asit Kaynaklı Fotohidroksilasyon Kinetiğinin Salisilat Probuyla Spektrofotometrik Tayini		
14:40	15:00	Kahve Molası

17 MAYIS		
2. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Rehber TÜRKER Prof. Dr. Şerife TOKALIOĞLU
15:00	15:25	Prof. Dr. Reşat APAK
<i>Antioksidan Kapasite ve Aktivite Tayinlerinde Kullanılan Moleküler Spektroskopik Yöntemler ve Sensörler; Tasarım İlkeleri ve Nanoteknolojik Uygulamalar</i>		
15:25	15:40	Erol ALVER
3-Aminofenilboronik Asitin Enzimatik Polimerizasyonu ve Glikoz Sensör Olarak Kullanılabilirliği		
15:40	15:55	Oğuz BAYINDIR
Grafen/Azure B Nanokompoziti Esaslı NADH Amperometrik Sensörü		
15:55	16:10	Ali DURAN
Poliakrilamid Modifiye Edilmiş SiO ₂ /Fe ₃ O ₄ /Nanoelmas Hibrit Materyalinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Eser Düzeydeki Pb(II) İyonlarının Manyetik Katı Faz Ekstraksiyonunda Kullanılması		
16:10	16:25	Nazlı ÖZCAN
Sulu Çözeltilerden Naproksen Gideriminde Mikroporoz Aktif Karbon(AC) ve Spirulina(SPI) İçeren Kitosan(CT)-Polivinil Alkol (PVA) Kompozitleri		
16:25	16:40	Derya ÇIRAK
Phosphorus-Nitrogen Compounds Reactions of Cyclochlorotriphosphazatriene with 1-Amino-2-Propanol Spectroscopic Investigations of the Derived Products		
16:40	17:00	Kahve Molası
17:00	19:00	Poster Sunumları
19:00	Akşam Yemeği	

18 MAYIS		
3. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Mustafa SOYLAK Doç. Dr. Didem SALOĞLU DERTLİ
09:00	09:25	Prof. Dr. Yavuz ATAMAN
<i>Atomik Spektrometride W-Sarmal Atom Tuzağının Atomlaştırıcı (ETA) ve Buharlaştırıcı (ETV) Olarak Kullanımı Ve Girişimlerin İncelenmesi</i>		
09:25	09:40	Emre PEHLİVAN SEM Laboratuvar Cihazları Pazarlama San. Tic. A.Ş.
Moleküler Spektroskopide Yeni Yaklaşımlar ve Uygulamalar		
09:40	09:55	Esra BAĞDA
İndiyum(III) Ftalosiyanın Bileşiğinin Farklı DNA Türleri ile Etkileşimlerinin İncelenmesi		
09:55	10:10	Tayyibe Beyza YÜCEL
<i>Dicranum Scoparium Hedw. ve Dicranum Bonjeani var. Roellii Barnes Karayosunlarının Uçucu Bileşenlerinin Tayini ve Antimikrobiyal Aktiviteleri</i>		
10:10	10:25	Ozan KAPLAN
Assit Ayırıcı Tanısında Asit Metabolom Tayini için Sıvı Kromatografisi Kütle Spektroskopisi (LC-Q TOF-MS) Yöntemi Geliştirilmesi		
10:25	10:40	Emeti ZENGİN
Hastalık Tanısı, İlaç Geliştirme ve Onay Sürecinde Spektroskopik Yöntemlerin Kullanımı		
10:40	11:00	Kahve Molası
4. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Şeref GÜÇER Prof. Dr. Mehmet YAMAN
11:00	11:25	Prof. Dr. Rehber TÜRKER
<i>Analitik Kimya ve Spektroskopi Nereye Gidiyor</i>		
11:25	11:40	Hakan BAHAR
ICP/MS'teki Bazı Sapmaların Optimizasyonu için Yaklaşımlar		
11:40	11:55	Ferdi OZAN
Yalova-Yüzey Suyu ve Sahil Şeridindeki Ağır Metal Kirliliğinin Değerlendirilmesi		
11:55	12:10	Nergiz KANMAZ
Hümk Asitlerin Toplam Antioksidan Kapasitesinin CUPRAC, Folin-Ciocalteu ve Katı-Sıvı Temelli QUENCHER-CUPRAC, QUENCHER-FC Metodları ile Tayini		
12:10	12:25	Elif ÖZDEMİR
Spektrofluorimetrik Yöntem ile Farmasötik Preparatlarda Galantamin Miktar Tayini		
12:25	12:40	Ayşem ARDA
Enerjetik Madde Tayinlerinde Moleküler Spektroskopik Yöntemler, Sensörler ve Nanoteknolojik Uygulamalar		
12:40	13:45	Öğle Yemeği

18 MAYIS		
5. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Reşat APAK Dr. Oya Irmak ŞAHİN CEBECİ
14:00	14:25	Prof. Dr. Mehmet YAMAN
<i>Spektroskopik Metotlarla İnorganik Analiz Sonuçlarının Validasyonu ve Ölçüm Belirsizliği</i>		
14:25	14:40	Emeti ZENGİN
Gıda Alanında Spektroskopik Yöntemlerin Kullanımı ve Avantajları		
14:40	14:55	İbrahim KIVRAK
<i>Tuber aestivum (syn. Tuber uncinatum) Mantarının Kimyasal Bileşimlerinin Headspace GC-MS, HPLC-DAD/RID ve UPLC-MS/MS Sistemleri ile Analizi</i>		
14:55	15:10	Ümran Seven ERDEMİR
Meyve Bazlı Bebek Ek Gıdalarındaki Lüzumlu Element Biyoerişilebilirliklerinin ICP-MS Tekniği Kullanılarak Değerlendirilmesi		
15:10	15:25	Vasfiye Hazal ÖZYURT
Gıdalarda Protein Oksidasyonun Değerlendirilmesinde Yeni Bir Yaklaşım Olarak Spektrofluorometrinin Kullanımı		
15:25	15:40	Şeyda KIVRAK
Astragalus (Geven) Balı Kimyasal İçeriğinin HPLC-RID ve UPLC-MS/MS ile Belirlenmesi		
15:40	15:55	Kahve Molası
6. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Yavuz ATAMAN Prof. Dr. Mustafa TÜZEN
15:55	16:20	Prof. Dr. Münevver SÖKMEN
<i>Metalik Nanopartüküllerin Üretimi ve Spektrel Analizler</i>		
16:20	16:35	İsa SİDIR
Benzoik Asit Sıvı Kristallerinin Dipol Moment ve Solvatokromik Davranışlarının Belirlenmesi ve Au Sübstitüentli Benzoik Asit Sıvı Kristallerin Dış Elektrik Alan Altında Dipol Moment ve Orbital Enerjilerinin Değişiminin İncelenmesi		
16:35	16:50	Aysun EKİNCİ
Epoksida Mısır Yağının İzosiyanat ile Kürlenme Davranışının İncelenmesi		
16:50	17:05	Meryem PİR
Oksadiazaborol Bileşiklerinde C=N, B-N ve B-O Gruplarına ait IR Titreşim Dalga Sayılarına Sübstitüent Etkinin İncelenmesi		
17:05	17:20	Yadigar Gülseven SİDIR
Fenil Salisilat Sıvı Kristalinin Solvatokromizmi ve Uyarılmış ve Taban Durumdaki Dipol Momentleri		
17:20	17:35	Saliha ŞAHİN
N'-(3,4-dimetoksibenziliden)-N-metilbenzensülfonilhidrazin		
20:00	GALA YEMEĞİ	

19 MAYIS		
7. OTURUM		
Oturum Başkanları		Prof. Dr. Münevver SÖKMEN Doç. Dr. Ayşem ARDA
09:00	09:25	Prof. Dr. Mustafa TÜZEN
<i>Eser Türlerin Spektroskopik Tayininde Kullanılan Çevreci Teknikler</i>		
09:25	09:40	Funda ÖZKÖK
Antikanser Ajan Olarak Yeni Antrakinon Bileşikleri		
09:40	09:55	Merve NENNİ
Siklodekstrin Nanopartiküllerinin MCF7 Meme Kanseri Hücre Hattı Üzerine Etkisinin 2 Boyutlu Jel Elektroforez ve Matriks Yardımlı Lazer İyonizasyon Kütle Spektrometrisi (MALDI-TOFMS) ile Proteom Düzeyinde İncelenmesi		
09:55	10:10	Engin KOÇAK
UPLC/MS Bazlı Proteomik Çalışmalar ve CACO-2 Kolon Kanseri Hücreleri Üzerinde Uygulamaları		
10:10	10:25	Serkan ÖZTÜRK
Organik Sentezlerde Kullanılan Bazı Spektroskopik Teknikler: Kinazolin-(3H)-4-ON Türevi Uzun Zincirli Katyonik Piridinyum Tuzları		
10:25	10:40	Önder TOPEL
Sinkrotron Temelli Bir Teknik: X-Işını Absorbsiyon Spektroskopisi (XAFS)		
10:40	11:00	Onur ŞENOL
Vardenafil Etkin Maddesinin Sıçanlarda Metabolom Analizi		
11:00	12:00	Değerlendirme Toplantısı
12:00	13:00	Öğle Yemeği
13:00	17:00	SOSYAL PROGRAM

POSTER SUNUMLARI	
P01	Ahmet Turan
Piritik Refrakter Altın Cevherlerinin Ateş Analizi	
P02	Esra Bağda
İyonik Sıvı Dağılımlı Sıvı Sıvı Mikroekstraksiyon Yöntemi ile Nikelin Önderiştirilmesi ve AAS ile Tayini	
P03	Gizem Erdoğan
Nadir Toprak Metali Doplanmış Fosforların Optik Özelliklerinin Araştırılması	
P04	Hilal Köse
Fe ₂ O ₃ -Grafen Kompozit Anotların Sentezi Ve Karakterizasyonu	
P05	Nilgün Oğuz
Magmatik Kayaçlarda Asitle Zr Çözme Çalışması	
P06	Nilgün Oğuz
ICP-MS ile Kömür Külü Analizi için Yürütülen Akreditasyon Çalışmaları	
P07	Ömer Kaan Koç
Sulu Ortamda Siyanür İyonlarına Karşı Seçimli Azofluorenon Bazlı Kolorimetrik Sensörün Sentezi ve Uygulamaları	
P08	Pertab Menghwar
A Sensitive and Selective Deep Eutectic Solvent Based Ultrasound-Assisted Liquid Phase Microextraction of Cadmium and Copper	
P09	Şerife Tokaloğlu
Kromun Katı Faz Ekstraksiyonu ile Ön-Deriştirilmesinde Nanotabakalı Çift Hidroksit Mikroürelerin Adsorban Olarak Kullanımı	
P10	Şeyma Dombaycıoğlu
ZnO-Grafen Nanokompozit Anotların Morfolojik ve Spektroskopik Özellikleri	
P11	Ayşe Şap
Bitkilerdeki As in ICP-MS ile Tayininde He Çarpışma Hücresinin Kullanılması	
P12	Berna Kuş
Bazı Sıvı Yağ Örneklerinde Toplam Vanadyumun V(V) Olarak Ekstraksiyonu, Zenginleştirilmesi ve Spektrofotometrik Tayini	
P13	Dilek Bakırcıoğlu
Çeşitli Çözünürleştirme Yöntemleri ile Doğal Ve Ticari Keçi Sütü ve Yoğurdunda Element Analizi	
P14	Duygu Taşkın
Achillea Setacea Bitkisinin Gövde ve Yapraklarının Antioksidan Kapasitelerinin Karşılaştırılması	
P15	Emre Yıldırım
Sebze Örneklerde Al Ve Cr'un Vorteks Destekli İyonik Sıvı Esaslı Dispersif Sıvı-Sıvı Mikroekstraksiyonu ile Önderiştirme Sonrası FAAS ile Tayinleri	
P16	Hale Seçilmiş Canbay
Compatibility Study Between Amlodipine and Excipients Using Spectroscopic and Thermal Techniques	
P17	Hüseyin Altundağ
Gıda Örneklerinde Mangan Tayini için Derin Ötektik Çözücü Sistemleri	
P18	İbrahim Kıvrak
Anadolu'ya Endemik İki Salvia Türünün Uçucu Yağ, Amino Asit ve Fenolik Bileşik İçeriğinin GC-MS ve UPLC-MS/MS ile Belirlenmesi	
P19	İsmail Emir Akyıldız
Kinolon Antibiyotiklerinin UPLC-ESI-MS/MS ile Ballarda Tespitine Yönelik Analitik Yöntem Geliştirilmesi	

POSTER SUNUMLARI	
P20	Kemal Topal
Bazı Gıda Örneklerinde Ponceau 4R'nin Spektrofotometrik Belirlenmesi	
P21	Mehmet Tetik
Paketlenmiş Reçel ve Bal Örneklerinde 5 Hydroxymethylfurfural'ın Ultrasonik Destekli Ekstraksiyon Sonrası Spektrofotometrik Belirlenmesi	
P22	Nail Altunay
Spektrofotometri ile Toplam Hg'nin Belirlenmesinde Çevreci ve Basit Bir Ultrasonik Yardımıyla Ekstraksiyon Prosedürü: Balık Numunelerine Uygulama	
P23	Nuket Kartal Temel
Çikolata Örneklerinde Eser Kobalt ve Nikel'in UA-CPE Yöntemi ile Ekstraksiyonu, Zenginleştirilmesi ve Spektrofotometrik Tayini	
P24	Nükte Topraksever
Çikolata Numunelerine Emülsiyon Kırınımı Yöntemi Uygulanarak Ca, Mg, Cu ve Fe Elementlerinin Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi ile Tayini	
P25	Özcan Yalçınkaya
İthal ve Yerli Pirinçlerde ICP-OES ile Ağır Metal Tayini	
P26	Özge Kuzgun
Bulutlanma Noktası Ekstraksiyon Yöntemi ile Su ve Gıda Maddelerinde Kurşun Tayini için Yöntem Geliştirilmesi	
P27	Ramazan Gürkan
Sebze ve Kuruyemiş Örneklerinde Mn ve Cd'nin Önderiştirilmesi ve Belirlenmeleri için FAAS ile Birleştirilmiş Çevre Dostu Mikroekstraksiyon Prosedürü	
P28	Rizwan Ali Zounr
Ultrasound Assisted Deep Eutectic Solvent Based on Dispersive Liquid Liquid Microextraction of Arsenic Speciation in Water and Food Samples by Electrothermal Atomic Absorption Spectrometry	
P29	Şeyda Kıvrak
Çay Olarak Kullanılan Punica granatum Çiçeklerinin Fenolik Bileşenlerinin ve Antioksidan Kapasitesinin Belirlenmesi	
P30	Turgut Taşkın
Rheum Ribes L. Bitkisinin Farklı Kısımlarının Antioksidan ve Anti-Üreaz Aktivitelerinin İncelenmesi	
P31	Vasfiye Hazal Özyurt
Spektrofluorometrinin Gıda Analizlerinde Kullanımı	
P32	Yasemin Bakırcıoğlu Kurtuluş
Baharat ve Aromatik Bitki Örneklerinde Eser Elementlerin Çeşitli Çözünürleştirme Teknikleri ile Tayini	
P33	Aykut Kaplan
Siyanür Tayini için Polimerik Esaslı Optik Sensör Geliştirilmesi	
P34	Ayşe Nihan Açıkkapı
Magnetik Polimerik Absorban Kullanılarak Katı Faz Mikro Ekstraksiyonu Yöntemiyle Selenyumun Ayrılması, Zenginleştirilmesi ve Grafit Fırınli Atomik Absorpsiyon Spektrometresiyle Tayini	
P35	Benazir Subaşı
Elektropüskürtme Yöntemiyle Propolis Yüklenmiş Polivinil Alkol Nanopartiküllerinin Üretimi ve Karakterizasyonu	
P36	Burak Hender
Polimerik Mikroküre Sentezi, Karakterizasyonu ve Boyar Madde Giderimi için Kullanılması	

POSTER SUNUMLARI	
P37	Mustafa Can Taşkan Arsenik(III) Tayini için Polimerik Floresans Sensör Geliştirilmesi
P38	Neda Baghban The Use of MoS ₂ /Cnt/Polyaniline Material for Micro-Solid-Phase Extraction of Dna
P39	Özge Demir Duyarlı Hg(I) Analizi için Ninhidrin Katkılı Polimer Sentezi
P40	Pelin Atbaş Alüminyum Tayini için Polimerik Esaslı Fluorimetrik Sensör Geliştirilmesi
P41	Ayla Balaban Gündüzalp 5-Bromosalisilaldehitmetansülfonilhidrazonun Moleküler Yapısının X-Işını Spektroskopisi Yöntemiyle ve Teorik Hesaplamalarla İncelenmesi
P42	Celile Dervişoğlu Dispersif Sıvı-Sıvı Mikroekstraksiyon Yöntemi ile Ağır Metal Tayini
P43	Mustafa Soylak A Novel Deep Eutectic Solvent Based Liquid Phase Microextraction Method for Rhodamine-B in Cosmetic Products
P44	Mustafa Yemen 4-(Benzimidazolisonitrosoasetil)bifenil Ligandının Pb(II) 'nin Supramoleküler Çözücü Temelli Sıvı Faz Mikroekstraksiyonunda Kullanımı
P45	Zeliha Erbaş Derin Ötektik Çözücü Sıvı Faz Mikroekstraksiyonu ile Eser Düzeydeki Ni(II) İyonlarının Ayrılması ve Zenginleştirilmesi
P47	Nurullah Yılmaz UV Dedektörlü HPLC Yöntemi ile Farmasötik Preparatlarda Rosuvastatin Etkin Maddesinin Miktar Tayini
P48	Nurullah Yılmaz UV- Görünür Bölge Absorbsiyon Spektrofotometri Yöntemi ile Karvedilol Etkin Maddesinin Farmasötik Preparatlarda Miktar Tayini
P49	Serap Sağlık Aslan Kozmetik Amaçla Kullanılan Bazı Yağların Safılık Tayini
P50	Zehra Özden Erdoğan Zofenopril ve Hidroklorotiazit'in Tabletlerde Türev Spektrofotometri ile Miktar Tayini
P52	Betül Nur Balkaş (2,3-Dimetoksi)fenoksi Grupları İçeren Alfa ve Beta Sübstitüe Metalli ve Metalsiz Ftalosiyanın Bileşiklerinin Sentezi ve Karakterizasyonu
P54	Bircan Özdemir Humik Asit Mikroekstraksiyonu için Yeni Bir Yöntem
P55	Can Serkan Keskin Glutasyon ile Modifiye Edilmiş Gümüş Nanoparçacıkları ile Kreatin Kinaz Enziminin Tayini
P56	Caner Yahya Boyar Yeni Tür Ftalosiyanın Sentezi, Karakterizasyonu ve Spektroskopik Özelliklerinin Araştırılması
P57	Durişehvar Özer Ünal Kütle Spektrometrisi'nde Mobil Faz Katkıları ve Analitin İyonlaşma Sabitlerinin Elektrospray İyonlaşmaya Etkileri
P58	Elmas Gökoğlu Rezonans Enerji Transferi ile İnsulin ve Umbelliferon Etkileşiminin Spektroflorimetrik İncelenmesi

POSTER SUNUMLARI	
P60	Fidan Kestane Maneb' in İyonik Sıvı Mikroekstraksiyonu ve Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrometresi ile İndirekt Tayini
P61	Gülşen Pirbudak Schiff Baz Bileşiği Olan (2-Fenoksi Benziliden Amino)Fenol Türevlerinin Solvatokromik Davranışları ve Elektrik Dipol Moment
P62	Hacer Gümüş 1-[(E)-{4-(Morfolin-4-Yl)Fenil}İmino}Metil]Naphthalen-2-ol (Mpımn) Molekülünün Yapısal, Spektroskopik, Elektronik ve Lineer Olmayan Optik Özelliklerinin Teorik Olarak İncelenmesi
P63	Hale Yıldız Gerçek Örneklerde Al'nin Ultrasonik Destekli Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu ile Önderiştirme Sonrası FAAS ile Tayini
P64	Halil İbrahim Ulusoy B12 Vitamini'nin Duyarlı Tayini için Katı Faz Destek Maddesi Geliştirilmesi
P65	Kader Poturcu Geri Dönüşümlü Asetilkolinesteraz İnhibitörlerinin Protonasyon Sabitlerinin UV-VIS Spektroskopi Yöntemi ile Tayini
P66	Kader Poturcu Klorpromazin ve Triflupromazinin Protonasyon Sabitlerinin Spektroskopik Yöntemle Tayini
P67	Koray Sarıdal Eser Düzeyde Hg(II) İyonlarının Zenginleştirme Sonrası Tayini
P68	Derya Yılmaz Katyonik (Bazik) Tekstil Boyalarının UV-VIS Spektroskopik İncelenmesi ve Analizi
P69	Mertay Çalışkan Çevresel Örneklerde Selenyumun Belirlenmesi için HG-AAS ile Kombine Edilmiş Mikroekstraksiyon Yöntemi
P70	Meryem Pir Oksadiazaborol Bileşiklerinde N-H ve C=N Gruplarına ait ¹ H NMR ve ¹³ C NMR Spektrumlarındaki Kimyasal Kaymaya Süstitüent Etkinin İncelenmesi
P71	Muhammet Karabaş Determination and Speciation of Selenium in Water Samples Collected From Muğla (Turkey) Province by Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry
P72	Müge Onaran Magnetik Aktif Karbon ile Sulu Çözeltilerden Malahit Yeşili Uzaklaştırılması
P73	Oya Irmak Şahin-Cebeci Doğal Mineralli Sularda Geliştirilen Spirulina Platensis'in GC-MS Tekniği ile Yağ Asidi Kompozisyonunun Belirlenmesi
P74	Özdem Şahin Amin Fonksiyonlu Silika Partikülleri ile Desteklenmiş Metal Katalizörlerin Sentezi ve Uygulamaları
P75	Rukiye Çaylak A ve E Vitaminlerin Eş Anlı Zenginleştirilmesi İçin CPE Yöntemi
P76	Seda Özdemir GO-CNT-ZnS Hibritinin Sentezi, Karakterizasyonu ve Rodamin B 'nin Katı Faz Ekstraksiyonunda Kullanımı
P77	Serdar Kuzucuk Magnetik Nanoparçacıkların Sentezi, Karakterizasyonu ve Sulu Çözeltilerden Boyar Madde Giderimi için Kullanılması

POSTER SUNUMLARI	
P78	Sevi Öz Çok Çekirdekli Koordinasyon Bileşiklerinin XPS ile İncelenmesi
P79	Sibel Şahinler Ayla Kinoid Yapıdaki Bileşiklerin Spektral Ve Elektrokimyasal Özelliklerinin İncelenmesi
P80	Songül Ulusoy Duyarlı Quarcetine Analizi için Katı Faz Destek Malzemesi Geliştirilmesi
P81	Hale Seçilmiş Canbay Galantaminin Protonasyon Sabitinin Asetonitril-Su İkili Karışımlarında UV-VIS Spektroskopi Yöntemi ile Tayini
P82	Canan Maden Phema Kriyojel Diskler ile Sulu Ortamdan Bisfenol A Uzaklaştırılması
P83	Buse Parlak Bazı Organofosforlu Pestisitlerin GC-MS ile Tayini için Yeni Bir Katı Faz Ekstraksiyon Metodunun Optimizasyonu
P84	Metin Ağırbaş Maneb' i Supramoleküler Çözücü Sıvı Faz Mikroekstraksiyonu Sonrası Spektrofotometrik Tayini
P85	Sajjad Saeed Ali Sentezlenen p-tert-bütilkaliks[4]aren Di-Benzilamid Bileşiğinin Elektrosin Yöntemi ile Nanofiberinin Üretimi, Nanofiberlerin HPLC Kolon Dolgu Maddesi Olarak Kullanılması
P86	Mehmet Özler Kitosan(Oligopolimer) Bazlı Hemostatik Malzemelerin Üretimi ve Karakterizasyonu
P87	Birsen Demirata ÖZTÜRK Hümik Asidin Su Örneklerinde Fluorometrik Ve Fotometrik Yöntemle Tayini
P88	Birsen Demirata ÖZTÜRK Magnetik Nanopartiküllerin Sentezi, Karakterizasyonu Ve Sulardaki Metal İyonlarının Uzaklaştırılmasında Kullanımı

İÇİNDEKİLER

D01.SPEKTROKİMYASAL ANALİZ TEKNİKLERİNİN TARİHSEL GELİŞİMİ VE GELECEĞİ.....	1
D02.ATOMİK SPEKTROSKOPİK TEKNİKLERDE BAZI GELİŞMELER VE UYGULAMA ALANLARI	2
D03.ANTİOKSİDAN KAPASİTE VE AKTİVİTE TAYİNLERİNDE KULLANILAN MOLEKÜLER SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLER VE SENSÖRLER; TASARIM İLKELERİ VE NANOTEKNOLOJİK UYGULAMALAR	3
D04.ATOMİK SPEKTROMETRİDE W-SARMAL ATOM TUZAĞININ ATOMLAŞTIRICI (ETA) VE BUHARLAŞTIRICI (ETV) OLARAK KULLANIMI VE GİRİŞİMLERİN İNCELENMESİ.....	4
D05.ANALİTİK KİMYA VE SPEKTROSKOPİ NEREYE GİDİYOR?.....	5
D06.SPEKTROSKOPİK METOTLARLA İNORGANİK ANALİZ SONUÇLARININ VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ.....	6
D07.METALİK NANOPARTÜKÜLLERİN ÜRETİMİ VE SPEKTRAL ANALİZLERİ	7
D08.ESER TÜRLERİN SPEKTROSKOPİK TAYİNİNDE KULLANILAN ÇEVRECİ TEKNİKLER	8
S01.SU VE GIDA ÖRNEKLERİNDE BULUNAN KADMİYUM' UN ULTRASONİK TİTREŞİM TEMELLİ SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU SONRASI ALEVLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ İLE TAYİNİ.....	9
S02.ULTRASONIC ASSISTED DISPERSIVE LIQUID-LIQUID MICROEXTRACTION METHOD BASED ON DEEP EUTECTIC SOLVENT FOR SEPARATION, PRECONCENTRATION AND SPECIATION OF SELENIUM IN WATER AND ENVIRONMENTAL SAMPLES.....	10
S03.SYNTHESIS AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF NON-GEMINAL CIS-TRANS ISOMERS AND GEMINAL/NON-GEMINAL SUBSTITUTED DERIVATIVES OF CYCLOTRIPHOSPHAZENE WITH THE REACTIONS OF 1,1,3,3-TETRAMETHYLGUANIDINE. SPECTROSCOPIC INVESTIGATIONS OF THE PRODUCTS	11
S04.NİKOTİNAMİD İÇEREN ÇİNKO (II) KOMPLEKSİNİN $(C_6H_{11}N_2)[ZnBr_3(C_6H_6N_2O)]$ (1a) YAPISAL, SPEKTROSKOPİK VE ELEKTRONİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE TEORİK BİR ÇALIŞMA	12
S05.HÜMİK ASİT KAYNAKLI FOTOHİDROKSİLASYON KİNETİĞİNİN SALİSİLAT PROBUyla SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ	13
S06.3-AMİNOFENİLBORONİK ASİTİN ENZİMATİK POLİMERİZASYONU VE GLİKOZ SENSÖR OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ.....	14
S07.GRAFEN/AZURE B NANOKOMPOZİTİ ESASLI NADH AMPEROMETRİK SENSÖRÜ	15

S08.POLİAKRİLAMİD MODİFİYE EDİLMİŞ $\text{SiO}_2/\text{Fe}_3\text{O}_4$ /NANOELMAS HİBRİT MATERYALİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ESER DÜZEYDEKİ Pb(II) İYONLARININ MANYETİK KATI FAZ EKSTRAKSİYONUNDA KULLANILMASI	16
S09.SULU ÇÖZELTİLERDEN NAPROKSEN GİDERİMİNDE MİKROPORUZ AKTİF KARBON(AC) VE SPİRULİNA(SPI) İÇEREN KİTOSAN(CTH)-POLİVİNİL ALKOL (PVA) KOMPOZİTLERİ.....	17
S10.PHOSPHORUS-NITROGEN COMPOUNDS. REACTIONS OF CYCLOCHLOROTRIPHOSPHAZATRIENE WITH 1-AMINO-2-PROPANOL. SPECTROSCOPIC INVESTIGATIONS OF THE DERIVED PRODUCTS.....	18
S11.İNDİYUM(III) FTALOSİYANİN BİLEŞİĞİNİN FARKLI DNA TÜRLERİ İLE ETKİLEŞİMLERİNİN İNCELENMESİ.....	19
S12. <i>DICRANUM SCOPARIUM HEDW.</i> VE <i>DICRANUM BONJEANI VAR. ROELLII BARNES</i> KARAYOSUNLARININ UÇUCU BİLEŞENLERİNİN TAYİNİ VE ANTİMİKROBİYAL AKTİVİTELERİ.....	20
S13.VARDENAFİL ETKİN MADDESİNİN SIÇANLARDA METABOLOM ANALİZİ.....	21
S14. ASSİT AYIRICI TANISINDA ASSİT METABOLOM TAYİNİ İÇİN SIVI KROMATOĞRAFİSİ KÜTLE SPEKTROSKOPİSİ (LC-Q TOF-MS) YÖNTEMİ GELİŞTİRİLMESİ.....	22
S15.HASTALIK TANISI, İLAÇ GELİŞTİRME VE ONAY SÜRECİNDE SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERİN KULLANIMI.....	23
S16.ICP/MS'TEKİ BAZI SAPMALARIN OPTİMİZASYONU İÇİN YAKLAŞIMLAR	24
S17. YALOVA-YÜZEY SUYU ve SAHİL ŞERİDİNDEKİ AĞIR METAL KİRLİLİĞİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ.....	25
S18.HÜMİK ASİTLERİN TOPLAM ANTİOKSİDAN KAPASİTESİNİN CUPRAC, FOLİN-CİOCALTEU ve KATI-SIVI TEMELLİ QUENCHER-CUPRAC, QUENCHER-FC METODLARI İLE TAYİNİ.....	26
S19.SPEKTROFLUORİMETRİK YÖNTEM İLE FARMASÖTİK PREPARATLARDA GALANTAMİN MİKTAR TAYİNİ.....	27
S20.ENERJETİK MADDE TAYİNLERİNDE MOLEKÜLER SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLER, SENSÖRLER VE NANOTEKNOLOJİK UYGULAMALAR	Error! Bookmark not defined.
S21.GIDA ALANINDA SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERİN KULLANIMI VE AVANTAJLARI	29
S22. <i>TUBER AESTIVUM</i> (SYN. <i>TUBER UNCINATUM</i>) MANTARININ KİMYASAL BİLEŞİMLERİNİN HEADSPACE GC-MS, HPLC-DAD/RID VE UPLC-MS/MS SİSTEMLERİ İLE ANALİZİ.....	30
S23.MEYVE BAZLI BEBEK EK GIDALARINDAKİ LÜZUMLU ELEMENT BİYOERİŞİLEBİLİRLİKLERİNİN ICP-MS TEKNİĞİ KULLANILARAK DEĞERLENDİRİLMESİ.....	31
S24.GIDALARDA PROTEİN OKSİDASYONUN DEĞERLENDİRİLMESİNDE YENİ BİR YAKLAŞIM OLARAK SPEKTROFLUOROMETRİNİN KULLANIMI	32

S25.ASTRAGALUS (GEVEN) BALI KİMYASAL İÇERİĞİNİN HPLC-RID ve UPLC-MS/MS ile BELİRLENMESİ.....	34
S26.BENZOİK ASİT SIVI KRİSTALLERİNİN DİPOL MOMENT VE SOLVATOKROMİK DAVRANIŞLARININ BELİRLENMESİ VE AU SÜBSTİTÜENTLİ BENZOİK ASİT SIVI KRİSTALLERİN DİŞ ELEKTRİK ALAN ALTINDA DİPOL MOMENT VE ORBİTAL ENERJİLERİNİN DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ.....	35
S27.EPOKSİDE MISIR YAĞININ İZOSİYANAT İLE KÜRLENME DAVRANIŞININ İNCELENMESİ.....	36
S28.OKSADİAZABOROL BİLEŞİKLERİNDE C=N, B-N VE B-O GRUPLARINA AİT IR TİTREŞİM DALGA SAYILARINA SÜBSTİTÜENT ETKİNİN İNCELENMESİ.....	37
S29.FENİL SALİSİLAT SIVI KRİSTALİNİN SOLVATOKROMİZMİ VE UYARILMIŞ VE TABAN DURUMDAKİ DİPOL MOMENTLERİ.....	38
S31.MİKROALGLERDE BULUNAN KAROTENOİDLERİN ÇOK DEĞİŞKENLİ KALİBRASYON TEKNİKLERİ İLE BELİRLENMESİ	39
S32.ANTİKANSER AJAN OLARAK YENİ ANTRAKİNON BİLEŞİKLERİ	40
S33.SİKLODEKSTRİN NANOPARTİKÜLLERİNİN MCF7 MEME KANSERİ HÜCRE HATTI ÜZERİNE ETKİSİNİN 2 BOYUTLU JEL ELEKTROFOREZ VE MATRİKS YARDIMLI LAZER İYONİZASYON KÜTLE SPEKTROMETRİSİ (MALDI-TOF MS) İLE PROTEOM DÜZEYİNDE İNCELENMESİ	41
S34.UPLC/MS BAZLI PROTEOMİK ÇALIŞMALAR VE CACO-2 KOLON KANSERİ HÜCRELERİ ÜZERİNDE UYGULAMALARI.....	42
S35.ORGANİK SENTEZLERDE KULLANILAN BAZI SPEKTROSKOPİK TEKNİKLER: KİNAZOLİN-(3H)-4-ON TÜREVİ UZUN ZİNCİRLİ KATYONİK PİRİDİNYUM TUZLARI	43
S36.SİNKROTRON TEMELLİ BİR TEKNİK: X-IŞINI ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ(XAFS)	44
P01.PİRİTİK REFRAKTER ALTIN CEVHERLERİNİN ATEŞ ANALİZİ.....	45
P02.İYONİK SIVI DAĞILIMLI SIVI SIVI MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE NİKELİN ÖNDERİŞTİRİLMESİ VE AAS İLE TAYİNİ	46
P03.NADİR TOPRAK METALİ DOPLANMIŞ FOSFORLARIN OPTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI.....	47
P04.Fe ₂ O ₃ -GRAFEN KOMPOZİT ANOTLARIN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU	48
P05.ICP-MS İLE KÖMÜR KÜLÜ ANALİZİ İÇİN YÜRÜTÜLEN AKREDİTASYON ÇALIŞMALARI	49
P06.MAGMATİK KAYAÇLARDA ASİTLE Zr ÇÖZME ÇALIŞMASI.....	50
P07.SULU ORTAMDA SİYANÜR İYONLARINA KARŞI SEÇİMLİ AZOFLUORENON BAZLI KOLORİMETRİK SENSÖRÜN SENTEZİ VE UYGULAMALARI	51

P08.A SENSITIVE AND SELECTIVE DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED ULTRASOUND-ASSISTED LIQUID PHASE MICROEXTRACTION OF CADMIUM AND COPPER	52
P09.KROMUN KATI FAZ EKSTRAKSİYONU İLE ÖN-DERİŞTİRİLMESİNDE NANOTABAKALI ÇİFT HİDROKSİT MİKROKÜRELERİN ADSORBAN OLARAK KULLANIMI	53
P10.ZnO-GRAFEN NANOKOMPOZİT ANOTLARIN MORFOLOJİK VE SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİ.....	54
P11.BİTKİLERDEKİ As in ICP-MS İLE TAYİNİNDE He ÇARPIŞMA HÜCRESİNİN KULLANILMASI	55
P12.BAZI SIVI YAĞ ÖRNEKLERİNDE TOPLAM VANADYUMUN V(V) OLARAK EKSTRAKSİYONU, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ ve SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ.....	56
P13.ÇEŞİTLİ ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ İLE DOĞAL VE TİCARİ KEÇİ SÜTÜ VE YOĞURDUNDA ELEMENT ANALİZİ	57
P14.ACHILLEA SETACEA BİTKİSİNİN GÖVDE VE YAPRAKLARININ ANTİOKSİDAN KAPASİTELERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI.....	58
P15.SEBZE ÖRNEKLERDE Al ve Cr'UN VORTEKS DESTEKLİ İYONİK SIVI ESASLI DİSPERSİF SIVI-SIVI MİKROEKSTRAKSİYONU İLE ÖNDERİŞTİRME SONRASI FAAS İLE TAYİNLERİ	59
P16.COMPATIBILITY STUDY BETWEEN AMLODIPINE AND EXCIPIENTS USING SPECTROSCOPIC AND THERMAL TECHNIQUES	60
P17.GIDA ÖRNEKLERİNDE MANGAN TAYİNİ İÇİN DERİN ÖTEKTİK ÇÖZÜCÜ SİSTEMLERİ.....	61
P18.ANADOLU'YA ENDEMİK İKİ SALVIA TÜRÜNÜN UÇUCU YAĞ, AMİNO ASİT VE FENOLİK BİLEŞİK İÇERİĞİNİN GC-MS VE UPLC-MS/MS İLE BELİRLENMESİ.....	62
P19.KİNOLON ANTİBİYOTİKLERİNİN UPLC-ESI-MS/MS İLE BALLARDA TESPİTİNE YÖNELİK ANALİTİK YÖNTEM GELİŞTİRİLMESİ.....	63
P20.BAZI GIDA ÖRNEKLERİNDE PONCEAU 4R'İNİN SPEKTROFOTOMETRİK BELİRLENMESİ.....	64
P21.PAKETLENMİŞ REÇEL VE BAL ÖRNEKLERİNDE 5 HYDROXYMETHYLFURFURAL'IN ULTRASONİK DESTEKLİ EKSTRAKSİYON SONRASI SPEKTROFOTOMETRİK BELİRLENMESİ	65
P22.SPEKTROFOTOMETRİ İLE TOPLAM Hg'NİN BELİRLENMESİNDE ÇEVRECİ VE BASİT BİR ULTRASONİK YARDIMIYLA EKSTRAKSİYON PROSEDÜRÜ: BALIK NUMUNELERİNE UYGULAMA...	66
P23.ÇİKOLATA ÖRNEKLERİNDE ESER KOBALT VE NİKEL'İN UA-CPE YÖNTEMİ İLE EKSTRAKSİYONU, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ.....	67
P24.ÇİKOLATA NUMUNELERİNE EMÜLSİYON KIRINIMI YÖNTEMİ UYGULANARAK Ca, Mg, Cu ve Fe ELEMENTLERİNİN ALEVLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ ile TAYİNİ	68
P25.İTHAL VE YERLİ PİRİNÇLERDE ICP-OES İLE AĞIR METAL TAYİNİ.....	69

P26.DUYARLI Hg(I) ANALİZİ İÇİN NİNHİDRİN KATKILI POLİMER SENTEZİ	70
P27.SEBZE VE KURUYEMİŞ ÖRNEKLERİNDE Mn VE Cd'NİN ÖNDERİŞTİRLMESİ VE BELİRLENMELERİ İÇİN FAAS İLE BİRLEŞTİRİLMİŞ ÇEVRE DOSTU MİKROEKSTRAKSİYON PROSEDÜRÜ	71
P28.ULTRASOUND ASSISTED DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED ON DISPERSIVE LIQUID LIQUID MICROEXTRACTION OF ARSENIC SPECIATION IN WATER AND FOOD SAMPLES BY ELECTROTHERMAL ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY.....	72
P29.ÇAY OLARAK KULLANILAN <i>PUNİCA GRANATUM</i> ÇİÇEKLERİNİN FENOLİK BİLEŞENLERİNİN ve ANTİOKSİDAN KAPASİTESİNİN BELİRLENMESİ.....	73
P30. <i>RHEUM RIBES</i> L. BİTKİSİNİN FARKLI KISIMLARININ ANTİOKSİDAN VE ANTİ-ÜREAZ AKTİVİTELERİNİN İNCELENMESİ	74
P31.SPEKTROFLUOROMETRİNİN GIDA ANALİZLERİNDE KULLANIMI	75
P32.BAHARAT VE AROMATİK BİTKİ ÖRNEKLERİNDE ESER ELEMENTLERİN ÇEŞİTLİ ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME TEKNİKLERİ İLE TAYİNİ.....	76
P33.SİYANÜR TAYİNİ İÇİN POLİMERİK ESASLI OPTİK SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ	77
P34.MAGNETİK POLİMERİK ABSORBAN KULLANILARAK KATI FAZ MİKRO EKSTRAKSİYONU YÖNTEMİYLE SELENYUMUN AYRILMASI, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE GRAFİT FIRINLI ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİYLE TAYİNİ	78
P35.ELEKTROPÜSKÜRTME YÖNTEMİYLE PROPOLİS YÜKLENMİŞ POLİVİNİL ALKOL NANOPARTİKÜLLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	79
P36.POLİMERİK MİKROKÜRE SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE BOYAR MADDE GİDERİMİ İÇİN KULLANILMASI.....	80
P37.ARSENİK(III) TAYİNİ İÇİN POLİMERİK FLUORESANS SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ	81
P38.THE USE OF MOS ₂ /CNT/POLYANILINE MATERIAL FOR MICRO-SOLID-PHASE EXTRACTION OF DNA	82
P39.DUYARLI Hg(I) ANALİZİ İÇİN NİNHİDRİN KATKILI POLİMER SENTEZİ	83
P40.ALÜMİNYUM TAYİNİ İÇİN POLİMERİK ESASLI FLUORİMETRİK SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ	84
P41.5-BROMOSALİSİLALDEHİT METANSÜLFONİLHİDRAZONUN MOLEKÜLER YAPISININ X-İŞİNİ SPEKTROSKOPİSİ YÖNTEMİYLE VE TEORİK HESAPLAMALARLA İNCELENMESİ.....	85
P42.DİSPERSİF SIVI-SIVI MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE AĞIR METAL TAYİNİ	86
P43.A NOVEL DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED LIQUID PHASE MICROEXTRACTION METHOD FOR RHODAMINE-B in COSMETIC PRODUCTS.....	87

P44.4-(BENZİMİDAZOLİSONİTROSOASETİL)BİFENİL LİGANDININ Pb(II) 'NİN SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ TEMELLİ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONUNDA KULLANIMI	88
P45.DERİN ÖTEKTİK ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU İLE ESER DÜZEYDEKİ Ni(II) İYONLARININ AYRILMASI VE ZENGİNLEŞTİRİLMESİ	89
P47.UV DEDEKTÖRLÜ HPLC YÖNTEMİ İLE FARMASÖTİK PREPARATLARDA ROSUVASTATİN ETKİN MADDESİNİN MİKTAR TAYİNİ.....	90
P48.UV- GÖRÜNÜR BÖLGE ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE KARVEDİLOL ETKİN MADDESİNİN FARMASÖTİK PREPARATLARDA MİKTAR TAYİNİ.....	91
P49.KOZMETİK AMAÇLA KULLANILAN BAZI YAĞLARIN SAFLIK TAYİNİ.....	92
P50.ZOFENOPRİL VE HİDROKLOROTİAZİT'İN TABLETLERDE TÜREV SPEKTROFOTOMETRİ İLE MİKTAR TAYİNİ	93
P52.(2,3-DİMETOKSİ)FENOKSİ GRUPLARI İÇEREN ALFA VE BETA SÜBSTİTÜE METALLİ VE METALSİZ FTALOSİYANİN BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU	94
P54.HUMİK ASİT MİKROEKSTRAKSİYONU İÇİN YENİ BİR YÖNTEM	95
P55.GLUTATYON İLE MODİFİYE EDİLMİŞ GÜMÜŞ NANOPARÇACIKLARI İLE KREATİN KİNAZ ENZİMİNİN TAYİNİ	96
P56YENİ TÜR FTALOSİYANİNLERİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI	97
P57.KÜTLE SPEKTROMETRİSİNDE MOBİL FAZ KATKILARI VE ANALİTİN İYONLAŞMA SABİTLERİNİN ELEKTROSPRAY İYONLAŞMAYA ETKİLERİ.....	98
P58.REZONANS ENERJİ TRANSFERİ İLE İNSULİN VE UMBELLİFERON ETKİLEŞİMİNİN SPEKTROFLORİMETRİK İNCELENMESİ	99
P60.MANEB' İN İYONİK SIVI MİKROEKSTRAKSİYONU VE ALEVLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ İLE İNDİREKT TAYİNİ	100
P61.SCHİFF BAZ BİLEŞİĞİ OLAN (2-FENOKSİ BENZİLİDEN AMİNO)FENOL TÜREVLERİNİN SOLVATOKROMİK DAVRANIŞLARI ve ELEKTRİK DİPOL MOMENT	101
P62.1-[(E)-{[4-(MORFOLİN-4-YL)FENİL]İMİNO}METİL]NAPHTHALEN-2-OL (MPIMN) MOLEKÜLÜNÜN YAPISAL, SPEKTROSKOPİK, ELEKTRONİK VE LİNEER OLMAYAN OPTİK ÖZELLİKLERİNİN TEORİK OLARAK İNCELENMESİ	102
P63.GERÇEK ÖRNEKLERDE AI'NİN ULTRASONİK DESTEKLİ BULUTLANMA NOKTASI EKSTRAKSİYONU İLE ÖNDERİŞTİRME SONRASI FAAS İLE TAYİNİ	103
P64.B12 VİTAMİNİ'NİN DUYARLI TAYİNİ İÇİN KATI FAZ DESTEK MADDESİ GELİŞTİRİLMESİ	104

P65.GERİ DÖNÜŞÜMLÜ ASETİLKOLİNESTERAZ İNHİBİTÖRLERİNİN PROTONASYON SABİTLERİNİN UV-Vis SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE TAYİNİ	105
P66.KLORPROMAZİN VE TRİFLUPROMAZİNİN PROTONASYON SABİTLERİNİN SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERLE TAYİNİ.....	106
P67.ESER DÜZEYDE Hg(II) İYONLARININ ZENGİNLEŞTİRME SONRASI TAYİNİ	107
P68.KATYONİK (BAZİK) TEKSTİL BOYALARININ UV-VIS SPEKTROSKOPİK İNCELENMESİ VE ANALİZİ	108
P69.ÇEVRESEL ÖRNEKLERDE SELENYUMUN BELİRLENMESİ İÇİN HG-AAS İLE KOMBİNE EDİLMİŞ MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ.....	109
P70.OKSADİAZABOROL BİLEŞİKLERİNDE N-H VE C=N GRUPLARINA AİT ¹ H NMR VE ¹³ C NMR SPEKTRUMLARINDAKİ KİMYASAL KAYMAYA SÜBSTİTÜENT ETKİNİN İNCELENMESİ	110
P71.DETERMINATION AND SPECIATION OF SELENIUM IN WATER SAMPLES COLLECTED FROM MUĞLA (TURKEY) PROVINCE BY HYDRIDE GENERATION ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY	111
P72.MAGNETİK AKTİF KARBON İLE SULU ÇÖZELTİDEN MALAHİT YEŞİLİ UZAKLAŞTIRILMASI..	112
P73.DOĞAL MİNERALLİ SULARDA GELİŞTİRİLEN <i>SPİRULİNA PLATENSIS</i> 'İN GC-MS TEKNİĞİ İLE YAĞ ASİDİ KOMPOZİSYONUNUN BELİRLENMESİ	113
P74.AMİN FONKSİYONLU SİLİKA PARTİKÜLLERİ İLE DESTEKLENMİŞ METAL KATALİZÖRLERİN SENTEZİ VE UYGULAMALARI.....	114
P75.A ve E VİTAMİNLERİN EŞ ANLI ZENGİNLEŞTİRİLMESİ İÇİN CPE YÖNTEMİ.....	115
P76.GO-CNT-ZNS HİBRİTİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE RODAMİN B 'NİN KATI FAZ EKSTRAKSİYONUNDA KULLANIMI	116
P77.MAGNETİK NANOPARÇACIKLARIN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SULU ÇÖZELTİLERDEN BOYAR MADDE GİDERİMİ İÇİN KULLANILMASI	117
P78.ÇOK ÇEKİRDEKLİ KOORDİNASYON BİLEŞİKLERİNİN XPS İLE İNCELENMESİ	118
P79.KİNOİD YAPIDAKİ BİLEŞİKLERİN SPEKTRAL ve ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ.....	119
P80.DUYARLI QUARCETINE ANALİZİ İÇİN KATI FAZ DESTEK MALZEMESİ GELİŞTİRİLMESİ	120
P81.GALANTAMİNİN PROTONASYON SABİTİNİN ASETONİTRİL-SU İKİLİ KARIŞIMLARINDA UV-Vis SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE TAYİNİ	121
P82.PHEMA KRİYOJEL DİSKLER İLE SULU ORTAMDAN BİSFENOL A UZAKLAŞTIRILMASI	122

P83.BAZI ORGANOFOSFORLU PESTİSİTLERİN GC-MS İLE TAYİNİ İÇİN YENİ BİR KATI FAZ EKSTRAKSİYON METODUNUN OPTİMİZASYONU	123
P84.MANEB' İN SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU SONRASI SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ	124
P85.SENTEZLENEN P-TERT-BÜTİLKALİKS[4]AREN Dİ-BENZİLAMİD BİLEŞİĞİNİN ELEKTROSPİN YÖNTEMİ İLE NANOFİBERİNİN ÜRETİMİ, NANOFİBERLERİN HPLC KOLON DOLGU MADDESİ OLARAK KULLANILMASI	125
P86.KİTOSAN(OLİGOPOLİMER) BAZLI HEMOSTATİK MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU.....	126
P87. HÜMİK ASİDİN SU ÖRNEKLERİNDE FLUOROMETRİK VE FOTOMETRİK YÖNTEMLE TAYİNİ.....	127
P88. MAGNETİK NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SULARDAKİ METAL İYONLARININ UZAKLAŞTIRILMASINDA KULLANIMI.....	127

Ulusal Spektroskopi Kongrelerinin Tarihçesi

	Kongre Başkanı	Düzenleyen Kurum	Yer	Tarih
I	Prof. Dr. Burhan PEKİN	Ege Üniversitesi	İzmir	28-31 Mayıs 1974
II	Prof. Dr. Türkan BALKIŞ	Hacettepe Üniversitesi	Ankara	11-14 Ekim 1976
III	Prof. Dr. Namık K. ARAS	Orta Doğu Teknik Üniversitesi	Ankara	20-22 Eylül 1978
IV	Doç. Dr. Şeref KUNÇ	Çukurova Üniversitesi	Adana	24-28 Ağustos 1981
V	Dr. Salih CENGİZ	Cumhuriyet Üniversitesi	Sivas	23-25 Eylül 1985
VI	Prof. Dr. Mehmet DOĞAN	Erciyes Üniversitesi	Kayseri	23-26 Eylül 1987
VII	Prof. Dr. Fevzi KÖKSAL	Ondokuz Mayıs Üniversitesi	Samsun	6-9 Eylül 1989
VIII	Prof. Dr. Şeref GÜÇER	Uludağ Üniversitesi ve Bursa Test ve Analiz Laboratuvarı, TÜBİTAK	Bursa	30 Ekim-1 Kasım 2002
IX	Prof. Dr. Şefik SÜZER	Bilkent Üniversitesi	Ankara	9-11 Haziran 2005
X	Prof. Dr. Ahmet E. EROĞLU	İzmir Yüksek Teknolojisi Enstitüsü	İzmir	4-7 Temmuz 2007
XI	Prof. Dr. A. Rehber TÜRKER	Gazi Üniversitesi	Ankara	23-26 Haziran 2009
XII	Prof. Dr. Erdal DİNÇ	Ankara Üniversitesi	Antalya	18-22 Mayıs 2011
XIII	Doç. Dr. Erdal KENDÜZLER	Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi	Burdur	15-18 Mayıs 2013
XIV	Prof. Dr. Mehmet YAMAN	Fırat Üniversitesi	Elazığ	29-31 Mayıs 2015
XV	Prof. Dr. Jülide HIZAL YÜCESOY	Yalova Üniversitesi	Yalova	17-19 Mayıs 2017

ÖNSÖZ

Değerli hocalarım, arkadaşlarım ve Analitik Kimya' nın geleceği sevgili öğrenciler,

17-19 Mayıs 2017 tarihleri arasında **onbeşincisi** gerçekleştirilecek olan **Ulusal Spektroskopi Kongresi'** ne katılarak “Analitik Kimya” ya gönül vermiş her yaştan bilim insanını bir çatı altında misafir etmek hayalimi gerçekleştirmeme imkan sağladığınız için hepinize çok teşekkür ediyorum.

3 gün sürecek kongre boyunca sekizi davetli, otuz beş adet sözlü ve seksen iki adet poster sunum yapılacak ve Yalova' nın önemli turistik mekanlarına geziler düzenlenecektir.

Analitik Kimya başlığı altında yapılan ulusal kongrelerin, Türkiye' de Analitik Kimya Biliminin sağlam temeller üzerinde sürdürülebilirliğini sağlaması açısından önemli olduğu bir gerçektir. Kongreler, aynı dil konuşan insanları bir araya getirerek aralarındaki bağın kuvvetlenmesine sebep olur. “Akademik Teşvik” kriterlerinin ulusal kongreler için olumlu sonuçlar doğurmadığı da dikkate alındığında, bize, bir arada bulunma imkanı veren bu kongrelerin sürdürülebilirliğini sağlamanın hepimizin ortak görevi olduğu inancındayım.

17-19 Mayıs 2017 tarihlerinde yapılacak bu kongrenin hem akademik hem de sosyal açıdan çok iyi geçmesi dileklerimle hepinize sevgi ve saygılarımı sunuyorum.

Prof. Dr. F. Jülide HIZAL YÜCESOY

SPEKTROKİMYASAL ANALİZ TEKNİKLERİNİN TARİHSEL GELİŞİMİ VE GELECEĞİ

Prof. Dr. H. Mehmet Doğan

Hacettepe Üniv. Kimya Böl. emekli öğr. ve TÜBA Şeref Üyesi

Spektroskopinin tarihine hızlı bir göz atarsak, 1861 yılında Bunsen ve Kirchhoff tarafından ilk spektroskopun geliştirilip kullanılmasından sonra 1935 yılına kadar hiçbir yeni spektral aletin ticari olarak satılmadığını, ancak bugün kullanılan birçok tekniğin kuramsal temelini atıldığını görürüz. 1835 yılında elektriksel boşalım ve katot ışınları, 1895 yılında X-Işınları, 1896 yılında radyoaktifite ve bunu izleyen yıllarda γ -Işınları, 1895-1905 yıllarında fotoelektrik olayı ve foto lüminesans, 1911 yılında atomların ışın absorpsiyonu, 1914 yılında X-Işınları spektroskopisi, 1926 yılında X-Işınları girişimi, 1920 yıllarında iyonların manyetik alanda davranışı ve kütle spektrometresinin temelleri, molekül titreşimleri, 1928 yılında Raman olayı, 1929 yılında Auger olayı, 1928 yılında oyuk katot lambası temelleri, manyetik moment, induksiyon olayı gibi birçok fiziksel olayların, kuvantum kuramı ve atom- molekül yapısı açıklandığı halde ticari spektral aletlerin 1950 yılından sonra yaygınlaştığını görüyoruz. Örnek olarak tüm spektroskopik tekniklerin ilk gelişeni olan emisyon spektroskopisinde uyarma kaynaklarından alev 1860 da kullanıldığı halde elektrik arkı 1900-1925, oyuk katot lambası 1935, kıvılcım 1938-1950, laser 1960-1965, glow boşalım lambası 1968, yüksek frekans ve diğer plazmalar 1970-1980 yılları arasında geliştirilmiş ve pazarlanmıştır. İlk atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) 1957, ilk Laserli AAS 1965, ilk elektro-termal AAS 1968, ilk grafit fırınlı AAS 1970 yılından itibaren pazarlanmıştır. Kütle spektrometresindeki(MS) gelişme de benzer şekilde, ilk ticari MS 1950, ilk kıvılcım kaynaklı MS 1955, ilk organik yapı (ya da moleküler) MS 1960, ilk GC-MS 1965, ilk tandem MS 1970, ilk FT-MS 1980, polimerler gibi uçucu olmayan maddeler ve yüzey analizi için ilk MS 1980 yılında pazarlanmağa başlamıştır.

Son 30 yılda yeni bir spektral teknik ve yeni bir alet bulunmadığı halde bu baş döndürücü gelişme nasıl gerçekleştirilmiştir? Teknolojideki son gelişmeler ve “high-tech” denen ileri teknoloji, bir yandan ultra saf maddelerde safsızlıkların kontrolü, öte yandan mikro örneklerdeki bileşenlerin ayrılması, ölçülmesi, görüntülenmesi, bu bilgilerin korunma ve depolanması, istenen yere kayıpsız taşınması ihtiyacını doğurmuş, bu gelişmeler analiz yöntemlerini de etkilemiştir. Özellikle sinyal alıcılarda (dedektör), ve bilgisayardaki gelişmeler analitik yöntemlerde alınan bilgilerin değerlendirilmesini kolaylaştırdığı gibi ve tüm sistemin de kontrol altına alınmasına imkan vermiştir. Optik sensörler, laser ve fiber optik, nano ve hatta femto saniyede ölçüm yapan yarıiletken dedektörlü ölçü sistemleri bu gelişmeleri hızlandırmıştır. Yine son yıllardaki asıl gelişim, bilinen tüm tekniklerin iyi yanlarının birlikte kullanılması ile, yani kombinasyonuyla sağlanmıştır. HPLC gibi sıvı, hatta süper kritik sıvı kromatografisi, kapiler elektroforez gibi çok küçük örneklerin ayrılmasına dayalı ayrılma tekniklerinin analiz öncesi örneklerin ayrılmasında kullanılması, bu tür işlemlerinin ve aletlerin spektral aletlere “on-line” bağlanması, klasik kül etmelerin ve çözünürleştirmelerin yerini ultrasonik ve mikro dalga, laser ve iyon bombardımanı buharlaştırmalara bırakması son yıllardaki önemli gelişmelere neden olmuştur. Bu geçen sürede emisyon spektroskopisinin ark ve kıvılcım uyarma kaynaklı tekniklerine ICP gibi 10 kadar yeni kaynak eklenmiş, X-ışınları emisyon ve floresans tekniklerine önce enerji ayırmalı, radyoaktif kaynaklı teknikler, daha sonra da çok daha az örnekte, çok düşük derişimlerin tayin edilebildiği toplam yansımali X-ışını floresans (TXRF), elektron mikro-prop, yüzey analizleri için ESCA ve AES geliştirilmiştir. Son yıllarda yeni analiz aleti ve tekniği gelişmediği halde spektroskopik yöntemlerin uygulama alanları azalmamış, aksine gerek yüksek teknoloji üretiminde, gerek tıbbi alanda ameliyathaneye girmiştir.

ATOMİK SPEKTROSKOPİK TEKNİKLERDE BAZI GELİŞMELER VE UYGULAMA ALANLARI

Seref Güçer

Kimya Bölümü, Uludağ Üniversitesi Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü ,16059 Bursa
Emekli öğretim Üyesi

Analitik kimya ölçüm teknikleri arasında atomik spektroskopik bazı olanlar element analizlerinde önemli bir yer tutmaktadır. Duyarlık, kesinlik, doğruluk bazında ve çoklu analiz kabiliyetlerinin geliştirilmesi uygulamalı bilim dallarında birçok analitik problemin çözümünü kolaylaştırabilmektedir.

Sunumumuzda absorpsiyon ve emisyon tekniklerindeki bazı gelişmeler örnek olarak ele alınıp, analitik özelliklerdeki iyileştirme penceresinden özetlenmektedir. Analitik proseslerindeki gelişmeler konumuzun dışında tutulmaktadır. Atomik absorpsiyon tekniklerinde örnek verilışı ve atomlaşma düzeneklerindeki bazı gelişmeler ve çoklu element analiz imkanları ele alınırken, emisyon tekniklerinde ise kütle ve lazer eklemeli teknikler incelenmektedir. Çevre, gıda ve malzeme bilimlerindeki uygulamalarda örnek olarak verilmektedir.

ANTIOKSİDAN KAPASİTE VE AKTİVİTE TAYİNLERİNDE KULLANILAN MOLEKÜLER SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLER VE SENSÖRLER; TASARIM İLKELERİ VE NANOTEKNOLOJİK UYGULAMALAR

R. Apak^{a,b}, S. D. Çekiç^a, A. Arda^a, S. E. Çelik^a, B. Bekdeğer^a, M. Bener^a, E. Tütem^a, K. S. Başkan^a,
M. Özyürek^a, K. Güçlü^a, A. N. Tufan^a, B. Demirata Öztürk^c, K. I. Berker^c, D. Özyurt^c,
E. Çapanoğlu Güven^d, J. Hızal Yücesoy^e

^aİstanbul Üniv. Mühendislik Fak. Kimya Böl. Analitik Kimya A.B. Dalı, Avcılar 34320

^bTürkiye Bilimler Akademisi (Tel: 0212-4737028 ve E-posta: rapak@istanbul.edu.tr)

^cİstanbul Teknik Üniversitesi Fen-Ed. Fak. Kimya Böl. Maslak 34469, İstanbul

^dİstanbul Teknik Üniversitesi Gıda Müh. Böl. Maslak 34469, İstanbul

^eYalova Üniversitesi Mühendislik Fakültesi Kimya ve Süreç Müh. Böl. 77100, Yalova

Vücuttaki oksidan/antioksidan dengesinin oksidanlar lehine bozulması şeklinde tanımlanan “oksidatif stres” koşullarında reaktif oksijen ve azot türlerinin (ROS/RNS) fazlası; lipidler, proteinler ve nükleik asitler gibi biyolojik makromoleküllere hasar vererek bazı hastalıklara yol açarlar. Antioksidanlar ise yüksek reaktivitedeki oksidan ve serbest radikal türlerle tepkimeye girerek bu hasarı azaltırlar. Antioksidanların reaktif moleküllerle verdikleri tepkimelerin hızı antioksidan aktivite (AOA) testleriyle, verimi ise toplam antioksidan kapasite (TAC) parametresiyle ölçülür. Genel bir sınıflandırmaya göre TAC/AOA testleri başlıca hidrojen atom transferi (HAT) ve elektron transferi (ET) mekanizmalarıyla işler. Kolorimetrik ET yöntemleri, indirgendiğinde renk değiştiren yükseltgenlerin antioksidanlarca indirgenmesi yardımıyla TAC ölçerler. Bu sunumda ET-esaslı TAC tayin yöntemlerinden başlıca ‘bakır(II) indirgeyici antioksidan kapasite’ (CUPRAC), ‘demir(III) indirgeyici antioksidan güç’ (FRAP), fosfo-tungsto-molibdat(VI) esaslı Folin fenol içeriği ve ferrisiyanür yöntemleri ile ABTS ve DPPH radikal reaktiflerinin renk giderimlerine dayalı spektrofotometrik yöntemlerin esasları verilecektir. Bir (ET)-esaslı TAC yöntemi olarak 2004 yılında laboratuvarımızca dünya literatürüne kazandırılan CUPRAC yöntemi, zaman içinde lipofilik ve hidrofilik antioksidanlara, insan serumuna ve proteinlere uygulanmış, kolon sonrası türevlendirme ile hat-üstü sıvı kromatografisi (online-HPLC) ile birleştirilmiş, hidrojen peroksit, hidroksil radikali ve süperoksit anyon radikali gibi reaktif türlerin süpürülme etkinlikleri ölçümüne uyarlanarak gıda antioksidanlarının tüm test gereksinimlerini karşılayacak nitelikte bir antioksidan ölçüm paketine evrilmiştir. CUPRAC buluşuna ilaveten çalışma grubumuz; Folin, ferrisiyanür ve seryum(IV) esaslı ET-testlerine de çeşitlemeler getirmiştir. Diğer yandan saha ölçümlerinde, endüstriyel süreçlerde, gıda hammadde, ara ürün ve atık analizlerinde, biyokimyasal örneklerde duyarlı tayine olanak veren, otomasyona elverişli spektroskopik sensörler ve nanoprobalar da günümüzde büyük gelişme göstermektedir. Özelde polisülfonat işlevsel gruplu Nafion membran yüzeyinde geliştirilen CUPRAC (bakır(II)-indirgeyici antioksidan kapasite) ve DMPD (N, N-dimetil-p-fenilendiamin) sensörleri TAC ve oksidatif durum ölçmede, etiketlenmemiş veya işlevselleştirilmiş soy metal (Au^0/Ag^0) nanotanecekleri ile magnetit (Fe_3O_4) nanopartikülleri esaslı sensörler ise antioksidanlar, tiyol bileşikler, hidrojen peroksit ve nitrit tayinlerinde çalışma grubumuzca kullanılmışlardır.

ATOMİK SPEKTROMETRİDE W-SARMAL ATOM TUZAĞININ ATOMLAŞTIRICI (ETA) VE BUHARLAŞTIRICI (ETV) OLARAK KULLANIMI VE GİRİŞİMLERİN İNCELENMESİ

Osman Yavuz Ataman¹, Pınar Akay¹, Nusret Ertaş²

¹Kimya Bölümü, ODTÜ, 06800 Ankara, Türkiye

²Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06330 Ankara, Türkiye

Elektrik direnci ile ısıtılan W-sarmal, atomik spektrometride diğer atomlaştırma sistemlerine seçenек oluşturаn bir aygıttır; atom tuzaklı elektrotermal atomlaştırıcı (ETA) ve atom tuzaklı elektrotermal buharlaştırıcı (ETV) olarak da kullanılabilir [1-3]. ETA kullanımında W-sarmal hem tuzak, hem de atomlaştırıcı olarak işlev görmektedir. ETV’de ise, atom tuzaklama ve uçucu türlerin salınması W-sarmal üzerinde yapılırken, atomlaştırma ve sinyalin oluştuğu ortam ısıtılmış bir kuvars atomlaştırıcıdır (QTA). Örneğin sisteme sunulması hidrür oluşturma ile yapılmıştır. ETA ve ETV olarak iki ayrı kullanım karşılaştırılacaktır. ETA ve ETV için, özellikle girişim davranışlarında önemli farklar bulunmaktadır. Çalışmada analit olarak Bi, girişim yapan elementler olarak da diğer hidrür oluşturan elementler arasından As, Sb, Se, Sn ve Te seçilmiştir; deneylerde Rh kaplı W-sarmal ve laboratuvarда üretilmiş gerekli aygıtlar kullanılmıştır. ETA için girişimler genelde sinyalin bastırılması yönünde, ETV için ise sinyalin artırılması yönünde etkin olmaktadır. Sonuçların ayrıntılı olarak incelenmesi için çift kanallı bir hidrür oluşturma aygıtı da geliştirilmiştir. 120 s örnek toplama ile gözlenebilme sınırları ETA ve ETV için sırasıyla 0,018 ve 0,026 ng/mL olarak saptanmıştır. Önerilen sistem, grafit fırın ve benzeri duyarlı analiz tekniklerine ekonomik bir seçenек oluşturmaktadır.

Referanslar

- [1] O. Cankur, N. Ertaş ve O.Y. Ataman, J. Anal. At. Spectrom. 17 (2002) 603–609.
- [2] F. Barbosa, S.S. de Souza ve F.J. Krug, J. Anal. At. Spectrom. 17 (2002) 382–388.
- [3] O. Alp ve N. Ertaş, J. Anal. At. Spectrom. 23 (2008) 976-980.

ANALİTİK KİMYA VE SPEKTROSKOPİ NEREYE GİDİYOR?

Ali Rehber Türker

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06500, Ankara, Türkiye

Kimya bilimi içinde analitik kimyanın günümüzdeki önemi ne kadardır? Analitik Kimya için doğru olmayan genel yaklaşımlar nelerdir? Analitik Kimyanın yetersiz görüntüsünün suçlusu kimlerdir? Analitik Kimyanın, çok çeşitli alanlar üzerindeki yadsınamaz etkileri nelerdir? Analitik Kimya nereye gitmektedir? Bu soruların yanıtını günümüzün önemli Analitik Kimyacıları olan Profesör Valcárcel yayımladığı makalede tartışmıştır [1].

Analitik Kimya, bazı önyargılardan dolayı tam olarak algılanamamıştır. Sağlık, beslenme, tarım, hijyen, ulaşım, spor, giyinme, kültür gibi birçok alanda doğru ve zamanında kararlar vermek için güvenilir (biyo)kimyasal bilgilere çok fazla ihtiyaç duyulmasına rağmen, Analitik Kimya, Kimya'nın ikinci sınıf disiplini olarak dikkate alınmaktadır. Aslında Analitik Kimyanın konusu olan analiz, sentez ve kuramla birlikte kimya üçgeninin köşelerini oluşturan üç ögeden biridir. Analitik Kimyanın ikinci sınıf disiplin olarak algılanmasının nedeni, analitik kimyacıların kendilerinin, diğer disiplinlerdeki kimyacıların ve diğer alanlardaki bilim insanlarının hatalı tutumlarıdır.

Analitik Kimyanın iki temel amacı (i) yüksek ölçüm kalitesine ulaşmak (yüksek doğruluk, düşük belirsizlik) ve (ii) analitik problemleri çözmektir. Analitik Kimyanın iki temel hedefi ise (i) daha fazla ve daha iyi (biyo)kimyasal bilgi elde etmek ve (ii) daha az insan kaynağı ve mümkün olduğunca daha düşük risk ile daha az malzeme ve zaman harcamaktır [1]. Bu amaçlar ve hedefler çalışmakla birlikte bu hedef amaçlara ulaşmak için çaba gösterilmelidir.

Analitik Kimya diğer bilim dallarıyla (Fizikokimya, Organik Kimya, İnorganik Kimya ve Uygulamalı Kimya, Kimya Mühendisliği) verimli iç ilişkiler ve diğer bilim ve teknoloji dallarıyla (ör. Fizik, Biyoloji, Matematik, Mühendislik) verimli dış ilişkiler kurmalıdır. Analitik Kimya, ancak verimli analitik AR-GE sağlayarak bağımsız ve saygın bir disiplin haline gelebilir [1]. Analitik AR-GE merkezleri, yeni cihazlar veya reaktifleri analitik cihaz veya kimyasal madde üreticilerine aktarmalıdır. Tamamen bilinmeyen bir örneğin nitel ve nicel analizini hızlı bir şekilde yapan tek bir cihaz yoktur. Ancak birden fazla cihazın bir araya getirilmesiyle bu amaca ulaşılabilir. LC-ICP-MS gibi birleşik teknikler, kromatografçıların ve spektroskopistlerin bakış açılarını genişletmektedir [2, 3]. Geliştirilmiş taşınabilir cihazlar, analitik laboratuvarını ürünün üretildiği yere getirmiştir. Bu eğilim bugün yaygınlaşmakta ve kendilerini "spektroskopist" olarak görmeyen, ancak spektrometre kullanan insanların sayısı giderek artmaktadır [2]. Birçoğu analitik kimyacı olan spektroskopistler de, maddeyi ölçmek için yeni ve daha iyi teknikler geliştirmeye devam ederek elde ettikleri bilgileri, insanları etkileyen problemlerin çözümünde kullanmaktadırlar [2]. Kanseri araştırmacıları spektroskopik yöntemler kullanarak bir tümörün mikro çevresinin karmaşık moleküler yapısını daha fazla öğrenmekte ve hastalığın teşhisi için yeni hedefler belirlemektedirler. Spektroskopi kötü huylu veya iyi huylu kitleleri ayırt etmeye ve moleküler yapıdaki anormalliklerin kanserin ilerlemesine nasıl katkıda bulunduğu belirlemeye yardımcı olmaktadır.

Analitik Kimya öğretiminde, Analitik Kimya sadece hesaplamalar, iyonik denge, titrasyonlar, gravimetri ya da aletli teknikler gibi kavramlarla ilişkilendirilmemelidir. Bu önemli bir stratejik hatadır. "Analitik Kimyanın ana hedefi duyarlılığı artırmaktır" gibi yanlış genel yaklaşımlar da günümüzde anlamını yitirmektedir. Analitik Kimyaya verilen önem günümüzde yavaş olmakla birlikte artmaktadır. Yeni bilim alanlarının açılmasında en önemli adımların bel kemiği, ilgili ölçümleri mümkün kılmak için yeni analitik teknikler cihazlar geliştirmektir.

Referanslar

- [1] M. Valcárcel, Analytical and Bioanalytical Chemistry, 408 (2016) 13–21.
- [2] M. MacRae, Spectroscopy, 30 (2015) 50-57.
- [3] M. MacRae, Spectroscopy, 31 (2016) 44-52.

SPEKTROSKOPİK METOTLARLA İNORGANİK ANALİZ SONUÇLARININ VALİDASYONU VE ÖLÇÜM BELİRSİZLİĞİ

Mehmet Yaman

Fırat Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Elazığ

Email: myaman@firat.edu.tr, ipacmy@gmail.com

Tel: 05323059845

Bir laboratuvar için akreditasyon olarak da tanımlanabilen validasyon, yapılan test ve analizlerin güvenilirliğinin/geçerliliğinin belirli standartlara göre değerlendirilmesi, onaylanması ve bunun periyodik aralıklarla denetlenmesi sürecidir. Metod validasyonu, sonuçların izlenebilirliği ve ölçüm belirsizliği gibi temeller üzerine kurulu bulunan akreditasyon çalışmalarında tüm personele sürekli eğitim verilmesi öngörülmektedir. Özetle, duyarlık, kesinlik ve doğruluk terimleriyle ifade edilebilen validasyon, yöntemin analitik performansını değerlendiren tüm parametreleri kapsar. Bunlar; Doğruluk, Seçicilik, Duyarlılık, Tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik, girişim yapan maddelerin tespiti ve engellenmesi, doğrusallık, Ölçüm aralığı, gözlenebilme sınırı (Limit of detection-LOD) ve tayin sınırı (Limit of quantitation-LOQ), sağlamlık (robustness ve ruggedness) şeklinde sayılabilir. Bu kapsamda değerlendirilen, izlenebilirlik ve ölçüm belirsizliği de önemli olup validasyon ve akreditasyonun vazgeçilmez iki parametresidir.

Ölçüm belirsizliğinde, analitik şemada yer alan her basamaktan kaynaklanabilen belirsiz hatalar ayrı ayrı hesaplanıp sonuçta $X=\dots\pm s$ ile verilir. Böylece sonucu kullananlara ölçümün kalitesi hakkında bilgi verir ve sonucun, gerçek değeri ne ölçüde temsil ettiğini gösterir. Akredite Laboratuvarların, kendi koşullarında tüm belirsizlik kaynaklarını sistematik olarak inceleyip, belirsizlik değerlerini ölçüm sonucu ile birlikte rapor etmeleri gerekmektedir. Bu nedenle, bu sunumda Spektroskopik metotlarla inorganik analiz sonuçlarının validasyonu ve ölçüm belirsizliği üzerinde durulacaktır. Özellikle, hangi durumlarda tam metod validasyonunun ve hangi durumlarda kısmi metod validasyonunun yapılması gerektiğine ilişkin örnekler verilecektir.

Referanslar

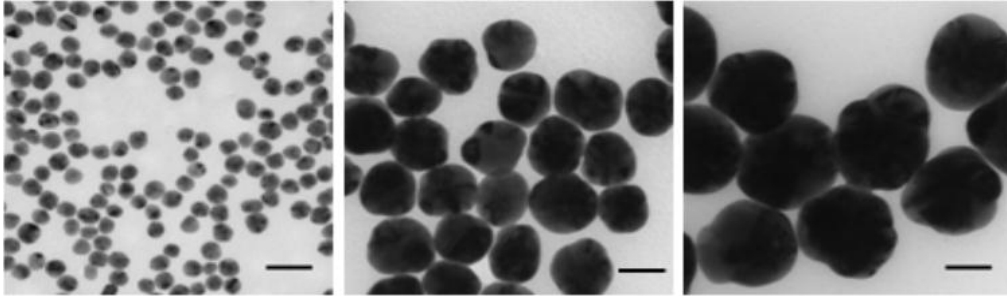
- [1] Guide to Method Validation for Quantitative Analysis in Chemical Testing Laboratories (ISO 17025), Issue 4 February 2016.

METALİK NANOPARTÜKÜLLERİN ÜRETİMİ VE SPEKTRAL ANALİZLERİ

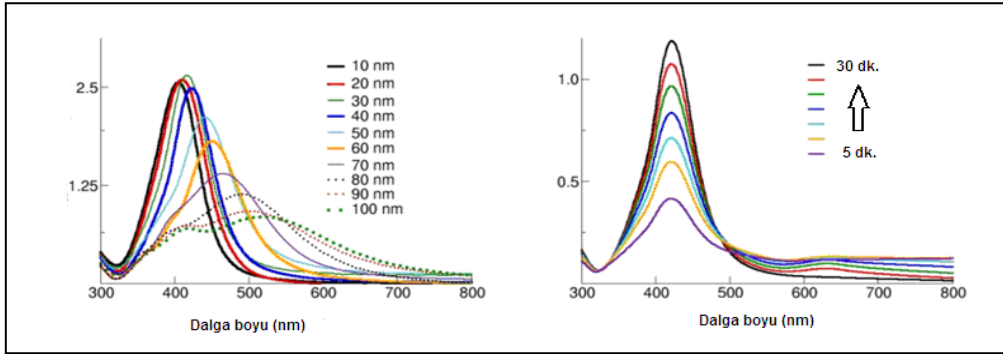
Münevver Sökmen

Konya Gıda ve Tarım Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Biyomühendislik Bölümü,
42080, Meram/Konya

Metalik nanopartüküller sıra dışı özelliklere sahip olup farklı özelliklerde üretimi son yılların önemli araştırma alanı olmuştur. Özellikle biyomedikal bilimler ve mühendislik alanlarında geniş uygulama alanları vardır. Gümüş ve altın nanopartükülleri en iyi bilinen ve en çok uygulama alanı bulan türlerdir. Kimyasal analiz yöntemleri ile üretimleri yaygın olmakla birlikte “yeşil kimya” yoluyla üretimleri önemli bir araştırma alanı haline gelmiştir. Bu yöntemlerle üretilen nanopartüküllerin yüzey özellikleri ve stabiliteleri oldukça iyidir. Bu eşsiz özellikleri nanopartükül yüzeyine antibadiler, ligandlar, ilaç etken maddelerinin bağlanabilmesine de olanak sağlamıştır. Üretim sonrası spektral analizler nanopartüküllerin yapısal özelliklerinin tanımlanmasında en önemli araçtır. Bu çalışmada metalik nanopartüküllerin yeşil yöntemlerle üretimi ve spektral yöntemlerle karakterizasyonları özetlenecektir.



Şekil 1. Gümüş nanopartüküllerinin TEM görüntüleri, 20 nm (sol), 60 nm (orta), 100 nm (sağ).



Şekil 2. Farklı boyutlardaki gümüş nanopartüküllerinin absorpsiyon spektrumları (sol) ve çay ekstraktı kullanılarak elde edilen spektrumu (sağ).

Referanslar

- [1] K. Saware, B. Sawle, B. Salimath, K. Jayanthi, V. Abbaraju, Int. J. Res. Eng. Technol. eISSN: 2319-1163.

ESER TÜRLERİN SPEKTROSKOPİK TAYİNİNDE KULLANILAN ÇEVRECİ TEKNİKLER

Mustafa Tüzen

Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 60250-Tokat
E-mail: mustafa.tuzen@gop.edu.tr

Düşük analit konsantrasyonu ve matriks etkisinden dolayı eser element ve türlerini su, gıda ve çevresel örneklerde atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) ile tayin edebilmek için ayırma ve zenginleştirme yöntemlerine ihtiyaç duyulmaktadır [1-4]. Eser elementlerin ayrılması ve zenginleştirilmesinde kullanılan sıvı sıvı ekstraksiyonu ve katı faz ekstraksiyonunda çok fazla organik çözücü ve toksik kimyasallar kullanılmaktadır. Bu durum çevre sorunlarına ve laboratuvarında çalışan araştırmacıda sağlık sorunlarına neden olmaktadır. İdeal örnek hazırlama teknikleri basit, hızlı ve organik çözücü tüketimi minimum düzeyde olması gerekir. Bu yüzden çevre dostu olan tekniklerin kullanılması giderek önem kazanmaktadır. Bu sunumda iyonik sıvı dağılımlı mikro ekstraksiyon metodu, üç fazlı sistemler, katılaşma destekli organik damla mikro ekstraksiyon tekniği ve katı faz mikro ekstraksiyon yöntemi ile eser türlerin ayrılması, zenginleştirilmesi ve türlendirilmesi çalışmalarına örnekler verilecektir. Çevre dostu olarak bilinen iyonik sıvıların yaygın olarak kullanıldığı yöntemlerin en önemli avantajları; basitliği, hızlılığı ve yüksek zenginleştirme faktörleri sayılabilir [5]. Ayrıca supramoleküler çözücü mikro ekstraksiyonu ve değişken çözücülerin kullanıldığı mikro ekstraksiyon tekniklerindeki gelişmeler anlatılacaktır. Arsenik, selenyum ve vanadyum türlemesinde kullanılan çevreci teknikler tartışılacaktır. Alev, grafit fırın, hidrür ve soğuk buhar oluşturmali AAS yöntemleriyle yapılan çalışmalar örneklerle anlatılacaktır.

Referanslar

- [1] Naeemullah, T.G. Kazi, M. Tuzen, Food Chem. 172 (2015) 161-165.
- [2] Naeemullah, M. Tuzen, T.G. Kazi, D. Citak, M. Soylak, J. Anal. At. Spectrom. 28 (2013) 1441-1445.
- [3] J. Ali, M. Tuzen, T.G. Kazi, B. Hazer, Talanta, 161 (2016) 450-458.
- [4] J. Ali, M. Tuzen, T.G. Kazi, Water, Air and Soil Pollution, 228 (2017) 1-13.
- [5] M. Tuzen, O.Z. Pekiner, Food Chem. 188 (2015) 619-624.

SU VE GIDA ÖRNEKLERİNDE BULUNAN KADMIYUM' UN ULTRASONİK TİTREŞİM TEMELLİ SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU SONRASI ALEVİLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ İLE TAYİNİ

Z.A. ALÖthman¹, M.A. Habila¹, Erkan Yılmaz², M. Soylak², A.A. Alwarthan¹

¹Chemistry Department, College of Science, King Saud University, Riyadh, Kingdom of Saudi Arabia

²Erciyes University, Faculty of Sciences, Department of Chemistry, 38039 Kayseri, Turkey

Bu çalışmada su ve gıda örneklerinde bulunan kadmiyum' un supramoleküler çözücü sıvı faz mikroekstraksiyonu yöntemi ile zenginleştirilmesi sonrası mikro örnekleme alevli atomik absorpsiyon spektrofotometresi ile tayinini içeren bir yöntem geliştirilmiştir. Supramoleküler çözücü oluşumunda 1-dekanol ve Tetrahidrofuran kullanılmıştır. Sulu çözelti ortamında bulunan Cd(II) iyonları pH 8' de 1,2,4 tiadiazol-2,5 ditiyol kompleksi halinde supramoleküler çözücü fazına ekstrakte edilmiş ve tayin edilmiştir. Yöntem üzerinden etkili olan önemli analitik parametreler optimize edilmiş ve optimum şartlar sırası ile şu şekildedir; Sulu çözelti pH' ı: 8, 1-dekanol hacmi: 0.2 mL, THF hacmi: 0.6 mL. Yöntemin doğruluğu sertifikalı referans madde analizleri ve ekleme-geri kazanma çalışmaları ile kontrol edilmiştir. Yöntem için elde edilen gözlenebilirlik, tayin sınırı ve bağıl standart sapma değerleri sırası ile 0.46 µg L⁻¹, 1.37 µg L⁻¹ ve 5.1% şeklindedir.

ULTRASONIC ASSISTED DISPERSIVE LIQUID-LIQUID MICROEXTRACTION METHOD BASED ON DEEP EUTECTIC SOLVENT FOR SEPARATION, PRECONCENTRATION AND SPECIATION OF SELENIUM IN WATER AND ENVIRONMENTAL SAMPLES

Abdul Haleem Panhwar^{1,2}, Mustafa Tuzen¹, Tasneem Gul Kazi²

¹Gaziosmanpaşa University, Faculty of Science and Arts, Chemistry Department, 60250 Tokat, Turkey

²National Centre of Excellence in Analytical Chemistry, University of Sindh, Jamshoro 76080, Pakistan

Selenium is one of the essential and trace element for good health but required only in a very narrow range. It makes accurate quantification of selenium at low concentrations progressively significant and challenging. Total concentration does not give enough information about toxicity and bioavailability of selenium. Selenium present in different oxidation states in aqueous solution but it mostly exists in Se(IV) and Se(VI) [1,2]. Deep eutectic solvents (DESs) are considered as an eco-friendly and green solvents.

A novel ultrasound-assisted liquid phase microextraction based on deep eutectic solvent (UALPME-DES) was presented for separation, preconcentration and speciation of selenium in water and environmental samples. In proposed method, 3,3'-Diaminobenzidine (DAB) was used as complexing agent. The concentration of selenium in DES rich phase was measured with electrothermal atomic absorption spectrometry (ETAAS). The effect of different parameters on the extraction efficiency including pH, ligand amount, type and volume of DES, sample volume, ultrasonication time, volume of THF and interfering ions were examined. In the optimum conditions, LOD, LOQ, preconcentration factor (PF) and % RSD were found as 4.61 ngL⁻¹, 15.4 ngL⁻¹, 25 and 4.6%, respectively. The accuracy of the proposed method was assessed by the analysis of certified reference materials. Under optimum conditions, recoveries of certified reference materials and spiked samples were obtained 97%. The proposed method was successfully applied to water samples for Se(IV) and Se(VI) speciation and environmental samples for total selenium.

References

- [1] S. Sounderajan, G.K. Kumar, A.C. Udas, J. Hazard. Mater. 175 (2010) 666-672.
- [2] G.C. de Lima, A.C. do Lago, A.A. Chaves, P.S. Fadini, P.O. Luccas, Anal. Chim. Acta 768 (2013) 35-40.

Acknowledgements

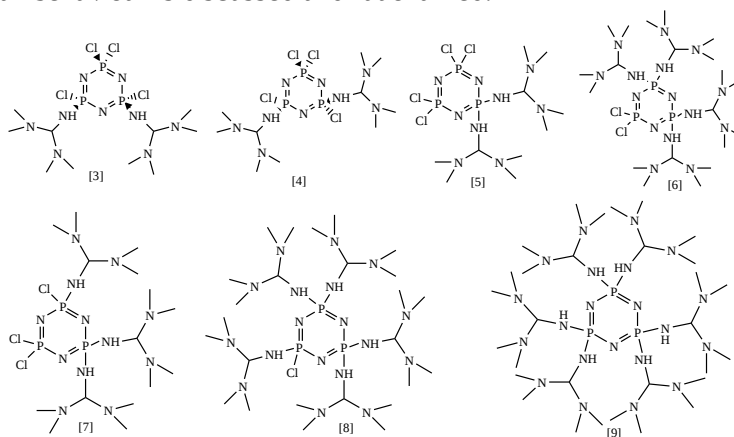
Abdul Haleem Panhwar is grateful to the TUBITAK (Scientific and Technological Research Council of Turkey) for being awarded Research Fellowship Program of 2216 and providing financial support.

SYNTHESIS AND STRUCTURAL CHARACTERIZATION OF NON-GEMINAL CIS-TRANS ISOMERS AND GEMINAL/NON-GEMINAL SUBSTITUTED DERIVATIVES OF CYCLOTRIPHOSPHAZENE WITH THE REACTIONS OF 1,1,3,3-TETRAMETHYLGUANIDINE. SPECTROSCOPIC INVESTIGATIONS OF THE PRODUCTS

Sedat Türe, Derya Çırak, Necibe Kılçer

Department of Chemistry, Faculty of Arts & Sciences, Bilecik Şeyh Edebali University, 11230, Bilecik, Turkey

The reactions of hexachlorocyclotriphosphazatriene, $N_3P_3Cl_6$ [1] with 1,1,3,3-tetra-methylguanidine [2], in (1:1:2, 1:2:4 and 1:3:6) stoichiometries, in THF and dichloromethane solutions, at room temperature and under refluxing conditions yield a total of 7 novel products: two non-geminal cis-trans isomers, $N_3P_3Cl_4[HNCN_2Me_2]_2$ [3,4]; three geminal products, $N_3P_3Cl_4[HNCN_2Me_2]_2$ [5], $N_3P_3Cl_2[HNCN_2Me_2]_4$ [7] and $N_3P_3[HNCN_2Me_2]_6$ [9]; two geminal-nongemal, $N_3P_3Cl_3[HNCN_2Me_2]_3$ [6] and $N_3P_3Cl[HNCN_2Me_2]_5$ [8] derivatives. The structures of 3-9 have been determined mainly by HPLC-MS, ^{31}P and 1H NMR spectral data. The effect on the substitution pattern of variables such as the structure of the tetra-methylguanidine, nature of the reaction solvent, etc., are discussed in some detail. Attention is drawn to the importance of steric effects, Isomerisation reactions are referred to. The physical properties of guanidinocyclophosphazenes and halogenoguanidine cyclophosphazenes are discussed in some details. These include basicity studies, 1H and ^{31}P NMR studies. Faraday effect measurements, etc. Attempts are made to correlate the above properties with quantum chemical calculations. The distinction between ground state and perturbed state properties is emphasized. Synthesis, structure, and properties of cyclophosphazenes and related compounds are described and a novel conformational behaviour is discussed and rationalized.



References

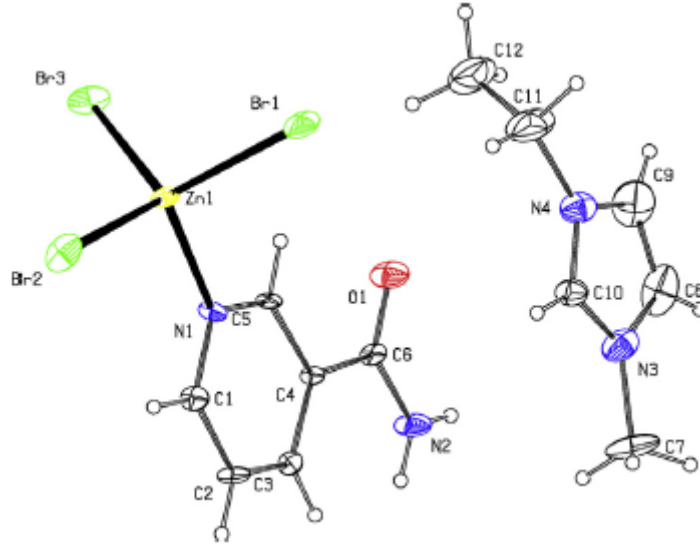
- [1] Edward F. Caldin and Salvador Mateo . Journal of the Chemical Society, Faraday Transactions 1: Physical Chemistry in Condensed Phases, Issue 12, (1989) 3901-4366.
- [2] Philip J. Bailey and Stuart Pace. Coordination Chemistry Reviews, Volume 214, Issue 1, (1 April 2001) 91–141.
- [3] Amouyal E., Homsı A., Chambron J.C., Sauvage J.P., “Synthesis and Study of a Mixed-Ligand Ruthenium (II) Complex in Its Ground and Excited States: Bis(2,2'-bipyridine)(dipyrido[3,2-a:2',3'-c]phenazine- $N^4 N^5$)ruthenium(II)”, J. Chem. Soc., Dalton Trans., (1990) 1841-1845.
- [4] Allen C.W., MacKay J.A., “Reactions of 2 Substituted Ethylamines with Hexachlorocyclotriphosphazane”, Inorg. Chem., 25, (1986) 4628-4632.

NIKOTİNAMİD İÇEREN ÇİNKO (II) KOMPLEKSİNİN (C₆H₁₁N₂)[ZnBr₃(C₆H₆N₂O)] (1a) YAPISAL, SPEKTROSKOPİK VE ELEKTRONİK ÖZELLİKLERİ ÜZERİNE TEORİK BİR ÇALIŞMA

Hacer Gümüş

Pazarlama ve Reklamcılık Bölümü, Gölcük Meslek Yüksekokulu, Kocaeli Üniversitesi, 41380,
Kocaeli, Türkiye

(C₆H₁₁N₂)[ZnBr₃(C₆H₆N₂O)] (1a) molekülü Chunyan Li ve arkadaşları [1] tarafından sentezlendi. Sentezlenen bu molekülün X-ışını tek kristal yapısı CCDC 994368 kodu ile Cambridge kristallografik yapı veri (CSD) tabanından alınıp GaussView paket programında açıp GAUSSIAN 09 da hesaplandı. Hesaplamalar yoğunluk fonksiyonu teorisi (DFT) metodu ile B3LYP ve HSEH1PBE temel setiyle gaz fazında ve taban durumunda gerçekleştirildi. (1a) molekülün geometri optimizasyonu yapılarak moleküldeki atomların uzay yerleşimleri ve uzay yapısı belirlendi. Böylece, bağ uzunlukları (Å), bağ açıları (°) ve dihedral açıları (°) teorik olarak hesaplandı. Hesaplanan bu parametreler deneysel [1] verilerle karşılaştırıldı. (1a) molekülünün titreşim spektrumu (IR ve Raman) daha önce deneysel olarak 4000-400 cm⁻¹ orta IR bölgesinde incelendi [1] teorik olarak da B3LYP ve HSEH1PBE metotları kullanılarak gaz fazında hesaplandı. Ek olarak moleküler sınır orbital (HOMO ve LUMO) enerjilerinin hesaplandı ve bu enerjilerden belirlenen elektronik özellikler (dipol moment, toplam enerji, elektronegatiflik, kimyasal sertlik ve kimyasal yumuşaklık), mulliken atom yükleri popülasyon analizi yapıldı.



Şekil 1. (C₆H₁₁N₂)[ZnBr₃(C₆H₆N₂O)] (1a) molekülünün atom numaraları.

Referanslar

[1] Chunyan Li, Fenghua Cui, Heng Zhang, Xiaopeng Xuan, Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 134 (2015) 367-371.

HÜMİK ASİT KAYNAKLI FOTOHİDROKSİLASYON KİNETİĞİNİN SALİSİLAT PROBUyla SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

Batuhan Yardımcı¹, Ayşem Üzer Arda¹, Jülide Hızal², Reşat Apak¹

¹Kimya Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, İstanbul

²Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova

Hümik maddelerin geniş bir pH ve redüksiyon potansiyeli aralığında oksidasyona uğradıkları ve bu sırada, hidroksil radikali, fenoksi radikali ve süperoksit gibi reaktif oksijen türlerini oluşturduğu bilinmektedir. Antioksidan ve perkositler gibi farklı indirgen ajanlar tarafından üretilen hidroksil radikallerinin salisilat probuna saldırması sonucu oluşan 2,3-dihidroksibenzoat, 2,4-dihidroksi benzoat ve 2,5-dihidroksi benzoat türlerinin HPLC metoduyla kantitatif olarak tayin edilebilmektedir [1-3]. Salisilat probu ve redoks kromojen Cu(II)-neokuproin reaktifiyle de DHBA izomerlerinin toplam konsantrasyonları tayin edilebilmektedir [4]. Salisilat probu, hümik maddeler varlığında gün ışığının etkisiyle hidroksilasyona uğrayarak aynı hidroksilasyon bileşiklerini üretir.

Bu çalışmada, fotoreaktörde (254 nm, 400 W) hümik asit tarafından üretilen hidroksil radikallerinin salisilat probu yardımıyla yakalanması sağlanmış ve bu sayede oluşan hidroksillenmiş salisilat türlerinin toplam konsantrasyonları CUPRAC reaktifi kullanılarak spektrofotometrik yolla tayin edilmiştir. Periyodik olarak reaktörden alınan örneklerin CUPRAC absorbanslarından faydalanılarak fotohidroksilasyon reaksiyonunun kinetiği belirlenmiş ve sıfırıncı derece reaksiyon özellikleri gösterdiği belirlenmiştir. Bu metod, hümik asitlerin fotohidroksilasyon reaksiyonları sonucu oluşan hidroksile ürünlerin toplam konsantrasyonunun belirlenmesinde ilk defa olarak kullanılmıştır.

Referanslar

- [1] B. Halliwell, J.M.C. Gutteridge, Free Radicals in Biology and Medicine, Oxford University Press, 1989, Oxford, U.K.,
- [2] B. Halliwell, J.M.C. Gutteridge, FEBS Lett. 307 (1992) 108.
- [3] B. Halliwell, J.M.C. Gutteridge, Biochem. J. 219 (1984) 1.
- [4] B.Bektaşoğlu, M.Özyürek, K.Güçlü, R.Apak, Talanta 77 (2008) 90–97.

3-AMİNOFENİLBORONİK ASİTİN ENZİMATİK POLİMERİZASYONU VE GLİKOZ SENSÖR OLARAK KULLANILABİLİRLİĞİ

Erol Alver¹, Hakan Çiftçi², Uğur Tamer³

¹Kimya Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Hitit Üniversitesi, 19030, Corum, Türkiye

²Kimya ve Kimyasal İşlem Teknolojileri Bölümü, Kırıkkale Üniversitesi, 71450, Kırıkkale, Türkiye

³Analitik Kimya Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06330, Ankara, Türkiye

Diyabet dünyada milyonlarca insanın yaşamı kalitesini olumsuz etkileyen önemli bir sağlık problemidir. Mevcut durumda diyabetin tam bir tedavi şekli olmasa da hastalığa bağlı komplikasyonlar kan şekerinin takibi ile önemli ölçüde azaltılabilir. Bu nedenle de hem evde kullanım testleri hem de klinik tarama için basit, ucuz, hızlı, doğru ve tekrarlanabilir sonuçlar elde edilen yöntemler geliştirmek önem arz etmektedir [1,2].

Kandaki glikoz konsantrasyonunu belirlemek için elektrokimyasal, elektrokemilüminesans, florimetrik, kolorimetrik, yüksek basınç sıvı kromatografi (HPLC) ve yakın kızıl ötesi optik yöntemler gibi birçok teknik kullanılmaktadır. Diğer yöntemler ile karşılaştırıldığında kolorimetrik yöntemler basit, ucuz, daha hassas ve seçici olmaları gibi özellikleri ile avantajlı hale gelmektedirler. Ayrıca renk değişimi gözle ayırt edilebildiğinden kolorimetrik biyosensör pahalı veya gelişmiş aletler gerektirmez [3,4].

Bu çalışmada poli (3-aminofenilboronik asit) GOx / HRP bi-enzim sistemi ile sentezlendi ve enzim immobilize polimer biyokompozit kolorimetrik analiz ile glikoz tayini için kullanıldı. Glikoz tayininde etkili olan pH, süre, GOx/HRP oranı gibi parametreler optimize edildi. Hazırlanan sensörün glikoza karşı seçici olduğu belirlendi.

Referanslar

- [1] H.Ciftci, Y. Oztekin, U. Tamer, A. Ramanaviciene, A. Ramanavicius, Colloids and Surfaces B: Biointerfaces, 123 (2014) 685-691.
- [2] M. S. Steiner, A. Duerkop, O. S.Wolfbeis, Chem. Soc. Rev., 40 (2011) 4805–4839.
- [3] W. J. Zhu, D. Q. Feng, M. Chen, Z. D. Chen, R. Zhu, H. L. Fang, W. Wang, Sensors and Actuators B: Chemical, 190 (2014) 414-418.
- [4] Y. Song, W. Wei, X. Qu, Advanced Materials, 23 (2011) 4215–4236.

GRAFEN/AZURE B NANOKOMPOZİTİ ESASLI NADH AMPEROMETRİK SENSÖRÜ

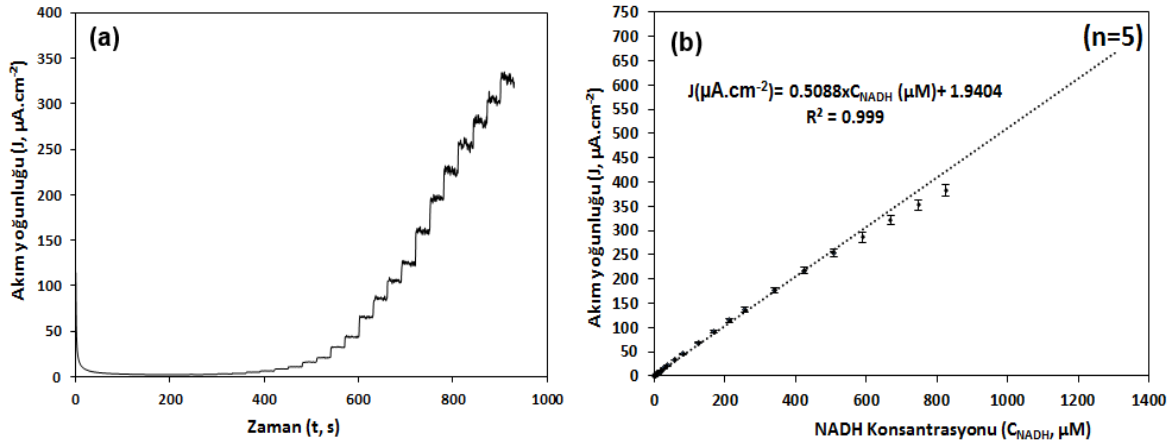
Oğuz Bayındır, Murat Alanyalıoğlu

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum, Türkiye

Nikotinamid adenin nükleotid (NADH), biyolojik reaksiyonlarda redoks aracı olarak önemli role sahip olan bir koenzimdir [1]. NADH'nin eksikliği halinde halsizlik, depresyon, hipertansiyon, parkinson gibi ciddi hastalıklar ortaya çıkar ve bu nedenle kantitatif tayini önemlidir. Bu amaçla, kolorimetri [2], spektrofotometri [3] gibi yöntemler kullanılmaktadır. Hızlı, kolay, çevre dostu, düşük maliyetli olması gibi avantajları nedeniyle elektrokimyasal yöntemler umut vericidir.

Bu çalışmada, Au(111) yüzeyi, grafen (Gr) ve azure B (AB) içeren nanokompozit ince filmleriyle modifiye edilerek hazırlanan Gr-AB/Au(111) elektrot ile NADH'nin amperometrik tayini çalışıldı. Gr tabakalarının hazırlanması, grafit çubuğun çalışma elektrotu olarak kullanıldığı bir elektrokimyasal hücrede sodyum dodesil sülfat'ın (SDS) grafitte oksidasyon ile katılanması ve SDS-katılanmış grafit tabakalarının redüksiyon ile ayrıştırılması olarak iki aşamalı bir elektrokimyasal süreçle yürütüldü [4]. Gr-AB nanokompoziti, SDS'nin, Gr-SDS süspansiyonundan, vakum filtrasyon ve yıkama işlemleriyle uzaklaştırılarak hazırlanan saf Gr süspansiyonuna AB ilavesiyle elde edildi. Hazırlanan Gr-AB nanokompozit dispersiyonu, Au(111) yüzeyine damlatıp-kurutma yöntemiyle desteklenerek Gr-AB/Au(111) elektrotu üretildi [5].

Çalışma elektrotu Gr-AB/Au(111), karşıt elektrot platin tel ve referans elektrot Ag/AgCl olan, 0,1 M fosfat tamponu içeren bir elektrokimyasal hücreye, 780 mV sabit potansiyel uygulanarak ve NADH'nin ardışık ilavesi ile elde edilen amperometri verisi ve kalibrasyon eğrisi Şekil 1'de sunulmuştur. Bu verilerden, dedeksiyon limiti 0.15 μM , tayin sınırı 0.5-508 μM ve duyarlılık 0.51 $\mu\text{A} \cdot \mu\text{M}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ olarak hesaplanmıştır. Bu çalışma Atatürk Üniversitesi (proje no: 2014/59 ve 2015/351) tarafından desteklenmiştir.



Şekil 1. Gr-AB/Au(111) NADH sensörü için amperometri verisi (a) ve kalibrasyon eğrisi (b).

Referanslar

- [1] F. Muller, The Flavin Redox-System and Its Biological Function. Topics in Current Chemistry, 108 (1983) 71-107
- [2] S. Liu, Z. Du, P. Li ve F. Li, Biosens. Bioelectron., 35 (2012) 443.
- [3] C.J. Ke, Y.H. He, H.W. He, X. Yang, R. Li ve J. Yuan, Anal. Methods, 6 (2014) 6381.
- [4] M. Alanyalıoğlu, J. J. Segura, J. Oró-Solè ve N. Casañ-Pastor, Carbon, 50 (2012) 142.
- [5] E. Erçarıncı, O. Bayındır, M. Alanyalıoğlu, Polymer Composites, doi: 10.1002/pc.24021 (2017).

POLİAKRİLAMİD MODİFİYE EDİLMİŞ SiO₂/Fe₃O₄/NANOELMAS HİBRİT MATERYALİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE ESER DÜZEYDEKİ Pb(II) İYONLARININ MANYETİK KATI FAZ EKSTRAKSİYONUNDA KULLANILMASI

Erkan Yılmaz¹, Ertuğrul Şahmetlioğlu², Ali Duran³, Mustafa Soylak¹

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, 38039, Kayseri, Türkiye

²Nanoteknoloji Araştırma Merkezi, Erciyes Üniversitesi, 38039, Kayseri, Türkiye

³Malzeme Bilimi ve Nanoteknoloji Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Abdullah Gül Üniversitesi, 38080, Kayseri, Türkiye

Günümüzde ağır metallerin çeşitli gıda ve çevre örneklerindeki analizi, çevrede ve canlılarda birikme özelliği göstermeleri, toksik olmaları ve kanserojen etkileri nedeniyle oldukça önemli bir konu haline gelmiştir [1-3].

Eser düzeyde bulunan Pb(II) iyonlarının manyetik katı faz ekstraksiyonu ile zenginleştirilmesinde adsorban olarak poliakrilamid modifiye edilmiş SiO₂/Fe₃O₄/Nanoelmas hibrit materyali sentezlenmiştir. Bu yeni hibrit materyal Raman, FT-IR, SEM, SEM-EDX ve BET yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Yöntemin optimizasyonu için pH, elüent cinsi, örnek hacmi ve matriks etkileri gibi parametreler model çözelti ortamında incelenmiş ve optimize edilmiştir. Pb(II) iyonları pH 7,0'de 50 mg adsorban üzerinde kantitatif olarak geri kazanılmıştır. Elüsyon işlemi sonrası son hacimdeki analit derişimleri alevli atomik absorbsiyon spektrometresi ile ölçülmüştür. Yöntem çeşitli çevresel örneklerde kurşun tayinine uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] J. N. Bhakta ve Y. Munekage, International Journal of Environmental Science and Technology, 10 (2013) 315-324.
- [2] K. S. Rao, M. Mohapatra, S. Anand ve P. Venkateswarlu, International Journal of Engineering, Science and Technology, 2 (2010) 81-103.
- [3] European Commission Report, 2002.

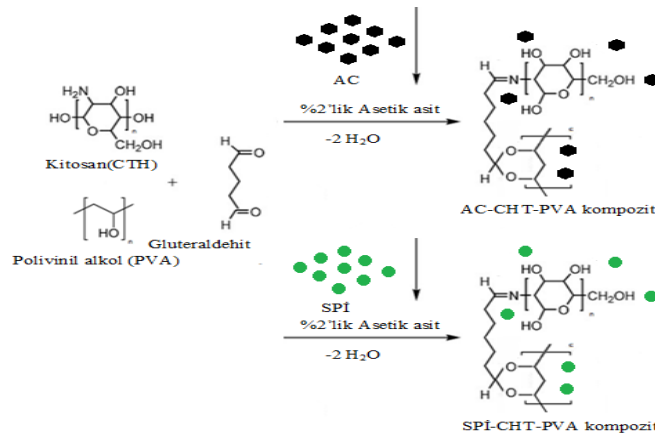
SULU ÇÖZELTİLERDEN NAPROKSEN GİDERİMİNDE MİKROPOROZ AKTİF KARBON(AC) VE SPİRULİNA(SPI) İÇEREN KİTOSAN(CHT)-POLİVİNİL ALKOL (PVA) KOMPOZİTLERİ

Nazlı Özcan, Didem Saloğlu

Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova, Türkiye

Son 20 yılda yapılan bilimsel çalışmalar sulu ortamlarda bulunan bazı mikrokirleticinin organizmaların normal hormonal fonksiyonlarını engelleyip endokrin sistemlerini bozabileceğini ortaya koymuştur. [1]. Sentetik olarak üretilen ve doğal ortamların dengesini bozabilecek bu kimyasallar evsel ve endüstriyel atık sulara karışmakta, konvansiyonel atık su arıtma tesislerinde giderilemeyip alıcı ortamlara deşarj edilmekte ve doğal sularda, içme suyu kaynaklarında, hatta beslenme zincirlerine ulaşarak birikmektedir [2]. Bundan dolayı, çevreye doğrudan ya da dolaylı yollarla karışarak doğal hayatı tehdit eden bu kimyasalların uzaklaştırılması oldukça önem taşımaktadır.

Bu çalışmada farmasötik kimyasallar olarak bilinen naproksenin, aktif karbon ve spirulina ile modifiye edilmiş çapraz bağlı CHT-PVA biyokompoziti kullanılarak sulu ortamdan adsorpsiyon yöntemiyle giderilmesi amaçlanmıştır. Bu doğrultuda organik materyal-CHT-PVA biyokompozit malzemelerin üretimi için gluteraldehit çapraz bağlayıcı olarak kullanılmıştır. Bu biyokompozit filmler (AC):(CHT-PVA) ve (SPI):(CHT-PVA) 1.0-3.0 (g/g) arasında değişen oranlarda hazırlanmış ve naproksen'in sudan iyileştirilmesi için yeni adsorbanlar olarak kullanılmıştır. Bu yeni adsorbanların reaksiyon mekanizmaları Şekil 1'de gösterilmiştir. Naproksen giderimi amacıyla yapılan tüm adsorpsiyon denemeleri UV Spektrofotometre ile analiz edilmiştir. Kompozitlerin yapısı, bileşimi ve termal özellikleri, SEM, TGA-DSC, FTIR, XPS ile karakterize edilmiş ve mekanik özellikler, universal gerilme mukavemeti ve uzama test cihazı ile belirlenmiştir. (AC):CHT-PVA ve (SPI):CHT-PVA'nın adsorpsiyon performansları, kesikli adsorpsiyon deneyleri ile çözelti konsantrasyonu, pH, sıcaklık ve zamanına göre araştırılmıştır. Elde edilen veriler ile adsorpsiyon izotermeleri, kinetik ve termodinamik özellikler değerlendirilmiştir.



Şekil 1. AC-CHT-PVA ve SPI-CHT-PVA biyokompozit malzemelerin reaksiyon mekanizması.

Referanslar

- [1] Daughton, C.G. ve Ternes, T.A., 1999. Pharmaceuticals and Personal Care Products in the Environment: Agents of Subtle Change, Environmental Health Perspectives, 107(6), 907-938.
- [2] Roefer, P., Synder, S., Zegers, R.E., Rexing, D.J., ve Fronk, J.L., 2000. Endocrine Disrupting Chemicals in a Source Water, Journal of AWWA, 92(8), 52-58.

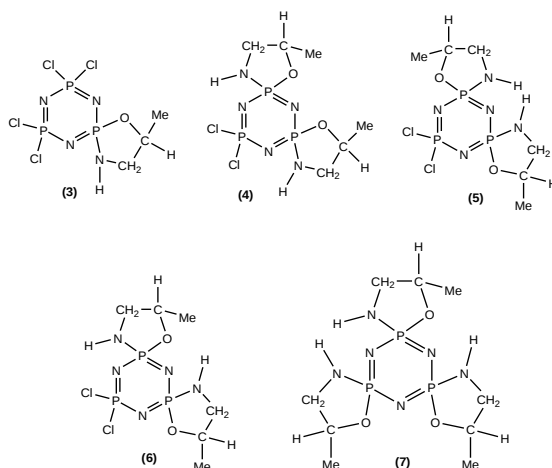
PHOSPHORUS-NITROGEN COMPOUNDS. REACTIONS OF CYCLOCHLOROTRIPHOSPHAZATRIENE WITH 1-AMINO-2-PROPANOL. SPECTROSCOPIC INVESTIGATIONS OF THE DERIVED PRODUCTS

Sedat Türe, Derya Çırak, Necibe Kılıçer

Department of Chemistry, Faculty of Arts & Sciences, Bilecik Şeyh Edebali University, 11230, Bilecik, Turkey

Reactions of hexachlorocyclotriphosphazatriene, $N_3P_3Cl_6$ [1] with 1-amino-2-propanol [2], in (1:1:2 and 1:3:6) mole ratios, in THF and acetonitrile solutions, at room temperature and under refluxing conditions yield a total of 5 novel products: one monospiro derivative, $N_3P_3Cl_4[O-HC-CH_3-CH_2-NH]$ [3]; three parallel and antiparallel substituted dispiro isomers, $N_3P_3Cl_2[O-HC-CH_3-CH_2-NH]_2$ [4,5 and 6] and one thris-spiro derivative, $N_3P_3[O-HC-CH_3-CH_2-NH]_3$ [7].

Their structures were established by elemental analysis, HPLC-MS, ^{31}P and 1H NMR spectral data. Stability constants were determined using a simple potentiometric titration. Spectroscopic data, product types and relative yields are compared with those of the previously investigated derivatives of $N_3P_3Cl_6$ [1] with mono-functional $NaOCH_3$ and aliphatic difunctional amines. The introduction of chiral derivatizing reagent has greatly facilitated the determination of enantiomeric purity by NMR. The premise, first verified by Pirkle for optically active solutes in chiral solvents, that the NMR spectra of enantiomers are nonequivalent in a dissymmetric environment. Since the magnitude of the chirality induced shift, $\Delta\delta$, has proven to be a sensitive probe of steric environment, it is expected that chiral shift reagents C_4 , where + denotes one optical isomer of the chelate, will produce a differential shift, $\Delta\Delta\delta$, between the resonances of equivalent nuclei in an enantiomeric pair (R, S).



References

- [1] Z. Kılıç, B. Coşut, S. Yeşilot, A. Öztürk, T. Hökelek, L. Y. Koç Bilir, L. Açıık and E. Akyüz. Inorg. Chem., 49 (2010) 7057-7071.
- [2] E. E. İter, N. Asmafiliz and Z. Kılıç. Inorg. Chem., 46 (2007) 9931-9944.
- [3] E. Amouyal, A. Homsı, J. C. Chambron and J. P. Sauvage. J. Chem. Soc., Dalton Trans., 15 (1990) 1841-1845.
- [4] Martin J. O'Donnell, Francisca Delgado, Curt Hostettler and Reinhard Schwesinger. Tetrahedron Letters 39 (1998) 8775-8778.
- [5] M. J. O'Donnell, F. Delgado and R. S. Pottorf. Tetrahedron 20 (1999) 6347-6362.

İNDİYUM(III) FTALOSİYANİN BİLEŞİĞİNİN FARKLI DNA TÜRLERİ İLE ETKİLEŞİMLERİNİN İNCELENMESİ

Esra Bağda¹, Efkan Bağda², Mahmut Durmuş³

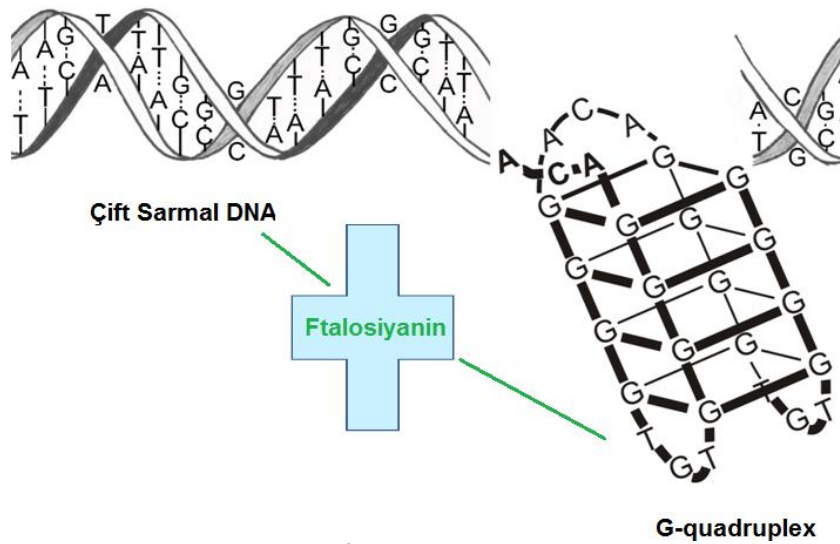
¹Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 5800, Sivas, Türkiye

²Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 5800, Sivas, Türkiye

³Kimya Bölümü, Temel Bilimler Fakültesi, Gebze Teknik Üniversitesi, 41400, Gebze, Türkiye

DNA kalıtım ve gen ekspresyonundan sorumlu olan biyomoleküldür. Farklı DNA türlerinin farklı ligandlarla olan etkileşimlerinin belirlenmesi büyük bilimsel değere sahiptir [1]. Çift zincirli, tek zincirli ve G-quadrupleks gibi DNA formları kalıtımda, metabolik yollarda ve gen ekspresyonunda görev alan önemli nükleik asit yapılarıdır. Bu yapılarda modifikasyonlara neden olacak etkileşimler metabolik yollarda bozulmaya, hücre iletişimde hasara, kansere, nörodejeneratif rahatsızlıklara sebep olabilmektedir. Tüm bu potansiyelinden dolayı küçük moleküllerin nükleik asitlerin dizi ve konformasyonuna özgü etkileşim tipleri göstermesi bu moleküllerin farklı biyolojik uygulamalarda kullanılmasını sağlar [1-3]. Bu nedenle, farklı nükleik asit tipleriyle çeşitli etkileşim tiplerine sahip özel moleküllerin çalışılması büyük bir bilimsel öneme sahiptir.

Bu çalışmada merkez atomu olarak indiyum(III) metali içeren ftalosiyanın bileşiğinin ct-DNA ve cMYC, VEGF, Nukleoline, TEL 21, KRAS oligonükleotidleri ile etkileşimleri araştırılmıştır. Bağlanma mekanizmaları ve bağlanma sabitleri, konformasyonel değişimleri Circular Dichroism, UV-VIS, floresans spektroskopisi, erime deneyleri ve vizkozimetrik teknikler kullanılarak araştırılmıştır.



Şekil 1. İncelenen Ligand-DNA etkileşimi

Referanslar

- [1] J. Alzeer, B. R. Vummidi, P. J. Roth, N. W. Luedtke, Angewandte Chemie International Edition, 48(49) (2009), 9362-9365.
- [2] L. Hassani, Z. Fazeli, E. Safaei, H. Rastegar, M. Akbari, M. Journal of Biological Physics, 40(3) (2014), 275-283.
- [3] A. A. Salem, I. A. El Haty, I. M. Abdou, Y. Mu, Y. Biochimica et Biophysica Acta, 1850(2) (2015) 329-42.

***DICRANUM SCOPARIUM HEDW. VE DICRANUM BONJEANI VAR. ROELLII* BARNES KARAYOSUNLARININ UÇUCU BİLEŞENLERİNİN TAYİNİ VE ANTİMİKROBİYAL AKTİVİTELERİ**

Tayyibe Beyza Yücel¹, Büşra Korkmaz², Seda Fandaklı³, Turan Özdemir⁴, Şengül Alpay Karaoğlu⁵, Nurettin Yaylı²

¹Espiye Meslek Yüksekokulu, Giresun Üniversitesi, Giresun, Türkiye

²Eczacılık Fakültesi, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, Türkiye

³Kimya Bölümü, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, Türkiye

⁴Biyoloji Bölümü, Karadeniz Teknik Üniversitesi, Trabzon, Türkiye

⁵Biyoloji Bölümü, Recep Tayyip Erdoğan Üniversitesi, Rize, Türkiye

Bryofitler, ciğerotları (Marchantiophyta), boynuzlu ciğerotları (Anthocerotophyta) ve karayosunlarında (Bryophyta) kapsayan nemli veya değişken koşullara dayanıklı geniş bir bitki ailesidir [1]. Eski Hindistan ve Çin kültüründe doğal ilaç olarak yaraları iyileştirmek için kullanılmış, günümüzde ise daha geniş kullanım bandına sahip olup farmakoloji, tarım ve biyoteknoloji alanı gibi değişik alanlarda kullanımı gittikçe artmaktadır [2,4]. Amerika Birleşik Devletleri Ulusal Kanser Enstitüsü tarafından yapılan araştırmada 184 karayosunu türü ve 23 ciğerotu türü anti-tümöral etki bakımından incelenmiş ve 43 türün etkili olduğu bulunmuştur [4]. *Dicranum* cinsi *Dicranaceae* ailesinden olup 86 türü içeren en geniş karayosunu cinsinden biridir ve Avrupanın çoğu yerinde çok yaygın görülür [5]. *Dicranum* birçok türünün ekstraktlarının biyolojik aktivite çalışmaları yapılmış olup oldukça yüksek biyolojik aktivite sonuçlarına sahip olanlar mevcuttur [5,7].

Literatürde birçok çalışmada karayosunlarının çözücü (metanol, etanol, su, v.b.) ekstraktlarının, biyolojik aktivite tayinleri yapılmıştır [6,7]. Bu çalışmada kullanılan, *Dicranum scoparium Hedw.* karayosununun değişik çözücü ekstraktlarının birçok biyolojik aktivite (antioksidan, antimikrobiyal, antiproliferatif v.b.) tayiniyle ilgili çalışmalar bulunmaktadır [7,8]. Bu çalışmada, *Dicranum scoparium Hedw.* ve *Dicranum bonjeani var. roellii Barnes* karayosunlarının Clevenger ile 4 saat boyunca destilasyonları yapılarak uçucu yağları elde edilmiştir. Uçucu yağlar, GC/MS ve GC/FID cihazına verilerek elde edilen spektrum ile beraber kimyasal bileşimleri aydınlatılmıştır. Son olarak, uçucu yağların HPLC saflığındaki *n*-hexan çözücüsündeki çözeltilerinin, antimikrobiyal aktivite testleri yapılmıştır. Yapılan bu işlemlere dair literatürde herhangi bir çalışmaya rastlanmamıştır.

Yapılan analizde *Dicranum scoparium Hedw.* karayosunun %97.28 lik kısmı aydınlatılmış olup toplamda 37 bileşen bulunmuştur. *Dicranum bonjeani var. roellii Barnes* karayosunda 35 bileşik bulunmuş ve %99.38 kısmı aydınlatılmıştır. Toplam bileşimlerinin sırasıyla; 23 bileşik %85,64, 25 bileşik %88.86'sını terpen ve terpenoid sınıfı bileşikler oluşturmaktadırlar. Antimikrobiyal aktiviteler MIC (minimum inhibition concentration) yöntemine göre belirlenmiştir [9]. Antimikrobiyal aktivite sonuçlarına göre her 2 uçucu yağın kullanılan 8 suşta oldukça etkili sonuçlar verdiği ve antitüberküloz (*Mycobacterium smegmatis*) etkinliğe sahip oldukları gözlenmiştir.

Referanslar:

- [1] V. Nikolajeva, L. Liepina, Z. Petrina at all, *Advances in Microbiology*, 2 (2012) 345-353.
- [2] P. Tekerlek, Bazı Bryofit Türlerinin Antimikrobiyal Aktivitesinin Belirlenmesi, Y. Lisans Tezi, Niğde Üniversitesi, 2013, Niğde, Türkiye.
- [3] G. Abay, D. Kamer, III. Ulusal Karadeniz Ormancılık Kongresi, 20-22 Mayıs 2010, Artvin, Türkiye.
- [4] Orman Mühendisliği Odası Dergisi, 46 (2009) 7-9.
- [5] A. Lang, M. Stech, *Systematic Botany*, 39(2) (2014) 369-379.
- [6] M. Veljic, M. Tarbuk, P.D. Marin at all, *Pharmaceutical Biology*, 46:12(2008), 871-875.
- [7] N. Öztürk, M. Tunçel, F. Savaroğlu and all, 8th International Symposium on the Chemistry of Natural Compounds, 15-17 June 2009 Eskişehir, Türkiye.
- [8] Fıllık I. C, P. O. Vatan, F. Savaroğlu at all, 8th International Symposium on the Chemistry of Natural Compounds, 15-17 June 2009, Eskişehir, Türkiye.
- [9] GL. Woods, BA. Brown-Elliott at all, *Approved Standard. NCCLS document, M24-A*, 23 (18) (2003).

VARDENAFİL ETKİN MADDESİNİN SIÇANLARDA METABOLOM ANALİZİ

Onur Şenol¹, Yücel Kadioğlu¹, Beyzagül Polat², Sezin Palabıyık³ Mehmet Emrah Yaman¹

¹Analitik Kimya Ana Bilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum

²Farmakoloji Ana Bilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum

³Farmasötik Toksikoloji Ana Bilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum

Vardenafil piperazin türevli, fosfodiesteraz 5 enzimi inhibitörü ve vasodilatör olarak görev yapan bir bileşiktir. Sıklık guanosin monofosfatın yıkımını inhibe eder ve bu sayede kas relaksasyonunu engeller ve vazodilasyon sağlayarak özellikle erektil disfonksiyon rahatsızlığının tedavisinde kullanılır [1]. Yapılan çalışmada akut verilen vardenafil etkin maddesinin sıçanların karaciğerleri üzerindeki etkileri araştırılmıştır. Analizi gerçekleştirmek için 20 winstar albino cinsi erkek sıçan tedarik edildi. Çalışma gruplarına 20 mg/kg miktarında vardenafil farmasötik preparatı verildi. 1-2 ve 8. saatlerde sakrifiye edilen ratların karaciğer dokuları alındı. Kontrol grubundaki 5 örnek de sakrifiye edildi ve bütün örnekler -80 °C'de buzdolabında saklandı. Daha sonra 100 mg örnekler 400 µL metanol ile homojenize edildi. +4 °C'de yapılan 1 saatlik karıştırma aşamasından sonra örnekler 10000 g de 10 dakika santrifüje edildi. Supernatant kısmı toplanan örnekler analiz için Q-TOF cihazına alındı. Mobil faz olarak %0,1 formik asit içeren deiyonize su ve asetonitril kullanıldı. Gradient elusyon uygulanan sistemde toplam analiz süresi 30 dakika olarak belirlendi. Agilent ZORBAX Eclipse Plus C₁₈, 2.1 × 100, 1.8 µm kolonu kullanılmıştır. Purin (m/z : 121.0509) ve HP-921 (m/z : 922.0098) referans olarak kullanıldı. Elektron Sprey İyonizasyon yöntemiyle (ESI) pozitif iyon modunda alınan spektrumda 60-600 m/z aralığı değerlendirildi ve alınan spektrumlar katlı değişim analizi (Fold Change Analysis) gerçekleştirmek üzere XCMS programına aktarıldı. 2500 farklı parametrenin işlendiği çalışmada retensiyon zamanı 0.5 dakikanın üzerinde olan değerler işleme alındı. Katlı değişim değeri 1.5'in altında olan değerler ile p değeri 0.1'in üzerinde olan değerler filtre edilerek 20 kadar biyomarker akut vardenafil uygulaması için belirlendi. Yapılan çalışma ile vardenafilin hangi yollar üzerinde etkin olduğu ya da olabileceği tespit edilerek akut vardenafil uygulamasına karşın karaciğer metabolom haritası çıkartıldı.

Referanslar

[1] J. Pryor, Vardenafil: update on clinical experience. *International Journal of Impotence Research* **14**, S65-S69 (2002).

ASSİT AYIRICI TANISINDA ASSİT METABOLOM TAYİNİ İÇİN SIVI KROMATOĞRAFİSİ KÜTLE SPEKTROSKOPİSİ (LC-Q TOF-MS) YÖNTEMİ GELİŞTİRİLMESİ

Mustafa Çelebier¹, Ozan Kaplan¹, İncilay Süslü¹, Ömer Öztürk², Sacide Altınöz¹

¹Analitik Kimya Anabilim Dalı, Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

²Gastroenteroloji Bölümü, Türkiye Yüksek İhtisas Eğitim ve Araştırma Hastanesi, 06100, Ankara, Türkiye

Metabolitler vücutta kimyasal tepkimelere katılan veya ürün olarak ortaya çıkan, molekül ağırlığı 1500 Da'nun altında olan kimyasal bileşiklerdir [1]. Metabolomik, belirli bir zaman diliminde hücrelerde, dokularda ve fizyolojik sıvılarda ve diğer hücre bileşenlerinde görevi bulunan metabolitlerin yüksek hassasiyetle analitik teknikler kullanılarak saptanması, tanımlanması ve miktarının belirlenmesidir [2]. Assit sıvısı, çeşitli hastalıklar sonucu karın boşluğunda toplanan patolojik sıvıya verilen addır. Assit ayırıcı tanı, bu sıvıdan yola çıkılarak, assit oluşumuna sebep olan hastalığa tanı koyma işlemidir. Bu çalışmada, farklı hasta gruplarından toplanan assit sıvılarında metabolit profillemeye çalışmaları için, LC-Q TOF- MS yöntemi geliştirilmesi ve bu sayede farklı ekstraksiyon yöntemleri (metanolle çöktürme-ultrafiltrasyon), farklı kromatografik kolonlar (C18-HILIC) ve farklı iyonlaşma modları (Pozitif-Negatif iyonlaşma) kullanılarak en yüksek sayıda metabolitin tanımlanabilmesi amaçlanmıştır. Malign nedene bağlı assiti olan pankreas kanserli hastalardan (T grubu) ve malign nedene bağlı olmayan assiti olan kalp yetmezliği bulunan (C grubu) hastalardan alınan altışar adet assit sıvısı numunesi 150 µL olacak şekilde karıştırılmış ve T ile C grubu için ayrı ayrı 'pooled sample' adı verilen karışım numuneleri oluşturulmuştur. T ve C grupları için hazırlanan numuneler yukarıda sözü edilen farklı ekstraksiyon teknikleri, farklı kolonlar ve farklı iyonlaşma modlarında analiz edilerek optimum koşulların bulunmasına çalışılmıştır. Çalışma sonucunda ekstraksiyon için ultrafiltrasyon tekniği, kromatografik ayırım için HILIC kolon ve MS için pozitif mod seçeneği kullanarak, en yüksek anlamlı metabolit piki sayısına ulaşılmıştır. Farklı yöntemler için tespit edilen metabolit sayılarına ait liste Tablo 1'de sunulmuştur. Proje geliştirilen ve optimize edilen analitik yöntemle, assit ayırıcı tanıda metabolit profillemeye ve hedeflenmiş analiz çalışmaları ile devam etmektedir.

Tablo 1. Farklı ekstraksiyon yöntemleri (metanolle çöktürme-ultrafiltrasyon), farklı kromatografik kolonlar (C18-HILIC) ve farklı iyonlaşma modları (Pozitif-Negatif iyonlaşma) kullanılarak bulunan metabolit sayıları

Kolon	HILIC				C18			
Mod	Pozitif		Negatif		Pozitif		Negatif	
Eks.Yöntemi	MeOH	Ultrafiltrasyon	MeOH	Ultrafiltrasyon	MeOH	Ultrafiltrasyon	MeOH	Ultrafiltrasyon
Toplam Pik	487	519	387	188	168	246	81	83

Referanslar

- [1] Becker, S., Kortz, L., Helmschrodt, C., Thiery, J., Ceglarek, U. (2012) LC-MS based metabolomics in the clinical laboratory. Journal of Chromatography B, 883, 68-75.
 [2] Theodoridis, G.A., Gika, H.G., Want, E.J., Wilson, I.D. (2012) Liquid chromatography-mass spectrometry based global metabolite profiling: A review. Analytica Chimica acta, 711, 7-16.

Bu çalışma 114S306 numaralı TÜBİTAK projesi ile desteklenmiştir.

HASTALIK TANISI, İLAÇ GELİŞTİRME VE ONAY SÜRECİNDE SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERİN KULLANIMI

Emeti Zengin

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, 11230, Bilecik, Türkiye

İlaç endüstrisi dünyada ve ülkemizde çok önemli bir yere sahiptir. Sağlıklı bir toplum yaratılması ve sağlıklı bir yaşam sürdürülebilmesinde ilaç endüstrisi, günümüzde en yüksek araştırma-geliştirme potansiyeline sahip alanları barındırır. Bir yandan artan özellikli ve ölümcül hastalıklarla mücadelede yeni ilaçların keşfi, diğer yandan uzayan yaşam süresinin kaliteli bir yaşama döndürülebilmesi, küresel ekonomide sınırları aşan yoğun rekabet koşulları ilaç endüstrisinin diğer endüstrilerden farklılaşmasına neden olmaktadır. Hastalıklar için tedavi yöntemlerinin belirlenmesi ve bu hastalıklar için ilaç geliştirilmesi uzun zaman alan aşamalar sonucunda ortaya çıkar. Bu aşamalar pahalı, zaman alan zorlu aşamalardır. İlaç haline gelecek molekül klinik aşama süreçleri, hayvanlar üzerinde yapılan deneyler, insanlar üzerinde yapılan deneyler olarak belli süreçlerden geçerek son olarak onay alma aşamasına gelmektedir. Bazı hastalıkların tanısının konmasında MR spektroskopisinden faydalanılır. Bitkisel kaynaklardan esinlenerek ilaçlar sentezlenmektedir, bu sentezlerin doğru bir şekilde ilerlemesi için molekül yapılarının tanımlanması için çeşitli spektroskopik yöntemler bulunmaktadır. Bu molekül yapılarının tanımlanması için IR, NMR ve MS gibi önemli spektroskopik yöntemlerden faydalanılmaktadır. Bu çalışma ile spektroskopik yöntemlerin hastalık tanısının konmasında, ilaç geliştirme ve geliştirilen ilacın onay sürecinde kullanımı hakkında bilgi verilmesi amaçlanmıştır.

Referanslar

- [1] Aslan M, Doğan M, Gümüş Doğan D, Yakıcı C, Alkan A, Pelizaeus-Merzbacher Hastalığı ve MR Spektroskopi Bulguları: Vaka Sunumu, İnönü Üniversitesi Tıp Fakültesi Dergisi, 2003
- [2] Takanashi J, Sugita K, Osaka H, Ishii M, Niimi H. Proton MR spectroscopy in Pelizaeus-Merzbacher disease. Am J Neuroradiol 1997; 18: 533-5.
- [3] J.A. DiMasi, R.W. Hansen and H.G. Grabowski, "The Price of Innovation: New Estimates of Drug Development Costs," Journal of Health Economics 22 151-185. (2003)
- [4] Özer Ünal D, İlaç Geliştirme Sürecinde Spektroskopik Analizler, XIV. Ulusal Spektroskopi Kongresi, 2015
- [5] Bayram E, Topcu Y, Karakaya P, Yiş U, Çakmacı H, Hız Kurul S, Makrosefali ayırıcı tanısında Canavan hastalığı: Olgu sunumu, İzmir Dr. Behçet Uz Çocuk Hast. Dergisi 2012; 2(2):107-110

ICP/MS'TEKİ BAZI SAPMALARIN OPTİMİZASYONU İÇİN YAKLAŞIMLAR

Hakan Bahar

Kimya Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34320, Avcılar, İstanbul, Türkiye

İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektroskopisi kantitatif yapı tayinlerinde en çok tercih edilen sistemdir.

Bu sistem, benzer sistemler olan Atomik Absorbsiyon Spektrometresi, Optik ve Emisyon sistemlerine sahip İndüktif Eşleşmiş Plazma ve ayrıca katı faz numunelerin analizini yapan X Işınlı Floresans Spektroskopisi'nden; dedeksiyon limitleri, örnek çeşitliliği, kantitatif analiz yanında kalitatif analiz yapabilmesi ve daha kısa sürede daha çok numunenin sonucunu tayin etmesi bakımından daha avantajlı ve daha çok tercih edilen sistemdir.

İndüktif Eşleşmiş Plazma Kütle Spektroskopisi ile yapılan analizlerde bazı numunelerin sonuçlarında stabilite sorunu yaşanmaktadır. Bu sorunların bazıları numunelerin hazırlanma safhasında bazıları ise kalibrasyon standartları, yıkama çözeltileri ve enjeksiyon çözeltilerine yapılacak müdahaleler ile giderilebilir.

Bu çalışmada farklı matrikslere sahip numunelerde oluşan sapmalar için çeşitli optimizasyon çalışmaları yapılmıştır.

Referanslar

- [1] <<https://www.inorganicventures.com/common-problems-hg-au-si-os-and-na>> Tarih: 29.03.2017.
- [2] ISO 17294-1:2006 Water Quality-Application of Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry-Part 1: General Guideleness
- [3] Trace elements - As, Cd, Hg, Pb and other elements. Determination by ICP-MS after pressure digestion. (NMKL 186, 2007)

YALOVA-YÜZEY SUYU ve SAHİL ŞERİDİNDEKİ AĞIR METAL KİRLİLİĞİNİN DEĞERLENDİRİLMESİ

Ferdi Ozan, Nergiz Kanmaz, Oya Irmak Şahin Cebeci, Jülide Hızal

Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova

Özellikle dere sularında metal katyonlarının ve metaloidlerin kalitatif ve kantitatif tayini, gerek jeokimyasal açıdan yer altı cevher kaynaklarının belirlenmesinde gerekse deniz akıntılarının takip edilmesinde büyük önem taşır [1]. Oksoanyon oluşturabilen ağır metal katyonları, alkali ve oksijence zengin sularda oksoanyon formlarına dönüşerek stabilize olurlar, bu sebeple de daha yüksek konsantrasyonlarda gözlenirler [2]. Hızlı ekonomik gelişmenin ve şehirleşmenin bir sonucu olarak su havzalarının kirlenmesi kaçınılmazdır. Yalova şehri de bu tehlikeyle karşı karşıyadır. Yalova sahil şeridi, tam olarak körfezin Marmara Denizine açıldığı noktada olmak sebebiyle, akıntıların sürüklediği, körfez sanayi işletmelerinin endüstriyel atıkları ve tersane atıklarıyla kirlenmektedir.

Bu çalışmada, Samanlı ve Safran Derelerinde yer alan toplam 7 noktadan ve iki dere arasındaki sahil şeridinin 3 noktasından alınan su ve sediman fazı örneklerinde, EPA 200.8 talimatına uygun olarak ICP-MS ile yapılan analizlerde, Cu, Cd, Co, Ni, As, Pb, Mn, Zn, Sb, Mo, V katyonları tayin edilmiş, derelerdeki ve sahil şeridindeki ağır metal katyonlarının içerik ve kompozisyonları değerlendirilmiştir.

Referanslar

- [1] K.H. Johannesson, W. Berrylyons, E.Y. Graham, K.A. Welch, Aquatic Geochemistry 6: 19–46, Kluwer Academic Publishers, 2000, Netherlands,
- [2] G.A. Doyle, W. B. Lyons, G.C.Miller, S.G. Donaldson, Appl. Geochem. 10 (1995) 553–564.

HÜMİK ASİTLERİN TOPLAM ANTİOKSİDAN KAPASİTESİNİN CUPRAC, FOLİN-CİOCALTEU ve KATI-SIVI TEMELLİ QUENCHER- CUPRAC, QUENCHER-FC METODLARI İLE TAYİNİ

Nergiz Kanmaz¹, Jülide Hızal¹, Reşat Apak²

¹Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova

²Kimya Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, İstanbul

Hümik asitler, redoks aktif özellikte, heterojen yapıli organik makro moleküllerdir. pH ve Eh (redoks potansiyeli) değeri artan ortamda elektron verme yetenekleri artar[1]. Günümüzde doğal antioksidanlara olan ilginin gittikçe artması sebebiyle, medikal veya besin katkısı amaçlı kullanılmak üzere, doğal ham başlangıç maddelerinden antioksidanların eldesi önem kazanmıştır [2]. Hümik asit, sahip olduğu fenolik ve polifenolik gruplar üzerinden serbest radikal yakalayıcısı gibi davranarak antioksidan özellik gösterir. Polifenolik yapı üzerindeki ikincil süstitüentler, indüktif ve mezomerik etkilerle fenolik –OH gruplarının elektron verme yeteneklerini arttırlar. Hümik asitlerin antioksidan özellikleri başlıca kateşol, hidrokinon gibi fenolik gruplardan kaynaklanmaktadır [3]. Bu durum, hümik asitlerin antioksidan kapasitelerinin yanı sıra fenolik grup konsantrasyonlarının da belirlenmesinin önemini arttırır. Hümik asitlerin Toplam Antioksidan Kapasiteleri (TAC) ile ilgili olarak yapılan çalışmalar ABTS yönteminin uygulamasıyla sınırlıdır [4,5].

Bu çalışmada beş farklı kaynaktan elde edilen hümik asit numunelerinin Toplam Antioksidan Kapasiteleri (TAC), CUPRAC, Folin-Ciocalteu ve katı-sıvı ekstraksiyon temelli QUENCHER-CUPRAC ve QUENCHER-Folin Ciocalteu metotları ile tayin edilmiştir. Sonuçlar, Gallik asit Ekvivalent Antioksidan Kapasitesi (GAEAC) olarak verilmiş ve denemelerden elde edilen sonuçlar birbirleriyle kıyaslanmıştır.

Referanslar

- [1] M. Aeschbacher, C. Graf, R. P. Schwarzenbach, M. Sander, Antioxidant properties of humic substances, *Environmental Science and Technology*. 46(2012)4916–4925.
- [2] L. I. Valuev, T. A. Valueva, I. L. Valuev, N. A. Plate, Polymers systems for controlled release of biologically active compounds, *Usp. Biol. Nauk.* 43(2003)307–328.
- [3] O. V. Smirnova, I. V. Efimova, S. L. Khil'ko, Antioxidant and pro-oxidant activity of ascorbic and humic acids in radical-chain oxidation process, *Russ. J. Appl. Chem.* 85(2012)252–255.
- [4] Schlichting, Rimer D. L., Eckhardt K. U., Heumann S., Abbott G. D., Leinweber P., *Soil Biol. Biochem.* 58 (2013) 16-26.
- [5] H. Ö. Ünlü, Y. Karakurt, *J. Food, Agric. Environ.* 8 (2010) 434 – 438.

SPEKTROFLUORİMETRİK YÖNTEM İLE FARMASÖTİK PREPARATLARDA GALANTAMİN MİKTAR TAYİNİ

Elif Özdemir¹, Sevgi Tatar Ulu²

¹Analitik Kimya Bölümü, Eczacılık Fakültesi, İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi, 34010, Zeytinburunu, İstanbul, Türkiye

²Analitik Kimya Bölümü, Eczacılık Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34116, Beyazıt, İstanbul, Türkiye

Galantamin hidrobromür hafif-orta şiddette Alzheimer hastalığı belirtilerinin tedavisinde kullanılan bir kolin esterase inhibitörüdür. Asetilkolinesteraz enzimini reversibl olarak ve kompetitif bir şekilde inhibe eder (1). Kimyasal adı (4aS,6R,8aS)-5,6,9,10,11,12-hekzahidro-3-metoksi-11-metil-4aH [1]benzofuro[3a,3,2-ef][2]benzazepin-6-ol hidrobromürdür (Şekil 2.1). Kapalı formülü C₁₇H₂₂BrNO₃ olan galantamin hidrobromürün molekül ağırlığı 368,27 g/mol dür Galantamin hidrobromür beyaz renkte kokusuz tozdur(2).

Bu çalışmada galantaminin farmasötik preparatlarda, tayini için hidroksil grupların analizinde spesifik bir belirteç olan 5-dimetilamino-naftalen-1-sülfonil klorür (dansil klorür) ile türev oluşumuna dayanan spektrofotometrik bir yöntem geliştirildi. Galantamin ile dansil klorür arasındaki reaksiyonun optimum koşulları incelendiğinde, reaksiyon pH 10,5’da, oda sıcaklığında 30 dakika içerisinde, belirteç/galantamin mol oranı 2,13 olduğunda reaksiyon tamamlanmaktadır. Oluşan galantamin ile dansil klorür türevi, diklorometan ile ekstre edildi. Ekstrenin Floresans spektroskopisi (Spektrofluorometre) cihazında 375 nm eksitasyon ve 537 nm emisyon dalga boyunda boş çözeltiye karşı floresans şiddeti ölçüldü. Galantamin konsantrasyonu ve floresans şiddetleri arasında ölçü eğrisi hazırlandı. Doğrusallık, 1000-2000ng/mL aralığında gözlemlendi.

Geliştirilen yöntem kapsüllerde galantamin miktar tayinine uygulandı. Sonuçlar USP (USP XXXII) yöntemiyle elde edilen sonuçlarla t- ve F- testleri kullanılarak istatistiksel olarak kıyaslandı.

Referanslar

- [1] Rx Media Pharma (2015). İnteraktif İlaç Bilgi Kaynağı.
- [2] The Merck Index (2001). 13th ed. USA

ENERJETİK MADDE TAYİNLERİNDE MOLEKÜLER SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLER, SENSÖRLER VE NANOTEKNOLOJİK UYGULAMALAR

Ayşem Arda¹, Reşat Apak^{1,2}, Ziya Can¹

¹İstanbul Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Kimya Bölümü, Avcılar 34320 İstanbul, Türkiye
(auzer@istanbul.edu.tr)

²Türkiye Bilimler Akademisi (Tel: 0212-4737028 ve e-posta: rapak@istanbul.edu.tr)

Patlayıcı, kendi enerjisiyle patlama yapabilen saf tek bir bileşen veya birkaç bileşenin karışımından oluşan maddedir [1]. Nanoyapılı materyaller her geçen gün sadece bilimde artan bir önemde rol oynamamakta, ayrıca günlük yaşamda giderek artan nanoyapılı materyal temelli ürünler piyasada yerini almaktadır. Geliştirdiğimiz yöntemlerden biri toprak ve yeraltı sularında 2,4,6-trinitrotoluen (TNT) ve 2,4,6-trinitrofenol'ün (pikrik asidin) nicel tayinine olanak vermek üzere alkali ortamda oluşan renkli anyonun, organik faza ekstrakte edilerek renk stabilizasyonuna dayanmaktadır [2]. Bu yöntemin tayin aralığı ve duyarlılığı arttırmak üzere Dowex 1-X8 (OH⁻ form) reçinesi üzerinde katı faz ekstraksiyonu yoluyla miktar tayinine dayanan yöntem geliştirilmiştir [3]. TNT'nin hassas tayini için geliştirdiğimiz bir yöntem TNT'nin disikloheksilamin (DCHA) reaktifi ile yük transfer kompleksi oluşturması ve ekstraksiyonuna dayanmaktadır [4]. Bir diğer çalışmada DCHA'nın polimerik matrikse katılmasıyla oluşturulan kolorimetrik sensör kullanılarak TNT ve metil-2,4,6-trinitrofenilnitramin (tetritil) tayini yapılmıştır [5]. Heksahidro-1,3,5-trinitro-1,3,5-triazin (RDX) tayini için geliştirdiğimiz yöntem ise, RDX'in indirgenme ürünlerini (amin bileşikleri) amonyak için geliştirilmiş Berthelot renk reaksiyonunu kullanarak tayin etmeye dayanmaktadır [6]. Bunun dışında yaygın kullanım bulan birçok patlayıcının nicel analizini yapabilen, katı faz ekstraksiyonu ile birleştirilmiş reflektometrik sensör de dünya literatürüne kazandırılmıştır [7]. Modern orduların gündeminde olan iki duyarlı patlayıcının (3-nitro-1,2,4-triazol-5-on (NTO) ve 2,2',4,4',6,6'-hekzanitrostilben (HNS)) eser analizleri için yeni spektrofotometrik ve kromatografik analiz yöntemleri geliştirilmiştir [8]. Nitramin sınıfı patlayıcı maddelerden RDX ve octahidro-1,3,5,7-tetranitro-1,3,5,7-tetrazosin (HMX)'in bir karışımında miktar tayinini yapabilen altın nanopartikül temelli kolorimetrik bir sensör geliştirilmiştir [9]. Teröristler tarafından kolaylıkla tedarik edilen maddelerden basitçe sentezlenebilen ve yaygın olarak kullanılan peroksit temelli patlayıcı triaseton triperoksit (TATP), asidik hidrolize tabi tutularak hidrojen peroksit dönüştürülüp tarafımızca kolorimetrik ve nanopartikül esaslı çeşitli sensörler ile tayin edilmiştir [10,11,12]. Laboratuvarımızda geliştirilen enerjetik malzeme tespit yöntemleri, duyarlılık ve seçicilikleri açısından bu maddelerin üretimlerinden itibaren yararlı ömür, olası parçalanma, yaşlanma, imha ve geri kazanım süreçlerinin her aşamasında yararlı olmak üzere tasarlanmış olup patlayıcı kalıntılarının saha analizleri de süratle gerçekleştirilebilmektedir.

Referanslar

- [1] T.Davis, The Chemistry of Powder and Explosives, John Wiley and Sons, New York, 1941.
- [2] A.Üzer, E. Erçağ, R. Apak, Analytica Chimica Acta, 83–93 (505) 2004.
- [3] A.Üzer, E. Erçağ, R. Apak, Forensic Science International, 174 (2008) 239–243.
- [4] A. Üzer, E. Erçağ, R. Apak, Analytica Chimica Acta, 534 (2005) 307-317.
- [5] E. Erçağ, A. Üzer, R. Apak, Talanta, 78 (2009) 772–780,
- [6] A. Üzer, E. Erçağ, R. Apak, Analytica Chimica Acta, 612 (2008) 53–64.
- [7] E. Erçağ, A. Üzer, Ş. Eren, Ş. Sağlam, H. Filik, R. Apak, Talanta, 85 (2011) 2226–2232.
- [8] Z. Can, A.Üzer, Y. Tekdemir, E. Erçağ, L. Türker, R. Apak, Talanta, 90 (2012) 69-76.
- [9] A. Üzer, Z. Can, İ. Akm, E. Erçağ, R. Apak, Analytical Chemistry, 86 (2014) 351-356.
- [10] Ş. Eren, A. Arda, Z. Can, T. Kapudan, E. Erçağ, R. Apak, Analyst, 135 (2010) 2085-2091.
- [11] Z. Can, A. Üzer, K. Türkekul, E. Erçağ, R. Apak, Analytical Chemistry, 87 (2015) 9589-9594.
- [12] A.Üzer, S. Durmazel, E. Erçağ, R. Apak, Sensors and Actuators B-Chemical, 247 (2017) 98-107.

GIDA ALANINDA SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLERİN KULLANIMI VE AVANTAJLARI

Emeti Zengin

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Bilecik Şeyh Edebali Üniversitesi, 11230, Bilecik, Türkiye

Ülkemizde temel ve toksik elementlerin gıdalardaki düzeyi, örnekleme yöntemleri ve analiz metotları ile ilgili kriterleri kapsayan tebliğ ve yönetmelikler yayınlanmıştır. Bunların başında spektroskopik yöntemler gelmektedir. Spektroskopi tanımlamak istediğimizde, bir örnekteki atom, molekül veya iyonların, bir enerji düzeyinden diğerine geçişleri sırasında absorplanan veya yayılan elektromanyetik ışımanın ölçülmesi ve yorumlanmasıdır. Kullanım alanları gün geçtikçe ilerleyen spektroskopi insan hayatında en önemli yaşam kaynağı olan gıda alanında da önemli derecede ilerlenmesine olanak sağlamıştır. Spektroskopi de bulunan çoğu alt dallar gıda analiz kontrol alanlarında kullanılmaktadır. Gıdalarla taşınan bakterilerin identifikasyonu ve karakterizasyonu için fenotipik yöntemlerin kullanımı yaygın şekilde devam etmekle birlikte, son yaklaşımlar gıda kaynaklı patojenler için genotipik yöntemlerin kullanımına yöneliktir. Bu teknikler parmak izi yöntemleri olarak adlandırılmaktadır. FT-IR spektroskopisi hızlı ve kolay uygulanabilen bir yöntemdir. Günümüzde birçok kurumda mikroorganizmaların tanımlanması, biyofilm araştırmaları ve mikrobiyal kontaminasyonun analizi gibi konularda FT-IR spektroskopisi araştırmaları yürütülmektedir. Ayrıca 780-2500 nm dalga boyu aralığındaki elektromanyetik radyasyonun absorpsiyonu temeline dayanan yakın kızılötesi (NIR) spektroskopisi, son zamanlarda gıda bileşenlerinin analizinde giderek yaygınlaşan, numuneyi tahrip etmeyen hızlı bir alternatif teknoloji olarak karşımıza çıkmaktadır. Bu çalışma ile spektroskopinin gıda alanında kullanımına, önemine ve geleneksel gıda analiz yöntemlerinden üstünlüğüne dikkat çekmek amaçlanmıştır.

Referanslar

- [1] Ç. Ergin, E.M. Vuran, Y. Gök, D. Özdemir, A. Karaarslan, İ. Kaleli, O.Zorbozan, N. Kabay, A.H. Çon, Fourier Dönüşümlü Kızılötesi (FT-IR) Spektroskopisi ile Malassezia Türlerinin Değerlendirilmesi, 2011.
- [2] A. Karadenizli, F. Kolayli, A.H. Ergen, Novel application of Fourier-transformed infrared spectroscopy: classification of slime from staphylococci. Biofouling 2007; 23(1-2): 63-71p.
- [3] C. Söbeli, S. Karaardı, Et Kalitesini Belirlemede Yeni Teknikler, GIDA (2014) 39 (4): 251-258p.
- [4] M.F. Ertugay, M. Başlar, The Using of Near Infrared Spectroscopy (NIR) in Determination of Foods Quality, Dergi Park 2015; 36(1); 49-54p.
- [5] B.G. Osborne, T. Fearn, 1986. Near-infrared spectroscopy in food analysis. Longman Scientific and Technical, Harlow, UK.
- [6] O. Fumie`re, G. Sinnaeve, P. Dardenne. 2000. Attempted authentication of cut pieces of chicken meat from certified production using near infrared spectroscopy. J Near Infrared Spec 8 (1): 27-34p.
- [7] R. A. Meyers, B.G. Osborne, 2006. Near-infrared spectroscopy in food analysis. Encyclopedia of analytical chemistry. John Wiley & Sons Ltd, Chichester, UK, 1-14p.

***TUBER AESTIVUM* (SYN. *TUBER UNCINATUM*) MANTARININ KİMYASAL BİLEŞİMLERİNİN HEADSPACE GC-MS, HPLC-DAD/RID VE UPLC-MS/MS SİSTEMLERİ İLE ANALİZİ**

İbrahim Kıvrak¹, Mansur Harmandar², Şeyda Kıvrak³

¹Kimya ve Kimyasal İşleme Teknolojileri Bölümü, Muğla Meslek Yüksekokulu, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

³Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

Medeniyetin ilk yıllarından beri, mantarlar, özellikle lezzetli olduklarından ve kendilerine has tat ve kokularından dolayı tüketilmişlerdir. Mantarların bugünkü kullanımı, geçmişten oldukça farklıdır. Çünkü mantarların kimyasal kompozisyonu hakkında birçok araştırma yapılmış ve mantarların diyet içerisinde, hastalıklarla mücadele amaçlı olarak kullanılabilecekleri ortaya çıkarılmıştır [1]. Çin ve Japonya'da yüzyıllardır kullanılan *Ganoderma lucidum* (Reishi) bağışıklık sistemine yaptığı katkılar ve yaşlanmayı geciktirici etkilerinden dolayı "ölümsüzlük mantarı" adıyla anılmaktadır. [2].

Zengin besin bileşimi, vitamin, mineral, protein ve karbonhidrat bakımından yüksek, doymamış yağ asitlerinin kıymetli katkısı ile yağ bakımından düşük içerikleri yabani mantarları çok özel yapmaktadır [3]. Bu besinsel özelliklere ilaveten *Tuber aestivum*, özellikle kendilerine has lezzeti ve aromaları nedeniyle yüzyıllardır çorbalarda ve soslarda gıda aroma malzemesi olarak kullanılmakta ve belirli bir grup insan tarafından tercih edilmektedir [4]. Yenilebilir ve ticari potansiyeli olan *Tuber aestivum* (syn. *Tuber uncinatum*) mantarı uygun dönemlerde toplandıktan sonra kimyasal bileşimleri belirlendi. Yeni ekstraksiyon ve numune hazırlama teknikleri geliştirilerek UPLC-ESI-MS/MS ile fenolik bileşik profilleri, B grubu vitaminleri, C vitamini içeriği ve serbest amino asit içeriği, Headspace GC/MSD ile yağ asidi kompozisyonları ve aroma bileşenleri, HPLC-DAD ile A, D, E ve K grubu vitaminleri, HPLC-RID ile şeker profilleri analiz edildi.

Elde edilen analiz sonuçlara göre *Tuber* mantar örneğinin fenolik bileşik bakımından zengin olduğu tespit edilmiştir. *Tuber aestivum* örneklerinde majör olarak, p-hidroksibenzoik asit, (12.29±0.37µg/g); gentisik asit, (12.25±0.27µg/g); protokateşuik asit, (10.53±0.74µg/g) ve vanilik asit, (8.68±0.10µg/g) bileşikler tespit edildi. Ayrıca *Tuber aestivum*'un 100g'ında 50.20±0.81mg izolösin, 57.77±0.66mg lösin, 52.72±1.04mg valin ve 49.89±1.06mg fenilalanin gibi essential amino asitlere rastlanıldı. Her iki mantarın yağ asidi bileşenleri GC-MS cihazı kullanılarak kalitatif ve kantitatif olarak belirlendi. Buna göre *Tuber aestivum*'da majör olarak %75.53 linoleik asit (C18:2n6c), %13.63 palmitik asit (C16:0) ve %7.21 oranında oleik asit (C18:1n9c) yağ asitlerine rastlanıldı. Mantar bünyesindeki 1-okten-3-ol ve diğer aroma maddelerinin varlığı taze numuneler kullanılmak suretiyle Headspace GC-MS cihazı ile tespit edilmiştir.

Referanslar

- [1] J.L. Mau, C.C. Chyau, J.T. Li ve Y.H. Tseng, J Agr Food Chemistry, 45 (1997) 4726-4729.
- [2] P. Manzi, A. Aguzzi ve L. Pizzoferrato, Food Chemistry, 73 (2001) 321-325.
- [3] L. Barros, T. Cruz, P. Baptista, L.M. Estevinho, I.C.F.R. Ferreira, Food Chemical Toxicology, 46 (2008) 2742-2747.
- [4] L. Barros, S. Falcão, P. Baptista, C. Freire, M. Vilas-Boas ve I.C.F.R. Ferreira, Food Chemistry, 111 (2008) 61-66.

MEYVE BAZLI BEBEK EK GIDALARINDAKİ LÜZUMLU ELEMENT BİYOERİŞİLEBİLİRLİKLERİNİN ICP-MS TEKNİĞİ KULLANILARAK DEĞERLENDİRİLMESİ

Ümran Seven Erdemir¹, Yasemin Şahan², Şeref Güçer¹

¹Uludağ Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 16059, Görükle, Bursa

²Uludağ Üniversitesi, Ziraat Fakültesi Gıda Mühendisliği Bölümü, 16059, Görükle, Bursa

Dengeli beslenme, büyüme ve gelişmenin en hızlı olduğu bebeklik çağında önem arz etmektedir (1, 2). Bu amaca yönelik tamamlayıcı olarak kullanılan bebek ek gıdaları da diyetin önemli bir parçası olarak yer alabilmektedir. Ülkemiz pazarında tüketilen başlıca bebek ek gıdaları süt, meyve ve tahıl türevleri olarak karşımıza çıkmaktadır (3).

Çalışmamızda meyve pürelerindeki lüzumlu elementlerden Co, Mn, Zn, Cu, Fe, Mo ve Mg' un biyoerişilebilir düzeyleri irdelenmektedir. Bu amaçla in-vitro yöntemlere dayalı örnek hazırlama işlemleri sonrası indüktif eşleşmiş plazma-kütle spektrometresi (ICP-MS) tekniğinden yararlanılarak biyoerişilebilir miktarlar saptanmaktadır. Sonuçların analitik kalitesi “bebek ek gıdası” temelli standart referans malzeme ile doğrulanırken; girişim anlamında karşılaşılan problemler çözülerek toplam element analizleri ve biyoerişilebilir düzeyler arasında günlük alım değerlerine göre risk değerlendirmeleri yapılmaktadır.

Dipnot: Çalışma, 115Z128 numaralı TÜBİTAK projesi ile desteklenmektedir.

Referanslar

- [1] R. Melo, K. Gellein, L. Evje ve T. Syversen, Food And Chemical Toxicology, 46 (2008) 3339-3342.
- [2] C. Sola-Larrañaga ve I. Navarro-Blasco, Food Chemistry, 115 (2009) 1048-1055.
- [3] V. Gokmen ve H. Z. Senyuva, Journal of Agricultural and Food Chemistry, 54 (2006) 2845-2849.

GIDALARDA PROTEİN OKSİDASYONUN DEĞERLENDİRİLMESİNDE YENİ BİR YAKLAŞIM OLARAK SPEKTROFLUOROMETRİNİN KULLANIMI

Vasfiye Hazal Özyurt, Semih Ötleş

Ege Üniversitesi Gıda Mühendisliği Bölümü, 35100 Bornova, İZMİR

Gıdalarda protein oksidasyonunun başlaması ve gelişimi gıda bilimcileri arasında son zamanlarda ilgi çeken bir konudur. Gıdalardaki oksidatif reaksiyonların gelişmesi zorunlu aminoasitlerin kayıplarına ve protein karbonilleri ve çapraz bağların oluşmasına yol açmaktadır. Protein oksidasyonunun tanımlanmasında genellikle protein karbonilleri kullanılmaktadır. Ancak, histidin, fenilalanin ve triptofan kalıntılarının oksidasyonu sonucunda protein karbonilleri oluşmamaktadır. Protein oksidasyonunun tanımlanmasında protein karbonillerine alternatif olarak, triptofan floresansının kaybı incelenmektedir. Bu çalışmada, gıda proteinlerinde nitrit kullanımıyla meydana gelen oksidasyon boyunca triptofan floresansı kayıplarının miktarı ölçülerek triptofan azalışını değerlendirmek için kullanılan spektrofotometrinin uygunluğu değerlendirilmiştir. Model sistemlerin oluşturulmasında, oksidasyon başlatıcı olarak nitritin yanı sıra hidrojen peroksit ve demir klorür, gıda proteini olarak bovine sığır albümin, kazein ve miyofibriller protein kullanılmıştır. Oksidasyon gelişimi 37 °C de 24 saat boyunca incelenmiştir ve örnekleme 0, 0.5, 1, 6, 12 ve 24. saatlerde gerçekleştirilmiştir. Oluşturulan model sistemlerde, protein karbonilleri HPLC-FLD ile triptofan kayıpları ise spektrofotometri ile ölçülmüştür. Her iki yöntem arasındaki ilişki incelenmiştir. Çalışma sonuçlarına göre, spektrofotometrinin gıda proteinlerindeki oksidatif bozulmanın değerlendirilmesinde kullanımının basit ve hızlı bir yöntem olduğuna karar verilmiştir. Triptofan kayıplarının ölçümünün, protein karbonilleri ile karşılaştırıldığında protein oksidasyonunun değerlendirilmesinde doğru bir yöntem olduğu tespit edilmiştir.

Referanslar

- [1] M. Estévez, P. Kylli, E. Puolanne, R. Kivikari ve M. Heinonen, Fluorescence spectroscopy as a novel approach for the assessment of myofibrillar protein oxidation in oil-in-water emulsions, *Meat Science*, 80 (2008), 1290–1296.
- [2] M. Estévez ve M. Heinonen, Effect of phenolic compounds on the formation of alpha-aminoaldehydes and gamma-glutamic semialdehydes from myofibrillar proteins oxidized by copper, iron, and myoglobin, *Journal of Agricultural and Food Chemistry*, 58 (2010), 4448–4455.
- [3] M.N. Lund, M. Heinonen, C.P. Baron ve M. Estévez, Protein oxidation in muscle foods: A review, *Molecular Nutrition & Food Research*, 55 (2011), 83–95.
- [4] M. Utrera ve M. Estevez, Analysis of tryptophan oxidation by fluorescence spectroscopy: Effect of metal-catalyzed oxidation and selected phenolic compounds, *Food Chemistry*, 135 (2012), 88-93.
- [5] M. Akagawa, D. Sasaki, Y. Ishii, Y. Kurota, M. Yotsu-Yamashita ve K. Uchida, New methods for the quantitative determination of major protein carbonyls, α -aminoaldehydes and γ -glutamic semialdehydes: Investigation of the formation mechanism and chemical nature in vitro and in vivo, *Chemical Research in Toxicology*, 19 (2006), 1059–1065.

ASTRAGALUS (GEVEN) BALI KİMYASAL İÇERİĞİNİN HPLC-RID ve UPLC-MS/MS ile BELİRLENMESİ

Seyda Kıvrak

Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

Milyonlarca yıldan günümüze değin varlığını sürdürebilen ve her yönüyle doğaya ve dolayısıyla yaşama katkılar sunan bal arısı gerek yapısı gerekse davranışları bakımından diğer hayvanlardan oldukça farklı özelliklere sahip olmasına karşın bu süreç boyunca insanlığın hep yanında olmuştur. Binlerce yıldır insanlara sunduğu balın yanında, zaman zaman kendi yaşamı pahasına çekinmeden kullandığı iğnesi ve insana verdiği acı bile tedavi edici bir ilaç niteliğindedir [1].

Arı ürünlerinden biri olan bal, arılar tarafından çiçeklerden ve meyve tomurcuklarından alınarak yutulan nektarın arıların bal midesi denilen organlarında invertaz enzimi sayesinde kimyasal değişime uğramasıyla oluşan ve kovandaki petek hücrelerine yerleştirilen çok faydalı bir besindir. Nektar bala çevrilirken arılar sağladıkları invertaz enzimi sayesinde sakkarozu inversiyona uğratarak fruktoz ve glikoz şeklinde basit şekerlere dönüştürür. Balın türüne göre değişmekle birlikte büyük bir kısmı karbonhidrat-su karışımından oluşmaktadır. Ayrıca bal bünyesinde fenolik yapıli bileşikler, serbest amino asitler, organik asitler, mineraller, vitaminler ve enzimler de ihtiva eder [3]. Vitamin, fenolik bileşik ve serbest amino asit içeriği ve çeşitliliği çiçek ballarının orijini ve kalitesi hakkında bilgiler vermektedir [2-4]. Bu çalışmada Kayseri İlimizden tedarik edilen Geven ballarının HPLC-RID cihazı ile şeker profili, UPLC-ESI-MS/MS ile serbest amino asitler, fenolik yapıli bileşikler ve suda çözünebilir vitamin içeriği belirlenmiştir.

Geven balı diğer çiçek ballarından rahatlıkla ayrılabilen kendine has fiziksel, kimyasal ve duyuşal özelliklere sahiptir. Bu çalışmada, HPLC-RID cihazı kullanılarak fruktoz, glikoz, sakkaroz ve maltoz miktarları, ultra performanslı sıvı kromatografisi ve sıralı kütle spektrometrisi (UPLC-ESI-MS/MS) cihazı kullanılarak da geven ballarının fenolik bileşikler, amino asit profilleri ve suda çözünebilir vitamin içerikleri incelenmiştir. UPLC-ESI-MS/MS cihazında 32 adet fenolik bileşik ve 20 adet serbest amino asit tanımlanmıştır. Çalışılan geven ballarında 23 tane fenolik, 19 adet ise amino asit bileşiğine rastlanılmıştır. Ayrıca çalışılan ballarda 218.70 µg/kg Nikotinamid, 211.34 µg/kg Nikotinik asit, 72.48 µg/kg, Askorbik asit, 38.72 µg/kg Piridoksin ve 18.14 µg/kg Riboflavin vitaminleri tespit edilmiştir.

Referanslar

- [1] M. Doğaroğlu, Çiçekten Sofraya Balın Öyküsü, Yapı Kredi Yayınları, 2593, Aralık 2007.
- [2] İ. Kıvrak, Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies, 38 (2015) 855–862.
- [3] S. Kıvrak ve İ. Kıvrak, International Journal of Food Properties, 20, 4 (2017) 864-876.
- [4] S. Kıvrak, International of Liquid Chromatography & Related Technologies, 39, 19-20 (2016) 847-851.

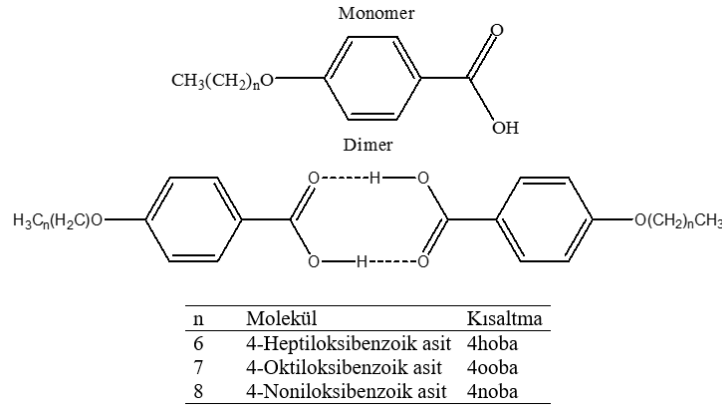
BENZOİK ASİT SIVI KRİSTALLERİNİN DİPOL MOMENT VE SOLVATOKROMİK DAVRANIŞLARININ BELİRLENMESİ VE AU SÜBSTİTÜENTLİ BENZOİK ASİT SIVI KRİSTALLERİN DİŞ ELEKTRİK ALAN ALTINDA DİPOL MOMENT VE ORBİTAL ENERJİLERİNİN DEĞİŞİMİNİN İNCELENMESİ

İsa Sıdır¹, Yadigar Gülseven Sıdır¹, Ferhat Demiray²

¹Bitlis Eren Üniversitesi, Fen ve Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 13000, Bitlis, Türkiye.

²Abant İzzet Baysal Üniversitesi, Mühendislik ve Mimarlık Fakültesi, Bilgisayar Mühendisliği Bölümü, 14280, Bolu, Türkiye

4-Heptiloksibenzoik asit, 4-oktiloksibenzoik asit ve 4-noniloksi benzoik asit sıvı kristallerinin (Şekil 1) optik absorpsiyon ve kararlı durum floresans spektrumları farklı polariteye sahip organik çözücülerde incelendi. Monomer ve dimer 4-alkiloksibenzoik asit sıvı kristallerin taban durum ve uyarılmış durum dipol momentleri Bilot-Kawski [1], Lippert-Mataga [2, 3], Bakhshiev [4], Kawski-Chamma-Viallet [5] ve Reichardt [6] solvatokromik kayma metotları kullanılarak belirlendi. Monomer, dimer ve Au sübstitüentli monomer ve dimer sıvı kristallerin HOMO-LUMO enerji aralıklarının ve dipol momentlerinin uygulanan dış elektrik alan altındaki değişimleri teorik olarak incelendi. Dış elektrik alan altında, Au sübstitüentli monomer sıvı kristaller yarı iletken karakter özelliği gösterirken, Au sübstitüentli dimer sıvı kristaller $E=0.04 \text{ V/Å}$ dış elektrik alan etkisiyle metalik karaktere yakın bir özellik göstermektedir. 4-Alkiloksibenzoik asit sıvı kristallerin spesifik ve spesifik olmayan solvatokromik davranışları Kamlet-Taft [7, 8] ve Catalan [9, 10] solvatokromik yöntemleri ile incelendi.



Şekil 1. Monomer ve dimer 4-alkiloksibenzoik asit sıvı kristallerin geometrik şekilleri.

Referanslar

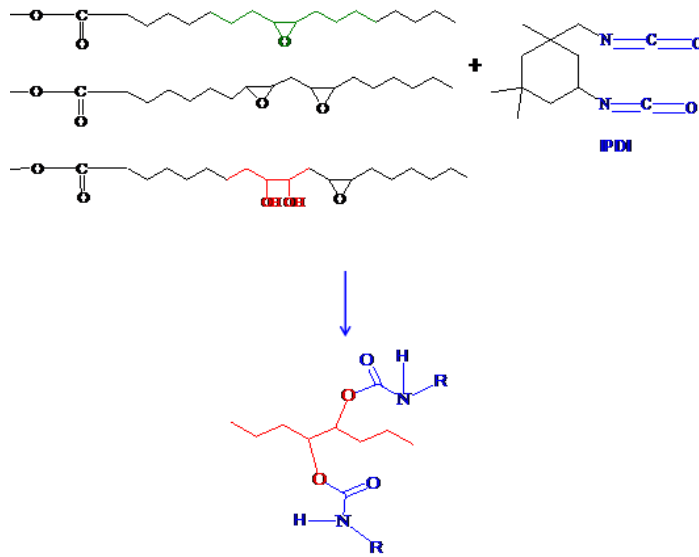
- [1] L. Bilot, A. Kawski, Z. Naturforsch. 17a (1962) 621–627.
- [2] E. Lippert, Z. Naturforsch. 10a (1955) 541–545.
- [3] N. Mataga, Y. Kaifu, M. Koizumi, Bull. Chem. Soc. Jpn. 29 (1945) 465–470.
- [4] N.G. Bakhshiev, Opt. Spektrosk. 16 (1964) 821–832.
- [5] A. Chamma, P. Viallet, C.R. Acad. Sci. Paris, Ser. C 270 (1970) 1901–1904.
- [6] C. Reichardt, Chem. Rev. 94 (1994) 2319–2358.
- [7] M.J. Kamlet, R.W. Taft, J. Am. Chem. Soc. 98 (1976) 377–383.
- [8] R.W. Taft, M.J. Kamlet, J. Am. Chem. Soc. 98 (10) (1976) 2886–2894.
- [9] J. Catalan, J. Phys. Chem. A 116 (2012) 4726–4794.
- [10] J. Catalan, J. Phys. Chem. B 113 (2009) 5951–5960.

EPOKSİDE MISIR YAĞININ İZOSİYANAT İLE KÜRLENME DAVRANIŞININ İNCELENMESİ

Aysun Ekinci, Gülay Bayramoğlu

Polimer Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova, Türkiye

Biyo esaslı poliüretan sentezinde hem bitkisel yağlar hem de bitkisel yağların epoksidasyonu ile elde edilen epoksidede yağlar yenilenebilirlik açısından önemli bir kaynak oluşturmaktadır[1,2,3]. Bu çalışmada, petrol esaslı polioller yerine epoksidede mısır yağı kullanılarak hazırlanan biyo esaslı poliüretan filmler diizosiyanat varlığında yüksek sıcaklıkta kürlenmiştir. Mısır yağının peroksi asetik asit varlığında epoksidasyonu ile elde edilen epoksidede mısır yağı FTIR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR ile karakterize edilmiştir. Doymamışlık oranı yüksek olan mısır yağının epoksidasyonu sonucu oluşan oksiran halkalarının izosiyanat grupları ile tepkimeye girerek üretan gruplarını oluşturması bir başka deyişle epoksidede yağların kürlenme davranışları FTIR spektroskopisi yardımıyla izlenmiştir. Epoksidasyon işlemi sırasında hidrolize uğrayan oksiran halkalarının oluşturduğu hidroksil gruplarının kürlenme üzerindeki etkisi spektroskopik olarak incelenirken poliüretan filmlerin istenilen özelliğine göre OH/NCO oranı belirlenmiştir.



Şekil 1. Epoksidede yağ ve diizosiyanatın kürlenme mekanizması [3]

Referanslar

- [1] Pan, X.; Webster, D. C., New Biobased High Functionality Polyols and Their Use in Polyurethane Coatings, ChemSusChem, 2012, 5, 419– 429.
- [2] Wang, C. S.; Yang, L. T.; Ni, B. L.; Shi, G., Polyurethane Networks From Different Soy-Based Polyols by The Ring Opening of Epoxidized Soybean Oil with Methanol, Glycol, and 1,2-propanediol, J. Appl. Polym. Sci., 2009, 114, 125–131.
- [3] Y. Fourati, R. B. Hassena, G. Bayramoğlu, S. Boufi., A One Step Route Synthesis of Polyurethane Newtwork from Epoxidized Rapeseed Oil, Progress in Organic Coatings, 105 (2017) 48–55 .

Teşekkür

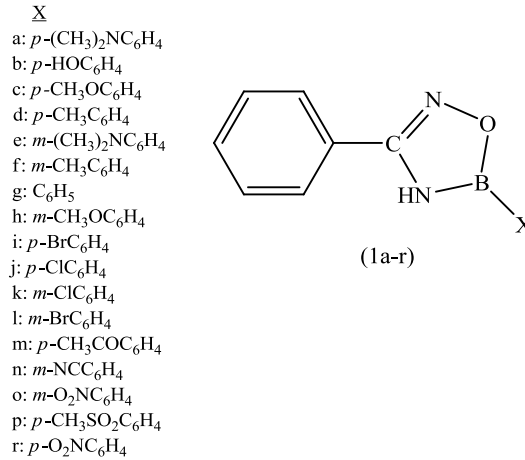
Bu çalışma TÜBİTAK 114M828 nolu proje kapsamında desteklenmiştir.

OKSADIAZABOROL BİLEŞİKLERİNDE C=N, B-N VE B-O GRUPLARINA AİT IR TİTREŞİM DALGA SAYILARINA SÜBSTİTÜENT ETKİNİN İNCELENMESİ

Meryem Pir

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Kocaeli Üniversitesi, 41380, Kocaeli, Türkiye

Son yıllarda, ilaç kimyasında bor içeren yeni bileşikler özellikle de B-N ve B-O bağı içeren heterosiklik boron bileşikler biyolojik aktivite gösteren önemli moleküller olarak gösterilmektedir [1-3]. Bu nedenle, sentezini gerçekleştirdiğimiz oksadiazaborol bileşikler [4] (Şekil 1) B-N ve B-O bağı içerdiği için önemli moleküllerdir. Ayrıca, oksadiazaborol halkasındaki oksijen-azot-bor içeren beş üyeli aromatik olmayan yapı oldukça ilginçtir ve bu bileşiklerde C=N, B-N ve B-O bağlarına sübstitüent etkinin olabileceği düşünülmüştür. Sentezlediğimiz 3-fenil-5-(sübstitüefenil)-4,5-dihidro-1,2,4,5-oksadiazaborol (1a-r) bileşiklerinde heterohalkada bulunan C=N, B-N ve B-O bağlarının IR titreşim dalga sayılarına sübstitüentin etkisi SSP (Single Substituent Parameter) analizi ve DSP (Dual Substituent Parameter) analizi yapılarak incelendi. Hesaplamalarda, teorik IR titreşim dalga sayıları Gaussian 03W DFT B3LYP/6-31G++(d,p) metodu ile minimum enerjili konformasyonlar esas alınarak hesaplandı. Deneysel ve teorik sonuçların birbiriyle uyumlu olduğu belirlenmiştir. C=N, B-N ve B-O bağları için IR titreşim frekansları incelendiğinde ise dalga sayılarının elektron çekici sübstitüentler ile azaldığı, fakat elektron salıcı sübstitüentler ile arttığı görülmüştür. Bu sonuç normal indüktif etki ile açıklanmıştır.



Şekil 1. 3-fenil-5-(sübstitüefenil)-4,5-dihidro-1,2,4,5-oksadiazaborol (1a-r) bileşiklerinin yapısı.

Referanslar

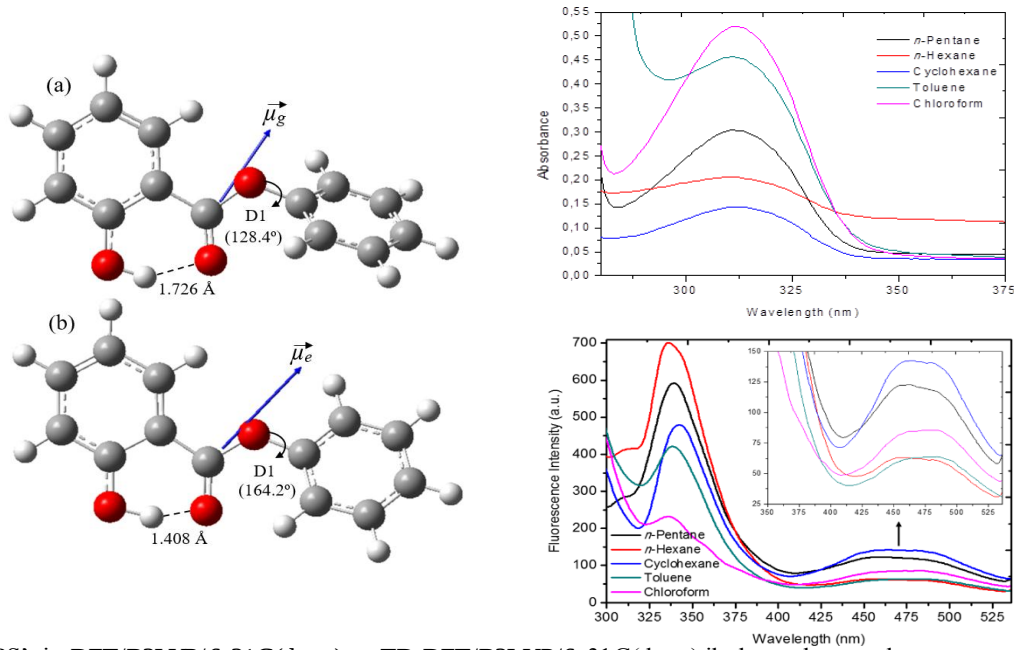
- [1] Ciaravino V., Plattner J., Chanda S., An Assessment of The Genetic Toxicology of Novel Boron-Containing Therapeutic Agents, *Environ. Mol. Mutagen.*, 2013, 54, 338-346.
- [2] Das B. C., Tang X. Y., Rogler P., Evans T., Design and Synthesis of 3,5-Disubstituted Boron-Containing 1,2,4-Oxadiazoles as Potential Combretastatin A-4 (CA-4) Analogs, *Tetrahedron Lett.*, 2012, 53, 3947-3950.
- [3] Jabbour A., Steinberg D., Dembitsky V. M., Moussaieff A., Zaks B., Srebnik M., Synthesis and Evaluation of Oxazaborolidines for Antibacterial Activity Against *Streptococcus mutans*, *J. Med. Chem.*, 2004, 47, 2409-2410.
- [4] Pir M., Agirbas H., Budak F., Iltar M., Synthesis, Characterization, Antimicrobial Activity and QSAR Studies on Substituted Oxadiazaboroles, *Med. Chem. Res.*, 2016, 25(9), 1794-1812.

FENİL SALİSİLAT SIVI KRİSTALİNİN SOLVATOKROMİZMİ VE UYARILMIŞ VE TABAN DURUMDAKİ DİPOL MOMENTLERİ

Yadigar Gülseven Sıdır, İsa Sıdır

Bitlis Eren Üniversitesi, Fen ve Edebiyat Fakültesi, Fizik Bölümü, 13000, Bitlis, Türkiye.

Fenil Salisilat (PS) sıvı kristalinin UV-görünür absorpsiyon ve kararlı durum floresans spektrumu farklı polariteye bağlı çözücülerde ve oda sıcaklığında ölçüldü. Tüm elektronik geçişler çözüciye bağlı olarak yorumlandı. Molekül içi hidrojen bağı ve enol-keto tautomerizm'nin konformasyonlar üzerine etkisi incelendi. Taban ve uyarılmış durum dipol momentleri solvatokromik kayma metotları olan Lippert-Mataga [1, 2], Bakshiev [3], Kawski-Chamma-Viallet [4, 5] ve Reichardt metotları [6] kullanılarak bulundu. Spesifik ve spesifik olmayan etkileşimleri hem kantitatif hem de kalitatif olarak incelemek için Kamlet-Taft solvatokromizmi ve Catalan solvatokromizmi incelenmiştir [7]. Teorik olarak uyarılmış ve taban durumları dipol momentleri DFT/B3LYP/6-31G(d,p) ve TDDFT/B3LYP/6-31G(d,p) metot ve temel seti kullanılarak bulunmuş olup, HOMO, LUMO ve MEP yorumlanmıştır.



Şekil 1. PS'nin DFT/B3LYP/6-31G(d, p) ve TD-DFT/B3LYP/6-31G(d, p) ile hesaplanan taban ve uyarılmış durum dipol momentleri, molekül içi H-bağları ve polar olmayan çözücüler içerisinde absorptans ve floresans spektrumları

Referanslar

- [1] E. Lippert, Z. Naturforsch. 10a (1955) 541–545.
- [2] N. Mataga, Y. Kaifu, M. Koizumi, Bull. Chem. Soc. Jpn. 29 (1945) 465–470.
- [3] N.G. Bakshiev, Opt. Spektrosk. 16 (1964) 821–832.
- [4] A. Chamma, P. Viallet, C.R. Acad. Sci. Paris Ser. C 270 (1970) 1901–1904.
- [5] C. Reichardt, Solvents and Solvent Effects in Organic Chemistry, VCH, New York, 2005.
- [6] C. Reichardt, Chem. Rev. 94 (1994) 2319–2358.
- [7] J. Catalan, J. Phys. Chem. A 116 (2012) 4726–4794.
- [8] R.W. Taft, M.J. Kamlet, J. Am. Chem. Soc. 98 (10) (1976) 2886–2894.

Teşekkür: Bu çalışma için Bitlis Eren Üniversitesi'ne ve Bilimsel Araştırma Projeler Koordinatörlüğüne BEBAP-2013.04 nolu projeye verdikleri destekten dolayı teşekkür ederiz.

MİKROALGLERDE BULUNAN KAROTENOİDLERİN ÇOK DEĞİŞKENLİ KALİBRASYON TEKNİKLERİ İLE BELİRLENMESİ

Saliha Şahin

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Mikroalgler güneş ışığı yardımıyla H₂O ve CO₂'i bünyelerine alıp karmaşık organik bileşiklere dönüştürebilme, bu bileşikleri bünyelerinde muhafaza edip hücre dışına salabilme özelliğine sahip mikroorganizmalardır. Mikroalgler, protein, karbohidrat ve yağ içeriğinin yanı sıra çok farklı antioksidan özelliğe sahip olan karotenoid bileşiklerini üretirler. Stres şartları altında mikroalglerde lipid ve/veya karotenoid üretiminin arttığı bilinmektedir. Son yıllarda bazı karotenoidlerin insan sağlığı üzerine etkileri konularında çalışmalar yapılmaktadır.

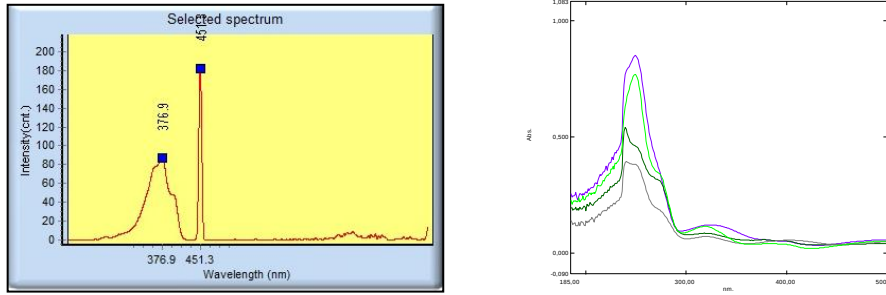
Çok değişkenli kalibrasyon tekniklerinden temel bileşen regresyon analizi (PCR) ve kısmi en küçük kareler regresyon analizi (PLS) kullanılarak örnek hazırlama işlemi gerektirmeden karmaşık matrisler için doğru ve kesin analitik sonuç elde edebiliriz. Çok değişkenli kalibrasyon teknikleri kullanılmadan önce spektrum veya kromatogram verilerinin özelliklerinin dikkatlice incelenip ham verilerin analize hazırlanması gereklidir. Çalışmamızda farklı konsantrasyonlarda karotenoid bileşiklerini içeren test ve validasyon setleri hazırlanmıştır. Validasyon ve test setleri çözeltileri HPLC-DAD cihazı ile analiz edilmiştir. Elde edilen spektroskopik ve kromatografik veriler, ön işlem teknikleri ile analize hazırlandıktan sonra PCR ve PLS analizleri yapılmıştır. Daha sonra farklı H₂O₂ konsantrasyonlarında oksidasyona uğratılmış *Chlamydomonas reinhardtii* mikroalginde bulunan karotenoidler, PCR ve PLS ile belirlenmiştir. Ortalama karekök hata değerleri validasyon ve test set için karşılaştırılmıştır. Gerçek örnekler, validasyon ve test setleri ile yapılan çalışmamızda PCR ve PLS teknikleri ile örneklerin karotenoid miktarları başarılı bir şekilde tahmin edilmiştir.

ANTİKANSER AJAN OLARAK YENİ ANTRAKİNON BİLEŞİKLERİ

Funda Özkök

Kimya Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34320, Avcılar, İstanbul Türkiye

Antrakinin yapıları doğal bileşikler tıp, eczacılık, kozmetik, biyo ve nano malzeme alanlarında kullanılabilen biyoaktif maddelerdendir. Bu antrakinin türevi bileşikler doğada birçok farklı bitkide bulunmaktadır. Bunlardan en çok bilinenleri sarı kantaron ve aloe vera bitkileridir. Bu bitkiler etkin madde olarak antrakinin içermekte olup kullanımlarının birçok hastalık için tedavi edici etki gösterdiği bilinmektedir. Örneğin; Rubiaceae bitkilerindeki antrakininlerin; antifungal, hipotansif, analjezik, antimalarial, antioksidant, antilösemik ve mutasyon yapıcı etkileri bulunmaktadır [1]. Birer antrakinin türevi olan dantron ve kinizarin moleküllerinin deri kanserinde hücre çoğalması ve antimetastatik aktivitenin incelenmesi çalışılmış ve transglutaminaz aktivitesinin artmasıyla tümör hücrelerinde büyümenin azaldığı gözlenmiştir [2]. Aloe vera bitkisinin aktif bileşenlerinden birisi olan emodin antrakinin türevi, göğüs kanserinde HER-2 çakışmasını tirozin kinaz aktivitesiyle düşürmektedir. Aynı zamanda androjen reseptörleri (AR) transkriptinal aktivite AR çekirdeğindeki translokasyon ve AR parçalanmasıyla sağlar. Aloe emodin ise göğüs kanseri hücrelerine karşı östrojen reseptörleri üzerinden kanserli hücre ölümü gösterebilir [3].



Şekil 1. Tiyo ve amino antrakinin analoglarının Floresans ve UV spektrumları

Yeni tiyo ve amino antrakinin analogları yeni bir metodla (**Patent No: TR2016/19610**) sentezlendi. Elde edilen bileşikler kolon kromatografisi yöntemiyle saflaştırıldı. Yapıları spektroskopik yöntemlerle (FT-IR, NMR, UV vb.) aydınlatıldı. Ürünlerden bir tiyoantakinon bileşiğinin elde edilen single kristali ile bileşiğin üç boyutlu yapısı çözüldü ve moleküller arası bağları hakkında bilgi edinildi.

Referanslar

- [1] Yen G. C., Duh, P. D., Chuang D. Y. 2000. "Antioxidant activity of anthraquinones and anthrone" , 70(4), 437-441.
- [2] Huang P. H., Lin H. 2010. "Proliferative suppression of anthraquinone derivatives, emodin and aloe-emodin, through selective targeting in prostate and breast cancer cells" , Clin Cancer Res, 16(14 Suppl), B46.
- [3] Huang, L., Zhang, T., Li, S., Duan, J., Ye, F., Li, H., Se, Z., Gao, G., Yang, X. 2014. "Anthraquinone G503 Induces Apoptosis in Gastric Cancer Cells through the Mitochondrial Pathway", Plos One, 9(9), e108286.

SİKLODEKSTRİN NANOPARTİKÜLLERİNİN MCF7 MEME KANSERİ HÜCRE HATTI ÜZERİNE ETKİSİNİN 2 BOYUTLU JEL ELEKTROFOREZ VE MATRİKS YARDIMLI LAZER İYONİZASYON KÜTLE SPEKTROMETRİSİ (MALDI-TOF MS) İLE PROTEOM DÜZEYİNDE İNCELENMESİ

Mustafa Çelebier¹, Merve Nenni¹, Gamze Işık², Selin Öncül³, Ayşe Ercan³, Erem Bilensoy², Sacide Altınöz¹

¹Analitik Kimya Anabilim Dalı, Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

²Farmasötik Teknoloji Anabilim Dalı, Eczacılık Teknolojisi Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

³Biyokimya Kimya Anabilim Dalı, Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

Doğal siklodekstrinler, nişastanın glikoziltransferazla parçalanıp en az altı glikopiranoz ünitesinden oluşan halkalı yapılardır ve modifiye edilerek suya ilgisi az olan ilaç moleküllerini içinde tutarak membranlardan geçmelerini sağlar. Amfifilik siklodekstrinlerin (ACD) polimer makromolekül veya sürfaktan (yüzey aktif madde) kullanmadan kendiliğinden nanopartikül oluşturabilme yeteneğine sahiptirler. Bu özellikleri nedeniyle nano ölçekte ilaç taşıyıcı sistem olarak kullanılmaktadır. Ayrıca bu makromolekülerin bazı kanser hücre hatları üzerinde belirli bir moleküler işlemler sırasının sonunda normal hücrelerde göstermeyip sadece kanserli hücreler üzerinde kanser hücrelerin ölümü şeklinde apoptotik etki gösterdiği bilinmektedir. Bu çalışmada taze hazırlanmış ve in vitro karakterizasyonu tamamlanmış, antikanser ilaç taşıyıcı sistem olarak kullanımı kaynaklara girmiş siklodekstrin nanopartiküllerin kanser hücreleri üzerine antikanser etki mekanizması proteomik çalışmalarla incelenmiştir. MCF7 meme kanseri hücre hatları, ACD ile işleme tabi tutulmuş ve antiproliferatif yani çoğalmayı önleyici etkinin gözlemlendiği derişimde çalışmalar yapılmıştır. ACD ile çoğalmanın önleildiği yani işlem görmüş hücre hatları olarak kullanılıp ve T grubu şeklinde; hiçbir şekilde işlem görmeyen grup ise kontrol grubu olarak kullanılıp ve C grubu şeklinde isimlendirilmiştir. Daha sonra T ve C gruplarından hücre stoplazmasının sıvısından sitozolik fraksiyonlar elde edilip bu gruplardaki protein miktarları tespit edilmiştir. Proteomik çalışmalarda, 2 boyutlu jel elektroforez (2D jel elektroforez) ile ayrılan T ve C gruplarına ait proteinler için imaj analizi çalışmaları yapılmıştır. T ve C grupları için farklılaştığı tespit edilen proteinler Matris Yardımlı Lazer İyonizasyon Kütle Spektrometrisi (MALDI-TOF MS) ile analiz edilip ve peptid dizileme çalışmaları (peptide mass fingerprint) ile tanımlanmıştır. Bu çalışmada T grubunda miktarı en az 1,5 kat artan ve azalan proteinler bulunmuştur (T grubunda, hepatom kaynaklı büyüme faktörü, heterojen nükleer ribonükleoprotein, kromozom protein homoloğu I gibi proteinlerin miktarları sırasıyla 2.0, 3.7 ve 28.3 kat artmıştır ve D-3-fosfoglisarat dehidrojenaz, keratin gibi proteinler ise sırasıyla 2.8 ve 2 kat azalmıştır). MCF7 meme kanseri hücre hatları üzerine siklodekstrin nanopartiküllerin etkisi sonucunda tanımlanan proteinlerin antikanser aktivite ile ilişkisi olduğu tespit edilmiştir.

Referanslar

- [1] Işık G. Meme kanseri tedavisinde paklitaksel yüklü polikasyonik ve anyonik siklodekstrin nanoküre formülasyonu ve in vitro değerlendirilmesi, Y. Lisans Tezi, Hacettepe Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Danışman: Prof. Dr. Erem Bilensoy, 2013, Ankara, Türkiye.
 - [2] Duchene D, Wouessidjewe D, Ponchel G, "Cyclodextrins and carrier systems." Journal of Controlled Release (1999), 62(1):263-268.
 - [3] Duchêne D, Ponchel G, Wouessidjewe D, "Cyclodextrins in targeting: application to nanoparticles." Advanced drug delivery reviews, 1999, 36(1):29-40.
- Bu çalışma 115S456 nolu TUBİTAK projesi ile desteklenmiştir.

UPLC/MS BAZLI PROTEOMİK ÇALIŞMALAR VE CACO-2 KOLON KANSERİ HÜCRELERİ ÜZERİNDE UYGULAMALARI

Engin Koçak¹, Kevser Biberoglu², Mustafa Çelebier¹, Özden Tacal², Sacide Altınöz¹

¹Anatilik Kimya Anabilimdalı, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

²Biyokimya Anabilimdalı, Eczacılık Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

Proteomik, hücresel faaliyetlerin protein seviyesinde incelenmesini sağlayan genomik çalışmaları tamamlayan çalışma alanıdır ^(1, 2). Proteomik çalışmalarda kütle spektroskopisi sağladığı yüksek duyarlılık ve kesinlik ile proteomik çalışmalarda kullanılan yegane analitik sistemdir⁽³⁾. Kütle spektroskopisi bazlı proteomik çalışmalarda daha doğru ve yüksek duyarlılıkta analiz edilebilmesi için proteinlere ait peptitlerin analiz öncesi kromatografik yöntemlerle ayrılması sıkça kullanılan yöntemler arasındadır. Bu amaçla kanaynaklarda yapılan çalışmalarda nano sıvı kromatografisi sıklıkla kullanılmasında karşın sistemin sahip olduğu sağlamlık ve tekrarlanabilirlik problemleri analizleri güçleştirmektedir ⁽⁴⁾. Bu çalışma içerisinde nano sıvı kromatografisine alternatif olabilecek ultrabasinçlı sıvı kromatografisi yöntemi geliştirilerek caco-2 kolon kanseri hücrelerine ait proteinler analiz edilmiştir. Ayrıca bitkisel temelli hemostatik ajanın kanser hücreleri üzerindeki çoğalmayı durdurucu etkisi proteomik açıdan incelenmiştir. Çalışmalarda UPLC akış hızı 0.1mL/dak. Olarak ayarlanırken hareketli faz olarak su ve asetonitril kullanılmıştır. Ayrıca peptitlerin pozitif mod içerisinde analiz edilebilmesi için formik asit kullanılmıştır. Çalışmalarda caco-2 kolon kanseri hücrelerine ait proteinlerin nitel analizleri için UPLC ile ayrımı sağlanan peptitlerin MS/MS verileri elde edilerek gerçekleştirilmiştir. Nitel analiz çalışmalarında Andromeda arama programı kullanılarak Uniprot veri bankası içerisinde bulunan teorik MS/MS sonuçlarına karşı tarama yapılmış ve 745 proteinin nitel analizi gerçekleştirilmiştir. Elde edilen proteinler gen ontoloji analizi ile değerlendirilmiştir. Ayrıca bitkisel temelli hemostatik ajanın kanser hücreleri üzerinde çoğalmayı durdurucu etkisi kontrol ve hemostatik ajanın 48 saat süreyle eklendiği gruplara ait hücrelerin proteinlerinin yarı nicel olarak değerlendirilmesi ile yapılmıştır. Nicel analiz çalışmalarında Maxquant programı kullanılarak işaretli nicel analiz yöntemi kullanılmıştır. Elde edilen sonuçlar Perseus istatistik programında değerlendirilmiş ve yüksek oranda değişen proteinler yolak analizleri ile değerlendirilmiştir. Böylelikle bitkisel temelli hemostatik ajanın etki mekanizmasının hangi yolaklar üzerinden ve hangi protein hedefleri üzerinden olduğu araştırılmıştır. Yapılan çalışmalarda bitkisel temelli hemostatik ajanın HMGB1, p23, RNF169, CDK1 ve FASN gibi birçok kanser hedeflerini etkilediği saptanmıştır. Ayrıca kolon kanser hücrelerinin hemostatik ajana karşı hangi yolaklar üzerinden direnç kazandığı yine proteomik çalışmalarla değerlendirilmiştir.

Referanslar

- [1] Mann M, Hendrickson RC, Pandey A. Annu Rev Biochem. 2001; 70:437-73.
- [2] Phizicky E, Bastiaens PI, Zhu H, Snyder M, Fields S. Nature. 2003;422(6928):208-15.
- [3] Doerr A. Mass spectrometry-based targeted proteomics. Nat Methods. 2013;10(1):23.
- [4] Noga M, Sucharski F, Suder P, Silberring J. A practical guide to nano-LC troubleshooting. J Sep Sci. 2007;30(14):2179-89.

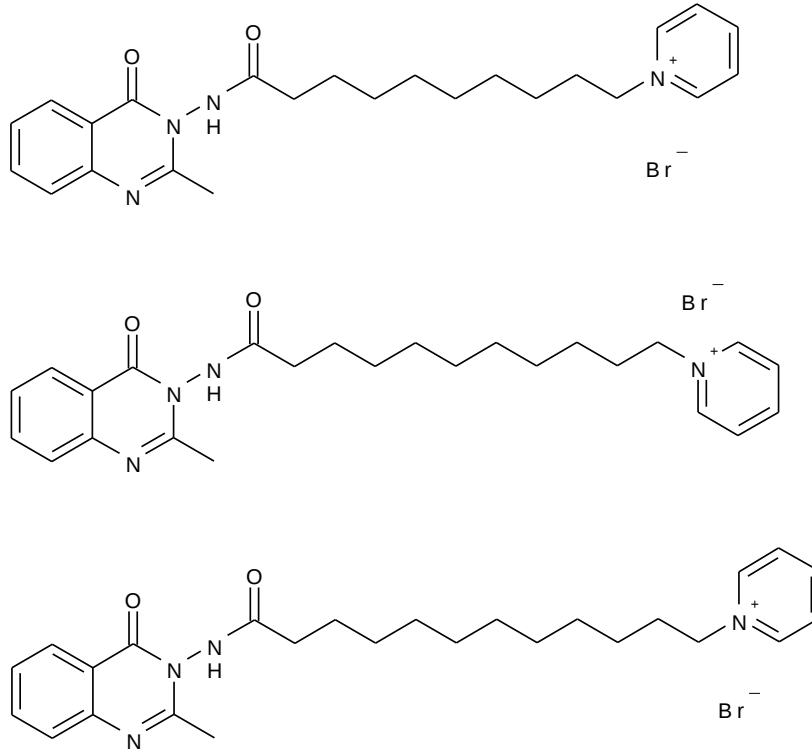
ORGANİK SENTEZLERDE KULLANILAN BAZI SPEKTROSKOPİK TEKNİKLER: KİNAZOLİN-(3H)-4-ON TÜREVİ UZUN ZİNCİRLİ KATYONİK PİRİDİNYUM TUZLARI

Serkan Öztürk

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Görükle, Bursa

Spektroskopik analizler sentezlenen yeni organik bileşiklerinin yapılarının aydınlatılmasında önemli bir yer teşkil etmektedir. Bu yapı aydınlatılmalarında da organik kimya mekanizma bilgisi ve ölçülen verilerin uyumlandırılması önem arz etmektedir. Bu çalışmalarda kütüphanelerden yararlanılsa da bu veriler yeterli olmayıp temel organik kimya bilgisine de ihtiyaç duyulmaktadır.

Çalışmamızda spektroskopik yapı analizlerine örnek olarak Kinazolin-(3H)-4-On türevi uzun zincirli katyonik piridinyum tuzları örnek olarak sentezlenmiş ve yapı aydınlatılmasında FT-IR, ^1H NMR ve ^{13}C NMR spektroskopik analizlerden yararlanılmıştır. Bu bileşiklerin endüstriyel önemi korozyon alanında kullanılabilir olmasıdır. Doğru yapı tayinlerinde “nmrdb.org” web sitesinin kütüphanesinden model bileşiklerin NMR spektrumları karşılaştırılarak ve FT-IR spektroskopisindeki temel fonksiyonel gruplar baz alınarak en muhtemel yapı önerileri çıkarılmaktadır. Sentezlenen ürününün korozyon etkinliği, yüzeylerdeki SEM görüntüleri alınarak da desteklenmektedir.



Şekil 1. Sentezlenen ve yapıları FT-IR ve NMR teknikleri ile aydınlatılan bileşikler

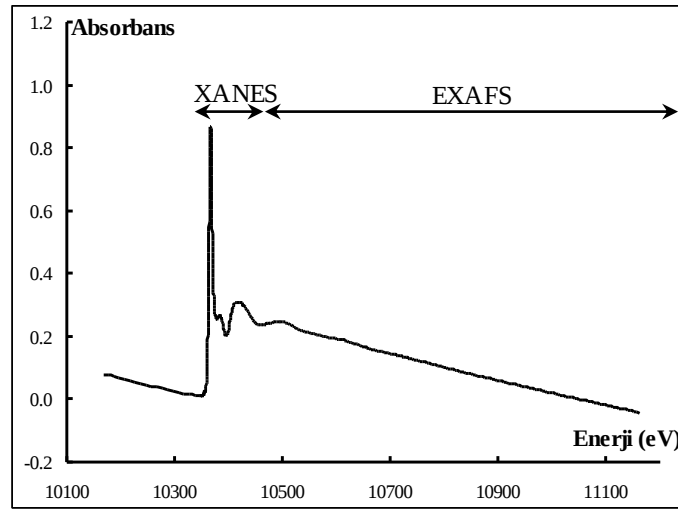
SİNKROTRON TEMELLİ BİR TEKNİK: X-IŞINI ABSORPSİYON SPEKTROSKOPİSİ (XAFS)

Önder Topel¹, Ingmar Persson²

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, 07058 Antalya, Türkiye

²Kimya Bölümü ve Biyoteknoloji Bölümü, SLU Üniversitesi, Uppsala, İsveç

Katı fazda, örneğin bir kristalde bulunan bir kompleksin yapısını genellikle tek kristal X-ışını kırınımı yöntemi ile aydınlatmak olasıdır. Öte yandan kompleksler kristal olmayan, toz ve çözelti gibi düzensiz bir fazda ise bu ortamlardaki yapılar hakkında kantitatif bilgi elde etmek için farklı yöntemler kullanılmaktadır. 1970'lerin başındaki gelişmelerden bu yana X-ışını absorpsiyon spektroskopisi (XAS) sulu çözeltilerden kristal katılara, cam gibi amorf yapılardan katı-sıvı arayüzeylerine kadar geniş bir faz aralığında bir hedef elementin çevresindeki yapıyı aydınlatmak için çok yönlü bir araç olduğunu kanıtlamıştır. Özellikle yeni nesil sinkrotron kaynaklarının da geliştirilmesiyle kimya, malzeme bilimi, biyoloji, çevre ve yer bilimleri gibi pek çok alanda yaygın bir biçimde kullanılan bir teknik haline gelmiştir. Bu çalışmada, galyum(III) iyonunun sulu fazda ve bazı organik çözücüler içerisinde oluşturduğu kompleks yapılar özelinde X-ışını absorpsiyon spektrumundaki EXAFS (Extended X-ray Absorption Fine Structure) salınım bölgesinden hedef elementin koordinasyon sayısı, komşu atomlara olan bağ uzunlukları, komşu atomların cinsi gibi konularda nasıl bilgi elde edileceği gösterilmiştir.



Şekil 1. Galyumun X-ışını absorpsiyon spektrumu

Referanslar

- [1] F. Jalilehvand, Structure of hydrated ions and cyano complexes by X-absorption spectroscopy. Ph.D Thesis, KTH, 2000, Stockholm, Sweden
- [2] <http://xafs.org/Tutorials?action=AttachFile&do=view&target=Newville_xas_fundamentals.pdf>
- [3] Ö. Topel, I. Persson ve E. Avşar, Journal of Molecular Liquids, 143 (2008) 89–94
- [4] Ö. Topel, I. Persson, D. Lundberg ve A. S. Ulström, Inorganica Chimica Acta, 363 (2010) 988-994.
- [5] Ö. Topel, I. Persson, D. Lundberg ve A. S. Ulström, Inorganica Chimica Acta, 365 (2011) 220-224.

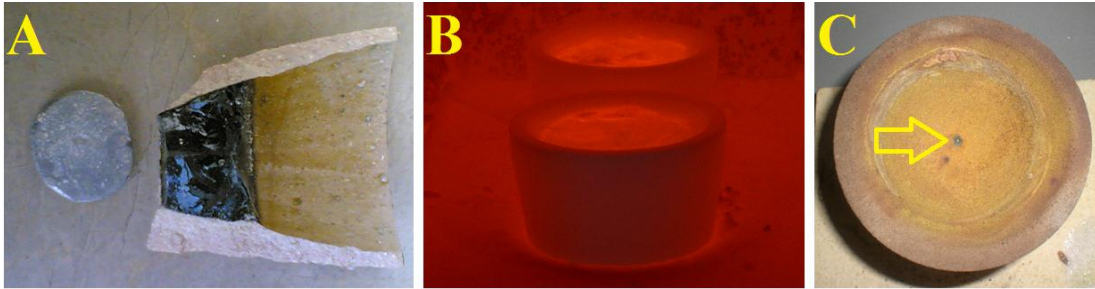
PİRİTİK REFRAKTER ALTIN CEVHERLERİNİN ATEŞ ANALİZİ

Ahmet Turan¹, Onuralp Yücel²

¹Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi,
77200, Yalova, Türkiye

²Metalurji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, Kimya-Metalurji Fakültesi, İstanbul Teknik
Üniversitesi, 34469, Maslak, İstanbul, Türkiye

Ateş analizi (İng. fire assay) metodu, cevher, konsantre ve atıkların soy metal içeriklerini tespit etmek için kullanılan en yaygın tekniktir. Söz konusu yöntem, soy metal içeren numunelerin çeşitli curuflaştırıcılar (CaCO_3 , Na_2CO_3 , $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ vb.) ve PbO kullanılarak redüktif şartlarda ergitilmesi, soy metallerin indirgenen metalik kurşun fazından ayrılması (küpelasyon) ve son olarak elde edilen soy metallerin analizi aşamalarını içeren üç kademeli bir süreçtir. Piritik refrakter altın cevherleri, ana yapısı FeS_2 olan ve direkt olarak ergitildiklerinde bir mat fazı (sülfürlü bileşiklerin karışımı) oluşturan cevher tipleridir. Piritik cevherlerin ateş analizinde indirgenen kurşun cevherde bulunan kükürt ile reaksiyona girerek mat fazında toplanır ve metalik fazda yeteri kadar toplanamadığından doğrudan analiz sonuçlarını etkiler. Bu tip cevherlerde cevherin kükürt içeriğinin ateş analizi öncesi kavurma işlemi ile uzaklaştırılması sıklıkla kullanılan bir yöntemdir ancak kavurma esnasında ortaya çıkan SO_x gazlarının analizi yapan personele ve çevreye karşı son derece zararlı ve kullanılan teçhizata karşı korozif etkileri bulunmaktadır. Alternatif bir yöntem olarak piritik refrakter altın cevherlerinin ateş analizlerinin ergitme kademesinde, kurşunu mattan redüklemek için şarj karışımına metalik demir ilavesi yapılmaktadır. Bu çalışmada piritik altın cevherlerinin ateş analizi ile Au ve Ag içeriklerinin belirlenmesinde uygun sıcaklık, demir ve curuflaştırıcı ilavesi gibi değişkenlerin belirlenmesine çalışılmıştır. Kullanılan cevherleri, oluşan mat ve metal fazlarını ve elde edilen soy metalleri karakterize etmek için, atomik absorpsiyon spektrometrisi (AAS), indüktif kuplajlı plazma spektrometrisi (ICP), X-ışınları floresans spektrometrisi (XRF) ve X-ışını difraksiyonu (XRD) teknikleri kullanılmıştır.



Şekil 1. Ateş analizinin kademeleri; **(A)** redüktif ergitme sonucu soy metal içeren metalik kurşun fazının elde edilmesi, **(B)** küpelasyon ve **(C)** küpelasyon sonucu elde edilen soy metal alaşımı boncuk.

Tablo 1. 1100 °C’de, şarja ağırlık %120 ve farklı miktarlarda Na_2O_2 ilaveleri ile yapılan deneylerin sonuçları.

Na_2O_2 ilavesi (ağırlık %, ilave/şarj)	Kurşun Düğme (g)	Au-Ag Alaşımı Boncuk (mg)	Cevherin Ölçülen Au İçeriği (g/t)	Cevherin Ölçülen Ag İçeriği (g/t)
20	127,93	0,29	0,362	5,4
30	125,91	0,85	0,804	16,1
40	125,59	0,85	1,240	16,7
50	124,38	0,88	0,800	16,8
60	124,22	0,91	0,882	17,3

İYONİK SIVI DAĞILIMLI SIVI SIVI MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE NİKELİN ÖNDERİŞTİRİLMESİ VE AAS İLE TAYİNİ

Esra Bağda¹, Nuket Kartal Temel², Mustafa Tüzen³

¹Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 5800,Sivas, Türkiye

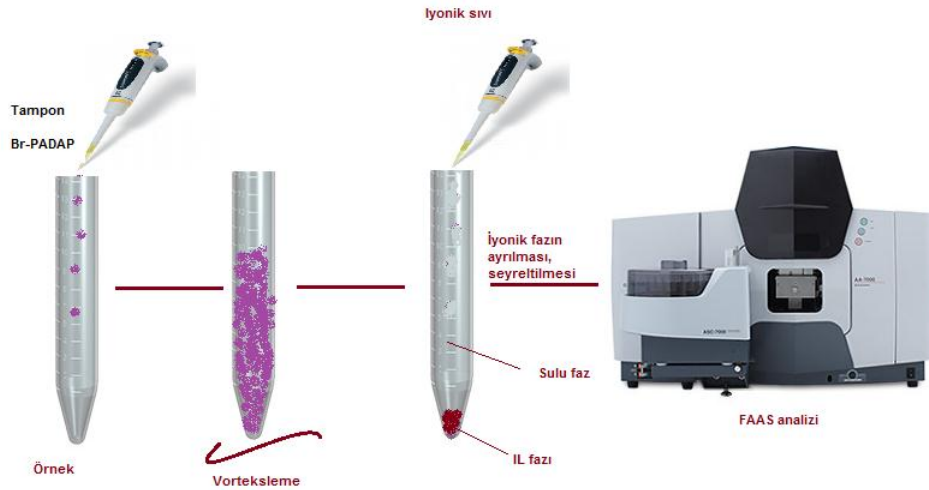
²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 5800,Sivas, Türkiye

³ Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Gaziosmanpaşa Üniversitesi, 60250, Tokat, Türkiye

Nikel, korozyon stabilitesi, sertliği gibi özelliklerinden dolayı paslanmaz çelik endüstrisi başta olmak üzere metal endüstrisinde çok kullanılan bir elementtir. Çevresel örneklerde nikel birikiminin en önemli nedeni bu endüstrilerden salınımlar ve atıklardır [1]. Nikelin bitkisel örnekler gibi gıdalarda aşırı birikimi, bu gıdaları tüketen organizmalar için önemli sağlık sorunları yaratmaktadır. Bu nedenle nikelin eser ve ultra eser düzeylerde belirlenmesi ve tayini önemlidir.

İyonik sıvılar toksik türlerin ekstraksiyonunda son yıllarda yaygın kullanılan reaktiflerdir ve çevre dostu olarak nitelendirilirler [2]. Birçok türün sıvı sıvı ekstraksiyonunda kullanılmaktadırlar [3].

Bu çalışmada nikel tayini için yeni bir iyonik sıvı dağıtıcı sıvı sıvı ekstraksiyonu yöntemi geliştirilmiştir. Yöntemde ilk olarak nikelin Br-PADAP ile kompleksi oluşturulmuştur. Oluşturulan kompleks, ortama mikrolitre mertebesinde eklenen iyonik sıvı (1-hexyl-3-methylimidazolium bis (trifluoromethyl sulfonyl) imide) faza çekilerek zenginleştirilmiştir. İyonik sıvı fazda zenginleşen nikel derişimi FAAS ile belirlenmiştir. Yöntemin deneysel parametreleri (pH, Br-PADAP derişimi, iyonik sıvı miktarı, dağıtıcı reaktif derişimi gibi) optimize edilmiştir.



Şekil 1. İyonik sıvı dağılımlı sıvı sıvı mikroekstraksiyonu

Referanslar

- [1] E. Punrat, P. Tutiyaarn, S. Chuanuwatanakul, O. Chailapakul, Talanta (2017) in press.
- [2] E. Bağda, M. Tüzen, RSC Advances 5 (130) (2015) 107872-107879.
- [3] E. Bağda, M. Tüzen, Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 306 (2) (2015). 385-392.

NADİR TOPRAK METALİ DOPLANMIŞ FOSFORLARIN OPTİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Gizem Erdoğan¹, Kadriye Ertekin², Serdar Yıldırım^{3,4}, Erdal Çelik^{3,4}

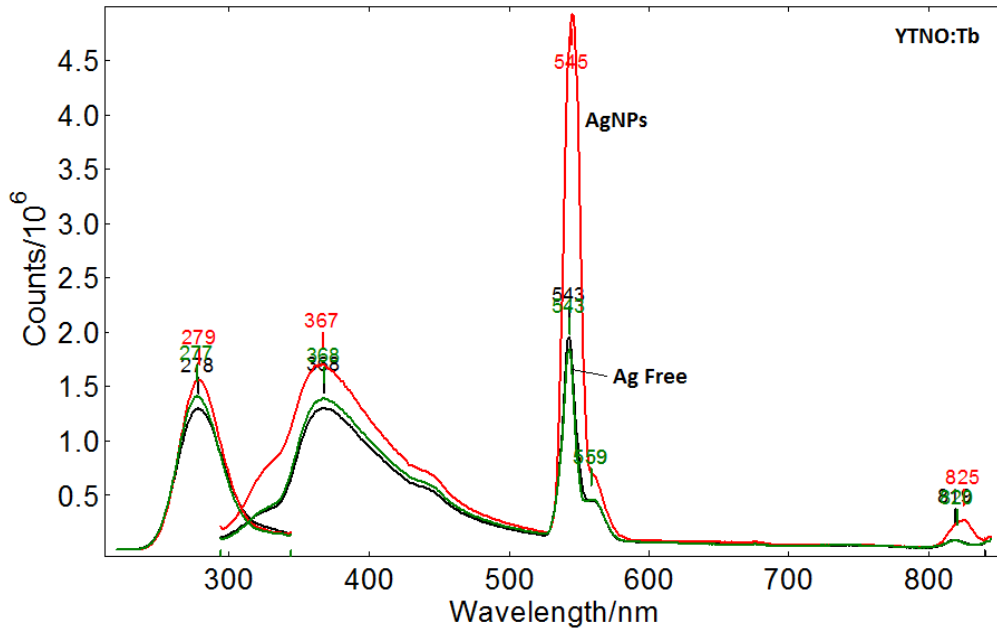
1 Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Bilimleri Enstitüsü Kimya Yüksek Lisans, 35390, Tınaztepe, İzmir

2 Dokuz Eylül Üniversitesi, Fen Fakültesi Kimya Bölümü, 35390, Tınaztepe, İzmir

3 Dokuz Eylül Üniversitesi, Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi(EMUM), 35390, Tınaztepe, İzmir

4 Dokuz Eylül Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalürji ve Malzeme Mühendisliği Bölümü, 35390, Tınaztepe, İzmir

Fosforlar günümüzde ekran teknolojileri, sintilatör malzemeler ve görüntüleme ajanları olarak uygulama bulmaktadır. Ekran teknolojileri cep telefonu, TV, bilgisayar ve LCD ekranı gibi çok yaygın kullanılan bir alanı kapsamaktadır. Bu nedenle fosfor araştırmaları AR-GE çalışmalarında hedef gösterilmiş, ticarileşmiş ve ticarileşme potansiyeli olan alanlardır. Bu çalışmada $\text{YTa}_{0.85}\text{Nb}_{0.15}\text{O}_4$ (YTNO) ile Tb^{3+} ve Dy^{3+} doplanmış YTNO formlarının suda dağılmış ve silikon matrikse gömülmüş durumda reflektans, absorpsiyon, eksitasyon ve emisyon performansları incelenmiştir. Ayrıca nano boyutta sentezlenmiş metalik gümüş silikon matrikse eklenip YTNO formlarının spektral özellikleri üzerine olan etkileri araştırılmıştır. Silikon matriks çalışmalarında ortamda nano boyutlu (87 nm) metalik gümüş parçacıklarının bulunmasının tüm formlarda hem 370 nm bölgesindeki geniş bant hem de 550 nm bölgesindeki keskin dar bant emisyon pikini kuvvetlendirdiği gözlemlenmiştir. Silikon matriksteki Tb doplanmış YTNO fosforun emisyon karakteristiklerine nano boyutlu gümüş parçacıkların(AgNPs) etkisi Şekil 1’de gösterilmiştir.



Şekil 1. Silikon matriksteki Tb doplanmış YTNO fosforun emisyon karakteristiklerine nano boyutlu gümüş parçacıkların etkisi.

Referanslar

[1] S. Yıldırım, S. Demirci, K. Ertekin, E. Çelik, Z. A. Alicikus, Journal of Advanced Ceramics, 6, (2017) 33-42.

Fe₂O₃-GRAFEN KOMPOZİT ANOTLARIN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

Hilal Köse, Şeyma Dombaycıoğlu, Ali Osman Aydın

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Sakarya Üniversitesi, 54170, Sakarya, Türkiye

Şarj edilebilir pil grubunda olan lityum iyon piller hafif bir yapıya, yüksek enerji depolama verimliliğine ve enerji yoğunluğuna (100-150 Wh kg⁻¹) sahiptir [1]. Lityum iyon pillerin kullanıldığı elektronik cihazlar ve hibrit araçlar göz önüne alındığında daha yüksek enerji yoğunluğuna, yüksek şarj-deşarj hızı ve tersinir kapasiteye sahip pillerin elde edilmesi için dayanıklı, toksik olmayan ve ucuz materyallerin elektrot olarak geliştirilmesi büyük önem arz etmektedir. Bu bağlamda, 372 mAh g⁻¹ teorik spesifik kapasiteye sahip ticari grafit anoda göre daha geniş tersinir kapasite sağlayan geçiş metal oksitleri alternatif anot materyali olmuştur [2]. Bu metal oksitlerden Fe₂O₃, yüksek teorik spesifik kapasitesi (1005 mAh g⁻¹), bol bulunan bir madde olması, düşük toksisite ve maliyeti sebebiyle ticari uygulamalarda büyük potansiyele sahip bir anot materyalidir [3]. Fakat lityumun yapıya giriş-çıkışı esnasında yapı küçük metal kümelerine parçalanarak geniş hacim artışına ve bozunmaya uğrar. Bu da zayıf elektriksel iletkenliğe ve kapasite kaybına sebep olur [2]. Bu tür problemleri çözmek amacıyla, yüksek kapasiteli materyali hacim değişimine adapte edecek ve tampon görevi görecekarbon nanotüp gibi güçlü bir kılıf içine hapsedmek [4] ya da grafen tabakaları arasında aktif maddeyi dekore etmek [5] gibi birçok önlem alınabilmektedir. Grafen (G) yüksek elektronik iletkenliği, geniş yüzey alanı ve mekanik özellikleri ile yüksek performanslı elektrot materyalleri için çok uygun bir bileşendir. Kimyasal olarak modifiye edilmiş grafen ile metal oksitlerin oluşturduğu hibrit yapılar elektrot kapasitesini ve çevrim ömrünü arttırmak amacıyla kullanılmaktadır [3].

Bu çalışmada, sol-jel yöntemiyle üretilen Fe₂O₃ nanotozları modifiye Hummer's metodu ile üretilen grafen oksit (GO) tabakaları arasında ultrasonikasyon ile dağıtılarak vakum filtrasyon ile Fe₂O₃-GO kağıtları üretilmiştir. Elde edilen yapı indirgenerek bağlayıcı katmadan kullanılabilen esnek ve serbest (free-standing) Fe₂O₃-G elektrotların üretimi sağlanmıştır. Fe₂O₃-G kompozitlerin yapısal ve morfolojik karakterizasyonları sırasıyla x-ışını difraksiyonu (XRD) ve alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile gerçekleştirilmiş olup optik özellikleri fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR) ve Raman spektroskopisiyle incelenmiştir.

Referanslar

- [1] H. Köse, Li-İyon Piller için Sol-Jel Yöntemiyle SnO₂/ÇDKNT Nanokompozit Anot Üretimi, Doktora Tezi, Sakarya Üniversitesi, 2015, Sakarya, Türkiye.
- [2] X. Zhu, Y. Zhu, S. Murali, M.D. Stoller, R.S. Ruoff, ACS Nano, 5(4) (2011) 3333–3338.
- [3] G. Xia, N. Li, D. Li, R. Liu, C. Wang, Q. Li, X. Lu, J.S. Spendelow et.al. ACS Appl. Mater. Interfaces, 5 (2013) 8607–8614.
- [4] H. Köse, S. Karaal, A.O. Aydın, H. Akbulut, J. Power Sources 295 (2015) 235-245.
- [5] F. Lin, H. Wang, J. Mater. Research, 30(18) (2015) 2736-2746.

ICP-MS İLE KÖMÜR KÜLÜ ANALİZİ İÇİN YÜRÜTÜLEN AKREDİTASYON ÇALIŞMALARI

Nilgün Oğuz, Gülsüm Turgut, Aydın Mert Akgün

Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, Maden Analizleri ve Teknolojisi Dairesi
Başkanlığı, Analiz Laboratuvarları Koordinatörlüğü, Jeokimya Birimi, 06800, Ankara,
Türkiye

Akreditasyon; Uygunluk Değerlendirme Kuruluşlarının (Laboratuvarlar, Muayene ve Belgelendirme Kuruluşları), ulusal veya uluslararası yetkili bir kuruluş tarafından uluslararası kabul görmüş teknik kriterlere göre değerlendirilmesi, yeterliliklerinin onaylanarak resmi tanınırlık verilmesidir. Bu amaçla, uygunluk değerlendirme kuruluşlarınca gerçekleştirilen çalışmaların ve bu çalışmalar sonucunda düzenledikleri uygunluk teyit belgelerinin güvenilirliğini ve geçerliliğini desteklemek amacıyla bir kalite altyapısı kurmaları gerekmektedir. Böylelikle Akredite olan bir Uygunluk Değerlendirme Kuruluşu tarafından verilen bir uygunluk belgesine sahip bir ürün veya hizmet, bu ürün veya hizmet için uygulanabilir olan gereklilikleri sağlamakta olduğuna dair uluslararası geçerlilik ve güven telkin eder.

İlk olarak MTA Genel Müdürlüğü, Maden Analizleri ve Teknolojisi Dairesi Laboratuvarlarında kurulan Kalite Yönetim Sistemi ve Laboratuvarların Teknik Yeterliliği, TS EN ISO/IEC 17025 Standardına göre ve 04.10.2010 tarihinde ile TÜRKAK tarafından akredite edilmiştir. Her yıl akreditasyon kapsamı genişletme çalışmaları yapılarak, akredite parametre sayısı 2016 yılı itibari ile toplamda 43 metot ve 81 parametreye ulaşmıştır. 2017 yılı için kapsam genişletme çalışmaları kapsamında, Analiz Laboratuvarlarına gelen kömür külü numunelerinde As, Cu, Mn, Ni ve V elementlerinin tayini için akreditasyon çalışmaları yürütülmüştür.

Öncelikle analizi yapılacak kömür külü numunesinin tespiti ile çalışmalara başlanmıştır. Orta kalitede, yüksek S (Kükürt) içeriği olan, 2500-3000 kcal ısı değere sahip yerli linyit numunesi ile, ASTM D6357 standardına göre çalışmalar yürütülmüştür. 250 µm'nin altına öğütülen numuneler, 500°C'ye kadar sıcaklığa sahip fırınlarda külleştirildikten sonra nitrik asit, hidroklorik asit ve hidroflorik asit yardımıyla çözülmüş ve ICP-MS cihazı ile analizleri gerçekleştirilmiştir. Analiz sonuçları elde edildikten sonra ölçüm belirsizliği, homojenite, tekrarlanabilirlik, tekrar üretilebilirlik, sağlamlık, seçicilik, gözlenebilirlik sınırı (LOD) ve tayin sınırı (LOQ) ile ilgili hesaplamalar yapılmıştır. Yürütülen bu çalışmaların ardından TÜRKAK tarafından gerçekleştirilen denetlemeler sonucunda, kömür külünde As, Cu, Mn, Ni ve V elementlerinin tayininde, MTA Analiz Laboratuvarları olarak akredite olmaya hak kazanılmıştır.

Referanslar

- [1] TS EN ISO/IEC 17025 “Deney ve Kalibrasyon Laboratuvarlarının Yeterliliği İçin Genel Şartlar”.
- [2] ASTM D6357 “Standard Test Methods for Determination of Trace Elements in Coal, Coke, and Combustion Residues from Coal Utilization Processes by Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectrometry, Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry, and Graphite Furnace Atomic Absorption Spectrometry”.

MAGMATİK KAYAÇLARDA ASİTLE Zr ÇÖZME ÇALIŞMASI

Nilgün Oğuz, Zümrüt Alkan, Leyla Şimşek

Maden Tetkik ve Arama Genel Müdürlüğü, Maden Analizleri ve Teknolojisi Dairesi
Başkanlığı, Analiz Laboratuvarları Koordinatörlüğü, Jeokimya Birimi, 06800, Ankara,
Türkiye

Magmatik kayaçlar, yer kabuğundaki plaka hareketleri sırasında plakaların yere batma veya çıkması ile yeryüzünde soğuyarak katılaşması sonucu oluşan kayaç türleridir. Bu kayaçlar yapılarında bulunan silikat minerallerine ve yüzey derinliklerine göre adlandırılırlar. Magmatik kayaçlar, bileşimlerine göre ultramafik, mafik, ortaç ve felsik olarak sınıflandırılırlar. Bu bileşimlerden mafik, ortaç ve felsik kayaçlarda başta zirkon olmak üzere asitlere yüksek direnç gösteren niobyum, tantalum elementlerini farklı çözme metotları ile çözeltiye alma çalışmaları yapılmıştır. Özellikle kararlı hegzagonal kristal formuna sahip Zr minerali sıcaklığa ve korozyona karşı yüksek direnç göstermektedir. Bu sebeple Zr'un çözünmesi, geleneksel metotlarla oldukça zordur.

Bu çalışma, MTA Jeoloji Etütleri Dairesi'nin yurt dışına analiz için yolladığı magmatik kayaç örneklerinin MTA laboratuvarlarında analizlenmesini amaçlamaktadır. Çalışma kapsamında farklı asit karışımları ile çözme çalışmaları yapılmış, optimum şartların belirlenmesi için farklı gün sayısı ve ısıtma süreleri denenmiştir. Çalışılan matriksler bazalt, gabro, andezit, dasit, riolit, granit ve pegmatittir. Çözme işleminde Sertifikalı Referans Malzemeler yanında Jeoloji Etütleri Dairesi'nin yurt dışındaki laboratuvarlara analiz için yollamış olduğu örnekler de kullanılmıştır.

Yapılan çalışmalarda magmatik kayaçlarda (bazalt, gabro, andezit, dasit, riolit, granit ve pegmatit) çözme işlemi sonuçları yurtdışı laboratuvar sonuçları ile uyum sağlamıştır. Çalışmalar sonucunda 4'lü asit kullanılarak ($\text{HCl} + \text{HNO}_3 + \text{HClO}_4 + \text{HF}$) 7 gün 110°C 'de ısıtma yöntemi benimsenmiştir. Bazalt, gabro, andezit, dasit, riolit, granit ve pegmatit matriksli kayaçlarda bağıl standart sapma değeri en fazla %10 olacak şekilde gerçek değere yakın sonuçlar alınmıştır.

Referanslar

- [1] R.M. Beydokhti, M.H. Karimpour, S.A. Mazaheri J.F. Santos ve U. Klötzli, Journal of Asian Earth Sciences, 111 (2015) 192–205.
- [2] K. Hollocher J. Bullb ve P. Robinson, Physics and Chemistry of the Earth Parts A/B/C, 27 (2002) 5-45.

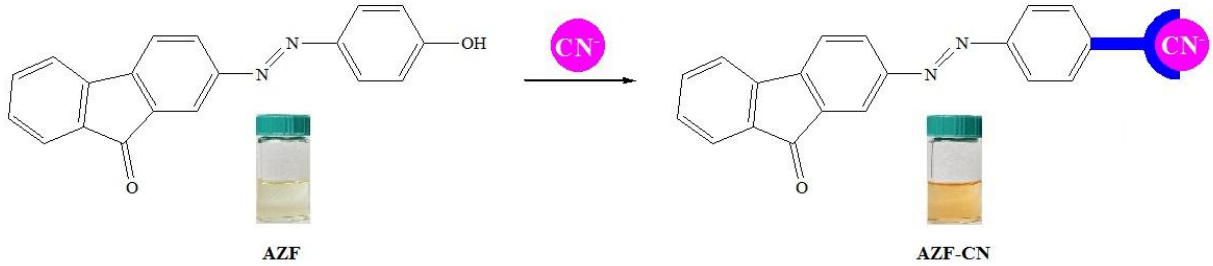
SULU ORTAMDA SİYANÜR İYONLARINA KARŞI SEÇİMLİ AZOFLUORENON BAZLI KOLORİMETRİK SENSÖRÜN SENTEZİ VE UYGULAMALARI

Ömer Kaan Koç, Hava Özay

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, 17100,
Çanakkale, Türkiye

Biyolojik, çevresel ve endüstriyel proseslerde önemli rollerinin yanı sıra anyonlar organik ve inorganik sistemlerde, algılama ve taşıma uygulamalarıyla da büyük önem teşkil etmektedir [1]. Anyonlar içerisinde toksik etkisi en fazla olan anyonlardan biri siyanürdür [2]. Siyanür sahip olduğu güçlü nükleofilik özelliği sayesinde sitokrom-c'nin aktif bölgesinde bulunan Fe(III) iyonuna bağlanmakta ve mitokondriyal elektron taşıma zincirini inhibe ederek dakikalar içerisinde oksidatif metabolizmayı ve oksijen kullanımı azaltmaktadır [3]. Bununla beraber siyanür tuzları endüstriyel birçok proste sıklıkla kullanılmakta ve biyolojik arıtma işlemleri uygulanmadan çevreye salınmaktadır [4]. Çevreye salınan siyanür toprağı ve yer altı sularını sürekli kirletmektedir. İnsan vücuduna alınımı özellikle içme suları ile olan siyanürün su numunelerinde tespit edilmesi son derece önemli ve gereklidir [5].

Bu çalışmada, yapısında florenon ve fenol gruplarını içeren yeni bir azo boyar madde esaslı kolorimetrik sensör 4-(9-fluorenonilazo)-fenol (AZF) sentezlendi. AZF'nin yapısı FT-IR, ^1H ve ^{13}C NMR teknikleri ile aydınlatıldı. Yapısı aydınlatılan AZF'nin EtOH-H₂O (1:1, v/v) çözücü karışımında anyonlar ile etkileşimi incelendi. İncelemeler sonucunda AZF'nin siyanür iyonuna karşı mükemmel bir seçicilik gösterdiği hem görsel hem de spektrofotometrik yöntemlerle belirlendi.



Şekil 1. AZF ile CN^- iyonu arasındaki algılama mekanizması.

Referanslar

- [1] T. Liu, F. Huo, J. Li, F. Cheng, C. Yin, Sensors and Actuators B: Chemical, 239 (2017) 526-535.
- [2] H. Özay, M. Yıldırım, Ö. Özay, Turkish Journal of Chemistry, 39 (2015) 777-788.
- [3] X. Cheng, H. Li, F. Zeng, Q. Lin, Y. Zhang, H. Yao, T. Wei, Dyes and Pigments, 127 (2016) 59-66.
- [4] Z.M. Sahin, D. Alimli, M.M. Tonta, M.E. Kose, F. Yilmaz, Sensors and Actuators B: Chemical, 242 (2017) 362-368.
- [5] A.S. Murugan, E.R.A. Noelson, J. Annaraj, Inorganica Chimica Acta, 450 (2016) 131-139.

A SENSITIVE AND SELECTIVE DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED ULTRASOUND-ASSISTED LIQUID PHASE MICROEXTRACTION OF CADMIUM AND COPPER

Pertab Menghwar^{1, 2}, Erkan, Yılmaz², Syed Tufail Hussain Sherazi¹, Mustafa Soylak²

¹National Centre of Excellence in Analytical Chemistry, University of Sindh, Jamshoro.
Pakistan

²Faculty of Sciences, Department of Chemistry, Erciyes University, 38039 Kayseri, Turkey

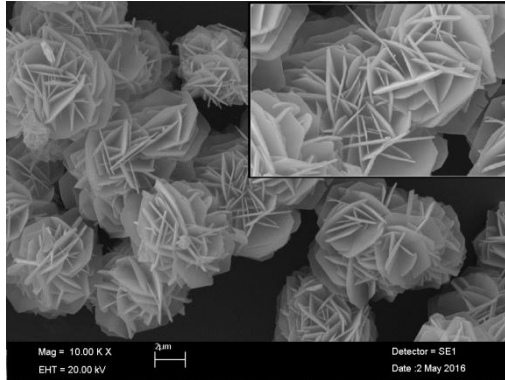
A sensitive and selective deep eutectic solvent based ultrasound-assisted liquid phase microextraction (DES-UALPME) method has been developed for preconcentration of cadmium and copper in real samples. DESs are cheap, eco-friendly and offers, a green substitute to conventional extraction solvents such as organic solvents, ionic liquids and supramolecular solvents. Cadmium and copper were complexed with 2-(5-bromo-2-pyridylazo)-5- (diethylamino) phenol (5-Br-PADAP) to increase the extraction capabilities in the deep eutectic solvent (DES). Cadmium and copper concentrations in DES rich phase were measured by a micro-sample injection system coupled with flame atomic absorption spectrometer (MS-FAAS). The effects of pH, ligand concentration, DES type and volume, sample volume on extraction capability were investigated. The results showing that the extraction of Cd (II) and Copper (II) are quantitatively with maximum in the pH range of 10 and 11. In conclusion, the performance characteristics of the developed method were compared with reported liquid phase microextraction procedures.

KROMUN KATI FAZ EKSTRAKSİYONU İLE ÖN-DERİŞTİRİLMESİNDE NANOTABAKALI ÇİFT HİDROKSİT MİKROKÜRELERİN ADSORBAN OLARAK KULLANIMI

Şerife Tokaloğlu, Halit Yıldız, Emre Yavuz, Şaban Patat

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, 38039, Kayseri, Türkiye

Krom yer kabuğunda yaygın olarak bulunan bir metaldir. Doğal olarak (başlıca kayaç tozları ve volkanik aktivite) ve insan aktiviteleri ile (metal endüstrileri, yağ ve kömür yanması, atık yakımı gibi) çevreye yayılır. Krom kirliliği yüzey ve yeraltı sularında ciddi çevre problemlerinden biri olmuştur. Çevre örneklerinde bulunan kromun doğru ve duyarlı tayini oldukça önemlidir. Günümüzde nanoteknoloji, nanomalzemelerin mikrobeyutlu malzemelere göre farklı fiziksel ve kimyasal özelliklere sahip olmasından dolayı ilaç, elektronik, tarım, gıda endüstrisi ve biyoteknoloji gibi birçok alanda kullanılmaktadır. Nanomalzemelerin en ilginç özelliklerinden biri yüksek yüzey atom kesrinden dolayı yüksek yüzey alanı/hacim oranıdır. Bu nedenle nanoadsorbanların örnek hazırlama için kullanımı, yüksek adsorpsiyon kapasitesi, yüksek zenginleştirme faktörü ve yeniden kullanılabilirlik gibi bazı avantajlar sağlar. Bunların arasında tabakalı çift hidroksitler, birlikte çöktürme metodlarıyla değişik morfolojilerde sentezlenebilir. Sinerjik özelliği, pahalı olmaması ve çevre dostu olması bu malzemenin avantajları arasındadır.



Şekil 1. Ni/Co nanotabakalı çift hidroksit mikrokürelerin SEM görüntüsü

Bu çalışmada çiçek benzeri Ni/Co nanotabakalı çift hidroksit mikroküreler sentezlenmiş ve karakterize edilmiştir. Malzeme Cr(III)'ün katı faz ekstraksiyonu için adsorban olarak kullanılmıştır. Ön-deriştirme sonrası çözeltilerde krom tayini alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile yapılmıştır. Cr(III)'ün geri kazanma değeri üzerine pH, adsorban miktarı, adsorpsiyon ve elüsyon etkileşim süresi, elüent türü, derişimi ve hacmi gibi parametrelerin etkisi araştırılmıştır. Optimum pH 7 olarak bulunmuştur. Elüent 5 mL 2.5 mol L⁻¹ HNO₃ dir ve adsorban miktarı 100 mg'dır. Adsorpsiyon ve elüsyon için etkileşim süresi 8 ve 6 dakika olarak optimize edilmiştir.

Referanslar

- [1] F.Hernandez, F. Séby, S. Millour, L. Noël ve T. Guérin, Food Chemistry, 214 (2017) 339–346.
- [2] M.Ahmadi, H. Elmongy, T. Madrakian ve M. Abdel-Rehim, Analytica Chimica Acta, 958 (2017) 1-21.
- [3] A. Forticaux, L.Dang, H.Liang ve S. Jin, Nano Letters, 15 (2015) 3403-3409.

ZnO-GRAFEN NANOKOMPOZİT ANOTLARIN MORFOLOJİK VE SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİ

Seyma Dombaycıoğlu, Hilal Köse, Ali Osman Aydın

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Sakarya Üniversitesi, 54170, Sakarya, Türkiye

Lityum iyon (Li-iyon) piller yüksek enerji yoğunluğu ve yüksek güç yoğunluğuna sahip olması, uzun ömürlü ve çevre dostu olması sebebiyle son yıllarda kullanılan en önemli enerji depolama cihazlarından biri olmaktadır [1]. Li-iyon pillerin günümüzde küçük boyutlu mobil cihazlar ve elektronik cihazlarda kullanılmasının yanı sıra yakın gelecekte daha büyük boyutlu elektrikli araçlar (EV) ve hibrit elektrikli araçlarda (HEV) kullanımının artması beklenmektedir [2]. Metal oksitlerinin anot malzemesi olarak kullanılması, yüksek teorik spesifik kapasiteye sahip olması ve güvenlik özelliklerinin iyi olmasından ötürü dikkat çekmektedir [3,4]. Li-iyon pillerde ticari olarak kullanılan grafit anodun deşarj kapasitesi $\sim 370 \text{ mAhg}^{-1}$ iken ZnO anot materyali 978 mAhg^{-1} değerinde yüksek teorik kapasiteye sahip olmaktadır [5]. Ancak, lityum giriş-çıkışı boyunca ZnO elektrotta büyük oranda gerçekleşen hacim genişlemesi düşük elektronik iletkenliğe ve böylece kapasite kaybına sebep olmaktadır [6]. Metal oksit elektrotların elektrokimyasal performanslarını bazı teknikler kullanarak geliştirmek mümkündür. Bunlardan metal oksit tanecik boyutunun küçültülmesi Li^+ iyonlarının difüzyon yolunun kısaltılmasını sağlar. Bir diğer yöntem olan metal oksit elektrotta karbonlu materyallerin katılması ise şarj-deşarj boyunca oksitlerin pulverizasyonunu azaltarak yapısal bütünlüğün korunmasını sağlamaktadır [7]. Bu amaçla, iki boyutlu karbon materyali olan ve üstün elektriksel iletkenlik, yüksek yüzey/hacim oranı, ultra incelik, yapısal esneklik ve kimyasal stabilite gibi özelliklere sahip olan grafen anot malzemesinde meydana gelen hacim genişlemesini önleyerek elektrokimyasal performansı artırmak amacıyla kullanılmaktadır [8].

Bu çalışmada, ZnO nanotozları sol-jel yöntemiyle üretilmiş ve Hummer's metodu ile sentezlenen grafen oksit (GO) tabakaları arasına ultrasonikasyon yöntemiyle dağıtılmıştır. Sonrasında vakum filtrasyon yöntemi ile ZnO-GO kağıtları üretilmiştir. Elde edilen ürün hidrazin varlığında indirgenerek esnek ve serbest (free-standing) ZnO-G elektrotların üretimi sağlanmıştır. Sırasıyla x-ışını difraksiyonu (XRD) ve alan emisyonlu taramalı elektron mikroskobu (FESEM) ile ZnO-G nanokompozit anotların yapısal ve morfolojik karakterizasyonları yapılmıştır. Fourier transform infrared spektroskopisi (FT-IR) ve Raman spektroskopisiyle de optik özellikleri incelenmiştir.

Referanslar

- [1] L. Lu, X. Han, J. Li, J. Hua, M. Ouyang, Journal of Power Sources, 226 (2013) 272-288.
- [2] Ş. Dombaycıoğlu, H. Köse, A.O. Aydın, H. Akbulut, International Journal of Hydrogen Energy, 41 (2016) 9893-9900.
- [3] P. Poizot, S. Laruelle, S. Grugeon, L. Dupont, J.M. Tarascon, Nature, 407 (2000) 496-499.
- [4] X.S. Zhou, L.J. Wan, Y.G. Guo, Advance Materials, 25 (2013) 2152-2157.
- [5] R. Guo, W. Yue, Y. An, Y. Ren, X. Yan, Electrochimica Acta, 135 (2014) 161-167.
- [6] H. Wanga, Q. Pana, Y. Chenga, J. Zhaob, G. Yina, Electrochimica Acta, 54 (2009) 2851-2855.
- [7] M. Yu, A. Wang, Y. Wang, C. Lia, G. Shi, Nanoscale, 6 (2014) 11419-11424.
- [8] Z.S. Wu, W. Ren, L. Wen, L. Gao, J. Zhao, Z. Chen, G. Zhou, F. Li, H.M. Cheng, Acs Nano, 4 (2010), 3187-3194.

BİTKİLERDEKİ As in ICP-MS İLE TAYİNİNDE He ÇARPIŞMA HÜCRESİNİN KULLANILMASI

Ayşe ŞAP, Mehmet YAMAN, Maruf DEMİREL

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Fırat Üniversitesi, ELAZIĞ, Türkiye

ICP-MS güvenilir ve yüksek performanslı bir analiz metodu olarak bilinir. Bu metodun önemli bir dezavantajı spektral ve spektral olmayan bazı girişimlerden etkilenmesi ve bu nedenle uygulamalarının sınırlanmasıdır. Offline önlemlerin zaman ve teknik yönden zorlukları sebebiyle çarpışma hücresi ve HR-ICP-MS kullanımı geliştirilmiştir[1]. Arsenik tayininde ölçüm basamağında yüksek klorür içeren örneklerde Ar gazıyla oluşan $^{40}\text{Ar}^{35}\text{Cl}^+$, $^{38}\text{Ar}^{37}\text{Cl}^+$ ve $^{40}\text{Ca}^{35}\text{Cl}^+$ gibi poliatomik bileşenler ^{75}As 'in kütle/yük değeriyle eşleştigiinden girişime neden olur.

Bu çalışmada, ICP-MS ile As tayininde klorür ve kalsiyumdan kaynaklanabilecek girişimleri önlemek için He ile çarpışma yöntemi kullanıldı. Bu metotta, oluşan ArCl^+ türü, gönderilen He gazı ile çarpışma sonucu parçalanır ve böylece ^{75}As sinyaliyle girişim yapması önlenir. Öngörülen metod, farklı bitki türlerindeki As tayinlerine uygulandı. Elde edilen sonuçlardan sınır değerinin üzerinde As içeren su ortamında büyüyen Üçgül (*Trifolium sp.*) bitkisinin 2200 ppb gibi bağıl olarak büyük derişimde As içerdiği gözlenirken aynı suda yetişen Peygamber çiçeği (*Centaurea cyanus*) ve hardal (*Brassica nigra*) yapraklarında 500'er ppb As bulundu. Sonuçların doğruluğunu test için standard refereans materyali (SRM: Bush branches and leaves-NCSDC73348) aynı şartlar ve işlemler kullanılarak analiz edildi.

Referanslar

[1] J. Darrouzes, M. Bueno, G. Lespes, M. Holeman, M. Potin-Gautier, Optimisation of ICPMS collision/reaction cell conditions for the simultaneous removal of argon based interferences of arsenic and selenium in water samples, Talanta, 71 (2007) 2080–2084.

BAZI SIVI YAĞ ÖRNEKLERİNDE TOPLAM VANADYUMUN V(V) OLARAK EKSTRAKSİYONU, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ ve SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

¹Berna Kuş, ²Nuket Kartal Temel, ²Ramazan Gürkan

¹Biyokimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58140, Sivas, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58140, Sivas, Türkiye

Vanadyum, doğada genellikle V(V) ve V(IV) olarak iki farklı yükseltgenme basamağında bulunmaktadır. V(V) insan sağlığı için V(IV)'e göre daha toksiktir. Düşük miktarlarda vanadyum insan sağlığı için elzem olan bir element olmasına rağmen, yüksek miktarlarda insan sağlığı için toksik etki yaratır. V(IV), vanadil sülfat, VOSO₄ olarak, şeker hastalığının tedavisinde doza bağlı koruyucu bir bileşen olarak kullanılırken, V(V) aşırı miktarlarda iskelet sistemine, solunum yollarına, sinir ve sindirim sistemine zarar verebilir [1,2]. Vanadyumun, sebze ve süt ürünleri gibi bazı gıdalarda bulunma olasılığı yüksektir [3,4]. EPA'nın vanadyum için belirlediği izin verilebilir sınır değeri 50 mg L⁻¹'dir [5]. Bu nedenle bu çalışmamızda gerçek örneklerde eser miktarlarda bulunan toplam vanadyumun analit olarak seçilen V(V)'in izlenmesine ve tayin edilmesine dair seçiciliği yüksek yeni bir analitik yöntem geliştirilmeye çalışılmıştır. Önerilen bu yöntem, V(IV) varlığında anlamlı bir duyarlılık farkıyla zayıf asidik ortamda, pH 4.5, EDTA ile kararlı anyonik şelat oluşumu sonrası katyonik bir boya olan Safranin T ile iyon çifti kompleks oluşumu, kompleksin surfaktanca zengin faza çekilmesi ve seyreltici bir çözücü ile surfaktanca zengin fazın seyreltilmesi sonrası, 533 nm'de V(V)'in seçimli spektrofotometrik tayinine dayanır. Deneyde pH, tampon çözelti miktarı, şelat oluşturuç ligant, iyon-çifti oluşturuç boya ve surfaktan derişimi gibi ekstraksiyonu verimini etkileyen parametrelerin optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Optimal koşullarda genişçe bir derişim aralığında saptanan kalibrasyon verileri sonrası, matrikse uyumlu bir sertifikalı materyalle yöntem geçerli kılınacak ve geliştirilen bu yöntemin yenilebilir sıvı yağ örneklerine uygulanabilirliği test edilecektir.

Referanslar

- [1] T.S. Anirudhan, P.G. Radhakrishnan, Chem. Eng. J. 165(2010) 142–150.
- [2] A. Padilla-Rodríguez, J.A. Hernández-Viezas, J.R. Peralta-Videa, J.L. Gardea-Torresdey, O. Perales-Pérez, F.R. Román-Velázquez, Microchem. J. 118 (2015) 1–11.
- [3] D.G. Barceloux, J. Toxicol.Clin. Toxicol. 37 (1999) 265–278.
- [4] ATSDR, Draft toxicological profile for vanadium, Atlanta (2009) 378 <http://www.atsdr.cdc.gov/toxprofiles/tp58.pdf>.
- [5] Naeemullah; T.G. Kazi, M. Tuzen, Food Chem. 172 (2015) 161-165.

ÇEŞİTLİ ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME YÖNTEMLERİ İLE DOĞAL VE TİCARİ KEÇİ SÜTÜ VE YOĞURDUNDA ELEMENT ANALİZİ

Dilek Bakırcıoğlu, Nükte Topraksever, Meltem Kızıldere, Yasemin Bakırcıoğlu Kurtuluş

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Trakya Üniversitesi, Edirne, Türkiye

Süt ve süt ürünlerinde üretim süreçlerindeki kalite parametrelerinin belirlenmesi, süt ürünlerinin korunması ve değerlendirilmesi için büyük önem taşır. Sonuç olarak, ilk hedef, sağlık parametreleri de dahil olmak üzere, yem kalitesinin, üretim proseslerinin ve çevresel koşulların süt ve süt ürünlerinin özelliklerini etkileyebileceği tüm mekanizmaların dikkatli ve kapsamlı bir değerlendirmesini yapmaktır [1].

Keçiler, dünyanın yıllık toplam sütün yaklaşık % 2'sini oluşturmaktadır (FAO, 1997). Keçi sütü, inek sütüne göre daha yüksek sindirilebilirlik, farklı alkalinite ve daha yüksek tamponlama kapasitesi gösterir. Keçi sütünün besin kompozisyonu inek sütüne benzer, her iki sütte de insan sütüne oranla daha yüksek protein fakat daha az laktoz içeriği vardır. Diğer yandan, farklı üretilmiş keçi sütü ürünlerinin temel besin kompozisyonları ile ilgili literatür oldukça sınırlıdır [2].

Bu çalışmada, ticari ve doğal olarak üretilen keçi sütü ve yoğurt numunelerine; yaş yakma, kuru kül etme ve mikrodalga çözünürleştirme teknikleri uygulanarak indüktif eşleşmiş plazma optik emisyon spektrometresi (ICP-OES) ile makro, mikro ve toksit element düzeyleri tayin edilmiştir. Son olarak geri kazanım çalışmaları ve sertifikalı referans madde kullanılarak metot doğruluk çalışmaları yapılmıştır.

Referanslar

- [1] E. Coni, A. Bocca, P. Coppolelli, S. Caroli C. Cavallucci C, M. Trabalza Marinucci, Food Chemistry, 57 (1996) 253-260.
- [2] Y.W. Park, Small Ruminant Research, 37 (2000) 115-124.

ACHILLEA SETACEA BİTKİSİNİN GÖVDE VE YAPRAKLARININ ANTIOKSİDAN KAPASİTELERİNİN KARŞILAŞTIRILMASI

Duygu Taşkın, Ömer Faruk Dirier

Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, İstanbul Yeni Yüzyıl Üniversitesi, 34010,
Zeytinburnu, İstanbul, Türkiye

Asteraceae familyasına ait *Achillea* cinsi bitkilerin Türkiye’de 24 tanesi endemik olmak üzere 48 türünün (54 takson) yayılış gösterdiği belirlenmiştir [1]. *Achillea* türlerinin yara iyileştirici, antioksidan, östrojenik, antidiyabetik, antispermatojenik, antiülser, immunosupressif, antimikrobiyal, antispazmodik, antienflamatuar ve hipotansif aktiviteler gösterdiği tespit edilmiştir. *Achillea setacea* Waldst. & Kit. bitkisi G. Orta ve G. D. Avrupa, G. Rusya, G. Sibirya, Türkiye, İran, Afganistan, Orta Asya ve Çin’de yayılış göstermektedir [2]. Bu çalışmanın amacı, *A. setacea* bitkisinin gövde ve yaprak kısımlarından maserasyon yöntemiyle hazırlanan hekzan, kloroform ve metanol ekstraktlarının antioksidan kapasitelerini, DPPH serbest radikal süpürücü aktivite ve ABTS katyon radikali giderme aktivitesi yöntemleri ile karşılaştırmalı olarak değerlendirmektir. Ayrıca ekstraktların toplam fenolik madde miktarları Folin-Ciocalteu ayracı kullanılarak gallik asit eşdeğeri olarak ifade edilmiştir. Elde edilen sonuçlar standart olarak kullanılan askorbik asit ve BHT ile karşılaştırılmıştır. Bu çalışmanın sonucunda, *A. setacea* bitkisinin yaprak metanol ekstresinin diğer bütün ekstraktlardan daha güçlü antioksidan kapasite gösterdiği tespit edilmiştir. Ayrıca bitkinin yaprağından elde edilen metanol ekstresinin diğer ekstraktlardan daha yüksek miktarda toplam fenolik madde içerdiği saptanmıştır.

Referanslar

- [1] A. Huber-Morath, *Achillea* L. Flora of Turkey and the East Aegean Islands, Ed. P.H. Davis, 1975, Edinburgh University Press, Edinburgh.
- [2] T. Arabacı, Türkiye’de Yetişen *Achillea* L. (Asteraceae) Cinsinin Revizyonu, Doktora Tezi, İnönü Üniversitesi, 2006, Malatya, Türkiye.

SEBZE ÖRNEKLERDE Al ve Cr'UN VORTEKS DESTEKLİ İYONİK SIVI ESASLI DİSPERSİF SIVI-SIVI MİKROEKSTRAKSİYONU İLE ÖNDERİŞTİRME SONRASI FAAS İLE TAYİNLERİ

Emre Yıldırım, Nail Altunay, Mehmet Tetik, Ramazan Gürkan

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Literatür araştırması, sebzelerin analiziyle ilgili çalışmaların çoğunun şimdiye kadar çinko, selenyum, bakır, kobalt vs. gibi makro ve mikro elementlerinin belirlenmesine ayrıldığını göstermektedir. Sebzelerin kalitesi ve güvenliği göz önüne alındığında sadece makro ve mikro besin maddelerinin seviyeleri değil aynı zamanda insan sağlığı açısından toksik elementlerin miktarları bilinmelidir [1]. Dolayısıyla sebze örneklerinde Al ve Cr'nin yeni yöntemlerle izlenmesinin analitik kimyacılar için büyük önemi vardır.

Çalışmada, pH 6.5'de Ponceau xylydine kompleksleri olarak alüminyum ve kromun alevli atomik absorpsiyon spektromesi (FAS) ile tayinleri için yeni, çevreci ve hızlı vorteks destekli iyonik sıvı esaslı dispersif sıvı-sıvı mikroekstraksiyon (VA-IL-DLLME) yaklaşımı geliştirildi. Yardımcı ligand olarak setiltrimetilamonyum bromid (CTAB) varlığında oluşan hidrofobik üçlü kompleksler, 20 mL örnek hacminden, vorteks karıştırıcısının yardımı ile 125 µL'lik bir hacimde 1-bütül-3-metilimidazolyum bis (triflorosülfonil) imide ekstrakte edildi. Gerekli değişkenler optimize edildikten sonra, Al(III) için çalışma aralığı, seçme sınırı, geri kazanım ve ön-deriştirme faktörü sırasıyla, 0.07-100 µg L⁻¹, 0.02 µg L⁻¹, 92.7-98.5% ve 67 idi. Aynı analitik parametreler Cr(IV) için ise sırasıyla, 0.2-80 µg L⁻¹, 0.5 µg L⁻¹, 94.7-101.5% ve 67 idi. Yöntemin geçerlilik çalışması sertifikalı referans materyalin (SRM) analizi ve standart ekleme çalışmalarıyla test edildi. Son olarak yöntem, sebze örneklerinde alüminyum ve kromun belirlenmesine başarıyla uygulandı.

Referanslar

[1] M. Welna ve A. Szymczycha-Madeja, Food chemistry, 159 (2014) 414-419.

COMPATIBILITY STUDY BETWEEN AMLODIPINE AND EXCIPIENTS USING SPECTROSCOPIC AND THERMAL TECHNIQUES

Hale SEÇİLMİŞ CANBAY¹, Mahmut DOĞANTÜRK²

¹Department of Bioengineering, Faculty of Engineering and Architecture, Mehmet Akif Ersoy University, 15030 Burdur, Turkey

² Research and Practice Center, Mehmet Akif Ersoy University, 15030, Burdur, Turkey

Studies of drug active compound-exciipient suitability represent an important phase in the preformulation stage of the development of all dosage forms. The possible physical and chemical interactions between drugs and excipients can affect the chemical nature, the stability and bioavailability of drugs and, consequently, their therapeutic efficacy and safety [1]. Drug – excipients compatibility studies lays a foundation in careful selection of most appropriate excipients and helps in designing a chemically stable and effective dosage form [2,3]. Hypertension is one of the important threat for kidney, stroke and various cardiovascular diseases. Hypertension is treated by regulating blood pressure and electrolyte balance [4,5]. The purpose of the present investigation was to evaluate the compatibility of amlodipine with various pharmaceutical excipients to be used in the nanoparticle formulations utilizing the different spectroscopic and thermal techniques such as Differential Scanning Calorimetry (DSC), Thermo-Gravimetric/Differential Thermal Analyzer (TG/DTA) and Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR). The thermograms of the drug and excipient were obtained using DSC (PE DSC 400). All the samples were placed in a pre-weighed stainless steel pan and sealed carefully with a sealer supplied by the manufacturer. The sealed pan was weighed to obtain the sample mass. Another sealed empty stainless steel pan was used as the reference. The sample was equilibrated heated from - 20 °C to 400 °C at a rate of 10 °C/min Thermogravimetric analysis, derivative thermogravimetry and differential thermal analysis measurements were made by using simultaneous TG/DTA thermal analyzer apparatus (Seiko TG/DTA 7200). The drug and drug-exciipients mixtures were carefully weighted and transferred to a platinum pan, sample mass of ~10.0 mg. Measurements were carried out from ambient to 600 °C in dynamic nitrogen atmosphere heating rate of 10 °C/min. ZnSe-ATR equipment was used as well as KBr pellet technique. The FTIR measurements were formed on a PE Frontier spectrometer.

Table 1 Peak temperature and enthalpy values of Amlodipine-exciipient mixtures

Sample	Ratio (drug-exciipient)	T _{peak} (°C)	ΔH (J g ⁻¹)
Amlodipine	-	143.22	- 79.01
Amlodipine - <i>Butylated Hydroxyanisole</i>	1:1	59.03	- 35.28
Amlodipine - calcium phosphate dibasic	1:1	142.92	- 40.91
Amlodipine - <i>Cellulose</i>	1:1	142.13	- 28.23
Amlodipine - <i>Sodium Carboxymethyl Cellulose</i>	1:1	142.23	- 34.72
Amlodipine -Sucrose	1:1	142.18	- 37.86
Amlodipine - <i>Mannitol</i>	1:1	142.27	- 36.27
Amlodipine - <i>Ascorbic Acid</i>	1:1	141.12	- 31.44
Amlodipine - <i>Primojel</i>	1:1	142.78	- 39.90
Amlodipine - <i>Magnesium Stearate</i>	1:1	142.26	- 31.67

References

- [1] S. Sonali, B.S. Bharate, A.N. Bharate, J. Bajaj. Excipients and Food Chem (2010) 1 3-26.
- [2] P. Pandian, K. Kannan, M. Manikandan, R. Manavalan. Int J Pharm Pharm Sci (2012) 4 342-347.
- [3] ME. Aulton. (2002). Pharmaceutics The scientific principles of dosage form design. Churchill Livingstone.
- [4] G. Mancía, G. De Backer, A. Dominiczak, et al. *Journal of Hypertension* (2007) 25 1751 1762.
- [5] N.F. Bras, P.A. Fernandes, M.J. Ramos. *ACS Catalysis* (2014) 4 2587–2597.

GIDA ÖRNEKLERİNDE MANGAN TAYİNİ İÇİN DERİN ÖTEKTİK ÇÖZÜCÜ SİSTEMLERİ

Esra Bağda¹, Hüseyin Altundağ², Mustafa Soylak³

¹Temel Eczacılık Bilimleri Bölümü, Eczacılık Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 5800, Sivas, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Sakarya Üniversitesi, 54187, Sakarya, Türkiye

³Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri, Türkiye

Derin ötektik çözeltiler, düşük buhar basınçları, ayarlanabilir fizikokimyasal özellikleri, göreceli olarak düşük toksisiteleri ile son yıllarda çok yaygın kullanılan sistemlerdir. Özellikle analitik kimyada eser türlerin ekstraksiyonuna yönelik çalışmalar, bu çözücü sistemlerinin oldukça kullanışlı olduğunu göstermiştir [1,2]. Uygun bir derin ötektik çözeltinin kullanılması, ilgili türün kompleks bir matriksten tek basamakta kantitatif ekstraksiyonuna olanak sağlayabilmektedir.

Mangan çay, tahıl, pirinç vb. farklı gıdalarda bulunur [3]. Manganın metabolizmaya aşırı alımı ciddi sağlık sorunlarına yol açabilir [3-5]. Bu nedenle, güvenilir bir yöntemle mangan tayini çok önemlidir. Bu çalışmada gıda örneklerinde manganın ICP OES analizi öncesi derin ötektik çözelti ile ekstraksiyonu araştırılmıştır. Derin ötektik çözelti sistemleri kolin klorür ve farklı asit türleri ile hazırlanmıştır. Yöntemin deneysel basamakları standart referans (1517 a tomato leaves) madde kullanılarak optimize edilmiştir. Geliştirilen yöntem çeşitli gıda örneklerinde mangan tayini için başarı ile uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] E. Yılmaz, M. Soylak, Talanta 136, (2015) 170–3
- [2] Q. Cui, X. Peng, X.-H. Yao, Z.-F. Wei, M. Luo, W. Wang, et al., Separation and Purification Technology 150 (2015) 63–72.
- [3] V. A. Lemos VA, P. X. Baliza, A. L. de Carvalho, et al. Talanta 77 (2008) 388–393.
- [4] N. Youngvises, K. Suwannasaroj, J. Jakmunee, A. AlSuhaimi Talanta (2006) 1–6.
- [5] C. Zeng, P. Qin, L. Lan et al. Microchem J 131 (2017) 31–35.

ANADOLU'YA ENDEMİK İKİ *SALVIA* TÜRÜNÜN UÇUCU YAĞ, AMİNO ASİT VE FENOLİK BİLEŞİK İÇERİĞİNİN GC-MS VE UPLC- MS/MS İLE BELİRLENMESİ

İbrahim Kıvrak¹, Ergun Kaya², Şeyda Kıvrak³

¹Kimya ve Kimyasal İşleme Teknolojileri Bölümü, Muğla Meslek Yüksekokulu, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

²Moleküler Biyoloji ve Genetik Bölümü, Fen Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

³Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

Adaçayı olarak bilinen *Salvia* cinsi, Lamiaceae familyasına dahil olup, genellikle uçucu yağ taşıyan bir veya çok yıllık otsu bitkilerdir. *Salvia* türünün hemen hemen tamamında eterik yağların ve fenolik yapıli bileşiklerin bulunması familyanın tıpta ve kozmetik sektöründe önemini arttırmaktadır [1]. Halk arasında familya üyelerinin hastalıkların tedavisinde ve baharat olarak kullanımları yaygındır. Bu türlerinin en önemli etken maddelerini terpenler oluşturmaktadır [2].

Yapılan literatür araştırmalarında *Salvia* türlerinin flavonoid ve terpenoid bileşikler bakımından zengin olduğu görülmektedir. *Salvia* türlerinin toprak üstü kısımlarında başta uçucu yağlar ve monoterpenler kadar triterpenoidler ve flavonoid tipli bileşiklere de rastlanırken, köklerinde ise diterpenoid türü bileşiklere rastlanmıştır [2]. Fenolik bileşikler bitkilerin meyve, sebze, tohum, çiçek, yaprak, dal ve gövdelerinde bulunabilirler [3]. *Salvia potentillifolia* Boiss & Heldr. ex Benth. ve *Salvia nydeggeri* Hub.-Mor. bitkilerinden hidrodistilasyon yöntemi ile uçucu yağları elde edildi. Uçucu yağ bileşenleri belirlenmesinde Agilent 6890 Gaz kromatografisi (GC) ve 5975C Kütle Spektrometresi (MS) kullanıldı. Elde edilen spektrumlar, NIST-2005, Wiley-2008 kütüphaneleri, literatür verileri ve referans standart örneklerin kütle spektrumlarının karşılaştırılmasıyla belirlendi.

Elde edilen sonuçlara göre *S. potentillifolia* ve *S. nydeggeri* bitki uçucu yağında sırasıyla % 31,25 ve % 29,97 oranında α -pinen major bileşen olarak tespit edildi. Ayrıca bu çalışmada her iki bitkinde amino asit ve fenolik bileşik içeriği araştırılmıştır. Tespit ve miktar tayini için son derece hassas ve sağlam bir cihaz olan UPLC-ESI-MS/MS (Waters Corporation, Milford, MA USA) kullanılmıştır. Bitkilerinden ekstrakte edilen 20 adet amino asit bileşiği tanımlanmış ve miktar tayinleri yapılmıştır. Ayrıca her iki *Salvia* türünde önemli miktarda fenolik madde içerdiği tespit edilmiştir. *S. potentillifolia* ve *S. nydeggeri* bitkilerinde sırasıyla major bileşen olarak 3582.78 mg/kg ve 2457.70 mg/kg Kafeik asit tespit edilmiştir. Sonuçlar, her iki *Salvia* türünde uçucu yağ, fenolik bileşikler ve serbest amino asitler bakımından zengin, kolay elde edilebilen doğal bir antioksidant kaynağı olduğunu, buna ilaveten gıda ve ilaç endüstrisinde katkı maddesi olarak kullanılabilirliğini göstermektedir.

Referanslar

[1] İ. Kıvrak, M.E. Duru, M. Öztürk, N. Mercan, M. Harmandar ve G. Topçu, Food Chemistry, 116, 2 (2009) 470-479.

[2] A. Ulubelen, U. Sönmez ve G. Topcu, Phytochemistry, 44, 7 (1997) 1297-1299.

[3] E. Kafkas, A. Bozdoğan, A. Burgut, N. Türemiş, S. Paydaş Kargı ve T. Cabaroğlu, II. Ulusal Üzümsü Meyveler Sempozyumu, 14-16 Eylül 2006, Tokat, Türkiye.

KINOLON ANTİBİYOTİKLERİNİN UPLC-ESI-MS/MS İLE BALLARDA TESPİTİNE YÖNELİK ANALİTİK YÖNTEM GELİŞTİRİLMESİ

İsmail Emir AKYILDIZ, Ece KÖK YETİMOĞLU

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34722, Kadıköy, İstanbul, Türkiye

Kinolonlar, heterosiklik aromatik organik bileşikler olup sentetik olarak üretilen antibakteriyel etkili yapılardır. Kinolon molekülüne florun eklenmesi ile sentezlenen florokinolonlar, ilacın aktivitesini ve farmakokinetik özelliklerini geliştirmektedir[1]. Hayvanlara bilinçsiz ilaç verilmesi ile gıda maddelerinde kalıntılar oluşmaktadır[2,3]. Kontrolsüz uygulamalara maruz kalan hayvanlardan elde edilen besinlerdeki antibiyotik kalıntıları, tüketim sonrasında alerjik reaksiyonlara yol açabildiği gibi antibiyotik direncinin artması gibi durumlara da sebep olmaktadır[4]. Farmakoloji, veterinerlik, tarım ve gıda endüstrisi alanlarında antibiyotik kalıntı seviyelerinin belirlenmesi için ELISA, Gaz Kromatografi, HPLC-UV-Floresans yöntemleri geliştirilmiş olup, son birkaç yılda LC-MS/MS teknolojileri daha hassas, özgül ve tekrarlanabilir sonuçlar vermesi sebebi ile tercih edilmektedir[5].

Geliştirilmiş yöntem ile UPLC-ESI-MS/MS sistemi kullanılarak çok daha hızlı, kısa süreli bir analiz yöntemi, yüksek tekrarlanabilirlik ve çok düşük LOQ değerlerinde gerçekleştirilmiş olup, numune hazırlık süreçleri minimize edilmiştir. Ballarda Sıklıkla karşılaşılan Siprofloksasin ve Enrofloksasine ilave 14 farklı florokinolon türünün de görüntülenmesi yapılarak 16 parametreden oluşan multifonksiyonel bir kalıntı tarama metodu geliştirilmiştir.

Referanslar

- [1] S. Madurga, J. Sánchez-Céspedes. (2008). Mechanism of binding of fluoroquinolones to the quinolone resistance-determining region of DNA gyrase: Chembiochem, pp, 2081–2086.
- [2] J. E. Riviere, M. G. Papich (2009). Veterinary pharmacology and therapeutics, 9th ed. Pp, 993-994.
- [3] A. Gentili, D. Perret, and S. Marchese, (2005). Liquid chromatography-tandem mass spectrometry for performing confirmatory analysis of veterinary drugs in animal-food products. Trends in Analytical Chemistry, 24, 704–733.
- [4] A. E. Van den Bogaard, and E. E. Stobberingh, (2000). Epidemiology of resistance to antibiotics. International Journal of Antimicrobial Agents, 14, 327–335.
- [5] G. Yang, B. Lin, Z. Zeng, Z. Chen and X. Huang, (2005). Multiresidue determination of eleven quinolones in milk by liquid chromatography with fluorescence detection. J. AOAC Int. 88: 1688-1694.

BAZI GIDA ÖRNEKLERİNDE PONCEAU 4R’NİN SPEKTROFOTOMETRİK BELİRLENMESİ

Kemal Topal¹, Nail Altunay², Emre Yıldırım², Ramazan Gürkan¹

¹Biyokimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Son yıllarda, gıda ve alkolsüz içeceklere çokça eklenerek cazip hale getiren, Ponceau 4R (E124) gibi gıda katkı maddelerinin tayini için analitik yöntem araştırmalarına yönelik çabalar sarf edilmektedir [1]. Gıda Tarım Örgütü (FAO) ve Dünya Sağlık Örgütü (WHO) tavsiyelerine göre Ponceau 4R için günlük alım miktarı değeri 0- 0.4 mg kg⁻¹ aralığında olmalıdır [2].

Bu çalışmada, Alkolsüz içecek ve bazı gıda örneklerinde sentetik renklendirici olarak kullanılan Ponceau 4R spektrofotometrik belirlenmesi için basit ve hızlı ultrasonik destekli ekstraksiyon yöntemi geliştirilmiştir. Ekstraksiyon basamağına etki edebilecek deneysel değişkenler (pH, surfaktan derişimi, tuz etkisi, ultrasonik zaman, ekstraksiyon sıcaklığı, çözücü türü, santrifüj zamanı ve hızı detaylı bir şekilde optimize edilmiştir. Çalışmada absorbans ölçümleri 510 nm de gerçekleştirildi. Optimum koşullarda elde edilen analitik özellikler sırasıyla şöyleydi; Çalışma aralığı 2-250 µg L⁻¹, seçme sınırı 0.5 µg L⁻¹, geri kazanım 94-101%, bağıl standart sapma 2.8% ve önderiştirme faktörü 70 idi. Önerilen yöntemin doğruluk ve kesinlik çalışması yapıldıktan sonra, yöntem seçilen örneklerle standart ekleme yöntemi ile ponceau 4R’nin belirlenmesi için uygulanmıştır.

Referanslar

[1] J. Zhang, M. Wang, C. Shentu, W. Wang ve Z. Chen, Food chemistry, 160 (2014) 11-15.

[2] T. Qian, X. Zhou, C. Yu, S. Wu ve J. Shen, Journal of Materials Chemistry A, 1(48) (2013) 15230–15234.

PAKETLENMİŞ REÇEL VE BAL ÖNEKLERİNDE 5 HYDROXYMETHYLFURFURAL'IN ULTRASONİK DESTEKLİ EKSTRAKSİYON SONRASI SPEKTROFOTOMETRİK BELİRLENMESİ

Mehmet Tetik¹, Emre Yıldırım¹, Nail Altunay¹, Ramazan Gürkan¹

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

5-Hidroksimetilfurfural (5-HMF), karbohidrattan zengin yiyecekler ısıtıldığında şekerlerin bozunmasıyla oluşan heterosiklik aldehitlerden biridir [1]. 5-HMF'nin içeriği, bal, bisküvi, reçel, bebek sütü, kahve, bira ve elma suyu gibi çeşitli gıda örneklerinde bulunabilir [2]. Balın ısı işlemi, mikrobiyal yükü azaltmak veya balın kristalleşme eğilimini değiştirmek için yapılır. Bu nedenle, 5-HMF, yalnızca balta değil, karbohidrat içeren gıdaların aşırı ısıtma veya yetersiz saklama koşullarının neden olduğu kalite bozulmasının bir göstergesi olarak yaygın olarak bilinmektedir [3]. Bu nedenle, bal ve reçel örneklerinde 5-HMF tayini için basit, seçici ve ucuz bir yöntem geliştirmeye ihtiyaç duyulmaktadır.

Bu araştırma, 5-HMF tayini için ultrasonik destekli surfaktanların kullanıldığı önderiştirme ve ayırma yöntemi geliştirildi. Yöntem, pH 5.5'de 5-HMF, hidrozonyumdiklorit ve floresein arasında oluşan kompleksin Tergitol yardımıyla surfaktan faza çekilerek önderiştirilmesi ve ardından 480 nm de absorbans ölçümleri dayanır. Ekstraksiyonu etkileyebilecek deneysel değişkenler (pH, reaktif derişimler, ultrasonik zaman, sıcaklık ve girişimci iyon) ayrıntılı olarak optimize edildi. Optimum koşullarda, çalışma aralığı ($0.7-400 \mu\text{g L}^{-1}$), seçme sınırı ($0.3 \mu\text{g L}^{-1}$), bağıl standart sapma (3.7%), geri kazanım (89-107.7%), iyileştirme faktörü (65) ve ekstraksiyon zamanı (25 min) belirlenmiştir. Sertifikalı referans materyal olmadığı için önerilen yöntemin geçerliliği gün içi ve günler arası çalışmalar ve geri kazanım deneyleri ile test edilmiştir. Son olarak yöntem bazı bal ve reçel örneklerinde 5-HMF tayinine uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] B. Fallico, M. Zappalà, E. Arena ve A. Verzera, Food Chemistry. 85 (2004) 305–13.
- [2] E. Teixidó, F.J. Santos, L. Puignou ve M.T. Galceran, Journal of Chromatography A. 1135 (2006) 85–90.
- [3] K. Hie-Joon ve R. Michelle, Journal of Chromatography A. 593 (1992) 153–156.

SPEKTROFOTOMETRİ İLE TOPLAM Hg'NİN BELİRLENMESİNDE ÇEVRECİ VE BASİT BİR ULTRASONİK YARDIMIYLA EKSTRAKSİYON PROSEDÜRÜ: BALIK NUMUNELERİNE UYGULAMA

Nail Altunay¹, Hale Yıldız², Mertay Çalışkan³, Ramazan Gürkan¹

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

²Biyokimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

³Kimya Mühendisliği, Mühendislik Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Cıva, en zararlı kirleticilerden biridir ve Dünya Sağlık Örgütü (WHO) onu halk sağlığı açısından en zararlı ilk on kimyasal maddesi arasına olduğunu belirtmiştir [1]. Toksisitesi nedeniyle, cıva tayini için hassas, seçici ve güvenilir analitik teknikler geliştirmeye olan ilgi her zaman popülerliğini korumaktadır.

Bu çalışmada, spektrofotometri ile balık örneklerinde toplam cıvanın spesifik tayini için basit, çevre dostu ve ucuz bir ultrasonik yardımcı ekstraksiyon yöntemi anlatılmıştır. Bu ekstraksiyon prosedürü selektif olarak yumuşak asit-yumuşak bazın etkileşimi ile pH 5.0'de Hg^{2+} iyonlarının varlığında tiyofen-2,5-dikarboksilik asit (2,5-TDCA, H_2TCA) ile Hg^{2+} iyonlarının dengeli bir şelat oluşumuna dayanır. Ve daha sonra bu şelat kompleksi, sodyum dodesil sülfat (SDS) varlığında surfaktanca zengin faza (polioksietilen-izobitan monolaurat, Tween 20) çekilmiştir. Optimizasyon için, numune çözeltisinin pH'sı, ekstraksiyon sıcaklığı, ultrasonik süresi, ligand miktarı, numune hacmi ve girişimleri gibi ekstraksiyonu etkileyen çeşitli faktörler incelenmiştir. Optimize edilmiş koşullar altında, önerilen yöntem yüksek duyarlılık (seçme sınırı: $0.27 \mu g L^{-1}$), yüksek ön-deriştirme faktör (100) ve iyi tekrarlanabilirlik ($50 \mu g L^{-1}$ konsantrasyonunda % 2.4'lük bağıl standart sapma) elde edilmiştir. Kalibrasyon eğrisi $1.0-700 \mu g L^{-1}$ aralığında doğrusaldı ve korelasyon katsayısı 0.9948 idi. Önerilen yöntemin geçerliliği, sertifikalı referans materyallerin (SRM'ler) analizi ile değerlendirildi. SRM'ler ve örnekler için geri kazanımlar % 96.2-103.7 aralığında idi. $KMnO_4$ ile asidik ortamda ön oksidasyon işleminden sonra önerilen yöntem, balık örneklerinde toplam Hg'nin belirlenmesine uygulanmıştır.

Referanslar

[1] E. Fernández, L. Vidal, A. Costa-García ve A. Canals, *Analytica Chimica Acta*, 915 (2016) 49-55.

ÇİKOLATA ÖRNEKLERİNDE ESER KOBALT VE NİKEL'İN UA-CPE YÖNTEMİ İLE EKSTRAKSİYONU, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

Nuket Kartal Temel, Kadriye Sertakan, Ramazan Gürkan

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58140, Sivas, Türkiye

Kobalt ve nikel diğer metaller gibi düşük miktarlarda canlılar için elzem iken, yüksek miktarlarda toksik etkiye sahiptir. Nikel, mikroorganizmalar, hayvanlar ve bitkiler için önemli bir iz elementtir. Nikel ayrıca önemli metabolik tepkimelere katılan bir dizi enzimde bir bileşen olarak tanımlanmıştır [1]. Bu arada, nikel toksik ve doğada bol bulunan bir elementtir. Aşırı miktarlarda nikelin insanlarda yarattığı en büyük etki allerjidir. Kobalt ise B12 vitamini bağımlı enzimlerde önemli yardımcı bir kofaktör olduğundan insanlar için gereklidir [2,3] ve bazı enzimler için vazgeçilmez bir bileşendir [4]. Yüksek düzeylerde kobalta maruz kalma, deri iltihaplanmasına, akciğer ve kalp rahatsızlıklarına neden olabilir. Gıda ve içme suyu, kobalt ve nikel maruz kalmanın en büyük kaynaklarıdır. Bu nedenle, gıda örneklerinde eser miktarlarda kobalt ve nikelin izlenmesi ve tespiti çok önemlidir. Önerilen bu yöntemle, gıda örneklerinde eser miktarda bulunan kobalt ve nikelin tayini için duyarlı bir yöntem geliştirilmiştir. Yöntem, zayıf asidik pH'da, kobalt ve nikelin hidrokinaftol blue ve CTAB varlığında, kompleks oluşturmaya ve bu kompleksin surfaktanca zengin faza çekilme sonrası, uygun bir seyeltici ajanla 531 nm'de kobalt ve nikelin spektrofotometrik tayinine dayanır. Bu çalışmada pH, tampon çözelti miktarı, boya ve surfaktant derişimi, diğer ekstraksiyon koşulları gibi kompleks oluşumu ve ekstraksiyon verimini etkileyen parametrelerin optimizasyonu gerçekleştirilmiştir. Optimal koşullarda oluşturulan kalibrasyon verilerine dayanarak geliştirilmiş analitik yöntem sertifikalı referans materyalle geçerli kılınacak ve sonra çikolata örneklerine analitik uygulanabilirliği test edilecektir.

Referanslar

- [1] S.B. Mulrooney, R.P. Hausinger, FEMS Microbiol. Rev. 27 (2003) 239–261.
- [2] A.R. Battersby, Acc Chem. Res. 26 (1993) 26:15–21.
- [3] B.M. Babior Cobblamin: biochemistry and pathophysiology. (1975) Wiley, New York.
- [4] M. Kobayashi, S. Shimizu, Eur. J. Biochem. 261 (1999) 1–9.

ÇİKOLATA NUMUNELERİNE EMÜLSİYON KIRINIMI YÖNTEMİ UYGULANARAK Ca, Mg, Cu ve Fe ELEMENTLERİNİN ALEVLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ ile TAYİNİ

Nükte Topraksever, Dilek Bakırcıoğlu, Yasemin Bakırcıoğlu Kurtuluş

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Trakya Üniversitesi, Edirne, Türkiye

Çikolata Theobroma kakao çekirdeklerinden elde edilen bir üründür. Kakao çekirdeği (Theobroma cacao L.), tüm dünyada yaygın olarak tüketilen kakao tozu, çikolata ve diğer kakao türevi ürünlerin üretiminde kullanılır. Kakao tohumlarının, insan sağlığı üzerinde olumlu etkisi ve biyoaktif madde kaynağı açısından zengin olduğu bilinmektedir. Fitokimyasalların karakteristik bileşimi ve yüksek konsantrasyonlarından dolayı, ham kakao çekirdekleri çok güçlü bir antioksidan aktivitesine sahiptir. Kakao çekirdeklerindeki en önemli antioksidanlar polifenollerdir. Fenolik bileşikler, polisakkaritler, proteinler, diğer polifenoller ve Maillard reaksiyon ürünleri ile etkileşimlerinden ötürü kakao çekirdeklerinin ve bunların işlenmesiyle elde edilen ürünlerin özelliklerinin şekillendirilmesinde önemli bir rol oynamaktadır. Kakao çekirdeklerinde bulunan yüksek antioksidan konsantrasyonları, birçok hastalığın önlenmesinde önemli bir role sahiptir [1].

Kakao çekirdeklerini çikolata veya kakao haline getirmek için taneler fermente olur, kurutulur, kavrulur ve bir likör haline gelene kadar öğütülür. Çikolata, siyah, beyaz ve sütlü olmak üzere sınıflandırılabilir. Siyah çikolata, kakao likörü, kakao yağı, şeker ve vanilyayı karıştırarak yapılır. Sütlü çikolatada benzer işlemler kullanılarak yapılır fakat ekstradan süt ilave edilir. Beyaz çikolata, kakao likörü içermez sadece kakao yağı, süt ve şeker içerir.

Çikolata her yaşta insan tarafından tüm dünyada tüketilen bir üründür ve birçok temel element ile birlikte toksit elementler de içerebilen zengin bir kaynaktır. Eser elementlerin doğru bir şekilde tayini zor bir işlemdir ve element içeriğinin tam olarak belirlenebilmesi için kesin yöntemlere ihtiyaç vardır[2].

Klasik yöntemlerde (mikrodalga çözünürleştirme, yaş yakma) numunenin iyi çözünürleştirilmesi için genellikle asit, asit karışımları ve peroksit ilave edilir. Bu yöntemlerin tümü ekstra adımlar gerektirmekte ve bu da numune kontaminasyonuna neden olmaktadır. Sürfaktanlar ile emülsifikasyon, yönteminde kontaminasyon diğer yöntemlere göre daha düşük ve hızlı bir yöntemdir. Ayrıca, bu yöntem, numunenin viskozitesini ve organik içeriğini azaltarak, çikolata numunelerindeki elementlerin, atomik absorpsiyon spektrometresi (AAS) ile analizi sırasında sistemin homojenliğini ve stabilitesini korur. Bu çalışmada, çikolata numunelerinin spektroskopik yöntemlerle tayin edilebilmesi için emülsiyon kırınımı yöntemi uygulanmıştır. Öncelikle emülsiyon kırınımı prosedürü optimizasyon çalışmaları gerçekleştirilmiştir.

Referanslar

- [1] J. Oracz, E. Nebesny, International Journal of Food Properties, 19 (2016) 1242-1258.
- [2] C. V. S. Ieggli, D. Bohrer, P. C. Nascimento, L. M. Carvalho, L. A. Gobo, Journal of Food Composition and Analysis, 24 (2011) 465-468.

İTHAL VE YERLİ PİRİNÇLERDE ICP-OES İLE AĞIR METAL TAYİNİ

Özcan Yalçınkaya, Zafer Küçükkafe, Ahmet Furkan Kayış

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06500, Ankara, Türkiye

Çeltik, su içinde çimlenebilen ve kökleri suda çözünmüş oksijenden yararlanabilen tek tahıl cinsidir. Çeltiğin Türkiye tarımı bakımından önemli bir yönü de, tuzlu ve alkali arazilerde yetiştirilmesi ve hatta bu tip arazilerin ıslahında etkili olmasıdır. Ayrıca çeltik besin kaynağı olarak tahıllar içinde buğdaydan sonra en önemli kültür bitkisidir. Dünya’da yaşayan insanların yarısından fazlasının ana besinidir. Ülkemiz sahip olduğu ekolojik özellikler nedeniyle çeltik üretiminde büyük bir potansiyele sahiptir. Ancak, bu imkânlara rağmen, üretim yeterli düzeye ulaşamamıştır. Bu nedenle ülkemizin pirinç ihtiyacı ithalatla karşılanmaktadır. Son yıllardaki hızlı kentleşme ve sosyoekonomik değişimler karşısında, kişi başı pirinç tüketiminin artması da beklenmelidir [1]. Bu çalışmada yurt dışından getirilen, üreticiden alınan ve marketlerden satın alınarak elde edilen yerli ve ithal pirinçler içerisindeki ağır metal ve mineral içerikleri belirlenmiştir[2,3]. Mikro dalga çözme sistemi ile çözünürleştirilen numuneler asit uzaklaştırılması yapıldıktan sonra deiyonize saf su ile 10 mL’ye tamamlanarak ICP-OES cihazı ile analiz edilmiştir. Kullanılan yöntemin doğruluğu üç farklı standart referans madde (GBW 10010 Rice, GBW 17 10011 Wheat flour, IRMM-804 Rice Flour) ile de kontrol edilmiştir.

Bazı pirinç türlerinde elde edilen ağır metal içerikleri Tablo 1.’de verilmiştir.

Tablo 1. İthal ve yerli pirinçlerde elementlerin nicel tayini

Elementler	İthal 1	İthal 2	İthal 3	Yerli 1	Yerli 2	Yerli 3
Al (µg/kg)	6,2±0,2	6,3±0,2	6,8±0,3	6,3±0,4	6,9±0,3	7,3±0,4
As (µg/kg)	56±4	58±3	61±4	43±4	31±2	53±4
Cd (µg/kg)	33±2	73±4	80±5	6±1	11±1	14±2
Co (µg/kg)	87±6	80±5	78±5	84±5	74±4	85±5
Cr (µg/kg)	380±10	383±10	335±9	570±30	590±30	520±30
Cu (µg/kg)	730±30	775±40	766±35	780±30	810±30	750±30
Fe (mg/kg)	6,7±0,2	7,1±0,3	4,7±0,2	5,0±0,2	4,8±0,3	5,5±0,2
Mn (mg/kg)	8,5±0,3	8,2±0,3	8,3±0,4	7,6±0,4	7,1±0,4	8,8±0,5
Ni (µg/kg)	29±4	85±5	59±3	26±2	24±2	33±2
Pb (µg/kg)	2,3±0,3	2,4±0,3	2,4±0,4	2,1±0,2	2,2±0,2	2,6±0,2
Zn (mg/kg)	12,3±0,4	12,2±0,5	12,0±0,5	10,7±0,3	8,7±0,3	12,1±0,4

Referanslar

- [1] U. GÜL, TEAE, Bakış Dergisi, Çeltik, Sayı:3, 15, Haziran 2003.
- [2] O. Acar, A. Tunçeli, A.R. Türker, Food Anal. Methods, 9:3201, (2016).
- [3] M. Tüzen, Food Chemistry, 80, 119, 2003.

DUYARLI Hg(I) ANALİZİ İÇİN NİNHİDRİN KATKILI POLİMER SENTEZİ

Özge Demir¹, Halil İbrahim Ulusoy¹, Selçuk Şimşek²

¹Cumhuriyet Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Sivas

²Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Sivas

Cıva eski çağlardan beri bilinen en toksik metallere biridir. Oda koşullarında sıvı fazda oluşu sayesinde düşük sıcaklıklarda bile cıva buharı ortama yayılabilmekte ve toksik özellik göstermektedir. Günlük hayatta en sık karşımıza çıkacağı alanlar olan termometreler ve cıva buharlı lambaların kullanımı her geçen gün azalmaktadır. İnsanlar cıvaya daha çok endüstriyel kaynaklı faaliyetlerden ve bu kirlenmeye maruz kalan gıda maddeleri vasıtasıyla maruz kalırlar[1,2]. En yaygın bulunan inorganik cıva türleri Hg(I) ve Hg(II) iken, organik cıva türleri olan etil ve metil cıvanın toksisitesi çok daha fazladır. Canlı organizmalara olan son derece zararlı etkileri nedeniyle pek çok farklı örnek tipinde cıva analizi üzerine her gün yeni çalışmalar yapılmakta ve yeni yöntemler geliştirilmektedir [3].

Önerilen bu çalışma kapsamında, inorganik cıva türlerinden Hg(I) in seçici bir şekilde analizi yapmak üzere zenginleştirme sonrası spektroskopik temelli yeni bir tayin yöntemi geliştirilmiştir. Yöntemin ilk basamağında Hg(I) türleri için seçici bir katı faz destek maddesi sentezlenmiş ikinci basamağında ise spektrofotometrik tayin yöntemi geliştirilmiştir. Katı faz destek maddesi normalde Hg(I) türleri için inert olup herhangi bir bağlama özelliği olmayan bir hidrojel, poliakril amit(PAA), yapısının ninhidrin ile modifikasyonu sonucu elde edilen PAA-Ninhidrin'dir. Sentez işlemi sırasında yapılan modifikasyon ile Hg(I) iyonu için seçici bir katı faz destek maddesi elde edilmiş ve bu maddenin karakterizasyonu yapılmıştır. Zenginleştirme sonrası, pH'sı 3.0 tamponlanmış ortamda ve 503 nm de yapılan ölçümlerde 50-500 ppb aralığında doğrusal sinyaller elde edilmiş ve 15 tekrarlı reaktif boşu ile yapılan ölçümlerde yöntemin tayin sınırı Hg(I) türleri için 15.5 ppb olarak hesaplanmıştır. Yöntem Hg(II) ve Hg(I) türleri farklı miktarlarda içeren model çözeltilere uygulanmış, ve kantitatif geri kazanımlar elde edilmiştir.

Referanslar

- [1] K. Leopold, M. Foulkes, P. Worsfol, *Analytica Chimica Acta*, 663(2) (2010) 127–138.
- [2] W.L. Clevenger, B.W. Smith, J.D. Winefordner, *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 27 (1997) 1-26.
- [3] Hİ Ulusoy, R Gürkan, S Ulusoy, *Talanta* 88 (2012) 516-523.

SEBZE VE KURUYEMİŞ ÖRNEKLERİNDE Mn VE Cd’NİN ÖNDERİŞTİRLMESİ VE BELİRLENMELERİ İÇİN FAAS İLE BİRLEŞTİRİLMİŞ ÇEVRE DOSTU MİKROEKSTRAKSİYON PROSEDÜRÜ

Ramazan Gürkan, Ulaş Orhan, Mehmet Tetik, Nail Altunay

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Toksik (Cd) ve esansiyel elementler (Mn) genellikle sucul ortam, gıda ve atmosfer gibi farklı ortamlarda bulunur. Besin zinciri boyunca biyoakümülayona maruz kalırlar [1]. Böylece, toksik ve eser elementlerin insan sağlığına etkisi besin araştırmalarında artan ilgisini her zaman korumaktadır.

Bu araştırma makalesinde, oda sıcaklığında iyonik sıvı (RTIL) 1-butil-3-metilimidazolyum klorür, [C₄mim] [Cl] nin uygulanmasına dayanan çevre dostu bir vorteks yardımı dispersif sıvı-sıvı mikro-ekstraksiyon (VA-DLLME) ardından alev atomik absorpsiyon spektrometresi (FAAS) ile sebze ve kuruyemiş örneklerinde eser düzeyde Mn ve Cd'nin tayini için yeni bir analitik yöntem önerilmiştir. Mn (II) ve Cd (II) iyonları, pH 4.0'de [C₄mim] [Cl] içeren metanol varlığında 1,3-dihidroksibenzen (Resorsinol) ile kompleks hale getirildi ve daha sonra bir vorteks karıştırıcısı kullanılarak oda sıcaklığında IL ile ekstre edildi. pH, IL miktarı, ligandı miktarı, ekstraksiyon çözücüsünün miktarı, dispersif solventin hacmi, vorteks süresi ve hızı, iyonik kuvvet, numune hacmi gibi mikroekstraksiyonun performansını etkileyen önemli parametreler tek değişkenli analizle incelendi ve optimize edildi. Optimize edilmiş koşullarda, Mn ve Cd için seçme sınırları (3S_b/m) ve duyarlılık iyileştirme faktörleri, sırasıyla, 0.15 µg L⁻¹, 0.25 µg L⁻¹, 150 ve 110 olarak saptandı. Doğruluk ve kesinlik standart referans materyallerin (SRM'lerin) analizi ile kontrol edildi. Son olarak, yöntem asit ile sindirilmiş örneklerde Mn ve Cd tayininde başarılı bir şekilde uygulandı.

Referanslar

[1] A. Carocci, A. Catalano, G. Lauria, M.S. Sinicropi ve G. Genchi, In Food Toxicology. CRC Press. (2016) 315-326.

ULTRASOUND ASSISTED DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED ON DISPERSIVE LIQUID LIQUID MICROEXTRACTION OF ARSENIC SPECIATION IN WATER AND FOOD SAMPLES BY ELECTROTHERMAL ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

Rizwan Ali Zounr^{1,2}, Mustafa Tuzen¹

¹ Faculty of Science and Arts, Chemistry Department, Gaziosmanpasa University, Tokat, Turkey.

² Institute of Advanced Research Studies in Chemical Sciences, University of Sindh Jamshoro Pakistan.

Arsenic compounds are known carcinogenic and poisonous for environmental and human health [1]. Arsenic is found two different oxidation state as As(III) and As(V). The toxicity of arsenic is highly associated its chemical forms. Inorganic arsenic compounds are more toxic than their counterparts, organic [2].

A green and highly efficient preconcentration method for speciation of As(III) and As(V) was presented. Ultrasonic assisted-deep eutectic solvent (DES) dispersive liquid liquid microextraction was used for present study. The extraction of As(III) was achieved by using sodium diethyldithiocarbamate (DDTC) as a chelating agent, choline chloride-phenol as extracting solvent and tetrahydrofuran (THF) as dispersive solvent. Arsenic was determined by ETAAS. The procedure presented based on quantitative recoveries of As(III). Also the As(V) recoveries were obtained as <5%. After reduction of As(V) by using KI and ascorbic acid, the system was applied to determination of total arsenic. As(V) was found as the difference between the total As and As(III) content. The key factors affecting the microextraction efficiency like pH, sample volume, amount of ligand, etc were studied and optimized. Under optimal conditions, LOD, LOQ and %RSD were calculated as 10 ngL⁻¹, 33 ngL⁻¹ and 4.3%, respectively. The accuracy of the developed method was confirmed with the analyzing of certified reference materials. The technique was applied for the speciation of As (III) and As(V) in water samples collected from Tokat, Turkey. It was also applied to food and environmental samples for total arsenic determination.

References

- [1] AN. Anthemidis, E.K. Martavaltzoglou, Anal. Chim. Acta 573-574 (2006) 413–418.
- [2] Y. Zhang, W. Wang, L. Lia, Y. Huang, J. Cao, Talanta 80 (2010) 1907-1912.

Acknowledgements

Rizwan Ali Zounr is grateful to the TUBITAK (Scientific and Technological Research Council of Turkey) for being awarded Research Fellowship Program of 2216 and providing financial support.

ÇAY OLARAK KULLANILAN *PUNICA GRANATUM* ÇİÇEKLERİNİN FENOLİK BİLEŞENLERİNİN ve ANTIOKSİDAN KAPASİTESİNİN BELİRLENMESİ

Şeyda Kıvrak¹, Tolga Göktürk², Erşan Karababa¹

¹Beslenme ve Diyetetik Bölümü, Sağlık Bilimleri Fakültesi, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

²Kimya ve Kimyasal İşleme Teknolojileri Bölümü, Muğla Meslek Yüksekokulu, Muğla Sıtkı Koçman Üniversitesi, 48000, Muğla, Türkiye

Son yıllarda yapılan birçok araştırma, tıbbi ve aromatik bitkilerin çay olarak kullanımının bazı hastalıklardan korunmak için ne kadar önemli olduğunu ortaya koymuştur. Bitkisel çayların sağlık üzerindeki olumlu etkilerinin nedeni olarak sahip oldukları fenolik bileşenlerden kaynaklanan yüksek antioksidan aktivite olduğu kabul edilmektedir [1].

Fenolik bileşikler, bitkilerin doğal olarak sahip olduğu ikincil metabolitlerdir [1-2] ve gösterdikleri yüksek antioksidan aktivite ile çevresel faktörler, güneşten gelen UV radyasyonları veya vücutta normal olarak oluşan serbest radikalleri stabilize ederek, neden oldukları DNA hasarı/mutasyonu ile gelişen kanser, kalp rahatsızlıkları, erken yaşlanma gibi muhtemel olumsuz etkilerini ortadan kaldırır [3]. Bu nedenle bitkilerin fenolik bileşenlerinin ve antioksidan aktivitelerinin belirlenmesi, sağlık üzerinde ki etkilerini anlamak açısından önemlidir [4].

Polifenollerce zengin bir meyve olan *Punica granatum* (Nar), zorlu şartlara karşı dirençli olması sayesinde Akdeniz’de, tropikal ve subtropikal bölgelerde yoğun olarak kültürü yapılan bir bitkidir. Türkiye, İran, Hindistan ve Çin’in ardınca dördüncü büyük üreticidir ve narın bir numaralı ihracatçısı konumundadır. Kabuk, çekirdek gibi farklı kısımlarının sahip olduğu antioksidan, antibakteriyel, antifungal, antitümör ve antiülser gibi aktiviteler nedeniyle nar, araştırmacılar için önemini ve çekiciliğini hiçbir zaman kaybetmemiştir [5].

Bu çalışmada, Gökova-Muğla, Türkiye’den toplanan *Punica granatum* çiçeklerinin fenolik bileşenleri UPLC-ESI-MS/MS (Waters Acquity UPLC ve Waters Xevo TQ-S Triple Quadrupole sıralı kütle spektrometresi-Waters Corporation, Milford, MA, USA) cihazı kullanılarak belirlenmiş ve antioksidan aktivitesi 3 farklı yöntem kullanılarak tayin edilmiştir. Analiz sonucunda çiçeklerin majör fenolik bileşenlerinin Luteolin (5.88 mg/kg), Gallik asit (4.82 mg/kg), 3,4-Dihidroksibenzoik asit (1.06 mg/kg), 4-Hidroksibenzoik asit (0.81 mg/kg) ve Apigenin (0.77 mg/kg) olduğu tespit edilmiştir. Çalışma sonucunda ortaya çıkan antioksidan aktivite verileri ve zengin fenolik bileşik içeriği *Punica granatum* çiçeklerinin bitkisel çay olarak kullanılmasının vücutta meydana gelen serbest radikallerin zararlı etkilerinin en aza indirilmesi veya önlenmesine katkı sağlayabileceğini ortaya koymuştur.

Referanslar

- [1] İ. Kıvrak, M.E. Duru, M. Öztürk, N. Mercan, M. Harmandar ve G. Topçu, Food Chemistry, 116, 2 (2009) 470-479.
- [2] L. Amjad ve M. Shafighi, International Journal of Agriculture and Crop Sciences, 5 (2013) 1133-1139.
- [3] S. Keser, S. Çelik ve S.Türkoğlu, International Journal of Food Sciences and Nutrition, 64 (2013) 210-216.
- [4] J. Piljac-Zegarac, D. Samec ve A. Piljac, Tea in Health and Diseases Prevention, Inc. Academic Press, 2013, 129-140.
- [5] L. Zhang, X. Yang, Y. Zhang, L. Wang, ve R. Zhang, Food and Bioproducts Processing, 89 (2011) 234-240.

***RHEUM RIBES* L. BİTKİSİNİN FARKLI KISIMLARININ ANTIOKSİDAN VE ANTİ-ÜREAZ AKTİVİTELERİNİN İNCELENMESİ**

Turgut Taşkın

Farmakognozi Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34668, İstanbul,
TÜRKİYE

Rheum ribes L. (Işkın) Polygonaceae familyasından çok yıllık otsu bir bitki olup İran-Turan bölge bitkisidir. Işkın, kayalık ve çakıl yamaçlarda yetişir. Boyları 40 cm 'ye kadar uzayabilir. Ayrıca alt kısımlarında yere yapışık ve yere paralel olan yaprakları varken, bunların ortasında çubuk şeklinde uzayan ve yapraksız gövde bulunmaktadır. Bitkinin yaprak ve gövdesinin mideyi kuvvetlendirdiği, kusmayı önlediği ve kabız etki gösterdiği bilinmektedir. Bitkinin yeni çıkmış genç sürgünleri yenildiği gibi toprak altında kalan kök kısmı da çıkarıldıktan sonra iyice yıkanır ve kaynatılarak süzülükten sonra çay olarak içilir. Sabahları aç karnına içilen ışkın çayı yüksek olan şekerin düşmesini ve dengelenmesini sağladığı bilinmektedir. Mide ve bağırsak gazlarını giderir. Sarılık ve çocuk havalesi durumlarında da kullanılır [1].

Bu çalışmanın amacı, *Rheum ribes* L. bitkisinin yaprak, çiçek ve kökünden Soxhlet, maserasyon ve ultrasonik banyo tüketme yöntemleri kullanılarak elde edilen metanol ekstraktlarının antioksidan aktivitelerini, DPPH serbest radikal süpürücü aktivite, ABTS katyon radikali giderme aktivite, demir (III) iyonu indirgeme antioksidan gücü yöntemleri ile karşılaştırmalı olarak değerlendirmektir. Ayrıca bitkinin farklı kısımlarından elde edilen ekstraktların içerdiği toplam fenolik madde miktarını ve anti-üreaz aktivitelerini tespit ederek ekstraktların içerdiği fenolik bileşikler ile aktiviteler arasındaki ilişkiyi saptamaktır.

Referanslar

[1] S. Yıldız, Yukarı fırat havzasında yetişen kenger (*Gundelia tournefortii* L.), güllük (*Eremurus spectabilis* M. Bieb.) ve ışkın (*Rheum ribes* L.) bitkilerindeki polifenollerin ve bazı metallerin tayini, Yüksek Lisans Tezi, Fırat Üniversitesi, 2014, Elazığ, Türkiye.

SPEKTROFLUOROMETRİNİN GIDA ANALİZLERİNDE KULLANIMIVasfiye Hazal Özyurt, Semih Ötleş

Gıda Mühendisliği Bölümü, Ege Üniversitesi, 35100, Bornova, İzmir

Belirli bir ışık kaynağından çıkan ultraviyole ve görünür bölge ışınları, çözelti içindeki kimyasal bileşenler tarafından absorbe edilerek, daha uzun bir dalga boyuna sahip ışınlar yaymaları olayına fotoluminesans veya floresans denir. Bu özelliği kullanan enstrümental analiz tekniklerine florometri, floresansı ölçen cihazlara spektrofotometre denir. Bu analiz metodu ile UV-VIS spektrofotometrelerden 10000 kat hassas tayinler gerçekleştirilebilmektedir. Bu nedenle son zamanlarda gıda sanayinde ilgi çeken bir analiz yöntemi olmuştur. Çünkü yapıda bulunan floresans özelliğe sahip olan maddenin miktarı çok az veya floresanslığı çok zayıf olsa bile detektör duyarlılığı ve ışın şiddeti ayarlanarak floresans özellik tespit edilebilir. Ayrıca tayin edilmek istenen maddenin söndürme yöntemiyle floresans özelliği azaltılarak da tespiti mümkündür. Bu yöntemin avantajlarının yanı sıra dezavantajları da bulunmaktadır. En önemli dezavantajı ise floresans özelliğinin pH, sıcaklık, solvent çeşidi ve örnek içerisindeki bazı elementler tarafından etkilendiği için bu özelliklere dikkat edilmesi zorunludur. Bu teknikler yüzlerce çeşit organik ve inorganik madde tayini yapılabilmektedir: aromatik polisiklik hidrokarbonlar, çeşitli aminoasitler (triptofan, sistein), proteinler, enzimler (β -amilaz vb.), koenzimler, flavonoidler, çeşitli vitaminler ve türevleri (C vitamini, A vitamini vb.) ve bazı elementler (Al^{+3} , Li^{+2} , Cd^{+2} vb.) gibi. Bu çalışmanın amacı spektrofotometrenin gıdalarda kullanımını açıklanmasıdır.

Referanslar

- [1] R. Duan, J. Jiang, S. Liu, J. Yang, J. Zhu, M. Qiao, J. Yan ve X. Hu, Spectrofluorometric determination of ascorbic acid using thiamine and potassium ferricyanide, Instrumentation Science and Technology, 45, (2017), 312-323.
- [2] O. Oyelakin, M. Traore, E.H.B. Mbye, A. Khonte, L. Cisse, A. N. Faye, O. Faye, M. Mbye, K. Kital, M. D. Gaye-Seye, A. Coly, A. Tine ve F. Delattre, Spectrofluorometric determination of putrescine: Optimization of the putrescine-orthophthaldehyde complex using spectrofluorometry, Journal of AOAC International, 99, (2016), 1642-1644.
- [3] R. Ganhao, D. Morcuende ve M. Estevez, Tryptophan Depletion and Formation of α -Aminoadipic and γ -Glutamic Semialdehydes in Porcine Burger Patties with Added Phenolic-Rich Fruit Extracts, Journal of Agricultural and Food Chemistry, (2010), 58, 3541-3548.

BAHARAT VE AROMATİK BİTKİ ÖRNEKLERİNDE ESER ELEMENTLERİN ÇEŞİTLİ ÇÖZÜNÜRLEŞTİRME TEKNİKLERİ İLE TAYİNİ

Nükte Topraksever, Anıl Gögerçin, Hüseyin Eren Elitaş, Serra Serap Sırman, Dilek Bakırcıoğlu, Yasemin Bakırcıoğlu Kurtuluş

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Trakya Üniversitesi, 22030, Edirne, Türkiye

Dünya üzerinde 1.000.000 civarında bitki türü bulunmaktadır. Bunların henüz yarısı isimlendirilebilmiştir. Günümüzde aromatik bitkiler ve baharatlar birbirleri ile karıştırılrsa da aralarında ciddi fark vardır. Aromatik bitki, yapraklarından değişik lezzetler elde edilen ve farklı iklimlerde yetişebilen nebatlardır. Yaprakları veya çiçekleri taze, kurutulmuş, kıyılmış, kırılmış, dövülmüş şekillerde, yemeklerde, çaylarda, içeceklerde, soslarda vb. kullanılır. Yemeklere konulurken pişme sonuna doğru ilave edilirler çünkü pişirme esnasında aromasını kaybedebilirler. Baharatlar da aromatik bitkiler gibi kullanılırlar. Genel olarak tropikal bölgelerde yetiştirilirler. Baharatlarda aromatik bitkilere nazaran çok daha keskin aromalar olduğu gibi, baharat bitkisinin çok daha fazlasından, yaprağından, dalından, kökünden, gövdesinden, yumrusundan, tohumundan, çiçeğinden, her şeyinden faydalanılmaktadır. Baharatlar, aromatik bitkilerin aksine, pişirme sürecinin başında kullanılırlar. Hem aromatik bitkiler hem de baharatlar aynı zamanda tedavi amaçlı, boyama veya kokularından faydalanılmak üzere farklı sektörlerde kullanılmaktadır [1].

Baharatlar genellikle tadın iyileştirilmesi için yiyeceklere eklenir. Bununla birlikte, baharatların lezzet arttırmasının yanında, gıda kaynaklı mikroorganizmalarla mücadele ve gıda zehirlenmesi, antioksidan fonksiyonu ve antimikrobiyal aktiviteyi azaltma gibi çok yönlü işlevleri vardır. Baharatların ayrıca geniş bir tıbbi değere sahip olduğu bilinmektedir [2]. Aromatik bitki ve baharatların besleyici özellikleri olmamasına rağmen, yiyeceklerin tadını ve kokusunu arttırırlar. Aromatik bitkiler ve baharatlar antik zamanlardan günümüze kadar kullanılmakla birlikte tüm dünyada oldukça popülerdir. Son yıllar da ise aromatik bitkiler (medikal otlar) ve baharatların incelenmesi artış göstermiştir. Öte yandan, otlar ve baharatlar pestisitler, mikotoksinler ve metaller gibi bazı zararlı bileşenleri içerebilir [3]. Bitki kökenli gıdalarda hava, su, toprak gibi antropojenik faaliyetlerden gelen ve bitki içinde birikebilen ağır metaller bulunabilir. Dolayısıyla, baharat tüketimi, potansiyel metal kontaminasyonuna neden olarak insan sağlığı için tehlike oluşturur [4].

Bu çalışmada, çeşitli baharat ve aromatik bitki numunelerine mikrodalga çözünürleştirme, yaş yakma ve prob uygulamalı ekstraksiyon teknikleri uygulanarak Cu, Fe, Mn, Na, Ca elementleri alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile tayin edilmiştir.

Referanslar

- [1] <http://www.ekmeksanati.com/documents/aromatik_bitkiler_ve_baharatlar.html>
- [2] K. K. Gupta , S. Bhattacharjee , S. Kar , S. Chakrabarty , P. Thakur , G. Bhattacharyya, S. C. Srivastava, Communications in Soil Science and Plant Analysis, 34 (2003) 681-693.
- [3] Daniel Giuseppe Bua, Giovanni Annuario, Ambrogina Albergamo, Nicola Cicero, Giacomo Dugo, Food Additives & Contaminants: Part B, 9 (2016) 210-216.
- [4] A. Bielicka-Gieldon, E. Rylko, Polish Journal of Environmental Studies, 22 (2013) 1251-1256.

SIYANÜR TAYİNİ İÇİN POLİMERİK ESASLI OPTİK SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ

Aykut KAPLAN, Ece KÖK YETİMOĞLU, Soner ÇUBUK, M. Vezir KAHRAMAN

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34722, Kadıköy, İstanbul,
Türkiye

Genel olarak çok tehlikeli ve toksik bir madde olarak görülen siyanür, doğada bulunan organik ve inorganik türlerinin yanı sıra endüstriyel olarak da tekstil, dericilik, fotoğrafçılık, boya ve ilaç endüstrisi gibi birçok alanda kullanılmasından dolayı doğaya yüksek miktarlarda salınabilmektedir[1]. Günümüzde, yüksek tehlikesi ve birçok kullanım alanı olan siyanür için literatürde potansiyometrik ölçümler, spektrofotometrik ve spektrofotometrik vb. metotları içeren çok sayıda analiz yöntemi bulunmaktadır[2-5]. Bu yöntemlerde destilasyon, ekstraksiyon gibi ön işlemler gerekli olup, çözücü vb. gibi ekstra kimyasal madde, düzenek ve zamana ihtiyaç duyulmaktadır; dolayısıyla her zaman tekrarlanabilir sonuçlar alınamamaktadır.

Çalışmamızda siyanür tayininde kullanılmak üzere polimerik membran esaslı floresans sensör geliştirilmiştir. Geliştirilen sensörün karakterizasyonu yapıldıktan sonra tayin için gerekli olan pH, cevap süresi, kalibrasyon aralığı, hassasiyet, tespit sınırı gibi parametreler sistematik olarak incelenmiştir. Uyarma ve emisyon dalga boyları sırasıyla 376 nm ve 422 nm olarak tespit edilen sensör, siyanür içeren gerçek örneklerle başarıyla uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] P. D. Beer, P. A. Gale, Anion Recognition and Sensing: The State of the Art and Future Perspectives, *Angew. Chem., Int. Ed.* 2001, 40, 486–516.
- [2] H. A. C. Montgomery, D. K. Gardiner & J. G. Gregory, Determination of Free Hydrogen Cyanide in River Water by a Solvent-Extraction Method, *Analyst*, 1969, 94:284.
- [3] J. M. Kruse & M. G. Mellon, Colorimetric Determination of Cyanides, *Sewage Ind., Wastes*, 1951, 23:1402.
- [4] P. Casapieri, R. Scott & E. A. Simpson, The Determination of Cyanide Ions in Waters and Effluents by an Auto Analyzer Procedure, *Anal. Chim. Acta*, 1970, 49:1845.
- [5] P.D. Goulden, K. A. Badar & P. Brooksbank, Determination of Nanogram Quantities of Simple and Complex Cyanides in Water, *Anal. Chem.*, 1972, 44:1845.

MAGNETİK POLİMERİK ABSORBAN KULLANILARAK KATI FAZ MİKRO EKSTRAKSİYONU YÖNTEMİYLE SELENYUMUN AYRILMASI, ZENGİNLEŞTİRİLMESİ VE GRAFİT FIRINLI ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİYLE TAYİNİ

Ayşe Nihan Açıkkapı¹, Mustafa Tüzen¹, Baki Hazer²

¹Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 60250-Tokat

²Bülent Ecevit Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 67100- Zonguldak

Selenyum esansiyel element olarak bilinmektedir. Az miktarda alınması sağlık açısından faydalı, çok miktarda alınması ise zararlı etkiler yapmaktadır. Son yıllarda eser elementlerin ayrılması ve zenginleştirilmesinde magnetik adsorbanlar yaygın olarak kullanılmaktadır [1,2]. Ekstraksiyon işleminden sonra sulu fazdan adsorbanı ayırma işlemi basit bir mıknatıs kullanılarak yapılabilmektedir. Bu durum zaman açısından önemli bir avantaj sağlamaktadır.

Bu çalışmada yeni sentezlenmiş ve karakterize edilmiş polystyrene-g-polyoleic acid-g-polyethylene glycol graft copolymeri manyetik hale getirildi. Selenyum iyonlarını ayırmak için katı faz mikro ekstraksiyonu yönteminde magnetik polimer adsorban olarak kullanıldı. Ayırma işleminde neodmiyum magnet kullanıldı. Çeşitli analitiksel parametreler pH, adsorban miktarı, karıştırma süresi, örnek hacmi gibi optimize edildi. Selenyum iyonlarının geri kazanımı üzerine bazı katyon ve anyonların matriks etkileri incelendi. Adsorban üzerinde tutulan selenyum iyonları 2 mL 0.5 mol L⁻¹ HCl ile elüe edildi. Adsorbanın tayin kapasitesini bulmak için batch (çalkalama) yöntemi kullanıldı. Tayin kapasitesi 11.5 mg g⁻¹ olarak hesaplandı. Zenginleştirme faktörü 50 bulundu. Gözlenebilme sınırı (LOD) 6.06 ng L⁻¹ ve kantitatif tayin sınırı (LOQ) 20 ng L⁻¹ bulundu. Zenginleştirme işleminden sonra kalibrasyon eğrisi 0.02-2.0 µg L⁻¹ aralığında lineer bulundu. Bağıl standart sapma (% BSS) 3.2 olarak bulundu. Yöntemin doğruluğu standart referans maddeler kullanılarak sağlandı. Optimize edilen yöntem doğal sulara ve bazı içecek maddelerine başarıyla uygulandı.

Referanslar

[1] Y. Wang, J. Xie, Y. Wu, X. Hu, C. Yang, Q. Xu, Talanta, 112 (2013) 123-128.

[2] K. Molaei, H. Bagheri, A.A. Asgharinezhad, H. Ebrahimzadeh, M. Shamsipur, Talanta, 167 (2017) 607-616.

ELEKTROPÜSKÜRTME YÖNTEMİYLE PROPOLİS YÜKLENMİŞ POLİVİNİL ALKOL NANOPARTİKÜLLERİNİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Benazir Subaşı¹, Fatih Törnük¹

¹Gıda Mühendisliği Bölümü, Kimya-Metalürji Fakültesi, Yıldız Teknik Üniversitesi, 34210, İstanbul, Türkiye

Propolis; balarılar tarafından çeşitli bitkilerin gamlarından üretilen, içerisinde flavonoidler, sinamik asit ve türevleri, steroidler, aminoasitler ile uçucu aldehit ve ketonlar gibi çeşitli fenolik maddeleri barındıran, antioksidan, antimikrobiyal ve antitümör gibi çeşitli biyoaktif özellikleri ile karakterize edilen doğal bir maddedir. Propolisin yapısı itibarıyla suda çözünmemesi nedeniyle gıdalarda fonksiyonel katkı maddesi olarak kullanımı sınırlıdır. Enkapsülasyon, suda çözünemeyen biyoaktif maddelerin çözünebilir hale getirilmesi amacıyla yaygın olarak kullanılan tekniklerden birisidir. Bu araştırmada propolis ekstraktı, elektropüskürtme yöntemi kullanılarak suda çözünebilir bir polimer olan polivinil alkol içerisine farklı konsantrasyonlarda (%0; %0,4; % 0.8; %1; %1.2) nano ölçekte enkapsüle edilmiştir. Yapılan ön denemelerle elektropüskürtme şartları optimize edilmiştir. Optimum koşullarda elde edilen propolis yüklü nanokapsüllerin Zetasizer cihazı kullanılarak dinamik ışık saçılımı tekniğiyle boyutu ve zetapotansiyel değerleri belirlenmiştir. Nanokapsüllerin zetapotansiyel değerleri -2,44 ile +3,52 mV arasında değişmiş, boyutları ise 104 nm ile 258 nm arasında bulunmuştur. Örneklere ait polidispersite indeks değerlerinin 0,357'nin altında olması, nanopartiküllerin boyut dağılımının homojen olduğunu göstermiştir. Bu çalışmayla propolisin nanoboyutta enkapsülasyonu sağlanarak biyoyararlılığının geliştirilip fonksiyonel bir ürün olarak kullanılabileceği anlaşılmıştır.

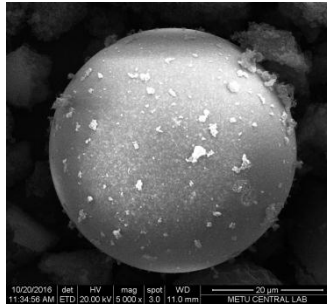
POLİMERİK MİKROKÜRE SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE BOYAR MADDE GİDERİMİ İÇİN KULLANILMASI

Burak Hender¹, Nalan Tekin¹, Ali Kara²

¹Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kocaeli Üniversitesi, 41380, Kocaeli, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Su kirliliğinin en önemli sebeplerinden bir tanesi özellikle tekstil alanında sıklıkla kullanılan organik boyar maddelerdir [1,2]. Sulardan ve fabrika atık sularından toksik özellik gösteren boyar maddelerin giderimi için kullanılan pek çok yöntem olmasına karşılık adsorpsiyon sahip olduğu avantajlar nedeni ile sıklıkla tercih edilmektedir [3]. Bu çalışmada yüksek yüzey alanına sahip Poly(ethylene glycol dimethyl methacrylate-*n*-vinylimidazole)[poli(EGDMA-VIM)] mikroküreleri [4] sentezlenmiş (Şekil 1), FTIR ve XRD analizleri ile yapısal; SEM ve TEM analizleri ile morfolojik, TGA-DTA analizleri ile de termal özellikleri belirlenmiştir. Sentezlenen mikroküreler sulu çözeltilerden anyonik bir boya olan Brilliant Yellow'un giderimi için adsorbent olarak denenmiştir. Adsorbent miktarı, sıcaklık ve pH gibi adsorpsiyona etki eden parametreler araştırılmış ve en yüksek adsorpsiyon kapasitesi 45°C sıcaklık, 10 mg adsorbent miktarı ve pH 9 şartlarında belirlenmiştir. Sıcaklık arttıkça adsorpsiyonun artması, adsorpsiyon işleminin endotermik karakterini göstermektedir. Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak Langmuir ve Freundlich izotermi deneyisel verilere uygulanmış ve Langmuir izoterm modelinin Freundlich izoterm modelinden daha uygun olduğu belirlenmiştir. Denge verilerine yalancı-birinci mertebe, yalancı ikinci mertebe ve parçacık içi difüzyon kinetik modelleri uygulanmış ve yalancı ikinci mertebe kinetik modelinin deneyisel verileri daha iyi açıkladığı bulunmuştur. Deneyisel işlemler sonucu elde edilen veriler sentezlenen Poly(ethylene glycol dimethyl methacrylate-*n*-vinylimidazole)[poli(EGDMA-VIM)] mikrokürelerinin sulu çözeltilerden boyar madde giderimi için potansiyel bir adsorbent olduğunu göstermiştir.



Şekil 1. Poly(ethylene glycol dimethyl methacrylate-*n*-vinylimidazole)[poli(EGDMA-VIM)] mikrokürelerinin SEM görüntüsü.

Referanslar

- [1] V. K. Gupta, P.A.M. Suhas, Application of low-cost adsorbents for dye removal—a review, Journal of Environmental Management, 90 (2009) 2313–2342.
- [2] T. Y. Mustafa, K. S. Tushar, A. Sharmeen, H. M. Ang, Dye and its removal from aqueous solution by adsorption: a review, Advances in Colloid and Interface Science, 209 (2004) 172–184.
- [3] N. Tekin, M. A. Bayrak, E. Can, Adsorption of Brilliant Yellow onto Sepiolite: Evaluation of Thermodynamics and Kinetics and the Application of Nonlinear Isotherm Models, Journal of Dispersion Science and Technology, 37 (2016) 1783–1792.
- [4] A. Kara, L. Uzun, N. Beşirli, A. Denizli, Poly(ethylene glycol dimethyl methacrylate-*n*-vinyl imidazole) beads for heavy metal removal, Journal of Hazardous Materials, 106B (2004) 93–99.

ARSENİK(III) TAYİNİ İÇİN POLİMERİK FLUORESANS SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ

Mustafa Can Taşkan¹, Ece Kök Yetimoğlu¹, Soner Çubuk¹, M. Vezir Kahraman¹

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, İstanbul, Türkiye

Arsenik bir yarı metal olup sağlık açısından küresel risk oluşturduğu kabul edilen bir elementtir. Düşük miktarlarda (10-300 µg/L) arseniğe maruz kalmak deride yaralara, sinir sistemi ve dolaşım sistemi bozukluklarına, diyabete, karaciğer ve böbrek rahatsızlıkları gibi hastalıklara neden olmaktadır. pH' a ve redoks potansiyeline bağlı olarak 4 farklı oksidasyon basamağında (3-, 0, 3+ ve 5+) bulunabilirken, içme sularında da çoğunlukla arsenat [As(V)] ve arsenit [As(III)] formunda olabilmektedir. Arseniğin 3+ değerlikli hali olan arsenit, hücreler tarafından daha fazla absorbe edilebildiğinden 5+ değerlikli arsenik içeren arsenat türüne oranla 60 kat daha zehirlidir. Bu nedenlerden dolayı eser miktardaki As (III)'in tayini insan sağlığı, kimya ve çevre analizleri açısından oldukça önemlidir [1-4].

Çalışmamızda As(III) iyonu için UV ışık altında sertleştirilmiş (3-merkaptopropil) trimetoksisilan temelli polimerik floresans sensör sentezlenmiş ve sensörün karakterizasyonu ATR-FTIR ve SEM ile yapılmıştır. Uyarma ve emisyon dalga boyları sırasıyla 375 nm ve 422 nm olarak ölçülmüştür. Ayrıca tayin için gerekli olan pH, konstantrasyon aralığı, cevap süresi, yabancı iyon etkisi gibi parametreler de ayrıntılı bir şekilde incelenmiştir. Geliştirilen floresans sensörün As(III)' in sulu ortamda tayini için kabul edilebilir sonuçlar verdiği görülmüştür.

Referanslar

- [1] K. S. Mohammed Abdul, S. S. Jayasinghe, E. P. S. Chandana, C. Jayasumana, P. M. C. S. De Silva "Arsenic and human health effects: A review", *Environmental Toxicology and Pharmacology*, 40 (2015), 828-846.
- [2] D. Sánchez-Rodas, A. M. Sánchez de la Campa, L. Alsioufi "Analytical approaches for arsenic determination in air: A critical review" *Analytica Chimica Acta*, 898 (2015), 1-18.
- [3] S. Şahinkaya, E. Kalıpcı, M. Öztürk, "As (III)'ün As (V)'e Ultrasonik Oksidasyonu" *Nevşehir Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü Dergisi* 2(1) (2013), 103-108.
- [4] R.W. Kapp Jr. "Arsenic: Properties and Determination" *Encyclopedia of Food and Health*, (2016), 249-255.

THE USE OF MoS_2 /CNT/POLYANILINE MATERIAL FOR MICRO-SOLID-PHASE EXTRACTION OF DNA

Neda Baghban^{1,2}, Erkan Yılmaz², Mustafa Soylak²

¹Young Researchers Club, Shahr-e-Qhods Branch, Islamic Azad University, Tehran, Iran

²Faculty of Sciences, Department of Chemistry, Erciyes University, 38039 Kayseri, Turkey

In this study, a micro-solid-phase extraction (μSPE) method is described for DNA using a novel high-efficient sorbent of MoS_2 /CNT/polyaniline. The characterization of synthesized MoS_2 /CNT/polyaniline was performed using Raman spectroscopy, FT-IR spectroscopy, BET surface analysis and scanning electronic microscopy (SEM). UV-VIS Spectrophotometer was used to determine DNA level. The best condition of the proposed procedure was achieved through study the parameters including amount of used adsorbent, pH, vortex time, elution condition and volume. Under the optimal conditions, the relative standard deviation is 2.2 % a level of $100 \mu\text{g L}^{-1}$ (for $n=10$), and the detection limit is $80 \mu\text{g L}^{-1}$. The maximum preconcentration factor was obtained 50, and the sorption capacity of synthesized adsorbent for DNA is 9.16 mg g^{-1} .

DUYARLI Hg(I) ANALİZİ İÇİN NİNHİDRİN KATKILI POLİMER SENTEZİ

Özge Demir¹, Halil İbrahim Ulusoy¹, Selçuk Şimşek²

¹Cumhuriyet Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Sivas

²Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Sivas

Cıva eski çağlardan beri bilinen en toksik metallere biridir. Oda koşullarında sıvı fazda oluşu sayesinde düşük sıcaklıklarda bile cıva buharı ortama yayılabilmekte ve toksik özellik göstermektedir. Günlük hayatta en sık karşımıza çıkacağı alanlar olan termometreler ve cıva buharlı lambaların kullanımı her geçen gün azalmaktadır. İnsanlar cıvaya daha çok endüstriyel kaynaklı faaliyetlerden ve bu kirlenmeye maruz kalan gıda maddeleri vasıtasıyla maruz kalırlar[1,2]. En yaygın bulunan inorganik cıva türleri Hg(I) ve Hg(II) iken, organik cıva türleri olan etil ve metil cıvanın toksisitesi çok daha fazladır. Canlı organizmalara olan son derece zararlı etkileri nedeniyle pek çok farklı örnek tipinde cıva analizi üzerine her gün yeni çalışmalar yapılmakta ve yeni yöntemler geliştirilmektedir [3].

Önerilen bu çalışma kapsamında, inorganik cıva türlerinden Hg(I) in seçici bir şekilde analizi yapmak üzere zenginleştirme sonrası spektroskopik temelli yeni bir tayin yöntemi geliştirilmiştir. Yöntemin ilk basamağında Hg(I) türleri için seçici bir katı faz destek maddesi sentezlenmiş ikinci basamağında ise spektrofotometrik tayin yöntemi geliştirilmiştir. Katı faz destek maddesi normalde Hg(I) türleri için inert olup herhangi bir bağlama özelliği olmayan bir hidrojel, poliakril amit(PAA), yapısının ninhidrin ile modifikasyonu sonucu elde edilen PAA-Ninhidrin'dir. Sentez işlemi sırasında yapılan modifikasyon ile Hg(I) iyonu için seçici bir katı faz destek maddesi elde edilmiş ve bu maddenin karakterizasyonu yapılmıştır. Zenginleştirme sonrası, pH'sı 3.0 tamponlanmış ortamda ve 503 nm de yapılan ölçümlerde 50-500 ppb aralığında doğrusal sinyaller elde edilmiş ve 15 tekrarlı reaktif boşu ile yapılan ölçümlerde yöntemin tayin sınırı Hg(I) türleri için 15.5 ppb olarak hesaplanmıştır. Yöntem Hg(II) ve Hg(I) türleri farklı miktarlarda içeren model çözeltilere uygulanmış, ve kantitatif geri kazanımlar elde edilmiştir.

Referanslar

- [1] K. Leopold, M. Foulkes, P. Worsfol, Analytica Chimica Acta, 663(2) (2010) 127–138.
- [2] W.L. Clevenger, B.W. Smith, J.D. Winefordner, Critical Reviews in Analytical Chemistry, 27 (1997) 1-26.
- [3] HI Ulusoy, R Gürkan, S Ulusoy, Talanta 88 (2012) 516-523.

ALÜMİNYUM TAYİNİ İÇİN POLİMERİK ESASLI FLUORİMETRİK SENSÖR GELİŞTİRİLMESİ

Pelin Atbaş, Ece Kök Yetimoğlu, Soner Çubuk, M. Vezir Kahraman

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34722, Kadıköy, İstanbul, Türkiye

Alüminyum elementi, doğada en fazla bulunan üçüncü element olmakla birlikte yer kabuğunun %8'ini oluşturmaktadır[1]. Endüstride; boyacılık endüstrisi, uzay ve havacılık sanayii gibi birçok alanda kullanılan alüminyumun tespit edilebilmesi ve toksisitesi için geçmişten günümüze çeşitli çalışmalar yürütülmüştür. Yapılan çalışmalarda alüminyumun toksisitesi tespit edilmiş ve Alzheimer hastalığı gibi nörolojik ve demir eksikliğinden kaynaklı anemi gibi hastalıklara neden olduğu görülmüştür. Alüminyum, başta beyin olmak üzere, kalp kası, kemik dokusu da dahil olmak üzere tüm vücutta birikerek insanı zehirlemektedir [2-4]. Alüminyumun tespiti için yapılan çalışmalarda “Grafit Fırın Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi”, “Spektrofotometri”, “İndüktif Olarak Eşleştirilmiş Plazma – Optik Emisyon Spektrometresi”, vb. birçok yöntem kullanılmıştır[5-7]. Bu yöntemler her ne kadar alüminyum tayini için yeterli gözükseler de, zaman alıcı olmaları, ön işlem gerektirmeleri sebebiyle dezavantajlılardır.

Çalışmamızda, Al(III) iyonlarının tayini için tris(3-mercaptopropionate) (3-SH) esaslı polimerik bir membran sensör kullanılan spektrofotometrik yeni bir yöntem geliştirilmiş olup; pH, kalibrasyon aralığı, yabancı iyon etkisi vb. parametreler incelenerek tayin için en uygun şartlara karar verilmiştir. Ayrıca geliştirilen sensör sadece saf su ile rejenere edilerek en az 120 kez kullanılabilir. Al(III) iyonları varlığında 30 saniye altında tatmin edici sonuçlar veren sensör gerçek örneklerle de başarıyla tatbik edilmiştir.

Referanslar

- [1] B. Sjögren, A. Iregren, C.G. Elinder, R.A. Yokel, Aluminum. Handbook on the Toxicology of Metals, 2007, 3E. 17; 339-352.
- [2] A.C. Alfrey, Role of Iron And Oxygen Radicals in The Progression of Chronic Renal Failure, Am. J. Kidney Dis., 1994, 23,183–87.
- [3] J. Anthony, S. Fadl, C. Mason, A. Davidson, J. Berry, Absorption, Deposition And Distribution of Dietary Aluminum in Immature Rats: Effects of Dietary Vitamin D3 And Food-Borne Chelating Agent, J. Environ. Sci. Health B, 1986, 21,191–205
- [4] M. Belles, M. L. Albina, D. J. Sanchez, J. L. Domingo, Lack of Protective Effects of Dietary Silicon on Aluminum-induced Maternal and Developmental Toxicity in Mice, Pharmacol, Toxicol, 1999, 85, 1-6
- [5] I. Narin, M. Tüzen, M. Soylak, Aluminium determination in environmental samples by graphite furnace atomic absorption spectrometry after solid phase extraction on amberlite XAD-1180/pyrocatechol violet chelating resin, Talanta, 2004, 63, 411–418.
- [6] W. Siriengkawut, S. Tontrong, P. Chantriatkul, Quantitation of Aluminium Content in Waters Soft Drinks by Spectrophotometry Using Eriochrome Cyanine R, Research Journal Of Pharmaceutical, Biological and Chemical Sciences, 2013, 4, 1154-1161
- [7] M. Rezaee, Y. Yamini, A. Khanchi, M. Faraji, A. Saleh, A simple and rapid new dispersive liquid–liquid microextraction based on solidification of floating organic drop combined with inductively coupled plasma-optical emission spectrometry for preconcentration and determination of aluminium in water samples, J. Hazard. Mater., 2010, 178, 766–770.

5-BROMOSALİSİLALDEHİTMETANSÜLFONİLHİDRAZONUN MOLEKÜLER YAPISININ X-İŞİNİ SPEKTROSKOPİSİ YÖNTEMİYLE VE TEORİK HESAPLAMALARLA İNCELENMESİ

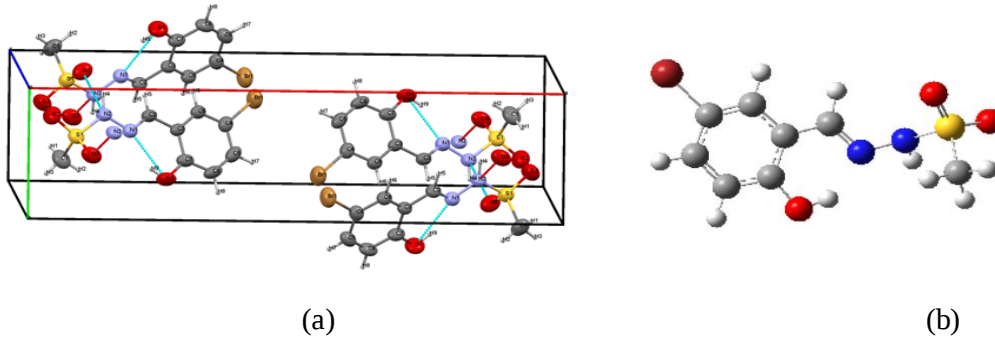
Ayla Balaban Gündüzalp¹, Ebru Erdoğan¹, Kerem Kaya², Ümmühan Özdemir Özmen¹

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Gazi Üniversitesi, 06600, Teknikokullar, Ankara, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 34469, Maslak, İstanbul, Türkiye

Sülfonamidlere ($R-SO_2NH_2$) farklı grupların bağlanmasıyla elde edilen sülfonilhidrazit, sülfonilhidrazon, sülfonilüre gibi türlerin antibiyotik olarak kullanımlarının yanı sıra antitümör olarak kemoterapide, idrar söktürücü olarak üriner sistemde, romatizmal hastalıkların tedavisinde ve diyabette kullanımı bilinmektedir. Birçok sülfonamid türeği, karbonik anhidraz (CA) enzim inhibitörü olarak göz tansiyonu (glokom) tedavisinde oldukça etkilidir [1,2].

Bu çalışmada, imin ($C=N$) bağlı aromatik sülfonamid bileşiği olan 5-bromosalisilaldehitmetan sülfonilhidrazonun moleküler yapısı ve geometrik parametreleri (bağ uzunluğu, bağ açısı ve torsiyon açısı) X-ışını spektroskopisi yöntemi ile belirlenmiştir. İmin ($C2=N1$) bağ uzunluğu 1.276 (7) Å, $C2-N2-N1$ bağ açısı $117.6(4)^\circ$ ve $S1-N1-N2-C2$ torsiyon açısı $-166.1(4)^\circ$ olarak bulunmuştur. Aynı zamanda, Gaussian 09 programında DFT/B3LYP/6311G(d,p) temel seti ile moleküler yapı optimize edilmiş, geometrik parametreleri hesaplanmış ve kristal verilerle uyumlu olduğu gözlenmiştir.



Şekil 1. X-ışını kırınımı yöntemi ile belirlenen 3D paket görünümü (a) ve DFT/B3LYP/6311G(d,p) temel seti kullanılarak elde edilen optimize yapı (b)

Tablo 1. Moleküle ait seçilmiş kristal veriler

Dalga boyu	0.71073 Å	
Kristal boyutu	0.100 x 0.100 x 0.300 mm	
Kristal sistemi	monoklinik	
Uzay grubu	P 21/c	
Birim hücre boyutu	a = 22.444(3) Å	$\alpha = 90^\circ$
	b = 5.8589(8) Å	$\beta = 95.776(4)^\circ$
	c = 8.5426(11) Å	$\gamma = 90^\circ$

Referanslar

- [1] G. J. Finlay, B. C. Baguley, K. Snow, W. Judd, Journal of the National Cancer Institute, 82 (1990) 662-667.
 [2] A. Balaban Gündüzalp, G. Parlakgümüş, D. Uzun, Ü. Özdemir Özmen, N. Özbek, M. Sarı, T. Tunç, Journal of Molecular Structure, 1105 (2016) 332-340.

DISPERSİF SIVI-SIVI MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ İLE AĞIR METAL TAYİNİ

Elif Şahin¹, Celile Dervişoğlu¹, Oya Aydın Urucu¹, Ece Kök Yetimoğlu¹

¹Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34722 Göztepe, İstanbul, Türkiye

Günümüzde çevre kirliliği ile aynı doğrultuda ilerleyen gıda kaynaklarındaki kirlenme insan sağlığını önemli ölçüde etkilemektedir. Kadmiyum da, gıdalarda kirliliğe sebep olan ve ciddi sağlık sorunları oluşturabilen ağır metallere aittir. Sigara dumanı, plastik katkı maddeleri, rafine edilmiş yiyecek maddeleri, su boruları, kömür, çay, kahve, kabuklu deniz ürünleri ve gübreler önemli kadmiyum ve kadmiyum bileşikleridir. Aynı zamanda gıda ürünlerinde inorganik tuzları halinde de bulunabilir[1].

Çeşitli ortamlarda bulunan eser elementlerin analizlerinin yapılabilmesi, analiz yöntemine bağlı olarak yeterli sinyalin alınabilmesi ve eser elementlerin konsantrasyonlarının belli bir düzeyin üzerinde olmasıyla mümkündür. Eser metallerin modern spektroskopik cihazlarla doğrudan tayini genelde zordur. Bu sınırlamalar sadece düşük duyarlılıktan değil, aynı zamanda analitin içinde bulunduğu matris etkisi ile de alakalıdır. Bu nedenle, eser metallerin öncelikle matris ortamından ayrılması ve zenginleştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır.

Son yıllarda üzerinde çalışılan dispersif sıvı-sıvı mikroekstraksiyon yöntemi yeni bir ön zenginleştirme türüdür. Bu teknikte, ekstraksiyon ve dağıtıcı çözücüsünden meydana gelen bir karışım hızlı bir şekilde sulu çözeltiye ilave edilmekte ve organik çözücü damlacıklarını içeren bulutlu bir yapı meydana gelmektedir. Organik çözücü ile sulu faz arasında geniş temas alanının oluşturulması ekstraksiyon verimini artırmaktadır. Bu teknik, diğer ekstraksiyon teknikleriyle karşılaştırıldığında basitlik, hız ve düşük hacimde organik çözücülerin kullanılması gibi üstünlüklerinden dolayı çok avantajlıdır [2-3].

Bu çalışmada şelatlaştırıcı olarak PAN(1-(2-pyridylazo)-2-naphthol) kullanılmıştır. Kloroform, ekstraksiyon çözeltisi, etanol ise dağıtıcı çözeltisi olarak seçilmiştir. Yöntemin en önemli parametreleri, pH, çözücü hacimleri, ligand derişimi optimize edilmiş ve validasyon çalışmaları yapılmıştır. Metod dere ve yağmur suyu, atık su ve besin numunelerine başarılı bir şekilde uygulanmıştır.

Bu çalışma 2209-A - Üniversite Öğrencileri Araştırma Projeleri Destekleme Programı (2016 Dönem) tarafından desteklenmiştir.

Referanslar

- [1] L. Friberg, M. Piscator, G.F. Nordberg, T.Kjellström, Cadmium in the Enviroment Cleveland (1974).
- [2] P. Liang, E. Zhao, F. Li, Talanta, 77(2009)1854–1857.
- [3] J. Xiaoyu, H.Yi, L.Xinli, D.Taicheng, C.Hangting, Microchim Acta, 171 (2010) 49-56.

A NOVEL DEEP EUTECTIC SOLVENT BASED LIQUID PHASE MICROEXTRACTION METHOD FOR RHODAMINE-B in COSMETIC PRODUCTS

Erkan Yılmaz, Mustafa Soylak

Faculty of Sciences, Department of Chemistry, Erciyes University, 38039 Kayseri, Turkey

A novel green deep eutectic solvent based liquid phase microextraction (DES-LPME) methodology has been proposed for the assessment of rhodamine-B from cosmetic products. A deep eutectic solvent (DES) consist of tetrabutyl ammonium chloride-decanoic acid (1:2) as extraction solvent and tetrahydrofuran as emulsification agent were used for the extraction of rhodamine B. The quantitative recoveries were achieved at pH 3, 0.3 mL of DES and THF. The rhodamine-B concentration in last volume was analyzed by mirco-cuvette UV-VIS spectrophotometer at 550 nm. The limit of detection and limit of quantification were $2.2 \mu\text{g L}^{-1}$ and $7.3 \mu\text{g L}^{-1}$, respectively. Accuracy and validity was verified by addition recovery studies for cosmetic products.

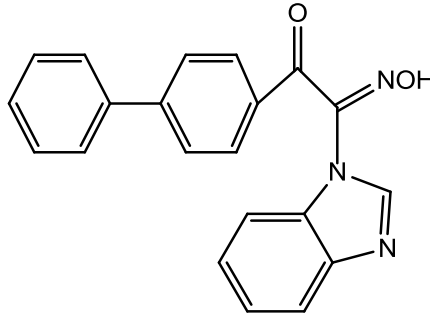
4-(BENZİMİDAZOLİSONİTROSOASETİL)BİFENİL LİGANDININ Pb(II) 'NİN SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ TEMELLİ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONUNDA KULLANIMI

Mustafa Yemen¹, Faruk Kayapa¹, Erkan Yılmaz², Aslıhan Karatepe¹, Fatma Karipcin¹, Mustafa Soylak²

¹ Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Nevşehir Hacı Bektaş Veli Üniversitesi, 50300, Nevşehir, Türkiye

² Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, 38030, Kayseri, Türkiye

Çalışmanın ilk basamağında sentezlenen 4-(kloroasetil)bifenilin asidik ortamda oksimlenmesiyle, 4-bifenilglioksilohidroksimoil klorür elde edilmiştir. Bu bileşiğin benzimidazol ile reaksiyonundan da bir oksim ligandı olan 4-(benzimidazolisonitrosoasetil)bifenil sentezlenmiş ve FT-IR, ¹³C-NMR, ¹H-NMR ve element analizi yöntemleri ile karakterize edilmiştir.



Şekil 1. 4-(Benzimidazolisonitrosoasetil)bifenil ligandının yapısı.

Bu oksim ligandı eser düzeydeki kurşun' un supramoleküler çözücü temelli sıvı faz mikroekstraksiyonu ile zenginleştirilmesinde kompleksleştirici olarak kullanılmıştır. pH 8' de oluşan kompleks 1-Dekanol-tetrahidrofuran' dan oluşan supramoleküler çözücü fazına ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon fazındaki kurşun iyonu konsantrasyonu mikro örneklemeli alevli atomik absorpsiyon spektrofotometresi ile ölçülmüştür. Yöntem üzerinde etkili olan pH, supramoleküler çözücü türü ve hacmi, örnek hacmi, matriks etkisi gibi analitik parametreler optimize edilmiştir. Metodun doğruluğu sertifikalı referans maddelerinin analizi ile test edilmiştir.

Teşekkür: Çalışmanın ligandın sentez kısmı TÜBİTAK (115Z656) tarafından desteklenmiştir.

DERİN ÖTEKTİK ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU İLE ESER DÜZEYDEKİ Ni(II) İYONLARININ AYRILMASI VE ZENGINLEŞTİRİLMESİ

Zeliha Erbaş¹, Mustafa Soylak¹, Erkan Yılmaz¹, Mehmet Doğan²

¹ Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, 38039, Kayseri

² Türkiye Bilimler Akademisi (TUBA), Ankara

Derin ötektik çözücüler iki ya da daha fazla bileşenin karıştırılması ile elde edilen bir çözücü sistemidir. Bu bileşenler arasında hidrojen bağı etkileşimi sonucunda bir ötektik çözücü sistemi elde edilir. Elde edilen bu ötektik çözücü sisteminin erime noktası onu oluşturan bileşenlerinkinden daha düşüktür. Bir derin ötektik çözücü, kuaterner amonyum tuzlarının, metal tuzları ya da bir hidrojen bağı donoruna sahip türlerle karıştırılmasıyla elde edilir. Derin ötektik çözücüler suya karşı inerttirler. Laboratuvar şartlarında her hangi bir özel cihaz veya tekniğe gerek duyulmadan hazırlanabilmeleridir [1-4].

Bu çalışmada, alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile tayini öncesi, Ni(II) iyonlarının sodyum dietilditiyokarbamat kompleksi halinde zenginleştirilmesi, ayrılması için derin ötektik çözücü sıvı faz mikroekstraksiyonu yöntemi geliştirilmiştir. Geliştirilen yöntemde tetrahidrofuran ortamında tetrabutilamonyumklorid -dekonoik asit bileşenlerinden oluşan derin ötektik çözücüsünün su ile karışmayan misel oluşturulmasına dayanmaktadır. Yöntemin optimizasyonu için, Ni(II) iyonlarının ekstraksiyon verimi üzerine etkili pH, ligand miktarı, derin ötektik çözücü hacmi, tetrahidrofuran hacmi, örnek hacmi, yabancı iyon etkisi gibi analitik parametreler optimize edilmiştir. Ni(II) iyonlarının pH 3’de kantitatif geri kazanıldığı görülmüştür. Geliştirilen yöntemin doğruluğu sertifikalı referans madde analizi ve su örneklerine yapılan ekleme-geri kazanma çalışmaları ile kontrol edilmiştir. Yöntem doğal su örneklerinde nikel(II) iyonlarının ayrılması ve zenginleştirilmesine uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] E. Yılmaz, M. Soylak Talanta, 136 (2015) 170-173.
- [2] J. D. Mota-Morales, M. C. Gutiérrez, M. L. Ferrer, I. C. Sanchez, E. A. Elizalde-Peña, J. A. Pojman, F. D. Monte, G. Luna-Bárcenas, Journal of Polymer Science, 51A (2013) 1767–1773.
- [3] W. Bia, M. Tian, K. H. Rowc, Journal of Chromatography A, 1285 (2013) 22– 30.
- [4] Z. Maugeri, W. Leitner, P. D. María, Tetrahedron Letters, 53(2012) 6968–6971.

UV DEDEKTÖRLÜ HPLC YÖNTEMİ İLE FARMASÖTİK PREPARATLARDA ROSUVASTATİN ETKİN MADDESİNİN MİKTAR TAYİNİ

Bilal Yılmaz, Nurullah Yılmaz

Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum, Türkiye

Rosuvastatin, 3-hidroksi 3-metilglutaril koenzim A'nın, selektif ve kompetitif bir inhibitörü olup primer hiperkolesterolemi ve kombine dislipidemili hastaların tedavisinde kullanılan bir ilaçtır. Oral alımdan yaklaşık 5 saat sonra doruk plazma konsantrasyonuna ulaşır. Mutlak biyoyararlanımı yaklaşık % 20'dir. Başta albumin olmak üzere plazma proteinlerine % 90 oranında bağlanır. Belirlenen temel metabolitler N-desmetil ve lakton metabolitleridir. Yaklaşık % 5'i idrarla değişmemiş olarak atılır. Plazma eliminasyon yarı ömrü yaklaşık 19 saattir [1]. Bu çalışmanın amacı; farmasötik preparatlarda rosuvastatin miktar tayini için basit, hassas, doğru ve hızlı bir HPLC yöntemi geliştirip valide etmektir. HPLC çalışmasında; ters faz Ace C₁₈ kolon (5 µm, 250 x 4,6 mm), % 0,1 H₃PO₄ (pH 3,0) içeren asetonitril-su (40:60, h/h) mobil fazı, 1,0 mL/dak kolon akış hızı, 225 nm dalga boyu ve 10 µL injeksiyon hacmi parametreleri kullanıldı. Rosuvastatinin metanol içinde 100 µg/mL derişimde stok çözeltisi hazırlandı ve bu çözeltiden belirli hacimlerde alınıp metanol ile seyreltilerek 0,10, 0,25, 0,50, 1,0, 1,5 ve 2,0 µg/mL derişimlerde standart çalışma çözeltileri hazırlandı ve kromatogramları alındı. Yöntemin doğrusal olduğu derişim aralığında (0,10-2,0 µg/mL) rosuvastatin çözeltisi derişimine karşı pik alan değerleri grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi elde edildi. HPLC yönteminin kalibrasyon eğrisinin regresyon analizinden regresyon doğrusu denklemi ve korelasyon katsayısı (r) sırasıyla $y=5,324x+32,67$ (y: pik alanı, x: derişim) ve 0,998; yöntemin gözlenebilme sınırı değeri 20 ng/mL ve tayin alt sınırı değeri ise 60 ng/mL olarak belirlendi. Gün içi ve günler arası kesinlik belirlenmesinde yüzde bağıl standart sapma ve doğruluk belirlenmesinde bağıl hata değerleri sırasıyla % 2,49 ve % 1,97'den küçük olarak tespit edildi. Yöntemin uygulaması rosuvastatin içeren farmasötik preparatlardan Rosucor tablette miktar tayini yapılarak gerçekleştirildi. Yöntemin farmasötik preparattan geri kazanım değeri % 100,1 olarak belirlendi. Sonuç olarak; HPLC yöntemi hassas, doğru, kesin ve duyarlı olduğundan ilaç endüstrisinde kalite kontrol çalışmalarında başarı ile kullanılabileceği sonucuna varılmıştır.

Referanslar

[1] RxMedia Pharma İnteraktif İlaç Bilgi Kaynağı, 2014.

UV- GÖRÜNÜR BÖLGE ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRİ YÖNTEMİ İLE KARVEDİLOL ETKİN MADDESİNİN FARMASÖTİK PREPARATLARDA MİKTAR TAYİNİ

Bilal Yılmaz, Nurullah Yılmaz

Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Atatürk Üniversitesi, 25240, Erzurum, Türkiye

Beta bloker ilaçlar, günümüzde oldukça geniş bir hastalık grubunda kullanılmaktadır. Hipertansiyonla beraber angina pektoris, miyokard infarktüsü sonrası, konjestif kalp yetersizliği, taşiaritmi, yüksek koroner hastalık riski ve diyabet varlığında hastalara beta bloker tedavisi önerilmektedir. Beta bloker bir ilaç olan karvedilol; alfa1, beta1 ve beta2 adrenerjik reseptör blokajı özelliği olan bir adrenerjik reseptör blokeridir [1]. Tek başına ya da diğer antihipertansif ajanlarla (kalsiyum kanal blokerleri ve diüretikler; özellikle tiazid diüretikler) birlikte kullanılabilir. Karvedilol ilacının koroner kalp hastalığında da klinik etkinliği kanıtlanmıştır [2]. Bu çalışmanın amacı, farmasötik preparatlarda karvedilol etkin maddesinin miktar tayini için basit, hassas, doğru ve hızlı bir yöntem olan UV- Görünür Bölge Absorbsiyon Spektrofotometri Yönteminin geliştirilmesi ve valide edilmesidir. Spektrofotometrik çalışmalar için karvedilolün metanol içinde 100 µg/mL derişimde stok çözeltisi hazırlandı. Bu stok çözeltilerden belirli hacimlerde alınıp metanol ile seyreltilerek 0,5, 1, 2, 4, 6, 8 ve 10 µg/mL derişimlerde standart çalışma çözeltileri hazırlandı. Karvedilolün maksimum absorbsiyon yaptığı dalga boyunu belirlemek amacıyla 260-310 nm dalga boyu aralığında spektrum taraması yapıldı ve karvedilolün maksimum absorbans yaptığı dalga boyu 285 nm olarak belirlendi. Yöntemin doğrusal olduğu derişim aralığında (0,5-10 µg/mL) karvedilol çözeltisi derişimine karşı okunan absorbans değerleri grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi elde edildi. Kalibrasyon eğrisinin regresyon analizinden regresyon doğrusu denklemi ve korelasyon katsayısı sırasıyla $A=0,0371x-0,0024$ (A: Absorbans, x: derişim) ve 0,997 olarak; yöntemin gözlenebilme sınırı değeri 0,15 µg/mL; tayin alt sınırı değeri ise 0,45 µg/mL olarak belirlendi. Gün içi ve günler arası kesinlik belirlenmesinde yüzde bağıl standart sapma ve doğruluk belirlenmesinde bağıl hata değerleri sırasıyla % 2,77 ve % 1,67'den küçük olarak tespit edildi. Diğer yandan yöntemin uygulaması karvedilol içeren farmasötik preparatlardan Dilatrend tablete miktar tayini yapılarak gerçekleştirildi. Yöntemin farmasötik preparatlardan ortalama geri kazanım değeri % 99,8 olarak belirlendi. Sonuç olarak; UV- Görünür Bölge Absorbsiyon Spektrofotometri Yöntemi hızlı, doğru, kesin ve basit olduğundan ilaç endüstrisinde kalite kontrol çalışmalarında başarı ile kullanılabilir.

Referanslar

- [1] R.R. Ruffolo, M. Gellai, J.P. Hieble, R.N. Willette ve A.J. Nichols, The European Journal of Clinical Pharmacology, 38 (1990) 82-88.
- [2] M.A. Pfeffer ve L.W. Stevenson, The New England Journal of Medicine, 334 (1996) 1396-1397.

KOZMETİK AMAÇLA KULLANILAN BAZI YAĞLARIN SAFLIK TAYİNİ

Serap Sağlık Aslan, Neşet Neşetoğlu, İbrahim Daniş, Durişehvar Özer Ünal

¹ Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34116, İstanbul, Türkiye

² İlaç Araştırma ve Uygulama Merkezi, İstanbul Üniversitesi, 34116, İstanbul, Türkiye

Kozmetik, Yunanca “süslemekte usta” anlamına gelen *kosmetiko* sözcüğünden türetilmiştir. Özellikle deri, saç, tırnak gibi vücudumuzun kısımlarının görünüşünü düzeltmek, korumak ve sağlıklı halinin devamını sağlamak amacıyla çeşitli bitkilerin yağları kullanılmaktadır.

Kozmetik amaçla kullanılmak üzere piyasada satılan argan, badem, ceviz, Hindistan cevizi, Hint, kakao ve üzüm çekirdeği yağlarının yağ asidi kompozisyonları GC-MS yöntemi ile tayin edilmiştir. Yağların saflığı; kütle spektrometrik, infrared spektrometrik ve refraktometrik indeks verilerinin birlikte değerlendirilmesi ile saptanmıştır.

Referans

[1] Zielinska A. and Nowak I., CHEMIK 68 (2), 103-110, 2014

ZOFENOPRİL VE HİDROKLOROTİAZİT'İN TABLETLERDE TÜREV SPEKTROFOTOMETRİ İLE MİKTAR TAYİNİ

Zehra Özden Erdoğan¹, Semahat Küçükolbaşı¹, Esmâ Kılıç²

¹Analitik Kimya Anabilim Dalı, Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Selçuk Üniversitesi, Konya

²Analitik Kimya Anabilim Dalı, Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Ankara Üniversitesi, Ankara

Zofenopril (ZOF), (4S)-1-[(2S)-3-(benzoylthio)-2-methyl-1-oxopropyl]-4-(phenylthio)-L-proline, yüksek lipofilite, antioksidan ve doku koruyucu aktivitesi ile karakterize edilen anjiyotensin-dönüştürücü enzim(ACE) ailesine ait bir antihipertansif ilaçtır. Enapril, kaptopril veya perindopril gibi bu grubun diğer eski ilaçlarıyla karşılaştırıldığında ZOF, yüksek hipotansif etkinlik ve düşük yan etki ile karakterize edilir. ZOF genellikle diüretik hareket ile karakterize edilen diğer ilaçlarla birlikte hipertansiyon tedavisinde kullanılır [1]. Hidroklorotiazit, 6--3,4-dihidro-2H-1,2,4-benzothiazine-7-sulfonamide, aktif sodyum geri emilimini ve periferik damar direncini azaltan, antihipertansif ilaç formülasyonlarında tek başına yada diğer ilaçlarla kombinasyon şeklinde kullanılan benzothiazines sınıf bir diüretiktir [2-5]. Hidroklorotiazit kalp yetmezliğinde, karaciğer (hepatik siroz) ve böbreklerin (nefrotik sendrom, kronik böbrek yetmezliği) sendromlarında tedavi için kullanılır [6].

Bu çalışmada, zofenopril ve hidroklorotiazit'i birlikte içeren preparatlarda etken madde miktar tayini için spektrofotometrik yöntem önerilmiştir. Zofenopril ve hidroklorotiazit'i birlikte içeren preparatlarda etken maddelerin aynı anda tayinleri için önerilen birinci türev spektrofotometri yönteminde, standart madde ve numunenin metanoldeki çözeltilerinin zofenopril için 270,3 nm'de ve hidroklorotiazit için 253,3 ve 254,4 nm'lerdeki türev absorbans (dA/dλ) değerleri ölçülmüştür. Yöntemde zofenopril ve hidroklorotiazit için çalışma eğrileri zofenopril için 20-70 µg/mL, hidroklorotiazit için 12,4-29,17 µg/mL de doğrusallık göstermiştir. Korelasyon katsayıları zofenopril için 0,999 ve hidroklorotiazit için ise 0,998 ve 0,988 olarak hesaplanmıştır.

Önerilen bu spektrofotometrik yöntem, zofenopril ve hidroklorotiazit içeren farmasötik prepatlarda başarı ile uygulanmıştır.

Referanslar

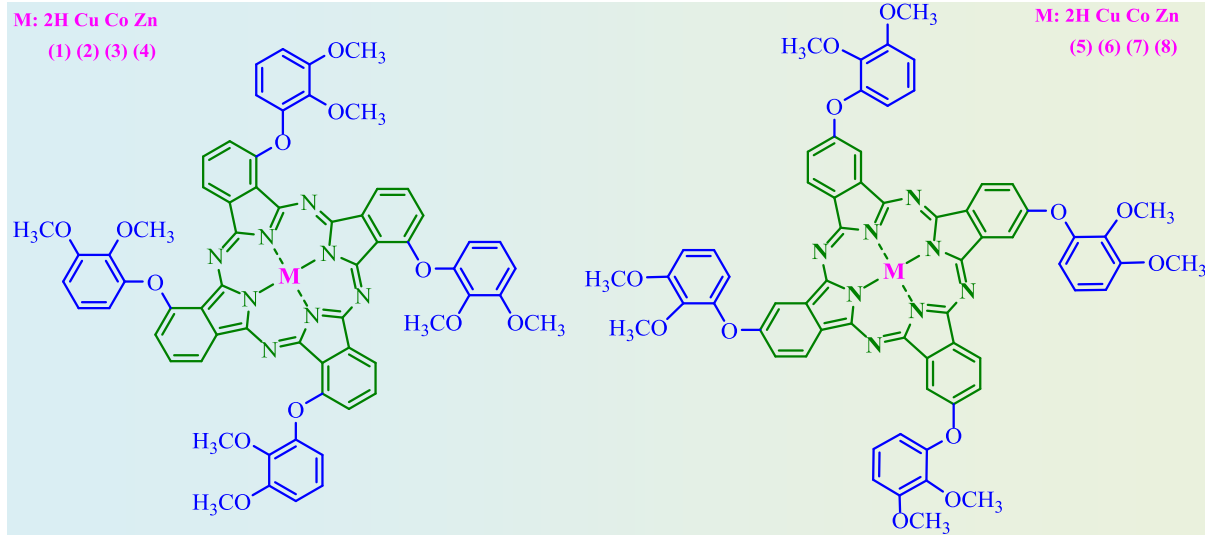
- [1] M.Stolarczyk, A.Maslaka, A.Apola, W.Rybak ve J.Krzek, Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 148 (2015) 66-71
- [2] L. B. Brunton, I. B. N. Parker, J. (Eds) Lazo, Goodman and Gilman's The Pharmacological Basis of Therapeutics, 11th Edn, McGraw Hill Publishing, 2005, New York.
- [3] A. W. Scribner, J. Loscalzo ve C. Napoli, Eur. J. Pharm., 482 (2003) 95-99.
- [4] E.Malacco ve S. Omboni, Adv. Ther. 24 (2007) 1006-1015.
- [5] G.Carlucci, P, Luliano ve L. Di Federico, Journal of Separation Science, 33 (2010) 1717-1722.
- [6] H.Beitollahi, M. Hamzavi ve M.Torkzadeh-Mahani, Materials Science and Engineering C, 52 (2015) 297-305.

(2,3-DİMETOKSİ)FENOKSİ GRUPLARI İÇEREN ALFA VE BETA SÜBSTİTÜE METALLİ VE METALSİZ FTALOSİYANİN BİLEŞİKLERİNİN SENTEZİ VE KARAKTERİZASYONU

Betül Nur Balkaş, Zafer Odabaş, Selçuk Altun

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Marmara Üniversitesi, 34722, Göztepe, İstanbul, Türkiye.

Ftalosiyanın bileşikler, 18π elektron konfigürasyonuna sahip makromoleküllerdir. Dört iminoizendo-lin ünitesinden oluşan ftalosiyaninler simetrik makrohalkaya sahiptirler. Yüksek π elektron konjugasyonu ftalosiyaninlerin termal ve kimyasal kararlılıklarının yüksek olmasını sağlar [1]. Ftalosiyaninlerin merkezindeki metal atomu veya halkaya bağlı sübstitüentlerin niteliği ve niceliği ayrıca sübstitüsyon pozisyonu bu bileşiklerin fiziksel, kimyasal ve spektral özelliklerini oldukça fazla değiştirebilmektedir [2]. Günümüzde pigment ve boya özelliklerinin yanı sıra ftalosiyanin bileşikler gaz sensör, nonlinear optik, güneş pilleri ve fotodinamik kanser tedavisi gibi çok farklı alanlarda kullanılmaktadır [3].



Şekil 1. Orijinal ftalosiyanın bileşiklerinin molekül formülleri

Bu çalışmada, 3- ve 4-nitroftalonitril 2,3-dimetoksifenol bileşiği ile nükleofilik aromatik yer değiştirme reaksiyonu gerçekleştirilerek orijinal 3- ve 4-(2,3-dimetoksifenoksi)ftalonitril başlangıç bileşikler ve bu bileşiklerin siklotetramerizasyonundan da metalli ve metalsiz-ftalosiyaninler (2HPcs, CuPcs, CoPcs ve ZnPcs) sentezlendi. Başlangıç bileşikler ve ftalosiyaninlerin yapı karakterizasyonu IR, UV-vis $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$ ve MALDI-TOF spektroskopik yöntemleri kullanılarak aydınlatıldı. Yeni sentezlenen ftalosiyanin bileşiklerinin spektroskopik özellikleri ve agregasyon davranışlarına metallerin etkisi, farklı derişimlerde ve farklı çözücüler kullanılarak araştırıldı.

Referanslar

- [1] C.C. Leznoff, A.B.P. Lever (Eds.), Phthalocyanines: properties and applications, 1996, New York, Vol. 4.
- [2] N. B. McKeown, Phthalocyanine Materials Synthesis Structure and Function Chemistry of Solid State Materials, Cambridge University Press, 1998, New York, Vol. 6, pp. 32–149.
- [3] K.M. Kadish, K.M. Smith, R. Guillard (Eds.), The Porphyrin Handbook, Phthalocyanines: Synthesis of phthalocyanine precursors, 2003, California, Vol. 15, Chapter 97.

HUMİK ASİT MİKROEKSTRAKSİYONU İÇİN YENİ BİR YÖNTEM

Erkan Yılmaz, Bircan Özdemir, Mustafa Soylak

Erciyes Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, 38039, Kayseri

Çeşitli matriksler içinde ve eser konsantrasyonda organik ve inorganik türlerin doğru ve duyarlı analitik yöntemler ile analizi önemlidir. Organik ya da inorganik türlerin düşük derişimlerin tayini öncesi matriks ortamından ayrılması ve zenginleştirilmesi için yeni nesil çözücülerin kullanıldığı sıvı faz mikroekstraksiyonu yöntemlerinin kullanımı son yıllarda oldukça günceldir [1-4].

Bu çalışmada supramoleküler çözücü sıvı faz mikroekstraksiyonu ile humik asit' in ayrılması-zenginleştirilmesi sonrası spektrofotometrik tayini için yeni bir yöntem geliştirilmiştir. Yöntem üzerinde etkili olan pH, supramoleküler çözücü türü ve hacmi, örnek hacmi, santrifüj süresi ve matriks etkisi gibi analitik parametreler optimize edilmiştir. 1-dekanol ve Tetrahidrofuran' dan oluşan supramoleküler çözücüsü ekstraksiyon çözücüsü olarak kullanılmıştır. Örnek çözeltisinde bulunan humik asit supramoleküler çözücü fazına pH 8'de kantitatif olarak ekstrakte edilmiştir. Ekstraksiyon sonrası humik asit derişimi UV-VIS spektrofotometresinde 230 nm dalga boyunda tayin edilmiştir.

Referanslar

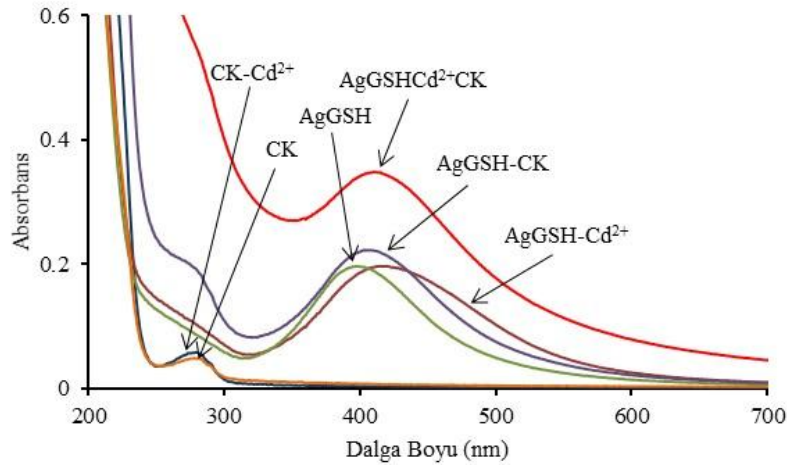
- [1] E. Yılmaz, M. Soylak Talanta, 95(6), 1797-1802
- [2] E. Yılmaz, M. Soylak, Talanta, 116, 882-886.
- [3] H. Jiang, Y. Qin, B. Hu, 2008.. Talanta, 74, 1160-1165
- [4] A. Sarafraz-Yazdi, S. H. Khaleghi-Miran and Z. Es' hagh, (2010). 90(14-15), 1036-1047.

GLUTATYON İLE MODİFİYE EDİLMİŞ GÜMÜŞ NANOPARÇACIKLARI İLE KREATİN KİNAZ ENZİMİNİN TAYİNİ

Can Serkan Keskin, Abdil Özdemir

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Sakarya Üniversitesi, 54050, Sakarya, Türkiye

Kreatin kinaz (CK), iskelet kası, miyokard ve beyinde yüksek miktarlarda bulunur [1]. Bir katalitik enzim olan CK, fosfokreatin, kreatin ve adenosin difosfatın adenosin trifosfata tersinir çevrimlerinden sorumludur. Kanda bulunma miktarları ruhsal bozuklukların belirlenmesinde belirteç olarak kullanılabilir [2]. Kan serumunda tayin edilmesinin ve/veya araştırılmasının en önemli nedeni ise miyokard enfarktüsü ve kas miyopatisi gibi doku yaralanmaları durumunda kandaki miktarının artışıdır [3]. Bu çalışmada, CK enziminin Cd^{2+} iyonu bulunan ortamda glutatyon ile modifiye edilmiş gümüş nanoparçacıkları vasıtasıyla sulu ortamda tayini araştırılmıştır. Modifiye gümüş nanoparçacıkları ile CK enzimi arasında bir etkileşim gerçekleşmektedir. Bu etkileşim absorpsiyon pikinin kaymaya uğraması ve şiddetinin artmasından anlaşılabilmektedir. Cd^{2+} iyonu bulunan ortamda ise absorpsiyon şiddetinin belirgin miktarda arttığı gözlemlenmiştir (Şekil 1). Bu artış fonksiyonize gümüş nanoparçacığı, Cd^{2+} iyonu ve CK enzimi arasında gerçekleşen etkileşimler nedeniyle ortaya çıkmıştır. Absorpsiyon ölçümleri UV-Vis spektrofotometresi kullanılarak alınmıştır. FTIR analizleri için ATR-FTIR tekniği kullanılmıştır. Ayrıca modifiye gümüş nanoparçacıklarının etkileşim öncesi ve sonrası görüntüleri atomik güç mikroskopu kullanılarak alınmıştır. Bu çalışmayla, absorpsiyon şiddetinde meydana gelen belirgin artış vasıtasıyla CK enziminin tayini için yeni bir yöntem geliştirilmiş ve yöntemin sulu çözeltilerde CK enziminin kantitatif tayini için kullanılabilirliği araştırılmıştır.



Şekil 1. AgGSHCd²⁺CK, AgGSH, AgGSH ve Cd²⁺, AgGSH ve CK, CK, CK ve Cd²⁺ çözeltileri karışımlarının absorpsiyon spektrumları.

Referanslar

- [1] C.D. Cabaniss, Creatine Kinase, Ed. H.K. Walker, W.D. Hall, and J.W. Hurst, Clinical Methods, Butterworth Publishers, 1990, Boston, USA.
- [2] B.P. Forester, CS. Zuo, C. Ravichandran, D.G. Harper, F. Du, S. Kim, B.M. Cohen, P.F. and Renshaw, J. Geriatr. Psychiatry. Neurol., 25 (2012) 43-50.
- [3] L.M. Brewster, C.M.D. Coronel, W. Sluiter, J.F. Clark, G.A. Montfrans, Plos One, 7 (2012) 1-3.

YENİ TÜR FTALOSİYANİNLERİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SPEKTROSKOPİK ÖZELLİKLERİNİN ARAŞTIRILMASI

Meryem Çamur¹, Caner Yahya Boyar²

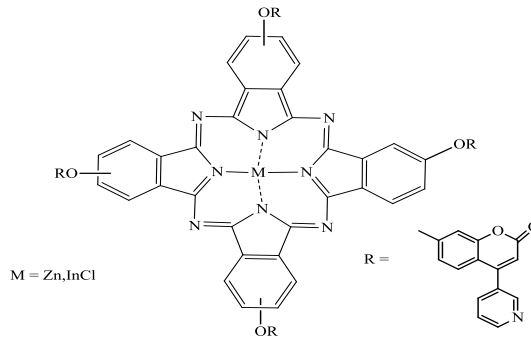
¹Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Kırklareli Üniversitesi, 39100, Kırklareli, Türkiye

²Kimya ABD, Fen Bilimleri Enstitüsü, Kırklareli Üniversitesi, 39100, Kırklareli, Türkiye

Kumarin bileşikleri ilgi çekici fotofiziksel özelliklere sahiptir. Fotouyarıcı, pestisit, antioksidan, antibakteriyel ve antitümör olarak kullanım alanları vardır. Bazı kumarin türevleri meme kanseri, prostat kanseri, metastatik böbrek kanser hücrelerine karşı klinik araştırmalarda incelenmiştir.[1, 2] Aromatik makrohalkalı bileşikler olan ftalosiyaninlerin de ilginç kimyasal ve fiziksel özellikleri bulunmaktadır.

Bu bileşiklerin uygulama alanları yoğun bir şekilde araştırılmaktadır. Bu alanlar güneş pilleri, yarı iletken cihazlar, Langmuir Blodgett filmler, gaz sensörleri, sıvı kristaller, elektrokatalitik ajanlar ve kanser tedavisi için fotodinamikterapidir (PDT).[3] Ftalosiyanin halkası üzerindeki farklı sübsitüentlerin varlığı, çözünürlüğünün artmasına ve daha geniş spektrumda tepki vermesine yol açar. Kumarin türevleri fotouyarıcı için ultraviyole ve görünür bölgede güçlü emilim veren mükemmel organik bileşiklerdir. Ftalosiyanin ile kumarin yapıları bir araya getirildiğinde yüksek fotokararlılık göstermektedir. [4]

Bu çalışmada kanserin PDT ile tedavisinde kullanım alanı bulabilecek ftalosiyanin eldesi amaçlanmıştır. Bu amaçla 7-hidroksi-4-(piridin-3-il) kumarin bileşiğinin 4-nitroftalonitril ile tepkimesinden elde edilen ligand üzerinden Zn ve In metalli ftalosiyanin bileşikler hazırlanmıştır. Ligand ve ftalosiyaninlerin yapı tayininde Infrared (IR), Proton Nükleer Manyetik Rezonans (¹H NMR) ve MALDI-TOF spektroskopisi yöntemleri kullanılmıştır. Fotokimyasal özelliklerinin (singlet oksijen ve fotobozunma kuantum verimleri) incelenmesinde ise Ultraviyole-Visible (UV-vis) spektroskopisi kullanılmıştır.



Şekil 1. Çinko ve İndiyum Metalli Ftalosiyanin Bileşikler

Referanslar

- [1] O. Soyer Can, E. N. Kaya, M. Durmuş ve M.Bulut, High photosensitized singlet oxygen generating zinc(II) and indium(III) acetate phthalocyanines containing 6,8-di-tert-butyl-3-(p-oxyphenyl) coumarin groups, Journal of Photochemistry and Photobiology A: Chemistry 317 (2016) 56-67.
- [2] A. Thakur, R. Singla, V. Jaitak, Coumarins as anticancer agents: A review on synthetic strategies, mechanism of action and SAR studies, European Journal of Medicinal Chemistry, Volume 101, 28 August 2015, Pages 476-495.
- [3] A. Erdoğan, T. Nyokong, New soluble methylenedioxy-phenoxy-substituted zinc phthalocyanine derivatives: Synthesis, photophysical and photochemical studies, Polyhedron 28(2009) 2855-2862.
- [4] J.J. Guo, S. R. Wang, X. G. Li, F. Zhang, X. N. Shao, X. J. Lian, The synthesis, molecular structure and photophysical properties of 2, 9, 16, 23-tetrakis (7-coumarinoxy-4-methyl)-phthalocyanine sensitizer, Journal of Molecular Structure, 1060(2014) 17-23.

KÜTLE SPEKTROMETRİSİ'NDE MOBİL FAZ KATKILARI VE ANALİTİN İYONLAŞMA SABİTLERİNİN ELEKTROSPRAY İYONLAŞMAYA ETKİLERİ

Durışehvar Özer Ünal, Merve Keşkek, Neşet Neşetoğlu, İbrahim Daniş, Cem Kaplan

Analitik Kimya Ana Bilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34116, İstanbul, Türkiye
İlaç Araştırma ve Uygulama Merkezi, İstanbul Üniversitesi, 34116, İstanbul, Türkiye

Yüksek seçicilik ve hassasiyeti nedeniyle Elektrospray İyonizasyon Kütle Spektrometrisi, kromatografik sistemlerle birlikte kompleks matrislerin analizlerinde önemli yer tutmaktadır.

İyonlaşmayı kolaylaştırıcı etkileri nedeniyle formik asit, asetik asit, amonyum format ve amonyum asetat gibi modifiye edici ajanları mobil faz katkı maddeleri olarak kullanılmaktadır. Bu maddeler pozitif veya negatif iyon oluşumunu kolaylaştırmalarının yanı sıra hassasiyeti de etkilemektedirler. Proton ve elektron afinitesi yüksek olan moleküllerin elektrospray iyonlaşma da hassasiyet artmaktadır.

Bu amaçla farklı pKa değerlerine sahip moleküllerin iyonlaşmaları değerlendirilmiştir. Mobil faz katkılarının asidik ve bazik özelliklerine göre elektrospray iyonlaşma da iyon çokluklarına bakılarak hassasiyetin artırılmasında katkıları incelenmiştir.

Referanslar

- [1] Z. Wu, W. Gao, M. A. Phelps Anal Chem. 2004, Feb., 1:76 (3), 839-847.
- [2] S. Gao, Z.P. Zhang, H.T. Karnes, J. Of Chromatogr B, 825, 2005, 98-100.

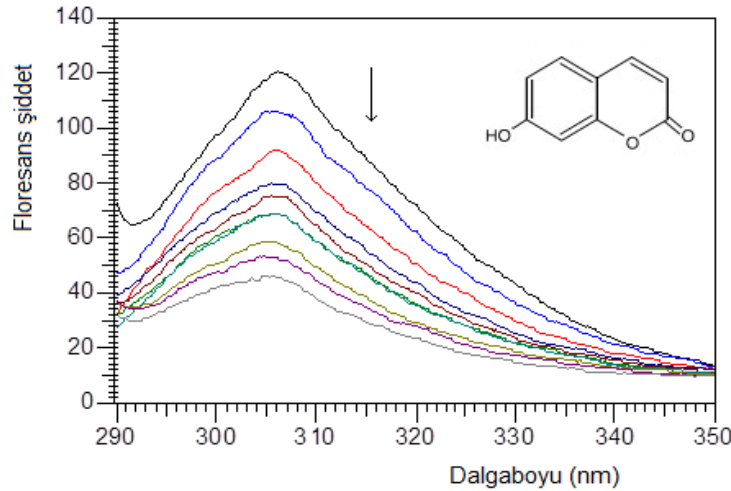
REZONANS ENERJİ TRANSFERİ İLE İNSULİN VE UMBELLİFERON ETKİLEŞİMİNİN SPEKTROFLORİMETRİK İNCELENMESİ

Buse Aklar, Elmas Gökoğlu

Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Hacettepe Üniversitesi, 06800, Ankara, Türkiye

İnsulin, pankreas tarafından salgılanan canlı sistemde şeker düzeyinin kontrolünü sağlayan ve metabolizma üzerinde önemli etkileri olan bir hormondur. İnsulin üretimi veya insulin kullanımı azaldığında diyabetik hastalıklar oluşmaktadır. Yapısında bulunan tirozin uçlar, insuline floresans özellik kazandırır [1,2]. Antifungal, antidiyabet, antioksidan özelliklere sahip; umbelliferon (7-hidroksi kumarin) bazı boya, floresant uç, fotoaktif reaktif ve ilaçların elde edilmesinde kullanılan bir kumarin bileşiğidir [3].

Sunulan çalışmada; florimetrik yöntemle umbelliferonun insulin floresansı üzerine sönüm etkisi çalışıldı (Şekil). Floresans rezonans enerji transferi (FRET) yöntemi kullanılarak, uyarılmış donörden temel seviyedeki akseptöre uyarılma enerjisinin transferi yoluyla moleküller arası uzaklık ile ilgili parametreler bulundu [4]. FRET'e göre donör (insulin) emisyon spektrumu ile akseptör (umbelliferon) absorpsiyon spektrumlarının örtüşmesi ile moleküller arasındaki etkileşim *Förster teorisi* ve *Stern Volmer* eşitliği kullanılarak incelendi. Farklı sıcaklıklarda, *van't Hoff* eşitliği kullanılarak termodinamik parametreler (ΔH , ΔS ve ΔG) hesaplandı. Förster'e göre enerji transfer verimliliğinden, kritik uzaklık (R_0) 3.16 nm ile donör-akseptör çifti arasındaki uzaklık (r) 4.17 nm olarak bulundu.



Şekil . 5.0 □ Minsulin floresansı üzerine umbelliferonun sönüm etkisi. □_{uy}=276 nm.

Referanslar

- [1] H. Lin, R. Chen, X. Liu, F. Sheng, H. Zhang, Study on interaction of mangiferin to insulin and glucagon in ternary system. *Spectrochim. Acta Part A* 75 (2010) 1584-1591.
- [2] A. Verdian-Doghaei, M.R. Housaindokht, Spectroscopic study of the interaction of insulin and its aptamer-sensitive optical detection of insulin. *J. Lumin.* 159 (2015) 1-8.
- [3] B. Ramesh, K.V. Pugalendi, Antihyperglycemic effect of umbelliferone in streptozotocin-diabetic rats. *J. Med. Food* 9 (2006) 562-566.
- [4] J. R. Lakowicz, *Principles of Fluorescence Spectroscopy*, Springer (2006) New York.

MANEB' İN İYONİK SIVI MİKROEKSTRAKSİYONU VE ALEVİLİ ATOMİK ABSORPSİYON SPEKTROMETRESİ İLE İNDİREKT TAYİNİ

Erkan Yılmaz, Fidan Kestane, Mustafa Soylak

Erciyes Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü 38039, Kayseri

Maneb (mangan etilen bis ditiyo karbamant), ziram ve zineb gibi karbamat türevi fungusitler bitki hastalıklarıyla mücadelede yaygın olarak kullanılmaktadır. Karbamat türevi pestisitler insanlar ve hayvanlar için toksik etki göstermektedir. Bundan dolayı çevresel örneklerde karbamat türevi pestisitlerin tayini önemlidir.

Maneb' in iyonik sıvı sıvı faz mikroekstraksiyonu yöntemi ile zenginleştirilmesi sonrası alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile indirek tayinini içeren bir yöntem geliştirilmiştir. Bu yöntemde Maneb' de bulunan Mn(II) iyonu pH 11' de 1-(2-Piridazol)-2-Naftol kompleksi halinde 1-butil-3-metil-imidazolyum hekzaflorofosfat iyonik sıvı fazına ekstrakte edilmiş ve mangan derişimi alevli atomik absorpsiyon spektrometresi ile tayin edilmiştir. Bu şekilde ölçülen mangan derişimine eşdeğer maneb miktarı hesaplanmıştır. Yöntem üzerinden etkili olan pH, iyonik sıvı türü ve hacmi, dispersif çözücü türü ve hacmi, örnek hacmi ve matriks etkisi gibi önemli analitik parametreler optimize edilmiş ve yöntem çevresel örneklerle uygulanmıştır.

SCHIFF BAZ BİLEŞİĞİ OLAN (2-FENOKSİ BENZİLİDEN AMİNO)FENOL TÜREVLERİNİN SOLVATOKROMİK DAVRANIŞLARI ve ELEKTRİK DİPOL MOMENT

Gülşen Pirbudak¹, Yadigar Gülseven Sıdır¹, İsa Sıdır¹, Halil Berber²

¹Fizik Bölümü, Bitlis Eren Üniversitesi, 13000, Bitlis, Türkiye

²Kimya Bölümü, Anadolu Üniversitesi, 26470, Eskişehir, Türkiye

Schiff bazı içeren bileşikler fotokromizm özelliğine sahip olmaları radyasyon şiddetini kontrol etme ve ölçme, görüntüleme sistemleri ve optik bilgisayarlar gibi değişik alanlarda kullanılmalarına imkan vermektedir. Bu çalışmada 3 farklı Schiff baz yapısının elektronik, fotofiziksel ve solvatokromik özellikleri ayrıntılı olarak incelenmiştir. Bu incelemeler için, (Z)-3-(2-fenoksi benziliden amino), (Z)-4-(2-fenoksi benziliden amino) ve (Z)-2-(2-fenoksi benziliden amino) Schiff bazlarının, ultraviyole ve floresans spektrumları farklı polariteye sahip 28 farklı çözücü içinde oda sıcaklığında ölçülmüştür. Moleküllerin çözücü-çözünen etkileşimlerini analiz etmek için lineer çözünme enerji ilişkisi (LSER) yöntemi kullanılmıştır. Çözücü-çözünen etkileşimleri, Kamlet-Taft parametreleri, Catalan parametreleri, Marcus optik dielektrik fonksiyonu ve Reichardt-Dimroth çözücü parametresi kullanılarak multi-lineer regrasyon analiz (MLRA) ile belirlenmiştir. İncelenen moleküller için Kamlet-Taft parametresi absorbans ve floresans spektrumunda batokromik kayma meydana gelmiştir. İncelenen $\pi-\pi^*$ elektronik geçişte yönelmiş indüksiyon etkileşim kuvvetlerinin $f(n)$, dispersiyon-polarizasyon katkısının $f(\epsilon)$ ’inin katkısından fazla olduğu görülmüştür. H-bağı yapma isteğinin, yapmama isteğinden fazla olduğu görülmüştür. İncelenen moleküllerin Catalan parametresi absorbans ve floresans spektrumunda batokromik kayma meydana gelmiştir. İncelenen $\pi-\pi^*$ elektronik geçişte hidrojen bağı donör yani bazikliğın daha fazla olduğu görülmüştür. Kamlet-Taft ve Catalan parametresine göre spesifik olmayan ve spesifik etkileşimlerin olduğu görülmüştür. Uyarılmış ve taban durumda dipol momentleri, Lippert-Mataga, Bakhsiev ve Kawski-Chamma-Viallet metodları ile deneysel olarak hesaplanmıştır.

Referanslar:

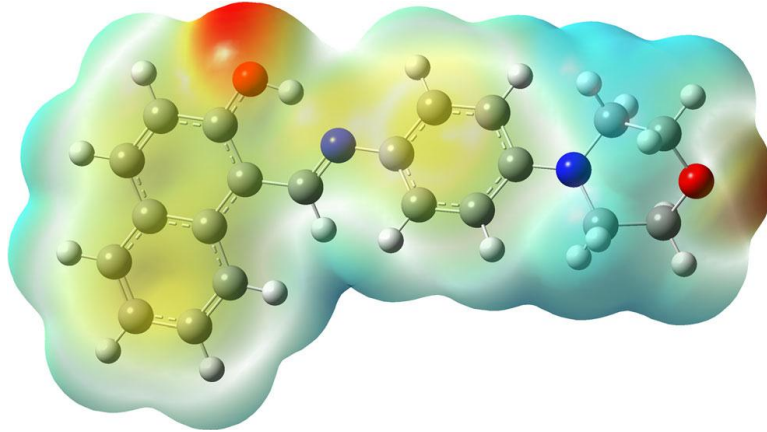
- [1] İ. Sıdır, Y. Gülseven Sıdır, 2015. SpectrochimicaActaPart A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 135 (2015) 560-567.
- [2] J. C. Slater, 1929. The theory of complex spectra. Physical Review.,34(10): 1293.
- [3] M. J. Kamlet, J. L. M. Abboud, R. W. Taft, 1977. The solvatochromic comparison method. 6. The π^* scale of solvent polarities, J. Am. Chem. Soc., 99(18),6027–6038.

1-[(E)-{[4-(MORFOLİN-4-YL)FENİL]İMİNO}METİL]NAPHTHALEN-2-OL (MPIMN) MOLEKÜLÜNÜN YAPISAL, SPEKTROSKOPİK, ELEKTRONİK VE LİNEER OLMAYAN OPTİK ÖZELLİKLERİNİN TEORİK OLARAK İNCELENMESİ

Hacer Gümüş

Pazarlama ve Reklamcılık Bölümü, Gölcük Meslek Yüksekokulu, Kocaeli Üniversitesi, 41380, Kocaeli, Türkiye

1-[(E)-{[4-(morfolin-4-yl)fenil]imino}metil]naphthalen-2-ol (MPIMN) molekülünün teorik olarak moleküler geometrisi ve titreşim spektrumu yoğunluk fonksiyonu teorisi (DFT) metodu ile B3LYP/6-311++G(d,p) ve B3PW91/6-311++G(d,p) temel seviyesinde hesaplandı. Titreşim dalga sayısının ayrıntılı işaretlemeleri potansiyel enerji dağılım (PED) analizi ile yapıldı. MPIMN molekülünün lineer olmayan optik (NLO) özelliklerinden dipol moment (μ), kutuplanabilirlik ($\langle\alpha\rangle$), yönelime bağlı kutuplanabilirlik ($\Delta\alpha$) ve temel durumda yüksek mertebeli kutuplanabilirlik ($\langle\beta\rangle$) değerleri hesaplandı. Bununla birlikte, molekülün moleküller arası etkileşimlerini daha iyi anlamak için optimize yapılar üzerinde NBO analizi yapıldı. Son olarak, MPIMN molekülünün öncü moleküler orbitalleri (HOMO ve LUMO) ve moleküler elektronik potansiyel (MEP) yüzeyi simüle edildi. Hesaplanan teorik veriler ile deneysel [1] veriler karşılaştırıldı.



Şekil 1. MPIMN molekülünün moleküler elektronik potansiyel yüzeyi.

Referanslar

[1] S. Ranjith, P. Sugumar, G. Rajagopal, M. Udayakumar, M.N. Ponnuswamy, Journal of Molecular Structure 1065-1066 (2014) 21-28.

GERÇEK ÖRNEKLERDE Al'NİN ULTRASONİK DESTEKLİ BULUTLANMA NOKTASI EKSTRAKSİYONU İLE ÖNDERİŞTİRME SONRASI FAAS İLE TAYİNİ

Hale Yıldız¹, Kemal Topal¹, Nail Altunay², Ramazan Gürkan²

¹Biyokimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Alüminyum yaygın kullanımı nedeniyle doğada, havada, suda, bitkilerde ve dolayısıyla gıdalarda yaygın olarak bulunur. Son yıllarda alüminyum toksikliği ve biyolojik etkisi ile gündeme gelmektedir. Bazı çalışmalar, alüminyumun beyinde farklı rotalar (içme suları, yiyecekler ve ilaçlar) yoluyla birikebileceğini ve sinir sisteminin normal aktivitelerine müdahale edebileceğini önermektedir. Bu metal iyonu renal osteodistrofi, Parkinson hastalığı ve Alzheimer hastalığının olası bir nedeni olarak tahmin edilmektedir [2]. Alüminyumun çok düşük seviyeleri bile, çevresel ve klinik kimyada insan hayatındaki olumsuz etkisinden dolayı giderek önem kazanmaktadır [3].

Bu çalışmada, su, sebze ve gıda örneklerinde alüminyumun (Al) ayrılması ve ön konsantrasyonu için çevreci özelliğe sahip ultrasonik destekli bulutlanma noktası prosedürü sunulmuştur. (1E, 6E) -1,7-bis (4-hidroksi-3-metoksifenil) -1,6-heptadien-3,5-dion (kurkumin) ligand olarak kullanıldı. Çalışma, pH 6.0'da Al ve kurkumin arasında oluşan anyonik kompleksin katyonik surfaktan (hexadecyltrimethylammonium bromide) ile hidrofobik yapıya dönüştürüldü. Daha sonra kompleks, naniyonik surfaktanın (Tegritol) ultrasonik etki ile bulutlanma sonrası surfaktanca zengin fazına ekstrakte edildi. Numune solüsyonu pH'sı, numune hacmi, kimyasal reaktiflerin miktarı, ultrasonik zaman, ekstarksiyon sıcaklığı, çözücü türü ve matris iyonlarının etkisi gibi çeşitli deneysel ve analitik parametreler araştırıldı. Optimize edilmiş koşullar altında, seçme sınırı ve çalışma aralığı sırasıyla 0.07 µg L⁻¹ ve 0.2-130 µg L⁻¹ idi. Prosedürün doğruluğunu, sertifikalı referans materyallerin analiziyle ve gerçek örneklerle standart eklemeye çalışmalarıyla test edildi. Son olarak, geliştirilen prosedür, gerçek örneklerde Al'nin belirlenmesine başarıyla uygulandı.

Referanslar

- [1] G.L. Klein, Opin. Pharmacol. 5 (2005) 637–640.
- [2] M.L. Hegde, P. Shanmugavelu, B. Vengamma, T.S.S. Rao, R.B. Menon, R.V. Rao ve K.S.J. Rao, J. Trace Elem. Med. Biol. 18 (2004) 163–171.
- [3] H. Sang, P. Liang ve D. Du, Journal of Hazardous Materials, 154(1) (2008) 1127-1132.

B12 VİTAMİNİ'NİN DUYARLI TAYİNİ İÇİN KATI FAZ DESTEK MADDESİ GELİŞTİRİLMESİ

Sümeysra Güllü¹, Halil İbrahim Ulusoy¹, Erkan Yılmaz², Mustafa SOYLAK²

¹Cumhuriyet Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Sivas

²Erciyes Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Kayseri

Suda çözünen vitaminler grubunda yer alan ve siyano kobal amin olarak bilinen en önemli vitaminlerden biri B12 vitamini'dir. Bazı bitkisel kaynaklarda bulunduğu da, temelde hayvansal kaynaklı bir vitamin türüdür. Diğer bir B grubu vitamin olan folik asidin (B9 vitamini) vücuttaki işlevini göstermesine ve demir kullanıma yardımcı olmasıyla oldukça önemli fonksiyonlara sahiptir. Bu sayede alyuvar üretimi de desteklenmiş olur[1-3]. B12 vitamini ayrıca sinir tahribatını önleme ve sinir uçların tamirinde önemli fonksiyonlara sahip olup, hafızayı güçlendirici özellikleri de bilinmektedir. Tıpkı diğer vitamin türlerinde olduğu gibi, B12 de vücutta üretilmeyip dışarıdan alınması gerekmektedir. Çoğu hayvansal kökenli çok tüketilen B12 kaynakları arasında süt, yoğurt, ciğer, yumurta ve balıketi sayılabilir [4].

Gerçek örneklerdeki derişiminin oldukça düşük oluşu ve karmaşık matrislerde yer alması çoğu durumda tayin öncesi bir ön ayırma ve zenginleştirme işlemini gerektirir. Önerilen bu çalışma kapsamında, eser düzeydeki B12 vitamini türlerinin kromatografik tayinleri öncesi uygulaması kolay bir katı faz ekstraksiyon yöntemi geliştirilmiştir. Geliştirilen yöntemin en önemli özelliklerinden biri uygulama kolaylığı sağlayıp işlem süresini kısaltması amacıyla geliştirilen manyetik destekli katı faz destek maddesidir. Bu çalışmada inert reaksiyon ünitesinde manyetik karbon nanotüp-nanoelmas (Man-CNT-NE) sentezlenmiş ve daha sonra bu hibrit malzemenin elüsyon şartlarında bozunmasını engellemek için SiO₂ ile kaplanmış. Elde edilen materyal FT-IR, Raman, XRD, SEM ve BET yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Geliştirilen yöntemin bütün parametreleri optimize edildikten sonra, doğrusal çalışma aralığı 10-900 ng mL⁻¹, tayin sınırı ise 3.32 ng mL⁻¹ olarak bulunmuştur. 200 ng mL⁻¹ B12 vitamini içeren standart çözeltilerle yapılan 10 tekrarlı ölçümlerde, bağıl standart sapmanın % 2.30 ün altında, zenginleştirme faktörünün ise ortalama olarak 60 elde edildiği görülmüştür.

Referanslar

- [1] R. Pawlak, S.E. Lester, T. Babatunde, European Journal of Clinical Nutrition 68 (2014) 541–548.
- [2] M. Niafar, F. HaiJahan, P. Nader, D. Nader, Internal and Emergency Medicine 10(1) (2015) 93-102.
- [3] S. B. Jung, V. Nagaraja, A. Kapur, G. D. Eslick, Intern Med J. 45 (2015) 409–416.
- [4] D. Gille, A. Schmid, Nutr. Rev. 73(2) (2015) 106-115.

GERİ DÖNÜŞÜMLÜ ASETİLKOLİNESTERAZ İNHİBİTÖRLERİNİN PROTONASYON SABİTLERİNİN UV-Vis SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE TAYİNİ

Y. Doğan Daldal, Kader Poturcu, Güleren Alsancak, Ebru Çubuk Demiralay

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Süleyman Demirel Üniversitesi, 32200, Isparta, Türkiye

Asetilkolinesteraz (AChE) inhibitörleri kolinerjik sinir iletimde önemli bir rol oynayan, sinir sisteminin en etkili enzimlerinden biridir. Asetilkolinin katabolik enzimi olan asetilkolinesterazın inhibisyonu Alzheimer hastalığının tedavisinde oldukça etkilidir. Alzheimer hastalığının tedavisinde, terapötik etkililikleri klinik denemelerle kanıtlanmış olan iki geri dönüşümlü AChE inhibitörü olan donepezil ve rivastigmin hafif ve orta şiddetteki hastalarda kullanılmaktadır[1].

Protonasyon sabiti (pK_a) ilaçların biyofarmasötik özellikleri ve kimyasalların iyonlaşma bölgelerini tahmin etmemizi sağlayan parametredir. Bu sabit özellikle ilaçların kan-beyin bariyeri ve membranlar gibi fizyolojik sistemlerden geçişini anlamamızı sağlar. Ayrıca belirli pH aralığında ilacın hangi formda olduğunu ve absorpsiyon, dağılım, metabolizma ve atılım (ADME) gibi farmokinetik karakteristiklerini tahmin etmemizi sağlar [2]. Klinik öncesi, biofarmasötik ve klinik çalışmaların başarılı gerçekleştirilmesi için önemli olan bu sabitin tayini için yüksek performans sıvı kromatografi, kapiler elektroforez, potansiyometrik ve spektroskopik yöntemler gibi farklı analitik teknikler kullanılmaktadır.

Bu çalışmada geri dönüşümlü AChE inhibitörlerinden donepezil ve rivastigminin yapılarında bulunan tersiyer amin grubuna ait protonasyon sabiti değerleri UV-Vis spektroskopi yöntemi kullanılarak tayin edilmiştir. Bu bileşiklerin su ortamında çözünürlükleri az olduğundan asetonitril yüzdeleri % 35, 40 ve 45 (h/h) olan asetonitril-su ikili karışımlarında tayin edilmiştir. Spektrofotometrik yöntemde bileşikler pH 5,5-11,5 arası titre edilmiş ve 0,2 pH birimi aralığı ile spektrum taraması alınmıştır. Verilerin değerlendirilmesinde STAR programı kullanılmıştır[3]. Bu bileşiklerin sudaki pK_a değerleri, asetonitril-su karışımlarında tayin edilen pK_a değerleri kullanılarak Yasuda- Shedlovsky eşitliğinden ve organik modifiyerin mol kesri ve pK_a değerleri arasındaki lineer eşitlikten hesaplanmıştır.

Referanslar

- [1] L.L. Brunton, J.S. Lazo, K.L. Parker, Tedavinin Farmakolojik Temelleri. Çev. Ed. Ö. Süzer, Nobel Tıp Kitabevleri, 2009, İstanbul, Türkiye.
- [2] D.T. Manallack, Perspectives in Medicinal Chemistry, 1 (2007) 25-38.
- [3] J.L.Beltran, R. Codony, M.D. Prat, Analytica Chimica Acta, 276 (1993) 441-454.

KLORPROMAZİN VE TRİFLUPROMAZİNİN PROTONASYON SABİTLERİNİN SPEKTROSKOPİK YÖNTEMLE TAYİNİ

Elif Sekmen, Kader Poturcu, Güleren Alsancak, Ebru Çubuk Demiralay

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Süleyman Demirel Üniversitesi, 32200, Isparta, Türkiye

Antipsikotikler, psikiyatristler tarafından psikotik semptomlarla nitelenen çok farklı klinik bozuklukların tedavisinde sıklıkla kullanılırlar. Fenotiazinler, azot ve kükürt atomları üzerinden trisiklik sisteme dönüşen iki benzen halkası içeren heterosiklik moleküllerdir. Fenotiazin türevleri, amino grup alkil yan zinciri içerir ve heterosiklik yapının azot atomuna bağlanarak klinik kimyada tedavi edici olarak önemli rol oynar [1,2]. Fenotiazin türevleri, antipsikotiklerin dokuz alt grubundan biridir. Fenotiazinler, 2 ve 10 pozisyonunda farklı substituentler ile fenotiazin halkası içeren bazik ilaç grubudur [3]. Bu çalışmada dialkilaminopropil yan zincirli grupta yer alan klorpromazin ve triflupromazinin tersiyer amin grubunun protonasyon sabitleri, spektroskopik yöntemle tayin edilmiştir.

Bir molekülün iyonlaşma davranışını belirlememizi sağlaması nedeniyle iyonlaşma sabiti önemli bir fizikokimyasal parametredir. Fonksiyonel grubun iyonlaşma sabitinin bilinmesi ilaç maddelerinin farmokokinetik ve farmakodinamik özelliklerinin anlaşılmasında hayati öneme sahiptir. İlaçların çeşitli numunelerdeki analizlerinde metot geliştirme işlemlerinde pKa değerlerinin bilinmesi gerekir. İlaçların bu sabitlerinin sudaki tayinleri, bileşiğin sudaki çözünürlüğünün az olması durumunda su-organik çözücü ikili karışımlarının kullanılmasını zorunlu kılar. Doğruluğu ve kesinliği yeterli olan spektrofotometrik yöntemler suda çözünürlüğü düşük olan bileşiklerin iyonlaşma sabitlerinin su organik çözücü ikili karışımlarında tayinine imkan tanımaktadır. 10^{-5} – 10^{-6} M derişim yeterli olup yapıda bir tane kromofor grubun bulunması ve absorbans özelliklerinin yeterli olması gereklidir.

Bu çalışmada klorpromazin ve triflupromazinin tersiyer amin grubuna ait protonasyon sabitlerinin tayini için %35 (h/h) asetonitril-su ikili karışımında, yaklaşık 0,2 pH birimi aralığı ile pH 6,00 - 12,00 arası spektrum taraması alınmıştır. Spektrofotometrik ölçümler, Perkin-Elmer LAMBDA 25 spektrofotometresiyle $25 \pm 0,1$ °C'de 80 mL kapasiteli titrasyon hücresinde gerçekleştirilmiştir. Sonuçların değerlendirilmesi, bu amaç için hazırlanmış bilgisayar programı STAR ile gerçekleştirilmiştir [4]. Değerler ayrıca absorbans-pH ilişkisi dikkate alınarak NLREG programı ile hesaplanmıştır [5]. Deneysel bulgular literatür verileriyle uyumludur[5-8].

Referanslar

- [1] L.L. Brunton, J. S. Lazo, K. L. Parker, 2009. Tedavinin Farmakolojik Temelleri. Çev. Ed. Ö. Süzer, Nobel Tıp Kitabevleri, İstanbul, Türkiye.
- [2] D. T. Manallack, 2007. Perspectives in Medicinal Chemistry, 1, 25-38.
- [3] J. Karpinska, B. Starczewska, H. Puzanowska-Tarasiewicz, 1996. Analytical Sciences, 12, 161-170.
- [4] J. L. R. Beltran, M. D. Codony, Prat, Analytica Chimica Acta, 276 (1993) 441-454.
- [5] NLREG Version 4.0. P.H., 2012. Sherrod. <<http://www.sandh.com/Sherrod>> Tarihi: 08.01.2012.
- [6] U. Franke, A. Munk, M. Wiese, 1999. Journal of Pharmaceutical Sciences, 88, 89-95.
- [7] U. Domanska, A. Pelczarska, A. Pobudkowska, 2011. International Journal of Pharmaceutics, 421, 135-144.
- [8] C. Lin, W. Liao, K. Chen, W. Lin, 2003. Electrophoresis, 24, 3154–3159.

ESER DÜZEYDE Hg(II) İYONLARININ ZENGİNLEŞTİRME SONRASI TAYİNİ

Koray Sarıdal¹, Halil İbrahim Ulusoy¹, Selçuk Şimşek²

¹Cumhuriyet Üniversitesi, Eczacılık Fakültesi, Analitik Kimya Anabilim Dalı, Sivas

²Cumhuriyet Üniversitesi, Fen Fakültesi, Kimya Bölümü, Sivas

Civa bilinen en toksik elementlerden biridir. Bilim dünyasında her gün onlarca çalışma son derece zararlı bu element için yeni tayin yöntemleri geliştirme ve çevresel örneklerden giderimi için yeni malzemeler geliştirme üzerine dayalı çalışmalar yayınlanmaktadır[1,2]. Volkanik patlamalar gibi doğal kaynaklı nedenlerle her yıl çevreye yaklaşık 2500 ton civa yayılmaktadır. Doğaya yayılan bu civanın büyük çoğunluğu elementel halde olsa da çeşitli çevresel etmenlerle ve biyokimyasal faaliyetler sonucu son derece tehlikeli Hg(II)-Hg(I) gibi inorganik ve CH₃Hg gibi organik civa formlarına dönüşmektedir[3]. Yapılan birçok çalışma göstermiştir ki, civa türlerinin toksisiteleri birbirinden farklıdır. Bu yüzden bu türleri birbiri yanında tayin edebilecek duyarlı yöntemler her zaman büyük ilgi çekmektedir[4].

Bu çalışmada, eser düzeydeki Hg(II) iyonlarının analizi için katı faz ekstraksiyonu destekli bir spektroskopik tayin yöntemi geliştirilmiştir. Çalışmanın ilk aşamasında katı faz ekstraksiyonu için poli akril amit hidrojeni ile birlikte siyano kobalt aminin polimerleştirilmesi ile elde edilen bir katı faz destek maddesi sentezlenmiştir. Elde edilen malzemenin FTIR ve SEM teknikleri ile karakterizasyonu yapılmıştır. Daha sonra elde edilen malzeme katı faz destek maddesi olarak Hg(II) iyonlarının ayırma ve zenginleştirilmesinde kullanılmıştır. Zenginleştirme sonrası optimize edilen yöntemin analitik parametreleri belirlenmiştir. Buna göre geliştirilen yöntemin doğrusal çalışma aralığı Hg(II) iyonları için 25-750 ppb aralığında, tayin ve nicelleştirme sınırı ise sırasıyla 8.30 ve 24.86 ppb düzeyindedir. 100 ppb lik model çözelti ile yapılan 5 tekrarlı ölçümlerin bağıl standart sapması % 3.24 olarak hesaplanmıştır. Geliştirilen yöntem Hg(I) ve Hg(II) iyonlarını farklı miktarlarda içeren model çözeltiler yardımıyla test edilmiş ve Hg(II) iyonlarına olan seçiciliği gösterilmiştir. Uygulama alanı olarak kullanılan çevresel su örnekleri ile yapılan geri kazanım çalışmaları ile kantitatif sonuçlar elde edilmiştir.

Referanslar

- [1] S.M. Ullrich, T.W. Tanton, S.A. Abdrashitova, Critical Reviews in Environmental Science and Technology, 31:3 (2001)241-293.
- [2] S. Dadfarni, A.M.H. Shabani, Analytica Chimica Acta, 658(2) (2010) 107–119.
- [3] Y. Gao, Z. Shi, Z. Long, P. Wu, C. Zheng, X. Hou, Microchemical Journal 103 (2012) 1-14.
- [4] M.G. Korna, D. S. Santos, et al. Talanta 73(1) (2007) 1-11.

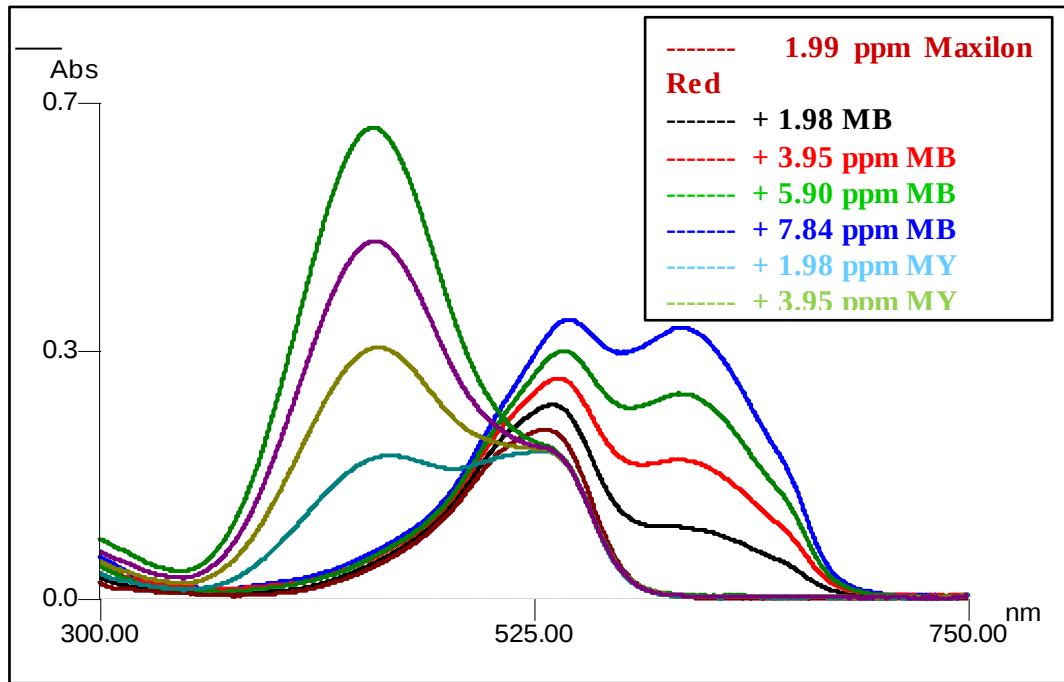
KATYONİK (BAZİK) TEKSTİL BOYALARININ UV-VIS SPEKTROSKOPİK İNCELENMESİ VE ANALİZİ

Derya Yılmaz, Başak Doğan, Esra Sönmez, M. Haluk Türkdemir,

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Türkiye'nin en önemli üretim, istihdam ve ihracat ürünlerinin hazırlandığı sektörlerin birisi Tekstil endüstrisidir. Bu sektörde kullanılan boyaların kimyasal formüllerinin açıklanma zorunluluklarının ortadan kalkması, çok farklı ticari isimlerle pazarlanıyor olmaları gibi nedenlerle, REACH gibi çeşitli kısıtlamalara maruz kalmadan, üretim ve kalite sürekliliğinin sağlanması, ürün niteliği üzerine önemli etkileri olan girdi (boya ve yardımcı kimyasalların) izlenmesi, karakterize edilmelerine bağlıdır.

Çalışmamızda Anyonik modifiye edilmiş lifleri boyayabilen katyonik boyar maddeler incelenmiştir. Tekstil sektöründe çok renkli efektlerin tek banyoda boyanabilmesinde kullanılan, lif ve boyar madde grubudur. Bu çalışmada Maxilon Red GRL, Maxilon Golden Yellow GL EC, Maxilon Blue SL ticari isimleri ile tekstil sektöründe kullanılmakta olan katyonik tekstil boyalarının sulu ortamda farklı pH koşullarında 800-190 nm dalga boyu aralığında UV-VIS spektroskopik incelemeleri yapılarak, karakteristik davranışları belirlenmeye çalışıldı. Ara renk ve tonların eldesi için karışım halinde bulunmaları durumunda oransal bileşimleri için yeterli bir inceleme oluşturması tartışılarak değerlendirildi, ayrı ayrı ve bir arada bulundukları durumlarda nicel analizleri için doğrusal çalışma aralıkları belirlenmeye çalışıldı.



Şekil 1. pH 6 BR tamponunda 1.99 ppm Maxilon Red Spektrumuna artan Maxilon Blue (MB) ve Maxilon Yellow (MY) etkisi.

Referanslar

- [1] M. Ima, de Oca MNM, Iriarte AG, Ortiz CS, Arguello GA, Dyes and Pigments 2012, 92(1), 758-765.
- [2] H. F. Qian, W. Huang, Dyes and Pigments 2017, 140, 286-296.
- [3] M.S. Javadi, J. Mokhtari, Journal of the Chinese Chemical Society 2012, 59(6), 793-801.

ÇEVRESEL ÖRNEKLERDE SELENYUMUN BELİRLENMESİ İÇİN HG-AAS İLE KOMBİNE EDİLMİŞ MİKROEKSTRAKSİYON YÖNTEMİ

Mertay Çalışkan¹, Hale Yıldız², Nail Altunay³, Ramazan Gürkan³

¹Kimya Mühendisliği, Mühendislik Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

²Biyokimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

³Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, 58800, Sivas, Türkiye

Düşük konsantrasyon düzeylerinde esansiyel bir özellik ve yüksek düzeyde toksik etkilere sahip olması aynı zamanda kanser önlemedeki rolü nedeniyle, Se'nin iz seviyelerinde belirlenmesi giderek önem kazanmaktadır [1]. ABD Gıda ve Beslenme Kurulu tarafından selenyum için önerilen günlük alım bebekler için 15 ila 20 µg/gün, emzikli anneler için 70 µg/gün ve yetişkinler için 55 µg/gün olarak hesaplanmıştır [2].

Bu çalışmada, hidrür oluşturmali atomik absorpsiyon spektrometresiyle (HG-AAS) kombine iyonik sıvı (IL) dağılımlı mikroekstraksiyon sisteminin kullanımına dayanan Se tayini için kromatografik olmayan bir ayırma ve ön konsantrasyon yöntemi önerilmiştir. IL fazının tutulması ve ayrılması, 1-heksil-3-metilimidazolyum heksaflorofosfat [C₆MIM] [PF₆] ile dispersif sıvı-sıvı mikroekstraksiyonundan (DLLME) sonra santrifüjleme ile sağlandı. Selenit [Se (IV)] türleri Se-resorsinol kompleksinin oluşturulması, ardından 30 °C de 5 dakika ultrasonik etki yardımıyla [C₆MIM] [PF₆] içeren faza ekstraksiyon ile seçici olarak ayrılmıştır. Ligant derişimi, numune hacmi, özütleyici faz hacmi, ultrasonik zaman ve denge sıcaklığı gibi mikroekstraksiyon tekniğinin verimliliğini etkileyen faktörler ve HG-AAS'nin koşulları ayrıntılı olarak araştırılmıştır. Optimum koşullarda elde edilen sonuçlar şöyledi; çalışma aralığı 30-450 ng L⁻¹, seçme sınırı 8.4 ng L⁻¹, bağıl standart sapma 1.9%, önderiştirme faktörü 35 ve ekstraksiyon zamanı 15 dk idi. Önerilen yöntemin geçerliliği standart referans materyalin analiz ile yapıldıktan sonra, yöntem başarılı bir şekilde bazı çevresel örneklerde toplam selenyum belirlenmesine uygulandı.

Referanslar

[1] J. Luo, F. Xu, J. Tu, X. Wu ve X. Hou, *Microchemical Journal*, 132 (2017) 245-250.

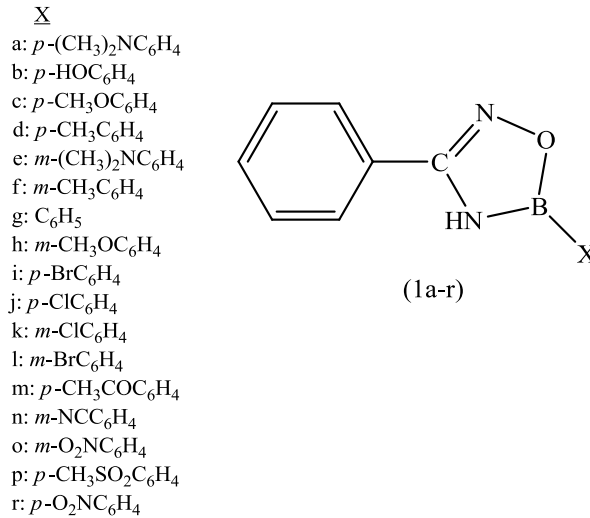
[2] M. Tuzen ve O. Z. Pekiner, *Food chemistry*, 188 (2015) 619-624.

OKSADIAZABOROL BİLEŞİKLERİNDE N-H VE C=N GRUPLARINA AİT ^1H NMR VE ^{13}C NMR SPEKTRUMLARINDAKİ KİMYASAL KAYMAYA SÜBSTİTÜENT ETKİNİN İNCELENMESİ

Meryem Pir

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Kocaeli Üniversitesi, 41380, Kocaeli, Türkiye

Medisinal kimyada bor içeren yeni heterosiklik boron bileşikler biyolojik aktivite gösteren önemli moleküller olarak gösterilmektedir [1-3]. Bizim de sentezini gerçekleştirdiğimiz oksadiazaborol bileşikler [4] (Şekil 1) yapısındaki oksijen-azot-bor içeren beş üyeli aromatik olmayan halka ile oldukça ilginç moleküllerdir. Bu bileşiklerde N-H ve C=N gruplarına ait NMR spektrumlarında kimyasal kaymaya sübstitüent etkinin olabileceği düşünülmüştür. Sentezlediğimiz 3-fenil-5-(sübstitüefenil)-4,5-dihidro-1,2,4,5-oksadiazaborol (1a-r) bileşiklerinde heterohalkada bulunan N-H ve C=N gruplarının NMR spektrumlarında kimyasal kaymaya sübstitüent etki SSP (Single Substituent Parameter) analizi ve DSP (Dual Substituent Parameter) analizi yapılarak (Hammett sübstitüent sabiti σ , F ve R sabitleri kullanılarak) incelendi. Hesaplamalarda, teorik ^1H NMR ve ^{13}C NMR kimyasal kaymaları Gaussian 03W DFT B3LYP/6-31G++(d,p) metodu ile minimum enerjili konformasyonlar esas alınarak hesaplandı. Deneysel ve teorik sonuçların birbiriyle uyumlu olduğu belirlenmiştir. ^1H NMR ve ^{13}C NMR kimyasal kayma değerlerinin elektron çekici sübstitüentler ile arttığı görülmüştür. Bu sonuç normal indüktif etki ile açıklanmıştır.



Şekil 1. 3-fenil-5-(sübstitüefenil)-4,5-dihidro-1,2,4,5-oksadiazaborol (1a-r) bileşiklerinin yapısı.

Referanslar

- [1] V. Ciaravino, J. Plattner, S. Chanda, An Assessment of The Genetic Toxicology of Novel Boron-Containing Therapeutic Agents, Environ. Mol. Mutagen., 2013, 54, 338-346.
- [2] B. C. Das, X. Y. Tang, P. Rogler, T. Evans, Design and Synthesis of 3,5-Disubstituted Boron-Containing 1,2,4-Oxadiazoles as Potential Combretastatin A-4 (CA-4) Analogs, Tetrahedron Lett., 2012, 53, 3947-3950.
- [3] A. Jabbour, D. Steinberg, V. M. Dembitsky, A. Moussaieff, B. Zaks, M. Srebnik, Synthesis and Evaluation of Oxazaborolidines for Antibacterial Activity Against Streptococcus mutans, J. Med. Chem., 2004, 47, 2409-2410.

DETERMINATION AND SPECIATION OF SELENIUM IN WATER SAMPLES COLLECTED FROM MUĞLA (TURKEY) PROVINCE BY HYDRIDE GENERATION ATOMIC ABSORPTION SPECTROMETRY

Muhammet Karabaş¹, Dilek Yıldız², İbrahim Kula¹

¹Muğla Sıtkı Kocman University, Department of Chemistry, 48000 Muğla, Turkey

²Muğla Sıtkı Kocman University, Research and Application Centre For Research Laboratories, 48000 Muğla, Turkey

In this work, determination and speciation of selenium in various water samples were done by using Hydride Generation Atomic Absorption Spectrometry. The most appropriate values of HCl concentration, NaBH₄ concentration, NaOH concentration, flow rate of argon and flow rate of waste solution were determined experimentally. Values of LOD and LOQ were calculated separately for total Se and Se (IV). LOD and LOQ values were calculated 0.56 µg/L, 1.87 µg/L for total Se and 0.72 µg/L, 2.40 µg/L for Se (IV), respectively. A standard reference material (NIST 1643e) was used for the evaluation of accuracy of the method. The method was applied to the analysis of total Se and Se (IV) concentrations in tap water samples collected from the various regions of Muğla.

References

- [1] N. Maleki, A. Safavi and M. M. Doroodmand, Determination of selenium in water and soil by hydride generation atomic absorption spectrometry using solid reagents, Talanta, 66 (2005) 858.
- [2] J. Dědina, Generation of Volatile Compounds for Analytical Atomic Spectroscopy, Encyclopedia of Analytical Chemistry, (2010) DOI:10.1002/9780470027318.a9127.
- [3] İ. Kula, Y. Arslan, S. Bakırdere and O.Y. Ataman, A novel analytical system involving hydride generation and gold-coated W-coil trapping atomic absorption spectrometry for selenium determination at ng L⁻¹ level, Spectrochim Acta B, 63 (2008) 856.

MAGNETİK AKTİF KARBON İLE SULU ÇÖZELTİDEN MALAHİT YEŞİLİ UZAKLAŞTIRILMASI

Esra Altıntığ¹, Müge Onaran¹, Hüseyin Altundağ¹, Mustafa Tüzen², Ahmet Sarı³

¹Sakarya Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Sakarya, Türkiye

²Gaziosmanpaşa Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi Kimya Bölümü, Tokat, Türkiye

³Karadeniz Teknik Üniversitesi, Mühendislik Fakültesi, Metalurji ve Malzeme Mühendisliği, Trabzon, Türkiye

Boyar maddeler; boya, baskı ve tekstil endüstrilerinde yoğun bir şekilde kullanılmakta olup bu boyaların yaklaşık %10'u endüstriyel arıtma tesisi çıkış suları ile sucul alıcı ortamlara verilmektedir (Lee et al. 2006, Tan et al. 2007, Nasuha et al. 2011). Bu renkli atıklar; akarsu, göl ve denizlere ve özellikle de yüzey sularında yer altı su sistemlerine karışarak içme sularını da kirletebilir. Bu nedenle endüstriyel atıklardan bu tür boyar maddelerin uzaklaştırılması oldukça önemlidir (Ferreira-Leitao et al., 2007). Adsorpsiyon; iyi bilinen bir denge ayırma prosesi olup, atıklardan bu tür kirleticilerin uzaklaştırılmasında oldukça etkin bir yöntem olarak kullanılmaktadır (Dabrowski, 2001).

Yapılan bu çalışmada, manyetik aktif karbon sulu çözeltiden malahit yeşili uzaklaştırılmasında adsorbant olarak kullanılmıştır. Adsorpsiyon üzerine çözelti pH'ı, başlangıç boyar madde konsantrasyonu, temas süresi ve sıcaklığın etkileri incelenmiştir. Ayrıca, malahit yeşili adsorpsiyonuna ait denge izoterm, termodinamik ve kinetik çalışmalar da gerçekleştirilmiştir. Adsorpsiyon denge verilerinin Langmiur izotermi ile uyumlu olduğu belirlenmiştir. Malahit yeşili adsorpsiyonu 25-45 °C aralığında kendiliğinden gerçekleşen ve endotermik olduğu görülmüştür. Malahit yeşili adsorpsiyonu için manyetik aktif karbonun maksimum tek tabak adsorpsiyon kapasitesi 322 mg/g olarak belirlenmiştir. Sonuç olarak, manyetik aktif karbonun sulu çözeltilerden malahit yeşili uzaklaştırılmasında düşük maliyetli ve etkili bir adsorbant olduğu belirlenmiştir.

Referanslar

- [1] J. W. Lee, S. P. Choi, R. Thiruvengatarchari, W.G. Shim, H. Moon, Dyes and Pigments 69 (2006) 196-203.
- [2] I.A.W. Tan, B. H. Hameed, A.L.Ahmad, Chemical Engineering Journal 127 (2007)111-119.
- [3] N.Nasuha, B.H.Hameed, Chemical Engineering Journal 166 (2011) 783-786.
- [4] V.S. Ferreira-Leitao, M.E. Andrade de Carvalho, E.P.S. Bon, Dyes and Pigments 74 (2007) 230-236.
- [5] A. Dabrowski, A. Advances in Colloid Interface Science 93 (2001) 135-224.

DOĞAL MİNERALLİ SULARDA GELİŞTİRİLEN *SPİRULİNA PLATENSİS*'İN GC-MS TEKNİĞİ İLE YAĞ ASIDI KOMPOZİSYONUNUN BELİRLENMESİ

Oya Irmak Şahin-Cebeci

Kimya ve Süreç Mühendisliği Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Yalova Üniversitesi, 77100, Yalova

Mikroorganizmalardan elde edilen ve tek hücre yağları olarak adlandırılan mikrobiyel yağlar günümüzde endüstriyel üretimden çok içermiş oldukları terapötik ve nutrasötik özellikteki PUFA'lar nedeniyle tüm dünyada yoğun ilgi görmektedir. Mikrobiyel yolla yağ eldesi prosesinin endüstriyel düzeyde “verimli” olarak değerlendirilebilmesi için sentezlenen yağ ve yağ asitlerinin yüksek verimlilikte ya da yüksek değerlilikte (PUFA bakımından zengin) olması gerekmektedir. [1,2]. Endüstriyel verimliliği etkileyen en önemli faktörler kuru biyokütle miktarı, kuru biyokütledeki yağ oranı ve yağın istenen yağ asidi kompozisyonunda olmasıdır [3].

Pek çok mikroorganizma grubu (maya, küf, bakteri ve mikroalgler) belli bazı spesifik koşullar altında nötral yağ biriktirme özelliğine sahiptir. Bu mikroorganizmalar hücrelerinde %25 ya da daha fazla lipid biriktirebilmekte olup, “yağlı (olejinöz – oleaginous) olarak nitelenmektedir. Olejinöz mikroorganizmaların optimum gelişme sıcaklıklarının altında, azot (N) sınırlaması ve besi ortamında yüksek miktarda bulunan karbon (C) kaynağı varlığında hücre içinde çoklu doymamış yağ asitleri (PUFA) içeriği yüksek olan lipid birikimine yöneldiği bilinmektedir [4,5].

Araştırmanın amacı, son yılların üzerine pek çok biyoenerji kaynağı ve gıda katkısı olarak araştırmalar yapılan ve doğada en iyi gamma linolenik asit (GLnA) kaynaklarından biri olarak bildirilen mikroalg, *Spirulina platensis*'in yağ asidi kompozisyonun araştırılmasıdır. Bu çalışmada doğal mineralli suların kullanımı ile (%25, %50, %75 ve %100 konsantrasyonunda) oluşturulan besi ortamında $25 \pm 2^\circ\text{C}$ 'de geliştirilen *Spirulina platensis* türünde lipid miktarı ile yağ asidi profili belirlenmesi analizleri gerçekleştirilmiştir.

Mikroalglerin fermentasyon mekanizması henüz tam olarak çözülememekle birlikte diğer olejinöz mikroorganizmalar gibi N sınırlaması altında PUFA sentezi artış göstermemektedir. Mikroalglerde PUFA sentezi sürecinde diğer mikroorganizmalardan farklı olarak P, Fe, Mn, Mg gibi elementlerin etkisinin olduğu ayrıca PUFA sentezinin 30°C ve üzerinde daha yoğun olarak gerçekleştiği gözlemlenmiştir.

Referanslar

- [1] C. Ratledge, Single cell oils, 2005, 1-20.
- [2] C. Ratledge, Z. Cohen, Lipid Technology, 2008, 20(1): 55-60.
- [3] M. J. Griffiths, S.T. Harrison, Journal of Applied Phycology, 2009, 21(5): 493-507.
- [4] C. Ratledge, Handbook of Functional Lipids, Ed: Akoh, C.C., 2008, CRC Press, Boca Raton.
- [5] J. E. Vance, D. E. Vance, Biochemistry of lipids, lipoproteins and membranes. 2008, Elsevier.

AMİN FONKSİYONLU SİLİKA PARTİKÜLLERİ İLE DESTEKLENMİŞ METAL KATALİZÖRLERİN SENTEZİ VE UYGULAMALARI

Özdem Şahin, Hava Özay

Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, Çanakkale

Günümüzde yüksek yüzey alanına sahip metal nanopartiküllerin katalizör uygulamaları oldukça ilgi çekici bir alan haline gelmiştir ^[1]. Destek materyal tarafından absorplanmış/adsorplanmış metal iyonlarının NaBH_4 varlığında indirgenmesi ile elde edilen heterojen katalizörler, hidrojen gazı üretiminde ^[2], toksite, karsinogenik, mutajenik etkiye sahip 4-NF ^[3] ve MO ^[4] gibi organik boyaların bozulma/indirgenme tepkimelerinde katalizör olarak kullanılmaktadır ^[5]. Bunun yanı sıra desteklenmiş metal nanopartiküller organik sentez, petrol arıtma ve kirlilik kontrolü gibi birçok kullanım alanlarına da sahiptir ^[1].

Bu çalışmada öncelikle hidroksi fonksiyonlu silika nanopartikülleri Stöber yöntemi kullanılarak sentezlendi. Elde edilen nanopartiküller APTMS kullanılarak amin grupları ile fonksiyonlandırıldı. Daha sonra amin fonksiyonlu silika nanopartiküller üzerine Cu^{2+} , Co^{2+} ve Ni^{2+} adsorpsiyonu sağlandı. Adsorblanan metal iyonların NaBH_4 kullanılarak indirgenmesi ile desteklenmiş metal katalizörler elde edildi. Elde edilen partiküller FT-IR, SEM ve EDX analizleri ile karakterize edildi. Hazırlanan desteklenmiş metal partiküller 4-nitrofenol'ün NaBH_4 varlığında indirgenme tepkimesinde katalizör olarak kullanıldı. Tepkimenin ilerleyişi UV-Vis spektrofotometresi kullanılarak izlendi. Her bir katalizör için detaylı katalizör çalışması gerçekleştirilerek aktivasyon parametreleri hesaplandı.

Teşekkür: Bu çalışma Çanakkale Onsekiz Mart Üniversitesi Bilimsel Araştırma Fonu tarafından FYL-2016-929' nolu proje ile finansal olarak desteklenmiştir.

Referanslar

- [1] N. Sahiner, H. Ozay, O. Ozay, N. Aktas, Applied Catalysis B: Environmental 101 (2010) 137–143.
- [2] X. Wang, S. Sun, Z. Huang, H. Zhang, S. Zhang, International Journal of Hydrogen Energy 39 (2014) 905-916.
- [3] H. Ozay, Sci. Adv. Mater. 5 (2013) 575-582.
- [4] M. M. Khan, J. Lee, M. H. Cho, Journal of Industrial and Engineering Chemistry 20 (2014) 1584–1590.
- [5] N. K. R. Bogireddy, H. A. K. Kumar, B. K. Mandal, Journal of Environmental Chemical Engineering 4 (2016) 56–64.

A ve E VİTAMİNLERİN EŞ ANLI ZENGİNLEŞTİRİLMESİ İÇİN CPE YÖNTEMİ

Rukiye Çaylak, Halil İbrahim Ulusoy

Analitik Kimya Anabilim Dalı, Eczacılık Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas

Vitaminler vücudun temel fonksiyonları için hayati öneme sahip olan ve depolanamadıklarından günlük diyetle sürekli alınmaları gereken organik moleküllerdir. Temelde suda çözünen ve yağda çözünenler olarak yapılan sınıflandırma, bu vitaminlerin olası kaynakları açısından da bilgi vermesi bakımından önemlidir. A ve E vitaminleri yağda çözünen vitaminlerin en önemli türlerinden ikisidir. Her iki vitamin türü için de ortak sayılabilecek faydalı özellikler; damar sertleşmesini önleme, kalp krizinden koruma, göz sağlığına iyi gelme, hafızayı güçlendirme, bacaklarda meydana gelen damar tıkanıklığına bağlı ağrıları dindirme, yüksek tansiyon ve şekere iyi gelme olarak sıralanabilir[1]. Vitaminler gibi kompleks moleküllerin tayininde karşılaşılan en önemli sorun, örnek hazırlama aşamasıdır. Bu tarz moleküllerin çoğunlukla gerçek örneklerdeki düzeylerinin düşük oluşu ve örnek yapısına bağlı olarak diğer bileşenlerin bozucu etkileri analizleri zorlaştırır. Bu nedenle bu moleküllerin tayini için kullanılan yöntemlerin ana başlıkları çoğunlukla spektroskopik ya da kromatografik olarak kalmakla birlikte, uygulanan ön işlemler için her gün onlarca yeni çalışma yayınlanmaktadır[2,3].

Önerilen çalışmada da, A ve E vitaminlerin gerçek örneklerdeki analizleri için tayin basamağı öncesi bulutlanma noktası ekstraksiyonuna dayanan bir prosedür geliştirilmiş ve deneysel değişkenler optimize edilmiştir. Daha sonra hedef türlerin tayini diyot serisi detektöre sahip bir kromatografik sistemle spektrometrik olarak yapılmıştır. Optimizasyon sonucunda, pH 3.0 tampon sisteminde, Na₂SO₄'ın elektrolitik etkisi kullanılarak % 10'luk Tergitol noniyonik surfaktan ortamında zenginleştirilen türlerden E vitamini için 185 katlık, A vitamini için için 125 katlık bir zenginleştirme faktörü elde edilmiş ve bu türler model çözeltilerde E vitamini için 5-800 ppb, A vitamini içinse 10-750 ppb aralığında DAD dedektör ile tayin edilebilmişlerdir. Daha sonra geliştirilen yöntem bazı yağlı kuruyemiş türlerine başarıyla uygulanmıştır.

Referanslar

- [1] H. Biesalski, H. Greiff, K. Brodda, G. Hafner, K.H. Bässler, Int J Vitam Nutr Res. 56(4) (1986) 319-27.
- [2] A.S. Yazdi, S.R. Yazdinezhad, Journal of Liquid Chromatography & Related Technologies, 37 (2014) 391-403.
- [3] A. Khan, M.I. Khan, Z. Iqbal, Y. Shah, L. Ahmad, D.G. Watson, Journal of Chromatography B 878(25) (2010) 2339-2347.

GO-CNT-ZNS HİBRİTİNİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE RODAMİN B ‘NİN KATI FAZ EKSTRAKSİYONUNDA KULLANIMI

Seda Özdemir, Erkan Yılmaz, Mustafa Soylak

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, 38039, Kayseri

Hidrotermal sentez yöntemi ile grafen oksit- karbon nanotüp- çinko sülfür (GO-CNT-ZnS) hibrit materyali sentezlenmiş ve Raman, FT-IR, SEM, BET ve XRD yöntemleri kullanılarak karakterize edilmiştir. Bu hibrit rodamin B‘ nin katı faz ekstraksiyonu ile değişik ortamlardan ayrılması ve zenginleştirilmesinde adsorban olarak kullanılmıştır. Yöntemin optimizasyonu için pH, adsorban miktarı, elüent cinsi, örnek hacmi ve matriks etkileri gibi parametreler optimize edilmiştir. Elüsyon işlemi sonrası rodamin B derişimi UV-VIS spektrofotometresi ile ölçülmüştür. pH 2-6 arasında 50 mg adsorban kullanıldığında rodamin B kantitatif olarak geri kazanılmaktadır. Yöntemin doğruluğu kozmetik ürünlerine yapılan ekleme geri kazanma çalışmaları ile kontrol edilmiştir. Geliştirilen yöntem en son kozmetik ürünlerin Rodanin B içeriğinin analizine uygulanmıştır.

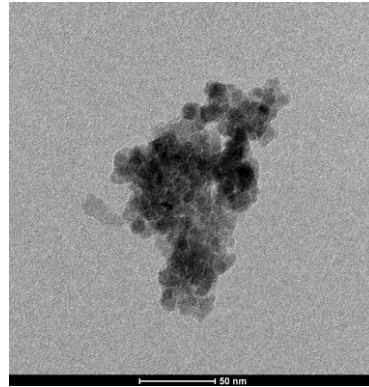
MAGNETİK NANOPARÇACIKLARIN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SULU ÇÖZELTİLERDEN BOYAR MADDE GİDERİMİ İÇİN KULLANILMASI

Serdar Kuzucuk¹, Nalan Tekin¹, Beyhan Erdem², Sezer Erdem²

¹Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Kocaeli Üniversitesi, 41380, Kocaeli, Türkiye

²Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Kağıt, plastik, kozmetik, deri ve tekstil gibi pek çok sanayi dalında sıklıkla kullanılan organik boyar maddeler, su kirliliğinin en önemli sebeplerinden bir tanesidir [1]. Toksik özelliğe sahip olmaları ve doğada bozulmadan uzun süre kalabilmeleri sebebi ile boyar maddelerin sulardan giderimi önemlidir ve bu amaçla pek çok yöntem kullanılmaktadır [2]. Bu yöntemler arasında adsorpsiyon, yüksek giderim kapasitesi, kolay uygulanabilir olması ve farklı adsorbentlerle çalışma imkanı sağlaması gibi avantajları ile öne çıkmaktadır [1,2]. Bu çalışmada yüksek yüzey alanına sahip $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2\text{-NH}_2$ nanoparçacıkları sentezlenmiş (Şekil 1), FTIR ve XRD analizleri ile yapısal; SEM ve TEM analizleri ile morfolojik, TGA-DTA analizleri ile de termal özellikleri belirlenmiştir. Sentezlenen nanoparçacıklar sulu çözeltilerden katyonik bir boya olan Basic Yellow 28'in giderimi için adsorbent olarak denenmiştir. Adsorbent miktarı, çözelti başlangıç derişimi, sıcaklık ve pH gibi adsorpsiyona etki eden parametreler araştırılmış ve en yüksek adsorpsiyon kapasitesi 35°C sıcaklık, 20 mg adsorbent miktarı, 10 mg L⁻¹ çözelti başlangıç derişimi ve pH 6 şartlarında belirlenmiştir. Adsorpsiyon denge verileri kullanılarak Langmuir ve Freundlich izoterm modelleri deneysel verilere uygulanmış ve Langmuir izoterm modelinin Freundlich izoterm modelinden daha uygun olduğu belirlenmiştir. Denge verilerine yalancı-birinci mertebe, yalancı ikinci mertebe ve parçacık içi difüzyon kinetik modelleri uygulanmış ve yalancı ikinci mertebe kinetik modelinin deneysel verileri daha iyi açıkladığı bulunmuştur. Deneysel işlemler sonucu elde edilen veriler sentezlenen $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2\text{-NH}_2$ nanoparçacıklarının sulu çözeltilerden boyar madde giderimi için potansiyel bir adsorbent olduğunu göstermiştir.



Şekil 1. $\text{Fe}_3\text{O}_4@\text{SiO}_2\text{-NH}_2$ nanoparçacıklarının TEM görüntüsü.

Referanslar

- [1] C.A. Demarchi, M. Campos, C.A. Rodrigues, Adsorption of textile dye Reactive Red 120 by the chitosan-Fe (III)-crosslinked: Batch and fixed-bed studies, Journal of Environmental Chemical Engineering, 1(4) (2013) 1350–1358.
- [2] J. Wang, G. Zhao, Y. Li, H. Zhu, X. Peng, X. Gao, One-step fabrication of functionalized magnetic adsorbents with large surface area and their adsorption for dye and heavy metal ions, Dalton Transactions, 2014, 43 (2014) 11637–11645.

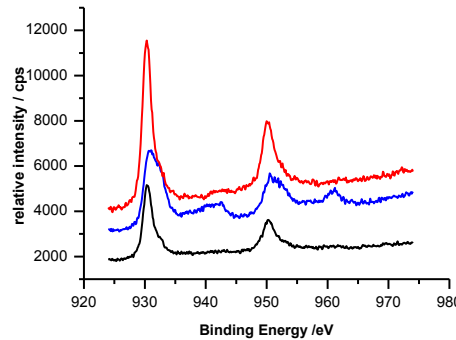
ÇOK ÇEKİRDEKLİ KOORDİNASYON BİLEŞİKLERİNİN XPS İLE İNCELENMESİ

Sevi Öz¹, Nurcan Acar²

¹, Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Ahi Evran Üniversitesi, 40100, Kırşehir, Türkiye

² Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Ankara Üniversitesi, 06100, Ankara, Türkiye

Çok çekirdekli koordinasyon bileşiklerinin ortaya çıkması 1970'li yılların başında olmuştur. 1960'lı yılların başında bazı koordinasyon bileşiklerinde ölçülen anomalik magnetik süsseptibilite ölçümlerinin sebebi araştırılırken birçok koordinasyon bileşiğinde oksijen veya klor gibi donör atomların μ - köprüsü ile birbirine bağlandığı ve çok çekirdekli koordinasyon bileşiği olduğu ortaya çıkmıştır [1,2]. Bu tarihten sonra x-ışını kırınım yöntemlerinin de geliştirilmesi sonucu çok sayıda koordinasyon bileşiğinin XRD yöntemleri ile çok çekirdekli yapıları belirlenmiştir. Bilindiği gibi literatürde koordinasyon bileşikleri üzerinde bazı spektroskopik yöntemlerin uygulaması oldukça eksiktir. Örnek hazırlama sorunları, fragmentasyon, parçalanma, çözünürlük gibi sorunlardan dolayı koordinasyon bileşiklerinin özellikle NMR, MS yöntemleri ile yapılan çalışmalar oldukça sınırlıdır, MS ile koordinasyon bileşikleri üzerine sadece ESI yöntemi ile çalışmalar literatürde bulunmaktadır. Herhangi bir engel bulunmamasına karşın XPS yöntemi ile olan çalışmalar da çok sınırlıdır. Oysa XPS elementin kimyasal çevresi hakkında bilgi verebilen bir yöntem olduğundan çok çekirdekli koordinasyon bileşiklerinde metal çekirdeklerin durumları hakkında bilgi verebilir. Bu düşünce ile üç farklı üç çekirdekli koordinasyon bileşiği hazırlanmış ve XPS ile koordinasyon çevresindeki merkez atomlarının ve donör atomların durumları incelenmiştir. Hazırlanan üç çekirdekli bileşikler ligand olarak bis-N,N'(salisiliden)-1,3-propandiamin (LH_2) ve bu ligandın indirgenmiş türevi olan bis-N,N'(2-hidroksibenzil)-1,3-diaminopropan ($L^H H_2$) kullanılarak hazırlanmışlardır. Hazırlanan koordinasyon bileşikleri $[CuL.NiCl_2.CuL.(H_2O)_2].2(C_4H_8O_2)_2$ (I), $[CuL.NiBr_2.CuL.(H_2O)_2].2(C_4H_8O_2)_2$ (II) ve $[CuL^H.CuCl_2.CuL^H]$ (III) çekirdek yapısındadır. Bu maddelerin X-ışınları kırınımı ile moleküler modelleri elde edilmiş olmasının yanı sıra XPS ile incelendiklerinde III numaralı bileşikte iki farklı yapıda Cu(II) olduğu ortaya çıkmıştır, Şekil 1.



Şekil 1. Siyah: I, Kırmızı: II ve mavi: III numaralı komplekslerde Cu 2p X-ışınları fotoelektron spektrumu. Mavi renkli spektrumda iki farklı Cu(II) olduğu görülebiliyor.

Referanslar

[1] A.Mustapha, K. Busch, M.Patykiewicz, A.Apedaile, J. Reglinski, A.R. Kennedy, T. J. Prior, Polyhedron 27 (2007) 868-875.

[2] A. Hazari, A. Ghosh, Polyhedron, 87 (2015) 403-410.

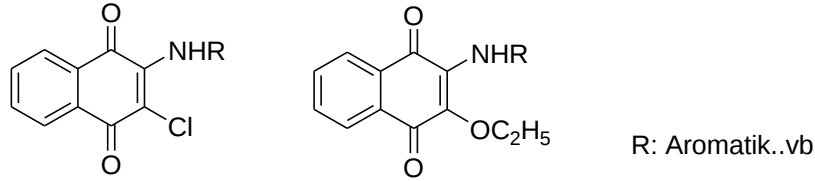
Bu çalışma Ahi Evran Üniversitesi Bilimsel Araştırma Projeleri Koordinasyon Birimince Desteklenmiştir. Proje Numarası: FEF.E2.17.014

KİNOİD YAPIDAKİ BİLEŞİKLERİN SPEKTRAL ve ELEKTROKİMYASAL ÖZELLİKLERİNİN İNCELENMESİ

Sibel Şahinler Ayla, Ahmed Hassen Shntaif, Hakan Bahar, Cemil İbiş

Kimya Bölümü, Mühendislik Fakültesi, İstanbul Üniversitesi, 34320, İstanbul, Türkiye

Yeni kinoid yapıdaki bileşiklerin sentezi ve çeşitli spektroskopik yöntemlerle yapılarının aydınlatılması son zamanlarda oldukça çalışılmıştır. Bu durumun en önemli sebeplerinden biri kinon gruplu bileşiklerin göstermiş oldukları önemli biyolojik aktivite özellikleridir. Antibakteriyel ve antifungal aktivite özellikleri son yıllarda pek çok literatürde belirtilmiştir. Bu çalışmada yeni kinon gruplu bileşiklerin sentezi gerçekleştirilmiştir. Sentezlenen bileşiklerin strüktürleri $^1\text{H-NMR}$, $^{13}\text{C-NMR}$, FT-IR ve Kütle Spektroskopisi gibi çeşitli spektral metodlarla aydınlatılmıştır. Ayrıca bazı bileşiklerin elektrokimyasal özellikleri aprotik çözücüde tetrabutylamonyum perklorat varlığında incelenmiştir.



Şekil 1. Sentezlenen bileşiklere birkaç örnek

Referanslar

- [1] C. İbiş, A. F. Tuyen, Z. Ozsoy-Gunes, H. Bahar, M. V. Stasevych, R. Y. Musyanovych, O. Komarovska-Porokhnyavets, V. Novikov, Eur. J. Med. Chem. 46 (2011) 5861
- [2] L. Jiao, H. Lu, H. Zhou, J. J. Wang, J. Environ. Sci. 21 (2009) 503
- [3] F. Prati, M. Bartolini, E. Simoni, A. De Simoni, A. Pinto, V. Andrisano, M. L. Bolognesi, Bioorg. Med. Chem. Lett. 23 (2013) 6254

DUYARLI QUARCETINE ANALİZİ İÇİN KATI FAZ DESTEK MALZEMESİ GELİŞTİRİLMESİ

Songül Ulusoy¹, Erkan Yılmaz², Mustafa Soylak²

¹Biyomedikal Mühendisliği Bölümü, Biyomalzeme Anabilim Dalı, Teknoloji Fakültesi, Cumhuriyet Üniversitesi, Sivas

²Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Erciyes Üniversitesi, Kayseri

Quarcetine bitkilerde en bol bulunan flavonoidlerden biri olup kimyasal yapısı itibari ile diğer pek çok flavonoid yapısını temel yapı taşı olarak değerlendirilebilir. Gıda olarak tüketilen birçok doğal üründe çoğunlukla da glikoz yapılarına bağlanmış olarak bulunur. Bilinen birçok faydası arasında en öne çıkanları kalp sağlığını koruması ve güçlü antioksidan özellikleri ile antikanserojen özellikleri söylenebilir. İltihap kurutucu ve antilerjik özellikleri ile serbest radikallerle savaşarak insan vücudundan oldukça faydalı görevleri yerine getirir[1,2]. Özellikle elma türleri, soğan ve maydanozda bulunan quarcetine için birçok önemli doğal kaynak ise bitkisel çaylardır. Gerçek örneklerde quarcetine tayini için yapılan pek çok çalışmada hedef molekülleri matriks ortamından ayırmak için bir ön işlem kullanılmış ve ancak bu sayede duyarlı tayinler gerçekleştirilebilmiştir. Uygulanacak ön işlemin hassasiyet ve seçiciliği doğrudan analizinin başarısını da etkilediğinden yeni yöntemler geliştirmek için bu alanda yapılan araştırmalar devam etmektedir[3].

Önerilen çalışmada, hızlı ve etkili bir ön deriştirme yöntemi geliştirilmiş ve bu sayede hem eser düzeydeki bileşenlerin tayini hem de karmaşık örnek matrikslerinden ayrılmaları sağlanmıştır. Geliştirilen yöntemin en büyük avantajlarından biri klasik katı faz ekstraksiyon yaklaşımların aksine katı faz ile sıvı fazın zenginleştirme işlemi sonrasında bir mıknatıs yardımıyla kolayca ayrılabilmesidir. Bu amaç için yeni bir katı faz destek maddesi sentezlenmiştir. Bu madde, hidrotermal sentez ve inert atmosfer sentez yöntemleri kullanarak manyetik molibden oksit-karbon nanotüp ($\text{Fe}_3\text{O}_4\text{-MoO}_3\text{-CNT}$) sentezlenmiş ve daha sonra bu hibrit materyal FT-IR, Raman, XRD, SEM ve BET yöntemleri ile karakterize edilmiştir. Yapılan en uygun şekle sokma çalışmaları sonucunda model çözeltilerle yapılan deneylerde $3\text{-}500\text{ ng mL}^{-1}$ aralığında bir doğrusal çalışma aralığı ve 1.05 ng mL^{-1} lik bir tayin sınırı elde edilmiştir. Ayrıca geliştirilen yöntem ticari olarak satılan çay örneklerine uygulanmış ve kuru ağırlık üzerinden yapılan analizlerinde $1.02\text{-}3.45\text{ g kg}^{-1}$ derişim aralığında quarcetine miktarları ölçülmüştür.

Referanslar

- [1] H. Wang, K. Helliwell, Food Research International, 34 (2–3) (2001) 223–227.
- [2] H. Hakamata, K. Takahashi, A. Kotani, F. Kusu, Biomedical Chromatography 18(9) (2004), 662-666.
- [3] L. Arce, A. Ríos, M. Valcárcel. Journal of Chromatography A 827(1) (1998) 113-120.
- [4] M. Pir, H. Agirbas, F. Budak, M. Ilter, Synthesis, Characterization, Antimicrobial Activity and QSAR Studies on Substituted Oxadiazaboroles, Med. Chem. Res., 2016, 25(9), 1794-1812.

GALANTAMİNİN PROTONASYON SABİTİNİN ASETONİTRİL-SU İKİLİ KARIŞIMLARINDA UV-Vis SPEKTROSKOPİ YÖNTEMİ İLE TAYİNİ

Y. Doğan Daldal¹, Ebru Çubuk Demiralay¹, Hale Seçilmiş Canbay²

¹Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, Süleyman Demirel Üniversitesi, 32200, Isparta, Türkiye

²Biyomühendislik Bölümü, Mühendislik Fakültesi, Mehmet Akif Ersoy Üniversitesi, 15030, Burdur, Türkiye

Alzheimer hastalığı bilişsel işlevlerde ve günlük yaşam etkinliklerini sürdürme becerilerinde azalma, davranışsal değişimler ve psikiyatrik belirtiler ile karakterize edilmiş bir hastalıktır. Geri dönüşümlü asetilkolinesteraz (AChE) inhibitörleri Alzheimer hastalığının tedavisinde kullanılan oldukça önemli bir ilaç grubudur. Bu grubun önemli bir üyesi olan galantamin hafif ve orta şiddetteki Alzheimer hastalarının tedavisinde kullanılmaktadır [1].

Protonasyon sabiti (pK_a) ilaçların absorpsiyon, dağılım, metabolizma ve atılım (ADME) gibi farmokinetik özelliklerinin belirlenmesinde anahtar bir parametredir. Belirli pH aralığında ilacın hangi formda olduğunu ve karakteristiklerini tahmin etmemizi sağlar [2]. Bu sabitin tayini için farklı analitik yöntemler kullanılmaktadır. Bu çalışmada bu yöntemler içerisinde yaygın kullanılan UV-Vis spektroskopik yöntem tercih edilmiştir. İlacın farklı pH değerlerinde, ışığı absorpladığı dalga boyundaki çözeltilerinin absorbansı ölçülmüştür. Veriler STAR programı kullanılarak değerlendirilmiştir [3].

Geri dönüşümlü AChE inhibitörlerinden galantaminin yapısında bulunan tersiyer amin grubuna ait protonasyon sabiti değeri su-asetonitril ikili karışımlarında UV-Vis spektroskopi yöntemi kullanılarak tayin edilmiştir. Bu bileşiğin su ortamında çözünürlüğü az olduğundan asetonitril yüzdeleri % 25, %30, %35 (h/h) olan asetonitril-su ikili karışımlarında tayin edilmiştir. Bu yöntemde galantamin pH 5,5-11,5 arası titre edilmiş ve 0,2 pH birimi aralığı ile spektrum taraması alınmıştır. Bu bileşiğin sudaki pK_a değerleri Yasuda- Shedlovsky eşitliği ve mol kesri- pK_a ilişkisi kullanılarak hesaplanmıştır [4].

Referanslar

- [1] L.L. Brunton, J.S. Lazo, K.L. Parker, Tedavinin Farmakolojik Temelleri. Çev. Ed. Ö. Süzer, Nobel Tıp Kitabevleri, 2009, İstanbul, Türkiye.
- [2] Y. D. Daldal, E. Çubuk Demiralay, S.A. Ozkan, Journal of Brazilian. Chemical Society, 27(3) (2016), 493-499.
- [3] J.L.Beltran, R. Codony, M.D. Prat, Analytica Chimica Acta, 276 (1993) 441-454.
- [4] M. Yasuda, Bulletin of the Chemical Society of Japan, 32 (1959) 429-432.

PHEMA KRIYOJEL DİSKLER İLE SULU ORTAMDAN BİSFENOL A UZAKLAŞTIRILMASI

Bilgen Osman, Elif Tümay Özer, Canan Maden, Gizem Pekcan, Gizem Zağlıer, Tuğba Uysal, Doğan Barlak, Buse Parlak

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Bisfenol-A (BPA) (2,2-bis (4-hidroksifenil) propan) polikarbonat, epoksi reçineleri, akrilik reçineler ve polisülfon üretiminde monomer olarak kullanılan bir kimyasaldır. Polikarbonat biberonlar, gıda kutuları, plastik su şişeleri ve kapakları, gözlükler, CD'ler, DVD'ler, elektronik cihazlar, diş dolgu ürünleri ve kompozit dolgu malzemeleri gibi birçok üründe kullanım alanı bulmaktadır. Bisfenol A, orta derecede suda çözünür bir bileşiktir (oda sıcaklığında 300 mg L^{-1})[3]. Yakın geçmişte organoklorlu pestisitleri, alkilfenoller, poliklorobifeniller, organokalay bileşikler, bisfenol A ve bunların türevi pek çok bileşiğin, insanlarda östrojenlere benzer etkileri gösterdiği ispat edilmiştir. Avrupa Gıda Güvenliği Otoritesi'ne göre günlük alım dozu miktarı 0.05 mg/kg BPA'yı aşmamalıdır. Sulu ortamdan BPA uzaklaştırılması için adsorpsiyon, biyokimyasal, elektrokimyasal, fotokimyasal reaksiyonlar ve ozonlama gibi çeşitli giderim yöntemleri kullanılmıştır[1,2].

Bu çalışmanın amacı; sulu ortamdan BPA uzaklaştırılması amacıyla sentezlenen poli(hidroksietil metakrilat) (PHEMA) kriyojelin etkililiğinin araştırılmasıdır. Çapraz bağlayıcı olarak N,N-metilen bisakrilamid kullanılarak -18°C 'de sentezlenen kriyojeller; SEM, FTIR gibi tekniklerle karakterize edilmiştir. Sentezlenen kriyojeller diskler şeklinde hazırlanarak, kesikli sistemde BPA adsorpsiyonu için kullanılmıştır. Adsorpsiyon kapasitesine (Q) etki eden pH, sıcaklık ve derişim gibi parametreler incelenmiştir. Maksimum adsorpsiyon pH'sı 3,0, maksimum adsorpsiyon kapasitesi (25°C ve $\text{pH}=3$ için) $11,10 \text{ mg/g}$ kriyojel olarak belirlenmiştir.

Referanslar

- [1] B. Osman, E. T. Özer, A. Kara, E. Yeşilova, N.Beşirli, J. Porous Mater, 22 (2015) 37–46.
- [2] S. Akyüz, A.Yarat, E. Egil, MÜSBED, 1:3 (2011) 190-195.

BAZI ORGANOFOFORLU PESTİSİTLERİN GC-MS İLE TAYİNİ İÇİN YENİ BİR KATI FAZ EKSTRAKSİYON METODUNUN OPTİMİZASYONU

Buse Parlak, Elif Tümay Özer, Bilgen Osman

Kimya Bölümü, Fen Edebiyat Fakültesi, Uludağ Üniversitesi, 16059, Bursa, Türkiye

Pestisit, zararlı organizmaları engellemek, kontrol altına almak, ya da zararlarını azaltmak amacıyla zirai mücadele araştırma ve uygulamalarında kullanılan her türlü kimyasal madde ve preparatlara verilen isimdir. Pestisitlerin, bitkileri, besinleri ve maddeleri koruyarak hastalıkları kontrol altına alması gibi yararlarının yanı sıra; çevre ve ekosistem üzerinde olumsuz etkileri bulunmaktadır. Pestisitlerin bir grubu olan organofosforlu pestisitler, dünyada pestisit tüketiminin yaklaşık % 45'ini oluşturmaktadır [1]. Pestisit tayininde kullanılan tayin metotları arasında kromatografik teknikler, elektroanalitik teknikler ve immünoassay teknikler yer almaktadır. Su matriksinde kullanılan örnek hazırlama metotları ve deriştirme metotlarının başında katı faz ekstraksiyon metotları yer almaktadır. Katı faz ekstraksiyonu için sık kullanılan bazı ticari sorbentler ise; silika modifiye kolonlar, C18, C8, fenil ve siyano grubu içeren kolonlar, alumina ve florisil kolonlar olarak verilebilir [2].

Bu çalışmanın amacı; süspansiyon polimerizasyonu ile sentezlenen yeni nesil polimerik adsorben ile endokrin sistemi bozucu özelliği ile bilinen üç organofosforlu pestisit (dichlorovos, diazinon ve disulfoton) sulu ortamdaki tayininde ön deriştirme amaçlı kullanılabilecek yeni bir katı faz kolon ekstraksiyon metodunun geliştirilmesidir. Fonksiyonel monomer olarak metakriloil-amidotriptofan metil ester (MATrp), çapraz bağlayıcı olarak divinil benzen (DVB) kullanılarak sentezlenen mikroküreler; SEM, NMR, FTIR gibi tekniklerle karakterize edilmiştir. Sentezlenen adsorben ile doldurularak hazırlanan kolonların deriştirme amaçlı kullanımdaki bazı deneysel parametreler merkezi kompozit tasarım ile optimize edilmiştir. Optimize edilen parametreler kolon akış hızı (2-6 mL/dk), adsorben miktarı (100-300 mg) ve pH(4-10) olarak belirlenmiştir. Pestisitlerin izlenmesinde gaz kromatografi-kütle spektrometresi (GC-MS) selektif iyon modunda (SIM) kullanılmıştır.

Referanslar

- [1] L. M. L. Nollet, H. S. Rathore, Handbook of Pesticides Methods of Pesticide Residues Analysis, 2010, Boca Raton London New York
- [2] I. Montesinos, A. Sfakianaki, M. Gallego, C. D, Journal of Separation Science 38 (2015), 836–843

MANEB' İN SUPRAMOLEKÜLER ÇÖZÜCÜ SIVI FAZ MİKROEKSTRAKSİYONU SONRASI SPEKTROFOTOMETRİK TAYİNİ

Metin Ağırbaş, Erkan Yılmaz, Mustafa Soylak

Erciyes Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü 38039, Kayseri

Pestisitler, genellikle bitkilere zarar veren böcekleri, mikroorganizmaları ve diğer zararlıları yok etmek için kullanılan kimyasal maddelerdir. Pestisit kullanımı ile ürünlerin veriminde artış olmasına karşın, çevre ve insan sağlığı yönünden potansiyel olumsuz etkileri de bulunmaktadır. Pestisit kalıntılarının toprağa, suya, havaya ve üretilen gıdalara bulaşarak onları kirletmesi ve bunun sonucunda da insan sağlığı üzerinde akut veya kronik etki yapmaktadır. Maneb (mangan etilen bis ditiyo karbamant), mantarların neden olduğu bitki hastalıklarıyla mücadele için kullanılan bir fungusit türevidir ve insanlar ile temasında toksik etki göstermektedir.

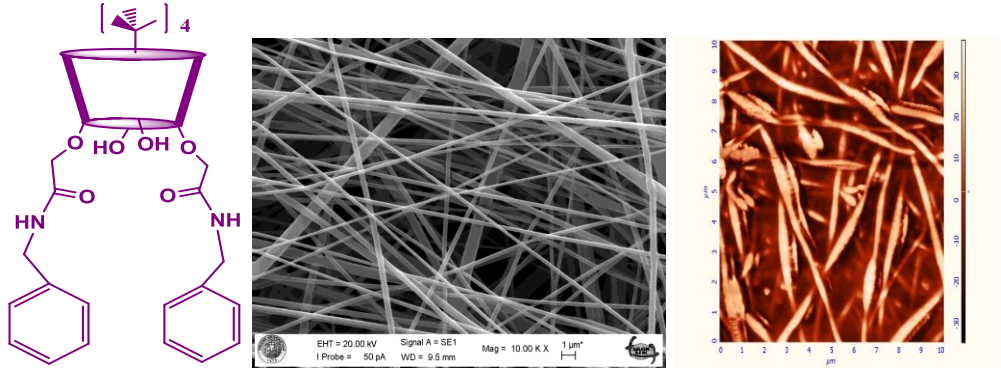
Maneb' in supramoleküler çözücü sıvı faz mikroekstraksiyonu yöntemi ile zenginleştirilmesi sonrası UV-VIS spektrofotometresi ile tayinini içeren bir yöntem geliştirilmiştir. Supramoleküler çözücü oluşumunda 1-dekanol ve Tetrahidrofuran kullanılmıştır. Maneb' de bulunan Mn^{2+} iyonu pH 12' de 1-(2-Piridazol)-2-Naftol kompleksi halinde supramoleküler çözücü fazına ekstrakte edilmiş ve mangan derişimi 555 nm dalga boyunda UV-VIS spektrofotometresi ile tayin edilmiştir. Yöntem üzerinden etkili olan önemli analitik parametreler optimize edilmiş ve yöntem doğal örneklerle uygulanmıştır.

SENTEZLENEN P-TERT-BÜTİLKALİKS[4]AREN Dİ-BENZİLAMİD BİLEŞİĞİNİN ELEKTROSPİN YÖNTEMİ İLE NANOFİBERİNİN ÜRETİMİ, NANOFİBERLERİN HPLC KOLON DOLGU MADDESİ OLARAK KULLANILMASI

Sajjad Saeed Ali¹, Fatih Özcan^{1*}, Nejdet Şen¹, Fatih Durmaz¹, Şeref Ertul¹

¹Kimya Bölümü, Fen Fakültesi, Selçuk Üniversitesi, 42070, Konya, Türkiye

Supramolekül kimyanın üçüncü kuşak molekülü olan kaliksaren bileşikler birinci ve ikinci kuşak molekülü olan Taç Eterler ve Siklodekstrinlere göre daha kolay yüksek saflıkta büyük miktarda elde edilebilmesi, daha kolay fonksiyonlandırılması gibi özelliklerinden dolayı öne geçmektedir. Kaliksaren bileşiklerinin Host-Guest kimyasında önemli yeri olmakla birlikte halkalı yapıda olması, molekül boşluğunun olması gibi avantajları ile molekülleri, anyon veya katyonları taşıyabilmektedir. Bu çalışmada p-tert-bütilkaliks[4]aren Di-Benzilamid bileşiği sentezlenerek yapısı ¹H-NMR ve FT-IR ile aydınlatıldıktan sonra elektrospin yöntemi ile nanofiberleri çekilecek olup çekilen nanofiberlerin yüzey yapısı SEM, AFM ve TEM analizleri ile karakterize edilecektir. Yüzey karakterizasyonu tamamlanan p-tert-bütilkaliks[4]aren Di-Benzilamid nanofiberi HPLC kolon dolgu maddesi olarak kullanılarak Cu⁺² iyonunun HPLC analizlerinde sabit faz olarak kullanılacaktır. HPLC analizleri sonrasında rejenere edilen kolondaki Cu⁺² iyonu konsantrasyonu ICP-MS ile belirlenecektir.



Şekil 1. Kaliksaren nanofiber SEM ve AFM analizi

Referanslar

- [1] C.D. Gutsche, The Royal Society of Chemistry, 1989, Cambridge, London.
- [2] M. Bayrakci, F. Ozcan, S. Ertul, Tetrahedron, 71/21/ (2015) 3404-3410.
- [3] Durmaz F, Memon F. N, Memon N.A, Memon S, Kara H, Chromatographia, 76 (2013) 909– 919

KİTOSAN(OLİGOPOLİMER) BAZLI HEMOSTATİK MALZEMELERİN ÜRETİMİ VE KARAKTERİZASYONU

Mehmet Özler¹, Erdal Çelik^{2,3,4}

¹Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Dokuz Eylül Üniversitesi, 35370, Buca, İzmir, Türkiye

²Nanobilim ve Nanomühendislik Anabilim Dalı, Fen Bilimleri Enstitüsü, Dokuz Eylül Üniversitesi, 35370, Buca, İzmir, Türkiye

³Metallurji ve Malzeme Mühendisliği, Mühendislik Fakültesi, Dokuz Eylül Üniversitesi, 35370, Buca, İzmir, Türkiye

⁴Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezi (EMUM), Dokuz Eylül Üniversitesi, 35370, Buca, İzmir, Türkiye

Hemostatik kelimesi yapı itibarıyla hemo (kan) statik (duran-durağan) kelimelerinin birleşiminden oluşan, kan durdurucu anlamına gelir. Hemostatik malzemelerin üretimi ve karakterizasyonu başlıklı bu projede özet olarak, travmatik ya da daha basit kaza ve yaralanmalar sonucu oluşan kanama durumlarında yüksek raddede kan kayıplarını ve olası ölümcül hasarları kontrol altına almak amaçlanmıştır. Kontrol altına alınan kanamalardan sonra yara ve yanık tedavisi gibi çeşitli doku iyileştirici çözümler de bu proje kapsamında incelenmiştir. Hemostatik, yani kan durdurucu malzemenin temelinde çok yaygın kullanıma sahip kitosan oligopolimeri yer almaktadır. Bu konu ilk olarak, savaş alanlarında yaralanan ve kan kaybına maruz kalan askerlerin, kanamayı kontrol altına alamayıp hayatlarını kaybetmesinden sonra savaşın gidişatını değiştirecek stratejik bir konu haline gelmiştir. Bu stratejik durum neticesinde, emilebilir hemostatik malzemelerin üretimi ve yeni tekniklerin gelişimi hızla artmıştır. Yaygın olarak kullanılan emilebilir hemostatik malzemeler arasında kollajen ve kollajen lifleri, lif proteini, oksitlenmiş selüloz ve oksitlenmiş rejenere selüloz, tıbbi hemostatik jelatin, alginat ve kitosan bulunur [1-2]. Bunların arasında, kitosan benzersiz özelliklerinden dolayı geniş çapta araştırılmıştır. Kitosanın, bilinen polimorf çekirdekli hücre aktivasyonu, fibroblast aktivasyonu, sitokin üretimi ve tip IV kollajen sentezinin stimülasyonu gibi vücut içinde birçok faydalı ve önemli rollerde görev alan özellikleri bulunmaktadır[3]. Bahsedilen bu özellikler sayesinde kitosan, kan durdurucu ve yara tedavisinde kullanılmak üzere ana malzeme olarak belirlenmiştir. Belirlenen hemostatik malzemenin üretim sürecinde, moleküler spektrometri olarak FT-IR, kütle spektrometresi olarak ICP ve XPS tekniklerine başvurulmuştur. Başvurulan bu teknikler Dokuz Eylül Üniversitesi EMUM Elektronik Malzemeler Üretim ve Uygulama Merkezinde bulunan uzmanlar tarafından titizlikle test edilmiş ve başarıyla sonuçlanmıştır. Belirlenen kriterler ve alınan sonuçlar dâhilinde ileride üretilecek hemostatik malzemenin, uygulanan karakterizasyon teknikleri sayesinde hedeflenen malzemenin üretilip üretilmediğinin kontrolüne, reçetesine ve formülasyonuna ulaşmayı büyük ölçüde kolaylaştırmıştır.

Referanslar

- [1] H. Igai, Y. Yamamoto, S. S. Chang; M. Yamamoto, Y. Tabata, H. Yokomise, Tracheal cartilage regeneration by slow release of basic fibroblast growth factor from a gelatin sponge. J. Thorac. Cardiovasc. Surg. 2007, 134, pp.170–175.
- [2] C. Schonauer, E. Tessitore, G. Barbagallo, V. Albanese, A. Moraci, The use of local agents: Bone wax, gelatin, collagen, oxidized cellulose. Eur. Spine J. 2004, 13, S89–S96. pp.363–370.
- [3] A. Riccardo, A. Muzzarelli ^{a,*}, Pierfrancesco Morganti ^b, Gianluca Morganti ^b, Paolo Palombo ^d, Marco Palombo ^e, Graziella Biagini ^c, Monica Mattioli Belmonte ^c, Federica Giantomassi ^c, Fiorenza Orlandi ^f, Corrado Muzzarelli ^a, Chitin nanofibrils/chitosan glycolate composites as wound medicaments, Carbohydrate Polymers, 2007, 70, pp.274–284.

HÜMİK ASİDİN SU ÖRNEKLERİNDE FLUOROMETRİK VE FOTOMETRİK YÖNTEMLE TAYİNİ

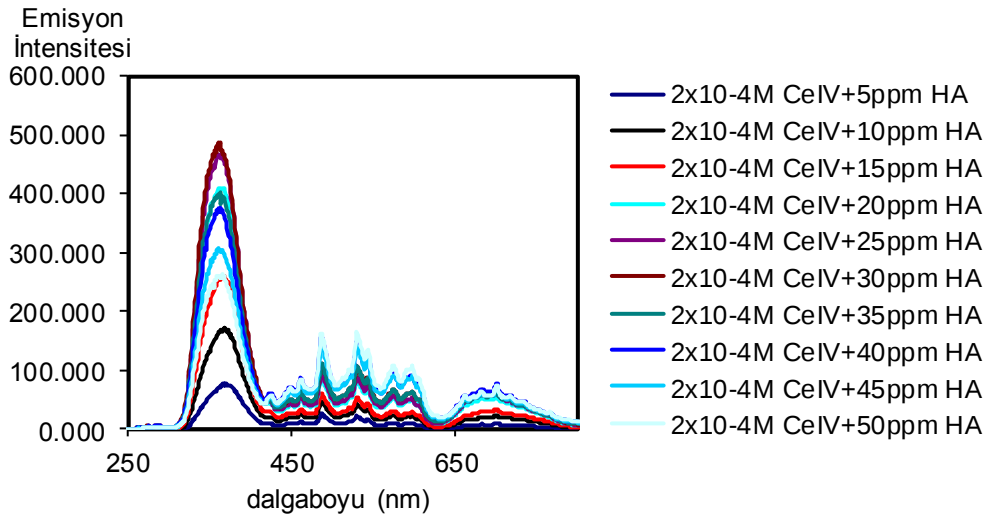
Ayca ÖZDEMİR, Birsen Demirata ÖZTÜRK

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 34469, Maslak, İstanbul, Türkiye

Hümik asitler, yüksek pH değerlerinde çözünen hümik maddelerin alt grubudur. Bitkilerden ve topraklardan kaynaklanan ve doğal kaynak suları ile karışan humik maddeler suyun rengini sarıya veya kahverengine dönüştürebilirler. Hümik asitler zemin ve yüzey suyu içindeki ağır metaller ve zirai ilaçlarla kompleks oluşturarak toksik ajanlar oluştururlar. Klor ile su arıtımında trihalometanların oluşmasına sebep olurlar [1]. Bu nedenle, bu maddenin belirlenmesi ve miktarının belirlenmesi büyük önem taşır. Literatürde çoğu hümik asit tayini, UV-Vis spektrumundaki farklı dalga boylarındaki absorban ölçümüne dayanmaktadır [2-3].

Bu çalışmada humik asidin fluorometrik (şekil 1) ve fotometrik yöntemlerle doğrudan ve dolaylı olarak belirlenmesini amaçlamaktadır. Bu amaçla çözünebilir hümik asidin CeIV iyonları ile verdiği reaksiyonlar araştırılmıştır. Humik asit ve Ce(IV) arasındaki stokiometrik oran 1:2 olarak bulunmuştur.

Fotometrik yöntem için humik asit konsantrasyonunun uygulama aralığı 1-5 ppm ($\lambda_{max} = 276\text{nm}$) olarak bulunmuştur. Fluorometrik yöntemde ise reaksiyonda oluşan Ce(III)'ün maksimum emisyon dalga boyu olan 360 nm kullanılmıştır. Humik asit konsantrasyonunun indirekt tayin yöntemiyle uygulama aralığı 50 ppb-1ppm olarak bulunmuştur. Geliştirilen yöntemler çevre sularına uygulanmıştır.



Şekil 1. Hümik asidin Ce(IV) ile fluorometrik tayini

Referanslar

- [1] E. Yamada, T. Ozeki, M. Kimura, Anal. Sci. 14 (1998) 327-329.
- [2] M. Hiraide, M. Ishii, A. Mizuike, Anal. Sci. 4 (1988) 605.
- [3] A. Rodrigues, A. Brito, P. Janknecht, M.F. Proenc, and R. Nogueira, J. Environ. Monit., 11 (2009) 377-382.

MAGNETİK NANOPARTİKÜLLERİN SENTEZİ, KARAKTERİZASYONU VE SULARDAKİ METAL İYONLARININ UZAKLAŞTIRILMASINDA KULLANIMI

F. Ayça ÖZDEMİR OLGUN, Birsen Demirata ÖZTÜRK

Kimya Bölümü, Fen-Edebiyat Fakültesi, İstanbul Teknik Üniversitesi, 34469, Maslak, İstanbul,
Türkiye

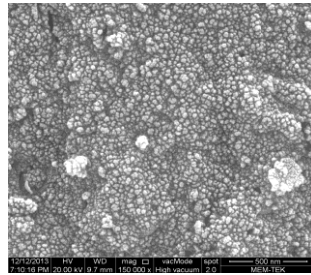
Ağır metal sanayi günümüzde gitgide önem kazanmaktadır. Bunun yanında işlem sonrası açığa çıkan endüstriyel atık sular, tüm canlılar için zehirli olan ağır metaller içerirler. Bu elementleri eser miktarda da olsa içeren sular çeşitli faaliyetlerle besin zincirine girmektedir.

Bu nedenle kirlilik kaynaklarından oluşan atık suların ağır metal içerikleri, çevreye verilmeden önce arıtılarak çeşitli su standartlarına göre izin verilen değerlerin altına düşürülmesi gerekmektedir. Bu çalışmada, atık sulardan ağır metal gideriminde kullanılmak amacıyla magnetik nanopartiküllerin sentezi amaçlanmıştır. Manyetik partiküllerin uygulanan manyetik alana cevap vererek istenilen şekilde hareket ettirilebilmeleri birçok uygulamada avantaj sağlamaktadır.

Magnetik nanopartiküllerin magnetik çekim kuvveti yanında kompleks yaparak sinerjik etki yaratabilmesi için hümit asitle kaplanması tasarlanmıştır. Ayrıca nanopartiküllerin stabil kalması için antioksidan bileşiklerden yararlanılmıştır. Bu amaçla kuersetin ve hümit asit kaplı manyetik nanopartiküller ortak çöktürme yöntemiyle sentezlenerek seçici, kolay, ucuz ve çevre dostu bir yöntem geliştirildi. Sentez aşamasında ticari kuersetin kullanıldığı gibi yeşil çay ekstraktı da kullanılarak içerdiği kateşin ve kuersetinden faydalanıldı.

Hümit asitin partikülde dış kabuk olarak kullanılmasının nedeni, demirin agregasyonu engellemesi ve fonksiyonel grupları (alkil, aromatik, karboksilik asit grupları) sayesinde metallerle kompleks oluşturma kapasitesinin fazla olmasıdır. Bir antioksidan çeşidi olan kuersetin ise oluşan parçacığın oksitlenmesini engellemektedir.

Çalışmada nanoparçacık sentez aşamasında kullanılan hümit asit ve kuersetin miktarları; ağır metal giderim analizleri için de pH, sıcaklık, zaman ve nanoparçacık miktarları gibi parametreler değiştirilerek optimizasyon yapılmıştır. Parçacık karakterizasyonu UV spektrometresi, moleküler floresans spektrometresi, IR, SEM ve XRD kullanılarak yapıldı. Metal giderim deneyleri ise atomik absorpsiyon spektrometresinde gerçekleştirildi.



Referanslar

- [1] R.M. Udo Schwertmann, Iron Oxides in the Laboratory: Preparation and Characterization, Wiley-WCH, 2000, Weinheim, Almanya
- [2] J. Liu, Z. Zhao, ve G. Binjiang, Environ. Sci. Technol., 42 (2008) 6949–6954.
- [3] V.N. Kislenco ve L.P. Oliynyk, Russian Journal of Applied Chemistry, 76 (2003) 1962-1964.