

DENEY NO: 4

DİTİZON EKSTRAKSİYON YÖNTEMİYLE KURŞUN ANALİZİ

A) Genel Bilgi:

Metalik zehirleri biyolojik materyalden izole edebilmek için, öncelikle ortamda bulunan organik maddelerin yıkılanması gerekmektedir. Bu şekilde, yıkılama işlemine dayanıklı olan metaller ortamda bırakılmış olur. Bu amaçla, kuru külleştirme ve sulu ortamda külleştirme yöntemlerinin yanı sıra, mikrodalga ile külleştirme de kullanılır.

Kuru külleştirmede; biyolojik materyal önce kurutulur, sonra organik maddeler 450°C'de tahrip edilir. Bu yöntem uçucu olan Hg, As, Sb ve Pb gibi metaller dışında tüm metaller için uygulanır.

a) Basit külleştirme: Biyolojik materyalin 110°C'de kurutulmasından sonra 450°C'de 5-6 saat süreyle kül haline getirildiği yöntemdir. Elde edilen kül, örneğin HCl de çözülerek kalitatif ve kantitatif analizler için uygun hale getirilir.

b) Kimyasal bir madde varlığında kül etme: Biyolojik materyal; kireç, KNO₃ gibi kimyasal maddeler ilave edilerek yakılır. Yanma sırasında, bu kimyasal maddelerle karışım yüzeyi genişletilmiş olur. Yanma kolaylaştığı gibi külleştirme de daha düşük aşağı sıcaklıkta gerçekleştirilir.

c) Sulu ortamda külleştirme yöntemleri: Klor, asitler ve diğer oksitleyicilerle olmak üzere değişik yöntemler uygulanabilir.

Yüksek oranda toprak alkali taşıyan numunelerde, bu metallerin çöken sülfatları eser elementleri adsorblayıp örteceği için sülfürik asit kullanılmaz. Perklorik asit, yıkılama için uygundur ancak patlayıcı olması nedeniyle tehlikelidir. Yıkılama işlemi, genellikle Kjeldahl balonunda yürütülür. Biyolojik materyal, asit ilavesinden sonra ısıtılır; belli hacime ve berraklığa gelinceye kadar, asit ilavesi- ısıtma-soğutma işlemleri sürdürülür. Elde edilen ürüne **asit dijestiyon** adı verilir. Asit dijestiyon üzerinde gerekli analizler yapılır.

Ditizon yöntemi ile kurşun analizi

Metalik zehirlerin asit dijestiyondan tanınması amacıyla uygulanan ditizon ekstraksiyon yöntemi, toksikolojik analizler açısından önemlidir. Kalitatif ve kantitatif analizlerde uygulanır.

Ditizon, suda çözünmeyip sulu alkalilerde ve organik çözücülerde çözünen yeşil renkli bir maddedir. Metallerle organik çözücüler kullanılarak ekstrakte edilebilen şelatlar oluşturur. Ditizonla şelat yaptığı bilinen ve toksikoloji açısından önemli olan metaller: Hg, Cu, Bi, Zn, Cd, Pb, Sn, Tl, Ni ve As'tir. Metaller, ditizonla belli koşullarda şelat oluşturur ve seçici çözücü ekstraksiyonu uygulanarak ayrılmaları sağlanır.

- Sulu ortamın **pH'ı 2'nin altında** olduğunda soy metaller ve civa, çözücü ekstraksiyonuyla alınabilir.
- **pH 2-3** arasında Cu, Bi, Sn,
- **pH 4-7** arasında Zn, Cd, Pb, Tl çözücü ile ditizonatı halinde alınabilir.

Ditizon-metal kompleksleri standartlarla karşılaştırılarak spektrofotometrik yöntemlerle kantitatif tayinleri yapılabilir.

B) Deneyin Prensi ve Yapılışı

Prensip: Kurşun pH 8' e ayarlanmış asit dijestiyondan, ditizonun kloroformdaki çözeltisi ile ekstrakte edilir. Ditizonun fazlası, KCN yıkama çözeltisi ile uzaklaştırılır. Ekstredeki Pb miktarı, ditizon-Pb kompleksi olarak tayin edilir.

Deneyin Yapılışı:

- 1 mL çözelti (numune/standart) üzerine, 10 mL distile su ve 4 mL diamonyum hidrojen sitrat çözeltisi ilave edilir.
- Diamonyum hidrojen sitrat tamponu ile pH 8'e ayarlanır (pH indikatör kağıdı ile kontrol edilerek).
- Ayırma hunisine aktarılıp; 5 mL KCN tamponu ve 8 mL ditizon çözeltisi ilave edilir. Ekstraksiyon yapılır (emülsiyon oluşmaması için **şiddetli çalkalanmaz!**) Alt faz alınır.
- Kurşun ve ditizon birleşince, Pb konsantrasyonuna bağlı olarak, pembeden kırmızıya kadar değişen tonlarda parlak renk oluşturur.
- Alt faz, 4-5 kere 10 mL KCN yıkama çözeltisi ile yıkanarak ditizonun fazlası uzaklaştırılır. Renk oluşunca, yıkama işlemine son verilir. Numuneler, standartlarla karşılaştırılır.