

BALIKESİR ÜNİVERSİTESİ KİMYA BÖLÜMÜ ARAŞTIRMA SEMİNERİ I



# BULUTLANMA NOKTASI EKSTRAKSİYONU

(Cloud Point Extraction)

Hazırlayan: Serhat Gökce

Danışman: Cennet Karadaş Yalçın-tepe

## Önderiřtirme (zenginleřtirme) nedir ?

- ▶ **Ön deriřtirme**, bir analitik kimya iřleminde analiz edilecek maddenin deriřimini (konsantrasyonunu) artırmak amacıyla yapılan bir ön iřlemdir. Bu iřlem, genellikle çok düşük deriřimlerde bulunan maddelerin daha hassas ve doęru bir řekilde analiz edilmesini saęlar.

# Ayırma ve Önderiştirme Teknikleri

SIVI-SIVI  
ekstraksiyonu

Katı faz  
ekstraksiyonu

Uçuculaştırma  
yöntemi

Birlikte  
çöktürme

İyon  
değiştirme

Çöktürme

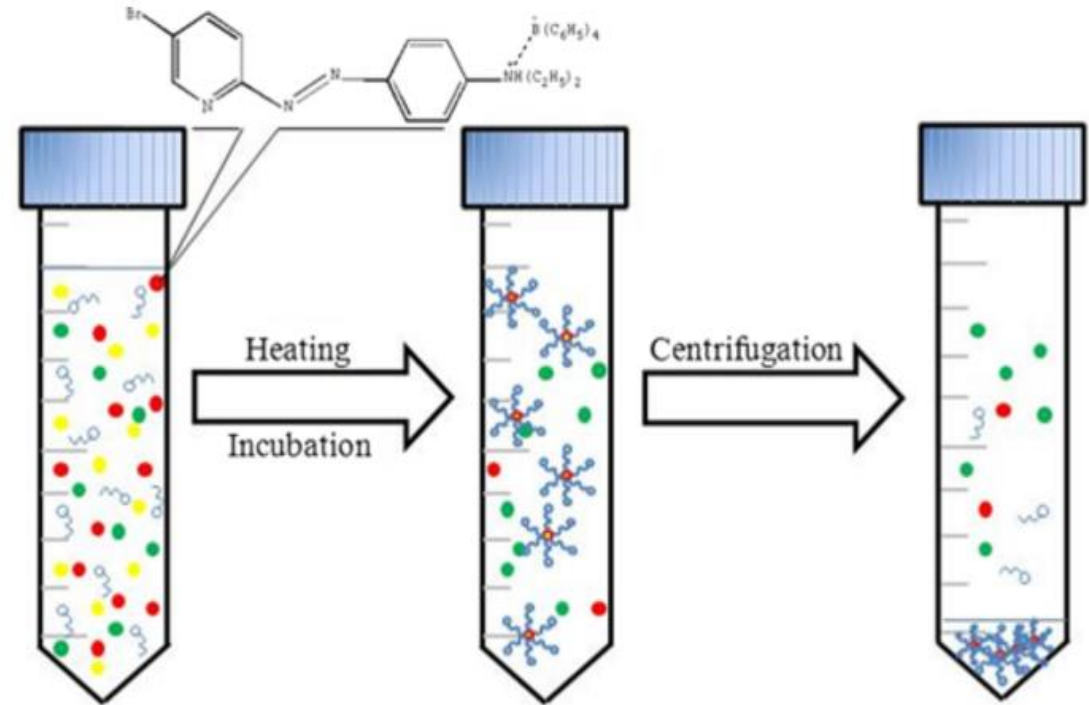
Kristallendirme

Elektrokimyasal  
zenginleştirme

Bulutlanma  
noktası  
ekstraksiyonu

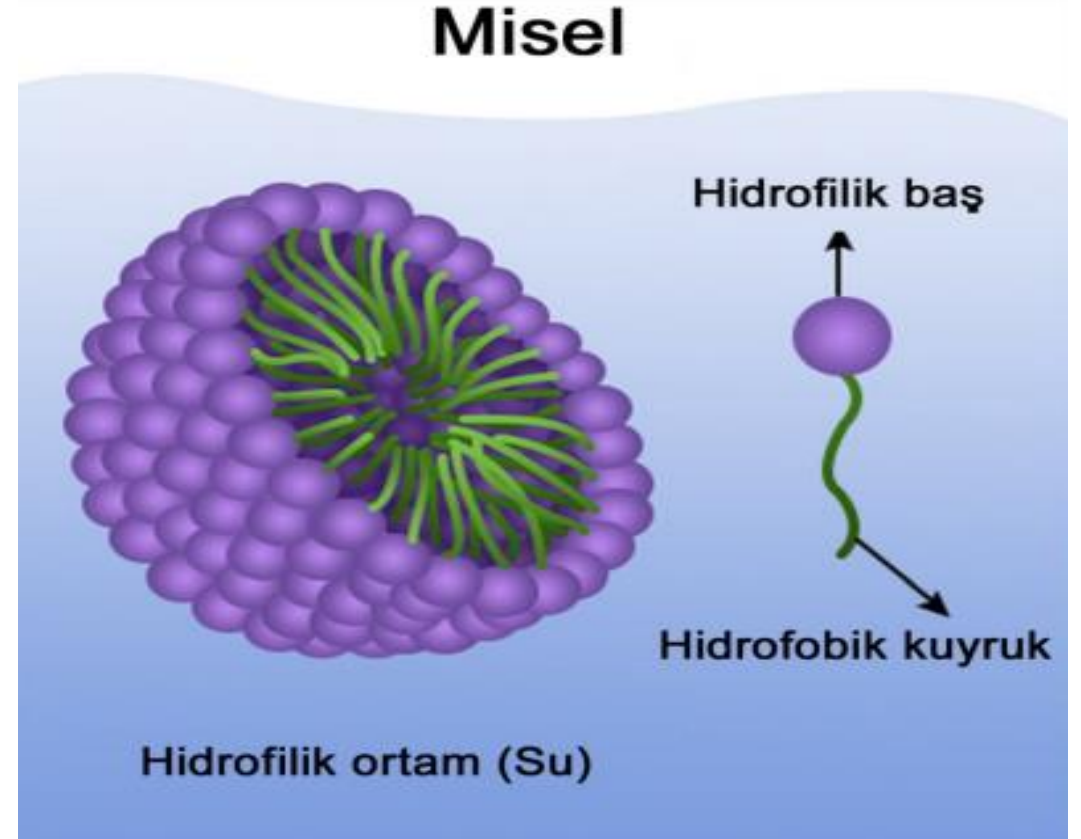
# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu(CPE) nedir ?

- **Bulutlanma noktası ekstraksiyonu** , özellikle çevre analizi ve biyoanalitik alanlarda sıkça kullanılan bir ayırma ve önderiştirme yöntemidir. Bu yöntem, yüzey aktif maddelerin (sürfaktan) sulu çözeltilerinin belirli bir sıcaklıkta (bulutlanma noktası) bulanık hale gelmesi ve iki ayrı faza ayrılması prensibine dayanır. Bir çözelti ortamına ilave edilen yüzey aktif madde, ortamdaki ayrılması düşünülen madde ile hidrofilik ve hidrofobik uç özelliklerini kullanarak misel yapı oluşturur.



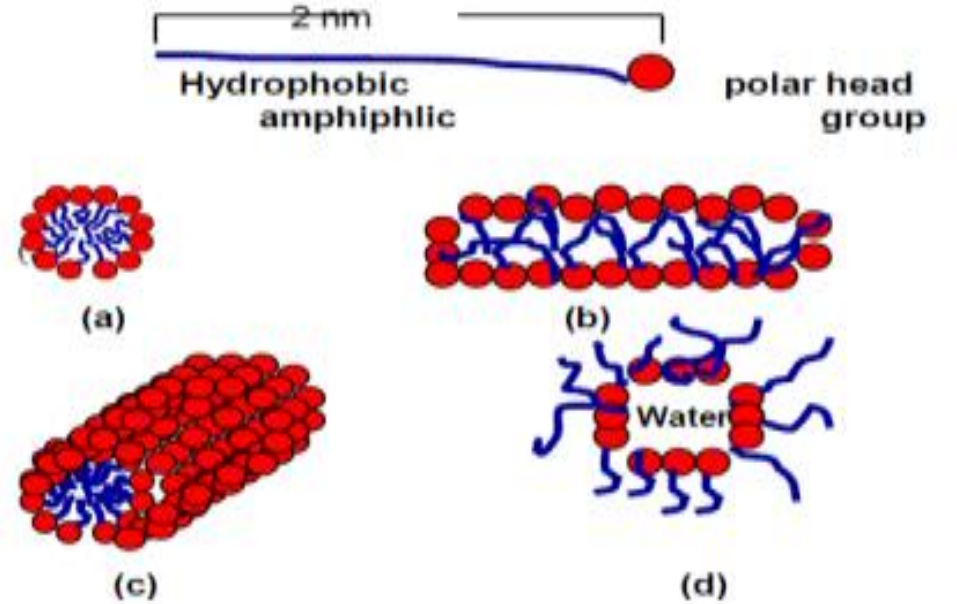
# Kritik Misel Konsantrasyonu (CMC) Nedir?

- **Kritik misel konsantrasyonu (CMC)**, bir çözeltideki yüzey aktif maddenin, misel adı verilen küresel yapılar oluşturmaya başladığı minimum konsantrasyondur. Bu, yüzey aktif moleküllerin suda belirli bir konsantrasyona ulaştığında, hidrofobik (suyu sevmeyen) kuyruklarını bir araya getirerek sudan uzaklaşma eğiliminde olmaları ve misel adı verilen küresel yapılar oluşturmaları anlamına gelir.



# Yüzey Aktif Madde (Sümfaktan) Nedir ?

- İlave edildikleri sıvı ortamında sıvının ıslatıcılığını ve ortam viskozitesini arttıran, yüzey gerilimini azaltan kimyasal maddelere yüzey aktif maddeler denir. Yüzey aktif maddeler hidrofilik baş kısım ve hidrofobik uç kısım olmak üzere iki ana kısımdan oluşur.



# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonunun Uygulanışı

- ▶ Analit içeren sulu çözeltiye belirli bir miktarda yüzey aktif madde eklenir.
- ▶ Yüzey aktif madde ve kompleksleştirici ilavesinin ardından gerekli olan tuz derişimi, ortam pH'sı, sıcaklık gibi deneysel şartlar ayarlandıktan sonra son çözelti ortamı ısıtmaya başlanır.
- ▶ Isıtma işlemi ile birlikte ortama ilave edilen yüzey aktif madde çeşidine göre bulutlanma noktası sıcaklık değerine ulaşıncaya çözelti ortamı iki ayrı faz görünümü kazanır. Bu iki faz birbirinden santrifüj işlemi yardımıyla ayrılır.
- ▶ Fazlardan birisi akışkanlığı yüksek olan yüzey aktif maddece fakir olan sulu faz, diğeri ise viskozitesi yüksek olan ve ayrımı yapılan türü içeren yüzey aktif maddece zengin fazdır. Yüzey aktif maddece zengin olan faz uygun bir çözücüde çözünüp uygun bir aletle teknikle sinyali ölçülür.



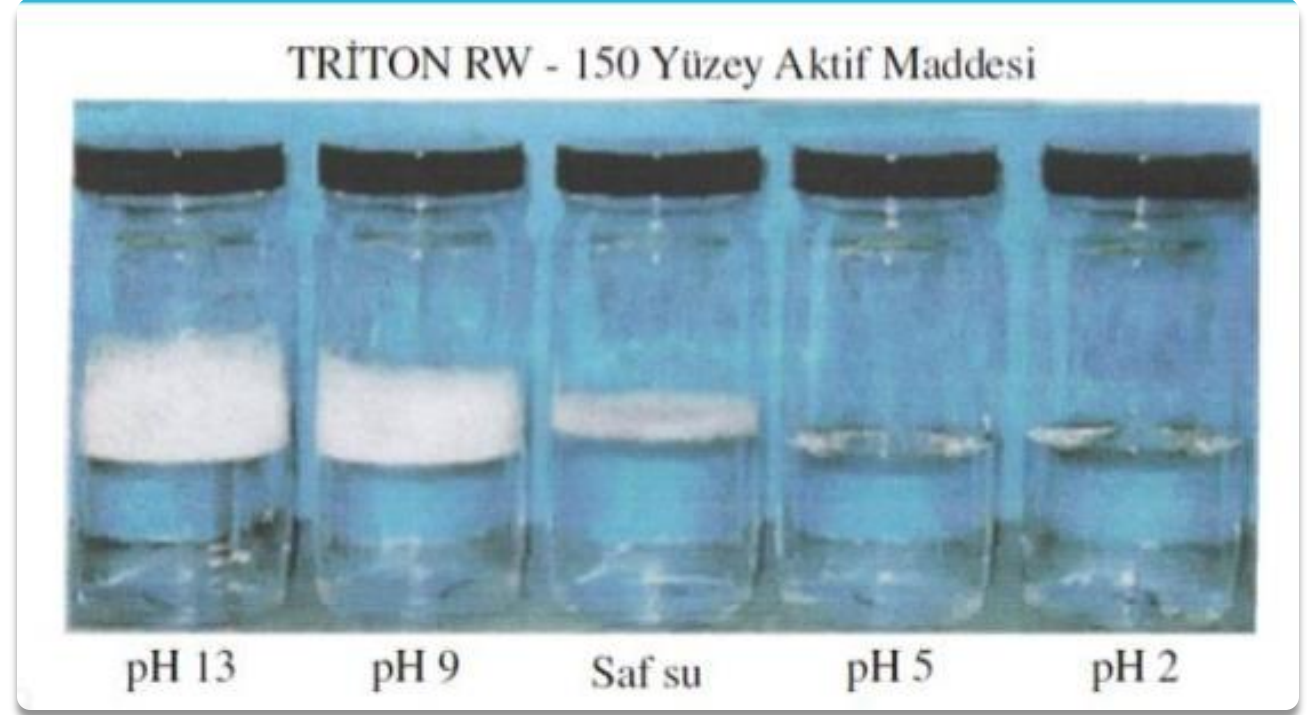
# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonuna Etki Eden Faktörler

- ▶ Ortamın pH değeri
- ▶ Kompleksleştirici türü
- ▶ Yüzey aktif madde(Sümfaktan) seçimi
- ▶ Yüzey aktif madde konsantrasyonu
- ▶ Bekleme süresi ve sıcaklık
- ▶ İyonik şiddet



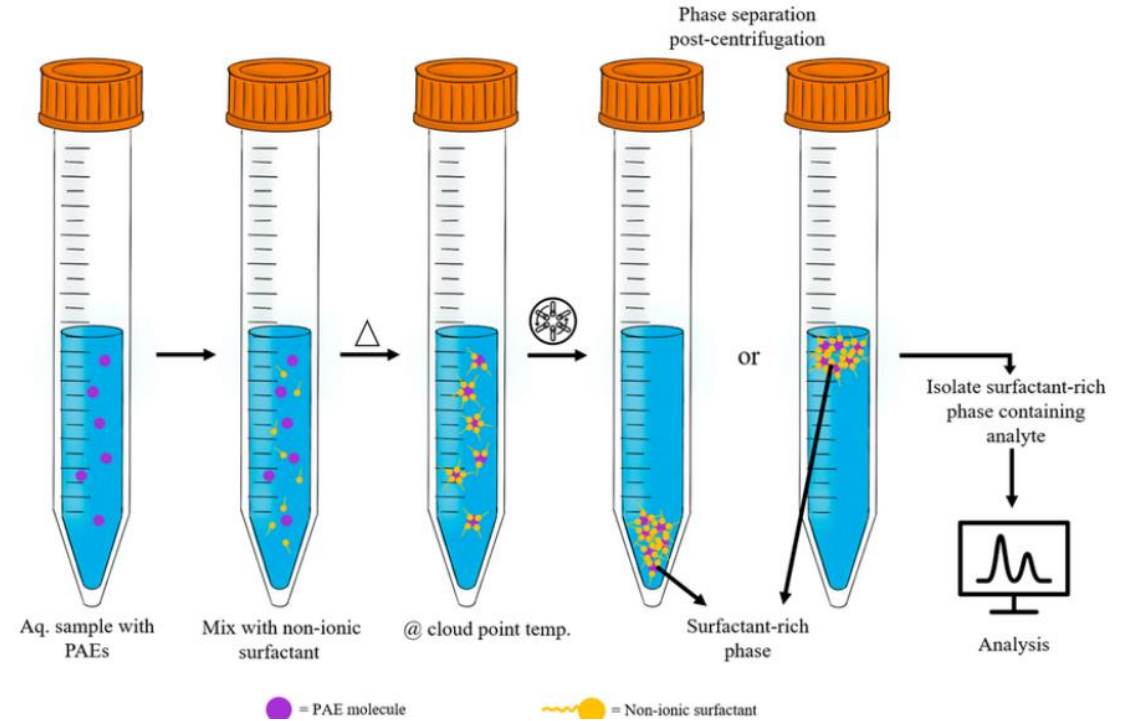
# Ortamın pH Deęeri

►Organik ve inorganik moleküllerin misel ortam içersine çekilerek istenilen verime ulaşılmasında ortam pH'sı büyük önem taşır. Ortam pH değeri asidik bölgeye kaydıkça ortamdaki "+" yüklü iyon miktarı artmakta ve bu durum yüzey aktif maddenin hidrofilik (su seven) baş kısmının çözelti ortamı içerisinde aktivitesini engelleyici etki göstermektedir. Ancak bu etki yüzey aktif madde çeşidine göre deęişim gösterir.



# Kompleksleştirici Türü

► Ligand yapıları hidrofobik olmalı, hızlı ve kararlı şekilde kompleks yapılar oluşturmalıdır. CPE'de ayrılmak istenilen madde türüne bağlı olarak en uygun kompleksleştiricinin seçilmesi gerekmektedir. Bilindiği gibi her kompleksleştiricinin kendine has karakteristik özelliği bulunmaktadır. Kompleksleştiricilerin hedef maddeye etkisi; ortam pH değerine, madde türüne, ortam sıcaklığına, kendisi ile ayrımı yapılacak olan maddenin konsantrasyon oranına bağlı olarak değişebilmektedir. Bu nedenlerden dolayı CPE metodundan yüksek verim elde edilebilmesi için işlemde kullanılacak kompleksleştirici titiz bir çalışma sonucu seçilmelidir.



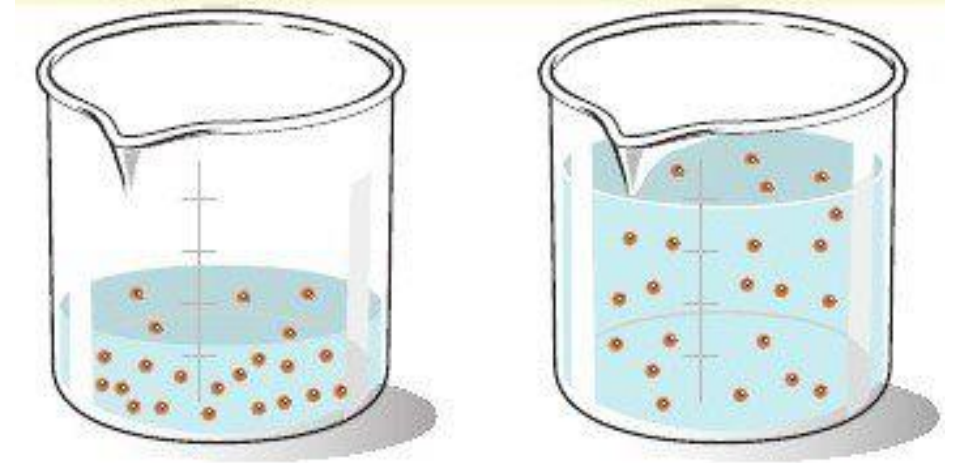
# Yüzey Aktif Madde (Sümfaktan) Seçimi

- Kullanılan sümfaktanlar çoğunlukla noniyoniktir.
- İyonik sümfaktanların B.N  $> 100^{\circ} \text{C}$
- Yüksek bulutlanma noktası sıcaklığı deneysel şartları zorlaştırmaktadır.

SÜRFAKTAN	BULUTLANMA NOKTASI
Triton X-100	65 °C
Triton X-114	45 °C
Ponpe 7.5	45 °C

# Yüzey Aktif Madde Konsantrasyonu

- ▶ Yüzey aktif madde konsantrasyonu olması gerekenin altındaysa misel oluşumu yeterince gerçekleşmez. (verim düşer)
- ▶ Fazla olursa sürfaktan fazın hacmi artacağı için zenginleştirme faktörü azalır.



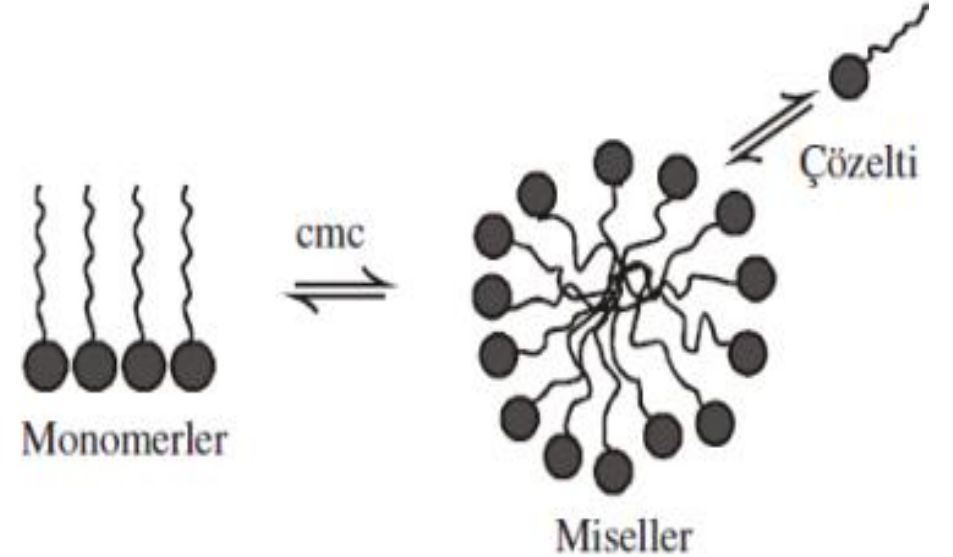
# Bekleme Süresi ve Sıcaklık

- ▶ Ortamda bulunan türlerin etkileşim zamanı arttırmak metodun başarısını arttırmaktır. 30 dakikanın üzerindeki denge zamanlarının ekstraksiyon verimi üzerinde çok büyük değişikliklere sebep olmadığı tespit edilmiştir. En az 10 dk ---- En fazla 30 dk
- ▶ Her yüzey aktif maddenin karakteristik özelliğine bağlı olarak tespit edilen bulutlanma noktası değerinin çok üzerindeki sıcaklıklar verim açısından ters etki göstermektedir.
- ▶ Kompleksleştirici yapısı ve ayırma işlemi için gerekli olan reaksiyon açısından yüksek sıcaklık, verimi azaltıcı etki gösterir. Bunun nedeni olarak yükselen sıcaklık değerleri ile birlikte ayırma işleminde kullanılan kimyasal maddelerin yapılarında ortaya çıkan bozulmalardır.



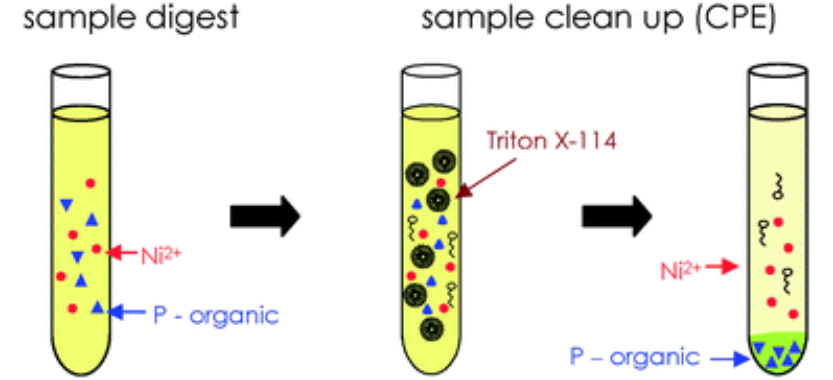
# İyonik Şiddet

- Yüzey aktif madde içeren çözelti ortamına tuz ilavesi sonucu faz ayrımının kolaylaştığı tespit edilmiştir. Ortama tuz ilave edildiği zaman veya tuz konsantrasyonu arttırıldığı zaman misel boyutu ve toplanma katsayısı artmaktadır.



# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonun Avantajları

- ▶ **Yüksek Seçicilik ve Hassasiyet:** Bulutlanma noktası ekstraksiyonu, analitlerin seçici olarak ayrılmasını sağlar. Çözeltideki istenmeyen bileşiklerden daha fazla seçicilik ile ayrılabilmesi, bu yöntemi analitik analizler için oldukça hassas kılar.
- ▶ **Düşük Çözücü Kullanımı:** Diğer ekstraksiyon yöntemlerine kıyasla daha az çözücü kullanımı gerektirir. Çözünürlük noktasına ulaşarak iki fazın ayrılması sağlandığı için fazla miktarda çözücüye ihtiyaç duyulmaz, bu da çevresel ve ekonomik açıdan faydalıdır.
- ▶ **Yüksek Zenginleştirme Faktörü:** Bu yöntem, düşük konsantrasyondaki analitlerin daha yüksek konsantrasyonlara zenginleştirilmesini sağlar. Analitler, genellikle çözücünün daha yoğun fazında birikir, bu da analizin daha hassas ve doğru yapılmasına olanak tanır.



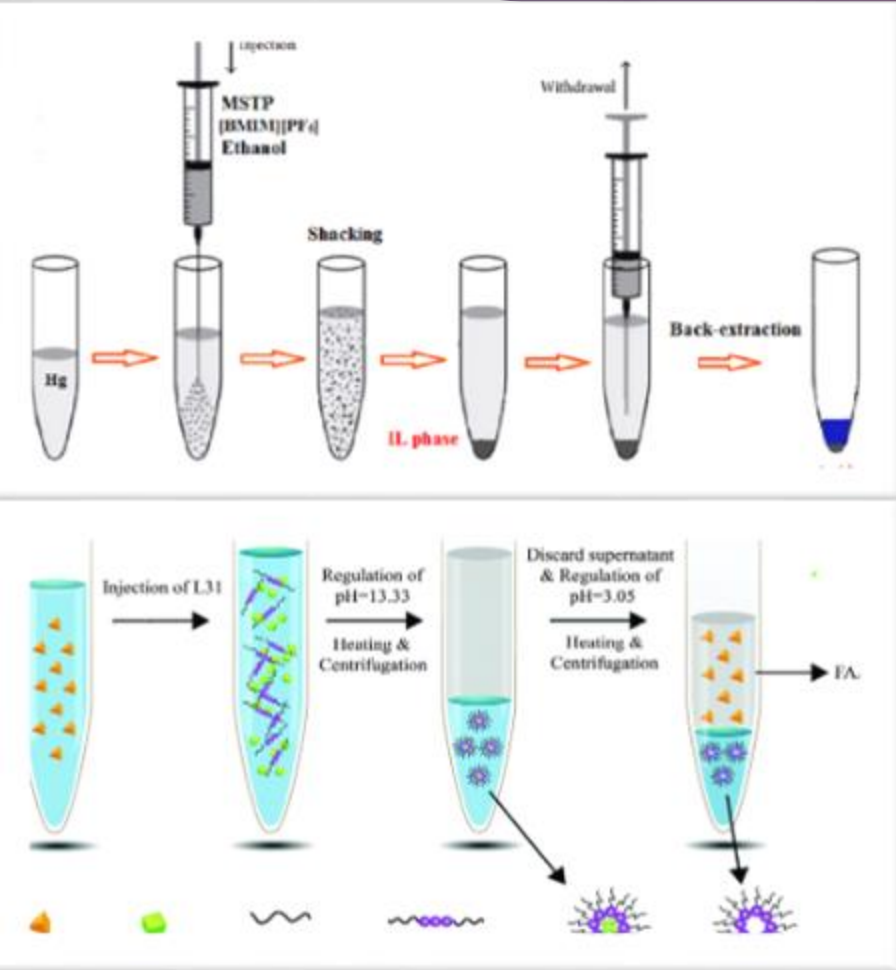
# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonun Avantajları

- ▶ **Kolay Uygulama ve Düşük Maliyet:** Bulutlanma noktası ekstraksiyonu, karmaşık ekipmanlar gerektirmez ve laboratuvar ortamında kolayca uygulanabilir. Ekstraksiyon için gereken malzemeler ve kimyasallar genellikle düşük maliyetlidir.
- ▶ **Uygulama Çeşitliliği:** Çeşitli analiz yöntemleriyle kombine edilebilir. Örneğin, spektrofotometri, atomik absorpsiyon spektrometrisi (AAS) veya kromatografi gibi tekniklerle analitlerin daha hassas tespiti yapılabilir.
- ▶ **Zaman ve Enerji Tasarrufu:** Bu yöntem, genellikle hızlıdır ve düşük sıcaklık koşullarında bile etkili sonuçlar verir. Ayrıca, faz ayrımı sırasında ısıtma ve soğutma işlemleri hızlı şekilde yapılabilir, bu da enerji tasarrufu sağlar.





# Bulutlanma Noktası ekstraksiyonun Dezavantajları



- ▶ Yapılacak çalışmada en uygun şartlar geniş kapsamlı araştırılmalıdır, yoksa verim düşer. Santrifüj yaparken optimum sıcaklık değeri az da olsa düşer ve bu durum ekstraksiyon **verimini azaltır**.
- ▶ **Yüksek sıcaklık:** Yüksek sıcaklık değerleri kompleksin bozulmasına yol açabilir.
- ▶ **Yüksek viskozite:** Faz ayrımının ardından viskozitesi yüksek olan yüzey aktif maddece zengin fazın ölçümü başka bir sorun oluşturmaktadır.
- ▶ **Karışımdan saflaştırma zorluğu:** Bulutlanma noktasında çözücünün karışımdan ayrılması zordur. Bu da, saflaştırma işleminde zorluklara yol açabilir ve ekstrakte edilen maddelerin saflığını etkileyebilir.
- ▶ Olayın mekanizması henüz tam anlamıyla **açıklanmamıştır**.

# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonun Uygulama Alanları

- ▶ **Çevre Analizi:** Su, toprak ve atıklardaki organik kirleticilerin (pestisitler, fenoller, vb.) analizi.
- ▶ **Biyoanalitik:** Proteinler, peptitler, nükleik asitler gibi biyolojik moleküllerin ekstraksiyonu ve saflaştırılması.
- ▶ **Gıda Analizi:** Gıdalardaki renk maddeleri, antioksidanlar, ve diğer katkı maddelerinin tayini.
- ▶ **İlaç Analizi:** İlaç formülasyonlarındaki aktif bileşenlerin ve kirliliklerin analizi.
- ▶ **Petrokimya ve Yağlı Maddeler:** Bu yöntem, petrol ve petrokimyasal ürünlerin çözünürlük ve saflaştırma işlemleri için kullanılabilir. Yağlar ve lipitlerin çözünürlük özelliklerine dayalı olarak ekstraksiyon işlemi yapılabilir.



# Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu Yöntemi ile Yapılmış Bazı Çalışmalar

Analit	Kompleksleştirici Reaktif	Sürfaktan	Teknik	Tayin Sınırı	Dalga Boyu	Matriks	Referans
Sn (IV)	Kalkon Karboksilik Asit (CCA)	Setil piridinyum klorür (CPC)	FAAS	2.86 µg/L	286 nm	Bazı içecek ve konserve türleri	Songül Ulusoy (2015)
Se (IV)	2,3-diaminonaftalin (DAN)	Triton X- 114	Spektrofluorimetrik	3.7 µg/L	582 nm	Atık su	Güler Yüksek (2008)
As (V)	Pyronine B	Triton X- 114	AAS	1.67 µg/L	197 nm	Su örneği	Halil İbrahim Ulusoy (2012)

# Kaynakça

- ▶ <https://www.sciencedirect.com/topics/chemistry/cloud-point-extraction>
- ▶ <https://www.hielscher.com/tr/ultrasonically-assisted-cloud-point-extraction.htm>
- ▶ <http://www.kimyakongreleri.org/6UAAK/6UAAK-0210.pdf>
- ▶ <https://nek.istanbul.edu.tr/ekos/TEZ/51329.pdf>
- ▶ <https://prezi.com/z5-j1dj7now6/bulutlanma-noktasi-ekstraksiyon-metodu-uygulama-alanlari/>
- ▶ Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu/FAAS ile Çevresel örneklerde Kalay Türlerinin Tayini, Songül Ulusoy, Yüksek Lisans Tezi, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı (2015).
- ▶ Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu/Spektrofluorimetrik Yöntemle Se(V) Tayini, Nehir Güler, Yüksek Lisans Tezi Orta Doğu Teknik Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı (2008).
- ▶ Eser Düzeydeki İnorganik Arsenik Türlerinin Tayini İçin Bulutlanma Noktası Ekstraksiyonu/AAS Yöntemi Geliştirilmesi, Halil İbrahim Ulusoy, Doktora Tezi, Sivas Cumhuriyet Üniversitesi, Kimya Anabilim Dalı (2012).