

## Bir Hidroksiazoz Bileşiği Kullanılarak Gerçek Örneklerde Nikelin Eser Miktarlarının Spektrofotometrik Tayini

Tufan GÜRAY\*<sup>1</sup> 

<sup>1</sup>Eskişehir Osmangazi Üniversitesi, Fen Edebiyat Fakültesi, Kimya Bölümü, 26480, Eskişehir, Türkiye

(Alınış / Received: 12.06.2019, Kabul / Accepted: 19.09.2019, Online Yayınlanma / Published Online: 15.12.2019)

### Anahtar Kelimeler

Nikel,  
Spektrofotometrik tayin,  
2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-  
sülfoksiazobenzen,  
THSA

**Özet:** Bu makalede, nikel tayini için, herhangi bir ön deriştirme işlemi uygulamadan, pH 5,5 (5-6) 'da 2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-sülfiazobenzen (THSA) ile şelat oluşturarak seçici ve duyarlı bir spektrofotometrik yöntem önerilmiştir. Metal ligand oranı 1: 1 olan kompleksin, 485 nm'de, molar absorplama katsayısı  $1,60 \times 10^4$  L mol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup>'dir. Kompleks bileşik 3 saat kararlılığını korumaktadır. Ayrıca, 50 °C'ye kadar bozulmadan kalır. Geliştirilen yöntem 0,040-2,348 µg mL<sup>-1</sup> Ni (II) tayin aralığında Beer'in kanununa uyar. Toprak alkali elementler, alkalın elementler, nadir toprak elementler, halojenürler, fosfatlar, askorbik asit ve katyonlar nikel tayini engellemez. Önerilen yöntem hızlı ve basittir ve nikel tayini için sertifikalı alaşımlara ve çevre suyu örneklerine kolayca uygulanabilir.

## Spectrophotometric Determination of Trace Amount of Nickel in Real Samples by Using Hydroxyazo Compound

### Keywords

Nickel,  
Spectrophotometric  
determination,  
2,3,4,6/-Tetrahydroxy-3/-  
sulphoazobenzene,  
THSA

**Abstract:** In this article, a selective and sensitive spectrophotometric by chelating with 2,3,4,6/-tetrahydroxy-3/-sulfoazobenzene (THSA) at pH 5.5 (5-6) without applying any preconcentration process for nickel determination method is proposed. A selective and sensitive spectrophotometric method has been proposed for the determination of nickel by forming chelate at pH 5.5 (5-6) with 2,3,4,6/-tetrahydroxy-3/-sulfoazobenzene (THSA). Molar absorptivity of the complex having metal ligand ratio of 1:1 is  $1.60 \times 10^4$  L mol<sup>-1</sup> cm<sup>-1</sup> at 485 nm. The complex compound is stable for 3 hours. Furthermore, it is stable up to 50 °C. The developed method obeys Beer's law for 0.040-2.348 µg mL<sup>-1</sup> Ni(II). Earth alkaline elements, alkaline elements, rare earth elements, halides, phosphates, ascorbic acid and cations do not interfere nickel determination. The proposed method is rapid and simple, and it can be easily applied on certificated alloys and environmental water samples for determining nickel.

### 1. Giriş

Biyolojik öneme sahip olan nikel, insan beslenmesinde önemli bir iz elementtir. Nikel, bitkiler ve bazı evcil hayvanlar için çok önemli olan üreaz enziminin yapısında bulunan element olması [1] nedeniyle bunların insanlar tarafından tüketilmesinin sonucu olarak önem kazanmaktadır. Nikel, elektro kaplamada, Ni-Cd pillerin imalatında, ark kaynağı çubuklarında, boya pigmentlerinde, seramik, cerrahi ve dental protezlerde, manyetik bantlarda ve bilgisayar bileşenlerinde ve nikel katalizörlerinde yaygın olarak kullanılır [2].

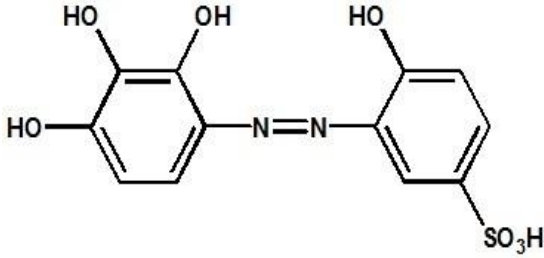
Nikel içeren ürünlerin fazla tüketimi, nikel ve bileşenlerinin üretimi, kullanımı ve imhasında oluşan çevre kirliliği kaçınılmazdır. İnsanlar solunum yoluyla, ağız yoluyla, içme sularıyla, bazı gıdaların tüketimiyle veya sigara içilmesiyle nikel maruz kalabilir. Bu durum, nikel alerjisi, akciğer kanseri, gırtlak kanseri ve böbrek hastalıkları gibi önemli rahatsızlıklara yol açmaktadır[3].

Nikelin insan ve çevreye karşı sözü edilen bu etkilerinden dolayı tayini için yeni yöntemlerin geliştirilmesine ihtiyaç duyulmaktadır. Bu yöntemlerden en kolay, en kısa sürede sonuç veren, en ucuz olan ve uzman gerektirmeyenlerinden biri olan

\*İlgili yazar: tufanguray@gmail.com

UV-görünür bölge spektrofotometresi yöntemidir. Bu cihaz ile yapılan katyon tayinlerinde kullanılan ligandların tayini yapılacak katyona seçici ve hassas olması temel hedeflerdendir. Bu sebeptendir ki, bu çalışmada nikel tayini için uygun bir ligand yardımıyla yeni bir yöntem geliştirilmesi amaçlanmıştır.

Nikel için geliştirilen yöntemlerde suda çözünürlüğü yüksek, geniş pH aralıklarında (özellikle asidik bölgede) kompleks oluşturabilen, seçiciliği yüksek, görünür bölgede absorpsiyon veren, eser miktarlardaki tayini için düşük gözlenebilirlik sınırı sağlayan ligandlara ihtiyaç duyulmaktadır. Nikel iyonunun ara asit olması, azotun da bir ara baz olması nedeniyle nikel azotlu ligandlarla kompleksleşme yatkınlığındadır [4]. Bu kapsamda nikel tayini için bir hidroksiazoo boyar madde olan 2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-sülfoksiazobenzen (THSA) [5] (Şekil 1) kullanılmıştır.



Şekil 1. 2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-sülfoksiazobenzen (THSA)

## 2. Materyal ve Metot

### 2.1. Kullanılan kimyasal ve cihazlar

Standart nikel çözeltisi (ICP 1000mg/L, CertiPUR®, Merck) stok çözelti olarak kullanılmıştır. Çalışmada kullanılan nikel çözeltileri, bu stok çözeltinin seyreltilmesi ile hazırlanmıştır. Literatürdeki [5] gibi sentezlenmiş olan, 2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-sülfoksiazobenzen (THSA) ligandının 500 mL'lik stok çözeltisi 0,1653 ± 0,0005 g tartılıp gerekli hacimde çözülmesiyle hazırlanmıştır.

Sigma Aldrich tarafından tedarik edilen referans nikel esaslı iki alaşıma (sertifika değerleri nikel/bakır alaşımı, BCBF5693V-51870, %: Ni, 66,58; Cu, 30,48; Pb, 0,0134; Mg, 0,035; Al, 0,086; Ti, 0,063; Nb, 0,156; Co, 0,029; Mo, 0,023; Cr, 0,073; Fe, 1,24; Mn, 1,00; P, 0,0054; S, 0,0069; Si, 0,293; C, 0,0051 ve alüminyum/nikel alaşımı, 72240, %: Al:50; Ni:50) nikel tayini için uygulanmıştır.

Bölgesel çeşme sularında nikel tayini yapılmıştır. Spektrofotometrik ölçümler Unicam 2-UV Spectrometer Double Beam UV-Visible spektrofotometrisi ile yapılmıştır. Bu ölçümlerde 1,00 cm'lik ışık yollu kuvartz hücreler kullanılmıştır. pH ölçümleri için Orion 720 A marka pH-metre ve Orion marka 71-03 model cam elektrot kullanılmıştır. Yöntemin karşılaştırması için Perkin Elmer (USA) marka, dört oyuk katot lamba bölmesi olan, AAnalyst

400 model Atomik Absorpsiyon Spektrometresi kullanılmıştır. Nikel tayini için cihaz; dalga boyu 232 nm, yarık aralığı 1,8/1,35, lamba akımı 30 mA, yanıcı gaz asetilen (2,34 L/dk) ve yakıcı gaz olarak hava (10,00 L/dk) ayarlanmıştır.

### 2.2. Genel yöntem

25 mL'lik balon joje içine tayin aralığında (0,040-2,348 µg mL<sup>-1</sup>) olacak şekilde nikel çözeltisinden alınmıştır. Üstüne 2,5 mL 1,0×10<sup>-3</sup> mol L<sup>-1</sup> (son derişim 10,0×10<sup>-5</sup> M) THSA çözeltisi eklenmiştir. Balon jolenin kalibrasyon çizgisine kadar pH' 5,5 olan tampon çözelti ile tamamlanmıştır. Son olarak, hazırlanan bu çözelti 1 cm 'lik kuvars UV küvetin içine alınıp, 485 nm'de köre karşı ölçüm alınmıştır.

### 2.3. Yöntemin analitik uygulamaları

#### 2.3.1. Nikel içerikli alaşımlara uygulaması

0,1005±0,0005 g tartılan alaşım örnekleri, 15 mL kral suyu ile çözülmüştür. Çözelti kuruyuncaya kadar ısıtılmıştır. Bu kalıntıya 5 mL HCl asit eklenerek tekrar kuruyuncaya kadar ısıtılmıştır. Devamında kalıntı, 100 mL de iyonize suda çözülmüş [6] ve tayin için kullanılmıştır.

#### 2.3.2. Su örneklerine uygulaması

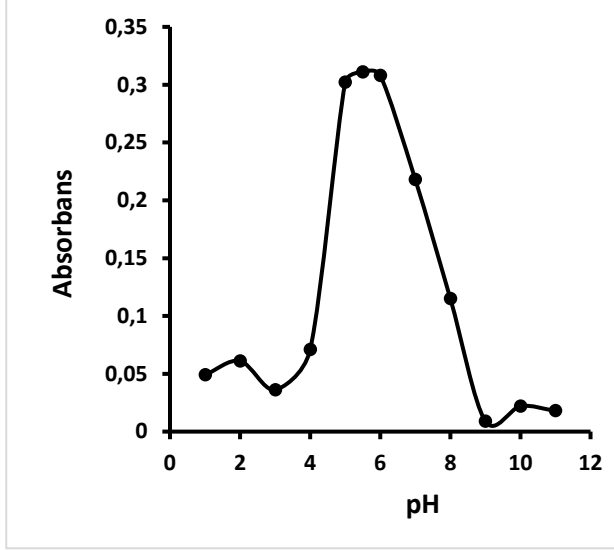
250 mL nehir suyu veya kaynak suyu bir beher içine alınmış üstüne 30 mL derişik HNO<sub>3</sub> ve 10 mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (% 30'luk) organik bileşiklerin uzaklaştırılması için eklenmiştir [7]. Suyun hacminin onda birine düşene kadar ısıtılmıştır. Numunelerin pH'ının istenen değere ayarlanmasından sonra, spektrofotometrik tayin, genel yöntemde (Bölüm 2.2) tarif edildiği gibi yapılmıştır.

## 3. Bulgular

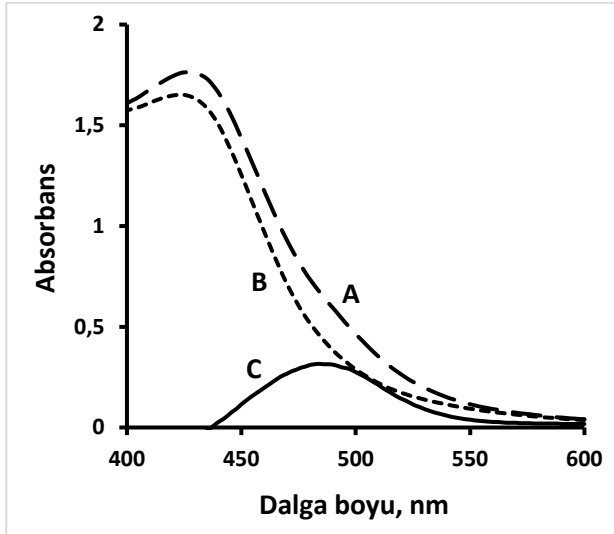
### 3.1. pH etkisi

THSA ligandının nikel ile oluşturduğu kompleks bileşiğin absorpsiyonunun pH'a ve dalga boyuna göre değişimi incelenmiştir. Bu amaçla kompleksin pH 1'den 11'e kadar hazırlanmış olan tampon çözeltiler içindeki absorpsiyonları ölçülmüştür. 25 mL'lik ölçü balonuna 5,0×10<sup>-4</sup> M'lik nikel çözeltisinden 1 mL konulup (son derişim 2,0×10<sup>-5</sup> M) üzerine 2,5 mL 1,0×10<sup>-3</sup> M ligand (son derişim 10,0×10<sup>-5</sup> M) eklendikten sonra, pH'ı ayarlı tampon çözeltiler ile 25 mL'ye tamamlanmıştır. Hazırlanan çözeltilerin pH ayarları yapılmıştır. Karşılaştırma standardı olarak önce suya karşı ve sonrasında standart ligand çözeltisine karşı ölçümler yapılmıştır. Ligand karşılaştırma standardı hazırlanırken 2,5 mL ligand çözeltisi, uygun tampon çözeltisi ile 25 mL'ye tamamlanarak hazırlanmıştır. Aynı işlemler diğer tampon çözeltileri kullanılarak tekrar edilmiştir. Ligandın suya karşı, kompleks çözeltisinin suya karşı ve kompleks çözeltisinin ligand karşılaştırma

standardına karşı ölçümleri alınmıştır. Bu işlemler sonucunda kompleks oluşum pH'nın 5-6 yani 5,5 olarak alınmıştır. Komplekslerin pH'a bağlılığı Şekil 2'de verilmiştir. Bu pH'da gözlenen spektrumdaki kompleksin optimum dalga boyu da 485 nm olarak belirlenmiştir (Şekil 3).



Şekil 2. THSA-Ni kompleksine pH etkisi  $C_{\text{Nikel}}=2,0 \times 10^{-5}$  M,  $C_{\text{THSA}}=10,0 \times 10^{-5}$  M,  $l=1$  cm.



Şekil 3. THSA-Ni kompleksinin suya karşı (A), liganda karşı (C) ve THSA ligandının suya karşı (B) UV-görünür bölge spektrumları; pH: 5,5  $C_{\text{Nikel}}=2,0 \times 10^{-5}$  M,  $C_{\text{THSA}}=10,0 \times 10^{-5}$  M,  $l=1$  cm.

### 3.2. THSA ligand konsantrasyonunun etkisi

Artan miktarlarda THSA ligandı nikel çözeltisine eklendiğinde, nikel-THSA kompleksinin absorbans değerleri artmaya başlamıştır. THSA'nın son derişimi  $10,0 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  ve üzeri derişimlerinde 485 nm'deki absorbans değerlerinin değişmeden kaldığı gözlenmiştir. Böylece, optimum ligand konsantrasyonu  $10,0 \times 10^{-5}$  mol  $L^{-1}$  olarak kullanılmıştır.

### 3.3. Ni-THSA kompleks oluşumuna sıcaklık ve zamanın etkisi

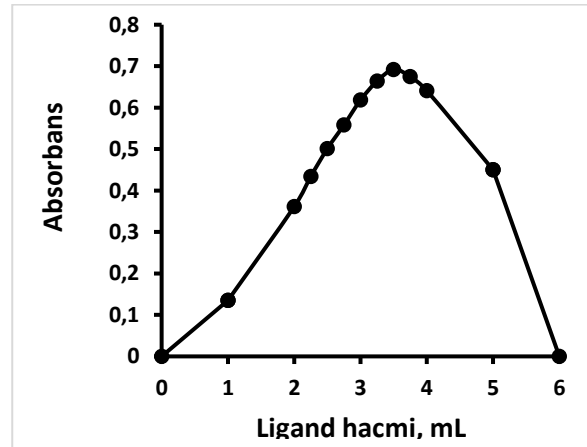
Kompleks bileşik hazırlandığı anda oda sıcaklığında absorbansı ölçülmüştür. Çeşitli zaman aralıklarında tekrar ölçüm alındığında absorbansın en az 3 saat sabit kaldığı gözlenmiştir. Aynı şekilde kompleks bileşik hazırlandığı anda oda sıcaklığında absorbans ölçülmüştür. Sıcaklık artırılarak farklı sıcaklıklara kadar su banyosunda ısıtılıp tekrar oda sıcaklığına soğutulan kompleks bileşiklerin absorbansları tekrar ölçülmüştür. Absorbansların  $50$  °C'ye kadar değişmediği ( $\Delta A = \pm 0,03$ ), kompleks bileşiklerin bu sıcaklığa kadar dayanıklı oldukları gözlenmiştir.  $50$  °C sıcaklığın üzerindeki sıcaklıklarda komplekslerin absorbansları azalmıştır.

### 3.4. Kalibrasyon eğrisinin belirlenmesi

Optimum koşullarda, kalibrasyon eğrisini çizmek için farklı derişimler deki nikel çözeltilerinden alınıp üzerine  $1,0 \times 10^{-3}$  M ligand çözeltisinden 2,5 mL (son derişim  $10,0 \times 10^{-5}$  M) konulup, pH 5,5 tamponu ile 25 mL'ye seyreltilmiştir. Çözeltilerin absorbansları karşılaştırma standardı olarak ligand çözeltisi alınarak ölçülmüştür. Her ölçüm beş defa tekrarlanmıştır. Bu ölçümlere göre tayin aralığı 0,040-2,348  $\mu g mL^{-1}$  dir. Molar absorplama katsayısı  $1,60 \times 10^4$   $L mol^{-1} cm^{-1}$  olarak hesaplanmıştır. Kalibrasyon doğrusunun denklemi de  $Abs = 0,2204C + 0,0091$  ( $R^2=0,9990$ ) olarak bulunmuştur.

### 3.5. Kompleks stokiyometrisinin belirlenmesi

Oluşturulan Ni(II) iyonlu THSA kompleks bileşiğinin stokiyometrisinin belirlenmesinin için Job Yöntemi (izomolar seriler) kullanılmıştır. Bu yöntemde metal-ligand hacimleri toplamı sabit kalacak şekilde farklı oranlarda alınan  $1,0 \times 10^{-3}$  M ligand ve  $1,0 \times 10^{-3}$  M nikel çözeltileri 25 mL'lik bolon jode pH 5,5 tamponu ile seyreltilerek optimum koşullarda ölçümler alınmıştır. Bu sonuçlara göre kompleks stokiyometrisi M:L = 1:1 olduğu görülmüştür (Şekil 4).



Şekil 4. THSA-Ni kompleksinin Job yöntemi ile kompleks stokiyometrisinin belirlenmesi. 485nm,  $l=1$ , pH=5,5,  $C_{\text{THSA}} = C_{\text{Nikel}} = 1,0 \times 10^{-3}$  M.

### 3.6. Bozucu etki yapan türlerin incelenmesi

Yöntemin seçiciliği incelenirken, tayin aralığında kalacak şekilde nikel derişimi kullanılarak optimum şartlarda kompleksin absorpsiyonu ölçülmüştür. Daha sonra bozucu etki yapan iyonik ve moleküler türler ortama eklenerek pH ayarı yapılmış ve ölçümler alınmıştır. Kalay (SnCl<sub>2</sub>) dışında, katyonlar genel olarak, nitrat ve sülfat tuzlarından, anyonlarda sodyum ve potasyum tuzlarından hazırlanmıştır. Bu tuzların 1000'lik ppm stok çözeltilerinden reaksiyon ortamına, çeşitli miktarlarda ilaveler yapılmıştır. Nikelin yanına, azalan miktarlardaki bozucu etki yapan türlerin ayrı ayrı ilavesine bağlı olarak, kompleksleşme sonucu ölçülen absorpsiyon değerleri ile tek başına nikelin ligand ile oluşturduğu kompleksin ölçülen absorpsiyon değeri arasında  $\Delta A_{\max} = \pm 0,05$  olacak şekilde bir aralık belirlenerek, bu türlerin bozucu etki yapma yapmadıkları belirlenmiştir. Sonuçlar Tablo 1'de verilmiştir.

**Tablo 1.** Bazı türlerin kompleks oluşumuna etkileri,  $\Delta A_{\max} = \pm 0,05$  (Alınan Ni<sup>2+</sup> miktarı 1,174  $\mu\text{g mL}^{-1}$  dir.)

Bozucu etki yapan türler	Bozucu etki yapma sınırı ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ )
Cl <sup>-</sup>	1:1000
Br <sup>-</sup>	1:1300
I <sup>-</sup>	1:2700
F <sup>-</sup>	1:6100
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1:1500
AsO <sub>2</sub> <sup>-</sup>	1:1000
B <sub>4</sub> O <sub>7</sub> <sup>2-</sup>	1:650
HPO <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1:1000
C <sub>2</sub> O <sub>4</sub> <sup>2-</sup>	1:650
NaF	1:5100
NH <sub>4</sub> F	1:6100
Tiyoüre	1:2000
SCN <sup>-</sup>	1:1700
Tartarik asit	1:1000
Üre	1:1700
Fe <sup>3+</sup> + NaF <sup>a</sup>	1:5
Al <sup>3+</sup> + NaF <sup>a</sup>	1:20
Cu <sup>2+</sup> + Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	1:30
Cd <sup>2+</sup> + Na <sub>2</sub> S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>b</sup>	1:100
Ca <sup>2+</sup>	1:100
Sr <sup>2+</sup>	1:1300
Mn <sup>2+</sup>	1:15
Cr <sup>2+</sup>	1:15
Pb <sup>2+</sup>	1:65
Bj <sup>3+</sup>	1:15
Hg <sup>2+</sup>	1:2
Sn <sup>2+</sup>	1:10
Na <sup>+</sup>	1:5000
K <sup>+</sup>	1:5000
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup>	1:600
S <sub>2</sub> O <sub>3</sub> <sup>2-</sup>	1:16

### 3.7. Geliştirilen yöntemin gerçek örneklere uygulaması

Geliştirilen spektrofotometrik yöntem standart nikel alaşımlarına ve bölgesel su örneklerine başarı ile uygulanmıştır.

Bu yöntem, nikel bazlı (nikel/bakır alaşımı, BCBF5693V-51870 ve alüminyum/nikel alaşımı,

72240) standart alaşım numunelerinde nikel (II) içeriğinin belirlenmesi için de uygulanmıştır. Her bir çözeltilerin uygun miktarları alınıp bölüm 2.2. deki "Genel Yöntem" kullanılarak nikel (II) tayini için uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar, Tablo 2'de verilmiştir.

Uygun miktarlarda alınan su örnekleri, bu yöntem ile geliştirilen spektrofotometrik nikel tayinine uygulanmıştır. Elde edilen sonuçlar atomik absorpsiyon spektrometrisi ile bulunan sonuçlar ile karşılaştırılmıştır (Tablo 3).

**Tablo 2.** Nikel esaslı alaşım örneklerinde nikelin spektrofotometrik tayini (n=5, %95 G.S.)

Örnek	Sertifika değeri, Ni (%)	Bulunan Ni (%) değeri, $\bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$	S.S., (s)	B.S.S. <sup>a</sup> , % $\frac{S}{\bar{X}} \times 100$
Ni/Cu alaşımı	66,58	66,26 ± 0,21	0,18	0,27
Ni/Al alaşımı	50,00	50,62 ± 0,62	0,54	1,07

**Tablo 3.** Su örneklerinde nikelin geliştirilen UV-görünür spektrofotometrik yöntem ve atomik absorpsiyon spektrometrisi (AAS) ile tayinin karşılaştırılması

Örnek	Geliştirilen UV-Gör. Spek. Yöntemi (n=5, %95 G.S.)	AAS yöntemi (n=5, %95 G.S.)
Nehir suyu	$\bar{X}$ ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) S.S., (s) B.S.S. <sup>a</sup> , % G.S.(p = 0.05) <sup>b</sup>	0,561 0,009 1,604 0,496 ± 0.013
Kuyu suyu	$\bar{X}$ ( $\mu\text{g mL}^{-1}$ ) S.S., (s) B.S.S. <sup>a</sup> , % G.S.(p = 0.05) <sup>b</sup>	0,922 0,005 0,523 0,922 ± 0,006

$$^a \text{B. S. S.} = \frac{S}{\bar{X}} \times 100$$

$$^b \%95 \text{ G.S.} = \bar{X} \pm \frac{ts}{\sqrt{n}}$$

### 4. Tartışma ve Sonuç

Yeni bir UV-Görünür spektrofotometrik nikel tayini yöntemi geliştirilmiştir. Nikel derişiminin 0,040-2,348  $\mu\text{g mL}^{-1}$  olduğu tayin aralığında yöntem Lambert-Beer yasasına uygunluk göstermiştir. Ni-THSA kompleksinin molar absorpsiyon katsayısı (M:L; 1:1)  $1,60 \times 10^4 \text{ L mol}^{-1} \text{ cm}^{-1}$  olarak hesaplanmıştır. Geliştirilen bu yeni yöntemin nispeten seçici ve hassas olduğu gözlenmiştir. Yöntemin seçiciliği için kullanılan yabancı iyon türlerinden büyük bir kısmının, geliştirilen yöntemle etki etmediği belirlenmiştir. Bu çalışmada, THSA ligandı ile yapılan tayinde, herhangi bir ön ayırma tekniği kullanılmamıştır. Yöntemin seçiciliği ve hassasiyetini arttırmak için herhangi bir yüzey aktif maddeye ihtiyaç duyulmamıştır. Geliştirilen yöntemin karşılaştırılması son birkaç yıldaki benzer çalışmalar dikkate alınarak Tablo 4'te verilmiştir. Sonuç olarak, önerilen yöntemin nikel tayini için basit, tekrarlanabilir, kolay ve hassas olduğu ortaya konmuştur. Ayrıca, geliştirilen bu yeni yöntem, nikelin

tayini için sertifikalı alışımlara ve su örneklerine başarıyla uygulanabilmiştir. Bu bakımdan literatürdeki çalışmalara alternatif olarak kolaylıkla kullanılabilir olması sağlanmıştır.

**Tablo 4.** Son bir kaç yılda literatürde bildirilen nikelin spektrofotometrik tayin yöntemlerinin bazı özelliklerinin karşılaştırılması

Reaktif	pH	$\epsilon$ (L mol <sup>-1</sup> cm <sup>-1</sup> )	Tayin aralıkları ( $\mu$ g mL <sup>-1</sup> )	Yöntemlerin dikkat çekici noktaları	Kaynak
5-metil-2-asetilfuran-4-metil-3-tiosemikarbazone (5-MAFMT)	9,5	1,87×10 <sup>4</sup>	0,060-0,600	1-Yüksek pH nedeniyle katyonların çökme riski var.	[8]
Nikotinohidroksamik asit (NHA)	9,0	1,37×10 <sup>4</sup>	0,430-8,560	1-Yüksek pH nedeniyle katyonların çökme riski var. 2-Hassasiyeti arttırmak için yüzey aktif madde kullanılmıştır.	[9]
N, N'-bis(4-metoksisalisiliden) etilendiamin	-	0,65×10 <sup>4</sup>	0,250-1,500	1-Yöntemin hassasiyeti düşüktür. 2-Kompleks ortamında çözücü olarak n-hekzan ve aseton karışımı kullanılmıştır.	[10]
N'-(2-hidroksibenzilidene)-3-(4-olilpiperazin-1-yl) propanehidrazide (HTP)	9,0	0,72×10 <sup>4</sup>	1,170-12,910	1-Yüksek pH nedeniyle katyonların çökme riski var. 2-Yöntemin hassasiyeti düşüktür.	[11]
4-hidroksi-3-thiolbenzoic asit (HTBA) ve difenilguanidinden (DPG)	4,2-5,8	3,35×10 <sup>4</sup>	0,100-12,000	1-Kompleks oluşumu için ikili ligand karışımı kullanmışlardır.	[12]
1-[[5-benzil-1,3-tiyazol-2-il]diazenil]naftalen-2-ol (BnTAN)	5,5	1,56×10 <sup>4</sup>	0,006-0,073	1-Ligand çözücüsü olarak etanol kullanılmıştır. 2-Yüzey aktif madde kullanılarak ekstraksiyon yapılmıştır.	[13]
2,3,4,6/-tetrahidroksi-3/-sülfoksiazobenzen (THSA)	5,5	1,60×10 <sup>4</sup>	0,040-2,348	1-Asidik bölgede analiz. 2-Ligand çözücüsü sudur. 3-Herhangi ekstraksiyon işlemi gerektirmez.	Yeni Yöntem

#### Kaynakça

- [1] Zerner, B., 1991. Recent advances in the chemistry of an old enzyme, ureas, *Bioorganic Chemistry*, 19, 116-131.
- [2] Merian, E., Anke, M., Stoppler, M. 2004. Elements and their compounds in the environment. WILEY VCH Weinheim, 116 s.
- [3] Kasprzak, K.S., Sunderman, F.W., Salnikow, K. 2003. Nickel carcinogenesis. *Mutation Research/Fundamental and Molecular Mechanisms of Mutagenesis*, 533 (1-2), 67-97.
- [4] Tunali, N.M., Özkar, S. 1997. Anorganik kimya, Gazi Üniversitesi Yayın No: 185, İkinci Baskı, Fen Edebiyat Fakültesi, Ankara, Türkiye, 250 s.,
- [5] Güray, T., Öğretir C., Gedikbey, T., Hüseyinli, A. A. 2011. Synthesis and spectrophotometric determination of acidity constants of 2,3,4,6/-tetrahydroxy-3/-sulfoazobenzene and their use in determination of aluminum. *Turkish Journal of Chemistry*, 35, 291-305.
- [6] Ramachandriah, C., Kumar J. R., Reddy, K. J., Narayana, S. L., Reddy A. V. 2008. Development of a highly sensitive extractive spectrophotometric method for the determination of nickel(II) from environmental matrices using N-ethyl-3-carbazolecarboxaldehyde-3-thiosemicarbazone. *Journal of Environmental Management*, 88(4),729-736.
- [7] Ghaedi M. 2007. Selective and sensitized spectrophotometric determination of trace amounts of Ni(II) ion using -benzyl dioxime in surfactant media. *Spectrochimica Acta Part A*, 66(2), 295-301.
- [8] Weldeabzgi, A., Reddy, D. N., Mekonnen, K. N. 2017. Spectrophotometric determination of nickel(II) in soil and standard alloy samples using 5-methyl-2-acetyl-furan-4-methyl-3-thiosemicarbazone (5-MAFMT). *Journal Communications in Soil Science and Plant Analysis*, 48(4), 439-448.
- [9] Muthuselvi, R. 2017. Determination of nickel (II) by spectrophotometry in micellar media. *Pharmaceutical Analytical Chemistry: Open Access*, 3(3), 1-4.
- [10] Tokay, F. 2017. Development of UV-Vis. spectrophotometric method for rapid nickel determination in original oil matrix. *Süleyman Demirel University Journal of Natural and Applied Sciences*, 21(2), 332-337.
- [11] Ravichandran, C., Benzil, D., Ramachandriah C., Chandrasekha K. B. 2015. Extraction and spectrophotometric determination of nickel in water, alloys and edible oil samples.

- International Journal of Bioassays, 4(11), 4468-4472.
- [12] Zalov, A. Z., Kuliev, K. A., Shiralieva, S.M., Askerova, Z. Q. 2018. Extraction spectrophotometric study on the complex formation in the nickel (II)- 4-hydroxy-3-thiolbenzoic acid - diphenylguanidine system, Indo American Journal Of Pharmaceutical Sciences, 5(12), 15681-15689.
- [13] Bazel, Y., Tupys, A., Ostapiuk, Y., Tymoshuk, O., Matyichuk, V. 2017. A green cloud-point microextraction method for spectrophotometric determination of Ni(II) ions with 1-[(5-benzyl-1,3-thiazol-2-yl)diazonyl]naphthalene-2-ol. Journal of Molecular Liquids, 242, 471-477.