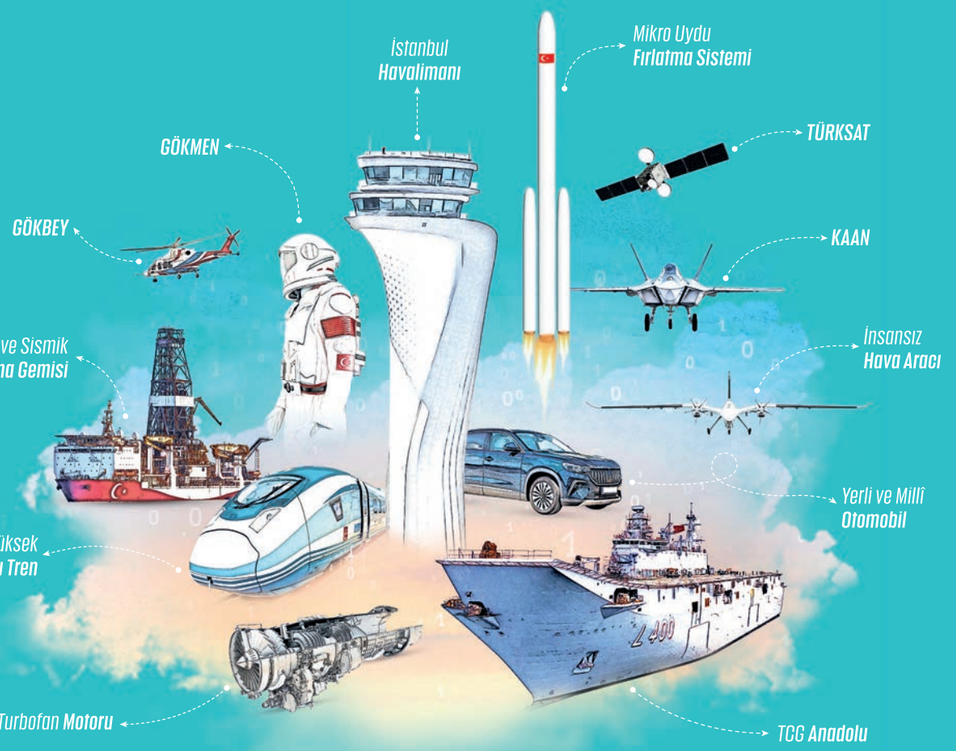
June 25, 2025 15:47:03
207980_Enstrumantal_Analiz-11_KAPAK.pdf

Bu kitaba sığmayan daha neler var!

eba
www.eba.gov.tr

Karekodu okut, bu kitapla ilgili EBA içeriklerine ulaş!

Teknoloji Yolculuğumuz



BU DERS KİTABI MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞINCA ÜCRETSİZ OLARAK VERİLMİŞTİR.
PARA İLE SATILAMAZ.

ISBN NO: 978-975-11-6631-9

Bandrol Uygulamasına İlişkin Usul ve Esaslar Hakkında Yönetmeliğin Beşinci Maddesinin İkinci Fıkrası Çerçevesinde Bandrol Taşıması Zorunlu Değildir.

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI ENSTRÜMANTAL ANALİZ 11 Ders Materyali

MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

ENSTRÜMANTAL ANALİZ

11

DERS MATERYALİ



MESLEKİ VE TEKNİK ANADOLU LİSESİ

KİMYA TEKNOLOJİSİ ALANI

ENSTRÜMANTAL ANALİZ

DERS MATERYALİ

YAZARLAR

Alper GÜLGEN

Burcu ULUDERE

Hilal KARAKOCALIOĞLU

Hüseyin İCİK

MİLLÎ EĞİTİM BAKANLIĞI YAYINLARI.....: 8633
YARDIMCI VE KAYNAK KİTAPLAR DİZİSİ.....: 2525

Her hakkı saklıdır ve Millî Eğitim Bakanlığına aittir. Ders materyalinin metin, soru şekilleri kısmen de olsa hiçbir surette alınıp yayımlanamaz.

HAZIRLAYANLAR

DİL UZMANI	Mehtap İŞYAR
PROGRAM GELİŞTİRME UZMANI	Erkan AKGÜN
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME UZMANI	Kezban Saliha PEHLİVAN
REHBERLİK UZMANI	Fatih DÜĞENCİ Serpil GÜLER
GÖRSEL TASARIM UZMANI	Mehmet KONUK
GRAFİK TASARIM UZMANI	Esra SARIARSLAN

ISBN: 978-975-11-6631-9

Millî Eğitim Bakanlığının 24.12.2020 gün ve 18433886 sayılı oluru ile Meslekî ve Teknik Eğitim Genel Müdürlüğünce ders materyali olarak hazırlanmıştır.

BASKI
Ayrıntı Basım Yayım ve Mat. Hiz. Sanayi Ticaret A.Ş.
Saray Mahallesi 126. Cadde No: 20
Kahramankazan/Ankara
Sertifika No: 49599



İSTİKLÂL MARŞI

Korkma, sönmez bu şafaklarda yüzen al sancak;
Sönmeden yurdumun üstünde tüten en son ocak.
O benim milletimin yıldızıdır, parlayacak;
O benimdir, o benim milletimindir ancak.

Çatma, kurban olayım, çehreni ey nazlı hilâl!
Kahraman ırkıma bir gül! Ne bu şiddet, bu celâl?
Sana olmaz dökülen kanlarımız sonra helâl.
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl.

Ben ezelden beridir hür yaşadım, hür yaşarım.
Hangi çılgın bana zincir vuracakmış? Şaşarım!
Kükremiş sel gibiyim, bendimi çiğner, aşarım.
Yırtarım dağları, enginlere sığmam, taşarım.

Garbın âfâkını sarmışsa çelik zırhlı duvar,
Benim iman dolu göğsüm gibi serhaddim var.
Ulusun, korkma! Nasıl böyle bir imanı boğar,
Medeniyyet dediğin tek dişi kalmış canavar?

Arkadaş, yurduma alçakları uğratma sakın;
Siper et gövdeni, dursun bu hayâsızca akın.
Doğacaktır sana va'dettiği günler Hakk'ın;
Kim bilir, belki yarın, belki yarından da yakın.

Bastığın yerleri toprak diyerek geçme, tanı:
Düşün altındaki binlerce kefensiz yatanı.
Sen şehit oğlusun, incitme, yazıktır, atanı:
Verme, dünyaları alsan da bu cennet vatanı.

Kim bu cennet vatanın uğruna olmaz ki feda?
Şüheda fışkıracak toprağı sıksan, şüheda!
Cânı, cânânı, bütün varımı alsın da Huda,
Etmesin tek vatanımdan beni dünyada cüda.

Ruhumun senden İlâhî, şudur ancak emeli:
Değmesin mabedimin göğsüne nâmahrem eli.
Bu ezanlar -ki şehadetleri dinin temeli-
Ebedî yurdumun üstünde benim inlemeli.

O zaman vecd ile bin secde eder -varsa- taşım,
Her cerîhamdan İlâhî, boşanıp kanlı yaşım,
Fışkırır ruh-ı mücerret gibi yerden na'şım;
O zaman yükselerek arşa değer belki başım.

Dalgalan sen de şafaklar gibi ey şanlı hilâl!
Olsun artık dökülen kanlarımın hepsi helâl.
Ebediyyen sana yok, ırkıma yok izmihlâl;
Hakkıdır hür yaşamış bayrağımın hürriyyet;
Hakkıdır Hakk'a tapan milletimin istiklâl!

Mehmet Âkif Ersoy

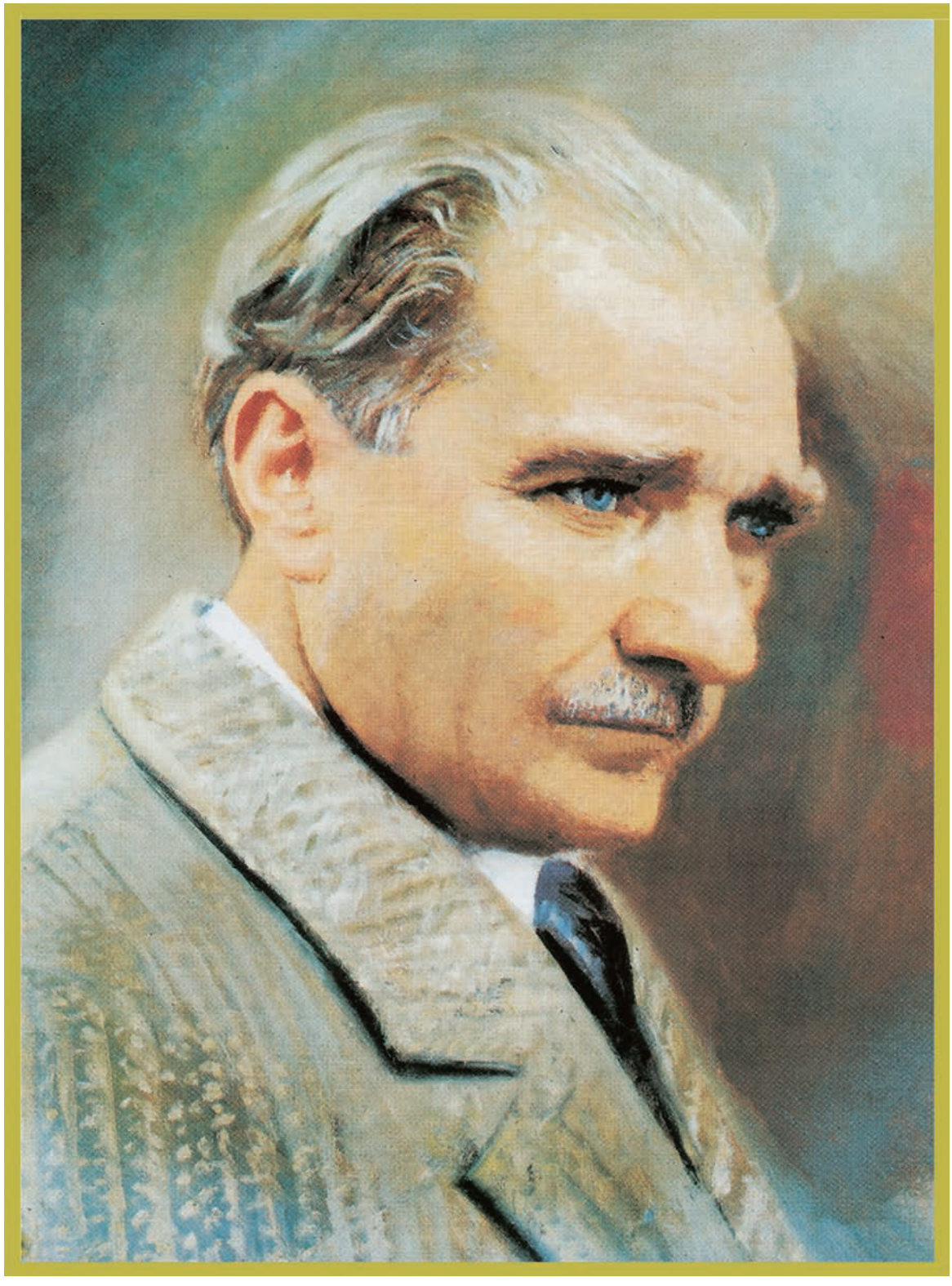
GENÇLİĞE HİTABE

Ey Türk gençliği! Birinci vazifen, Türk istiklâlini, Türk Cumhuriyetini, ilelebet muhafaza ve müdafaa etmektir.

Mevcudiyetinin ve istikbalinin yegâne temeli budur. Bu temel, senin en kıymetli hazinendir. İstikbalde dahi, seni bu hazineden mahrum etmek isteyecek dâhilî ve hâricî bedhahların olacaktır. Bir gün, istiklâl ve cumhuriyeti müdafaa mecburiyetine düşersen, vazifeye atılmak için, içinde bulunacağın vaziyetin imkân ve şeraitini düşünmeyeceksin! Bu imkân ve şerait, çok namüsait bir mahiyette tezahür edebilir. İstiklâl ve cumhuriyetine kastedecek düşmanlar, bütün dünyada emsali görülmemiş bir galibiyetin mümessili olabilirler. Cebren ve hile ile aziz vatanın bütün kaleleri zapt edilmiş, bütün tersanelerine girilmiş, bütün orduları dağıtılmış ve memleketin her köşesi bilfiil işgal edilmiş olabilir. Bütün bu şeraitten daha elîm ve daha vahim olmak üzere, memleketin dâhilinde iktidara sahip olanlar gaflet ve dalâlet ve hattâ hıyanet içinde bulunabilirler. Hattâ bu iktidar sahipleri şahsî menfaatlerini, müstevlîlerin siyasî emelleriyle tevhit edebilirler. Millet, fakr u zaruret içinde harap ve bîtap düşmüş olabilir.

Ey Türk istikbalinin evlâdı! İşte, bu ahval ve şerait içinde dahi vazifen, Türk istiklâl ve cumhuriyetini kurtarmaktır. Muhtaç olduğun kudret, damarlarındaki asil kanda mevcuttur.

Mustafa Kemal Atatürk



MUSTAFA KEMAL ATATÜRK

İÇİNDEKİLER

DERS MATERYALİNİN TANITIMI 14
GÜVENLİK İŞARETLERİ 17

1. ÖĞRENME BİRİMİ — ULTRAVİYOLE SPEKTROFOTOMETRESİ

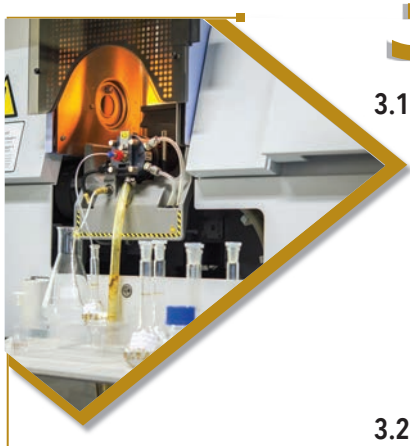


1.1. IŞIK 23
1.1.1. Elektromanyetik Işımanın Özellikleri 23
Dalga Parametreleri 23
Elektromanyetik Işımanın Enerjisi 25
Sürekli ve Çizgi (Kesikli) Spektrumlar 26
Monokromatik ve Polikromatik Işık 27
1.1.2. Işık Madde Etkileşimleri 27
Absorbsiyon 27
Emisyon 28
1.2. MOLEKÜLER ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ 31
1.2.1. Temel Kavramlar 31
Geçirgenlik 31
Absorbans 32
Beer Kanunu 33
1.2.2. Görünür-Ultraviole Spektrofotometresi 35
Spektrofotometre Cihazı İle Çalışırken Dikkat Edilmesi Gereken Hususlar 37
1.2.3. Kullanılan Çözeltiler 37
Stok Çözelti 37
Standart Çözeltiler 38
Numune Çözeltisi 38
Kör Çözelti 38
1.2.4. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizimi 39
1.3. SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI 43
1.3.1. Spektrofotometrik Yöntemle Demir Analizi 43
Analizin Yapılışı 43
Çözeltilerin Hazırlanması 44
1.3.2. Spektrofotometrik Yöntemle Fosfat Analizi 47
Analizin Yapılışı 47
Çözeltilerin Hazırlanması 47
1.3.3. Spektrofotometrik Yöntemle Sülfat Analizi 50
Analizin Yapılışı 50
Çözeltilerin Hazırlanması 50
1.3.4. Spektrofotometrik Yöntemle Nitrat Analizi 53
Analizin Yapılışı 53
Çözeltilerin Hazırlanması 53
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 56



2. ÖĞRENME BİRİMİ
KOLORİMETRE

2.1. KOLORİMETRİ 61
2.2. KOLORİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI 63
2.2.1. Kolorimetrik Yöntemle Demir(II) Analizi 63
Analizin Yapılışı 63
Çözeltilerin Hazırlanması 64
Kör Çözeltinin Hazırlanması 64
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 64
2.2.2. Kolorimetrik Yöntemle Amonyak Analizi 66
Analizin Yapılışı 66
Çözeltilerin Hazırlanması 66
Standart Çözeltilerin Hazırlanması 67
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 67
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 69



3. ÖĞRENME BİRİMİ
ALEV FOTOMETRESİ

3.1. ATOMİK SPEKTRUMLAR 73
3.1.1. Alevli Emisyon Spektroskopisi 73
3.1.2. Kullanılan Çözeltiler 76
Stok Çözelti 76
Standart Çözeltiler 76
Numune Çözeltisi 77
Radyasyon Tamponu 77
3.1.3. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizimi 77
3.2. ALEVLİ EMİSYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI 81
3.2.1. Alevli Emisyon Spektrometresinde Sodyum Analizi 81
Analizin Yapılışı 81
Çözeltilerin Hazırlanması 82
Standart NaCl Çözeltilerinin Hazırlanması 82
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 82
3.2.2. Alevli Emisyon Spektrometresinde Potasyum Analizi 84
Analizin Yapılışı 84
Çözeltilerin Hazırlanması 84
Standart KCl Çözeltilerinin Hazırlanması 84
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 85
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 86



4. ÖĞRENME BİRİMİ
ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRESİ

4.1. ATOMİK ABSORBSİYON 91
4.1.1. Atomik Absorbsiyona Dayalı Nicel Analiz 92
4.1.2. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometre (AAS) Cihazı 92
Işık Kaynakları 93
Sisleştirici ve Atomlaştırıcı 94
Dalga Boyu Seçici 94
Dedektör 94
4.1.3. Kullanılan Çözeltiler 95
4.1.4. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizilmesi 95
4.2. ALEVLİ ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI 99
4.2.1. Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Çinko Analizi 99
Analizin Yapılışı 99
Çözeltilerin Hazırlanması 99
Standart Çözeltilerin Hazırlanması 100
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 100
4.2.2. Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Kurşun Analizi 102
Analizin Yapılışı 102
Çözeltilerin Hazırlanması 102
Standart Çözeltilerin Hazırlanması 102
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 103
4.2.3. Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Bakır Analizi 104
Analizin Yapılışı 104
Çözeltilerin Hazırlanması 104
Standart Çözeltilerin Hazırlanması 104
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 104
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 106



5. ÖĞRENME BİRİMİ
REFRAKTOMETRE

5.1. IŞIĞIN KIRILMASI 111
5.1.1. Kırılma İndisi 112
5.1.2. Yansıma ve Kırılma Yasası 114
5.1.3. İçten Tam Yansıma 116
5.1.4. Kırma İndisini Etkileyen Faktörler 119
5.2. REFRAKTOMETRE 121
5.2.1. Refraktometrenin Kısımları 122
5.2.2. Refraktometre ile Ölçüm Yapılması 123
5.3. REFRAKTOMETRİ UYGULAMALARI 125
5.3.1. Zeytinyağında Kırma İndisi Analizi 125
5.3.2. Meyve Sularında Kuru Madde Analizi 126
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 128



6. ÖĞRENME BİRİMİ

POLARİMETRE

6.1. POLARİZE IŞIK VE OPTİKÇE AKTİFLİK 133
6.1.1. Işığın Polarize Edilmesi 134
6.1.2. Optikçe Aktiflik 135
Kirallık 135
6.2. POLARİMETRİK ANALİZLER 139
6.2.1. Polarimetrik Analizlerin Temelleri 139
6.2.2. Polarimetre Cihazı 140
6.3. POLARİMETRİ UYGULAMALARI 143
6.3.1. Sakkarozun İnversiyon Hızı Tayini 143
6.3.2. Unda Nişasta Analizi 146
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 148



7. ÖĞRENME BİRİMİ

POTANSİYOMETRE

7.1. POTANSİYOMETRİ 153
7.1.1. Yarı Hücre Potansiyelleri 153
7.1.2. Hücre Potansiyeline Derişimin Etkisi 154
7.1.3. Potansiyometrinin Genel Prensipleri 157
7.1.4. Referans Elektrotlar 158
Kalomel Elektrot 158
Gümüş/Gümüş Klorür Elektrot 159
7.1.5. İndikatör Elektrotlar 159
Metal Elektrotlar (Birinci Sınıf Elektrotlar) 159
Metal-Metal Tuzu Elektrotlar (İkinci Sınıf Elektrotlar) 161
İnert Elektrotlar 161
Cam Elektrot 161
7.1.6. Potansiyometrik Yöntemle pH Ölçümü 162
7.1.7. pH Ölçümünde Hata Kaynakları 163
7.1.8. pH Metrenin Bakımı ve Temizlenmesi 163
7.2. POTANSİYOMETRİK YÖNTEMLE pH ÖLÇÜMÜNÜN UYGULAMALARI ... 165
7.2.1. Doğrudan Potansiyometrik Yöntemle pH Tayini 165
7.2.2. Potansiyometrik Titrasyonla Sirkede Asit Miktarı Analizi 167
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 169



8. ÖĞRENME BİRİMİ
KONDÜKTOMETRE

8.1. KONDÜKTOMETRİ 175
8.1.1. Çözeltilerin İletkenliği 175
8.1.2. Kondüktometre Cihazı 177
8.2. KONDÜKTOMETRİ UYGULAMALARI 179
8.2.1. Sularda İletkenlik Tayini 180
8.2.2. Toprakta İletkenlik Tayini 182
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 184



9. ÖĞRENME BİRİMİ
KROMATOGRAFİK ANALİZLER

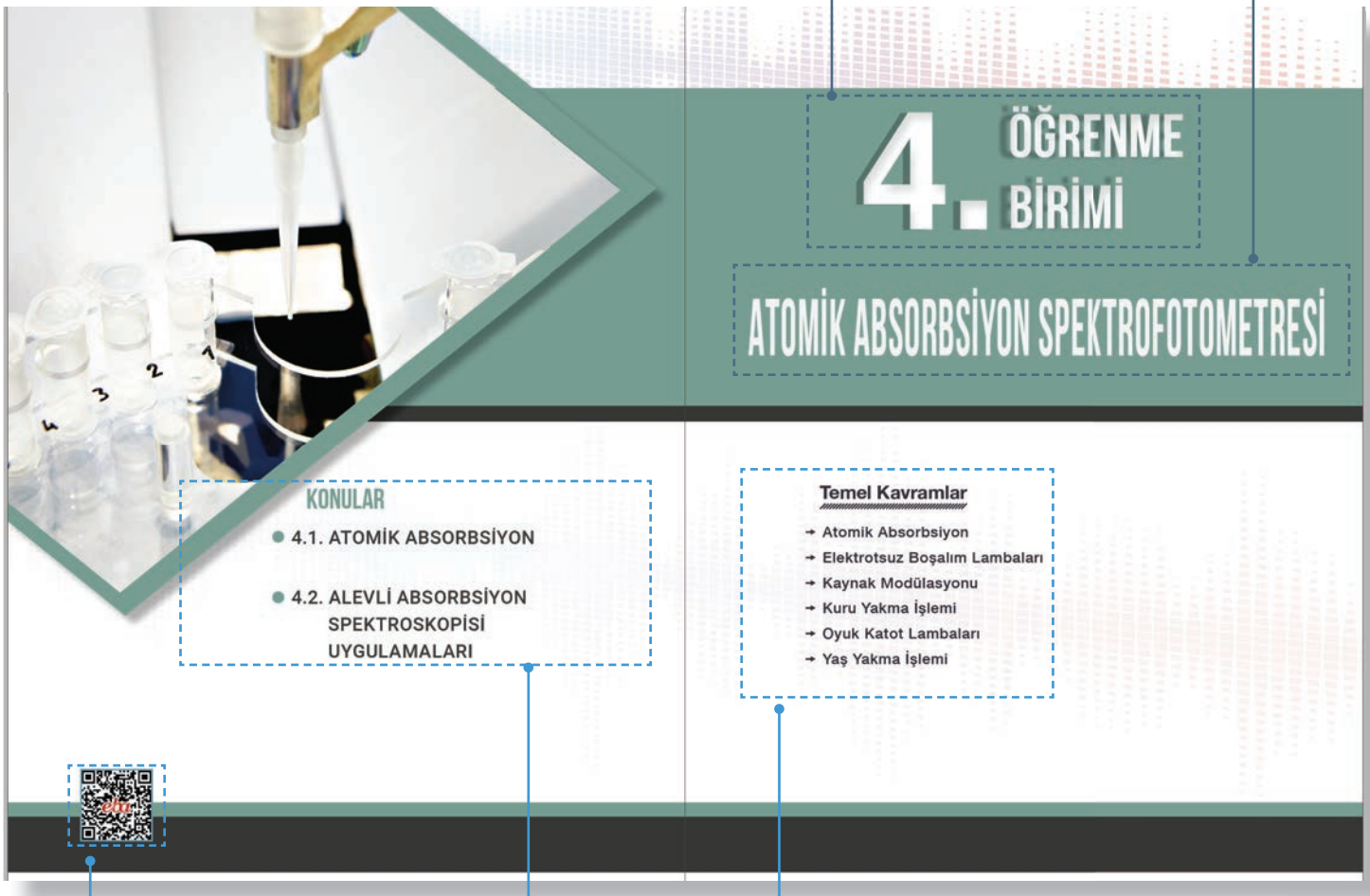
9.1. KROMATOGRAFİ 189
9.1.1. Kromatografi Yöntemlerinin Sınıflandırılması 189
Hareketli Fazın Fiziksel Hâline Göre Sınıflandırma 189
Durgun Fazla Numunenin Etkileşimine Göre Sınıflandırma 190
9.1.2. Kromatografi ile İlgili Terimler 191
Dağılma Oranları 191
Tutulma Süresi ve Ortalama Göç Hızı 191
Alıkonma Faktörü (Kapasite Faktörü) 191
Seçicilik Katsayısı 192
Kromatogramlar 192
9.2. KROMATOGRAFİ UYGULAMALARI 195
9.2.1. Kâğıt Kromatografisi 195
9.2.2. İnce Tabaka Kromatografisi (İTK) 197
9.2.3. Kolon Kromatografisi 199
9.2.4. İyon Değiştirme Kromatografisi 201
Gübrelerde Şelatlaştırıcı Kullanımı ve Analizi 201
Çözeltilerin Hazırlanması 202
Standart Çözeltilerin Hazırlanması 202
Numune Çözeltisinin Hazırlanması 202
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME 204

KAYNAKÇA 206
CEVAP ANAHTARI 207

DERS MATERYALİNİN TANITIMI

Öğrenme biriminin numarasını gösterir.

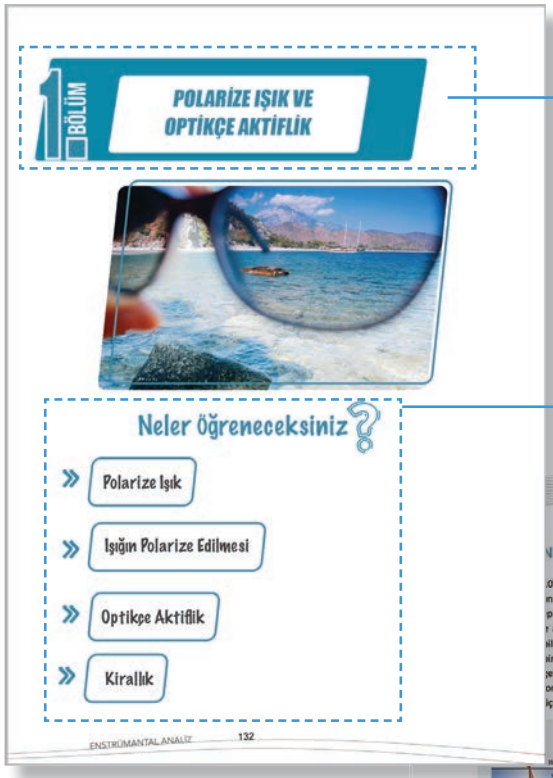
Öğrenme biriminin adını gösterir.



Etkileşimli kitap, video, ses, animasyon, uygulama, oyun, soru vb. ilave kaynaklara ulaşabileceğiniz karekodu gösterir.

Öğrenme birimi ile ilgili bazı önemli kavramları içeren bölümdür.

Öğrenme biriminde yer alan konuların başlıklarını ve sırasını gösterir.

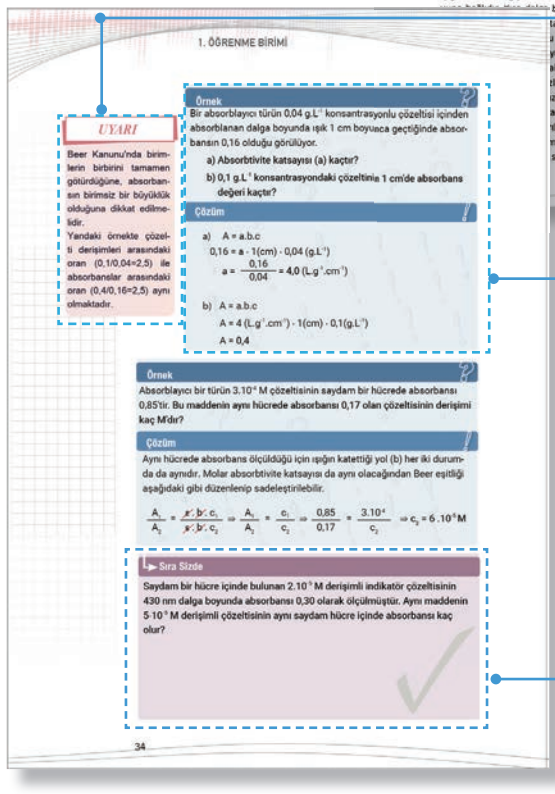


Öğrenme biriminin ayrıldığı bölümlerin adını ve numarasını gösterir.

Öğrenme birimine ait her bir bölümde öğrenilecek kavramları gösterir.



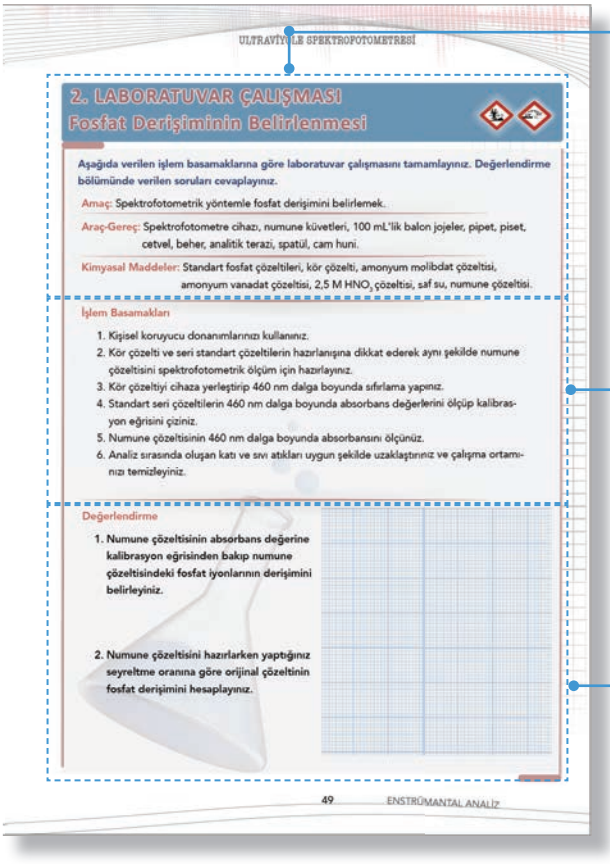
Konu ile ilgili dikkat çekici bilgilerin yer aldığı bölümdür.



Konu ile ilgili dikkat çekilmesi gereken önemli noktaları gösteren bölümdür.

Öğrenme biriminde kullanılacak analiz hesaplamalarının daha iyi kavranabilmesi için örnek soruların ve çözümlerinin yer aldığı bölümdür.

Öğrencilerin analizle ilgili hesaplama yollarını pekiştirmesi amacıyla tasarlanan bölümdür.



ULTRAVİYOLE SPEKTROFOTOMETRESİ

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Fosfat Derişiminin Belirlenmesi

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntemle fosfat derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, beher, analitik terazi, spatül, cam huni.

Kimyasal Maddeler: Standart fosfat çözeltileri, kör çözelti, amonyum molibdat çözeltisi, amonyum vanadat çözeltisi, 2,5 M HNO_3 çözeltisi, saf su, numune çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti ve seri standart çözeltilerin hazırlanışına dikkat ederek aynı şekilde numune çözeltisini spektrofotometrik ölçüm için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 460 nm dalga boyunda sıfırlama yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 460 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 460 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamını temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Numune çözeltisinin absorbans değerine kalibrasyon eğrisinden bakıp numune çözeltisindeki fosfat iyonlarının derişimini belirleyiniz.

2. Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin fosfat derişimini hesaplayınız.

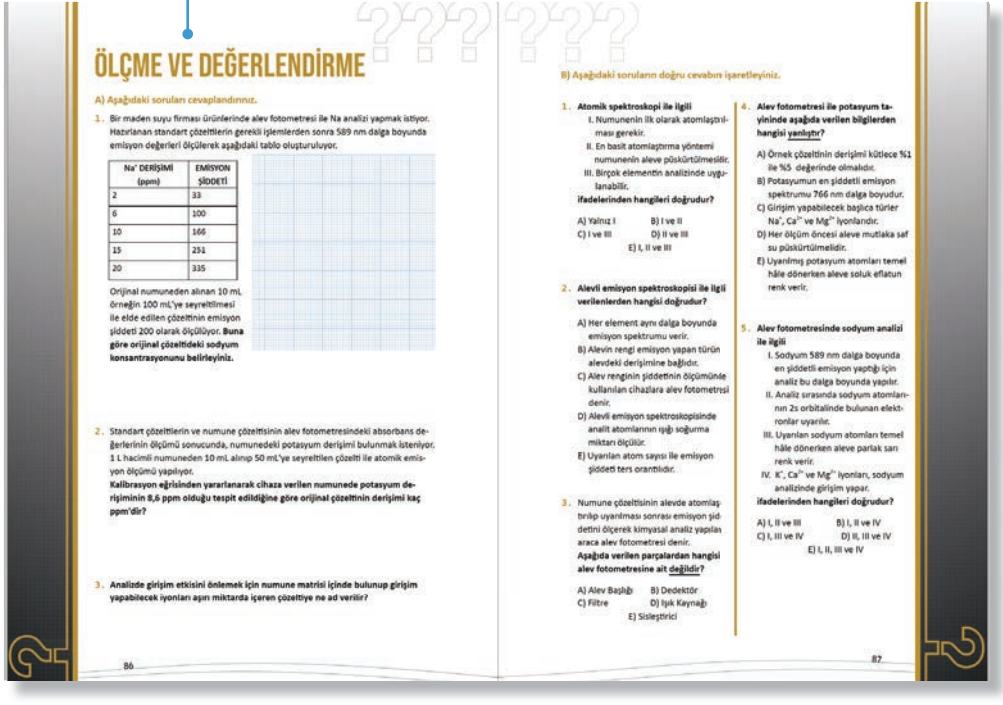
49 ENSTRÜMANTAL ANALİZ

Yapılacak laboratuvar çalışmasının amacını ve gerekli malzemeleri gösterir.

Laboratuvar çalışmaları yapılırken izlenmesi gereken işlem basamaklarını gösterir.

Laboratuvar çalışmalarının değerlendirildiği bölümdür.

Öğrenme birimi ile ilgili farklı tarzda soruları içeren bölümdür.



ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Bir maden suyu firması ürünlerinde alev fotometresi ile Na analizi yapmak istiyor. Hazırlanan standart çözeltilerin gerekli işlemlerden sonra 589 nm dalga boyunda emisyon değerleri ölçülerek aşağıdaki tablo oluşturuluyor.

Na^+ DERİŞİMİ (ppm)	EMİSYON ŞİDDETİ
2	33
6	100
10	166
15	251
20	335

Orijinal numuneden alınan 10 mL örneğin 100 mL'ye seyreltilmesi ile elde edilen çözeltinin emisyon şiddeti 200 olarak ölçülüyor. **Buna göre orijinal çözeltideki sodyum konsantrasyonunu belirleyiniz.**

2. Standart çözeltilerin ve numune çözeltisinin alev fotometresindeki absorbans değerlerinin ölçümü sonucunda, numunedeki potasyum derişimi bulunmak isteniyor. 1 L hacimli numuneden 10 mL alınıp 50 mL'ye seyreltilen çözelti ile atomik emisyon ölçümü yapılıyor.
Kalibrasyon eğrisinden yararlanarak cihaza verilen numunede potasyum derişiminin 8,6 ppm olduğu tespit edildiğine göre orijinal çözeltinin derişimi kaç ppm'dir?

3. **Analizde girişim etkisini önlemek için numune matrisi içinde bulunup girişim yapabilecek iyonları aşırı miktarda içeren çözeltiye ne ad verilir?**

86

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Atomik spektroskopi ile ilgili**
I. Numunenin ilk olarak atomlaştırılması gerekir.
II. En basit atomlaştırma yöntemi numunenin aleve püskürtülmesidir.
III. Birçok elementin analizinde uygulanabilir.
ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. **Alevli emisyon spektroskopisi ile ilgili verilenlerden hangisi doğrudur?**

A) Her element aynı dalga boyunda emisyon spektrumu verir.
B) Alevin rengi emisyon yapan türün alevdeki derişimine bağlıdır.
C) Alev renginin şiddetinin ölçümünde kullanılan cihazlara alev fotometresi denir.
D) Alevli emisyon spektroskopisinde analit atomlarının ışığı soğurma miktarı ölçülür.
E) Uyarılan atom sayısı ile emisyon şiddeti ters orantılıdır.

3. Numune çözeltisinin alevde atomlaştırılıp uyarılması sonrası emisyon şiddetini ölçerek kimyasal analiz yapılan araca alev fotometresi denir.
Aşağıda verilen parçalardan hangisi alev fotometresine ait değildir?

A) Alev Başlığı B) Dedektör
C) Filtre D) Işık Kaynağı
E) Sisleştirici

4. **Alev fotometresi ile potasyum tayininde aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Örnek çözeltinin derişimi kütlece %1 ile %5 değerinde olmalıdır.
B) Potasyumun en şiddetli emisyon spektrumu 766 nm dalga boyudur.
C) Girişim yapabilecek başlıca türler Na^+, Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarıdır.
D) Her ölçüm öncesi aleve mutlaka saf su püskürtülmelidir.
E) Uyarılmış potasyum atomları temel hâle dönerken aleve soluk eflatun renk verir.

5. **Alev fotometresinde sodyum analizi ile ilgili**
I. Sodyum 589 nm dalga boyunda en şiddetli emisyon yaptığı için analiz bu dalga boyunda yapılır.
II. Analiz sırasında sodyum atomlarının 2s orbitalinde bulunan elektronlar uyarılır.
III. Uyarılan sodyum atomları temel hâle dönerken aleve parlak sarı renk verir.
IV. K^+, Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları, sodyum analizinde girişim yapar.
ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) I, II ve III B) I, II ve IV
C) I, III ve IV D) II, III ve IV
E) I, II, III ve IV

87

GÜVENLİK İŞARETLERİ

	**Gözlük Kullan** Gözlüksüz çalışmanın tehlikeli olacağını gösteren işarettir.		**Isı Güvenliği** İşlemler esnasında çok sıcak bir malzemenin kullanılacağını, bu nedenle eldiven giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Koruyucu Giysi** İşlem sırasında kıyafetlere zarar verebilecek maddelerin kullanılacağını, koruma amaçlı önlük ya da tulum giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.		**Duman Güvenliği** Kimyasal tepkimeler sonucu zararlı gazlar oluşabileceğini, bu nedenle koruyucu maske kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Elektrik Güvenliği** İşlem esnasında şehir elektriğinin kullanılacağını, tedbirlerin alınıp iletken uçlara dokunulmaması gerektiğini gösteren işarettir.		**Kesici/Delici Cisim Güvenliği** İşlemler esnasında kesici ve delici araçların kullanılacağını, malzemeler kullanılırken dikkatli olunması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Yangın Güvenliği** İşlem esnasında yangın çıkarabilecek malzemelerin kullanılacağını, tedbirlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.		**Kırılabilir Cam Güvenliği** İşlemlerde, kırılabilecek malzemelerin kullanılacağını, cam malzemelerin ani sıcaklık değişiminden ve yüksek ısıdan uzak tutulması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Sıcak Cisim Güvenliği** İşlemlerde ısıtıcı ya da sıcak bir malzemenin kullanılacağını, el, ayak ve diğer organların yanmaması için gerekli önlemlerin alınması gerektiğini gösteren işarettir.		**Göz Güvenliği** Yüzün ve gözün çalışma ortamındaki buhar, toz, şiddetli ışık, yüksek sıcaklık vb. etkenlerden dolayı zarar görebileceğini gösteren işarettir.
	**(Toksik) Zehirli** İşlemler sırasında kullanılacak maddelerin ağız, deri ve solunum yoluyla zehirlenmelere yol açabileğini, kanserojen etkisi olduğunu, vücut ile temas ettirilmemesi gerektiğini gösteren işarettir.		**Sağlık Etkisi** İşlemler esnasında kullanılan maddelerin solunum zorluğuna, alerji ve astım belirtilerine yol açabileceğini, yetersiz havalandırma şartlarında uygun solunum cihazının takılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Patlayıcı** İşlemler esnasında kullanılacak maddelerin kıvılcım, ısı, alev, vurma, çarpma ve sürtünmeye maruz kaldığında patlayabileceğini gösteren işarettir.		**Korozif** İşlemler sırasında korozif (aşındırıcı) maddelerin kullanılacağını, çalışma anında gözleri, deriyi ve solunum yollarını koruyan donanımların kullanılması gerektiğini gösteren işarettir.
	**Ekotoksik** İşlemler esnasında doğaya ve canlılara zarar veren maddelerin kullanılacağını, çalışma bitiminde bu malzemelerin kontrollü bir şekilde imha edilmesi gerektiğini gösteren işarettir.		**Tahriş Edici, Rahatsız Edici** İşlemler esnasında deriye, göze ve solunum yollarına hasar verebilecek maddelerin kullanılacağını, koruyucu giysilerin giyilmesi gerektiğini gösteren işarettir.
	**Yanıcı, Parlayıcı** İşlemlerde yanıcı ve parlayıcı malzemelerin kullanılacağını, bu nedenle tutuşturucu özelliği olan maddelerden uzak tutulmaları gerektiğini gösteren işarettir.		**Oksitleyici** İşlemlerde, havasız ortamlarda bile alevlenmeye sebep olabilecek maddelerin kullanılacağını, bu malzemelerin sadece orijinal kutularında muhafaza edilmelerinin gerektiğini gösteren işarettir.
	**Basınç Altında Gaz İçerir** Basınç altında gaz içerir, ısıtıldığında patlayabilir. Güneş ışığında bırakılmamalı, iyi havalandırılan ortamlarda saklanmalıdır.		**Radyoaktif** Kanserojen etki yapabilen radyoaktif malzemelerin kullanılacağını, bu işaretin bulunduğu maddelerden ve ortamlardan uzak durulması gerektiğini gösteren işarettir.



KONULAR

- 1.1. IŞIK
- 1.2. MOLEKÜLER ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ
- 1.3. SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

1. ÖĞRENME BİRİMİ

ULTRAVİYOLE SPEKTROFOTOMETRESİ

Temel Kavramlar

- Absorbans
- Absorbsiyon
- Dalga Boyu
- Elektromanyetik Dalga
- Emisyon
- Frekans
- Geçirgenlik
- Genlik
- Işık
- Işık Hızı
- Kalibrasyon Grafiği
- Kör Çözelti
- Lüminesans
- Periyot
- Spektrum



Elektromanyetik dalgaların (ışık, kızılötesi, morötesi, mikrodalga), dalga boylarına ayrılması sonucu elde edilen spektrumlarla uğraşan bilim dalına **spektroskopi** denir. Maddelerin moleküler ve elektronik yapıları dolayısıyla ışıkla etkileşimine dayanan analizlere **spektral analizler** adı verilir. Günümüzde birçok maddenin farklı spektroskopik tekniklerle analizleri yapılabilmektedir.

Maddeler; görünür, kızılötesi, morötesi ışıkla etkileşimlerine veya uyarılmış hâllerinin yaptığı ışımaların cinsine göre nitel, etkileşmenin şiddetine göre de nicel olarak analiz edilebilir. Örneğin yıldızların yapısında bulunan elementlerin cinsleri ve bu elementlerin bollukları, yıldızlardan bize ulaşan ışığın spektral analizi ile tespit edilmiştir.

Işığın bir yüzeyden yansıması, havadan daha yoğun bir ortama girdiği zaman kırılması çok eski zamanlardan beri insanların dikkatini çekmiştir. Archimedes (Arşimet), güneş ışığını bir noktaya toplayarak çok yüksek sıcaklıklara ulaşılabileceğini tespit etmiştir. Roma, Sicilya'yı kuşattığında bu keşiften faydalanmış ve gemilerin yelkenlerini aynalar yardımıyla yakarak imha etmiştir.



Görsel 1.1: Joseph von Fraunhofer adına Almanya'da basılan posta pulu

İbn-el Heysem, ışığın düzgün bir yüzeyden yansımasını bir yüzeye doğru hızla çarptırılan çelik bilyelerin hareketlerini kullanarak açıklamıştır. Christiaan Huygens (Kristiyan Haygenz) ışığın dalgalar hâlinde yayıldığını öne sürmüş, Thomas Young (Tamıs Yang) bunu deneysel olarak ispatlamıştır. Isaac Newton (Ayzek Nivtın), güneş ışığının prizmadan geçirilmesiyle elde edilen renklerin, beyaz ışığın bileşenleri olduğunu ifade etmiştir. Renklerine ayrılan ışığın ikinci bir prizmadan geçirildiği zaman tekrar beyaz ışık oluşturmak üzere birleşeceğini göstermiştir. Newton'ın bu çalışması spektroskopinin temeli sayılabilir.

William Herschel (Vilyım Herşel), ışığı prizmayla ayırdıktan sonra her bir rengin sıcaklığa etkisini termometre yardımıyla ölçmüş, bu deneyiyle görünür ışık spektrumunda kırmızıdan mora doğru gidildikçe enerjinin arttığını tespit etmiştir. Herschel kırmızının hemen dışındaki bölgede de -görünür ışık olmasa da- termometrede sıcaklığın yükseldiğini gözlemlemiştir. Bu gözlem insan gözünün göremediği bir ışımanın da var olduğunu kanıtlamıştır. Joseph von Fraunhofer (Yozef fon Fraunhofır), güneş ışığının spektrumunu incelediğinde kırmızıdan mora olan kesiksiz geçişte bazı siyah (karanlık) çizgiler olduğunu tespit etmiştir (Görsel 1.1). Gustav Kirchoff (Gustav Kirşof) ve Robert Bunsen (Robert Bunzın) ısıtılan elementlerin yaydığı ışınlarda Fraunhofer'ın tespit ettiği çizgileri gözlemlemişler ve Fraunhofer çizgilerinin güneş atmosferinde bulunan elementlerden kaynaklandığı sonucuna varmışlardır. Çalışmalarıyla elementlerin karakteristik çizgilerini Güneş spektrumundaki çizgilerle karşılaştırdılar ve Güneş'in atmosferinde bulunan elementlerin bu sayede tespit edilebileceğini göstermiş oldular.

1868 yılında Norman Lockyer (Normın Lokiır) Güneş spektrumunda dünyada bilinmeyen bir elemente ait çizgiler tespit ederek Güneş elementini (helyum) dünyada bulunmadan çok önce keşfetmiştir. Helyum bu keşiften 27 yıl sonra dünyada uranyum mineralinde bulunmuştur. 1885 yılında Johan Balmer (Yohan Balmar) hidrojen elementinin görünür bölgedeki spektral çizgilerini açıklayan deneysel bir bağıntı türetmiştir. Elektron ve atomun çekirdekli yapısı keşfedildikten sonra Niels Bohr (Nils Bohr) 1912 yılında **Balmer serisi** adı verilen bu çizgileri açıklayan bir model geliştirmiştir. Atomun kuantum kuramının geliştirilmesi ile her elementin ürettiği spektral çizgiler açıklanabilir hâle gelmiştir.

1 BÖLÜM

IŞIK



Neler Öğreneceksiniz?

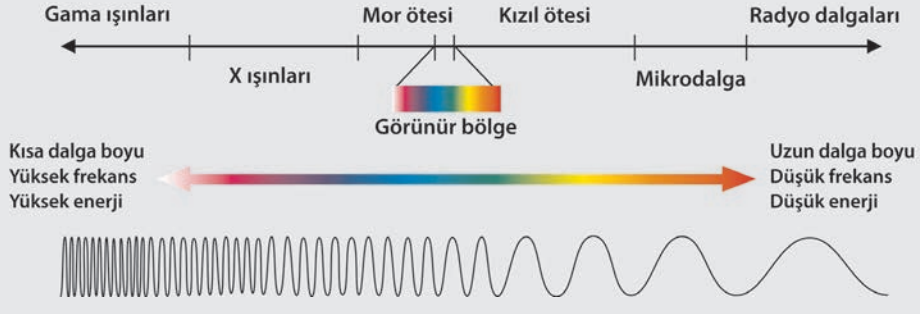
- Elektromanyetik Işımanın Özellikleri
- Dalga Parametreleri
- Işık Madde Etkileşimleri
- Sürekli ve Kesikli Spektrumlar

1.1. IŞIK

Işık enerji aktarma yollarından biridir. Evrenle ilgili bilgilerin çoğu maddelerden, yıldızlardan, uzak galaksilerden gelen ışığın incelenmesi ile elde edilir. Işıktan elde edilen bilgilerin doğru şekilde yorumlanabilmesi için ışığın yapısının ve madde ile etkileşimlerinin bilinmesi gerekir.

1.1.1. Elektromanyetik Işımanın Özellikleri

James Clerk Maxwell (Ceyms Klerk Maksvel), ışığın elektromanyetik dalga olduğunu kanıtlamıştır. Elektromanyetik dalgalar elektrik ve manyetik alanda titreşen dalgalardır. Radyo dalgaları, kızılötesi dalgalar, morötesi dalgalar, X ışınları elektromanyetik dalgalara örnektir. Elektromanyetik dalgaların enerjilerine göre yapılan sınıflandırmaya **elektromanyetik spektrum** denir. Görünür bölge, elektromanyetik dalgaların küçük bir kısmını oluşturur (Görsel 1.2).



Görsel 1.2: Elektromanyetik spektrum

Tüm elektromanyetik dalgalar ışık hızında yayılır. Işık hızı "c" ile gösterilir ve yaklaşık 3.10^8 m.s^{-1} dir. Bir dalganın taşıdığı enerji dalga parametreleri kullanılarak hesaplanır.

Dalga Parametreleri

Dalga boyu (λ): Birbirini takip eden iki dalganın özdeş iki noktası arasındaki mesafedir. Elektromanyetik dalgaların dalga boyları 10^3 m seviyesi (radyo dalgaları) ile 10^{-12} m seviyesi (gama (γ) ışınları) arasındadır. Temel uzunluk birimi metre olmasına rağmen elektromanyetik dalgaların dalga boyları çok küçük olduğu için metrenin askatları kullanılır.

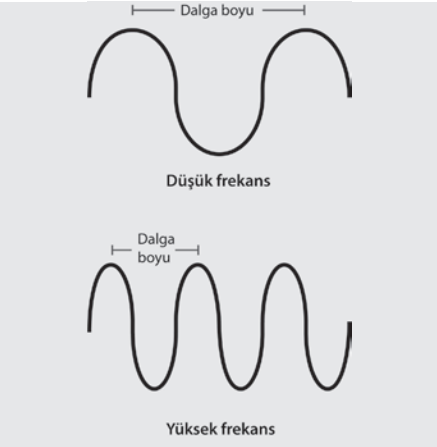
Görünür ışık yaklaşık 380 nm ile 800 nm arası elektromanyetik dalgalardan oluşur. Işığın rengi bu farklı dalga boylarının farklı algılanmasından kaynaklanır. 400 nm dalga boyundaki ışıma **mor**, 560 nm dalga boyundaki ışıma **sarı**, 750 nm dalga boyundaki ışıma **kırmızı** renkte görülür.

1 mm (milimetre) = 10^{-3} m

1 µm (mikrometre) = 10^{-6} m

1 nm (nanometre) = 10^{-9} m

1 A° (Angström) = 10^{-10} m



Görsel 1.3: Dalga boyu-frekans ilişkisi

Frekans (ν): Bir noktadan 1 saniyede geçen dalga sayısıdır. Birimi Hertz (Hz) dir. 1 Hertz 1 s^{-1} e (1/s) eşittir. Tüm elektromanyetik dalgalar ışık hızıyla hareket ettikleri için dalga boyu ile frekans arasında

$$c = \lambda \cdot \nu$$

bağıntısı vardır.

c sabit olduğu için dalga boyu ile frekans ters orantılıdır (Görsel 1.3). Diğer bir deyişle dalga boyu büyük olan ışımanın frekansı, dolayısıyla enerjisi küçüktür. Bu durumda dalganın frekansı ile dalga boyu arasında

$$\nu = \frac{c}{\lambda}$$

eşitliği yazılabilir.

Örnek

Dalga boyu 600 nm olan turuncu ışığın frekansı kaç Hz'dir? ($c=3.10^8$ $m.s^{-1}$)

Çözüm

Işık hızı 3.10^8 $m.s^{-1}$ dir. Dalga boyunun da birimini metreye dönüştürmek gerekir.

$1nm = 10^{-9}$ m

$600\ nm = 600 \cdot 10^{-9}\ m = 6 \cdot 10^{-7}$ m olur.

Dalga boyu ile frekans arasında $\nu = \frac{c}{\lambda}$ eşitliği olduğundan

$$\nu = \frac{c}{\lambda} = \frac{3.10^8\ m.s^{-1}}{6.10^{-7}\ m} = \mathbf{5.10^{14}\ s^{-1}\ (Hz)}$$ bulunur.

Sıra Sizde

1. **Frekansı 4.10^{11} Hz olan elektromanyetik dalganın dalga boyu kaç nm'dir?** ($c=3.10^8$ $m.s^{-1}$)

2. **Dalga boyu 2.10^{-7} m olan morötesi ışımanın frekansı kaç Hz'dir?** ($c=3.10^8$ $m.s^{-1}$)

Genlik (A): Yayılan bir dalganın tepe noktasının dalganın yayılma düzleminden yüksekliği o dalganın genliği olarak tanımlanır. Elektromanyetik ışımanın şiddeti dalganın genliğine bağlıdır. Örneğin 580 nm dalga boyunda sarı ışığın genliği arttıkça parlaklığı artar (Görsel 1.4).



Görsel 1.4: Aynı dalga boyunda farklı genliğe sahip ışıkların parlaklıklarının kıyaslanması

Periyot (T): Bir noktadan ardışık iki dalganın geçmesi için gereken süredir. Birimi saniyedir. Periyot, frekansın tersine eşittir.

$$T = \frac{1}{\nu}$$

Elektromanyetik Işımanın Enerjisi

Max Planck (Meks Plank) ve Albert Einstein'ın (Albırt Aynştayn) çalışmaları elektromanyetik ışımaların enerjilerini **foton** adı verilen taneciklerle taşıdığını gösterdi (Görsel 1.5). Planck, fotonun enerjisinin dalganın frekansı ile doğru orantılı olduğunu buldu.



Görsel 1.5: Planck ve Einstein adına basılan posta pulları

$$E = h \cdot \nu$$

Bu bağıntıda "E" fotonun enerjisi, "h" ise Planck sabiti olarak adlandırılan orantı sabitidir. Değeri $6{,}626.10^{-34}$ J.s'dir.

Frekans, ışık hızının dalga boyuna bölümü olduğundan enerji ile dalga boyu arasında

$$E = h \frac{c}{\lambda}$$

ilişkisi vardır.

Örnek

Frekansı $5 \cdot 10^{14}$ Hz olan elektromanyetik ışımanın foton enerjisi kaç J'dür? ($h=6{,}626.10^{-34}$ J.s)

Çözüm

$E = h \cdot \nu$ bağıntısında Planck sabiti ve frekans değerleri yerlerine konulduğunda

$E = 6{,}626 \cdot 10^{-34} \cdot 5 \cdot 10^{14} =$ **$3{,}313 \cdot 10^{-19}$ J** bulunur.

Örnek

Dalga boyu 150 nm olan morötesi ışımanın foton enerjisi kaç J'dür?
($h=6{,}626.10^{-34}$ J.s, $c=3.10^{8}$ m.s^{-1})

Çözüm

Dalga boyunun birimi nm, ışık hızının birimi m.s^{-1} olduğu için önce dalga boyu metreye çevrilmelidir.

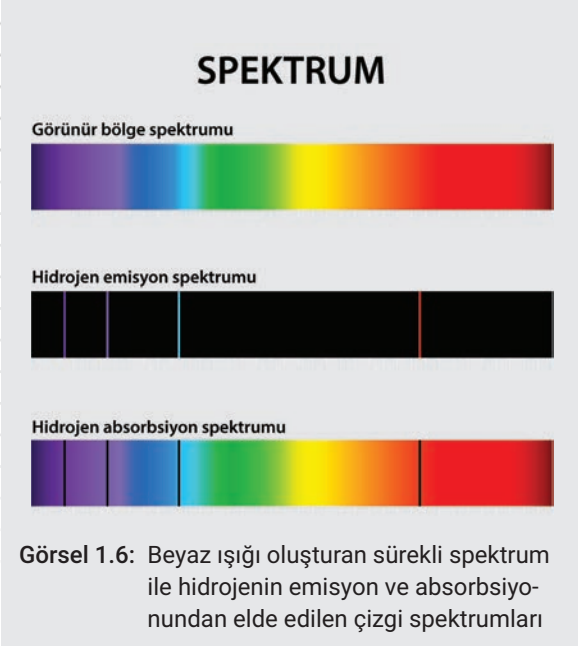
1 nm = 10^{-9} m olduğuna göre

150 nm = $150 \cdot 10^{-9}$ m = $1{,}5 \cdot 10^{-7}$ m bulunur.

$$E = \frac{hc}{\lambda} = \frac{6{,}626.10^{-34}.\ 3.10^{8}}{1{,}5 \cdot 10^{-7}} = \mathbf{1{,}325.10^{-18}\ J}\ \text{bulunur.}$$

Sıra Sizde

Frekansı 5.10^{6} Hz olan radyo dalgasının foton enerjisi kaç J'dür?
($h=6{,}626.10^{-34}$ J.s)



Görsel 1.6: Beyaz ışığı oluşturan sürekli spektrum ile hidrojenin emisyon ve absorbsiyonundan elde edilen çizgi spektrumları

Sürekli ve Çizgi (Kesikli) Spektrumlar

Herhangi iki dalga boyu arasındaki tüm elektromanyetik dalgaları içeren spektrumlara **sürekli spektrum** denir. Beyaz ışık yaklaşık 380 nm (mor) ile 800 nm (kırmızı) dalga boyları arasındaki tüm elektromanyetik dalgaları içeren sürekli bir spektrumdur.

Sadece belirli dalga boylarını içeren spektrumlar **çizgi (kesikli) spektrumlardır.** Örneğin uyarılmış hidrojen gazı görünür bölgede sadece 410 nm, 434 nm, 486 nm ve 656 nm dalga boylarında ışıma yapar ve sürekli değil kesikli spektrum verir (Görsel 1.6).

Monokromatik ve Polikromatik Işık

Sadece bir dalga boyunda elektromanyetik dalgalardan oluşan ışık **monokromatik ışık**, birden fazla dalga boyunda elektromanyetik dalgalardan oluşan ışık ise **polikromatik ışık** olarak adlandırılır. Tüm sürekli spektrumlar polikromatik ışıktır. Kesikli spektrumlar da çoğunlukla birden fazla dalga boyu içerdiği için polikromatiktir. Elementlerin tümü, birden fazla dalga boyunda ışıma yapar. Örneğin hidrojenin görünür bölgedeki spektrumu dört farklı dalga boyu içeren polikromatik bir ışıktır. Monokromatik ışık bir dalga boyu seçici (filtre ya da bir monokromatör) yardımı ile elde edilebilir. **Filtreler**, sadece istenen dalga boylarında ışığı geçirme, diğer dalga boylarındaki ışığı soğurma ya da söndürme özelliğine sahiptir. **Monokromatörler** bir prizma ile veya özel bir yüzey ile dalga boylarına ayrılan ışığın bir slite (dar bir aralık) yönlendirilmesi ve slitin konumunun değiştirilmesi ile istenen dalga boyunun geçmesini sağlayan düzeneklerdir.

NOT

Beyaz ışık tüm görünür bölgedeki dalga boylarından oluştuğu için bu dalga boylarının hepsinin karışımı beyaz ışığı oluşturur. Boyalar kendi renkleri dışındaki renkleri soğuran pigmentleri içerir. Tüm ana renklerdeki boyaların karışmasıyla elde edilen madde, içinde tüm renkleri soğuran pigmentler bir arada olacağı için siyah görünür.

1.1.2. Işık Madde Etkileşimleri

Elektromanyetik dalgalar madde tanecikleri ile farklı etkileşimlere girer. Bu etkileşimler, taneciklerin kinetik enerjilerini değiştirebildiği gibi elektronların konfigürasyonlarında da değişikliğe sebep olabilir.

Absorbsiyon (Soğurma)

Bir maddenin üzerine düşen ışımanın bir kısmını soğurmasına **absorbsiyon** denir. Beyaz ışıkla aydınlatılan bir cisim, görünür ışığın sadece bir kısmını geçiriyor veya yansıtıyorsa renkli görülür. Örneğin kırmızı renkli bir kumaş üzerine düşen beyaz ışığın sadece kırmızıya karşılık olan dalga boylarını yansıtır, diğerlerini soğurur. Mavi bir cam, görünür ışığın sarı renge karşılık gelen dalga boylarını soğurur. Mavi ışık ile sarı ışık karıştırıldığında beyaz ışık meydana gelir. Bir araya gelince beyaz ışık oluşturan renklere **tamamlayıcı renkler** denir. Sarı ışığın tamamlayıcısı mavi olduğu için sarı rengi soğuran bir cam mavi renkte görülmektedir. Benzer şekilde $CuSO_4$ çözeltisi sarı ışığı soğurduğu için mavi renkli görülür. $KMnO_4$ çözeltisi 525 nm dalga boyunda yeşil ışığı maksimum absorbe ettiği için çözelti mor renkli görülür.

Tablo 1.1: Farklı Dalga Boyu Aralıklarında Renkler ve Tamamlayıcı Renkler

ABSORBLANAN DALGA BOYU (nm)	ABSORBLANAN RENK	TAMAMLAYICI RENK
380-450	Mor	Sarı-Yeşil
450-495	Mavi	Sarı
495-570	Yeşil	Mor
570-590	Sarı	Mavi
590-620	Turuncu	Yeşil-Mavi
620-800	Kırmızı	Mavi-Yeşil

Her atom, iyon ve molekülde elektronlar kendine özgü enerji hâllerine sahiptir. Bu hâllerin en düşük enerjili olanına **temel hâl** denir. Oda koşullarında birçok kimyasal tür, temel hâlde bulunur. Bir kimyasal tür, temel hâl ile yüksek enerjili hâllerden birisi arasındaki farka eşit enerjili bir foton ile etkileşirse temel hâldeki elektron bu fotonu absorblayarak yüksek enerjili hâle geçer. Kimyasal türün bu yüksek enerjili hâline **uyarılmış hâl** denir.

Atomların elektromanyetik dalgaları soğurmasına **atomik absorbsiyon**, çözelti içindeki moleküllerin içinden geçen elektromanyetik dalgayı soğurmasına **moleküler absorbsiyon** adı verilir.

Bir A türünün uyarılmış hâle (A*) geçişi

$$A + h\nu \longrightarrow A^*$$

şeklinde gösterilebilir. Uyarılmış türün kısa bir süre içinde fazla enerjisini ortamdaki başka türlere aktararak temel hâle dönmesine **durulma (relaksasyon)** adı verilir. Durulmaya uğrayan türün çevresinde hafif bir sıcaklık artışı gerçekleşir.

$$A^* \longrightarrow A + \text{ısı}$$

Gerçekleşen sıcaklık artışı çok küçük olacağından bu olay sistemde büyük bir değişikliğe sebep olmaz.

Kimyasal türlerin hepsi kendine özgü dalga boylarındaki ışımayı absorbe eder. Maddelerin soğurduğu dalga boylarına göre nitel analizi yapılabilir.

NOT

Madde, elektronların enerji seviyelerindeki geçişlerden absorbsiyon yaptığı gibi moleküllerin dönme ve titreşim kinetik enerjilerini artıracak şekilde de enerji absorblayabilir. Bu geçişler için gereken enerji elektronik geçişler için gerekenden çok daha küçüktür. Bu geçişler mikrodalga ve uzak kızılötesi gibi çok düşük enerjili bölgelerdeki fotonların absorblanması ile gerçekleşir.

Emisyon (Yayma)

Uyarılmış bir tür, fazla enerjisini elektromanyetik dalga şeklinde yayabilir. Uyarılan elektron, daha düşük enerjili bir hâle geçerken iki enerji seviyesi arasındaki farka eşit enerjili bir foton yayar. Işıma, yayılan foton enerjisinin büyüklüğüne göre, yakın kızılötesi (IR), görünür veya yakın morötesi (UV) bölgede olabilir. Bu olayın denklemi

$$A^* \longrightarrow A + h\nu$$

şeklinde yazılabilir. Bir türün yayabildiği dalga boyları, aynı türün absorbladığı dalga boylarına eşittir.

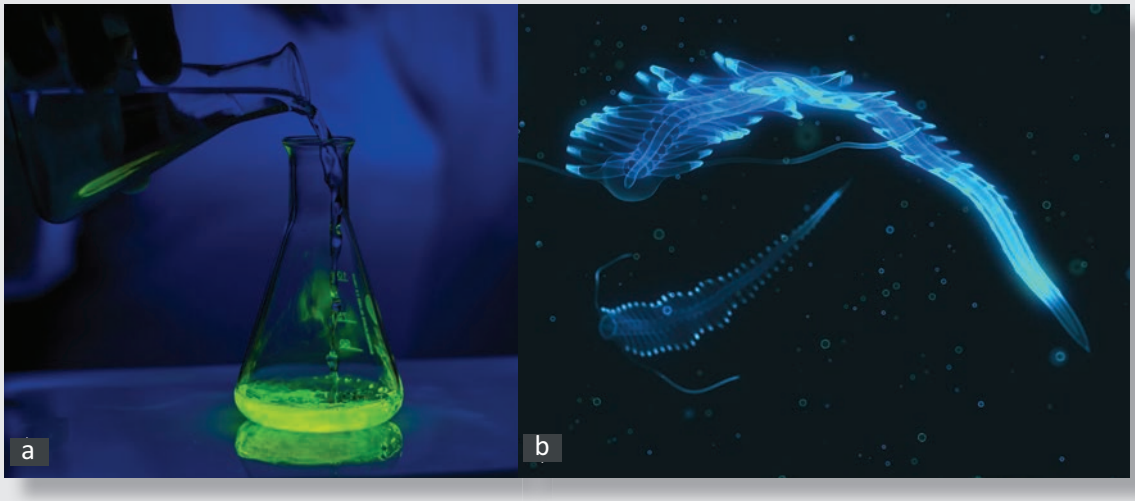
Her kimyasal türün emisyon ve absorbsiyon spektrumları karakteristiktir. Bu durum nitel ve nicel analiz yapılırken bu spektrumların kullanılmasını mümkün kılar.

Bir maddenin görünür bölgede ışık yaymasına **lüminesans (ışıldama)** denir. Lüminesans, ışıma yapan türü uyaran enerji kaynağına göre sınıflandırılır.

Termolüminesans: Türün ısı ile uyarılması sonucu ışıma yapmasıdır.

Kemilüminesans ve Biyolüminesans: Kimyasal bir reaksiyon sonucunda yapılan ışımaya **kemilüminesans** adı verilir. Lüminol ile hidrojen peroksitin reaksiyonu sırasında ışıma yapması kemilüminesansa örnektir.

Kimyasal reaksiyon, bir canlı organizmada enzimler aracılığıyla gerçekleşiyorsa ışıldama **biyolüminesans** olarak adlandırılır. Ateş böcekleri, bazı algler ve denizanaları, okyanus dibinde yaşayan bazı balıklar biyolüminesans yapar. Biyolüminesans, lüsiferin adlı kimyasal maddenin lüsiferaz enzimi ile yükseltgenmesi sonucu gerçekleşir (Görsel 1.7).



Görsel 1.7: a) Kemilüminesans b) Biyolüminesans

Fotolüminesans: Işık ile uyarılma sonucu ışıma yapılmasına **fotolüminesans** adı verilir. Kimyasal tür uyarılma enerjisinin bir kısmını moleküler titreşim hareketlerine harcayacağı için uyarıldığı dalga boyundan daha uzun dalga boyunda (daha düşük enerjili) ışıma yapar.

Bir kimyasal tür yapısına göre ışımayı kısa veya uzun sürede yapabilir. Uyarma anından sonra 10^{-5} saniye veya daha kısa sürede ışıma yapılıyorsa **floresans**, uyarma bittikten sonra dakikalarca hatta saatlerce ışıma yapılıyorsa **fosforesans** olarak adlandırılır. Bir kimyasal türün bu iki yoldan hangisi ile durulma yapacağı kimyasal türün elektronik yapısına (elektron düzeni, bağ yapısı vb.) bağlıdır.

Kaydedilmiş en uzun süreli ışıma, Willemite (Zn_2SiO_4) mineraline aittir. Bu mineralin 340 saat boyunca fosforesans yaptığı kaydedilmiştir.

Floresansa dayalı kimyasal analizler yapılırken fosforesans uzun sürelerde ışıma yapıldığından analiz için uygun değildir. Çünkü uzun süreli ışıma sırasında uyarılmış türlerin bir kısmı başka moleküllerle çarpışarak enerjilerini onlara aktarır ve ışıma yapmadan durulabilir.

2 BÖLÜM

MOLEKÜLER ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ

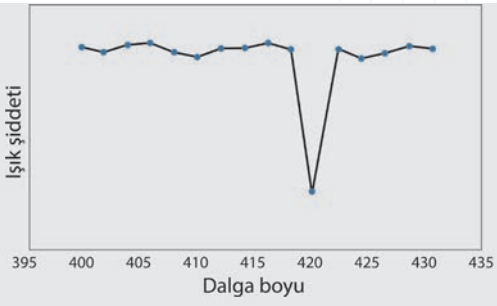


Neler Öğreneceksiniz?

- Moleküler Absorbsiyon Spektroskopisi
- Görünür-Ultraviyole Spektrofotometresinin Kısımları
- Görünür-Ultraviyole Spektrofotometresinin Çalışma Prensibi
- Analiz Çözeltilerinin Hazırlanması

1.2. MOLEKÜLER ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ

Bazı moleküller, görünür ve UV bölgede elektromanyetik ışıma soğurabilir. Soğurulan ışımanın dalga boyu türe göre karakteristiktir. Molekülün ortamdaki derişimi ne olursa olsun aynı dalga boyunda ışımayı soğuracaktır. Farklı moleküller farklı dalga boylarında ışıma soğurur. Bir tür içinden, belirli bir dalga boyu aralığında sürekli bir spektrumda ışın geçirilirse sadece soğurduğu dalga boyundaki ışımanın şiddetinde bir azalma görülecektir. Bu azalmanın miktarı çözeltide absorblayıcı türün derişimine bağlı olarak artar.



Görsel 1.8: Absorblanan dalga boyunda ışık şiddetinin azalması

Görsel 1.8'de 420 nm dalga boyunda absorbsiyon gösteren bir türün içinden 400-430 nm aralığında sürekli spektrumda ışık geçirildiği zaman ışıma şiddetinin dalga boylarına göre dağılımı temsili olarak gösterilmiştir. Grafikte görüldüğü gibi diğer dalga boylarında ışıma şiddeti birbirine oldukça yakınken maddenin soğurduğu dalga boyunda ışıma şiddeti ciddi oranda azalır. Türün ortamdaki derişimi arttıkça soğurulan ışık mikarı da artar. Buna bağlı olarak ilgili dalga boyunda ışıma şiddeti azalır.

1.2.1. Temel Kavramlar

Işın şiddetinin azalması geçirgenlik ve absorbans terimleri ile ifade edilir (Görsel 1.9).



Görsel 1.9: Bir absorblayıcıdan geçen ışın

Geçirgenlik (T)

Absorblayıcı bir tür içeren ortam içinden geçen ışının şiddetinin (P) kaynaktan çıkan ışının şiddetine (P_0) oranıdır. Ortamda absorblayıcı türün derişimi ne kadar fazla ise geçirgenlik o kadar azalır. Geçirgenlik

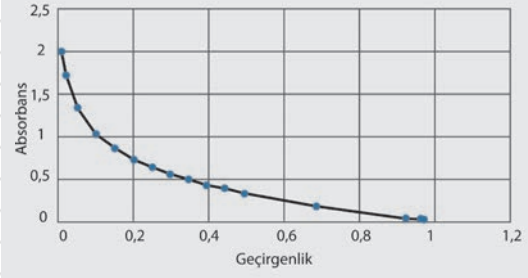
$$T = \frac{P}{P_0}$$

eşitliği ile ifade edilir. Çoğunlukla yüzde geçirgenlik olarak verilir.

$$\%T = T \cdot 100$$

Absorbans (A)

Bir ortamın geçirgenliği ortamdaki absorblayıcı türün derişimi ve ışığın ortamda katettiği yola bağlı olarak azalır ancak bu azalma doğrusal değildir. Doğrusal olsaydı, **c** konsantrasyonunda bir çözelti içinde **b** cm kadar yol alan ışığın %50'si soğuruluyorsa **2c** konsantrasyonunda çözeltiden **b** cm geçtiğinde tamamının soğurulması gerekirdi. Aynı şekilde **c** konsantrasyonunda çözeltide **2b** cm kadar yol aldığında da ışığın tamamı soğurulurdu. Yapılan çalışmalar konsantrasyon ve ışığın ortamda katettiği yol ile geçirgenlik arasındaki ilişkinin üstel olduğunu gösterdi. Bu nedenle analizde derişimle doğrusal ilişkili olacak **absorbans** kavramı tanımlanmıştır.



Görsel 1.10: Absorbansın geçirgenliğe göre değişimi

$$A = -\log T = -\log\left(\frac{P}{P_0}\right) = \log\left(\frac{P_0}{P}\right)$$

Bağıntıda ortamın geçirgenliği arttıkça absorbansının azaldığı görülür. Görsel 1.10'da absorbans değerinin geçirgenliğe göre değişimi görülmektedir.

Örnek

Bir spektrofotometre cihazında 400 nm dalga boyunda yapılan analizde numune içinden ışığın %65'inin geçtiği görülmüştür. **Buna göre bu çözeltinin**

a) **Geçirgenlik yüzdesi**

b) **Geçirgenlik**

c) **Absorbans değerleri kaçtır?**

Çözüm

a) Işığın %65'ini geçiriyorsa geçirgenlik yüzdesi **65'tir.**

b) %T = T.100 olduğuna göre

65 = T.100

$T = \frac{65}{100}$ = **0,65** tir.

c) A = -logT eşitliğinden

A = -log0,65

A = **0,187** bulunur.

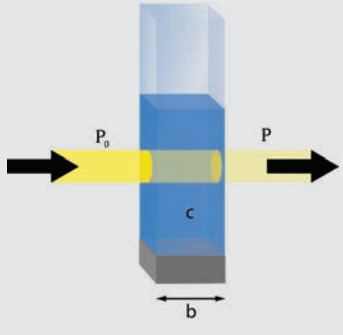
Sıra Sizde

1. Aşağıda verilen geçirgenlik değerlerini absorbansa çeviriniz.
   a) 0,40
   b) 0,80
   c) %30

2. Aşağıda verilen absorbans değerlerini % geçirgenliğe çeviriniz.
   a) 0,064
   b) 0,210
   c) 0,765

Beer Kanunu

Işık bir sıvı içinde yol aldıkça sıvıdaki tanecikler tarafından soğurulur. Bir bardaktaki su, güneş ışığını neredeyse tamamen geçirirken denizlerde 200-300 m derinliğin altına ışık ulaşamaz. Işığın soğurulma miktarı ve sıvının absorbansı ışığın sıvıda kat ettiği mesafe arttıkça artar. Çalışmalar, absorbansın ışığın sıvı içinde aldığı yol ile doğru orantılı olduğunu göstermektedir. Belli bir dalga boyunda absorblayıcı tür içeren bir sıvıda o dalga boyunda absorbansın, tür konsantrasyonu ile doğru orantılı olduğu görülmüştür (Görsel 1.11).



Görsel 1.11: Konsantrasyonu c olan bir sıvıda b kadar yol alan ışığın absorbsiyonu

A α b ve **A α c** orantıları birleştirilirse **A α b.c** olduğu görülür. Bu orantıyı eşitliğe dönüştürmek için bir orantı sabiti kullanılır. Çözeltide absorblayıcı tür konsantrasyonu g/L olarak alınırsa, absorbans

A = a.b.c eşitliği ile hesaplanır. Bu bağıntıda, **a** çözeltideki absorblayıcı türe bağlı bir sabittir ve **absorbtivite katsayısı** olarak adlandırılır. Çözeltinin konsantrasyonu molar (M) olarak verilirse eşitlik **A = ε.b.c** şeklinde yazılır. **ε, molar absorbtivite katsayısıdır.** Değeri a gibi absorblayıcı türe bağlıdır.

Beer Kanunu çok seyreltik çözeltilerde geçerlidir. Derişik çözeltilerde yoğunluğun ve ışığın kırılmasının önemli oranda değişmesi absorbtivite katsayısının değişmesine sebep olur. Bu nedenle absorbsiyona dayalı analizler 0,01 M'dan seyreltik çözeltilere uygulanır. Analiz edilecek numune derişikse uygun oranda seyreltilerek analiz yapılır.

UYARI

Beer Kanunu'nda birimlerin birbirini tamamen götürdüğüne, absorbansın birimsiz bir büyüklük olduğuna dikkat edilmelidir.

Yandaki örnekte çözelti derişimleri arasındaki oran (0,1/0,04=2,5) ile absorbanslar arasındaki oran (0,4/0,16=2,5) aynı olmaktadır.

Örnek

Bir absorblayıcı türün 0,04 $g.L^{-1}$ konsantrasyonlu çözeltisi içinden absorblanan dalga boyunda ışık 1 cm boyunca geçtiğinde absorbansın 0,16 olduğu görülüyor.

a) Absorbtivite katsayısı (a) kaçtır?

b) 0,1 $g.L^{-1}$ konsantrasyondaki çözeltinin 1 cm'de absorbans değeri kaçtır?

Çözüm

a) $A = a.b.c$

$0,16 = a \cdot 1(cm) \cdot 0,04\ (g.L^{-1})$

$$a = \frac{0,16}{0,04} = \mathbf{4,0}\ (L.g^{-1}.cm^{-1})$$

b) $A = a.b.c$

$A = 4\ (L.g^{-1}.cm^{-1}) \cdot 1(cm) \cdot 0,1(g.L^{-1})$

$A = \mathbf{0,4}$

Örnek

Absorblayıcı bir türün 3.10^{-4} M çözeltisinin saydam bir hücrede absorbansı 0,85'tir. **Bu maddenin aynı hücrede absorbansı 0,17 olan çözeltisinin derişimi kaç M'dır?**

Çözüm

Aynı hücrede absorbans ölçüldüğü için ışığın katettiği yol (b) her iki durumda da aynıdır. Molar absorbtivite katsayısı da aynı olacağından Beer eşitliği aşağıdaki gibi düzenlenip sadeleştirilebilir.

$$\frac{A_1}{A_2} = \frac{\varepsilon.b.c_1}{\varepsilon.b.c_2} \Rightarrow \frac{A_1}{A_2} = \frac{c_1}{c_2} \Rightarrow \frac{0,85}{0,17} = \frac{3.10^{-4}}{c_2} \Rightarrow \mathbf{c_2 = 6.10^{-5}\ M}$$

Sıra Sizde

Saydam bir hücre içinde bulunan 2.10^{-5} M derişimli indikatör çözeltisinin 430 nm dalga boyunda absorbansı 0,30 olarak ölçülmüştür. Aynı maddenin $5 \cdot 10^{-5}$ M derişimli çözeltisinin aynı saydam hücre içinde absorbansı kaç olur?

1.2.2. Görünür-Ultraviole Spektrofotometresi

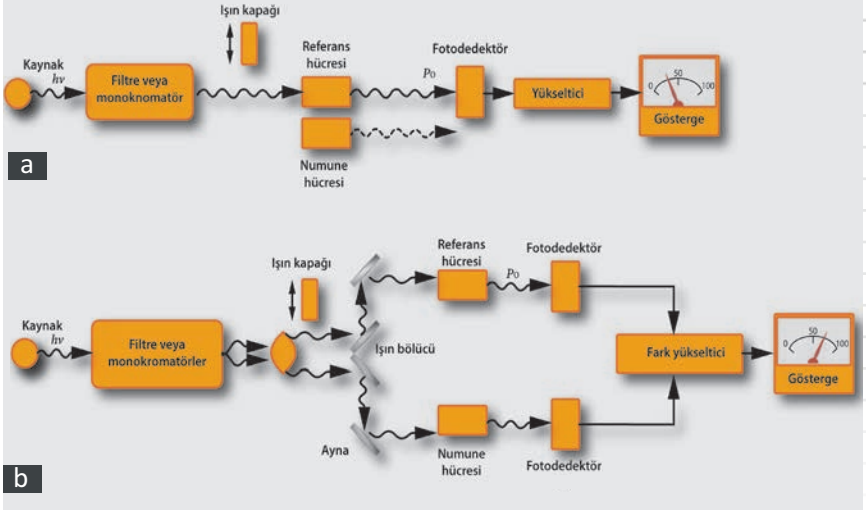
Spektrofotometreler, özel numune hücresine konulan çözeltinin absorbansını ölçen cihazlardır (Görsel 1.12). Tüm spektrofotometreler, kaynaktan çıkan ışığın dalga boyu seçilerek monokromatik hâle getirildikten sonra numuneden geçmesi ile ne kadarının absorbe edildiğini ölçerek çalışır. Cihazın göstergesi, absorbansı veya geçirgenliği gösterecek şekilde ayarlanabilir.



Görsel 1.12: Görünür-UV spektrofotometre cihazı

Numune çözeltisi içindeki soğurmanın tamamı, analiz edilen tür tarafından yapılmaz. Çözücü ve çözeltideki yardımcı reaktifler de bir ölçüde absorbsiyona sebep olabilir. Yine çözelti içindeki büyük moleküller absorbsiyon yapmamalarına rağmen ışığı saçarak dedektöre ulaşan ışığın şiddetini azaltır. Numune hücresinin yüzeyindeki yansımalar da ışının bir kısmının dedektöre ulaşmasına engel olacaktır. Ortamda bulunan kimyasalların ve çözelti kabının etkilerinden dolayı P_0 değeri, kaynaktan çıkan ve dalga boyu seçiciden geçen ışığın şiddetinden daha küçük olur. Bunun yerine numune çözeltisinde aranan tür hariç her şeyi aynı oranda içeren bir referans çözelti hazırlanır. Bu referans çözeltiye **kör çözelti** denir. Uygun dalga boyundaki monokromatik ışık bu referans çözeltiden geçirilir. Böylece analiz edilen tür dışındaki türlerin absorbsiyonu ve saçılma ile meydana gelen kayıplar da ölçülmüş olur. Referans çözeltinin konulduğu hücre, numunenin konulduğu hücre ile özdeş olduğunda yansıma kayıpları da aynı olacaktır.

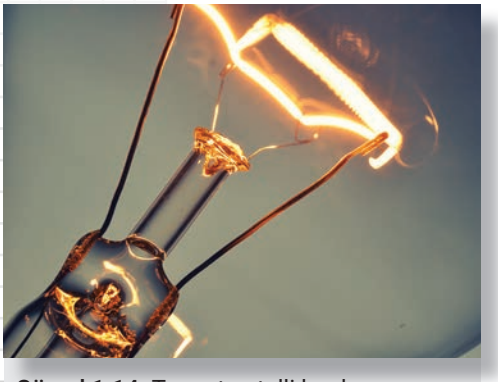
Spektrofotometreler tek ve çift ışın yollu olmak üzere iki türdür. Tek ışın yollu spektrofotometrelerde önce referans çözeltinin absorbansı ölçülür sonra numune ile ölçüm yapılır. Çift ışın yollu spektrofotometrelerde kaynaktan çıktıktan sonra monokromatik hâle getirilen ışık, aynalar yardımı ile ikiye bölünür. Cihaza referans çözelti ve ölçümü yapılacak çözelti aynı anda yerleştirilir. Cihaz iki çözeltiden gelen ışığı kıyaslayarak sadece aranan maddeden kaynaklanan absorbansı belirler.



Görsel 1.13: Spektrofotometre cihazlarının yapıları a) Tek ışın yollu cihazlar b) Çift ışın yollu cihazlar

Bütün spektrofotometreler aynı temel parçalardan oluşur. (Görsel 1.13).

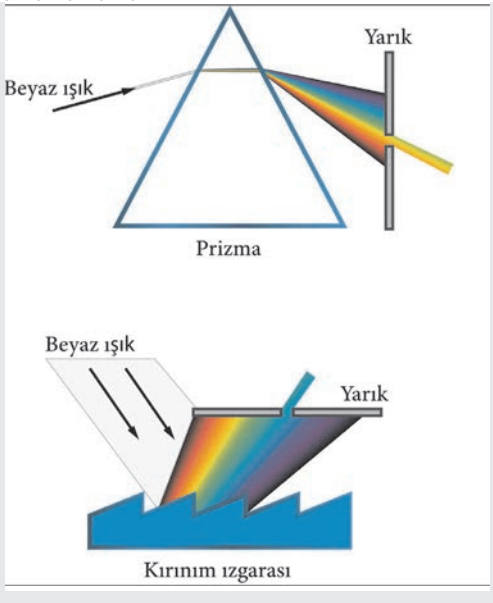
Bir spektrofotometre temel olarak ışık kaynağı, dalgaboyu seçici, numune bölgesi, dedektör ve gösterge kısımlarını içerir.



Görsel 1.14: Tungsten telli lamba

Işık kaynağı: Cihazın çalışacağı aralıkta ışık üreten lambalardır. Analiz UV ve görünür bölgede yapılacağı için lambanın da bu aralıkta sürekli spektrum yayması gerekir. En yaygın ve kolay bulunan lambalardan biri tungsten telli lambalardır (Görsel 1.14). Bu lambalar 350-2200 nm arasında yani yakın UV ile yakın IR arasında sürekli spektrum verir. Çalışılacak dalga boyu aralığına göre farklı lambalar da (tungsten-halojen lambası, döteryum lambası, ksenon lambası vb.) kullanılır. Günümüzde görünür bölge için LED lambalar da düşük enerji tüketimi sebebiyle tercih edilebilmektedir.

Dalga boyu seçiciler: Her madde kendine özgü dalga boyunda absorbsiyon yaptığı için analizin maddeye uygun dalga boyunda yapılması gerekir. Herhangi bir dalga boyunda çizgi spektrumu veren bir lamba bulmak çok zor olacağından istenen dalga boyu sürekli spektrumdan ayrılmalıdır. Bunun için dalga boyu seçiciler kullanılır. Dalga boyu seçici olarak ya sadece istenen dalga boyunda ışımanın geçişine izin veren bir filtre kullanılır ya da monokromatör yardımıyla seçim yapılır. Monokromatörler, prizma veya kırınım ızgarası (grating) ile dalga boylarına ayrılan ışığın bir yarığa (slit) yönlendirilerek sadece istenilen dalga boyundaki ışığın geçmesine izin veren sistemlerdir (Görsel 1.15).

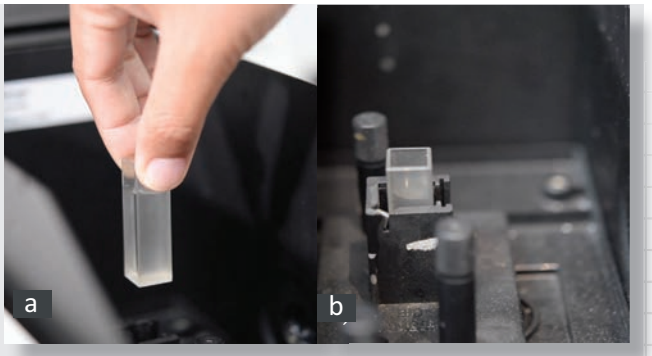


Görsel 1.15: Işığın prizma veya grating ile ayrıldıktan sonra slit yardımıyla seçilmesi

Analiz yapılacak çözelti cihaza yerleştirildikten sonra farklı dalga boylarında absorbans değerine bakılarak en yüksek absorbans gösteren dalga boyu seçilir. Bir kimyasal türün absorbsiyon yapacağı dalga boyları kendine özgüdür. Aynı türün analizinde absorbansın en yüksek olduğu dalga boyu daima aynı değer olacaktır. Analiz öncesinde farklı dalga boylarında ölçüm yaparak en yüksek absorbans yapılan dalga boyunu aramak önemli bir zaman harcanmasına neden olur. Birçok maddenin analizi ile ilgili literatür taraması yapılarak da çalışılacak dalga boyu belirlenebilir.

İster filtre ister monokromatör kullanılsın tek bir dalga boyunu seçmek imkânsızdır. Çalışılacak dalga boyuna yakın dalga boylarında ışınlar da numuneye ve dedektöre gelerek fazladan sinyal üretir. İstenmeyen ışınları mümkün olduğunca azaltmak analizin sağlıklı yapılabilmesi için önemlidir.

Numune hücreleri: Cihazın ışık yoluna yerleştirilen, içine numunenin ya da kör çözeltinin konulduğu saydam, kare prizma şeklinde **küvetlerdir.** Genellikle ışığın çözelti içinde 1 cm yol alacağı şekilde tasarlanır. Cihazda monokromatör ile dedektör arasına yerleştirilir (Görsel 1.16).



Görsel 1.16: a) Numune hücresi b) Numune hücresinin cihaza yerleştirilmesi

Dedektör: Numuneden geçen ışığın şiddetini ölçen cihazlardır. Üzerine düşen ışığın şiddetine bağlı olarak bir elektrik akımı oluşur. Akımın şiddeti ışık şiddeti arttıkça artar. Numune ne kadar ışığı absorbe ederse dedektöre düşen ışığın şiddeti dolayısıyla elektrik akımı o kadar az olur.

Göstergeler: Dedektörün ürettiği elektrik sinyalini sayısal bir çıktı olarak veren cihazlardır. Bir yazılımla elektrik sinyalinin büyüklüğü ile absorbans ve geçirgenlik arasındaki ilişkiyi hesaplayıp analizciye bu değerleri gösterir. Cihazın bir bilgisayara bağlanması ve bilgi bankasında çok sayıda analiz sonucunun bulunması durumunda uygun bir kod yazılarak doğrudan analitin derişimi de çıktı olarak okunabilir.

Spektrofotometre cihazı ile çalışırken dikkat edilmesi gereken hususlar

- Çözeltiler çok derişik olmamalıdır. Aksi hâlde önemli absorbans sapmaları olabilir.
- Küvetler iyi temizlenmiş olmalıdır.
- Küvetlerde çizik, çatlak olmamalıdır.
- Küvetlerde ışın demetinin geçtiği kısma el ile dokunulmamalıdır.
- Küvetlere çözelti doldurulması sırasında taşma olursa yumuşak bir peçete ile kalıntı bırakmadan kurulanmalıdır.
- Cihazın kalibrasyonu ve bakımı düzenli aralıklarla yapılmalıdır.
- Analiz işlemi bittikten sonra cihaz kapatılmalıdır.
- Cihaz nem ve tozdan korunmalıdır.

1.2.3. Kullanılan Çözeltiler

Spektrofotometrik analiz yapılmadan önce aşağıda bahsedilen çözeltiler uygun şekilde hazırlanmalıdır.

Stok Çözelti

Analiz yapılacak maddenin belirli derişimde hazırlanmış sulu çözeltisidir. Standart çözeltiler bu çözeltinin seyreltilmesi ile hazırlanır.



Görsel 1.17: Standart çözeltiler

Standart Çözeltiler

Analizi yapılacak maddenin derişimi belli olan farklı derişimlerdeki çözeltileridir (Görsel 1.17). Beş veya daha fazla standart çözeltinin absorbansı ölçülüp derişim ile absorbans arasındaki ilişki belirlenir. En yaygın yöntem farklı derişimlerde elde edilen absorbans değerlerinin grafiğe geçirilmesidir.

Analizi yapılacak maddenin çözeltisi, uygun dalga boyunda absorbsiyon yapıyorsa uygun pH'da bu maddenin çözeltisi hazırlanarak standart çözeltiler elde edilebilir. Maddenin kendisi absorbsiyon yapmıyorsa uygun bir ligandla absorbsiyon yapan bir komplekse dönüştürülür. Elde edilen farklı derişimlerdeki kompleks çözeltilerinin absorbansı ölçülür.

Numune Çözeltisi

Analiz edilmek istenen maddenin çözeltisidir. Bu çözelti de standart çözeltilerin hazırlandığı gibi hazırlanır. Numune, absorbans ölçümü için çok derişikse belirli oranda seyreltilerek ölçüm yapılır. Numuneden alınan absorbans değeri standart çözeltilerin absorbansları ile karşılaştırılarak numune çözeltisinin derişimi belirlenir. Absorbans ölçümü seyreltilmiş çözeltiden yapılmışsa gerekli hesaplamalarla asıl numunenin derişimi hesaplanmalıdır.

Kör Çözelti

Ölçülen absorbsiyon değeri, numunede aranan madde ile birlikte hazırlanan çözeltideki diğer maddelerden ve ölçümün yapıldığı kaptan kaynaklanan ışın kayıplarının toplamıdır. Analiz edilecek tür dışındaki absorbsiyonu ölçmek için hazırlanan çözeltiye **kör (blank) çözelti**, bu şekilde yapılan referans ölçümüne de **kör test** ya da **tanık test** denir. Analiz edilecek madde absorsiyon yapıyorsa kör test sadece analizin yapılacağı şartlarda çözücü ile yapılır. Analitin absorbsiyon yapan bir kompleksinin oluşturulması veya ortamın kimyasal yapısında analiz için farklı şartlar gerekebilir. Böyle durumlarda kör test, analiz edilecek madde dışında her kimyasalı aynı derişimde içeren çözelti ile yapılmalıdır.

Numune ve standart çözeltilerin ölçümü yapılmadan önce kör çözeltinin absorbansı ölçülüp sıfırlama yapılır. Numune ve standart çözeltilerin geçirgenliği ile kör çözeltinin geçirgenliği arasındaki fark alınıp absorbans değerleri bu farklarla hesaplanır. Genellikle cihazlarda sıfırlama butonu bulunur. Kör çözelti cihaza yerleştirilip çalıştırıldıktan sonra sıfırlama butonuna basılır. Cihaz bu durumda kaynaktan çıkan ışıma şiddetini değil kör çözeltiden çıkan ışıma şiddetini P_o alarak absorbans değerlerini verir.

1.2.4. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizimi

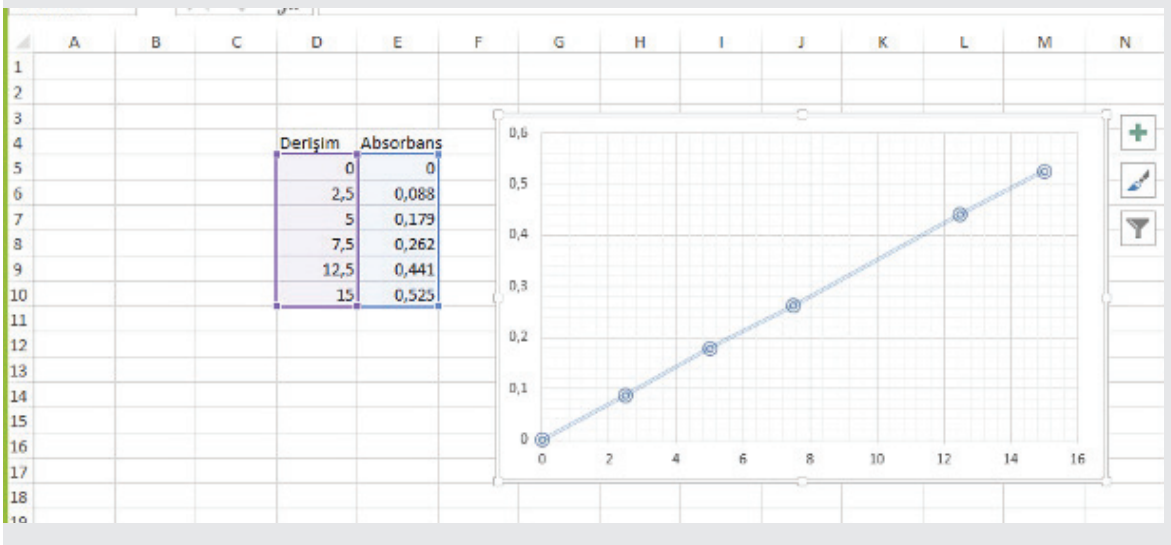
Spektrofotometre cihazına önce kör çözelti yerleştirilip sıfır ayarı yapılır. Daha sonra standart çözeltiler sırasıyla yerleştirilerek absorbans değerleri kaydedilir. Bu çözeltilerin absorbansları derişime karşı grafiğe geçirilerek kalibrasyon eğrisi elde edilir. Son olarak numune çözeltisi cihaza yerleştirilir ve absorbansı ölçülür. Numunenin absorbans değerinin kalibrasyon eğrisi üzerinde karşılık geldiği derişim belirlenir. Numune çözeltisinin seyreltme oranından orijinal numunenin derişimi

$$C_1 . V_1 = C_2 . V_2$$

formülünden yararlanarak hesaplanır.

Milimetrik kâğıtta (grafik kâğıdı) kalibrasyon eğrisi çizilirken grafiğin yatay eksenine derişim, düşey eksenine ise absorbans değerleri yazılır. Standart çözeltilerin derişimlerine karşılık absorbans değerleri grafikte belirlenip işaretlenir. Beer Kanunu'na göre bu işaretlerin bir doğru üzerinde olması gerekir. Doğrudan çok fazla sapan nokta varsa yok sayılıp geri kalan noktaların birleştirilmesi ile kalibrasyon eğrisi elde edilmiş olur.

Elektronik çizelge uygulaması ile grafik oluşturmak için sol sütuna derişim değerleri, sağ sütuna da absorbans değerleri gelecek şekilde veriler girilir. Daha sonra bu iki sütun bir arada seçilerek ekle butonuna basılır. Grafik menüsünden X-Y dağılım grafikleri seçilip "düz çizgileri olan dağılım" seçeneği işaretlenir ve tamam butonuna basılır (Görsel 1.18).



Görsel 1.18: Elektronik çizelge uygulamasında kalibrasyon eğrisinin oluşturulması

Örnek

Demir(II)-ortofenantrolin kompleksi içeren standart çözeltilerin 510 nm dalga boyunda absorbans değerleri ile kör çözelti absorbanslarının farkı alınıp aşağıdaki tablo oluşturuluyor.

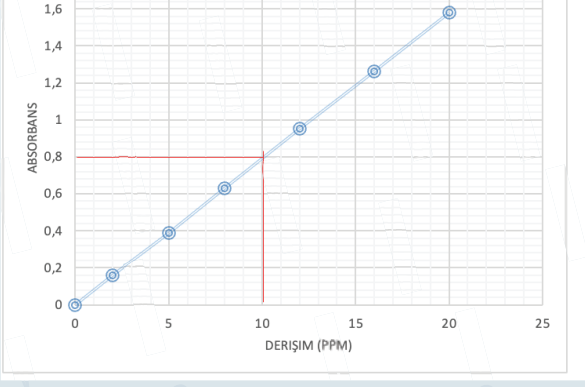
STANDART ÇÖZELTİDEKİ DEMİR DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS DEĞERİ
2	0,160
5	0,398
8	0,635
12	0,956
16	1,275
20	1,586

Demir numunesinden alınan 5 mL örnekten gerekli işlemlerle 50 mL'lik demir(II)-ortofenantrolin kompleksi çözeltisi oluşturuluyor ve bu çözeltinin absorbansı ile kör çözelti absorbansı arasındaki fark 0,799 olarak ölçülüyor.

Buna göre analizi yapılan demir numunesinde demir iyonlarının toplam derişimi kaç ppm'dir?

Çözüm

Milimetrik kâğıda ya da elektronik çizelge uygulaması yardımıyla aşağıdaki derişim-absorbans grafiği çizilir.



Grafik üzerinde şekilde gösterildiği gibi numunenin absorbans değerinin derişiminin yaklaşık 10 ppm olduğu görülür. 5 mL çözeltiden 50 mL'ye seyreltme yapıldığına göre orijinal örnekte demir derişimi

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

$$10\ (ppm).50\ (mL) = C_2.5\ (mL)$$

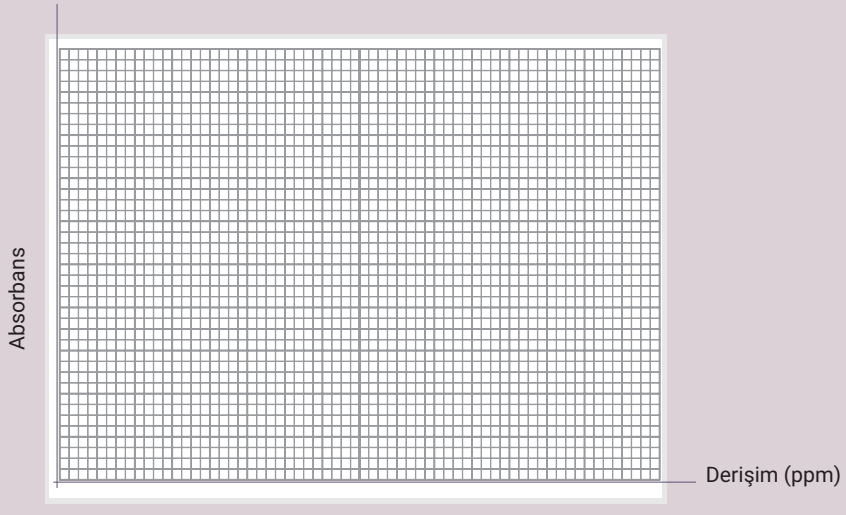
C_2 = **100 ppm** bulunur.

Sıra Sizde

Bir fosfat örneğinin spektrofotometrik analizinde kör çözeltiye karşı sıfırlanmış cihazda farklı derişimlerdeki standart çözeltilerin 480 nm dalga boyunda absorbansları aşağıdaki gibi belirlenmiştir.

STANDART ÇÖZELTİDEKİ FOSFAT DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS DEĞERİ
3	0,204
5	0,338
8	0,545
12	0,816
15	1,016

a) Verilen bu değerlere göre kalibrasyon eğrisini aşağıdaki milimetrik kağıda çizip absorbans değeri 0,45 olan çözeltinin derişimini belirleyiniz.



b) Bu çözeltinin orijinal numuneden alınan 10 mL örneğin 50 mL'ye seyreltilmesi ile elde edildiği varsayılırsa orijinal çözeltideki fosfat konsantrasyonunu belirleyiniz.

3 BÖLÜM

SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Spektrofotometrik Yöntemle Demir Analizi
- Spektrofotometrik Yöntemle Fosfat Analizi
- Spektrofotometrik Yöntemle Sülfat Analizi
- Spektrofotometrik Yöntemle Nitrat Analizi

1.3. SPEKTROFOTOMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

Spektrofotometrik analizler aşağıdaki şemada gösterilen işlemler takip edilerek yapılır.



Şema 1.1: Spektrofotometrik analiz işlem basamakları

1.3.1. Spektrofotometrik Yöntemle Demir Analizi

Demir iyonları, UV-görünür spektrofotometride doğrudan analiz edilemez. Demir(II) iyonunun ortofenantrolin (1,10-fenantrolin) ile oluşturduğu kompleks 480 ve 510 nm de absorbsiyon yapar. Analiz edilecek numunedeki demir(III) iyonlarının hidroksilamin ile demir(II) iyonlarına indirgenmesi sağlanıp ortofenantrolin ile şelatlaştırarak analiz yapılır. Demir iyonlarının fosfat bileşikleri hâlinde çökmemesi için çözeltiler pH'ı 3,5-4 civarında olacak şekilde hazırlanır.

Analiz için hazırlanmış standart çözelti cihaza yerleştirildikten sonra dalga boyu ayarı yapılarak absorbansın en büyük olduğu dalga boyu bulunur ve analiz bu dalga boyunda yapılır. 480 nm ve 510 nm bu analiz için uygun dalga boylarıdır.

Analizin Yapılışı

Kör çözeltinin absorbansı ölçülüp referans olarak alındıktan sonra standart çözeltilerin absorbansları ölçülür. Standart çözeltilerden okunan absorbans değerinden kör çözeltinin absorbansı çıkartılarak ya da cihazda sıfırlama butonuna basarak demir(II)-ortofenantrolin kompleksinden kaynaklanan absorbans değeri belirlenir.

Standart çözeltilerin absorbansları okunduktan sonra milimetrik kâğıtta veya elektronik çizelge uygulaması ile derişim-absorbans grafiği (kalibrasyon eğrisi) elde edilir. Numune çözeltisinin absorbansı okunup grafikten yararlanarak derişimi hesaplanır. Bu derişim numune çözeltisinin seyreltilmiş hâlinin derişimi olduğu için

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısından asıl çözeltinin derişimi hesaplanır. Bağıntıda

C_1 = Grafikten absorbansa karşı okunan derişim

V_1 = 100 mL

C_2 = Asıl numunenin derişimi

V_2 = Numune çözeltisi hazırlanırken asıl numuneden alınan hacim

değerleri yazılarak C_2 değerleri mg/L olarak bulunur.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Demir(III) Çözeltisi

Demir(III) çözeltisi, suda çözünebilen saf bir bileşiğinden demir derişimi 100 mg/L olacak şekilde hazırlanır ya da 0,1 g demir metalinin uygun şekilde çözülmesiyle de hazırlanabilir. Derişik HCl çözeltisinden 1:1 oranında seyreltilmiş asit çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltinin 10 mL'si içinde 0,1 g demir metali çözülür. Tamamen demir(III)'e yükseltgenmesi için 5 mL derişik HNO_3 çözeltisi eklenip 1 L balon jojeye alınır. Menisküs çizgisine kadar saf suyla doldurulur.

Ortofenantrolin Çözeltisi

Her 1 L suda 1 g ortofenantrolin monohidrat çözülmesiyle hazırlanır. 1 L çözelti ile 80-90 kez ölçüm yapılabilir.

Ortofenantrolin çözeltisi uzun süre beklediğinde kararacağı için analizden önce mutlaka taze hazırlanmalıdır.

Hidroksilamin Hidroklorür ($NH_2OH.HCl$) Çözeltisi

Kütlece %10'luk olacak şekilde hazırlanır. 10 g $NH_2OH.HCl$ katısı hassas terazide tartılarak bir behere alınır. Üzerine 90 g saf su eklenerek çözelti hazırlanır.

Sodyum Asetat (CH_3COONa) Çözeltisi

Doygun sulu çözeltisi hazırlanır.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

100 mL'lik 5 tane balon joje alınıp stok demir(III) çözeltisinden 2, 4, 6, 8, 10 mL konur. Her bir balon jojeye 10 mL CH_3COONa çözeltisi ve birkaç mL HCl çözeltisi eklenip çözeltinin pH değerinin 3,5-4 civarına tamponlanması sağlanır. Çözeltinin pH'ı kontrol edilir. Elde edilen çözeltilere 10 mL hidroksilamin hidroklorür eklenip 5 dakika kadar bekleyerek Fe^{3+} iyonlarının Fe^{2+} ya indirgenmesi sağlanır. Her balon jojenin üzerine 10 mL ortofenantrolin çözeltisi eklendikten sonra saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Her standart çözelti için Fe^{2+} derişimi hesaplanıp not edilir.

Stok çözelti 100 mg/L derişimde hazırlandığı için standart çözeltilerin derişimleri

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısı ile hesaplanır. Bağıntıda

C_1 = 100 mg/L V_1 = Stok çözeltiden alınan hacim

C_2= Standart çözelti derişimi V_2 = 100 mL

değerleri yazılarak C_2 değeri mg/L olarak bulunur.

Örneğin stok çözeltiden 2 mL alınarak hazırlanan standart çözelti için hesaplama aşağıdaki gibi yapılır.

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

$$100.2 = C_2.100$$

$$C_2 = 2 \text{ mg/L} = 2 \text{ ppm}$$

10 dakika kadar beklendiği zaman çözeltiler kırmızı-turuncu renk alarak analiz için hazır hâle gelir.

NOT

1 milyon miligramda 1 miligramlık derişim 1 ppm'e eşittir. Suyun özkütlesi yaklaşık 1 g/mL olduğundan 1 L su 1 kg kabul edilebilir. Bu nedenle mg/L cinsinden derişim ile ppm derişim aynı değerdedir.

Kör Çözeltinin Hazırlanması

Kör çözelti, standart çözeltiler ve analiz edilecek çözeltideki demir iyonlarının dışında her maddeyi aynı derişimde içermelidir. 100 mL'lik balon jojeye 20 mL saf su, 1-2 damla derişik HNO_3 ve 10 mL CH_3COONa çözeltisi konur. Birkaç mL HCl çözeltisi eklenerek tampon çözelti oluşması sağlanır. Çözeltinin pH'ı kontrol edilir. Üzerine 10 mL $NH_2OH.HCl$ çözeltisi ve 10 mL ortofenantrolin çözeltisi eklenip saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Numuneden alınan 2-3 mL çözelti (Kaç mL olduğu tam olarak kaydedilmelidir.) içinde 1-2 damla derişik HNO_3 çözeltisi eklenmiş 20 mL saf su bulunan 100 mL balon jojeye aktarılır. Üzerine 10 mL CH_3COONa çözeltisi ve birkaç mL HCl çözeltisi eklenerek standart çözeltiler ve kör çözelti ile aynı pH'a tamponlanır. 10 mL $NH_2OH.HCl$ çözeltisi eklenip 5 dakika kadar beklenir. Tüm demir türlerinin Fe^{2+} hâline gelmesi sağlanır. Üzerine 10 mL ortofenantrolin çözeltisi ilave edilerek saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. 10 dakika kadar beklendiği zaman oluşan kompleksten dolayı çözelti kırmızı-turuncu renk alır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Spektrofotometrik Demir Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntemle demir derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, analitik terazi, cam huni, beher, spatül.

Kimyasal Maddeler: Standart demir(III) çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti ve standart çözeltilerin hazırlanışına dikkat ederek aynı şekilde numune çözeltisini spektrofotometrik ölçüm için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 510 nm dalga boyunda sıfırlama ayarını yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 510 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda **verilen milimetrik kâğıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 510 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin demir derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

1.3.2. Spektrofotometrik Yöntemle Fosfat Analizi

Çok düşük derişimli numunelerde fosfat iyonu spektrofotometrik yöntemle analiz edilebilir. Fosfat iyonu amonyum molibdat [$(NH_4)_2MoO_4$] ile sarı renkli amonyum fosfomolibdat oluşturur. Fosfat derişimi yüksekse bu renk fosfatın çıplak gözle nitel olarak tespitini sağlayacak kadar belirgindir. Çok düşük derişimlerde fosfat içeren çözeltilerde renk belirsiz olur. Ortamda amonyum metavanadat (NH_4VO_3) bulunması hâlinde düşük derişimlerde fosfat varlığında dahi belirgin sarı renkli vanadomolibdofosforik asit çözeltisi elde edilir. Bu çözelti 410, 460 ve 480 nm dalga boylarında şiddetli absorbsiyon yapar. Bu dalga boylarından birinde absorbansının ölçülmesi ile fosfat analizi yapılır.

Analizin Yapılışı

Spektrofotometrik fosfat analizi, demir analizi ile aynı şekilde yapılır. Belirli derişimde fosfat içeren bir seri standart çözeltinin absorbanslarından yararlanılarak kalibrasyon eğrisi elde edilir. Numunenin absorbansının bu grafikteki karşılığına bakılarak fosfat derişimi belirlenmiş olur.

Standart çözeltilerin absorbansları ölçülmeden önce kör çözelti ile cihazın sıfırlanması unutulmamalıdır.

Absorbansı ölçülen numune çözeltisi renklendirilmesi sırasında standart çözeltilerin hazırlanışında olduğu gibi seyrelmiş olacağından orijinal çözeltinin derişimi $C_1.V_1 = C_2.V_2$ bağıntısıyla hesaplanır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Fosfat Çözeltisi

100 mg/L olacak şekilde hazırlanır. Fosfat iyonunun çözünür bileşikleri primer fosfat ($H_2PO_4^-$) hâlindedir. Bu iyonun herhangi bir alkali metal tuzu stok fosfat çözeltisi hazırlamak için kullanılabilir.

Örneğin KH_2PO_4 bileşiğinin bir molü 136 g'dır ve 95 g fosfat bulunur. O hâlde 100 mg (0,1 g) fosfat içeren bileşik kütlesi aşağıdaki gibi belirlenebilir.

$$\begin{array}{ll} 95\ g\ PO_4^{3-} & 136\ g\ KH_2PO_4 \\ 0{,}1\ g\ PO_4^{3-} & m\ g\ KH_2PO_4 \end{array}$$

$$m = \frac{0{,}1 \cdot 136}{95} = 0{,}143\ g \text{ bulunur.}$$

100 mg/L fosfat çözeltisi, 0,143 g KH_2PO_4 bileşiğinin yeterli miktarda 2,5 M nitrik asit çözeltisinde çözülüp saf su kullanılarak 1 L'ye tamamlanmasıyla elde edilebilir.

Renk Verici Çözelti

Amonyum molibdat [$(NH_4)_2MoO_4$] çözeltisi 40 g amonyum molibdatın 300 mL sıcak saf suda çözülüp soğutulduktan sonra hacminin saf su kullanılarak 500 mL'ye tamamlanması ile elde edilir.

Amonyum metavanadat (NH_4VO_3) çözeltisi 1,25 g amonyum metavanadatın 300 mL sıcak saf suda çözülüp soğutulduktan sonra hacminin saf su kullanılarak 500 mL'ye tamamlanması ile hazırlanır.

Standart Çözeltilerin ve Kör Çözeltinin Hazırlanması

Hazırlanan stok çözeltiden fosfat derişimi 0-20 mg/L arasında olacak şekilde bir seri renklendirilmiş çözelti elde edilir.

Altı adet 100 mL'lik balon joje alınır. Birincisi kör çözelti, diğerleri standart seri çözeltiler olacak şekilde etiketlenir. Standart seri çözeltilerin hazırlanacağı beş balon jojeye sırasıyla 4, 8, 12, 16 ve 20 mL stok çözelti eklenir. Üzerlerine balon jojelerin yarısına kadar saf su koyulup 10 mL amonyum molibdat ve 10 mL amonyum metavanadat çözeltileri eklendikten sonra saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Kör çözelti için ayrılan balon jojeye ise 20 mL saf su ve 5 damla 2,5 M nitrik asit çözeltisi eklendikten sonra 10 mL amonyum molibdat ve 10 mL amonyum metavanadat çözeltileri eklenip 100 mL'ye tamamlanır.

Standart çözeltilerin derişimleri

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısıyla hesaplanır.

Hesaplamaların doğru yapılması kalibrasyon grafiğinin çizilmesi için önemlidir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Orijinal çözeltiden alınan birkaç mL çözelti (Kaç mL olduğu tam olarak kaydedilmelidir.) içinde 20 mL saf su bulunan 100 mL'lik balon jojeye alınır. Orijinal numune çözeltisi hazırlanırken HNO_3 çözeltisi kullanılmamışsa 5 damla 2,5 M HNO_3 çözeltisi eklenir. Üzerine 10 mL amonyum molibdat ve 10 mL amonyum metavanadat çözeltisi eklenip saf su ile hacmi 100 mL'ye tamamlanır. Numune çözeltisinin absorbansı ölçülüp derişimi hesaplandıktan sonra

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısıyla orijinal çözeltinin derişimi hesaplanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Spektrofotometrik Fosfat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntemle fosfat derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, beher, analitik terazi, spatül, cam huni.

Kimyasal Maddeler: Standart fosfat çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti ve seri standart çözeltilerin hazırlanışını dikkate alarak aynı şekilde numune çözeltisini spektrofotometrik ölçüm için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 460 nm dalga boyunda sıfırlama yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 460 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 460 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

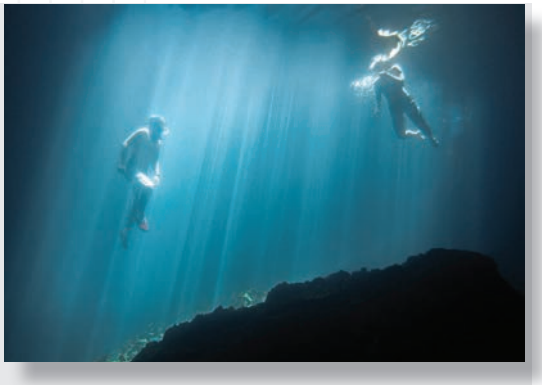
Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin fosfat derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

1.3.3. Spektrofotometrik Yöntemle Sülfat Analizi



Görsel 1.19: Su altında Tyndall etkisi

Sülfat iyonu, kloroanilik asit metodunda baryum kloroanilat tuzuyla çöktürülerek analiz edilebilir. Çözeltide kalan hidrojen kloroanilat iyonu 332 nm ve 530 nm de şiddetli absorbsiyon yapar ancak bu yöntemde baryumdan başka, çözeltide bulunabilecek katyonlar kloroanilik asit ile renkli ve az çözünür tuzlar oluşturabilir. Bu da analiz sonucunu etkiler. Bu nedenle analizden önce çözeltinin katyon değiştirici reçineden geçirilerek bulunabilecek katyonların uzaklaştırılması gerekir.

Sülfat analizi için uygulanabilecek diğer bir yol da türbidimetrik metottur. **Türbidimetri**, ortamda bulunan kolloidal boyuttaki taneciklerin ve ince süspansiyonların ışığı saçması sonucu oluşan bulanıklık derecesinin ölçülmesine dayalı analizdir. Kolloidal tanecik yoğunluğu ne kadar fazlaysa ışık o kadar çok saçılacağından dedektöre ulaşan ışık miktarı azalır. Bu durumda spektrofotometre, ışık absorbsiyonu gerçekleşmese de bir absorbans değeri verir.

Işığın kolloidal ortamda saçılmasına **Tyndall (Tindal) saçılması** denir (Görsel 1.19).

Analizin Yapılışı

Sülfat iyonunun türbidimetrik analizi, sülfatın $BaCl_2$ katısı eklenerek çöktürülmesiyle oluşan ince süspansiyonun absorbans değerinin spektrofotometrede ölçümüne dayanır. Normal absorbans ölçümlerinde olduğu gibi standart seri çözeltilerin verdiği absorbans değerlerinden yararlanılarak bir kalibrasyon eğrisi çizilir ve numunenin verdiği absorbans değerinin grafikte karşılık geldiği derişim değerine bakılarak analizi yapılır. Spektrofotometrik yöntemle 1-200 mg/L arasında sülfat içeren çözeltilerin analizi yapılabilir. Askıda kalan $BaSO_4$ dışındaki maddeler girişim yaparak analizin hassasiyetini azaltır. Spektrofotometrik sülfat analizi 420 nm dalga boyunda yapılır. Oluşan süspansiyon bekledikçe dibe çökeceğinden ölçümler, çözeltiye $BaCl_2$ eklenip karıştırıldıktan hemen sonra yapılmalı çözelti 5 dakikadan fazla bekletilmemelidir.

Çözeltilerin Hazırlanması

Asetatlı Tampon Çözelti

30 g $MgCl_2.6H_2O$, 5 g $CH_3COONa.3H_2O$, 1 g KNO_3 ve 20 mL saf CH_3COOH maddeleri 500 mL saf suda çözülerek litrelik balon jojede saf su ile bir litreye tamamlanır.

Stok Sülfat Çözeltisi

Na_2SO_4 kullanılarak 100 mg/L (0,1 g/L) sülfat çözeltisi hazırlanır. 1 mol Na_2SO_4 142 g'dır ve 96 g SO_4^{2-} içerir. 1 L çözelti için gereken Na_2SO_4 kütlesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\begin{array}{ll} 96\ g\ SO_4^{2-} & 142\ g\ Na_2SO_4 \\ 0,1\ g\ SO_4^{2-} & m\ g\ Na_2SO_4 \end{array}$$

$$m = \frac{0,1 \cdot 142}{96} = 0,1479\ g \text{ bulunur.}$$

0,1479 g Na_2SO_4 tartılır. 1 litrelik balon jojede saf su ile çözülerek litreye tamamlanır.

Standart Çözeltilerin ve Kör Çözeltinin Hazırlanması

Hazırlanan stok çözeltiden sülfat derişimi 0-50 mg/L arasında olacak şekilde bir seri çözelti elde edilir. Kör çözelti olarak 50 mL saf su üzerine 10 mL tampon çözelti eklenmesi ile elde edilen çözelti kullanılır. Bu çözelti cihaza yerleştirilerek absorbans değeri sıfırlanır. Standart seri çözeltilerin hazırlanması için 5 adet 50 mL balon joje alınır. Balon jojelere stok sülfat çözeltisinden 1-25 mL arasında farklı hacimlerde alınarak üzeri ölçü çizgisine kadar saf su ile tamamlanır. Hazırlanan her çözeltide sülfat derişimi

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısıyla hesaplanarak etiketlerine yazılır.

Ölçümler için her standart çözelti teker teker bir behere alınır. Üzerlerine 10 mL tampon çözelti eklendikten sonra 1 g katı $BaCl_2$ ilave edilir. 1 dakika karıştırılan çözelti küvete alınır ve absorbans ölçümü yapılır. Karıştırma hızının 1 dakika boyunca sabit kalması için manyetik karıştırıcı kullanılabilir. Bu analiz yapılırken $BaCl_2$ katısının eklenmesiyle oluşan süspansiyonun bekletilmemesi süspansiyonun dibe çökmemesi açısından önemlidir. Bu nedenle tüm standart çözeltilere aynı anda $BaCl_2$ eklenmez. Bir çözeltiye $BaCl_2$ eklenip 1 dakika karıştırdıktan sonra ölçüm yapılır sonra diğer çözeltiye geçilir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Orijinal çözeltiden alınan birkaç mL çözelti (Kaç mL alındığı kaydedilmelidir.) 50 mL'lik balon jojeye aktarılıp ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulmasıyla hazırlanır. Çözelti bir behere alınır. Üzerine 10 mL tampon çözelti eklendikten sonra 1 g $BaCl_2$ katısı ilave edilerek 1 dakika karıştırılır. Küvete alınıp absorbans ölçümü yapılır. Ölçüm sonrası kalibrasyon eğrisinden yararlanılarak bulunan derişim

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısında yerine konularak orijinal çözeltinin derişimi hesaplanır.

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Türbidimetrik Sülfat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntemle sülfat derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 50 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, beher, analitik terazi, spatül, cam huni, baget, manyetik karıştırıcı.

Kimyasal Maddeler: Standart sülfat çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, katı $BaCl_2$ saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti, standart seri çözelti ve numuneyi hazırlanış kurallarına uygun olarak spektrofotometrik analiz için hazırlayınız.
3. Kör çözelti ile 420 nm dalga boyunda sıfırlama yapınız.
4. Standart seri çözeltilere teker teker tampon çözelti ve 1 g katı $BaCl_2$ ekleyip karıştırdıktan sonra 420 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisine tampon çözelti ve 1 g katı $BaCl_2$ ekleyip karıştırdıktan sonra 420 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin sülfat derişimini hesaplayınız.**

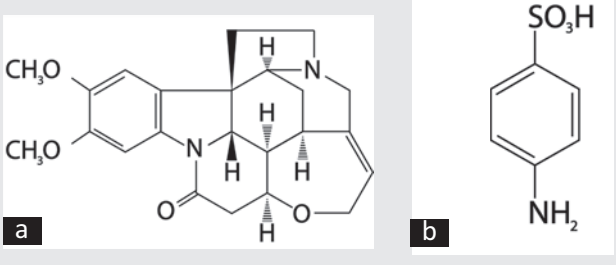
1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

1.3.4. Spektrofotometrik Yöntemle Nitrat Analizi

Nitrat iyonunun nicel analizinde spektrofotometrik yöntemler kullanılmaktadır. Uygulanan yöntemlerden birinde doğrudan nitrat içeren standart seri çözeltilerin 200-300 nm dalga boyları aralığında iki ayrı dalga boyunda absorbansı ölçülüp aradaki farklardan yararlanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir. Aynı şekilde numune çözeltisinin absorbansı ölçülerek hesaplama yapılır. Diğer yöntemlerde ise uygun kimyasal maddelerle (indigo karmin, brusin-sülfanilik asit veya fenoldisülfonik asit) oluşturduğu renkli çözeltilerin absorbansının ölçülmesi ile analiz yapılır.

Analizin Yapılışı

Nitrat iyonu, brusin-sülfanilik asit ile sarı renkli bir çözelti oluşturur. Bu çözelti 410 nm dalga boyuna maksimum absorbans gösterir. Farklı derişimlerde nitrat içeren standart çözeltilerin 410 nm dalga boyundaki absorbanslarından elde edilen kalibrasyon grafiği üzerinde numune çözeltisinden elde edilen absorbansa karşılık gelen derişim değeri okunarak analiz yapılır. Numunede klorür varsa girişim yapar. Bunu önlemek için analiz yapılan numuneye sodyum arsenit çözeltisi eklenir.



Görsel 1.20: a) Brusin b) Sülfanilik asit

Çözeltilerin Hazırlanması

Brusin-Sülfanilik Asit Çözeltisi

1 g brusin ($C_{23}H_{26}N_2O_4$) ve 0,1 g sülfanilik asit ($C_6H_4NH_2SO_3H$) 70 mL sıcak saf suda çözülür (Görsel 1.20). Üzerine 3 mL derişik HCl eklenir ve soğutulur. Saf su ile hacmi 100 mL'ye tamamlanır. Yavaş yavaş oluşan pembe renk sonucu etkilemez. Bu çözelti uzun süre kullanılabilir.

Sülfürik Asit Çözeltisi

500 mL derişik sülfürik asit, 125 mL saf suya yavaş yavaş eklenerek soğutulur. Nem çekmemesi için ağzı kapatılır.

Stok Nitrat Çözeltisi

100 mg/L (0,1 g/L) nitrat içerecek şekilde KNO_3 ($101\ g.mol^{-1}$) katısının saf suda çözülmesiyle hazırlanır. 1 mol KNO_3 bileşiğinde 62 g NO_3^- bulunur. 1 L çözelti hazırlamak için gereken KNO_3 miktarı aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$\begin{array}{cc} 62\ g\ NO_3^- & 101\ g\ KNO_3 \\ 0,1\ g\ NO_3^- & m\ g\ KNO_3 \end{array}$$

$$m = \frac{0,1 \cdot 101}{62} = 0,1629\ g \text{ bulunur.}$$

0,1629 g kurutulmuş KNO_3 katısı tartılır. 1 litrelik balon jojede saf su ile çözülerek litreye tamamlanır.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Hazırlanan stok çözeltiden, nitrat derişimi 0-10 mg/L olan bir seri çözelti, brusin-sülfanilik asit ile renklendirilir ve absorbansları ölçülür.

6 adet 100 mL'lik balon joje alınır. Her birine stok nitrat çözeltisinden 1-10 mL arasında farklı hacimlerde çözelti aktarılıp saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Bu şekilde elde edilen çözeltilerin derişimleri

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısıyla hesaplanarak etiketlerine yazılır.

Her balon jojedeki çözeltiden ayrı ayrı 2 mL çözelti alınır ve üzerlerine birer mL brusin-sülfanilik asit eklenir. Beherdeki 10 mL sülfürik asit çözeltisinin üzerine bu karışımdan yavaş yavaş eklenir. 10 dakika karanlık bir yerde bekletildikten sonra üzerine dikkatlice 10 mL saf su eklenir ve 20-30 dakika daha karanlıkta dinlendirilir.

Kör Çözeltinin Hazırlanması

Bir deney tüpüne 2 mL saf su, 1 mL brusin-sülfanilik asit konur. 50 mL'lik bir behere 10 mL sülfürik asit çözeltisi konur ve üzerine hazırlanan saf su-brusin sülfanilik asit karışımı yavaş yavaş eklenir. Karanlık bir yerde 10 dakika bekletilen çözeltinin üzerine 10 mL saf su eklenir ve 20-30 dakika daha karanlıkta dinlendirilir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Orijinal numuneden 2 mL alınarak standart seri çözeltilerle aynı şekilde analiz çözeltisi hazırlanır. Bu çözeltiyi fazla seyreltmeye gerek olmadığı için analizde okunan değer doğrudan orijinal çözeltinin derişimini verir.

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Spektrofotometrik Nitrat Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Spektrofotometrik yöntemle nitrat derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, analitik terazi, beher, spatül.

Kimyasal Maddeler: Standart nitrat çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti ve seri standart çözeltilerin hazırlanışını dikkate alarak aynı şekilde numune çözeltisini spektrofotometrik ölçüm için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 410 nm dalga boyunda sıfırlama ayarını yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 410 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 410 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin nitrat derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. **450 nm dalga boyuna sahip mavi ışığın frekansını hesaplayınız.** ($c=3.10^8$ $m.s^{-1}$)

2. **100 MHz frekansta yayın yapan bir FM radyo istasyonundan yayılan radyo dalgalarının dalga boyu kaç m'dir?** (1 MHz=10^6 Hz, $c=3.10^8$ $m.s^{-1}$)

3. **Dalga boyu 600 nm olan bir ışımanın foton enerjisini hesaplayınız.**
($c=3.10^8$ $m.s^{-1}$, $h=6,626.10^{-34}$ J.s)

4. 600 nm dalga boyunda yapılan spektrofotometrik analizde ışığın numune içerisindeki geçirgenliği 0,55 olarak ölçülmüştür. **Çözeltinin absorbans değerini hesaplayınız.**

5. Molar absorbsivite katsayısı (ε) 2.10^4 $cm^{-1}M^{-1}$ olan bir absorblayıcı türün 1 cm'de absorbansı 0,8'dir. **Bu çözeltinin derişimi kaç molardır?**

6. Şehir şebeke suyunda nitrat analizi için spektrofotometrik analizde kör çözeltiye göre sıfırlanmış cihazda farklı derişimlerde standart çözeltilerin 410 nm'de absorbans ölçümü yapılıyor.

NİTRAT DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS DEĞERLERİ
2	0,059
6	0,178
8	0,238
16	0,474
20	0,591

Absorbans değeri 0,34 olarak ölçülen çözelti orijinal numuneden alınan 10 mL örneğin 100 mL'ye seyreltilmesi ile elde edilmiştir. **Orijinal çözeltideki nitrat konsantrasyonunu belirleyiniz.**

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Aşağıda bazı dalga parametrelerinin tanımları verilmiştir.

I. Birbirini takip eden iki dalganın özdeş iki noktası arasındaki mesafedir.

II. Bir noktadan 1 saniyede geçen dalga sayısıdır.

III. Yayılan bir dalganın tepe noktasının, dalganın yayılma düzleminden yüksekliğidir.

IV. Bir noktadan ardışık iki dalganın geçmesi için gereken süredir.

Bu bilgilere göre aşağıdakilerden hangisi tanımlanmamıştır?

A) Dalga boyu B) Frekans
C) Genlik D) Işık hızı
E) Periyot

2. I. Kızılötesi dalgalar
II. Morötesi dalgalar
III. Radyo dalgaları

Yukarıda verilen elektromanyetik dalgalardan hangileri ışık hızı ile yayılır?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

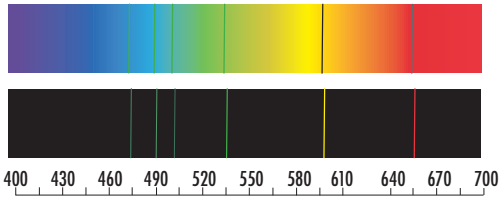
3. Absorblayıcı bir maddenin 0,002 $g.L^{-1}$ derişimli çözeltisinin 2,5 cm ışık yollu bir hücrede absorbansının 0,046 olduğu görülüyor. **Buna göre bu türün absorbtivite katsayısı kaçtır?**

A) 4,6 B) 6,9
C) 9,2 D) 11,5
E) 13,4

4. Ateş böcekleri gece ışık vermesi ile tanınır. Karın bölgelerinde bulunan özel hücrelerde lüsiferin adlı kimyasal madde üretilir. Bu madde özel enzimlerle yükseltgendiğinde spektrumun görünür bölgesinde ışıma yapar.
Yukarıda bahsedilen olay hangi emisyona örnektir?

A) Absorpsiyon
B) Biyolüminesans
C) Floresans
D) Fosforesans
E) Fotolüminesans

5. Aşağıda karbon atomuna ait spektrum çizgileri verilmiştir.



Buna göre;

I. Emisyon ve absorbsiyon spektrumları eşittir.

II. Atomik absorpsiyon ve atomik emisyon olayı gerçekleşmiştir.

III. Karbon, morötesi bölgede ışıma yapmamıştır.

bilgilerinden hangileri kesinlikle doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III



KONULAR

- 2.1. KOLORİMETRİ
- 2.2. KOLORİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

2. ÖĞRENME BİRİMİ

KOLORİMETRE

Temel Kavramlar

- Kolorimetri
- Nessler Reaktifi

1 BÖLÜM

KOLORİMETRİ



Neler Öğreneceksiniz?

- Kolorimetri
- Kolorimetre

2.1. KOLORİMETRİ



Görsel 2.1: Vücudun su ihtiyacının idrar rengine etkisi

Kolorimetri kelimesi renk ölçümü anlamına gelir. Elektromanyetik spektrumun görünür bölgesindeki bir ışığı soğuran saydam maddeler veya yine bu bölgede bir dalga boyu aralığını yansıtan maddeler renkli görünür. Görünür bölgede soğurma yapmayan bir çözelti renksiz görünürken görünür bölgenin tümünü yansıtan bir yüzey beyaz görünmektedir.

Sulu çözeltiler, içinde çözünmüş hâlde bulunan maddelerden dolayı renkli görünebilir. Örneğin $CuSO_4$ çözeltisi mavi renkli iken MnO_4^- iyonları içeren çözelti mor renkli görünür. Çözelti derişimi ne kadar fazlaysa renk o kadar koyu olur. İdrar, içindeki ürokrom (İngilizce urine: idrar, chroma: renk) maddelerden dolayı sarı renklidir. Birey çok fazla su tüketirse idrardaki bu maddeler oldukça seyreltik olacağından idrar çok açık renkli olacaktır. Suyun çok az tüketildiği durumlarda ise idrardaki renk verici maddelerin derişimleri çok fazla olur. Bu durum idrarın koyu renkli olmasına sebep olur. Koyu idrar rengi su tüketiminin artırılması gerektiğinin işaretidir (Görsel 2.1).

Kolorimetrik analizler, çok eski tarihlerde renkli çözeltilerin derişimlerinin derişimi bilinen çözeltilerle kıyaslanmasına dayalı olarak çıplak gözle yapılıyordu. Derişimi bilinen çözeltiler ile derişimi bilinmeyen çözelti, aynı kalınlıkta saydam kaplar içerisine konularak renklerinin kıyaslanması ile istenen çözeltinin derişiminin hangi aralıkta olduğu belirlenebiliyordu. Aynı boyutlardaki deney tüpleri ya da Nessler (Nesler) tüpleri bu amaçla kullanılmaktaydı.

NOT

İdrar rengi, insanın sağlık durumu hakkında bilgi verebilir. Vücudun su ihtiyacının dışında; idrar yolu enfeksiyonları, böbrek ve karaciğer rahatsızlıkları, kullanılan ilaçlar ve besinler idrarın renginin farklı olmasına sebep olur. Başka bir belirti olmadan sadece idrar rengindeki değişiklik doktora gitmek için yeterli bir sebeptir.

NOT

Boya üretiminde elde edilen boyanın, diş, cilt gibi farklı yüzeylerden yansıyan ışığın tam renginin belirlenmesine de kolorimetri adı verilir. Bu ölçüm absorbans ölçümüne dayalı olmadığından konu ile ilgisi yoktur. Bilgisayar monitörü, TV, cep telefonu ekranı gibi araçların renk kalibrasyonu da bu yöntemle yapılır (Görsel 2.2).



Görsel 2.2: Bilgisayar monitörünün renk testi

2 BÖLÜM

KOLORİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Kolorimetrik Yöntemle Demir Analizi
- Kolorimetrik Yöntemle Amonyak Analizi

2.2. KOLORİMETRİK ANALİZ UYGULAMALARI

Spektrofotometreler, insan gözünden çok daha hassas bir şekilde kolorimetrik analiz yapabilmektedir. Spektrofotometre ile yapılan analizler yine moleküler absorbans ölçümüne dayalı analizlerdir (Görsel 2.3). Bu nedenle yapılma prensibi aynıdır. Uygulanabilecek en basit yöntem numunenin absorbans değerini bir seri standart çözeltinin absorbansı ile karşılaştırarak derişimin belirlenmesi şeklindedir. Standart seri çözeltiler ve kör çözelti aynı şekilde hazırlanıp kalibrasyon grafiği elde edilir. Bu grafik üzerinde analiz edilen numunenin absorbansından derişimi belirlenir. Numune çözeltisi hazırlanırken seyreltilmişse orijinal çözeltinin derişimi bu durum dikkate alınarak hesaplanır. UV-görünür bölge spektrofotometrisinde morötesi bölgede de çalışılabilirken kolorimetre sadece görünür bölgedeki analizleri kapsar.



Görsel 2.3: Numunenin hazneye yerleştirilmesi

2.2.1. Kolorimetrik Yöntemle Demir(II) Analizi

Kolorimetrik demir(II) analizi, spektrofotometrik demir analizi ile aynı şekilde yapılır. Yöntem demir(II) iyonlarının ortofenantrolin çözeltisi ile oluşturduğu kompleksin absorbansının ölçülmesi prensibine dayanır. Ortama hidroksilamin hidroklorür (NH_2OH-HCl) eklenerek demir(II) iyonlarının demir(III) iyonlarına yükseltgenmesinin önüne geçilmelidir.

Analizin Yapılışı

Belirli derişimdeki seri demir(II) iyonlarının ortofenantrolin ile oluşturduğu kompleks çözeltilerinin 510 nm dalga boyunda absorbansı, kör çözelti ile sıfırlanan cihazda ölçülür. Elde edilen verilerle kalibrasyon grafiği çizilir. Numune ile hazırlanan çözeltinin absorbansının grafikte karşılık geldiği derişim bulunur ve seyreltme miktarına göre orijinal çözeltinin derişimi hesaplanır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Demir(III) Çözeltisi

100 mg/L olacak şekilde hazırlanır. Suda çözünen, formülü bilinen bir bileşiğiyle ya da 0,1 g demir metalinin uygun şekilde çözülmesiyle hazırlanabilir. Bunun için 0,1 g demir tel 10 mL 1:1 oranında seyreltilmiş HCl çözeltisinde çözülür. Tamamen demir(III)'e yükseltgenmesi için 5 mL derişik HNO_3 çözeltisi eklenip 1 L balon jojeye alınır. Hacim 1 L'ye tamamlanır.

Hidroksilamin Hidroklorür ($NH_2OH.HCl$) Çözeltisi

Kütlece %10'luk olacak şekilde hazırlanır.

Ortofenantrolin Çözeltisi

Her 1 L suda 1 g ortofenantrolin monohidrat çözülmesiyle hazırlanır.

Sodyum Asetat (CH_3COONa) Çözeltisi

Doygun sulu çözeltisi hazırlanır.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

100 mL'lik 5 adet balon joje alınır ve içine stok demir(III) çözeltisinden 2, 4, 6, 8, 10 mL konur. Her bir balon jojeye 10 mL CH_3COONa ve birkaç mL HCl çözeltisi çözeltisi eklenerek pH 3,5-4 civarına tamponlanması sağlanır. Çözeltinin pH'ı kontrol edilir. Elde edilen çözeltilere 10 mL hidroksilamin hidroklorür eklenir. Fe^{3+} iyonlarının Fe^{2+} iyonlarına indirgenmesi için 5 dakika kadar beklenir. Balon jojelerin tümüne 10 mL ortofenantrolin çözeltisi eklenir ve saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Her standart çözelti için Fe^{2+} derişimi hesaplanıp not edilir.

Kör Çözeltinin Hazırlanması

Kör çözelti, standart çözeltiler ve analiz edilecek çözeltilerde demir iyonları dışında bulunan her maddeyi aynı derişimde içermelidir. 100 mL'lik balon jojeye 20 mL saf su, 1-2 damla derişik HNO_3 ve 10 mL CH_3COONa çözeltisi konur. Birkaç mL HCl çözeltisi eklenerek tampon çözelti oluşması sağlanır. Çözeltinin pH'ı kontrol edilir. Üzerine 10 mL $NH_2OH.HCl$ çözeltisi eklenir. 10 mL ortofenantrolin çözeltisi eklenip saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Numuneden alınan 2-3 mL çözelti (Kaç mL olduğu tam olarak kaydedilmelidir.) içinde 1-2 damla derişik HNO_3 çözeltisi eklenmiş 20 mL saf su bulunan 100 mL'lik balon jojeye aktarılır. Üzerine 10 mL CH_3COONa çözeltisi, birkaç mL HCl çözeltisi eklenerek standart çözeltiler ve kör çözelti ile aynı pH'ta olacak şekilde tamponlanır. 10 mL $NH_2OH.HCl$ çözeltisi eklenip 5 dakika kadar beklenir. Tüm demir türlerinin Fe^{2+} hâline gelmesi sağlanır. Üzerine 10 mL ortofenantrolin çözeltisi ilave edilerek saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. 10 dakika kadar beklendiği zaman oluşan kompleks nedeniyle çözelti kırmızı-turuncu renk alır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Demir Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Kolorimetrik yöntemle demir derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel, analitik terazi, beher, spatül, cam huni.

Kimyasal Maddeler: Standart demir çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti, standart seri çözelti ve numuneyi hazırlanış kurallarına uygun olarak spektrofotometrik analiz için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 510 nm dalga boyunda sıfırlama ayarını yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 510 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 510 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin demir derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

2.2.2. Kolorimetrik Yöntemle Amonyak Analizi

Amonyak analizi, amonyağın Nessler reaktifi denilen $[HgI_4]^{2-}$ kompleksi ile oluşturduğu sarı renkli çözeltinin absorbansının ölçülmesi ile yapılır.

$$NH_3 + 2[HgI_4]^{2-} \rightarrow \underset{\text{Sarı}}{H_2NHg_2I_3} + HI + 4I^-$$

Nessler reaktifi, bazik ortamda (NaOH veya KOH) hazırlandığı için tepkimede oluşan HI hemen nötralize olur. Amonyak içeren çözelti ile Nessler reaktifi karıştırıldıktan sonra kısa zamanda ölçümlerin yapılması gerekir aksi hâlde meydana gelen $H_2NHg_2I_3$ bileşiği çöker. Nessler reaktifi, NaOH veya KOH'li ortamda hazırlandığı için amonyum iyonlarını da NH_3 a dönüştürerek aynı reaksiyonu verir. Bu sayede amonyumun nitel ve nicel analizi bu reaktifle yapılabilir.

Analizin Yapılışı

Suda çözünür bir amonyum tuzunun farklı derişimlerde çözeltileri hazırlanır. Bu çözeltiler Nessler reaktifi ile tepkimeye sokulur. Oluşan karışımın 425 nm dalga boyunda absorbans ölçümleri yapılıp kalibrasyon grafiği çizilir. Numunenin absorbansı standart çözeltilerle aynı şekilde ölçülüp kalibrasyon grafiğinde karşılık gelen derişim bulunur. Numune çözeltisi hazırlanırken seyreltme miktarından yararlanarak orijinal çözeltinin amonyak derişimi

$$C_1.V_1=C_2.V_2$$

bağıntısı kullanılarak belirlenir.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok NH_3 Çözeltisi

10 mg/L (0,01 g/L) NH_3 içerecek şekilde hazırlanır. Doğrudan NH_3 kullanılarak kesin derişimi bilinen çözelti hazırlanamayacağından $(NH_4)_2SO_4$ (132 g.mol^{-1}) gibi saf bir tuz kullanılmalıdır.

132 g $(NH_4)_2SO_4$ bileşiğinde 34 g NH_3 bulunur.

m g $(NH_4)_2SO_4$ bileşiğinde 0,01 g NH_3 bulunur.

$$m=\frac{0,01\cdot 132}{34}=0,03882 \text{ g}$$

0,03882 g $(NH_4)_2SO_4$ ın tartılması oldukça zordur. Bu nedenle önce derişik çözelti hazırlayıp sonra seyreltmek tercih edilebilir. 0,3882 g $(NH_4)_2SO_4$ suda çözülerek hacmi 100 mL'ye tamamlanır. Çözeltide 0,1 g NH_3 bulunmaktadır. Bu çözeltiden 10 mL alınıp 1 L'lik balon jojeye aktarılır. Saf su ile 1 L'ye tamamlanarak 0,01 g/L NH_3 çözeltisi hazırlanmış olur.

Potasyum Hidroksit Çözeltisi (KOH)

Saf sudaki %15'lik çözeltisi hazırlanır.

15 g KOH katısı hassas terazide tartıldıktan sonra 85 mL saf su ile karıştırıldığında kütlece %15'lik çözelti elde edilir.

Sodyum Hidroksit Çözeltisi (NaOH)

Saf sudaki %10'luk çözeltisi hazırlanır.

10 g NaOH katısı ve 90 g saf su hassas terazide tartıldıktan sonra karıştırıldığında kütlece %10'luk çözelti elde edilir.

Nessler Reaktifi

6 g HgI_2 katısı üzerine tamamen çözününceye kadar kütlece %50'lik KI çözeltisi eklenir. Karışıma 80 mL %15'lik KOH çözeltisi ilave edilip saf su ile hacim 200 mL'ye tamamlanır. Karışım bir gece dinlendirildikten sonra kullanılır.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Kolorimetrik amonyak analizi için kullanılacak standart seri çözeltileri hazırlamak için beş adet 100 mL'lik balon joje alınır. Balon jojelere, pipet kullanılarak sırasıyla 2, 4, 6, 8 ve 10 mL stok NH_3 çözeltisi eklenir. Stok çözeltilerin bulunduğu her bir balon jojeye 2 damla NaOH çözeltisi ve 1 mL Nessler reaktifi ilave edilir. Saf su kullanılarak hacimleri 100 mL'ye tamamlandığında standart çözeltiler hazırlanmış olur. Bu çözeltilerin her birinde NH_3 derişimi

$$C_1.V_1 = C_2.V_2$$

bağıntısı ile hesaplanır.

Kör Çözeltinin Hazırlanması

Standart çözeltiler ve analizi yapılacak olan çözeltilerde amonyak dışında bulunan her bir maddeyi aynı derişimde içeren kör çözelti hazırlanmalıdır.

Kör çözelti için 100 mL'lik balon joje içine 2 damla NaOH çözeltisi ve 1 mL Nessler reaktifi eklenir. Saf su kullanılarak hacim 100 mL'ye tamamlanır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Analizde kullanılacak numune çözeltisini hazırlamak için orijinal numuneden alınan 1-10 mL arasında bir hacim (Kaç mL olduğu tam olarak kaydedilmelidir.) 100 mL'lik balon jojeye aktarılır. İçerisine 2 damla NaOH ve 1 mL Nessler reaktifi ilave edilir. Numune çözeltisi saf su kullanılarak 100 mL'ye tamamlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Amonyak Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Kolorimetrik yöntemle NH_3 derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Spektrofotometre cihazı, numune küvetleri, 100 mL'lik balon jojeler, pipet, piset, cetvel , cam huni, beher, baget, analitik terazi, spatül.

Kimyasal Maddeler: Standart NH_3 çözeltileri, kör çözelti, analize hazır numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Kör çözelti, standart seri çözelti ve numuneyi hazırlanış kurallarına uygun olarak spektrofotometrik analiz için hazırlayınız.
3. Kör çözeltiyi cihaza yerleştirip 425 nm dalga boyunda sıfırlama ayarını yapınız.
4. Standart seri çözeltilerin 425 nm dalga boyunda absorbans değerlerini ölçüp kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
5. Numune çözeltisinin 425 nm dalga boyunda absorbansını ölçünüz.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin NH_3 derişimini hesaplayınız.**

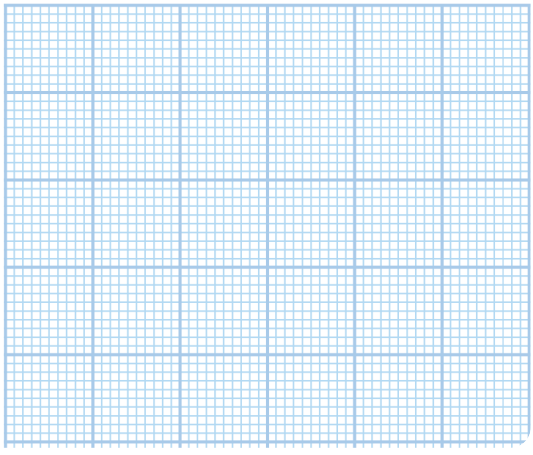
1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruyu cevaplandırınız.

1. Standart hazırlanan Fe(II) çözeltilerinin absorbans değerleri aşağıda verilmiştir. **Absorbans değeri 0,310 olan numunenin derişimini standart çözeltilerin absorbans değerlerinden yararlanarak bulunuz.**

Fe(II) DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS DEĞERLERİ
4	0,123
8	0,248
12	0,365
16	0,489
20	0,619



B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Renk ile ilgili**

I. Maddeler soğurduğu rengin tamamlayıcısı olan renkte görünür.
II. Görünür bölgede soğurma yapmayan maddeler siyah görünür.
III. Görünür bölgenin tümünü yansıtan maddeler beyaz görünür.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II C) I ve III
D) II ve III E) I, II ve III

Kolorimetrik amonyak analizi ile ilgili

I. Nessler reaktifi tepkimesiyle oluşan süspansiyonun absorbansı ölçülür.
II. 425 nm dalga boyunda absorbans ölçümünün standart çözeltilerle kıyaslanması ile yapılır.
III. NH_3 ile hazırlanan standart çözeltilerin absorbansı referans alınır.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) Yalnız II C) Yalnız III
D) II ve III E) I, II ve III

2. Elektromanyetik spektrumun görünür bölgesindeki, ışığı absorblayan maddelerin derişimlerini bulabilmek için, dalga boylarını ölçen yöntemdir.

Yukarıda tanımı verilen yöntem hangisidir?

A) Gravimetri B) Kolorimetri
C) Kromatografi D) Polarimetri
E) Volümetri

3. **Kolorimetrik demir analizi ile ilgili**

I. Demir(III) iyonları içeren çözeltinin doğrudan absorbans ölçümü yapılır.
II. $NH_2OH.HCl$ çözeltideki tüm demir iyonlarının Fe^{2+} halinde kalmasını sağlar.
III. Ortofenantrolin, demir(II) iyonlarının kompleks oluşturmasını önler.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız II B) Yalnız III
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III



KONULAR

- 3.1. ATOMİK SPEKTRUMLAR
- 3.2. ALEVLİ EMİSYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI

3. ÖĞRENME BİRİMİ

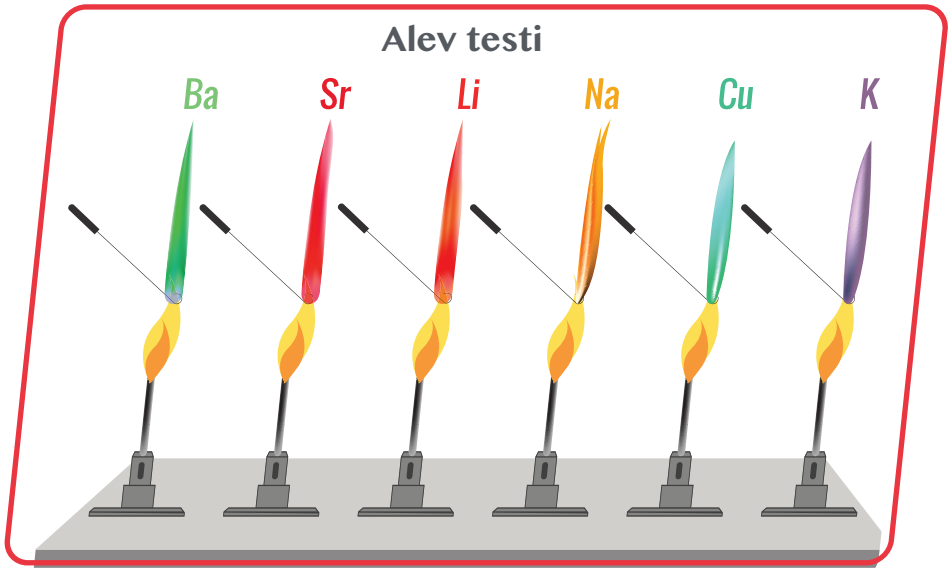
ALEV FOTOMETRESİ

Temel Kavramlar

- Alevli Emisyon Spektroskopisi
- Emisyon
- Radyasyon Tamponu
- Sisleştirme
- Temel Hâl
- Uyarılmış Hâl

1 BÖLÜM

ATOMİK SPEKTRUMLAR

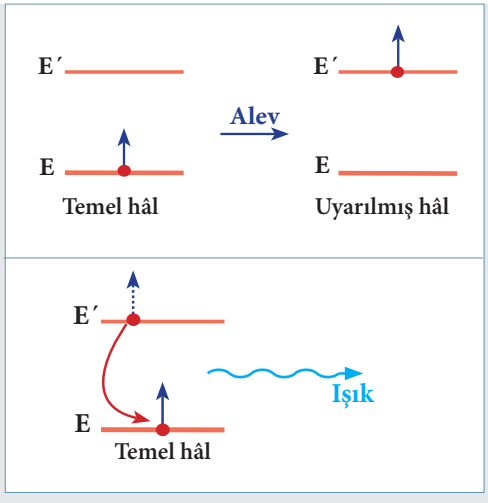


Neler Öğreneceksiniz?

- Alevli Emisyon Spektroskopisi
- Alev Fotometresi
- Alev Fotometresinin Kısımları ve Çalışma Prensipleri
- Kullanılan Çözeltiler

3.1. ATOMİK SPEKTRUMLAR

Bir çözelti içinde bulunan moleküllerin emisyon ve absorbsiyon spektrumları gibi tek atomların veya bazı iyonların da spektrumları kimyasal analizlerde kullanılabilir. Her elementin emisyon ve absorbsiyon spektrumları karakteristiktir. Diğer bir deyişle her element kendine özgü dalga boyunda ışımayı soğurabilir ve yayabilir. 70 kadar elementin kalitatif ve kantitatif analizi atomik spektroskopik yöntemlerle yapılabilmektedir.



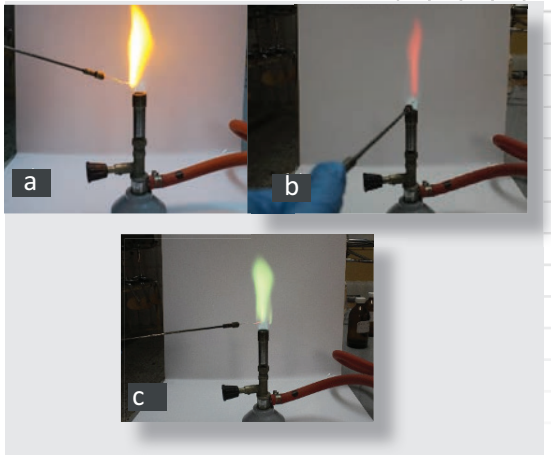
Görsel 3.1: Bir elektronun E seviyesinden E' seviyesine uyarılması ve temel hâle dönerken emisyon yapması

Atomik spektroskopi, tek atomların (veya bazı durumlarda Fe^+, Al^+, Mg^+ gibi iyonların) birbirinden tamamen ayrıldığı gaz hâlde gerçekleştirilir. Bunun için önce numunenin atomlaştırılması gerekir. Atomlaştırma, yüksek enerji gerektiren bir olaydır çünkü soy gazlar dışındaki elementlerin hiçbiri oda koşullarında monoatomik gaz hâlde bulunmaz. Metaller (cıva hariç), yarı metaller ve ametallerin bir kısmı katı hâlde bulunur. Ametallerin gaz hâlde bulunanları ise iki atomlu moleküller şeklindedir. Atomlaştırma basamağının verimi analizin duyarlılığı için belirleyicidir.

Atomlaştırma için en basit yöntem numunenin aleve tutulmasıdır (Görsel 3.1). Ucuz ve kolay bir yöntem olması nedeniyle farklı duyarlılıklarla da olsa periyodik tablodaki elementlerin yaklaşık yarısının analizinde kullanılabilir. Atomlaştırma işlemi alev dışında elektrotermal yolla (grafit fırın), indüktif eşleşmiş plazma (ICP) ve doğru akım plazma ile yapılmaktadır. Atomlaştırma tekniklerinin verimleri farklı olacağı için analiz duyarlılıkları da farklıdır.

3.1.1. Alevli Emisyon Spektroskopisi

Alevli emisyon spektroskopisi, alevde atomlaşan türlerin alev sıcaklığı ile uyarılıp birkaç mikrosaniye veya daha kısa bir sürede temel hâle dönerken yaptığı ışımanın ölçülmesine dayanır. Na, K, Ca, Sr, Ba ve Cu elementlerinin alev testi ile nitel analizi gözle yapılabilmektedir. Örneğin Na metali aleve parlak sarı renk verirken Ca kiremit kırmızısı, Cu parlak yeşil renk vermektedir (Görsel 3.2). Na metalinin parlak sarı rengi 3p orbitallerine uyarılan elektronun 3s orbitaline dönerken yaydığı 589 nm dalga boyundaki ışımadan kaynaklanır. Her elementte temel hâl ile uyarılmış hâller arasındaki enerji farklı olacağı için her element kendine özgü dalga boyunda emisyon spektrumu verecektir.



Görsel 3.2: a) Na, b) Ca, c) Cu metallerinin alev renkleri



Görsel 3.3: Taşınabilir alev fotometresi

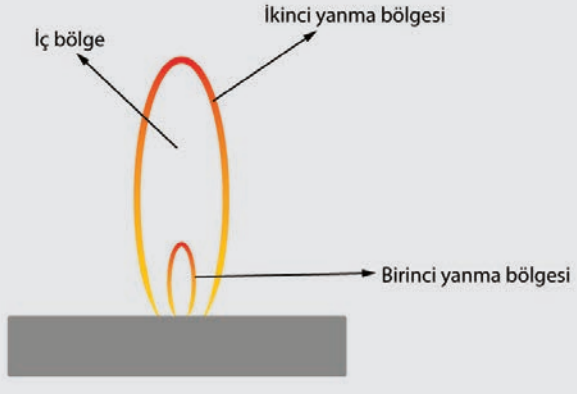
Alev renginin şiddeti emisyon yapan türün alevdeki derişimine bağlıdır. Bu şiddetin ölçümüne dayanarak numunede kantitatif (nicel) analiz yapılmaktadır. Bu analizler için kullanılan cihazlara **alevli emisyon spektrometresi** veya **alev fotometresi** denilmektedir. Büyük boyutlu olanlarından başka taşınabilir boyutta olanları da mevcuttur (Görsel 3.3).

Alev fotometrelerinde analiz, numunenin alevde yaptığı ışımaya dayalı olduğu için ışık kaynağına gerek yoktur. Numune aleve gönderilmeden önce sisleştirilmelidir. **Sisleştirme**, içinde numune bulunan bir borunun dışındaki eş merkezli daha büyük bir boruya yüksek basınçlı gaz gönderilmesi ile yapılır.



Görsel 3.4: Sprey şişesi

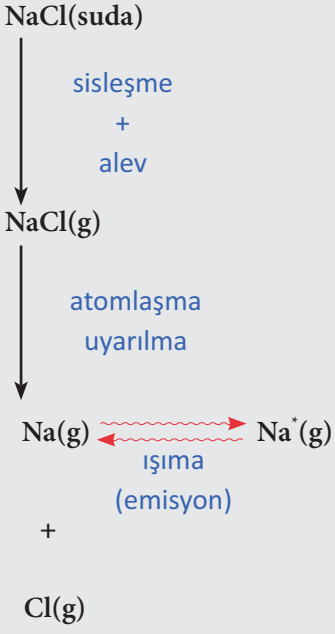
Borudan hızla çıkan gazın basıncı düştüğü için sıvı numuneyi de kendisi ile birlikte sürükler. Bu sistem evlerde temizlik sıvılarını sprey olarak püskürten sistemlerle aynı şekilde çalışır (Görsel 3.4). Atomik spektroskopide numuneyi sisleştirmek için genellikle -yüksek basınçlı gaz olarak- yükseltgen madde kullanılır. Analizin yapılacağı sıcaklığa göre yükseltgen olarak hava veya saf O_2 gazı kullanılabilir. Yükseltgen-numune karışımı alev başlığında yakıt ile karıştırılarak yakılır. Daha modern sistemlerde ise sisleştirilmiş numune, yakıt ve yükseltgen karıştırılarak alev başlığına gönderilir. Bu tip sistemlere **laminer akışlı alev başlığı** denmektedir. Sisleştirilmiş numuneden aleve çok büyük damlacıklar gelmemelidir. Damlacıklar ne kadar büyükse buharlaşma o kadar zor, atomlaşma o derece verimsiz olacaktır. Bunu önlemek için laminer akışlı sistemlerde büyük damlacıkların aleve ulaşmasını önleyen engeller bulunmaktadır.



Görsel 3.5: Alevin yanma bölgeleri

Alev başlığının çıkışı birincil yanma bölgesidir. Bu bölgede sisleştirilmiş numune içindeki çözücü tamamen buharlaşır, geriye ince toz hâlinde katı bileşikler kalır. Oluşan toz, alevin en sıcak bölgesi olan iç bölgeye taşınır. Burada tozu oluşturan bileşiklerin parçalanmasıyla numune atomlara ve iyonlara ayrışır. Bu atomların ve iyonların uyarılması yine iç bölgede olur (Görsel 3.5).

Uyarılmış türler çok kısa ömürlüdür. Saniyenin çok kısa bir kesrinde (10^{-8} – 10^{-9} saniye) temel hâle döner ve bu sırada ışıma yapar. NaCl çözeltisi için bu süreç Görsel 3.6'daki gibi gösterilebilir.



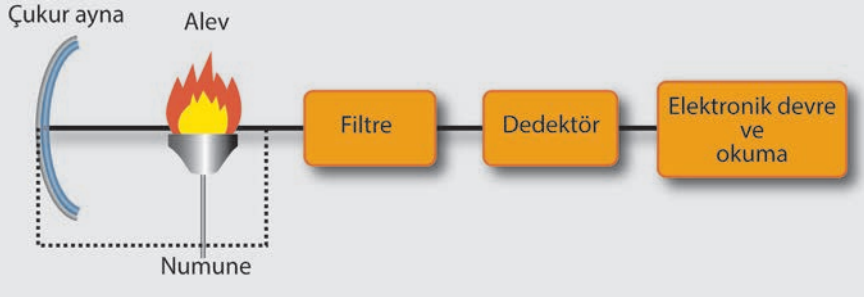
Görsel 3.6: Sodyumun uyarılma ve emisyon süreci

Uyarılan atom sayısı ne kadar fazla ise alevde görülen emisyon şiddeti o kadar fazladır. Örneğin sodyum analizinde en yüksek şiddetle 589 nm dalga boyunda sarı ışık görülür. Analizde bu ışımadan yararlanılır. Bu rengin parlaklığı uyarılan Na atomu sayısı arttıkça artar. Analiz edilen numunede sodyum derişimi ne kadar büyükse herhangi bir anda uyarılan Na atomu sayısı da o kadar artacağından ışıma şiddeti ile derişim ilişkisi doğrusaldır.

Hiçbir alevde numunenin tamamı atomlaşmaz. Atomlaşan numunenin uyarılan kısmı ise çok azdır. Uyarılmamış atomların uyarılmış atomlara oranı alevin sıcaklığına göre 10^{10}-10^{3} kadardır. Bu nedenle atomik spektroskopi yöntemlerinde de moleküler spektrometrede olduğu gibi standart çözeltilerden yararlanılır.

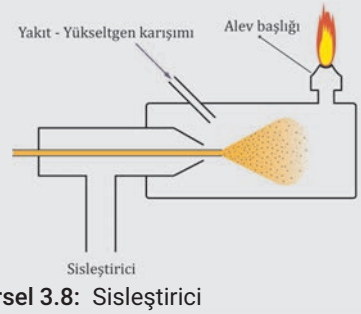
Derişimi belli olan bir seri standart çözeltiden elde edilen ışıma şiddeti grafiğe geçirilir. Elde edilen doğru grafiği üzerinde numuneden elde edilen ışıma şiddetine karşılık gelen derişim bulunur.

Görsel 3.7'de bir alev fotometresinin akış şeması verilmiştir. Alev fotometresi aşağıdaki kısımlardan oluşur.

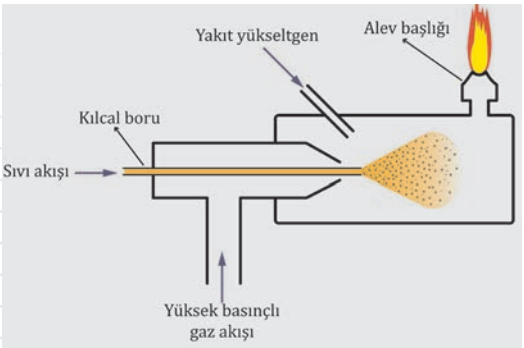


Görsel 3.7: Alev fotometresinin akış şeması

Sisleştirici: Numunenin bir sis hâlinde aleve ulaşmasını sağlayan kısımdır (Görsel 3.8). Yüksek basınçla sisteme gönderilen gaz, borudan geçerken hızlanır ve vakum oluşturur. Numune bu vakumla çekilerek sis hâline gelir.



Görsel 3.8: Sisleştirici



Görsel 3.9: Alev başlığı

Alev başlığı: Sisleştiricide numune ile bir araya gelen yakıt-yükseltgen karışımının yandığı, **hamlaç** da denilen başlıktır (Görsel 3.9). Numunenin atomlaşması, uyarılması ve emisyonu alevde gerçekleştiğinden alev başlığından gazın düzgün çıkması gereklidir. Bu nedenle alev başlığının tıkanmış gözlerinin olmaması önemlidir.

Filtre: Alevin kendisi polikromatik bir ışık kaynağıdır. Alevden analitin yaydığı ışığın dışında gelen dalga boylarının elenmesi gerekir. Bunun için sadece analizin yapılacağı dalga boyunun geçmesine izin veren renkli filtre kullanılır.

Hiçbir filtre tek bir dalga boyunu geçirecek kadar mükemmel değildir. Analiz edilecek dalga boyu çevresinde bir aralığın geçmesine izin verecek filtre kullanılması yeterlidir.

Dedektör: Alevden yayılıp filtreden geçen ışımanın şiddetini ölçen algılayıcılardır. Dedektörler, üzerine ışık düşünce elektron kopan bir yüzey (katot) ve kopan elektronun çekilmesiyle devrede akım oluşmasını sağlayan başka bir yüzeyden (anot) oluşur. Katot yüzeyine düşen ışığın şiddeti arttıkça yüzeyden kopan elektronun sayısı da artar. Bu durum akım şiddetini büyütür.

Gösterge: Akım şiddeti ile emisyon şiddeti arasındaki bağıntıdan yararlanarak dedektörden alınan veriyi ışıma şiddetine dönüştüren bir bilgisayar kodu içeren ve bu ışıma şiddetini gösteren ekrana sahip olan kısımdır.

3.1.2. Kullanılan Çözeltiler

Stok Çözelti

Numune içinde miktarı tespit edilecek elementin belirli derişimde hazırlanmış çözeltisidir. Analitik saflıkta üretilmiş maddeden birkaç yüz ppm derişimde olacak şekilde hazırlanır.

Standart Çözeltiler

Stok çözeltinin seyreltilmesi ile elde edilen seri çözeltilerdir. Bu çözeltiler, aranacak atom konsantrasyonu 1-10 ppm aralığında olacak şekilde farklı derişimlerde hazırlanmalıdır. Analiz yapılacak çözelti bu değerlerden daha seyreltik ise standart çözeltiler de analit derişimine yakın olacak şekilde hazırlanır. En az beş standart çözelti hazırlanır. Atomik spektroskopi cihazında standart çözeltilerin her birinin emisyon şiddeti tespit edilir. Derişime karşı emisyon şiddetlerinin grafiğe geçirilmesi ile kalibrasyon eğrisi elde edilir.

Numune Çözeltisi

Analiz edilmek istenen maddenin çözeltisidir. İçme suyu gibi seyreltik çözeltiler, doğrudan cihaza verilerek analiz edilebilir. Numune çok derişik ise derişimi yaklaşık 1-10 ppm aralığına gelecek şekilde seyreltilir. Örneğin deniz suyu yaklaşık %3 NaCl içerir. Bu derişimde Na^+ iyonları alevde çok yüksek şiddette emisyon verecektir. Deniz suyundan alınacak numunenin yaklaşık 1:10000 oranında seyreltilerek kullanılması daha sağlıklı olur. Analiz sonrası seyreltme oranı dikkate alınarak orijinal çözeltinin derişimi hesaplanmalıdır.

Radyasyon Tamponu

Numunede analiz edilecek madde dışında bulunan iyonlar (numune matrisi) girişim yapabilir. Bu girişimin etkisini önlemek için girişime yol açan tür, ortamdaki konsantrasyonundan çok daha büyük konsantrasyondaki numuneye katılır. Bu şekilde numune içindeki yabancı madde girişimi etkisi önemsiz hâle gelecektir. Maden suyunda sodyum analizi yapılacaksa numunede bulunan Ca^{2+}, K^+ ve Mg^{2+} iyonları girişim yapabilir. Bu girişimin etkisini en aza indirmek için $CaCl_2$, KCl ve $MgCl_2$ tuzlarına doyurulmuş çözeltiden birkaç mL hem standart çözeltilere hem numune çözeltisine eklenir.

3.1.3. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizilmesi

Alevli emisyon spektroskopisi cihazında çok yüksek derişimli çözeltilerin ölçümlerinin yapılması sağlıklı değildir. Birkaç ppm'lik çözeltilerle yapılan analizlerde emisyon şiddeti ile derişim doğru orantılıyken derişim birkaç yüz ppm'i aştığında doğrusal ilişki kaybolur. Işıma şiddetinin artışı derişim artışından daha az olur.

Önce analit derişimleri 1-10 ppm arasında değişen standart çözeltiler hazırlanır. Bu çözeltiler hazırlanırken girişimi önlemek için radyasyon tamponu eklenmesi unutulmamalıdır. Standart çözeltilerin emisyon şiddetleri okunup derişimlerine karşı grafiğe geçirilir. Her bir standart çözelti için en az üç kez okuma yapılması gerekir. Yapılan okumalarda ortalamadan çok uzaklaşan bir değer olursa o değer yok sayılır. Birbirine yakın olan değerlerin ortalamaları alınarak kalibrasyon eğrisi elde edilir.

Numune çözeltisi de tahmini 0-10 ppm arası derişimde olacak şekilde seyreltilir. Bu çözeltiye de radyasyon tamponu ilave edilmelidir. Numune çözeltisinin de birbiriyle tutarlı emisyon değerleri elde edinceye kadar en az üç ölçüm yapılır. Emisyon şiddetinin karşılık geldiği derişim grafikten bulunur. Seyreltme faktörü kullanılarak orijinal çözeltinin derişimi hesaplanır.

Cihazda yapılan her ölçümden önce alevdeki iyonların birkaç kez saf su püskürtülerek temizlenmesi gerekir. Aksi halde alevde kalan iyonlar emisyon şiddetini etkiler. Bu durum ölçümün hatalı olmasına neden olur.

Örnek

Aşağıda sodyum analizi için hazırlanan bir seri standart çözeltinin ppm cinsinden derişimleri ve bu çözeltilerle alev fotometresinde elde edilen 589 nm dalga boyundaki emisyon değerleri verilmiştir.

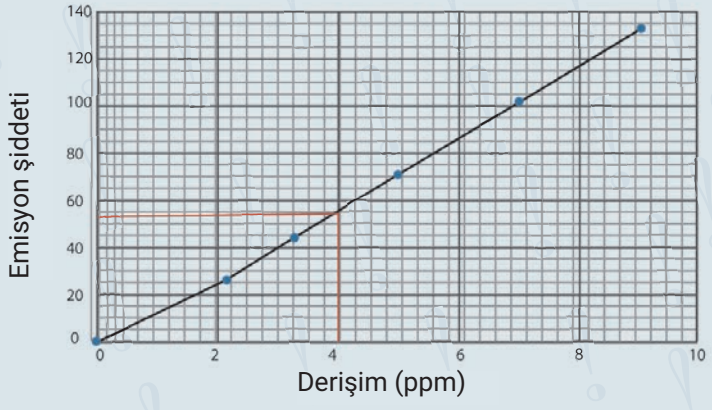
STANDART ÇÖZELTİ	DERİŞİM (ppm)	ÖLÇÜLEN EMİSYON DEĞERİ
1	2	28,6
2	3	43,1
3	5	71,8
4	7	100,1
5	9	128,5

a) Bu verilere göre kalibrasyon eğrisini oluşturup aynı dalga boyunda emisyon değeri 55,6 olan Na^+ iyonlarını içeren numune çözeltisinin derişimini ppm olarak bulunuz.

b) Numune çözeltisi, orijinal çözeltiden alınan 4 mL'lik çözeltinin 100 mL'ye seyreltilmesi ile elde edildiğine göre orijinal çözeltinin derişimini belirleyiniz.

Çözüm

a) Derişimlere karşı elde edilen kalibrasyon grafiği aşağıdaki gibidir.



Verilen emisyon değeri grafikte şekildeki gibi işaretlenirse numune çözeltisinin derişiminin 3,9 ppm olduğu görülür.

b) Çözeltinin seyreltme faktörü dikkate alınırsa

$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$

$C_1 \cdot 4 = 3{,}9 \cdot 100$

C_1 = **97,5 ppm** bulunur.

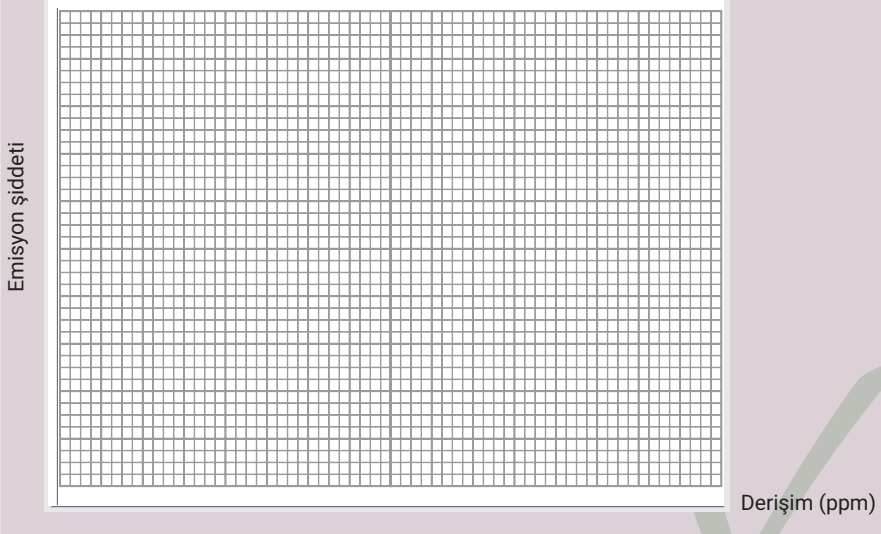
Sıra Sizde

Göl suyundan alınan numunede Na^+ ve Ca^{2+} analizi yapılmak isteniyor. İki iyon için de alevli emisyon spektroskopisinin etkili bir yöntem olduğu biliniyor. Na^+ analizi için Na atomlarının 589 nm dalga boyundaki emisyon değerlerine, Ca^{2+} analizi için ise Ca atomlarının 423 nm dalga boyundaki emisyon değerlerine bakılmaktadır.

Göl suyundan alınan numune 10 kat seyreltilerek analiz numuneleri oluşturulmuştur. Ayrıca Na^+ iyonları derişimi 1 ile 25 ppm ve Ca^{2+} iyonları derişimi 1 ile 10 ppm arasında olan altışar adet standart çözelti hazırlanmıştır. Standart çözeltilerin ve numunelerin yakıt/hava karışımında 2000 °C alevde emisyon şiddetleri ölçülerek aşağıdaki tablo elde edilmiştir.

	DERİŞİM		EMİSYON ŞİDDETİ	
ÇÖZELTİ	Na^+	Ca^{2+}	423 nm	589 nm
Standart 1	1	1	16,1	19,8
Standart 2	5	3	47,9	99,3
Standart 3	11	5	80,3	216,5
Standart 4	16	6	96,8	315,9
Standart 5	21	8	129,1	416,4
Standart 6	25	10	160,9	495,8
Numune	C_{Na}	C_{Ca}	55,6	280,8

Verilere göre göl suyundaki Na^+ ve Ca^{2+} iyonları derişimleri kaç ppm'dir?



2 BÖLÜM

ALEVLİ EMİSYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Alevli Emisyon Spektrometresinde Sodyum Analizi
- Alevli Emisyon Spektrometresinde Potasyum Analizi

3.2. ALEVLİ EMİSYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI

Her elementin emisyon yaptığı dalga boyu farklı olmasına rağmen teknik nedenlerle günümüzde alkali metallerin ve toprak alkali metallerin analizlerinde alevli emisyon spektroskopisinden yararlanılmaktadır.

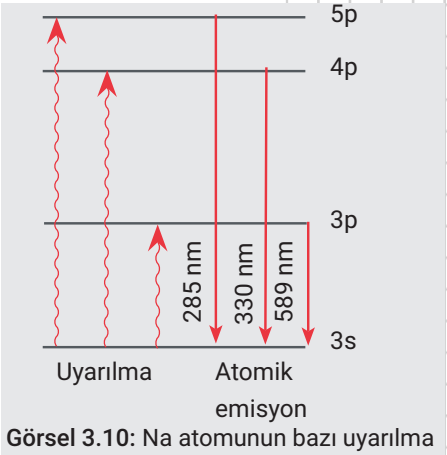
3.2.1. Alevli Emisyon Spektrometresinde Sodyum Analizi

Sodyum elementi toprak, deniz, göl, içme suları ve biyolojik sıvılarda bulunan bir elementtir. İçme sularında sodyum derişimi yaklaşık 200 ppm'dir. Canlılarda doku sıvılarının osmotik dengesinde büyük öneme sahiptir. Sularda derişiminin artması ile suyun osmotik basıncı artar. Bu durum bitkilerin, bu suyu içen ya da içinde yaşayan canlıların su kaybederek zarar görmelerine sebep olabilir.

Sodyum bileşikleri alevde buharlaşarak atomlaşır. Sodyumun elektron konfigürasyonu

$Na: 1s^2\ 2s^2\ 2p^6\ 3s^1$

şeklindedir. Sodyum atomlarının 3s orbitalinde yer alan değerlik elektronları alevde daha yüksek enerjili orbitallere uyarılır. Farklı seviyelere uyarılan elektronlar farklı dalga boyunda ışımalara sebep olur (Görsel 3.10). Uyarılan atomların çok büyük bir kısmı temel seviyeden uyarılabileceği en yakın seviyeye geçer. Sodyum atomlarının çoğunda elektronlar 3p orbitallerine uyarılır. Daha sonra buradan 3s orbitaline dönerken 589 nm dalga boyunda ışıma yapar. Bu ışıma yüksek derişimli (yaklaşık 0,1 M) çözeltilerde aleve oldukça parlak sarı renk verir. Bu renk sodyumun kalitatif (nitel) analizinde kullanılır. Sağlıklı nicel analiz yapılabilmesi için çözeltide Na^+ derişiminin ppm (mg/L) seviyesinde olması gerekir.



Görsel 3.10: Na atomunun bazı uyarılma seviyeleri ve ışıma dalga boyları

Na analizinde Ca^{2+}, Mg^{2+} ve K^+ iyonları girişim yapabilir. Bunların etkisini gidermek için radyasyon tamponu kullanılır. Radyasyon tamponu, saf suya herbirine doygun hale gelinceye kadar önce $CaCl_2$ sonra KCl, son olarak $MgCl_2$ eklenip çözülmesiyle hazırlanır.

Analizin Yapılışı

Stok çözeltinin seyreltilmesi ile derişimleri 1-10 ppm arasında değişen 5-6 adet standart çözelti hazırlanır. Her 100 mL'lik standart çözeltiye beşer mL radyasyon tamponu eklenir. Standart çözeltilerin her biri ile en az üç ölçüm yapılarak kalibrasyon eğrisi elde edilir. Aynı çözelti için yapılan ölçüm sonuçlarından biri diğerlerinden çok daha fazla sapma gösteriyorsa o değer yok sayılmalıdır.

Numune, derişimi tahmini 1-10 ppm olacak şekilde seyreltilir. Hangi oranda seyreltildiği not edilmelidir. Analiz edilecek seyreltilmiş numuneye standart çözeltilere eklendiği şekilde radyasyon tamponu eklenmelidir. Saf su ile temizlenmiş alevde numune çözeltisinin ölçümü yapılır. Numunenin emisyon değerinin karşılık geldiği derişim grafikten tespit edilir, seyreltme faktörü kullanılarak orijinal numunenin derişimi belirlenir.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Sodyum Çözeltisi

Stok çözelti saf NaCl kullanılarak 100 ppm (100 mg/L) olacak şekilde hazırlanır. Bunun için 100 mg (0,1 g) Na içeren NaCl aşağıdaki gibi hesaplanır.

58,5 g NaCl'de 23 g Na bulunur.

m g NaCl'de 0,1 g Na bulunur.

$$m = \frac{0{,}1 \cdot 58{,}5}{23} = 0{,}2543 \text{ g NaCl}$$

Etüvde 1 saat kurutulmuş NaCl'den hesaplanan kadarı tartılıp saf suda çözülür. Elde edilen çözelti 1 L'lik balon jojeye aktarılıp ölçü çizgisine kadar saf suyla doldurulur.

Standart NaCl Çözeltilerinin Hazırlanması

5 ya da 6 adet 100 mL'lik balon joje alınarak numaralandırılır. Her birine beşer mL radyasyon tamponu konur. Üzerlerine farklı hacimlerde 1-10 mL arasında stok NaCl çözeltisinden ilave edilir. Saf su ile ölçü çizgisine kadar doldurulur. Her bir standart çözeltinin derişimi

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$$

bağıntısı ile hesaplanarak not edilir. Bağıntıda
$\mathbf{C_1}$ stok çözeltinin derişimi (100 ppm),
$\mathbf{V_1}$ standart çözelti hazırlanırken alınan hacim,
$\mathbf{V_2}$ ise 100 mL'dir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Orijinal numunenin çok derişik olduğu düşünülüyorsa numunenin birkaç kez seyreltilmesi gerekebilir. Örneğin 0,1 M derişimdeki çözeltinin analizde kullanılabilir aralığa getirilmesi için 1000 kat seyreltilmesi gerekmektedir. Tek seferde 1000 kat seyreltmek için numuneden 1 mL alınıp 1 L'ye seyreltilmesi gerekir. Bu şekilde fazla su israf olacağından 10 mL çözelti alınıp 100 mL ye seyreltilir. Elde edilen çözeltinin 1 mL' sinin tekrar 100 mL'ye seyreltilmesi ile 1000 kat seyreltme yapılmış olur. Analiz için yapılan son seyreltmede önce 5 mL radyasyon tamponu 100 mL balon jojeye alınır. Üzerine 10 kat seyreltilmiş numune çözeltisinden 1 mL eklenir. Saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Sodyum Derişiminin Belirlenmesi

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Alev fotometresi ile sodyum derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Alev fotometresi, 100 mL'lik balon joje, pipet, piset, cetvel.

Kimyasal Maddeler: Standart sodyum çözeltileri, radyasyon tamponu, numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Na^+ derişimi 1-10 ppm arasında farklı derişimlerde 5 adet standart çözelti hazırlayınız.
3. Alev fotometresine uygun filtre yerleştirip cihazı çalıştırınız. Birkaç dk. bekleyiniz.
4. Aleve saf su püskürterek olası iyonların uzaklaşmasını sağlayınız.
5. Her standart çözelti ve numune çözeltisi ile üçer ölçüm yapıp emisyon değerlerini not ediniz. Her ölçümden sonra aleve saf su püskürtmeyi unutmayınız.
6. Çok fazla sapma gösteren değerler varsa ihmal ederek her standart çözelti için emisyon ortalamalarından yararlanarak kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
7. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin sodyum derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

3.2.2. Alevli Emisyon Spektrometresinde Potasyum Analizi

Potasyum, bitkilerin gelişimi için ihtiyacı olan minerallerdendir. Hayvan hücrelerinde elektrolit dengesi için önemlidir. Sodyum ile birlikte sinir iletiminden sorumludur. Eksikliğinde kas krampları görülür.

Alevde atomlaşmış hâlde elektron dağılımı

$K: 1s^2\ 2s^2\ 2p^6\ 3s^2\ 3p^6\ 4s^1$ şeklindedir.

4s orbitalinde bulunan elektron Na atomunda olduğu gibi daha yüksek seviyelere uyarılabilir. Temel hâle dönerken aleve soluk eflatun renk verir. En şiddetli emisyon spektrumu 766 nm dalga boyunda olduğundan bu dalga boyunda analizi yapılır. Cihazda ölçüm yapılacak çözeltinin derişiminin birkaç ppm seviyesinde olması gerekir. K^+ analizinde girişim yapacak başlıca türler Na^+, Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarıdır. Bu girişimi önlemek için radyasyon tamponu olarak NaCl, $CaCl_2$ ve $MgCl_2$ ile bu sıraya göre doyurulmuş çözelti kullanılır.

Analizin Yapılışı

Potasyum analizi, sodyum analizi ile aynı şekilde yapılır. 1-10 ppm potasyum içeren standart çözeltilerin emisyon şiddetlerinden yararlanılarak kalibrasyon eğrisi çizilir. Numune çözeltisi derişimi tahmini 1-10 ppm arasında olacak şekilde hazırlanıp emisyon şiddeti ölçülür. Kalibrasyon eğrisi ve seyreltme faktöründen yararlanarak orijinal numunenin derişimi belirlenir. Her ölçüm öncesinde ortamda olası iyonlar aleve saf su püskürtülerek uzaklaştırılmalıdır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Potasyum Çözeltisi

Saf potasyum klorür tuzu kullanılarak 100 ppm K^+ içerecek şekilde 1 L çözeltisi hazırlanır. KCl tuzu etüvde 1 saat kurutulur. Çözülecek kurutulmuş KCl kütlesi aşağıdaki gibi hesaplanır.

74,5 g KCl tuzunda 39 g K bulunur.

m g KCl tuzunda 0,1 g K bulunur.

$$m = \frac{0{,}1 \cdot 74{,}5}{39} = 0{,}1910 \text{ g KCl}$$

Hesaplanan KCl tartılıp beherde saf su ile tamamen çözülür. Elde edilen çözelti 1 L hacimli balon jojeye aktarılır. Ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulur.

Standart KCl Çözeltilerinin Hazırlanması

5 ya da 6 adet 100 mL'lik balon joje alınarak numaralandırılır. Her birine beşer mL radyasyon tamponu konur. Üzerlerine farklı hacimlerde 1-10 mL arasında stok KCl çözeltisinden ilave edilir. Saf su ile ölçü çizgisine kadar doldurulur. Her bir standart çözeltinin derişimi seyreltme faktöründen yararlanılarak hesaplanır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Sodyum numunesi çözeltisi ile aynı şekilde hazırlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Potasyum Derişiminin Belirlenmesi

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Alev fotometresi ile potasyum derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Alev fotometresi, 100 mL'lik balon joje, pipet, piset, cetvel.

Kimyasal Maddeler: Standart potasyum çözeltileri, radyasyon tamponu, numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Analiz için hazırlanan stok çözeltiden K^+ derişimi 1 ile 10 ppm arasında farklı derişimlerde 5 ya da 6 adet standart çözelti hazırlayınız.
3. Alev fotometresine uygun filtre yerleştirip çalıştırınız. Birkaç dk. bekleyiniz.
4. Aleve saf su püskürterek olası iyonların uzaklaşmasını sağlayınız.
5. Her standart çözelti ve numune çözeltisi ile üçer ölçüm yapıp emisyon değerlerini not ediniz. Her ölçümden sonra aleve saf su püskürtmeyi unutmayınız.
6. Çok fazla sapma gösteren değerler varsa ihmal edip her standart çözelti için emisyon ortalamalarından yararlanarak kalibrasyon eğrisini aşağıda verilen **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz.
7. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisini hazırlarken yaptığınız seyreltme oranına göre orijinal çözeltinin potasyum derişimini hesaplayınız.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

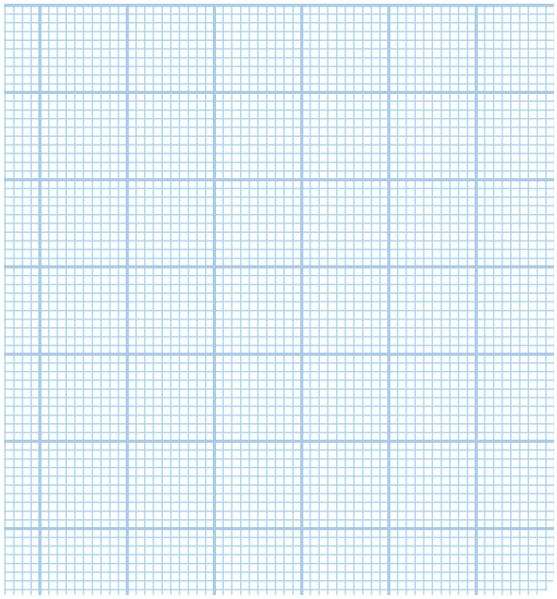
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Bir maden suyu firması ürünlerinde alev fotometresi ile Na analizi yapmak istiyor. Hazırlanan standart çözeltilerin gerekli işlemlerden sonra 589 nm dalga boyunda emisyon değerleri ölçülerek aşağıdaki tablo oluşturuluyor.

Na^+ DERİŞİMİ (ppm)	EMİSYON ŞİDDETİ
2	33
6	100
10	166
15	251
20	335

Orijinal numuneden alınan 10 mL örneğin 100 mL'ye seyreltilmesi ile elde edilen çözeltinin emisyon şiddeti 200 olarak ölçülüyor. **Buna göre orijinal çözeltideki sodyum konsantrasyonunu belirleyiniz.**



2. Standart çözeltilerin ve numune çözeltisinin alev fotometresindeki absorbans değerlerinin ölçümü sonucunda, numunedeki potasyum derişimi bulunmak isteniyor. 1 L hacimli numuneden 10 mL alınıp 50 mL'ye seyreltilen çözelti ile atomik emisyon ölçümü yapılıyor.
Kalibrasyon eğrisinden yararlanarak cihaza verilen numunede potasyum derişiminin 8,6 ppm olduğu tespit edildiğine göre orijinal çözeltinin derişimi kaç ppm'dir?

3. **Analizde girişim etkisini önlemek için numune matrisi içinde bulunup girişim yapabilecek iyonları aşırı miktarda içeren çözeltiye ne ad verilir?**

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Atomik spektroskopi ile ilgili**

I. Numunenin ilk olarak atomlaştırılması gerekir.

II. En basit atomlaştırma yöntemi numunenin aleve püskürtülmesidir.

III. Birçok elementin analizinde uygulanabilir.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. **Alevli emisyon spektroskopisi ile ilgili verilenlerden hangisi doğrudur?**

A) Her element aynı dalga boyunda emisyon spektrumu verir.
B) Alevin rengi emisyon yapan türün alevdeki derişimine bağlıdır.
C) Alev renginin şiddetinin ölçümünde kullanılan cihazlara alev fotometresi denir.
D) Alevli emisyon spektroskopisinde analit atomlarının ışığı soğurma miktarı ölçülür.
E) Uyarılan atom sayısı ile emisyon şiddeti ters orantılıdır.

3. Numune çözeltisinin alevde atomlaştırılıp uyarılması sonrası emisyon şiddetini ölçerek kimyasal analiz yapılan araca alev fotometresi denir.
Aşağıda verilen parçalardan hangisi alev fotometresine ait <u>değildir</u>?

A) Alev Başlığı B) Dedektör
C) Filtre D) Işık Kaynağı
E) Sisleştirici

4. **Alev fotometresi ile potasyum tayininde aşağıda verilen bilgilerden hangisi <u>yanlıştır</u>?**

A) Örnek çözeltinin derişimi kütlece %1 ile %5 değerinde olmalıdır.
B) Potasyumun en şiddetli emisyon spektrumu 766 nm dalga boyudur.
C) Girişim yapabilecek başlıca türler Na^+, Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonlarıdır.
D) Her ölçüm öncesi aleve mutlaka saf su püskürtülmelidir.
E) Uyarılmış potasyum atomları temel hâle dönerken aleve soluk eflatun renk verir.

5. **Alev fotometresinde sodyum analizi ile ilgili**

I. Sodyum 589 nm dalga boyunda en şiddetli emisyon yaptığı için analiz bu dalga boyunda yapılır.

II. Analiz sırasında sodyum atomlarının 2s orbitalinde bulunan elektronlar uyarılır.

III. Uyarılan sodyum atomları temel hâle dönerken aleve parlak sarı renk verir.

IV. K^+, Ca^{2+} ve Mg^{2+} iyonları, sodyum analizinde girişim yapar.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) I, II ve III B) I, II ve IV
C) I, III ve IV D) II, III ve IV
E) I, II, III ve IV



KONULAR

- 4.1. ATOMİK ABSORBSİYON
- 4.2. ALEVLİ ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI

4. ÖĞRENME BİRİMİ

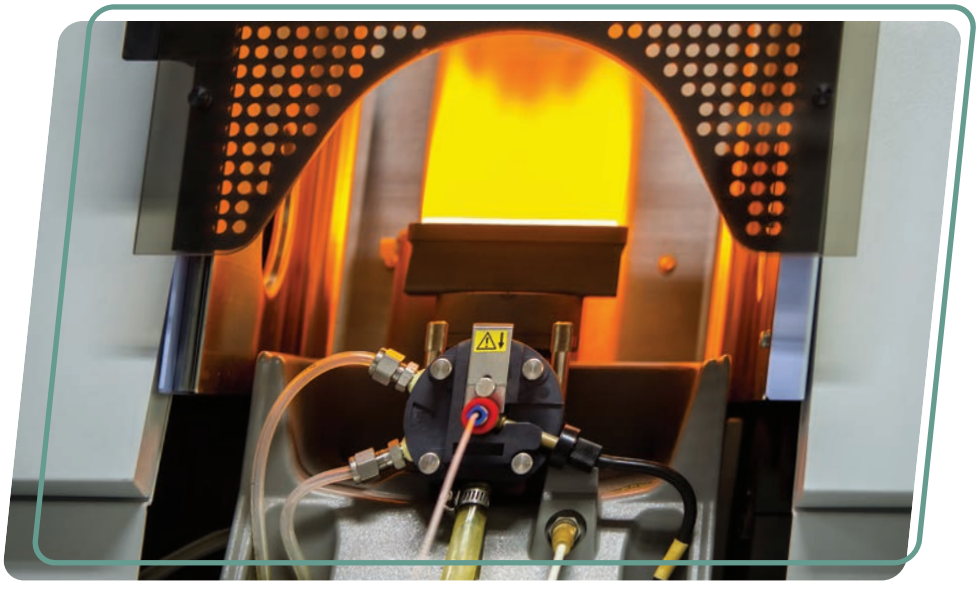
ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROFOTOMETRESİ

Temel Kavramlar

- Atomik Absorbsiyon
- Elektrotsuz Boşalım Lambaları
- Kaynak Modülasyonu
- Kuru Yakma İşlemi
- Oyuk Katot Lambaları
- Yaş Yakma İşlemi

1 BÖLÜM

ATOMİK ABSORBSİYON



Neler Öğreneceksiniz?

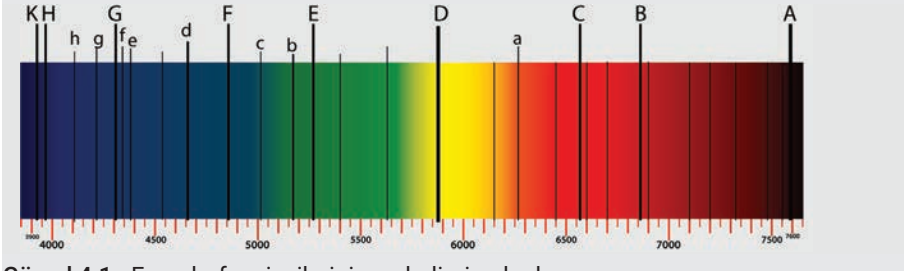
- Atomik Absorbsiyona Dayalı Nicel Analiz
- Atomik Absorsiyon Spektrofotometresi
- Atomik Absorsiyon Spektrofotometresinin Kısımları ve Çalışma Prensipleri
- Kullanılan Çözeltiler

4.1. ATOMİK ABSORBSİYON

Atomlaştırılmış numunede meydana gelen absorbsiyon, moleküler absorbsiyonla aynı prensibe dayanır. Madde içinden sürekli spektrum geçirildiği zaman elektronlar, bulunduğu enerji seviyesi ile daha yüksek enerji seviyelerinden birisi arasındaki fark kadar enerjiyi soğurarak üst seviyeye geçer. Moleküllerde elektronik seviyeler, molekül oluşurken meydana gelen moleküler orbitallerdir. Atomlaşmış bir numunede ise bu seviyeler atomik orbitallerdir.

Na metali için elektron dağılımı $1s^2\ 2s^2\ 2p^6\ 3s^1$ şeklinde yapılır. Na atomlarında 3p ve daha yüksek enerjili orbitaller boştur. Elektron, aldığı enerji 3s ile hangi seviye arasındaki farka eşitse o orbitale uyarılır. 589 nm dalga boyundaki fotonlar 3p ile 3s arasındaki fark kadar enerji taşırken 330 nm dalga boyundaki fotonlar 4p ile 3s arasındaki fark kadar enerji taşır. Bu durumda 589 nm dalga boyu ile uyarılan elektron 3p orbitallerinden birine, 330 nm dalga boyu ile uyarılan elektron 4p orbitallerinden birine geçer. Bir atomdaki elektronun bir foton soğurmasına **atomik absorbsiyon** denir. Foton enerjisini soğuran elektronun, bulunduğu enerji seviyesinden daha yüksek enerjili bir seviyeye geçmesine ise **uyarılma** adı verilir.

Her elementin absorblayacağı dalga boyu kendisine özgüdür. Bu nedenle elementlerin nitel analizinin yapılmasında atomik absorbsiyondan yararlanılır. 1814 yılında Alman fizikçi Joseph von Fraunhofer (Jozef fon Fraunhofer) Güneş spektrumunu incelerken 500'den fazla siyah çizgi tespit etmiştir (Görsel 4.1).



Görsel 4.1: Fraunhofer çizgilerinin en belirgin olanları

Bu çizgiler hâlâ Fraunhofer çizgileri olarak bilinir. Fraunhofer 1826 yılında ölene kadar bu çizgilerin neden kaynaklandığını öğrenememiştir. Fraunhofer'ın tespitinden 50 yıl kadar sonra Gustav Robert Kirchoff (Gustav Robırt Kirşhof) ve Robert Wilhelm Bunsen (Robırt Wilhelm Bunsen), bu çizgilerin birçoğunu ısıtılan farklı elementlerin emisyon spektrumlarında gözlemlemişlerdir. Bu durum Fraunhofer çizgilerinin Güneş atmosferinde bulunan elementlerin Güneş ışığını soğurmasından kaynaklandığını göstermiştir. Bunsen ve Kirchoff'un çalışmaları ve sonra bilinen elementlerle yapılan diğer çalışmalar, Fraunhofer çizgileri arasında bir grubu dünyadaki elementlerle eşlemeyi başaramamıştır. Bu çizgilerin Güneş'te bulunan bir elemente ait olduğuna karar veren bilim insanları, bu elemente Yunanca güneş anlamına gelen "helios"tan türettikleri helyum adını vermişlerdir. Helyum ancak 1895 yılında Dünya'da tespit edilebilmiştir.

4.1.1. Atomik Absorbsiyona Dayalı Nicel Analiz

Güneşteki elementlerin dahi tespit edilmesini sağlayan atomik absorbsiyonun nicel analizde kullanılması 1952 yılından sonra mümkün olmuştur. Avusturyalı spektroskopi uzmanı Alan Walsh (Elın Valş), -atomlaştırılmış bir bulut içinde çok küçük bir kısmın emisyon yaptığı gerçeğine dayanarak- absorbsiyonu ölçmenin daha verimli olacağını düşünmüştür. Gerçekten de alevde ya da başka bir atomlaştırıcıda (plazma, elektrotermal) sıcaklığa bağlı olarak atomların en fazla binde biri uyarılmaktadır. Bir çözeltideki molekül derişiminin de absorbsiyona dayalı olarak tespitinin kolayca yapıldığı bilinmektedir. Bunun yanında atomik spektroskopide absorbans ölçümünün önünde bazı sorunlar vardır. Bunların en önemlisi, alevin kendisinin de emisyon yapmasıdır. Bu etkinin giderilerek hesaplamaların yapılması gerekir. Walsh bu etkinin giderilmesi için ışık kaynağı önüne bir motora bağlı ışık biçici koymuştur. **Işık biçici**, üzerinde geniş yarıklar olan yuvarlak bir levhadır. Kaynağın önünde sabit hızla dönerken kaynaktan gelen ışığın belirli aralıklarla kesilmesine sebep olur. Kesikleyicinin dönme frekansına ayarlanan dedektör, sadece o frekansta kesik kesik gelen ışığı analiz eder. Alevden sürekli gelen ışığın etkisi bu şekilde giderilmiş olur. Bu işleme **kaynak modülasyonu** adı verilir.

Atomik absorbsiyon spektroskopisi, spektrofotometrik analiz gibi Beer kanununa uyar. Absorbans, numunenin derişimi ve ışığın numune içinde aldığı yol ile doğru orantılıdır. Farklı derişimlerdeki standart çözeltilerin aleve püskürtülmesi ile kalibrasyon yapılıp numune çözeltisinin absorbansı bu standart çözeltilerle kıyaslanarak analiz yapılır.

4.1.2. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometre (AAS) Cihazı

Moleküler absorbsiyon ölçen spektrofotometrelerle, AAS cihazının ölçtüğü nicelik aynı şey olduğu için benzer donanımlara sahiptir. Işık kaynağı, dalga boyu seçici ve dedektör bulunmaktadır. Moleküler ölçümde numune belli kalınlıktaki numune küvetlerinde yer alırken AAS'de numune çözeltisi aleve püskürtülür. Kaynaktan çıkan ışığın bir kısmı numunedeki atomlar tarafından soğurulur. Soğurulma miktarı numune derişimi ile doğru orantılı olacağından analit miktarı tespit edilebilir. AAS kullanılarak birçok elementin analizi yapılabilmektedir.

Alevli AAS cihazının şeması aşağıdaki gibi gösterilebilir (Şema 4.1).

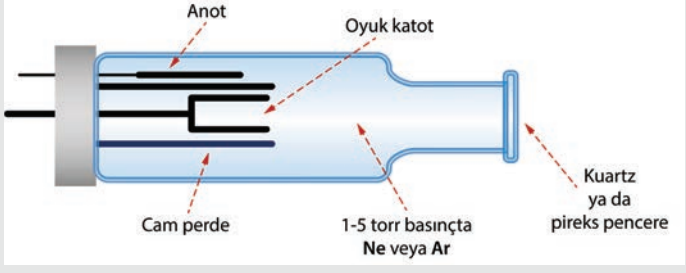


Şema 4.1: AAS cihazı donanımları

Işık Kaynakları

AAS'de önceleri çizgi spektrum kaynakları kullanılmaktaydı. Bunlar sadece aranılacak maddenin absorbe edeceği dalga boyunda ışık üreten kaynaklardır. Bu kaynaklarda ışık, aranacak elementin uyarılması ile elde edileceği için sadece o elemente özgü ışık üretebilir ancak böyle bir ışık kaynağı analiz edilecek her element için ayrı ayrı üretilmelidir. AAS'de yaygın olarak kullanılan iki tip çizgi spektrum kaynağı vardır. Bunlar oyuk katot lambaları ve elektrotsuz boşalım lambalarıdır. 2000'li yıllarda tekniğin gelişmesi ile monokromatör ve uygun dedektörlerle donatılmış, sürekli spektrum kaynaklı cihazlar da üretilmeye başlanmıştır. Bu cihazların en büyük avantajı, analiz yapılacak her element için lambanın değiştirilmesine gerek olmamasıdır.

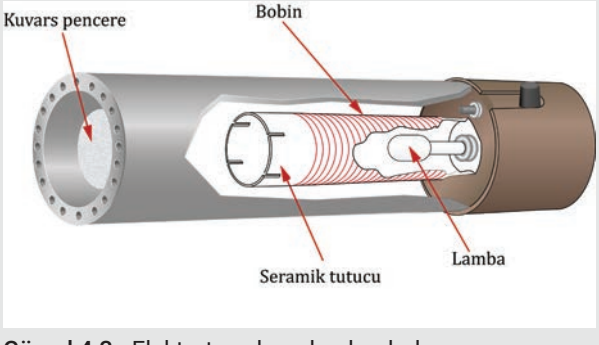
Oyuk katot lambaları: 1-5 mmHg (Torr) basınçta Ar veya Ne gazı dolu bir tüp içinde tungsten veya zirkonyumdan yapılmış bir anot ve içi boş silindirik bir katottan oluşan lambalardır (Görsel 4.2). Katot, analizi yapılacak metalden veya onun bir alaşımından yapılmış olmalıdır.



Görsel 4.2: Oyuk katot lambası

Lambaya uygulanan 300 V kadar gerilim sonucunda tüp içindeki soy gaz atomları iyonlaşmaya başlar. Soy gazdan kopan elektronlar anota, soy gaz katyonları ise katoda doğru giderek bir akım oluşturur. Bu sırada katot yüzeyine çarpan katyonlar bazı metal atomlarını koparak bir atom bulutu oluşmasını sağlar. Bu buluttaki atomların bir kısmı kendilerine çarpan soy gaz katyonlarının da etkisi ile uyarılır ve temel hâle dönerken ışıma yapar. Yaptığı ışıma katottaki metale özgü olduğu için bu lamba katodun yapıldığı elementin analizinde kullanılacak çizgi spektrumunu vermiş olur.

Elektrotsuz boşalım lambaları: Kısa dalga boyunda absorbsiyon yapan uçucu elementlerin analizinde elektrotsuz boşalım lambaları kullanılır (Görsel 4.3). As, Bi, Cd, Sb, Se gibi elementler için uygulamaları vardır. Kuvars bir tüp içinde çoğunlukla iyodür tuzu hâlinde analizi yapılacak element bulunur. Tüpün içi çok düşük basınçta argon gibi inert bir gazla doldurulur. Şiddetli bir elektromanyetik alan uygulandığında içindeki elementin karakteristik dalga boyunda çizgi spektrumu verir.



Görsel 4.3: Elektrotsuz boşalım lambaları

Sisleştirici ve Atomlaştırıcı

Atomik emisyon spektroskopisindekilerle aynı sisleştirici ve atomlaştırma sistemi kullanılır. Alevli absorbsiyon spektroskopisinde yakıt-yükseltgen karışımı ile birlikte aerosol hâline getirilen numune alevde atomlaşır. Alevdeki element derişimi ile doğru orantılı olarak absorbans değeri verir.

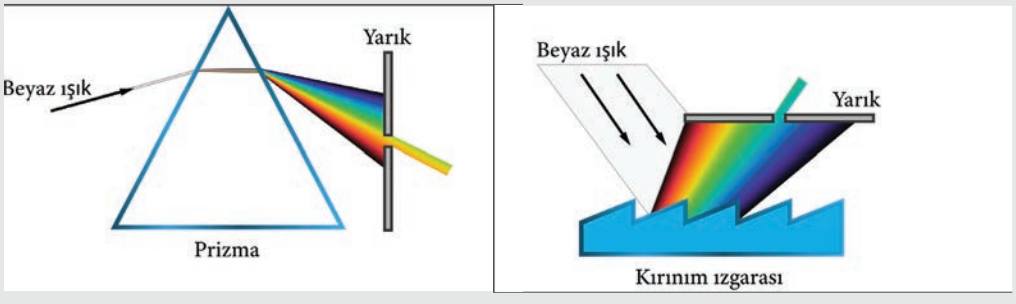
Atomlaştırma için AES'de olduğu gibi alev haricinde elektrotermal atomlaştırıcılar (grafit fırın) ve ICP gibi sistemler de kullanılmaktadır.

Dalga Boyu Seçici



Görsel 4.4: CD yüzeyinde çizgiler üzerinden ışığın ayrılması

AAS'de lambadan gelen ışının yanında alevden gelen farklı dalga boylarında ışımalar da mevcuttur. Bu ışımanın dedektöre ulaşmasını önlemek gerekir. Kaynak modülasyonu yapılmasına rağmen gelecek fazla ışıma dedektörün yorulmasına sebep olacaktır. Sadece analizin yapılacağı dalga boyunun seçilmesi idealdir ancak hiçbir seçici tek bir dalga boyunu ayıracak kadar hassas değildir. Bu nedenle belirli bir aralıkta ayırma yapılabilir. Prizma-mercek sistemleri ya da **kırınım ızgarası (grating)** denilen tırtıklı bir yüzeyde ışığın dalga boylarına göre farklı açılarda yansımasına dayanan ayırıcılar ve aynalardan oluşan bir sistem de kullanılabilir. Kompakt disk (CD) yüzeyine düşen ışığın renkli görülmesi grating ayırmaya örnek verilebilir (Görsel 4.4). Hangi sistemde olursa olsun ışık dalga boylarına ayrıldıktan sonra bir yarıktan (slit) geçerek istenen dalga boyu seçilmiş olur (Görsel 4.5).



Görsel 4.5: Beyaz ışığın dalga boylarına göre farklı açılarda yansıyarak slitten geçmesi

Dedektör

Gelen ışımanın şiddetini belirleyen sistemlerdir. Işıma şiddetine göre akım oluşturabilen fotoelektrik sistemler ya da fotodiyotlar dedektör olarak kullanılmaktadır. Oluşan akımın şiddeti elektronik kayıt sistemi tarafından okunup absorbans değeri belirlenir.

4.1.3. Kullanılan Çözeltiler

Kullanılan çözeltiler AES'de kullanılanlar gibi hazırlanır. Stok çözelti ve standart çözeltilerin hazırlanmasında bir farklılık yoktur. Standart çözeltiler hazırlanırken numune matrisine yakın olmasına dikkat edilmelidir. Benzin gibi bir numunede analiz yapılacaksa standart çözelti su ile değil uygun hidrokarbon karışımı ile hazırlanmalıdır.

Analit suda çözünmüş hâlde ise sadece süzülerek tanecikler uzaklaştırılmalı, sonra yeterince seyreltilerek cihaza verilmelidir. Eğer toprak veya alaşım gibi bir numunede analiz yapılacaksa önce analitin çözeltisi hazırlanmalıdır. Analiz edilecek madde suda çözünmeyen bir formda bulunabilir. Toprakta bulunan birçok türün suda çözünürlüğü oldukça azdır. Böyle bir analizde önce analitin suda çözünür türleri elde edilmelidir. Bu işlem yaş yakma ve kuru yakma adı verilen iki yöntemle yapılabilir.

Kuru yakma işlemi numunenin kül fırınında 400-500 °C sıcaklıkta organik maddeleri uzaklaştırmak için yakıldıktan sonra nitrik asit eklenerek nitrat tuzları hâline getirilmesi işlemidir.

Yaş yakma işlemi numunedeki organik maddelerin çok iyi yükseltgen olan HNO_3, H_2SO_4, $HClO_4$ asitleriyle CO_2 ve H_2O oluşturarak uzaklaştırılmasıdır. İşlem sonucunda aranan metalin suda çözünür bir tuzu elde edilir. Bu tuzun uygun şekilde seyreltilmesi ile numune çözeltisi hazırlanmış olur. Yaş yakma işlemi için yakma üniteleri mevcuttur. Laboratuvarda yakma ünitesi olmaması durumunda bir elektrikli ısıtıcı üzerinde çeker ocakta yaş yakma işlemi yapılabilir.

Atomik absorbsiyon spektroskopisinde girişim yapacak türler için radyasyon tamponu kullanılması gerekebilir. Ayrıca bazı maddelerin doğrudan aleve verilmesi ile absorbsiyon sinyali üretmedikleri görülmüştür. Bu maddelerin analizleri çözeltide başka maddelerin yanında gerçekleştirilir. Bu maddelere **ortam düzenleyici maddeler** denir.

4.1.4. Analizin Yapılışı ve Kalibrasyon Eğrisinin Çizilmesi

AAS de AES gibi seyreltik çözeltilerle yapılır. Derişimleri 1-10 ppm arasında değişen standart çözeltiler hazırlanır. Bunların alevde verdiği absorbans değerleri ölçülüp kalibrasyon grafiği elde edilir. Analizin sağlıklı olması için her bir standart ile en az üç ölçüm yapılır daha sonra numune ile hazırlanan çözeltinin absorbansı ölçülür. Ölçülen absorbans değerine karşılık gelen derişim kalibrasyon grafiğinden belirlenir. Ölçüm yapılan çözelti numuneden hazırlanan ilk çözeltinin seyreltilmesi ile elde edilmiş ise seyreltme faktörü kullanılarak orijinal çözeltinin derişimi belirlenmelidir.

Numune katı bir madde ise derişimden yararlanarak analitin kütlesi bulunur ve numunedeki yüzde derişimi belirlenir. Atomik absorbsiyon spektroskopisinde girişim yapacak türler için radyasyon tamponu kullanılması gerekebilir.

Örnek

Bir krom madeninden alınan numunenin 1 gramı uygun işlemler sonucunda suda çözülerek 1 L çözelti hazırlanıyor. Bu çözeltide atomik absorbsiyon spektroskopisi (AAS) ile krom miktarını belirlemek için önce tabloda verilen standart çözeltiler ile elde edilen absorbans değerleri belirleniyor.

STANDART ÇÖZELTİ	DERİŞİM (ppm)	ABSORBANS
1	2,5	0,088
2	5	0,179
3	7,5	0,262
4	12,5	0,441
5	15	0,525

Numune çözeltisinden 10 mL alınıp 100 mL'ye seyreltilen çözeltiden AAS'de elde edilen absorbans değeri 0,350 olduğuna göre

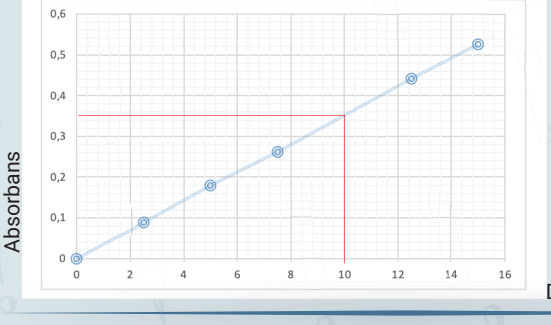
a) Cihaza verilen çözeltide krom derişimi kaç ppm'dir?

b) Numuneden hazırlanan çözeltide krom derişimi kaç ppm'dir?

c) Cevherdeki kütlece krom derişimi % kaçtır?

Çözüm

a) Standart çözeltilerden elde edilen kalibrasyon grafiği aşağıdaki gibidir.



Grafikte 0,350 absorbans değerine karşılık gelen derişimin 10 ppm olduğu görülmektedir.

b) Cihazda analiz edilen çözelti, numune çözeltisinden alınan 10 mL çözeltinin 100 mL'ye seyreltilmesi ile elde edilmiştir. O hâlde numune çözeltisinin derişimi aşağıdaki gibi belirlenir.

$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2$

$C_1 \cdot 10 = 10 \cdot 100$

$C_1 = 100$ ppm

Numuneden hazırlanan 1 L çözeltide 100 ppm Cr bulunmaktadır.

c) 1 ppm yaş yakma işlemi sulu çözeltilerde 1 mg/L derişime eşit kabul edilebilir. Hazırlanan numune çözeltisi 1 L ve derişimi 100 ppm olduğuna göre bu çözeltide 100 mg (0,1 g) Cr bulunmaktadır. Bu çözelti 1 g yani 1000 mg numune ile hazırlanmıştı. O hâlde

1 g numunede — 0,1 g Cr bulunduğuna göre

100 g numunede — m (g) Cr bulunur.

$m = \frac{0,1 \cdot 100}{1} = 10$ bulunur. Cevherde kütlece **%10 Cr** bulunmaktadır.

Sıra Sizde

AAS ile bakır tayini yapmak için 1 gramlık bakır numunesi uygun işlemler sonunda 1 L çözelti olarak analize hazırlanıyor. Dört adet standart çözelti ile absorbans ölçümü yapılarak aşağıdaki değerler elde ediliyor.

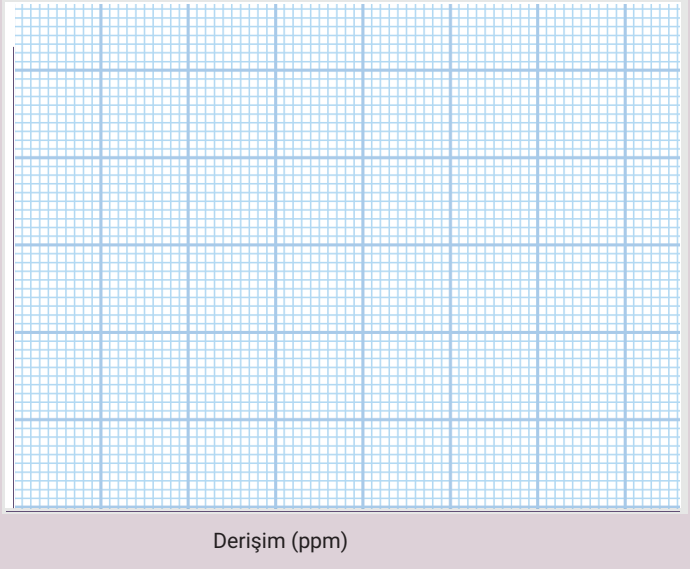
STANDART ÇÖZELTİ	DERİŞİM (ppm)	ABSORBANS
1	2	0,122
2	6	0,365
3	10	0,609
4	14	0,858

Numune çözeltisinden 20 mL alınarak 100 mL'ye seyreltilen çözeltiden AAS'de okunan absorbans değeri 0,520 olduğuna göre;

a) AAS cihazına verilen örnek çözeltideki bakır derişimi kaç ppm'dir?

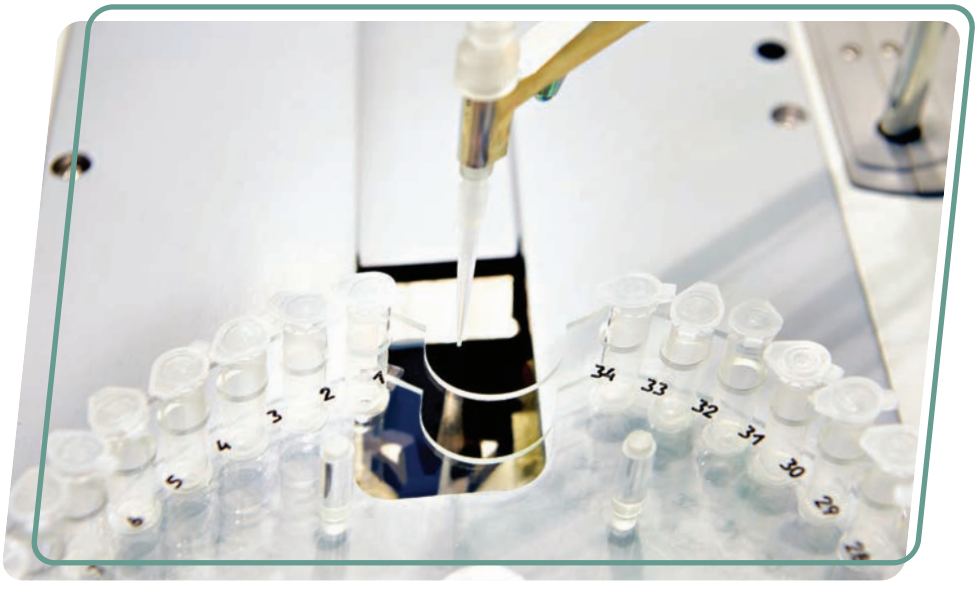
b) Numuneden hazırlanan çözeltideki bakır derişimi kaç ppm'dir?

c) 1 gramlık bakır numunesindeki kütlece bakır derişimi % kaçtır?



2 BÖLÜM

ATOMİK ABSORBSİYON



Neler Öğreneceksiniz?

- Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Çinko Analizi
- Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Kurşun Analizi
- Alevli Absorbsiyon Spektrofotometresinde Bakır Analizi

4.2. ATOMİK ABSORBSİYON SPEKTROSKOPİSİ UYGULAMALARI

Periyodik tablodaki birçok elementin analizi atomik absorbsiyon spektrometresi ile yapılabilmektedir.

4.2.1. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresinde Çinko Analizi

Çinko metali organizmada 300'den fazla enzimin çalışması için gerekli bir iz (eser) elementtir. Bitki ve hayvan fizyolojisinde birçok işlevi vardır. Bebeklerin ve çocukların büyümesinde, gelişmesinde, nükleik asit ve protein sentezinde, hafıza, görme, tat alma gibi birçok metabolik olayda etkin olması nedeniyle eksikliği çok çeşitli sorunlara yol açabilir. Bu nedenle çinko analizi gıda mühendisliğinde sıklıkla yapılan bir uygulamadır. Yaş analizlere göre daha etkin sonuçlar verdiği için AAS çinko analizinde önemli yöntemlerden biridir.

Çinko, milattan önce 1000 yılından beri insanlık tarafından kullanılmaktadır. Günümüzde çinko metali çelik, alüminyum ve bakırdan sonra en fazla üretilen metaldir. Endüstride birçok alaşımın üretiminde ve metallerin korozyondan katodik korunmasında anot olarak kullanılmaktadır. Pirinç ve döküm üretimi de kullanıldığı diğer alanlardandır.

Analizin Yapılışı

Katı bir numunede çinko analizi yapılması için önce numunenin çözünür hâle getirilmesi gerekir. Sıvı hâldeki bir numuneden organik maddeler uzaklaştırılmalıdır. Çinko analizi gıda numunesinde yapılacaksa bu işlem kuru veya yaş yakma ile yapılabilir. Yüksek analiz verimi ve madde kaybının az olması sebebiyle yaş yakma yöntemi daha çok tercih edilmektedir.

Derişimi belirli bir seri standart çözeltinin absorbansı AAS'de ölçüldükten sonra çizilen kalibrasyon grafiğinde numune çözeltisinin absorbans değerine karşılık gelen derişim belirlenerek analiz yapılır. Analiz öncesinde katodu çinko olan oyuk katot lambası cihaza takılmalıdır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Çinko Çözeltisi

Yüzeyi zımpara ile temizlenmiş çinko levhadan 1 g tartılıp 1 L'lik balon jojeye alınır. Üzerine 1:1 oranında seyreltilmiş HCl çözeltisinden 30 mL eklenir ve Zn metalinin tamamen çözünmesi sağlanır. Çözünmenin daha hızlı olması için işlem sıcak su banyosunda yapılabilir. Elde edilen çözeltinin hacmi saf su ile 1 L'ye tamamlanır. Bu çözelti 1 g/L (1000 ppm) çinko içerir. Bu çözeltiden 10 mL alınıp 100 mL'lik balon jojeye aktarılır ve ölçü çizgisine kadar saf su ile tamamlanarak 100 ppm'lik stok çözelti hazırlanır.

$LaCl_3$ çözeltisi

Kütlece %3 olacak şekilde hazırlanır. Analizde ortam düzenleyici olarak kullanılır.

4,545 g $LaCl_3 .7H_2O$ katısı ve 95,455 g saf su hassas terazide tartıldıktan sonra karıştırıldığında kütlece %3'lük çözelti elde edilir.

$SrCl_2$ çözeltisi

Kütlece %3 olacak şekilde hazırlanır. Analizde ortam düzenleyici olarak kullanılır.

5 g $SrCl_2 .6H_2O$ katısı ve 95 g saf su hassas terazide tartıldıktan sonra karıştırıldığında kütlece %3'lük çözelti elde edilir.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Derişimleri 1-10 ppm arasında değişen standart çözeltiler hazırlanmalıdır. Bunun için 100 mL'lik 5 balon jojeye 1-10 mL arasında farklı hacimlerde stok çinko çözeltisi alınır. Her bir balon jojeye 2,5 mL %3'lük hazırlanmış $LaCl_3$ veya $SrCl_2$ çözeltisi eklenir. Saf su ile 100 mL'ye tamamlanır. Balon jojelerdeki standart çözeltilerin derişimleri

$$C_1 . V_1 = C_2 . V_2$$

bağıntısından hesaplanarak etiketlerine yazılmalıdır.

C_1 : Stok çözeltideki çinko derişimi (100 ppm)

V_1: Alınan stok çözelti hacmi

C_2 : Standart çözeltide çinko derişimi (hesaplanacak)

V_2 : Standart çözelti hacmi (100 mL)

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Yaş yakma yönteminde analiz edilecek numuneden 2-4 g veya 2-4 mL alınarak ısıya dayanıklı deney tüpüne (Kjeldahl tüpü) konur. Üzerine yükseltgen olarak 20 mL HNO_3, 3 mL H_2SO_4 ve 3 mL $HClO_4$ derişik çözeltileri eklenen tüp çeker ocakta elektrikli ısıtıcı üzerine uygun düzenekle yerleştirilir. Düşük sıcaklıkta numunenin oksitlerinin çıkması sağlanır. Azot oksitleri kahverengi gaz çıkışı ile görülür. Azot oksitleri bittikten sonra sıcaklık yükseltilir ve beyaz duman çıkışı tamamlanıncaya kadar ısıtmaya devam edilir. Bu işlem sonucunda berrak çözelti elde edilir. Tüpteki karışım oda sıcaklığına kadar soğutulup 15 mL saf su eklenir ve mavi bant süzgeç kâğıdı kullanılarak 100 mL'lik balon joje içine süzülür.

Numunenin yakıldığı deney tüpünün içine birkaç kez 10-15 mL saf su konup yıkanır ve her seferinde yıkama suyu balon jojeye aynı şekilde süzülür. Süzme işleminden sonra balon jojeye 2,5 mL %3'lük hazırlanmış $LaCl_3$ veya $SrCl_2$ çözeltisi eklenir. Saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Çinko Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Atomik absorbsiyon spektroskopisi ile çinko derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: AAS cihazı, 100 mL'lik balon joje, pipet, piset, cetvel, çinko oyuk katot lambası.

Kimyasal Maddeler: Standart çinko çözeltileri, numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Analiz için hazırlanan stok çözeltiden çinko derişimi 1 ile 10 ppm arasında farklı derişimlerde 5 ya da 6 adet standart çözelti hazırlayınız.
3. AAS cihazına çinko oyuk katot lambasını taktıktan sonra cihazı çalıştırıp birkaç dakika hazırlanmasını bekleyiniz.
4. Aleve saf su püskürterek cihazın absorbansını sıfıra ayarlayınız.
5. Her standart çözelti ve numune çözeltisi ile üçer ölçüm yapıp absorbans değerlerini not ediniz. Çok fazla sapan değer varsa ihmal edip standart çözelti absorbanslarından kalibrasyon eğrisini **aşağıdaki milimetrik kağıt kesitine** çiziniz. Her ölçümden sonra aleve saf su püskürtmeyi unutmayınız.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisinin derişiminden ve hacminden yararlanarak çinko kütlesini bulunuz. Numune kütlesine oranlayarak çinko yüzdesini belirleyiniz.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

4.2.2. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresinde Kurşun Analizi

Kurşun en toksik kimyasal kirleticilerden birisidir. Canlı dokularında birikmesi enzim aktivitelerinin azalmasına, böbrek fonksiyon bozukluklarına ve merkezi sinir sistemi hasarına sebep olur. Bu sebeple besinlerde ve başka kaynaklarda eser miktarda kurşunun varlığı dahi tespit edilmelidir. Alevin atomlaştırma verimi çok yüksek olmadığından düşük derişimlerde kurşun analizi için daha yüksek atomlaşma verimine sahip olan elektrotermal (grafit fırınlı) AAS cihazı daha uygundur. Alevli AAS kullanılacaksa kurşunun ekstraksiyonla deriştirilmesi gerekir.

Analizin Yapılışı

Sularda kurşun analizi yapılacaksa kurşunun ayrıca çözünür hâle getirilmesine gerek yoktur. Numune olarak analiz yapılacak su kullanılabileceği gibi kurşunun organik bir çözücüye ekstraksiyonu ile elde edilen çözelti de analizde kullanılabilir.

Toprakta kurşun analizi için 1 M CH_3COONH_4 çözeltisi ile ekstrakte edilerek numune çözeltisi hazırlanır. Bu işlem, havada kurutulmuş ve elenmiş toprak numunesinden 5 g tartılıp erlene alındıktan sonra 25 mL 1 M CH_3COONH_4 çözeltisi eklenip 30 dakika kadar manyetik karıştırıcıda karıştırılmasıyla yapılır. Oluşan karışım mavi bant süzgeç kâğıdından süzülür.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Kurşun Çözeltisinin Hazırlanması

Stok çözelti 1 ppm (1 mg/L) kurşun içerecek şekilde hazırlanır. Yüzeyindeki oksit tabakası temizlenmiş kurşun metalinden 0,1 g tartılır ve 1 L'lik balon jojeye alınır. 1:1 oranında seyreltilmiş HNO_3 çözeltisinden, kurşunun tamamını çözecek kadar eklenir. Tüm kurşun çözüldükten sonra saf su ile hacmi 1 L'ye tamamlanır. Bu çözelti 100 ppm kurşun içermektedir.
100 ppm'lik çözeltiden 1 mL alınıp 100 mL'lik balon jojeye aktarılır ve ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurulursa 100 mL 1 ppm'lik stok çözelti elde edilmiş olur.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Stok kurşun çözeltisinin seyreltilmesi ile 0,01-0,20 ppm aralığında olacak şekilde standart çözeltiler hazırlanır. 100 mL'lik 5-6 adet balon jojenin her birine farklı hacimde 1-10 mL arası stok çözelti eklenip saf su ile seyreltilerek standart çözeltiler elde edilir. Standart çözeltilerin derişimleri

$$C_1 . V_1 = C_2 . V_2$$

bağıntısından hesaplanarak etiketlerine yazılmalıdır.

C_1 Stok çözeltideki kurşun derişimi (1 ppm), V_1 Alınan stok çözelti hacmi,

C_2 Standart çözeltide bakır derişimi (hesaplanacak), V_2 Standart çözelti hacmi dir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Ekstraksiyonla elde edilen çözelti veya suda analiz yapılacaksa örnek olarak alınan su, doğrudan analiz numunesi olarak kullanılabilir.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Kurşun Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Atomik absorbsiyon spektroskopisi ile kurşun derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: AAS cihazı, 100 mL'lik balon joje, pipet, piset, cetvel, kurşun oyuk katot lambası.

Kimyasal Maddeler: Standart kurşun çözeltileri, numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Analiz için hazırlanan stok çözeltiden kurşun derişimi 0,01 ile 0,20 ppm arasında farklı derişimlerde 5 ya da 6 adet standart çözelti hazırlayınız.
3. AAS cihazına kurşuna özgü oyuk katot lambasını taktıktan sonra cihazı çalıştırıp birkaç dakika hazırlanmasını bekleyiniz.
4. Aleve saf su püskürterek cihazın absorbansını sıfıra ayarlayınız.
5. Her standart çözelti ve numune çözeltisi ile üçer ölçüm yapıp absorbans değerlerini not ediniz. Çok fazla sapan değer varsa ihmal edip standart çözelti absorbanslarından kalibrasyon eğrisini aşağıdaki **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz. Her ölçümden sonra aleve saf su püskürtmeyi unutmayınız.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisinin derişiminden ve hacminden yararlanarak kurşun kütlesini bulunuz. Numune kütlesine oranlayarak kurşun yüzdesini belirleyiniz.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

4.2.3. Atomik Absorbsiyon Spektrofotometresinde Bakır Analizi

Birçok metabolik faaliyetlerde işlev olan bakır canlılık için önemli iz elementlerden biridir. Fazla bulunması halinde toksiktir. Birçok besinle alınabilen bakır, idrarla günde 0,1 mg kadar atılabilir. Tarım topraklarında genellikle 1-50 ppm kadar bulunur. Toprakta bakır analizi yapılacaksa uygun bir organik sıvı ile ekstrakte edilerek numune çözeltisi hazırlanır. Biyolojik sıvılardan numune hazırlanırken triton X-100 gibi bir deterjan ile proteinler denatüre (bozunma) edilmelidir. İdrar gibi çok düşük derişimli numunelerde düşük verimli bir atomlaştırıcı olan alev yerine elektrotermal atomlaştırıcılar kullanılır.

Analizin Yapılışı

Uygulanacak yöntem çinko ve kurşunla aynıdır. Seri standart çözeltilerin absorbansları numunenin absorbansı ile kıyaslanarak bakır analizi yapılır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok Bakır Çözeltisi

Yüksek saflıkta 0,1 g Cu metali derişik HNO_3 ile çözüldükten sonra hacminin 1 L'ye tamamlanması ile 100 ppm'lik Cu^{2+} çözeltisi hazırlanmış olur. Bu çözeltiden alınan 1 mL hacim 100 mL'ye seyreltilerek 1 ppm stok çözelti elde edilir.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Stok bakır çözeltisinin seyreltilmesi ile 0,01-0,20 ppm aralığında olacak şekilde standart çözeltiler hazırlanır. 100 mL'lik 5-6 adet balon jojenin her birine farklı hacimde 1-10 mL arası stok çözelti eklenip saf su ile seyreltilerek standart çözeltiler elde edilir. Elde edilen standart çözeltilerin derişimleri

$$C_1 . V_1 = C_2 . V_2$$

bağıntısından hesaplanarak etiketlerine yazılmalıdır.

C_1 Stok çözeltideki bakır derişimi (1 ppm), V_1 Alınan stok çözelti hacmi,

C_2 Standart çözeltide bakır derişimi (hesaplanacak), V_2 Standart çözelti hacmidir.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

Analizi yapılacak numunenin özelliklerine göre gerekli işlemler literatürden kontrol edilerek uygun yöntemle çözelti hazırlanır. Katı numunelerde analiz yapılırken 1-nitrozo-2-naftol veya hekza metilen ditiyokarbamat gibi bir ligand ile oluşturduğu şelat, uygun bir organik çözücü ile ekstrakte edilir. İdrar numunesinde analize hazırlanırken eşit hacimde % 0,2 (v/v) HNO_3 ve % 0,2 (v/v) triton X-100 ile karıştırılarak akışkanlığı artırılır. Elde edilen çözelti ile direkt analiz yapılır.

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Bakır Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Atomik absorbsiyon spektroskopisi ile bakır derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: AAS cihazı, 100 mL'lik balon joje, pipet, piset, cetvel, bakır oyuk katot lambası.

Kimyasal Maddeler: Standart bakır çözeltileri, numune çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Analiz için hazırlanan stok çözeltiden bakır derişimi 0,01 ile 0,20 ppm arasında farklı derişimlerde 5 ya da 6 adet standart çözelti hazırlayınız.
3. AAS cihazına bakıra özgü oyuk katot lambasını taktıktan sonra cihazı çalıştırıp birkaç dakika hazırlanmasını bekleyiniz.
4. Aleve saf su püskürterek cihazın absorbansını sıfıra ayarlayınız.
5. Her standart çözelti ve numune çözeltisi ile üçer ölçüm yapıp absorbans değerlerini not ediniz. Çok fazla sapan değer varsa ihmal edip standart çözelti absorbanslarından kalibrasyon eğrisini aşağıdaki **milimetrik kağıt kesitine** çiziniz. Her ölçümden sonra aleve saf su püskürtmeyi unutmayınız.
6. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kalibrasyon eğrisini çizip numune çözeltisinin derişimini bu eğriden yararlanarak belirleyiniz.**

2. **Numune çözeltisinin derişiminden ve hacminden yararlanarak bakır kütlesini bulunuz. Numune kütlesine oranlayarak bakır yüzdesini belirleyiniz.**

1. soru 60 puan, 2. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Toprak numunesine çinko analizi yapılmak isteniyor. Uygun çözücüler yardımı ile 1 g numune 500 mL çözelti haline getiriliyor. Gerekli işlemlerden sonra atomik absorbsiyon spektroskopisi cihazında ölçüm yapılıyor. Aşağıda standart çözeltiler ile yapılan absorbans ölçümleri verilmiştir.

ÇİNKO DERİŞİMİ (ppm)	ABSORBANS DEĞERİ
2	0,152
4	0,305
6	0,453
8	0,604
10	0,752

Numune çözeltisinden 10 mL alınarak 100 mL'ye seyreltilen çözeltiden AAS'de okunan absorbans değeri 0,700 olduğuna göre;

a) AAS cihazına verilen örnek çözeltideki Zn derişimi kaç ppm'dir?

b) Numuneden hazırlanan 500 mL'lik çözeltideki Zn derişimi kaç ppm'dir?

c) 1 gramlık çinko numunesindeki kütlece Zn derişimi yüzde kaçtır?

2. Standart çözeltilerin ve numune çözeltisinin AAS'de absorbans değerleri ölçümü sonucunda, numunedeki kurşun derişimi bulunmak isteniyor. 1 L hacimli numuneden 5 mL alınıp 50 mL'ye seyreltilen çözelti ile atomik absorbsiyon ölçümü yapılıyor. **Absorbans değerine kalibrasyon eğrisinde bakılarak cihaza verilen çözeltinin derişiminin 0,323 ppm olduğu görüldüğüne göre orijinal çözeltinin derişimi kaç ppm'dir?**

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Atomik absorbsiyon spektroskopisi ile ilgili verilen**

I. Absorbans, numune derişimi ile doğru orantılıdır.
II. Seyreltik çözeltiler için geçerli olan Beer Kanunu'na uymaktadır.
III. 0-10 ppm arasında çözeltilerle absorbans ölçümü yapılır.

bilgilerinden hangisi doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. **Moleküler absorbsiyon spektrometresinde kullanılan**

I. Işık kaynağı
II. Numune küvetleri
III. Dedektör

donanım elemanlarından hangileri AAS'de kullanılmaz?

A) Yalnız I B) Yalnız II
C) Yalnız III D) I ve II
E) II ve III

3. **AAS'de ölçüm yapılacak numune ile ilgili**

I. Analit suda çözünmüş ise sadece süzme işlemi yapılarak ölçüme hazırlanır.
II. Analit katı hâlde ise doğrudan aleve gönderilir.
III. Numunedeki organik maddelerin kuvvetli asitlerle uzaklaştırılmasına kuru yakma denir.

verilen bilgilerden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

4. AAS'de lambadan gelen ışının yanında alevden gelen farklı dalga boylarında ışımalar da mevcuttur. Kaynaktan gelen ışıma ile alevden gelen ışımaların dedektör tarafından ayırt edilmesi sağlanmalıdır.

Bu işlem için kullanılan donanım elemanı aşağıdakilerden hangisidir?

A) Atomlaştırıcı B) Dalga boyu seçici
C) Işık biçici D) Işık kaynağı
E) Sisleştirici

5. **Atomik absorbsiyon spektroskopisi ile yapılan çinko tayininde aşağıda verilen bilgilerden hangisi yanlıştır?**

A) Analiz öncesinde katodu çinko olan oyuk katot lambası takılmalıdır.
B) Numunelerden önce organik bileşiklerin uzaklaştırılması gerekir.
C) Derişimleri 1-10 ppm arasında değişen standart çözeltiler hazırlanmalıdır.
D) Gıda analizlerinde doğrudan suda çözülerek numune hazırlanır.
E) Katı numunelerin analizinde analit önce çözelti hâline getirilmelidir.

6. 100 ppm'lik stok bakır çözeltisinden alınan 12 mL'lik kısım 100 mL'ye seyreltilerek bir standart çözelti hazırlanıyor.

Hazırlanan standart çözeltideki bakır derişimi kaç ppm'dir?

A) 10 B) 12
C) 16 D) 20
E) 24



KONULAR

- 5.1. IŞIĞIN KIRILMASI
- 5.2. REFRAKTOMETRE
- 5.3 REFRAKTOMETRİ UYGULAMALARI

5. ÖĞRENME BİRİMİ

REFRAKTOMETRE

Temel Kavramlar

- Briks
- Işığın Kırılması
- Kırılma İndisi
- Kritik Açı
- Oküler
- Refraktometre
- Snell Yasası

1 BÖLÜM

IŞIĞIN KIRILMASI

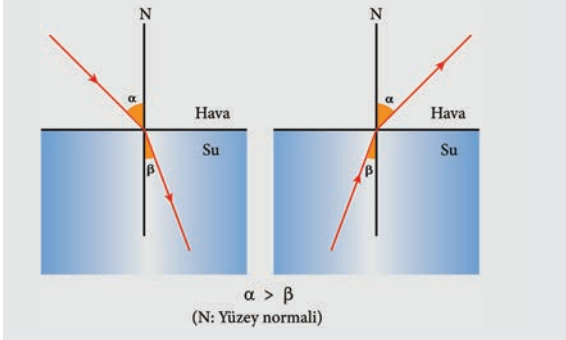


Neler Öğreneceksiniz?

- Işığın Kırılması
- Yansıma ve Kırılma Yasası
- Kırılma İndisi
- Kırılma İndisini Etkileyen Faktörler

5.1. IŞIĞIN KIRILMASI

Işık boşlukta 3.10^8 $m.s^{-1}$ hızla hareket eder. Hava, cam, su gibi maddesel bir ortamda ise ışığın maddeyi oluşturan taneciklerle yaptığı etkileşimler, hızının azalmasına sebep olur. Havada tanecik yoğunluğu çok az olduğu için ışık-madde etkileşimi de az olur. Bu nedenle ışığın havadaki hızı boşluktaki hızına eşit kabul edilebilir. Işık, hızının farklı olduğu bir ortama, yüzeyin normali ile 90 ° den farklı bir açı yapacak şekilde geçerse yayılma doğrultusunda değişiklik meydana gelir. Buna **ışığın kırılması** denir. Havadan suya geçişte olduğu gibi bulunduğu ortamdan daha yavaş yayıldığı bir ortama geçerse normalle arasındaki açı küçülür, aksi durumda ise açı büyür (Görsel 5.1).

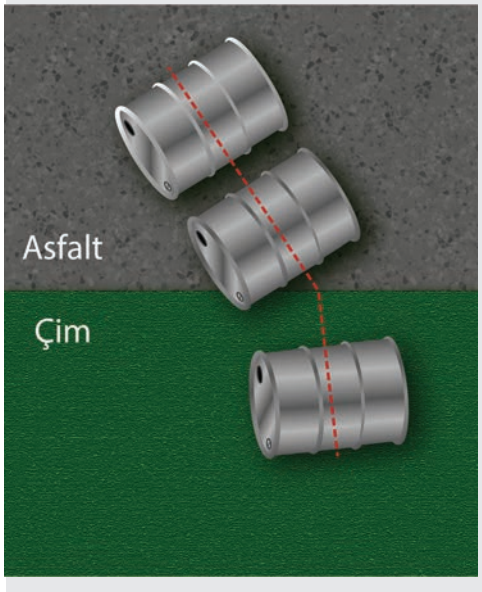


Görsel 5.1: Işığın havadan suya (sol) ve sudan havaya (sağ) geçişi sırasında kırılması

NOT

Yüzey normali yüzeye dik olan vektördür. Yüzeyde etkinin olduğu noktaya dik olarak çizilen hayali doğru ile temsil edilir.

Işığın, hızının daha düşük olduğu ortama girerken kırılması, asfalt zeminden yuvarlanarak bir açıyla çim zemine geçen varilin hareketine benzetilebilir. Yavaşlatıcı ortama (çim) giren kenarı sürtünme sebebiyle yavaşlarken diğer kenar hızını korumaya çalışır. Bunun sonucunda varilin hareket doğrultusu iki yüzeyin ara yüzüne dike yakın bir hâle geçer (Görsel 5.2).



Görsel 5.2: Yuvarlanan varilin asfalt yüzeyden çim yüzeye geçerken hareket doğrultusunun değişmesi

Işığın ortam değiştirirken kırılma miktarı, dalga boyuna bağlıdır. Kısa dalga boylu dalgalar, uzun dalga boylu dalgalara göre ortamdaki taneciklerle daha fazla etkileşime girer. Bu nedenle kısa dalga boylu ışık daha fazla kırılmaya uğrar. Görünür bölgede kırmızıdan mora doğru dalga boyu kısalır. Yavaşlatıcı ortama girince hızı en fazla azalan görünür ışık mor ışık, en az azalan da kırmızı ışıktır. Bunun sonucunda beyaz ışığın girdiği bir ortamda mor ışık en fazla kırılırken kırmızı ışık en az kırılır. Prizmadan geçen ışığın renklere ayrılması ve yağmur damlalarının gökkuşağı oluşturması bu durumun sonucudur.

5.1.1. Kırılma İndisi

Işığın boşluktaki hızının bir ortamdaki hızına oranına ışığın o ortamdaki **kırılma indisi (ortamın kırma indisi)** denir. Kırılma indisi "n" ile gösterilir. Kırılma indisi

$$n = \frac{c_o}{c_{ortam}}$$

eşitliği ile ifade edilir. Eşitlikte $\mathbf{c_o}$ ışığın boşluktaki (vakumdaki) hızını, $\mathbf{c_{ortam}}$ ise ortamdaki hızını gösterir. Vakumun kırma indisi 1'dir. Işığın herhangi bir ortamdaki hızı, taneciklerle etkileşimden dolayı vakumdaki hızından mutlaka küçük olacaktır. Bu nedenle tüm ortamların kırma indisi 1'den büyüktür. Havanın kırma indisi 1 kabul edilebilir.

Dalga boyu küçük olan ışık, taneciklerle daha fazla etkileşeceği için ortamda daha fazla yavaşlar. Bu nedenle kırılma indisi de büyük olur. Tablo 5.1'de bazı maddelerde farklı dalga boylarındaki ışığın kırılma indisleri verilmiştir.

Tablo 5.1: 20 °C Sıcaklıkta Bazı Maddelerin Farklı Dalga Boylarında Kırma İndisleri

	VAKUMDAKİ DALGA BOYU		
MADDE	**434 nm**	**589 nm**	**656 nm**
Etanol	1,3700	1,3618	1,3605
KCl(k)	1,5050	1,4904	1,4873
Su	1,3404	1,3330	1,3312

Kırılma indisi sıcaklığa bağlı olarak değişir. Maddelerin kırma indisleri, 20 °C sıcaklıkta uyarılmış sodyum buharından elde edilen 589 nm dalga boyundaki sarı ışığa göre verilir.

Örnek

Tablo 5.1'deki verilere göre vakumdaki dalga boyları 434 nm ve 656 nm olan ışıkların vakumdaki hızlarının oranı ve sudaki hızlarının oranı nedir?

Çözüm

Vakumda tüm elektromanyetik dalgalar aynı hızla hareket edeceğinden hızları oranı 1 olur.

Su içindeki hızları oranı için kırılma indislerinden yararlanılır

$$\frac{n_{434}}{n_{656}} = \frac{c_0 / c'_{434}}{c_0 / c'_{656}} = \frac{c_0}{c'_{434}} \cdot \frac{c'_{656}}{c_0} \qquad \frac{c'_{656}}{c'_{434}} = \frac{n_{434}}{n_{656}} = \frac{1,3312}{1,3404} = 0,993$$

Bağıntıda ışığın su içindeki hızları c' ile gösterilmiştir.

Örnek

KCl kristalinde kırılma indisi 1,5 olan görünür ışık dalgasının bu kristaldeki yayılma hızı kaç $m.s^{-1}$ dir? ($c_o = 3.10^8\ m.s^{-1}$)

Çözüm

$$n = \frac{c_o}{c_{ortam}} \qquad 1{,}5 = \frac{3.10^8}{c_{ortam}} \qquad c_{ortam} = 2.10^8\ m.s^{-1}$$

Sıra Sizde

1. **Saydam bir malzeme içinde ışığın $2{,}5.10^8\ m.s^{-1}$ hızla yayıldığı belirleniyor. Buna göre bu malzemenin ışığı kırma indisi nedir?** ($c=3.10^8\ m.s^{-1}$)

2. **Tablo 5.1'deki verilere göre vakumda dalga boyu 656 nm olan ışığın etanoldeki yayılma hızının sudaki yayılma hızına oranı nedir?**

Elektromanyetik dalgaların enerjileri hangi ortamda yayılırsa yayılsın frekansla doğru orantılıdır. Farklı bir ortama geçen dalganın frekansı değişmez yani enerjisi aynı kalır. Frekansın dalga boyu ile çarpımı dalganın hızına eşit olduğundan, hızı azalan elektromanyetik dalganın dalga boyu küçülür.

$$n = \frac{c_o}{c_{ortam}} \quad \text{ve} \quad c = \lambda \cdot v$$

olduğundan

$$n = \frac{\lambda_o \cdot v}{\lambda_{ortam} \cdot v}$$

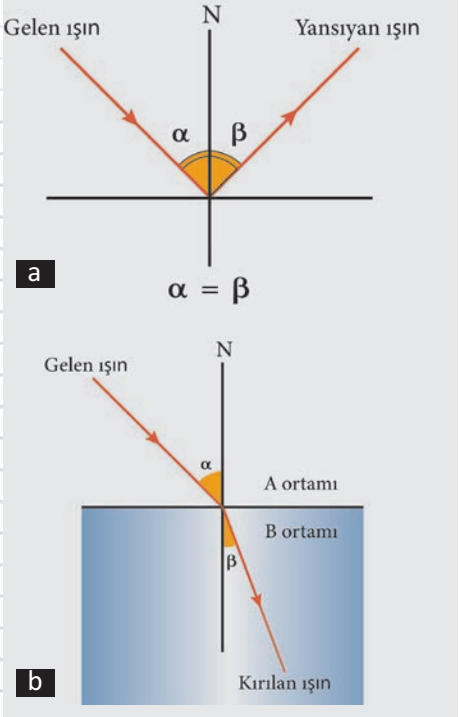
yazılabilir. Frekans aynı olduğundan sadeleşirse

$$n = \frac{\lambda_o}{\lambda_{ortam}}$$ eşitliği elde edilir.

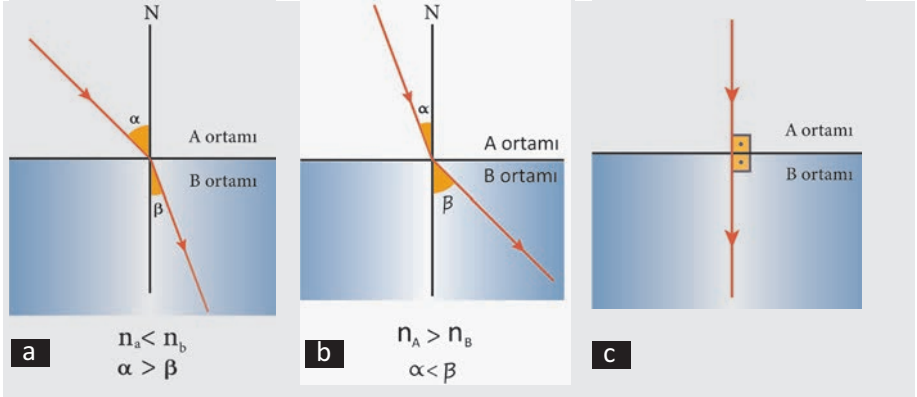
5.1.2. Yansıma ve Kırılma Yasası

Işığın bir ortamdan başka bir ortama geçerken kırılma ve yansıma şekli Hollandalı astronom ve matematikçi Willebrord Snellius (Villebrod Sinelyus) tarafından tanımlanan yasayla açıklamıştır. Snell Yasası olarak bilinen bu yasa aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

- Gelen, yansıyan ve kırılan ışın, yüzey normali ile aynı düzlemde yer alır.
- Bir yüzeyde yansıma yapan bir ışın için gelen ışının yüzey normali ile yaptığı açı, yansıyan ışının yüzey normali ile yaptığı açıya eşittir (Görsel 5.3.a).
- Işık bir ortamdan başka bir ortama geçtiğinde gelen ışının yüzey normali ile yaptığı açının sinüsü ve kırılan ışının yüzey normali ile yaptığı açının sinüsü, ortamların kırılma indisleri ile ters orantılıdır (Görsel 5.3.b). Bu durum cebirsel olarak $n_A.\sin\alpha = n_B.\sin\beta$ şeklinde gösterilebilir.
- Gelen ışık ve kırılan ışık ile ilgili aşağıdaki durumlar söz konusu olabilir.
  - Işık daha yüksek kırma indisine sahip bir ortama girerse ($n_A<n_B$) normalle arasındaki açı daralır ($\alpha>\beta$). Bu durumda ışık normale yaklaşır (Görsel 5.4.a).
  - Işık daha düşük kırma indisine sahip bir ortama girerse ($n_A>n_B$) normalle arasındaki açı büyür ($\beta>\alpha$). Bu durumda ışık normalden uzaklaşır (Görsel 5.4.b).
  - Işık yüzeye dik olarak gelirse (normalle yaptığı açı sıfır ise) kırılmadan geçer (Görsel 5.4.c).

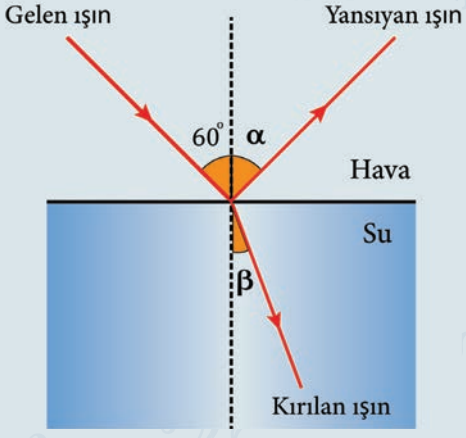


Görsel 5.3: a) Bir yüzeyden yansıyan,
b) Farklı bir ortama geçerken kırılan ışık ışını



Görsel 5.4: a) Büyük kırma indisli ortama bir açıyla giren ışığın kırılması,
b) Küçük kırma indisli ortama bir açıyla giren ışığın kırılması,
c) Farklı bir ortama dik açıyla giren ışığın geçişi

Örnek



Şekilde havadan suya düşen ışık görülmektedir. Gelen ışın normalle 60° açı yaptığına göre yansıyan ışınının normalle yaptığı açı (α) ve kırılan ışının normalle yaptığı açı (β) kaç derecedir?

(sin60= 0,866 , n_{hava} = 1, n_{su} = 1,30)

Çözüm

İkinci Snell Yasası'na göre gelen ışının normalle yaptığı açı, yansıyan ışının normalle yaptığı açıya eşittir.

$\alpha = 60°$

Üçüncü Snell Yasası'nın cebirsel ifadesi

$$n_A.\sin\alpha = n_B.\sin\beta$$

şeklindedir. A ortamı hava, B ortamı su olduğundan

$$n_{hava}.\sin60 = n_{su}.\sin\beta$$

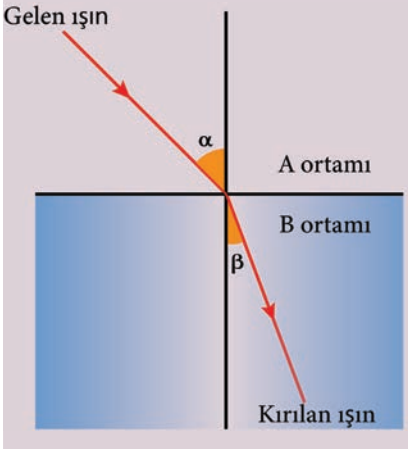
yazılabilir.

$$1.\sin60 = 1{,}30.\sin\beta$$

$$\sin\beta = 0{,}666$$

β = **41,75°** hesaplanır.

Sıra Sizde



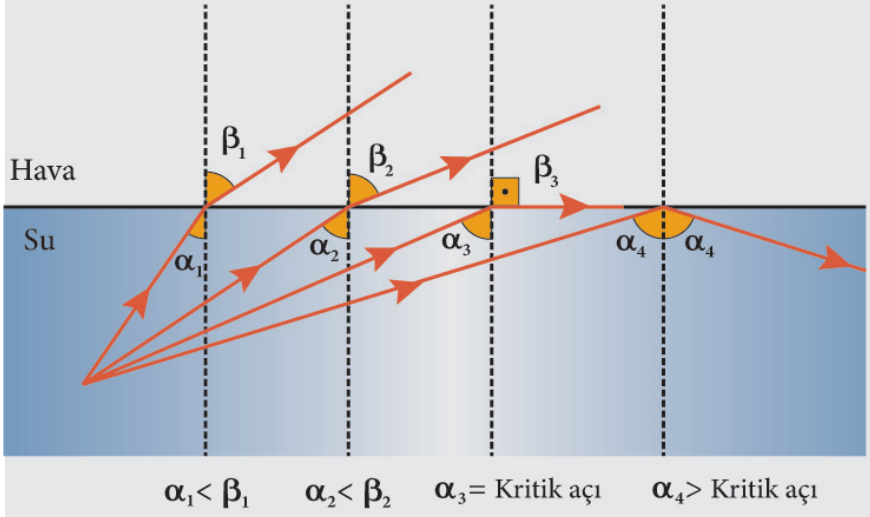
Bir ışın şekilde görüldüğü gibi A ortamından B ortamına geçerken normale yaklaşacak şekilde kırılıyor.

α > β olduğuna göre

a) Ortamların ışığı kırma indislerini (n_A ve n_B) kıyaslayınız.

b) Ortamlarda ışığın yayılma hızlarını (c_A ve c_B) kıyaslayınız.

5.1.3. İçten Tam Yansıma



Görsel 5.5: Sudan havaya doğru ışığın kırılması

Işık, kırılma indisi yüksek olan ortamdan düşük olan ortama geçerken normalden uzaklaşarak kırılır. Gelen ışığın normalle yaptığı açı büyüdükçe kırılan ışığın normalle yaptığı açı daha fazla büyür. Gelen ışının açısı sınır bir değere ulaştığı zaman, kırılan ışın normalle 90° açı yapar. Bu açıya **kritik açı** denir. Yüksek kırma indisli ortamda kritik açıda ara yüze gelen ışın, ara yüzden ayrılmadan yoluna devam eder. Kritik açıdan daha büyük açılarda gelen ışın ise düşük kırma indisli ortama geçemez. Ara yüzde tam yansıma gerçekleştirir (Görsel 5.5).

Tam yansıma olması durumunda iki ortam arasındaki ara yüz ayna gibi davranır. Bu özellikten yararlanılarak bir ortamın ışığı kırma indisini belirleyen ve buna dayalı analizler yapmak için kullanılan cihazlara **refraktometre** denir.

Yüksek kırma indisine sahip bir ortamdan çıkan ışık için kritik açı Snell Yasası'ndan yararlanılarak belirlenir.

Görsel 5.5'te 3 numaralı ışının yüzeye ulaştığı α_3 açısının kritik açı olduğu görülüyor. Bu ışın hava ortamına geçemeden normalle 90° açı yapacak şekilde yoluna devam etmiştir. O hâlde Snell Yasası

$n_{su}.\sin\alpha_3 = n_{hava}.\sin 90$ şeklinde yazılabilir. Bu eşitlikte $n_{hava}=1$ ve $\sin 90 = 1$ olduğundan çarpımları da 1'e eşit olur.

$n_{su}.\sin\alpha_3 = 1$ olur. Suyun kırma indisi 1,33 olduğuna göre

$1{,}33.\ \sin\alpha_3 = 1$

$$\sin\alpha_3 = \frac{1}{1{,}33}$$

$\alpha_3 = 48{,}75°$ bulunur.

Sudan havaya doğru normalle 48,75° dereceden daha geniş açılarda giden ışık, tam yansımaya uğrar ve hava ortamına geçemez. Su altında gözlükle hemen tepeye bakılırsa suyun dışı görülebilir ama daha dar bir açıyla birkaç metre kadar ilerideki su-hava ara yüzüne bakılırsa ara yüzün ayna gibi ışığı yansıttığı görülür (Görsel 5.6).



Görsel 5.6: Su altında tam yansıma

Örnek

Kırma indisi 1,4 olan bir A ortamından havaya doğru tutulan bir lazer ışının, ortamın dışındaki biri tarafından görülebilmesi için ışığın normalle yapacağı açı en fazla kaç derece olmalıdır?

(n_{hava} = 1, sin90=1)

Çözüm

$n_a.\sin\alpha = n_{hava}.\sin 90$

$n_a.\sin\alpha = 1$

$1,4.\sin\alpha = 1$

$\sin\alpha = \frac{1}{1,4}$

$\alpha = 45,58°$

Kritik açı 45,58 derecedir. Normalle bu açıdan daha geniş açılar yaparak gelen ışın, hava ortamına geçemediğinden hava ortamındaki gözlemci tarafından görülemez. Tam bu açıda gelen ışın, normale dik olarak ilerleyeceği için yine hava ortamına geçemez. O hâlde hava ortamında bulunan gözlemcinin lazer ışığını görebilmesi için lazerin normalle 45,58 dereceden daha küçük bir açıda gönderilmesi gerekir.

Örnek

Hava ile kritik açısı 30° olan bir X ortamının kırma indisi kaçtır? (n_{hava}=1, sin90=1, sin30=0,5)

Çözüm

$n_x.\sin 30 = n_{hava}.\sin 90$

$n_x.0,5 = 1.1$

$n_x = 2$

Sıra Sizde

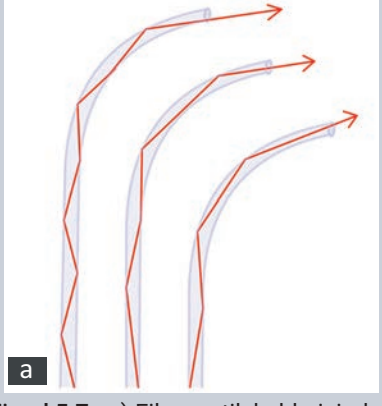
1. **Kırma indisi 1,5 olan bir ortamdan havaya doğru geçen bir ışın için kritik açı kaç derecedir?** (n_{hava} = 1, sin90=1)

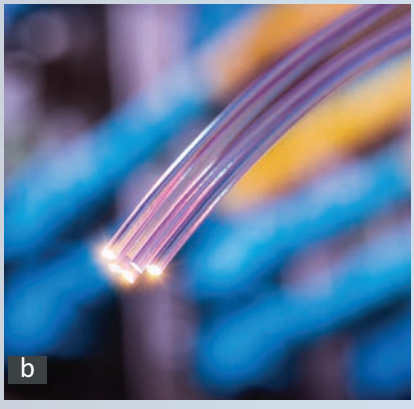
2. Bir ortamdan havaya doğru geçen bir ışık için kritik açı değeri 53° dir. **Buna göre bu ortamın kırma indisi kaçtır?** (sin53 = 0,8 , n_{hava}=1, sin90=1)

3. Işığın boşluktaki hızı 3.10^8 $m.s^{-1}$ dir. **Işık hızının $2,4.10^8$ $m.s^{-1}$ olduğu ortam için kritik açı kaç derecedir?** (n_{hava}=1, sin90=1)

BİLGİ NOTU

Fiber optik kablolar ışığın içten tam yansımasına dayalı olarak tasarlanmıştır. İnce cam liflerden oluşan fiber optik kablolar içinde bilgi, normal iletken kablolardaki gibi elektrik sinyalleri ile değil ışık ile iletilir. Bu sayede çok kısa sürede çok büyük miktarda veri aktarımı yapılabilir. Bir ucuna ışık tutulduğu zaman içinde ışık tam yansıma ile dışarı çıkamadığı için yandan bakılınca görünmez ancak diğer ucunda bir parlaklık görünür. Işık, camın içinde havadan daha yavaş hareket etse de başka veri iletim yollarının hepsinden çok daha hızlı bir şekilde bilgi iletimini sağlar (Görsel 5.7).





Görsel 5.7: a) Fiber optik kablo içinde ışığın hareketi
b) Bir ucuna ışık tutulan fiberoptik kablonun diğer ucunun görünüşü

5.1.4. Kırma İndisini Etkileyen Faktörler

Işığın madde ortamındaki hızı, madde ile etkileşme miktarı arttıkça azalır. Bu etkileşimleri artıran faktörler kırılma indisinin artmasına sebep olur. Işık madde etkileşimi elektronlar ile olduğu için ışık yolundaki elektron sayısı ne kadar fazla ise kırılma indisi de o kadar büyür. Bir maddenin kırma indisi sıcaklık, özkütle, basınç ve madde çözelti ise çözelti derişimine bağlı olarak değişir.

Özkütle ve Basınç

Maddenin özkütlesinin artması, kırma indisinin büyümesine sebep olur. Basınç artışı katı ve sıvılarda özkütleyi çok fazla etkilemez. Bu nedenle basıncın katı ve sıvılarda kırma indisine etkisi çok azdır. Basınç değişimi, gazların özkütlesini önemli ölçüde değiştirir. Bu nedenle gazlarda basıncın kırma etkisine etkisi büyüktür. Basınç arttıkça birim hacimdeki gaz taneciklerinin sayısı da artar. Bu durum ışığın daha fazla tanecikle etkileşmesine ve daha fazla kırılmasına neden olur.

Sıcaklık

Sıcaklık artışı maddenin özkütlesini azaltacağı için kırma indisinin küçülmesine neden olur. Kırma indisleri standart olarak 20 °C'de ölçülür. Farklı sıcaklıklarda yapılan ölçümler için gerekli düzeltmeler yapılır.

Çözelti Derişimi

Çözeltilerin kırma indisleri çözeltiyi oluşturan maddelere bağlıdır. İki sıvıdan oluşan çözeltinin kırma indisi bu sıvıların saf hâldeki kırma indisleri arasındadır. İki sıvıdan hangisinin mol kesri daha büyükse çözeltinin kırma indisi o sıvının kırma indisine daha yakın olur. İki saydam katıdan oluşan katılarda da durum benzerdir.

Katı-sıvı çözeltilerinde ışık yolunda çözücü tanecikleri ile birlikte bulunan çözünen tanecikler kırma indisinin değişmesine neden olur. Şekerin suda çözünmesi, suyun kırma indisinin büyümesine sebep olur. Meyve sularında çözünmüş şeker türleri ve diğer katı maddelerin toplam derişimleri kırma indisinden yararlanılarak hesaplanabilir.

Tablo 5.2: Bazı Maddelerin 20 °C Sıcaklıkta ve 589 nm Dalga Boyundaki Işığı Kırma İndisleri

MADDE ADI	KIRMA İNDİSİ
Vakum	1,0000
Hava	1,00027
Buz	1,310
Su	1,3330
Etil alkol	1,360
Toluen	1,4969
Cam	1,61
Elmas	2,42

2 BÖLÜM

REFRAKTOMETRE



Neler Öğreneceksiniz?

- Refraktometre
- Refraktometrenin Kısımları ve Çalışma Prensipleri

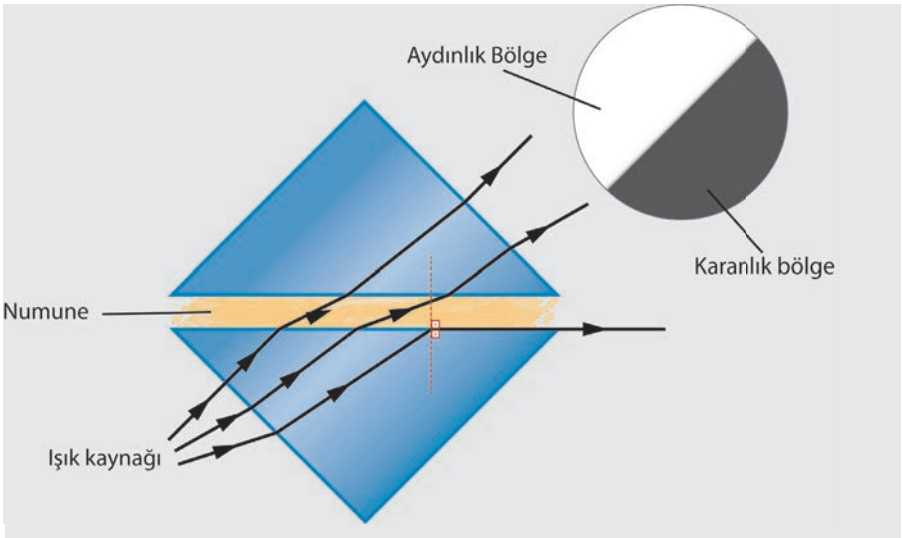
5.2. REFRAKTOMETRE

Kırma indisini ölçmek için kullanılan cihazlara **refraktometre** denir. Refraktometreler iki prizma arasında bulunan bir örnek içinden geçen ışık için kritik açıyı tespit ederek kırma indisini belirleyen sistemlerdir. Prizmaların yapıldığı malzemenin (çoğunlukla cam) kırma indisi, sıvı örnekten büyük olacağı için ışık prizmadan örneğe geçerken normalden uzaklaşır.

Kritik açıya eşit ve bundan daha büyük açı ile gelen ışık, sıvının içine hiç geçemeyip prizma içinde geri yansıyacaktır. Numunenin içine geçen ışık ise önce ikinci prizmaya oradan da görüntünün oluştuğu mercek olan okülere ulaşır. Bu durumda okülerden bakan gözlemci kendisine ulaşan ışığın olduğu bölgeyi aydınlık, kritik açıdan büyük açıya karşılık geldiği için ışık ulaşmayan bölgeyi ise karanlık görecektir (Görsel 5.8).

NOT

Teleskop, mikroskop, refraktometre gibi optik cihazlarda, gözle bakılan merceğe **oküler** denir.



Görsel 5.8: Refraktometrede ışığın prizmalardan kırılması

Farklı tipte refraktometreler olsa da hepsi aynı prensiple ölçüm yapmaktadır. En yaygın refraktometre tipleri el tipi geleneksel refraktometreler ve laboratuvarda masaüstü olarak kullanılan Abbe refraktometreleridir. Günümüzde dijital refraktometreler de yaygın kullanılmaktadır.

Antifriz karışımlarının donma noktasının belirlenmesinde, akü sıvısının elektrolit derişiminin tespit edilmesinde, balın su yüzdesinin ya da meyve sularında çözünmüş toplam katı madde miktarının (briks) belirlenmesinde refraktometrelerden yararlanılır.

Refraktometri pratik bir yöntem olduğu için oldukça geniş kullanım alanına sahiptir. Tıpta kan plazmasının yoğunluğunun belirlenmesinde ve idrardaki üre yoğunluğunun tespitinde kullanılır. Uyuşturucu kullanımının tespitinde idrarın kırma indisinden yararlanılır.

Antifriz-su karışımının kırma indisi antifriz derişimine bağlı olduğu için bu karışımların donma noktasının tespiti refraktometre ile yapılabilir. Zeytinyağı gibi bitkisel yağların oksidasyonu kırma indisinin büyümesine neden olur. Oksidasyon, zeytinyağının acılaşmasına sebep olacağı için bu yağların kalite kontrollerinde refraktometreden yararlanılır. Meyve sularında şeker ve çözünür katı madde yoğunluğu arttıkça kırma indisi de büyür. Bu nedenle gıdalarda kırma indisine dayalı analizler yaygın şekilde uygulanmaktadır. Mayalanma ile alkol oluşumu, şeker içeren çözeltinin kırma indisini düşürür. Kırma indisine bakılarak mayalanma miktarı tespit edilebilir. Metil alkol ve etil alkolün tanınmasında kırma indisi oldukça kullanışlıdır. Metil alkolün kırma indisi 1,325 iken etil alkolün kırma indisi 1,360'dır. Elmas gibi değerli taşların temizliğinin tespitinde yine kırma indisi ölçümleri kullanılmaktadır.

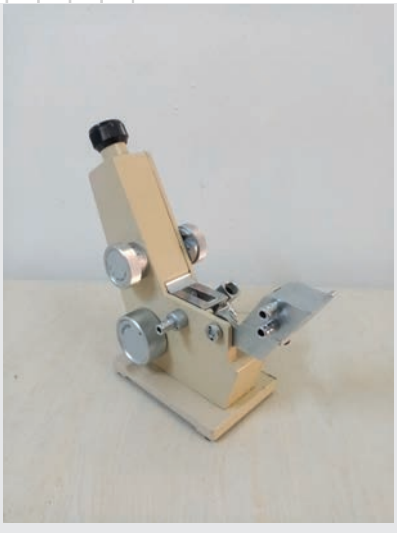
5.2.1. Refraktometrenin Kısımları



Görsel 5.9: El tipi refraktometre

El tipi refraktometrelerde (Görsel 5.9) numune kısmı, prizma, ayar vidası, mercekler (odaklama bölmesi) ve oküler bulunur. Abbe refraktometreleri (Görsel 5.10) ise ya ayna ile gün ışığını yönlendirir ya da kendisine ait lamba bulundurur. Numune iki prizma arasına yerleştirilir. Prizmadan geçen ışık el tipinde olduğu gibi okülere gider.

Her iki refraktometrede de okülerde görüntünün netleşmesi için odaklama ayarı yapılmalıdır. Prizmadan geçerek üzerinde ölçüm skalası olan bir pencereden geçen ışık merceklere gelir. Burada kullanıcı tarafından odaklanarak ölçüm yapılır. El tipi refraktometrelerde kullanım amacına göre (meyve suyunda katı madde miktarı, antifrizde donma sıcaklığı vb.) farklı ölçüm skalası bulunur. Bu skalalar üzerinde hem kırma indisi hem de ölçümü yapılan özellik yazılıdır.



Görsel 5.10: Abbe refraktometresi

Çözeltideki alkol derişimini, balda şeker derişimini gösteren özel refraktometreler bulunmaktadır ancak uygun derişimli çözeltilerin kırma indisleri bilinirse ölçeği özel olarak düzenlenmiş refraktometreler kullanılmadan da bu gibi özellikler tespit edilebilir. Kullanım kolaylığı ve taşınabilmesi nedeniyle el tipi refraktometreler çok geniş bir kullanım alanına sahiptir.

Abbe refraktometresinde okülerden bakıldığında ortasında çarpı işareti olan bir yuvarlak pencere, altında kırma indisinin okunduğu skala bulunur. Bu tip refraktometrelerde iki ayar vidası bulunur. Biri okülerden görünen aydınlık karanlık bölge sınırını gözlem penceresinde çarpı işaretinin ortasına gelecek şekilde prizmaların eğimini değiştirmeye, diğeri ise mercekleri odaklayarak

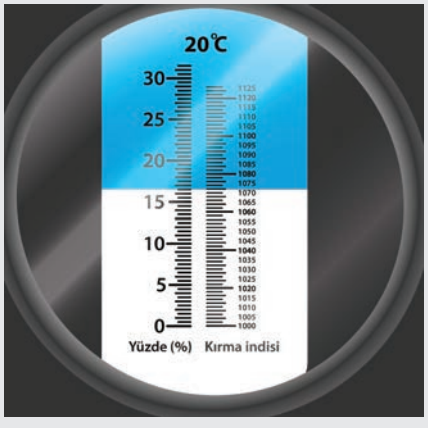
görüntünün netleşmesine yarar. Abbe refraktometreleri bir ayna yardımı ile gün ışığını kullanarak ölçüm yapabildiği gibi 589 nm sarı ışık veren bir lamba ile entegre de olabilir. Birçok refraktometrede sıcaklığı 20 °C'de sabitleyecek termostat sistemi de mevcuttur.

El tipi refraktometreler güneş ışığı ile kullanılırken Abbe refraktometrelerinde tek bir dalga boyunda ışık kullanılması nedeniyle daha keskin ölçümler yapılır. Abbe refraktometresi kullanımı kolay olmasına rağmen taşınabilir olmadığı için yalnızca laboratuvarda kullanılır. Sahada pratik kullanım için uygun değildir.

5.2.2. Refraktometre ile Ölçüm Yapılması

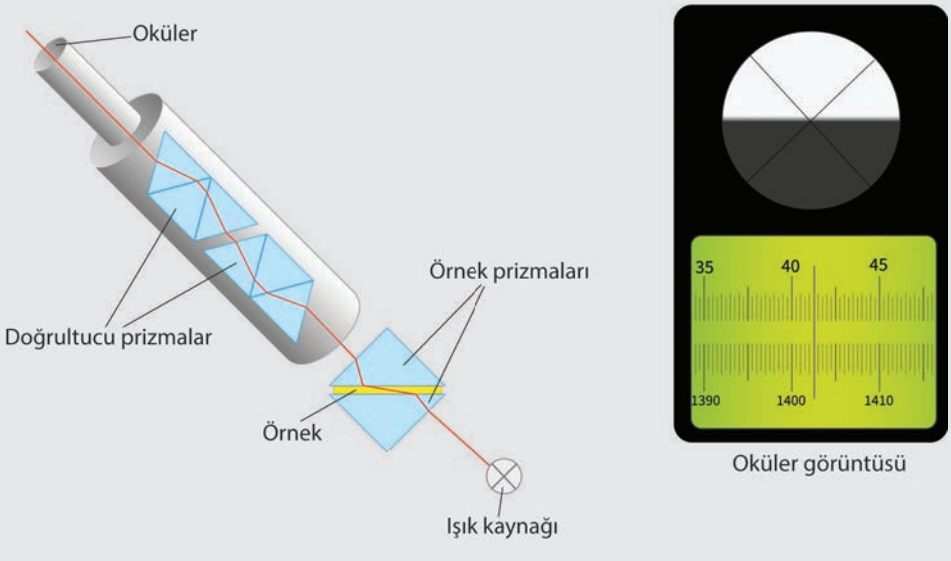
Ölçüm yapılmadan önce numune konulan prizmaların üzeri alkollü bez ile iyice temizlenmelidir. Kirlilikler ışığı saçacağı için ölçümün hatalı olmasına neden olur. Temizlenmiş refraktometrede 20 °C sıcaklıkta saf su kullanılarak kırma indisi 1,333 olacak şekilde kalibrasyon yapılır. Prizmaları temizlenip kurutulan refraktometreye, ölçüm yapılacak numune koyularak kırma indisi belirlenir.

El tipi refraktometrelerde aydınlık-karanlık bölge sınırının skalada hangi değerlere karşılık geldiği doğrudan okunur (Görsel 5.11) .



Görsel 5.11: El tipi refraktometrenin oküler görüntüsü

Abbe refraktometresinde odaklama ile görüntü netleştirilip ayar vidası yardımı ile de aydınlık-karanlık bölge sınırı yuvarlak penceredeki çarpı işaretinin tam ortasına getirilir. Daha sonra alttaki skaladan kırma indisi ve derişim değeri okunur (Görsel 5.12).



Görsel 5.12: Abbe refraktometresinin şeması ve oküler görüntüsü

3 BÖLÜM

REFRAKTOMETRİ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Zeytinyağında Kırılma İndisi Analizi
- Meyve Sularında Kuru Madde Analizi

5.3. REFRAKTOMETRİ UYGULAMALARI

Kırma indisi numune içinde spesifik bir maddenin miktarını veremese de genel niteliği hakkında oldukça pratik şekilde bilgi edinilmesini sağlar. Bu nedenle geniş bir kullanım alanı vardır.

5.3.1. Zeytinyağında Kırma İndisi Analizi

Elde edilen zeytinin üretildiği sezondaki iklim koşulları, yağın asitliği gibi faktörler, zeytinyağının kırma indisinin değişmesine sebep olmaktadır. Zeytinyağının kalitesinin belirlenmesinde refraktometrik ölçüm önemli yer tutar (Görsel 5.13). Ülkemizde üretilen zeytinyağının kırma indisi 1,4625 ile 1,4700 arasında değişmektedir. Kırma indisinin fazla büyük olması yağın oksitlenerek acılaştığını gösterir. Böyle yağlar gıda olarak tüketilmek yerine sabun ya da biyodizel üretiminde kullanılmaktadır. Abbe refraktometresinde zeytinyağında kırma indisi analizi aşağıdaki işlemlerle yapılmaktadır.



Görsel 5.13: El refraktometresi ile ölçüm

Nem giderme: Zeytinyağında bulunması muhtemel nem, kırma indisini gerçek değerinden düşük göstereceğinden negatif hataya sebep olabilir. Bu nemin uzaklaştırılması için basit süzme yeterlidir. Süzgeç kâğıdı üzerine bir miktar susuz sodyum sülfat ilave edilerek nemin daha iyi tutulması sağlanabilir.

Refraktometrenin çalıştırılması: Refaktometre uygun bir zemine yerleştirilir ve çalıştırılır. Aynalı refraktometrede, okülerden bakıldığında prizma kısmının altında bulunan aynadan maksimum ışık alması sağlanır. Entegre lambası olan refraktometrelerde çevreden gelen ışığın doğrudan prizmaya ulaşmamalıdır. Refraktometre termostatlı ise çalışma sıcaklığı 20 °C'ye ayarlanır. Termostatlı değil ise ölçülen kırılma indisi düzeltme faktörü kullanılarak düzeltilir. Ölçüm yapılmadan önce prizmalar alkol ile temizlenmelidir.

Kalibrasyonun kontrolü: Refraktometrenin saf suyun kırılma indisini 1,333 olarak gösterecek şekilde ayarlanmış olması gerekir. Farklı bir değer gösteriyor ise bu değeri gösterecek şekilde ayarlanmalıdır.

Analiz: Prizma kısmı açılıp yumuşak bir pamuk ile temizlendikten sonra 1-2 damla zeytinyağı damlatılarak prizma kapatılır. Kaba ve ince ayar düğmeleri kullanılarak karanlık ve aydınlık bölgelerin net bir şekilde kesişim çizgisi belirlenir. Sayısal skaladan kırılma indisi okunur ve kaydedilir.

Refraktometrenin temizlenmesi: Refraktometrenin prizması bir sonraki analiz için etil alkol veya benzeri bir çözücü ile temizlenerek kapatılır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Kırma İndisi Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruyu cevaplayınız.

Amaç: Abbe refraktometresi ile zeytinyağının kırma indisini belirlemek.

Araç-Gereç: Abbe refraktometresi, damlalık, pamuk, huni, beher, süzgeç kâğıdı, spor düzeneği.

Kimyasal Maddeler: Zeytinyağı, ayçiçek yağı, etil alkol, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Zeytinyağını süzgeç kâğıdı ile süzünüz.
3. Refraktometrenin prizmalarını alkolle ıslatılmış pamuk ile silip kurulayınız. Termostatlı ise sıcaklığı 20 °C'ye ayarlayınız.
4. Saf su ile refraktometrede ölçüm yapıp kırma indisini 1,333 olacak şekilde kalibre ediniz.
5. Silip kuruttuğunuz prizma üzerine süzülmüş zeytinyağı damlatıp ölçüm yapınız.
6. Refraktometrenin prizmalarını alkolle ıslatılmış pamuk ile temizleyiniz.
7. Zeytinyağını kırma indisini ölçmek için uyguladığınız her bir basamağı ayçiçek yağının kırma indisini ölçmek içinde uygulayınız
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Zeytinyağı ve ayçiçek yağının kırma indislerini ve ışığın zeytinyağı ve ayçiçek yağındaki hızlarını kıyaslayınız.

Değerlendirme sorusu 100 puan üzerinden değerlendirilecektir.

5.3.2. Meyve Sularında Kuru Madde Analizi

Meyve sularında şeker gibi çözünmüş kuru maddeler kırma indisinin artmasına sebep olur. Bu nedenle kırma indisi analizi ile toplam çözünmüş madde miktarı tespit edilebilir.

Meyve suyunda çözünmüş kuru maddeye **briks** denmektedir. Meyve suyunda briks analizi aşağıdaki işlemlerle yapılmaktadır.

Numunenin analize hazırlanması: Meyvelerde kuru madde analizi yapılacaksa, meyve 3-4 kat olarak hazırlanan tülbentte ezilerek oluşan meyve suyunda analiz yapılır. Meyve sularında ise işleme gerek olmaksızın doğrudan ölçüm yapılır.

Refraktometrenin çalıştırılması: Refraktometre, zeytinyağında kırma indisi yapılmasındaki gibi çalıştırılarak analize hazırlanır.

Kalibrasyonun kontrolü: Saf su ile kırma indisi 1,333 ve derişimi 0,00 olacak şekilde kalibre edilmelidir.

Analiz: Prizma kısmı açılarak yumuşak bir pamuk ile temizlenip 1-2 damla meyve suyu damlatılarak prizma kapatılır. Kaba ve ince ayar düğmeleri kullanılarak karanlık ve aydınlık bölgelerin net bir şekilde kesişim çizgisi belirlenir. Sayısal skaladan kırılma indisi ve kütlece yüzde derişim değeri okunur.

Hesaplamalar: Numune ile doğrudan ölçüm yapılmışsa cihazdan okunan değer doğrudan çözelti derişimidir. Bir hesaplama yapmaya gerek yoktur. Ölçüm seyreltilmiş numuneden yapılmışsa seyreltme faktörü ile briks hesaplanır.

Refraktometrenin temizlenmesi: Refraktometrenin prizması bir sonraki analiz için etil alkol veya benzeri bir çözücü ile temizlenerek kapatılır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Kuru Madde Analizi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: El tipi refraktometre ile meyve suyunda kuru madde derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: El tipi refraktometre, damlalık, pamuk.

Kimyasal Maddeler: İki farklı çeşit meyve suyu, etil alkol, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Refraktometrenin prizmalarını alkolle ıslatılmış pamuk ile silip kurulayınız.
3. Saf su ile refraktometrede ölçüm yapıp kırma indisini 1,333 olacak şekilde kalibre ediniz.
4. Silip kuruttuğunuz prizma üzerine meyve suyu damlatıp ölçüm yapınız.
5. Refraktometrenin prizmalarını alkolle ıslatılmış pamuk ile temizleyiniz.
6. Prizma üzerine diğer meyve suyunu damlatıp ölçüm yapınız.
7. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Meyve sularının kırma indislerini ve briks değerlerini kıyaslayınız.

Değerlendirme sorusu 100 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Saydam bir ortamda beyaz ışığın hızı $2{,}5.10^8$ $m.s^{-1}$ olarak ölçülmüştür. **Bu ortamın kırma indisini hesaplayınız.** ($c= 3.10^8$ $m.s^{-1}$)

2. Havadan, saydam bir ortama giren ışığın yüzey normali ile yaptığı açı 45 derecedir. **Saydam ortamın kırma indisi 2,5 olduğuna göre kırılan ışığın yüzey normali ile yaptığı açı yaklaşık kaç derece olur?** ($n_{hava} = 1$, $\sin 45 = 0{,}707$)

3. **Etil alkolden havaya doğru geçen bir ışın için kritik açı kaç derecedir?** ($n_{hava} = 1$, $n_{etanol} = 1{,}36$, $\sin 90 = 1$)

4. Limon suyundan alınan 2 mL örnek 10 mL'ye seyreltilerek refraktometrik analiz için hazırlanıyor. 10 mL numuneden alınan bir miktar limon suyunun briks yüzdesi refraktometreden 1,6 olarak okunuyor. **Orijinal örnekteki briks yüzdesini hesaplayınız.**

5. **Su üzerine aşağıda verilen işlemler uygulandığında suyun kırma indisinin nasıl değişeceğini belirtiniz.**

   a) Sıcaklığını artırma

   b) İçinde şeker çözme

   c) Aynı sıcaklıkta daha düşük basınçlı ortama götürme

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Işığın kırılması ile ilgili**

I. Işık, yayılma hızı farklı olan bir ortama geçerken kırılmaya uğrar.
II. Işığın ortam değiştirirkenki kırılma miktarı ışığın dalga boyuna bağlıdır.
III. Beyaz ışığın girdiği bir ortamda en fazla mor ışık, en az kırmızı ışık kırılır.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. Işığın farklı ortamlar arasında geçiş yaparken kırılma ve yansıma şekilleri Snell Yasası ile açıklanır. **Buna göre;**

I. Işık daha yoğun bir ortama geçiyorsa normalden uzaklaşacak şekilde kırılır.
II. Işık kırma indisi büyük olan bir ortama geçiyorsa normale yaklaşacak şekilde kırılır.
III. Bir ortama dik olarak giren ışık normalden uzaklaşacak şekilde kırılır.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) Yalnız II
C) I ve II D) I ve III
E) II ve III

3. Nar suyundan alınan 10 mL numune 50 mL'ye seyreltilerek refraktometre ile analizde briks değeri 2,7 okunuyor. **Orijinal numunenin briks değerini kaçtır?**

A) 2,7 B) 5,4
C) 10,8 D) 13,5
E) 27

4. **Refraktometreler ile ilgili**

I. Maddelerin kırma indislerini ölçmek için kullanılır.
II. Gün ışığını kullanabildikleri gibi kendilerine ait lambaları da olabilir.
III. Okülerde görüntünün netleşmesi için odaklama yapılmalıdır.

ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

5. Aşağıda bazı maddelerin 20 °C sıcaklıkta 589 nm dalga boyunda yaklaşık kırma indisleri verilmiştir.

hava	1
su	1,333
cam	1,6

Bu bilgilerden yararlanarak aşağıdakilerden hangisine ulaşılamaz?
(sin90=1)

A) Havadan suya geçen ışının gelme açısı kırılma açısından büyüktür.
B) Sudan havaya geçen ışının kritik açısı 48,61 derecedir.
C) Camdan suya geçen bir ışının gelme açısı kırılma açısından büyüktür.
D) Işık havada camdan daha hızlı hareket eder.
E) Camdan suya geçen bir ışın tam yansımaya uğrayabilir.



KONULAR

- 6.1. POLARİZE IŞIK VE OPTİKÇE AKTİFLİK
- 6.2. POLARİMETRİK ANALİZLER
- 6.3. POLARİMETRİ UYGULAMALARI

6. ÖĞRENME BİRİMİ

POLARİMETRE

Temel Kavramlar

- Analizör
- Asimetrik Karbon
- Enantiyomer
- Kirallık
- Optik İzomeri
- Optikçe Aktiflik
- Özgül Çevirme Açısı
- Polarimetri
- Polarize Dalgalar
- Polarize Işık
- Polarizör
- Rasemik Karışım

1 BÖLÜM

POLARİZE IŞIK VE OPTİKÇE AKTİFLİK

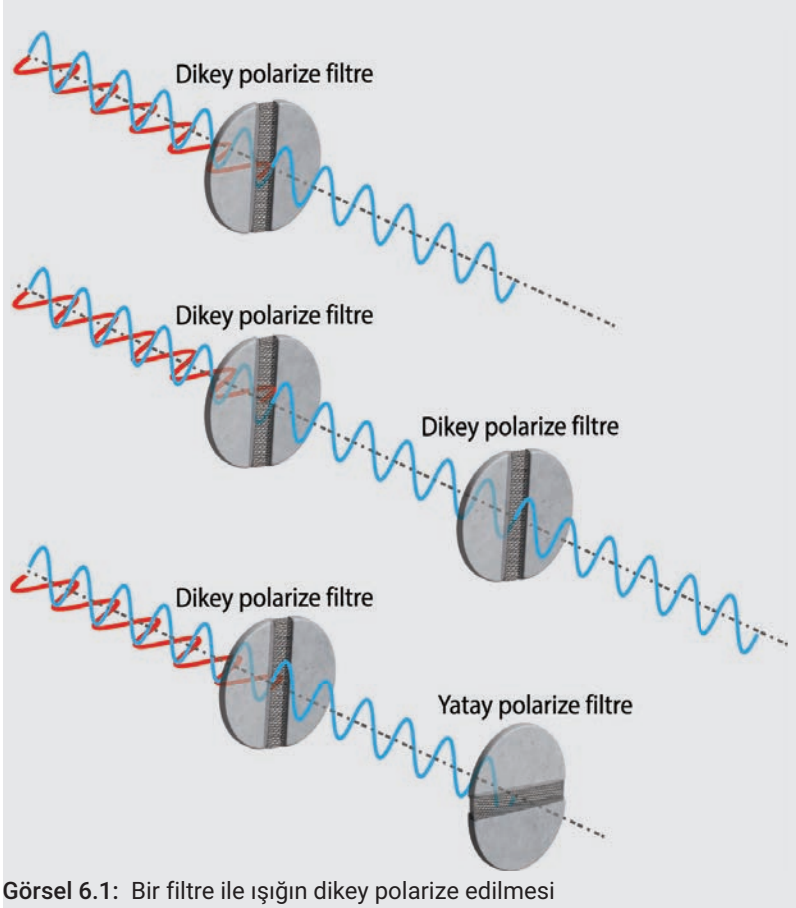


Neler Öğreneceksiniz?

- Polarize Işık
- Işığın Polarize Edilmesi
- Optikçe Aktiflik
- Kirallık

6.1. POLARİZE IŞIK VE OPTİKÇE AKTİFLİK

Işığın bir elektromanyetik dalga olduğu bilinmektedir. Bu dalgalar, kaynaktan çıktıkları zaman yayılma doğrultusuna dik, genellikle her yönde titreşimler oluşturarak yayılır. Ancak bazı durumlarda bu dalgaların sadece yayılma doğrultusuna dik, tek bir yönde titreşerek yayıldığı görülür. Yayılma doğrultusuna dik tek bir yönde titreşerek yayılan dalgalara **polarize dalgalar**, polarize dalgalar hâlinde yayılan ışığa ise **polarize ışık** denir. Polarize ışık iki boyutlu bir alanda titreşerek yayıldığı için **düzlem polarize ışık** olarak da adlandırılır.



Görsel 6.1: Bir filtre ile ışığın dikey polarize edilmesi

NOT

Işık düzlemsel polarizasyon dışında eliptik ve dairesel olarak da polarize olabilir. Kimyasal analizler düzlem polarize ışık ile yapılmaktadır.

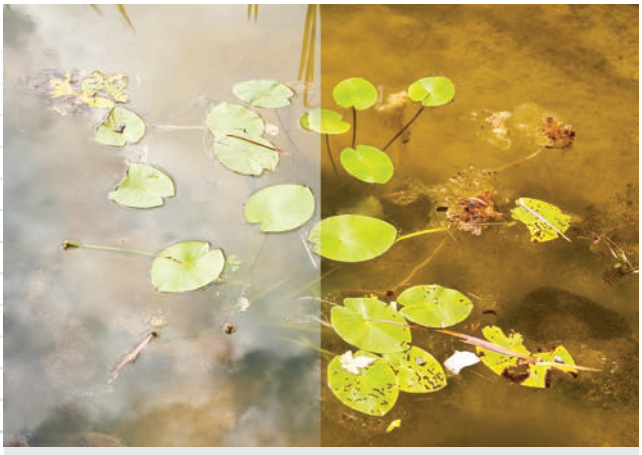
NOT

Polarize dalgalar, bir ucu sabitlenmiş ipin ucundan tutulup sallanmasıyla elde edilen dalgalara benzetilebilir. Elde edilen dalganın yayılma doğrultusu ip üzerindedir. Eğer ip yukarı-aşağı sallanarak dalga elde edilmişse salınım da yukarı-aşağı olur ama ip sağa-sola sallanarak dalga elde edilmişse salınım da sağa-sola olur.

Belirli bir yönde polarize edilmiş ışık, polarizasyonu ile paralel bir filtreden geçebilir. Ancak polarizasyon yönüne dik bir filtreden geçemez (Görsel 6.1)

Günümüzde ışığın polarizasyonuna dayanarak güneş gözlükleri, kamera filtreleri, bilgisayar ve telefon ekranları yapılmaktadır. Uydulardan yapılan yayınlarda da polarizasyon önemlidir. Belirli bir frekansta dikey polarizasyonda bir yayın alınabilirken aynı frekansta yatay polarizasyonda başka bir yayın alınabilir.

6.1.1. Işığın Polarize Edilmesi

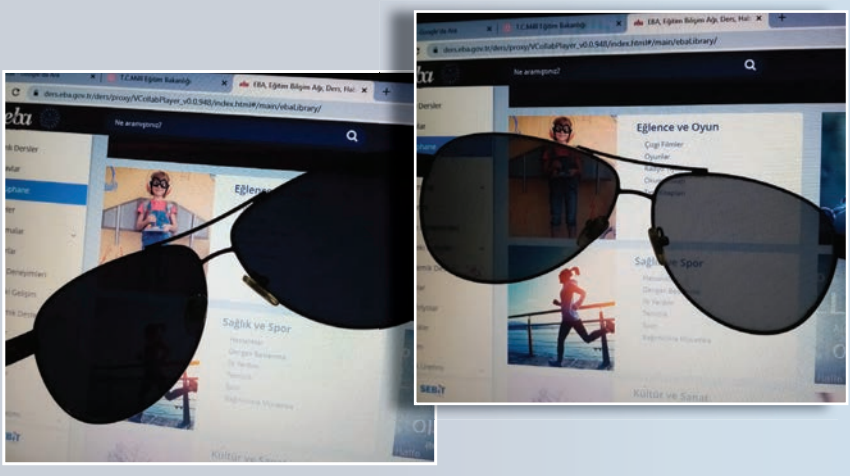


Görsel 6.2: Su yüzeyinin polarize filtre olmadan (sol taraf) ve polarize filtre kullanılarak (sağ taraf) elde edilen görüntüsü

Polarize olmayan ışık kutuplayıcı filtreden (polarizör) geçirilerek polarize edilebilir. Bir diğer polarizasyon yolu da ışığın yüzeyden yansımasıdır. Işık yüzeye çarptığı açıya bağlı olarak kısmen ya da tamamen polarize olarak yansır. Polarize filtreli güneş gözlükleri, polarize olmuş bu ışığı süzerek görüntü kalitesini düşürmeden göze daha az ışık gelmesini bu sayede gözdeki optik hücrelerin (koni ve çomak) daha az yorulmasını sağlar. Işık, yansıma ile yatay polarize olduğu için güneş gözlüklerinin filtreleri dikey polarize ışığı geçirecek şekildedir. Yansıyan ışığın önemli kısmı göze ulaşmadığı için daha kaliteli ve temiz görüntü elde edilir (Görsel 6.2).

BİLGİ NOTU

Polarize filtreli güneş gözlüğü yardımıyla polarize filtrelerin çalışması anlaşılabilir. Sınıflarda kullanılan akıllı tahtalar ile birçok bilgisayar ve akıllı telefon ekranından yayılan ışık polarize hâldedir. Bahsedilen ekranlardan birine polarize güneş gözlüğünün arkasından bakılıp, gözlük yavaşça belli bir açıya çevrildiği zaman gözlük camından, ekran karanlık görülür (Görsel 6.3). Bunun sebebi, ekrandan gelen polarize ışığın titreşim düzlemi ile gözlük camındaki polarize filtrenin süzme açısının birbirine dik olmasıdır.



Görsel 6.3: Polarize filtreli güneş gözlüğünden farklı açılarda bilgisayar ekranının görünüşü

6.1.2. Optikçe Aktiflik

Birçok madde, düzlem polarize ışığın titreşim yönünü etkilemezken bazı maddeler titreşim düzleminin belli bir açıyla dönmesine neden olur. Bu tip maddelere **optikçe aktif** madde denir. Optikçe aktif bir maddenin çözeltisinden geçen polarize ışığın titreşim düzleminin dönme açısı maddenin cinsine, ışığın geçtiği yolun uzunluğuna ve çözeltinin derişimine bağlıdır.

Derişimi 1 $g.mL^{-1}$ olan bir çözeltide 10 cm yol alan polarize ışığın titreşim düzleminin dönme açısına maddenin **spesifik (özgül) çevirme açısı** denir. Spesifik çevirme açısı her optikçe aktif madde için karakteristiktir ve kullanılan dalga boyuna göre değişir.

Bazı şekerlerin 589 nm dalga boyunda (sarı ışık) spesifik çevirme açıları tablo 6.1'de verilmiştir.

Tablo 6.1: Bazı Şekerlerin 589 nm Dalga Boyundaki Spesifik Çevirme Açıları

	ÇEVİRME AÇISI
Sakkaroz	+66, 5°
D-Fruktoz	-92,3°
Laktoz	+55,3°
D- Glikoz	+52,5°
D- Galaktoz	+80,2°

Çevirme açısının "+" işaretli olması polarize ışığın titreşim düzlemini sağa, "-" işaretli olması ise sola çevirdiğini gösterir.

Bir çözeltinin polarize ışığın titreşim düzlemini ne kadar çevireceği, çözeltinin derişimi ve çözeltiden ışığın geçtiği yolun uzunluğu ile doğru orantılıdır. 2 $g.mL^{-1}$ derişimli glikoz çözeltisinden 10 cm boyunca geçen 589 nm dalga boyundaki polarize ışığın dönme açısı 105° iken aynı çözeltiden 5 cm boyunca geçen polarize ışığın dönme açısı 52,5° dir.

Kirallık

Aynada kendine bakan bir insan karşısındaki görüntünün kendisiyle birebir aynı olduğunu düşünür. Oysa durum böyle değildir. Bakan kişinin sağ tarafı, aynadaki görüntüsünün sol tarafıdır. Daha özel olarak incelenirse, sağ elin aynadaki yansımasında parmakların konumları incelendiğinde elin sol el gibi göründüğü anlaşılır. Sol elin ayna görüntüsü de sağ ele karşılık gelir. Bu durum simetrik olmayan her nesne için aynıdır diğer bir deyişle cismin kendisi ile ayna görüntüsü birbirinden farklıdır. Simetrik olan nesneler için ise simetri eksenine paralel bir düzlem aynada oluşan görüntüsü kendisi ile aynıdır. Futbol topu ile aynadaki görüntüsü arasında bir fark yoktur. Kare şeklinde bir masanın hemen yanına dik koyulan aynadaki görüntüsü kendinin aynısıdır.

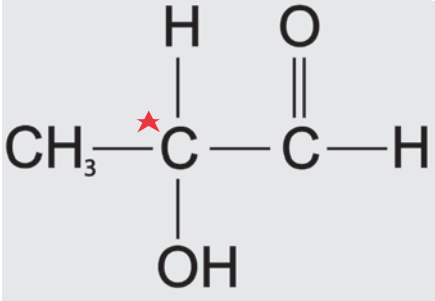


Görsel 6.4: P ve A harflerinin ayna görüntüleri

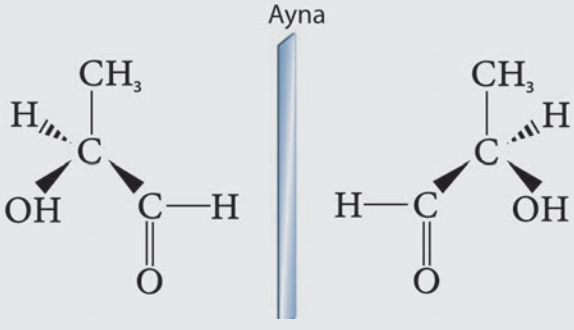
Simetrik olmayan, yani ayna görüntüsü ile kendisi aynı olmayan nesneler **kiral** nesnelerdir. Simetrik nesnelere ise **akiral nesneler** denir. Kirallık ve akirallık için harflerden örnek verilebilir. A, H, M, O gibi harfler akiral; F, P, R, G gibi harfler kiraldır (Görsel 6.4).

Organik moleküllerden de asimetrik karbon atomu bulunduranlar **kiral** moleküllerdir. Asimetrik karbon atomu, dört farklı gruba bağlı olan karbon atomudur.

Görsel 6.5'te açık formülü verilen 2-oksipropanal (CH_3-CHOH-CHO) molekülü kiral bir moleküldür. Bileşiğin açık formülü incelenirse bu durum daha iyi anlaşılabilir.



Görsel 6.5: 2-oksipropanalin açık formülü



Görsel 6.6: 2-oksipropanal bileşiğinin optik izomerleri

Molekülün 2. karbonuna metil (-CH_3), -H, -OH ve -CHO grubunun bağlı olduğu görülüyor. Dört farklı grup bağlı olduğu için molekülün 2. karbonu asimetrik karbondur. Molekülde asimetrik karbon bulunduğuna göre molekül kiraldır. Kiral moleküllerin kendisi ve ayna görüntüsü birbirinin **optik izomeri** veya **enantiyomeri** olarak adlandırılır (Görsel 6.6).

Optikçe aktif moleküllerin tümü kiral moleküllerdir. Kiral moleküllerin optik izomerleri, polarize ışığın titreşim düzlemini aynı açıyla fakat ters yönlere çevirir. Bir aminoasit olan alanin (CH_3-CH(NH_2)-COOH) bileşiğinin iki optik izomerinden biri için spesifik çevirme açısı +8,5° (sağa doğru 8,5°) diğeri için ise -8,5°dir (sola doğru 8,5°). Polarize ışığın titreşim düzlemini sağa çeviren enantiyomeri **dekstrorotator (sağa çeviren)** sola çeviren enantiyomeri ise **levorotator (sola çeviren)** olarak adlandırılır.

Aynı maddelerin enantiyomerleri farklı koku ve tat algılayıcılarına etki edebilir. Örneğin karvon adı verilen molekülün enantiyomerlerinden biri nane gibi kokarken diğeri kimyon kokusu verir.

İki enantiyomeri eşit oranda içeren bir çözelti -bu izomerlerin çevirme etkisi birbirini götüreceği için- polarize ışığa etki etmez. Bu karışımlara **rasemik karışım** veya **rasemat** denir.

Örnek

Aşağıda yarı açık formülü verilen bileşiklerin optikçe aktif olup olmadıklarını belirtiniz.

a) $CH_3CH_2CH_2CH_3$

b) $CH_3CH(OH)CH_2CH_3$

c) $CH_3CHClCH_2OH$

ç) $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_3$

Çözüm

a) Bileşikte asimetrik karbon olmadığı için akiraldır ve optikçe aktif değildir.

b) 2. karbon atomuna $-CH_3$, -H, -OH ve $-CH_2CH_3$ grupları bağlanmıştır. Bu karbon asimetriktir. Bileşikte asimetrik karbon atomu olduğundan kiraldır ve optikçe aktiftir.

c) 2. karbon atomuna $-CH_3$, -H, -Cl ve $-CH_2OH$ grupları bağlanmıştır. Bu karbon asimetriktir. Bileşikte asimetrik karbon atomu olduğundan kiraldır ve optikçe aktiftir.

ç) Bileşikte asimetrik karbon olmadığı için akiraldır ve optikçe aktif değildir.

Sıra Sizde

Aşağıda yarı açık formülü verilen bileşiklerin optikçe aktif olup olmadıklarını belirtiniz.

a) $CH_3CH_2CH_3$

b) $CH_3CH(OH)CH_3$

c) $CH_3CH(NH_2)CH_2OH$

ç) $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_2CH_3$

2 BÖLÜM

POLARİMETRİK ANALİZLER



Neler Öğreneceksiniz?

- Polarimetrik Analizlerin Temelleri
- Polarimetre
- Polarimetre Cihazının Kısımları ve Çalışma Prensipleri

6.2. POLARİMETRİK ANALİZLER

Kiral bir maddenin çözeltisinin derişiminin polarize ışığın titreşim düzlemini çevirme açısını değiştirme miktarına göre yapılan analizlere **polarimetrik analiz** denir.

6.2.1. Polarimetrik Analizlerin Temelleri

Optikçe aktif madde içeren bir çözeltinin polarize ışığın titreşim düzlemini çevirme miktarı, ışığın bu çözeltiden geçtiği yolun uzunluğu ve çözeltinin derişimi ile doğru orantılıdır. Bu özellikten yararlanarak böyle bir çözeltideki optikçe aktif maddenin nicel analizi yapılabilir.

Kiral bir maddenin özgül çevirme açısı, polarize ışığın bu maddenin derişimi **c** $g.mL^{-1}$ olan çözeltisinden **ℓ** desimetre uzunluğunda ışık yolundan geçirilmesi ile ölçülen çevrilme açısından yararlanarak

$$[\alpha]_D^T = \frac{\alpha}{c \cdot \ell}$$

bağıntısıyla hesaplanır. Bu bağıntıda $[\alpha]^T$, T sıcaklığındaki özgül çevirme açısını gösterir. Sembolün altındaki D harfi, ölçümün sodyum buharından elde edilen sarı ışıkla (589 nm) yapıldığını ifade eder. Kırma indisi gibi çevirme açısı da dalga boyuna bağlıdır. 589 nm dalga boyu, optik ölçümlerde standart olarak kullanılır. **α** ölçülen çevirme açısıdır.

Örnek

Kiral bir molekülün sadece özgül çevirme açısı +30° olan enantiyomerini içeren çözelti içinden 589 nm dalga boyunda polarize ışık 50 cm'lik ışık yolundan geçirildiğinde titreşim düzlemi sağa doğru 15° dönmektedir. **Buna göre bu çözeltinin 100 mL'sinde kaç gram madde bulunmaktadır?**

Çözüm

Işık çözelti içinde 50 cm yol almış. O hâlde ℓ = 5 dm olur.

$$[\alpha]_D^T = \frac{\alpha}{c \cdot \ell}$$

Bağıntısı aşağıdaki gibi düzenlenip değerler yerine yazılırsa çözeltinin derişimi hesaplanır.

$$c = \frac{\alpha}{[\alpha]_D^T \cdot \ell} \qquad c = \frac{15}{30 \cdot 5} = 0{,}1\ g.mL^{-1}$$

1 mL çözeltide 0,1 g madde bulunduğuna göre

100 mL çözeltide 100.0,1= 10 g madde bulunur.

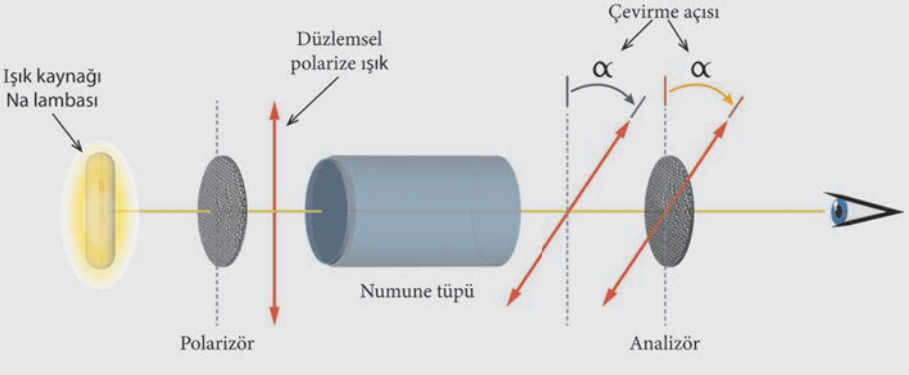
Sıra Sizde

1. **Spesifik çevirme açısı -42° olan kiral bir maddenin 0,05 g.mL^{-1} derişimli çözeltisi içinde 40 cm yol alan polarize ışığın ölçülen çevirme açısı hangi yönde kaç derece olur?**

2. **Kiral bir maddenin 0,2 g.mL^{-1} derişimli çözeltisinden 25 cm boyunca geçen 589 nm dalga boyunda polarize ışığın titreşim düzlemi sağa doğru 23 derece dönmektedir. Buna göre maddenin spesifik çevirme açısı kaç derecedir?**

6.2.2. Polarimetre Cihazı

Polarimetre cihazı sodyum buhar lambası, iki adet polarize filtre ve filtreler arasında bulunan numune tüpünden oluşur (Görsel 6.7). Filtrelerden birincisi **polarizör** ikincisi ise **analizör** olarak adlandırılır. Polarizör sabittir ancak analizör çevrilebilir.



Görsel 6.7: Polarimetre cihazının şeması

Sodyum buhar lambasından yayılan ışık, birincil filtreden geçerken polarize hâle gelir. Arada numune yokken birincil ve ikincil filtelerin yönleri aynı ise ışık her iki filtreden de aynı şekilde geçer. Gözlemci, ışık parlaklığında bir azalma görmez. İkincil filtre (analizör) bir açı olacak şekilde çevrildikçe gözlemciye ulaşan ışık miktarı azalır. İki filtre arasındaki açı tam 90° olduğunda artık ikinci filtreden ışık geçemez. Gözlemci bir ışık görmez.

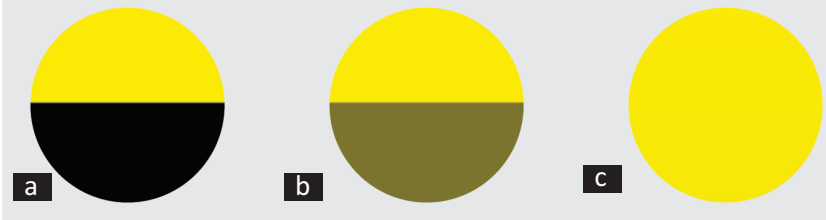
Analiz yapılırken önce numune olmadan ölçüm yapılarak ikinci filtreden en parlak ışığın geçmesi sağlanır. Bu şekilde iki filtrenin birbirine paralel olması sağlandıktan sonra numune hücresine analit yerleştirilir (Görsel 6.8). Analit içindeki optikçe aktif madde (rasemik karışım değilse) polarize edilmiş ışığın titreşim düzlemini çevireceğinden gözlemciye ulaşacak ışık azalacaktır. Gözlemci analizörü tekrar aydınlık görüntüyü alıncaya kadar yavaş yavaş çevirir. Işığın yüzde yüz geçişinin sağlanması için filtrenin çevrildiği açı, polarize ışığın dönme açısına eşittir. Bu değer, ölçülen açı (α) olarak kaydedilir. Ölçüm yapılan maddenin spesifik çevirme açısı ve numune hücresinin uzunluğundan yararlanarak çözelti derişimi hesaplanır.



Görsel 6.8: Numunenin polarimetreye yerleştirilmesi

Geçen ışığın doğru ölçülmesi için analizörün yarısı polarize filtre maddesi ile kaplıdır. Bu sayede analizörün yarısından daima ışık geçerken diğer yarısından çevirme açısına bağlı miktarda ışık geçer.

Analizör filtresi numuneden geçen polarize ışığın titreşim düzlemi ile dik açı yapıyorsa gözlemci okülerden yarım daire şeklinde aydınlık bölge görür (Görsel 6.9 a). Filtre ile titreşim düzlemi arasındaki açı 0 ile 90 derece arasında ise yarısı aydınlık diğer yarısı kısmen aydınlık bir daire görülür (Görsel 6.9 b). Filtre ile polarize ışığın titreşim düzlemi paralelse gözlemci iki tarafı da aynı şekilde aydınlık (tam bir daire) görür (Görsel 6.9 c). Böylece ölçümün doğru şekilde yapılması sağlanmış olur.



Görsel 6.9: Analizörün farklı açılarda görünümü a) dik b) dar açılı c) paralel

Polarimetreler, molekül boyutlarının tespitinde, optikçe aktif madde derişiminin belirlenmesinde ve gıda analizlerinde kullanılır.

Sadece şeker analizi için kullanılan polarimetrelere **sakarimetre** adı verilir. Sakarimetre, bir sıvı içerisinde çözünmüş halde bulunan şeker (sakkaroz) derişiminin tespiti için kullanılır.

3 BÖLÜM

POLARİMETRİ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

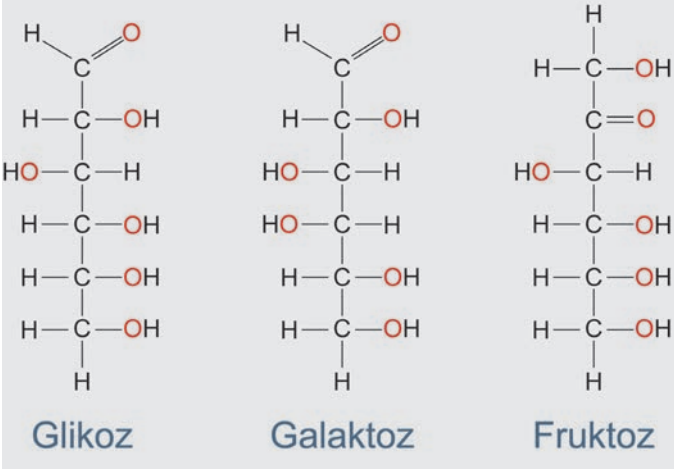
- Sakkarozun İnversiyon Hızı Tayini
- Unda Nişasta Analizi

6.3. POLARİMETRİ UYGULAMALARI

Karbonhidratlar ve aminoasitler kiral moleküller oldukları için polarimetrik ölçümle analizleri yapılabilmektedir.

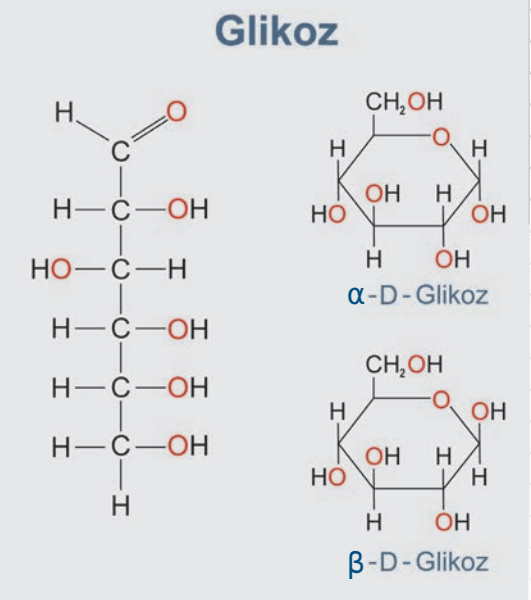
6.3.1. Sakkarozun İnversiyon Hızı Tayini

Karbonhidratlar beslenmenin temel öğelerindendir. Altı karbonlu şekerler olarak bilinen glikoz, galaktoz ve fruktoz en çok karşılaşılan temel şekerlerdir. Hepsinin kapalı formülü ($C_6H_{12}O_6$) aynıdır. Birbirinin izomeri olan bileşiklerdir (Görsel 6.10).



Görsel 6.10: Glikoz, galaktoz ve fruktozun açık yapıları

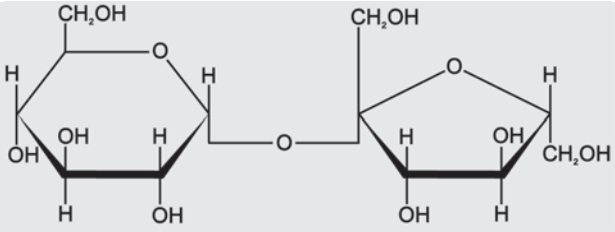
Görsel 6.10'da görüldüğü gibi her 3 bileşikte de asimetrik karbon atomları bulunmaktadır. Glikoz ve galaktozda 4, fruktozda 3 asimetrik karbon vardır. Formüller incelendiğinde, glikoz ve galaktozun sadece 4. karbonlarına bağlı -OH grubunun farklı konumda olduğu görülmektedir. Bu bileşikler asimetrik karbon bulundurduğu için optikçe aktiftir. Polarize ışığı her biri farklı açıyla çevirir. Temel şekerler çoğunlukla karbonil (C=O) karbonu üzerinden bir halka oluşturmuş hâlde bulunur. Görsel 6.11'de glikozun oluşturduğu halka formları görülmektedir.



Görsel 6.11: Glikozun zincir ve halka formları

Glikoz, galaktoz, fruktoz gibi temel şekerlere **monosakkaritler** denir. İki monosakkarit molekülü birbirine bir su açığa çıkararak bağlanır. Bu tip şekerlere **disakkarit** adı verilir.

$$2C_6H_{12}O_6 \rightarrow C_{12}H_{22}O_{11} + H_2O$$



Görsel 6.12: Sakkarozun molekül yapısı

Çay şekeri olarak bilinen sakkaroz (sükroz), glikoz ve fruktozun oluşturduğu disakkarittir (Görsel 6.12). Molekülde asimetrik karbon atomları olduğu için sakkaroz da optikçe aktiftir. Spesifik çevirme açısı +66,5 derecedir.

Glikozun spesifik çevirme açısı +52,5 derece, fruktozun spesifik çevirme açısı ise -92,3 derecedir. Yani sakkaroz çözeltisi polarize ışığı sağa, eşit miktarda glikoz ve fruktoz içeren çözelti ise sola çevirir.

NOT

Monosakkaritler son asimetrik karbonlarındaki OH gruplarının sağda olmasına göre D-, solda olmasına göre L- enantiyomeri olarak adalandırılır. Doğada daima D- enantiyomeri oluşur.

Sakkaroz asidik ortamda glikoz ve fruktoz oluşturmak üzere parçalanır. Sakkaroz molekülü, bir glikoz ve bir fruktozdan oluştuğu için reaksiyon sonucu oluşan ortamda eşit miktarda glikoz ve fruktoz bulunur. Bu olaya **sakkarozun inversiyonu,** oluşan karışıma ise **invert şeker** denir.

$$C_{12}H_{22}O_{11}(suda) + H_2O(s) \xrightarrow{H_3O^+} C_6H_{12}O_6(glikoz) + C_6H_{12}O_6(fruktoz)$$

Reaksiyonun hız ifadesi $r=k[C_{12}H_{22}O_{11}]$ şeklindedir.

Sakkarozun ve reaksiyonda oluşan invert şekerin çevirme açıları farklı olduğu için reaksiyon, çözeltinin polarize ışığı çevirme açısı izlenerek takip edilebilir. Reaksiyon öncesinde sağa doğru olan çevirme açısı reaksiyon sırasında önce küçülür sonra sola doğru büyür. Reaksiyon tamamlandığında sola doğru belli bir açıda sabit kalır. Farklı zamanlarda çevirme açısı ölçülüp hesaplamalar yapılarak reaktif derişiminin hangi hızda değiştiği belirlenir. Kimyasal kinetik metotları ile reaksiyonun hız sabiti hesaplanır. Reaksiyon kinetiği ile ilgili bu hesaplamalar ileri seviye olduğu için burada değinilmeyecektir.

Örnek

Sakkaroz çözeltisinin spesifik çevirme açısı +66,5° olduğu biliniyor. 20 cm uzunluğunda bir tüpte 589 nm dalga boyundaki polarize ışığı sağa doğru 19,95° çeviren çözeltide sakkaroz derişimi kaç $g.mL^{-1}$ dir?

Çözüm

Tüp uzunluğu 20 cm olduğuna göre ℓ=2 dm olur.

$$[\alpha]_D^T = \frac{\alpha}{c \cdot \ell}$$

bağıntısında değerler yerine yazılırsa

$$66,5 = \frac{19,95}{c \cdot 2} \qquad c = \frac{19,95}{66,5 \cdot 2}$$

c = **0,15 $g.mL^{-1}$** bulunur.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
İnversiyon Hızı Tayini

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Polarimetre ile sakkarozun spesifik çevirme açısını ve derişimi bilinmeyen sakkaroz çözeltisinin derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: Polarimetre cihazı, 100 mL'lik ve 50 mL'lik balon joje, piset, pipet, analitik terazi, spatül.

Kimyasal Maddeler: Sakkaroz, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. 50 g sakkarozu analitik terazide tartınız.
3. Tartılan sakkaroz ile 100 mL çözelti hazırlayınız. Bu çözeltinin derişimi 0,5 $g.mL^{-1}$ olacaktır.
4. 50 mL'lik farklı balon jojelere bu çözeltiden 10 mL, 20 mL ve 40 mL alarak aktarınız. Balon jojeleri ölçü çizgisine kadar saf su ile doldurunuz. Elde ettiğiniz üç çözeltinin derişimlerini hesaplayınız.
5. Polarimetre tüpüne saf su koyunuz, okülerde aydınlık daire görünceye kadar analizörü çevirerek polarizörle paralel olmasını sağlayınız (sıfır ayarı).
6. Elde ettiğiniz çözeltilerin her birinin çevirme açısını polarimetre ile ölçünüz.
7. Derişimini bilmediğiniz sakkaroz çözeltisinin çevirme açısını ölçünüz.
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **5. basamakta sıfır ayarı için neden saf su kullanılmaktadır?**

2. **Analizde elde ettiğiniz değerler ile sakkarozun spesifik çevirme açısını hesaplayınız.**

3. **Numune çözeltisinin derişimini, standart çözeltilerin çevirme açılarıyla kıyaslayarak hesaplayınız.**

1. soru 20 puan, 2. ve 3. soru 40 puan üzerinden değerlendirilecektir.

6.3.2. Unda Nişasta Analizi

Glikozun polimeri olan nişasta, beslenmede önemli yer tutar. Un en zengin nişasta kaynaklarından biridir. Undaki nişasta miktarı unun kalitesi bakımından önemli bir ölçüttür.

Unda nişasta miktarının polarimetrik yöntemle belirlenmesi için önce nişasta dışındaki optikçe aktif maddeler (protein vb.) uzaklaştırılmalıdır. Bunun için kullanılan yöntemlerden biri HCl çözeltisi ile un numunesini çözdükten sonra amonyum molibdat çözeltisi kullanılarak istenmeyen maddelerin uzaklaştırılmasıdır.

Endüstride nişasta analizi, elde edilen berrak çözeltinin optik çevirme açısı ölçülerek ölçülen değerin bir sabit ile çarpılmasıyla yapılmaktadır.

$$\% \text{ nişasta} = k.\alpha$$

1 dm'lik numune tüpü kullanıldığında sabitin değeri nişasta kaynağına (buğday, mısır, patates, yem vb.) bağlı olmakla birlikte yaklaşık 5,5'tir. Hazırlanan çözeltinin derişimi de çevirme açısını etkileyecektir. Bu etkiyi gidermek için çözelti hazırlanırken endüstriyel standartlara dikkat edilmeli, numune ve reaktif miktarları standart değerlerde alınarak çözelti hazırlanmalıdır. Ayrıca polarimetrenin tüp uzunluğu 1 dm'ye eşit değilse sabitin değerinde uygun çevirme yapılmalıdır. Örneğin 20 cm'lik tüp kullanılıyorsa çevirme açısı 2 katına çıkacağından sabitin değeri yarıya indirilmelidir. Böyle bir durumda sabit 2,75 alınmalıdır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

5 g un numunesi tartılarak 100 mL'lik balon jojeye aktarılır. Üzerine 50 mL %1'lik HCl çözeltisi eklenerek kaynar hâldeki su banyosunda 1-2 dakika ısıtılır. Su banyosundan alındıktan sonra 15-20 dakika çözünmenin tamamlanması beklenir. 25 mL saf su eklenip soğuk su banyosunda oda sıcaklığına soğutulur. Üzerine 10 mL amonyum molibdat çözeltisi eklenip karıştırılır. Hacmi saf su ile 100 mL'ye tamamlandıktan sonra süzgeç kâğıdından süzülür. Elde edilen berrak çözelti ile analiz yapılır.

Çözeltilerin Hazırlanması

Kütlece %1'lik HCl çözeltsi

100 mL saf su üzerine kütlece %36'lık HCl çözeltisinden yaklaşık 3 mL eklenerek karıştırılır.

Kütle/hacimce %4'lük $(NH_4)_2MoO_4$ çözeltisi

4 g amonyum molibdat tartılarak 100 mL'lik balon jojeye alınır. Az miktarda saf su ile çözüldükten sonra ölçü çizgisine kadar tamamlanır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Unda Nişasta Yüzdesinin Tayini



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Polarimetrik yöntemle unda nişasta yüzdesini belirlemek.

Araç-Gereç: Polarimetre cihazı, 100 mL'lik ve 50 mL'lik balon joje, piset, pipet, analitik terazi, spatül.

Kimyasal Maddeler: Un, kütlece %1'lik HCl çözeltisi, kütle/hacimce %4'lük amonyum molibdat çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Un numunesinden 5 gram tartarak balon jojeye alınız.
3. Numune üzerine 50 mL kütlece %1'lik HCl çözeltisi ilave ederek kaynar su banyosunda iki dakika ısıtınız.
4. Su banyosundan alınan numunenin tamamen çözünmesi için bir süre bekleyiniz.
5. Çözünmüş numuneye 25 mL saf su ilave ederek soğuk su banyosunda oda sıcaklığına kadar soğutunuz.
6. Üzerine 10 mL amonyum molibdat çözeltisi ekleyip karıştırınız.
7. Balon jojeyi saf su ile 100 mL'ye tamamlayınız.
8. Çözeltiyi süzgeç kağıdı ile süzünüz.
9. Polarimetre tüpüne saf su koyarak, okülerde aydınlık daire görünceye kadar analizörü çevirerek polarizörle paralel olmasını sağlayınız (sıfır ayarı).
10. Un numunesi çözeltisinin optik çevirme açısını belirleyiniz.
11. Numune tüpünün uzunluğuna göre sabitin değerinde gerekli çevirmeyi yapınız.
12. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **3. işlem basamağında HCl çözeltisinin kullanılma nedeni nedir?**
2. **Un numunesindeki kütlece nişasta yüzdesini belirleyiniz.**

1. soru 40 puan, 2. soru 60 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. **Aşağıda yarı açık formülleri verilen bileşiklerin optikçe aktif olup olmadıklarını belirtiniz.**

a) $(CH_3)_3C(CH_2)_2CH_3$

b) $CH_3(CH_2)_3CH(OH)CH_3$

c) $CH_2(OH)(CH_2)_3CH_3$

ç) $CH_3CH_2CHClCH_3$

2. 589 nm dalga boyundaki polarize ışık, spesifik çevirme açısı +25° olan kiral bir molekülün çözeltisinden 10 cm'lik ışık yolundan sağa doğru 20° dönmektedir. **Buna göre çözeltinin derişimi kaç $g.mL^{-1}$ dir?**

3. Tüp uzunluğu 1 dm olan polarimetre ile unda nişasta tayini yapılmak isteniyor. Numune hazırlanarak içerisindeki safsızlıklar uygun yöntemlerle giderildikten sonra polarimetre ile ölçüm yapılıyor. Numunenin çevirme açısı +4° olarak ölçülüyor. **Buna göre un numunesindeki nişasta yüzdesini hesaplayınız.** (k= 5,45)

4. Kiral bir bileşiğin 2 $g.mL^{-1}$ lik çözeltisi içinden 40 cm boyunca geçen polarize ışığın titreşim düzlemi sola doğru 96° dönüyor. **Bu bileşiğin spesifik çevirme açısı kaç derecedir?**

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Düzlem polarize ışık ile ilgili verilen bilgilerden hangisi doğrudur?**

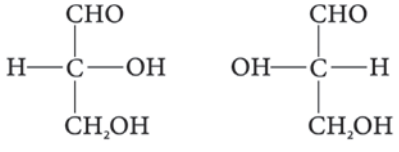
A) Yayılma doğrultusunda her zaman yatay eksende yayılır.
B) Yayılma doğrultusunda tek bir yönde titreşerek yayılır.
C) Polarize olmayan ışıktan daha hızlı yayılır.
D) Polarize olmayan ışık hiçbir şekilde polarize edilemez.
E) Bir yüzeyden yansıyan ışık daima dikey polarize olur.

2. I. Maddenin cinsi
II. Çözelti miktarı
III. Kullanılan dalga boyu

Yukarıda verilen özelliklerden hangileri spesifik çevirme açısını etkileyen faktörlerdendir?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

3.

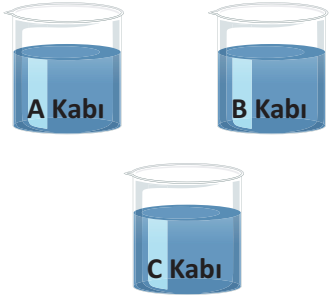


D-Gliseraldehit L-Gliseraldehit

Yukarıda formülü verilen bileşikler için
I. Birbirlerinin enantiyomeri olan bileşiklerdir.
II. Eşit miktarlarından oluşan karışımlarına rasemat denir.
III. Polarize ışığı zıt yönlere eşit açıyla çevirirler.
ifadelerinden hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) Yalnız III
C) I ve II D) II ve III
E) I, II ve III

4. Aşağıdaki kaplarda D-glikoz, L-glikoz ve D-fruktoz bileşiklerinden eşit kütlelerde alınıp eşit hacimde suda çözülmeleri ile hazırlanan çözeltiler bulunmaktadır.



Bu kaplardan alınan numunelerin polarize ışığı çevirme açıları sırasıyla
A kabı : - 35° B kabı : - 68°
C kabı : + 35°
şeklinde ölçülmüştür.
Polarize ışığı D-glikoz sağa, D-fruktoz sola çevirdiğine göre kaplarda çözeltisi bulunan maddeler hangi seçenekte doğru verilmiştir?

	A kabı	B kabı	C kabı
A)	D-glikoz	D-fruktoz	L-glikoz
B)	D-fruktoz	D-glikoz	L-glikoz
C)	D-fruktoz	L-glikoz	D-glikoz
D)	L-glikoz	D-glikoz	D-fruktoz
E)	L-glikoz	D-fruktoz	D-glikoz

5. **Aşağıda yarı açık formülü verilen organik bileşiklerden hangisi kiraldir?**

A) $CH_3CH_2CH_2CH_2CH_2CH_3$
B) $CH_3CH_2CH(OH)CH_2CH_3$
C) $CH_3C(Cl)_2CH_2CH_2CH_2CH_3$
D) $CH_3CH_2CH_2CH(NH_2)CH_3$
E) $CH_3CH_2CH_2CH_2CH_3$



KONULAR

- 7.1. POTANSİYOMETRİ
- 7.2. POTANSİYOMETRİK YÖNTEMLE pH ÖLÇÜMÜNÜN UYGULAMALARI

7. ÖĞRENME BİRİMİ

POTANSİYOMETRE

Temel Kavramlar

- Elektrot Potansiyeli
- İndikatör Elektrot
- Nernst Eşitliği
- ph Metre
- Potansiyometri
- Potansiyometrik Titrasyon
- Referans Elektrot
- Standart Hidrojen Elektrot

1 BÖLÜM

POTANSİYOMETRİ



Neler Öğreneceksiniz?

- Potansiyometri
- Yarı Hücre Potansiyeli
- Potansiyometrinin Genel Prensipleri
- Potansiyometrik Yöntemle pH Ölçümü

7.1. POTANSİYOMETRİ

Elektrot potansiyellerinin çözelti derişimine bağlı olması, bir çözeltinin derişiminin referans bir elektrotla hazırlanan elektrokimyasal hücrenin potansiyelinden yararlanılarak ölçülmesini sağlar. Bu yöntemle, uygun referans elektrotlar kullanılarak birçok elektrolit çözeltinin derişimi belirlenebilir.

7.1.1. Yarı Hücre Potansiyelleri

Bir elektrokimyasal hücre, anot ve katot yarı hücrelerinden (elektrot) oluşur. Yükseltgenmenin olduğu yarı hücre anot, indirgenmenin olduğu yarı hücre ise katottur. Anot ve katotta iki fazın (genellikle metal elektrot ve çözelti) temas ettiği ara yüzeyde gerçekleşen tepkime bir potansiyel meydana getirir. Pil gerilimi, bu ara yüzlerde ortaya çıkan potansiyellerden oluşur.

Hiçbir yarı hücre kendi kendine çalışamaz bu nedenle bir yarı hücrenin **mutlak potansiyelini** belirlemek imkânsızdır. Seçilen standart bir referans yarı hücreye göre bağıl olarak belirlenir. Bu potansiyel, o standart referans yarı hücre ile belirlenmek istenen yarı hücreden oluşan pilin (galvanik hücre) gerilimi ölçülerek belirlenir. Standart referans olarak 25 °C sıcaklıkta 1 M derişimli H^+ çözeltisi ve 1 atm basınçlı H_2 gazı kullanılarak hazırlanan elektrot belirlenmiştir. Bu elektrodun gerilimi 0,000 V kabul edilmiştir. Bu yarı hücreye **standart hidrojen elektrot (SHE)** denir (Görsel 7.1).

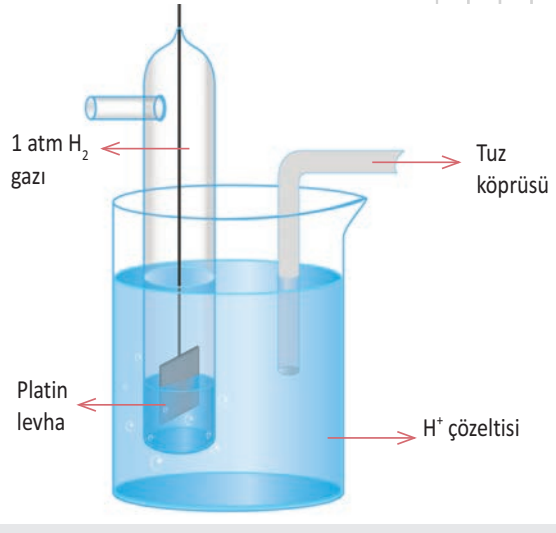
SHE anot ise : $H_2 \longrightarrow 2H^+ + 2e^-$

SHE katot ise : $2H^+ + 2e^- \longrightarrow H_2$

tepkimesi gerçekleşir.

Standart hidrojen elektroda karşı bir elektrotla hazırlanan hücreye bağlanan bir gerilim ölçerden (voltmetre) okunacak potansiyel, karşı elektrodun potansiyeli olur.

Standart çinko elektrot ve SHE ile hazırlanan bir hücrenin potansiyeli 0,763 V olarak ölçülür. Bu hücrede çinko yükseltgendiğine göre çinko elektrodun standart indirgenme potansiyeli -0,763 V'tur. Benzer şekilde standart gümüş elektrot kullanılarak hazırlanan hücrenin potansiyeli 0,799 V olur. Bu hücrede gümüş indirgendiğinden gümüş elektrodun standart indirgenme potansiyeli +0,799 V'tur.



Görsel 7.1: Standart hidrojen elektrot

7.1.2. Hücre Potansiyeline Derişimin Etkisi

Standart yarı hücre potansiyelleri, 25 °C sıcaklıkta 1 M çözeltilerle hazırlanan çözeltilerde geçerlidir. Derişimi 1 M'dan farklı olan yarı hücrelerin potansiyeli farklıdır.

Örneğin bakır(II) iyonlarının

$$Cu^{2+}(suda) + 2e^- \longrightarrow Cu(k)$$



Görsel 7.2: W. H. Nernst adına İsveçte basılmış posta pulu

tepkimesine göre indirgenme eğilimi çözelti derişimi arttıkça artar. Bu durum çözeltide indirgenecek iyonların miktarı arttıkça indirgenmenin daha kolay hâle gelmesi ile açıklanabilir. Buna bağlı olarak bir yarı hücrenin indirgenme potansiyeli, çözelti derişimi arttıkça artar. Bir yarı hücrenin yükseltgenme potansiyeli, indirgenme potansiyelinin -1 ile çarpımıdır (toplama işlemine göre tersi). Bu nedenle indirgenme potansiyeli ne kadar büyürse yükseltgenme potansiyeli de o kadar küçülecektir.

Bir elektrokimyasal hücrede anotta yükseltgenme, katotta indirgenme olur. Anotta yükseltgenme ürünü olan iyonun derişiminin artması, hücre gerilimini küçültürken katotta indirgenen iyonun derişiminin artması, hücre gerilimini büyütür. 25 °C sıcaklıkta standart olmayan bir hücrenin potansiyeli Alman fizikokimyacı Walther Hermann Nernst (Voltır Herman Nernst, Görsel 7.2) tarafından bulunan

$$E = E^0 - \frac{0{,}0592}{n} \log Q_{pil}$$

denklemi ile hesaplanır. Bu denklemde **E°** hücrenin standart potansiyeli, 0,0592 sayısı sıcaklığa bağlı bir sabit, **n** tepkimede alınıp verilen elektron sayısı, Q_{pil} ise hücre tepkimesinin denge kesridir.

NOT

Denklemdeki 0,0592 sabit değeri 25 °C sıcaklıkta geçerlidir. Farklı bir sıcaklıkta bu denklemin kullanılabilmesi için o sıcaklıkta sabitin değerinin hesaplanması gerekir.

Şeması A | A^{x+} || B^{y+} | B şeklinde olan bir hücrenin tepkimesi

$$yA(k) + xB^{y+}(suda) \longrightarrow yA^{x+}(suda) + xB(k)$$

şeklinde olacaktır. Bu tepkimede alınan-verilen elektron sayısı (n) x.y kadardır.

$$Q_{pil} \text{ ise } \frac{[A^{x+}]^y}{[B^{y+}]^x}$$

olur. Denge ifadelerinde katılar yazılmadığı için Q_{pil} eşitliğinde elektrot olarak kullanılan metaller yer almaz. Anot A, katot B olduğu için anot derişiminin artması Q_{pil} değerini büyütürken katot derişiminin artması bu değeri küçültür. Bağıntıda – işareti Q_{pil} değeri büyüdükçe gerilimin küçüleceğini gösterir.

Örnek

$Fe^{3+}(suda) + e^- \rightarrow Fe^{2+}(suda)$ $E_0 = +0,771$ V

$Ni^{2+}(suda) + 2e^- \rightarrow Ni(k)$ $E_0 = -0,250$ V

Yukarıda verilen standart yarı hücre potansiyellerine göre

$Ni \mid Ni^{2+}(0,1\ M) \parallel Fe^{3+}(1\ M), Fe^{2+}(0,1\ M) \mid Fe$

elektrokimyasal hücresinin potansiyelini Nernst eşitliğinden yararlanarak belirleyiniz.

Çözüm

Şemadan hücrede tepkimelerinin aşağıdaki gibi olduğu görülür.

Anot : $Ni(k) \rightarrow Ni^{2+}(suda) + 2e^-$ $E_0 = +0,250$ V

Katot : $Fe^{3+}(suda) + e^- \rightarrow Fe^{2+}(suda)$ $E_0 = +0,771$ V

Hücre tepkimesi: $Ni(k) + 2Fe^{3+}(suda) \rightarrow Ni^{2+}(suda) + 2Fe^{2+}(suda)$

Standart hücre gerilimi: +0,250 + 0,771 = +1,021 V bulunur.

Nernst eşitliğinde n değerinin 2 olduğu hücre tepkimesinden görülür.

$$Q_{pil} = \frac{[Ni^{2+}] \cdot [Fe^{2+}]^2}{[Fe^{3+}]^2}$$

Değerler yerine konulursa

$$E = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log Q_{pil}$$

$$E = 1,021 - \frac{0,0592}{2} \log \frac{[Ni^{2+}][Fe^{2+}]^2}{[Fe^{3+}]^2}$$

$$E = 1,021 - \frac{0,0592}{2} \log \frac{0,1 \cdot (0,1)^2}{1^2}$$

$E = 1,021 - 0,0296 \cdot (-3)$

$E = 1,021 + 0,0888$

$E =$ **+1,1098 V** bulunur.

Yarı hücrede çözelti derişiminin değişmesi elektrodun potansiyelini değiştirdiği için pil gerilimini değiştirmektedir. Nernst eşitliği, yarı hücre tepkimesinden yararlanarak elektrot potansiyelini hesaplamak için kullanılabilir.

Örnek

Zn^{2+} I Zn elektrodun standart potansiyeli -0,763 V olduğuna göre 0,1 M Zn^{2+} iyonu içeren elektrodun indirgenme potansiyeli kaç V'tur?

Çözüm

Gerçekleşen tepkime $Zn^{2+}(suda) + 2e^- \rightarrow Zn(k)$ şeklindedir.

Tepkimede n= 2 ve $Q_{elektrot} = \frac{1}{Zn^{2+}}$ olarak yazılabilir. Elektrot potansiyeli aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$E = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log Q_{elektrot}$$

$$E = -0,763 - \frac{0,0592}{2} \log \frac{1}{0,1}$$

$E = -0,763 - 0,0296 \cdot \log 10$ ($\log 10 = 1$ olduğunu hatırlayınız.)

$E = \mathbf{-0,7926\ V}$

Örnek

Tepkimesi

$Co^{3+}(suda) + e^- \rightarrow Co^{2+}(suda)$

şeklinde olan yarı hücrenin standart gerilimi +1,808 V'dur.

Buna göre $[Co^{3+}]$ = 0,2 M, $[Co^{2+}]$ = 0,02 M olan yarı hücrenin potansiyeli kaç V olur?

Çözüm

Tepkimede n=1 olduğu görülmektedir. $Q_{elektrot}$ ifadesi ise $\frac{[Co^{2+}]}{[Co^{3+}]}$ şeklindedir.

$$E = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log Q_{elekrot}$$

$$E = +1,808 - \frac{0,0592}{1} \log \frac{[Co^{2+}]}{[Co^{3+}]} = +1,808 - 0,0592 \cdot \log \frac{0,02}{0,2}$$

$E = +1,808 - 0,0592 \cdot \log(\frac{1}{10})$ ($\log \frac{1}{10} = -1$ olduğunu hatırlayınız.)

$E = +1,808 + 0,0592 = \mathbf{+1,8672\ V}$

Örnek

Şeması $AgCl,Cl^- \mid Ag$ şeklinde olan elektrodun standart potansiyeli +0,222 V'tur. Bu elektrodun yarı hücre tepkimesi

$AgCl(k) + e^- \rightarrow Ag(k) + Cl^-(suda)$ şeklindedir.

Buna göre Cl^- derişimi 2 M olan çözelti ile hazırlanan elektrodun potansiyeli kaç V'tur? (log2=0,3)

Çözüm

Tepkimede n=1 ve $Q_{elektrot} = [Cl^-]$ şeklindedir.

$E = E_o - (0,0592/n) \cdot \log(Q_{elektrot})$

$E = 0,222 - (0,0592/1) \cdot \log[Cl^-] = 0,222 - 0,0592 \cdot \log2$

$E = 0,222 - 0,0592 \cdot 0,3$

$E = +0,20424$ V

Sıra Sizde

Tepkimesi

$Cd^{2+}(suda) + 2e^- \rightarrow Cd(k)$

şeklinde olan kadmiyum yarı hücresinin standart potansiyeli -0,403 V'tur. **Buna göre $[Cd^{2+}]$ = 0,01 M olan kadmiyum yarı hücresinin potansiyeli kaç V'tur?**

7.1.3. Potansiyometrinin Genel Prensipleri

Potansiyometrik yöntemde kullanılan hücre, anot olarak kullanılan bir referans elektrot, tuz köprüsü, analit çözeltisi ve analit çözeltisine daldırılan bir indikatör elektrottan oluşur. Bu yöntem için oluşturulan hücrenin şeması aşağıdaki gibi gösterilebilir.

referans elektrot || analit çözeltisi | indikatör elektrot

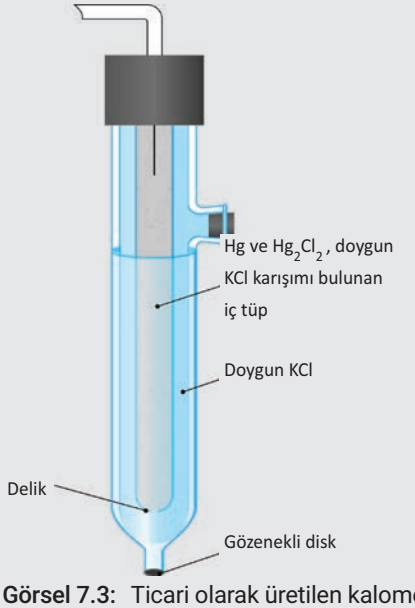
İdeal bir potansiyometrik ölçümde devreden geçen akımın sıfır olması gerekir ancak bu mümkün değildir. Ölçüm çok küçük (mikroamper seviyesinde) akımla yapılır.

Referans elektrot, potansiyeli tam olarak bilinen, analit çözeltisindeki türlerin derişimine bağlı olmayan bir yarı hücredir. Kolay hazırlanması ve çok küçük şiddette küçük akım geçerken potansiyelinin sabit olması gerekir.

İndikatör elektrotlar analit çözeltisine daldırılan elektrotlardır. Bu elektrotlarda analit derişimine bağlı olarak potansiyel değişir. Referans elektroda göre okunan hücre potansiyelinden yararlanarak indikatör elektrodun potansiyeli belirlenir daha sonra Nernst eşitliği kullanılarak analit derişimi hesaplanır. İndikatör elektrot, analiz edilecek maddeye göre seçilir.

7.1.4. Referans Elektrotlar

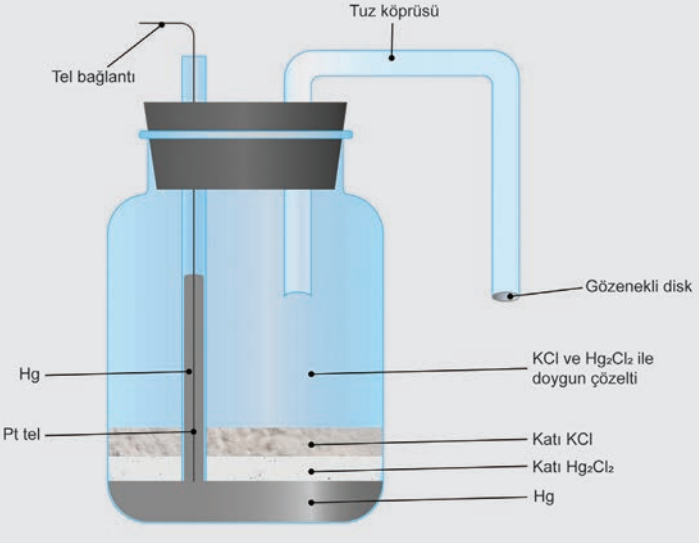
Referans elektrotlar, kolay hazırlanabilen ve kararlı bir potansiyele sahip olan elektrotlar olmalıdır. Metal-metal tuzu elektrotları genellikle küçük akımlar geçerken sabit bir potansiyele sahip olduklarından referans elektrot olarak kullanılır. Kalomel elektrot ve gümüş/gümüş klorür elektrotlar yaygın olarak kullanılan referans elektrotlardır.



Görsel 7.3: Ticari olarak üretilen kalomel elektrot

Kalomel Elektrot

Kalomel, cıva(I) klorür (Hg_2Cl_2) bileşiğinin yaygın adıdır. Kalomel elektrot, KCl çözeltisine Hg metali, Hg_2Cl_2 bileşiği ve KCl çözeltisi karışımı dolu bir tüpün daldırılması ile hazırlanır. Tüpteki karışımın içine analit ile bağlantı için Pt gibi bir inert iletken tel daldırılır. Kalomel, suda çok az çözünen bileşik olduğu için çözelti kalomele doygun olacaktır. Kalomel elektrot şeması



Görsel 7.4: Laboratuvarda hazırlanabilen doygun kalomel elektrot

$$Hg \mid Hg_2Cl_2(doy.),KCl(x\ M) \parallel$$

şeklindedir. Potansiyeli KCl çözeltisinin derişimine bağlıdır. Farklı KCl derişimlerinde hazırlanabilir. Doygun KCl içeren elektroda **doygun kalomel elektrot** denir. Bu elektrodun indirgenme potansiyeli +0,244 V'tur. Ticari olarak bulunabileceği gibi (Görsel 7.3) laboratuvarda da kolayca hazırlanır (Görsel 7.4). Ticari kalomel elektrotta altta görülen gözenekli disk, analit çözeltisine temas eder. Laboratuvarda hazırlanan tipte ise tuz köprüsü analit çözeltisine daldırılır.

Gümüş/Gümüş Klorür Elektrot

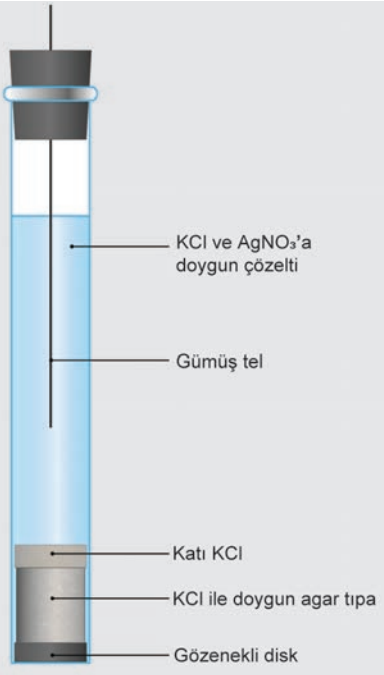
Doygun kalomel elektroda benzer şekilde gümüş-gümüş klorür ile hazırlanır. AgCl ve KCl ile doygun bir çözeltiye batırılan bir Ag tel ile kolayca elde edilir. Görsel 7.5'te görülen gümüş/gümüş klorür elektrotta, KCl ile doygun hâle gelmiş agar tıpa tuz köprüsünü oluşturmaktadır. Gözenekli disk aracılığı ile analit çözeltisine temas eder.

AgCl'ün çözünürlüğü çok küçük olduğu için doygun KCl çözeltisine birkaç damla 1 M $AgNO_3$ damlatılması ile aynı çözelti AgCl için de doygun hâle gelir. Elektrot şeması

$$Ag \mid AgCl(doy.), KCl(doy.) \parallel$$

şeklindedir.

Bu elektrodun derişimi de KCl çözeltisinin derişimine bağlıdır. Yaygın olarak doygun gümüş/gümüş klorür elektrot kullanılır. 25 °C sıcaklıkta bu elektrodun potansiyeli +0,199 V'tur. Sıcaklık arttıkça bu elektrodun potansiyeli de düşer.



Görsel 7.5: Gümüş/gümüş klorür elektrot

7.1.5. İndikatör Elektrotlar

Metal Elektrotlar (Birinci Sınıf Elektrotlar)

Çözeltideki metal katyonunun derişimi potansiyometrik yolla belirlenecekse bu tip elektrotlar kullanılır. Kendi katyonunu içeren çözelti ile temas hâlinde olan bir metal parçasından ibarettir. Bir çözeltideki X^{n+} derişimini belirlemek için çözeltiye batırılan X metali örnek verilebilir. Böyle bir yarı hücrede indirgenme tepkimesi

$$X^{n+}(suda) + ne^- \longrightarrow X(k)$$

şeklindedir.

Bu elektrot için potansiyel

$$E = E^0 - \frac{0{,}0592}{n} log \frac{1}{[X^{n+}]}$$ bağıntısıyla bulunur.

Burada $\frac{1}{[X^{n+}]} = [X^{n+}]^{-1}$

olduğundan eşitlik

$$E = E^0 + \frac{0{,}0592}{n} log([X^{n+}])$$

şeklinde yazılabilir.

Referans elektrot ile oluşturulan hücre potansiyelinden yararlanarak E değeri bulunur. Bağıntıda E, E_o ve n yerine konarak X^{n+} iyonları derişimi hesaplanır.

Örnek

Bir $AgNO_3$ çözeltisinde Ag^+ derişimi potansiyometrik yöntemle belirlenmek isteniyor. 25 °C sıcaklıkta doygun kalomel elektrot kullanılarak hazırlanan hücre potansiyelinden yararlanılarak Ag^+ / Ag yarı hücresinin potansiyeli +0,7398 V olarak belirleniyor.

Ag^+ | Ag elektrodunun standart potansiyeli +0,799 V olduğuna göre çözeltideki Ag^+ iyonlarının derişimi kaç M'dır?

Çözüm

Yarı hücre tepkimesi:

$Ag^+(suda) + e^- \rightarrow Ag(k)$

$E = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log Q_{elekrot}$ bağıntısında n = 1 olduğu görülüyor.

$Q_{elektrot} = \frac{1}{[Ag^+]} = [Ag^+]^{-1}$ olduğundan bağıntı

$E = E^0 - \frac{0,0592}{1} \log [Ag^+]^{-1}$ şeklinde yazılabilir.

$0,7398 = 0,799 + 0,0592. \log [Ag^+]$

$\log [Ag^+] = \frac{0,7398 - 0,799}{0,0592} = \frac{-0,0592}{0,0592} = -1$

$\log [Ag^+] = -1$

$[Ag^+] =$ **0,1 M** bulunur.

Metal elektrotların kullanım alanları kısıtlıdır. Bunun birkaç sebebi vardır.

- Bu elektrotlar çözeltide bulunan başka katyonlarla da tepkimeye girebilir. Örneğin bakır elektrot, çözeltide gümüş iyonları varsa onları da indirger.
- Birçok metal elektrot, asidik ortamda çözünür. Bu nedenle nötral ya da bazik ortamda kullanılabilir.
- Bazı metaller suda çözünmüş oksijenle kolayca yükseltgenir. Bu nedenle havası uzaklaştırılmış ortamda ölçüm yapılması gerekir.
- Demir, kobalt, nikel, krom gibi metaller kararlı potansiyeller oluşturmaz. Derişimle potansiyeller arasında düzgün bir ilişki kurulamaz.

Bu kısıtlılık sebebi ile potansiyometrik ölçümlerde kullanılabilecek birinci sınıf elektrot sayısı azdır.

Metal-Metal Tuzu Elektrotlar (İkinci Sınıf Elektrotlar)

Bir metal ile az çözünen bir tuz oluşturan anyonun derişiminin belirlenmesi için bu tip elektrotlar kullanılabilir. AgCl tuzu suda çok az çözünen bir tuzdur. Çözeltideki Cl^- iyonlarının derişimini belirlemek için gümüş-gümüş klorür elektrodu kullanılabilir. Bu elektrot reaksiyonu aşağıdaki gibidir.

$$AgCl(k) + e^- \longrightarrow Ag(k) + Cl^-(suda)$$

Standart potansiyeli +0,222 V'dur. Bu elektrot için Nernst eşitliği

$$E = E^0 - \frac{0,0592}{n} \log[Cl^-]$$

şeklindedir. Buradan klorür derişimi arttıkça elektrot potansiyelinin azalacağı görülmektedir. Gümüş elektrot halojenür iyonları için kullanışlı bir ikinci sınıf elektrottur.

Bir katyonla kararlı kompleks oluşturan bir anyon için de ikinci sınıf elektrotlar kullanışlıdır. EDTA ile Hg^{2+} iyonu oldukça kararlı bir kompleks oluşturduğu için EDTA konsantrasyonunun belirlenmesinde ve EDTA titrasyonlarında cıva elektrot kullanışlıdır.

İnert Elektrotlar

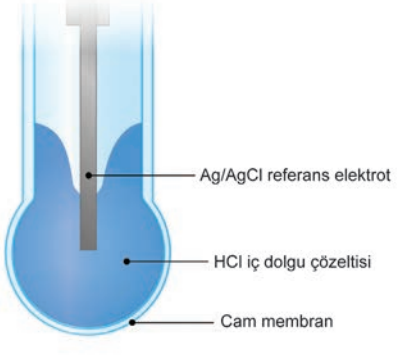
Platin gibi soy metal elektrotlar ve grafit elektrotlar çözeltideki iyonlarla tepkime vermez. Bu elektrotlar

$$Ce^{4+}(suda) + e^- \longrightarrow Ce^{3+}(suda)$$

gibi redoks tepkimeleri için indikatör elektrot olarak kullanılabilir. İnert elektrotlar redoks titrasyonlarında oldukça kullanışlıdır.

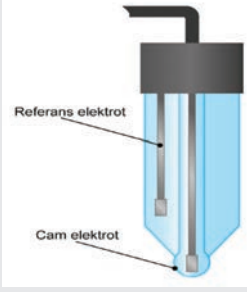
Cam Elektrot

Bir çözeltinin pH değerini potansiyometrik yolla ölçmek için cam elektrottan yararlanılır. Cam elektrot, içinde AgCl ile doymuş seyreltik HCl çözeltisi bulunan cam veya plastik bir tüptür. Bu tüpün ucunda ince, pH'a duyarlı cam membran bulunur. Çözeltiye batırılan gümüş tel, Ag-AgCl referans elektrodunu oluşturur. Buna **iç referans elektrot** denir (Görsel 7.6). Bu elektrot kullanılarak bir referans elektrodun oluşturduğu sistem ile pH ölçümü yapılır. Referans elektrot olarak kalomel elektrot veya Ag-AgCl elektrot kullanılabilir. Bu şekilde pH ölçümünde kullanılan bir hücrenin şeması aşağıdaki gibidir.



Görsel 7.6: pH ölçümü için cam elektrot

referans elektrot (dış)	H^+ (bilinmeyen)	cam membran	H^+ (iç)	referans elektrot (iç)



Görsel 7.7: pH metre

Günümüzde pH ölçümünde referans elektrot ile cam elektrodun kombine edildiği sistemler kullanılmaktadır. Bu sistemlerde cam elektrot tüpü bir dış tüp içine yerleştirilir. Dış tüp içinde dış referans elektrot oluşturulur. Cam membran ölçüm yapılacak çözeltiye daldırılır. Cam elektrotla oluşturulan bu sisteme **pH metre** denir (Görsel 7.7).

7.1.6. Potansiyometrik Yöntemle pH Ölçümü

Birçok farklı şartta pH ölçümü için farklı boyutlarda pH metreler hazırlanmıştır. Kuvvetli yükseltgen veya kuvvetli indirgen içeren çözeltilerin, proteinleri ve gazları içeren çözeltilerin, viskoz sıvıların pH'ını ölçmekte pH metre kullanılabilir. Özel amaçlar için bir damla veya daha az çözeltinin, diş çürüklerinin, cilt üzerindeki terin hatta hücre içi sıvısının pH'ını ölçecek boyutlarda pH metreler hazırlanmıştır. Mide asitliğini ölçmek için yutulabilecek şekilde hazırlanmış cam elektrotlar mevcuttur. Böyle bir sistemde dış referans elektrot ağızda tutulur. Endüstride üretim sistemlerinde pH'ın devamlı kontrolünü sağlamak için büyük elektrotlar da kullanılmaktadır.

pH ölçümü için önce pH'ı iyi bilinen bir tampon çözeltinin ya da pH standardının hücre potansiyeli belirlenip kaydedilir. Daha sonra cam elektrot, saf su ile temizlenerek ölçümü yapılacak çözeltiye batırılır. Bu çözeltiden elde edilen hücre potansiyeli ölçülür.

Referans çözeltinin pH değeri pH_s, hücre potansiyeli E_s, ölçüm yapılacak çözeltinin pH değeri pH_a, hücre potansiyeli E_a olmak üzere aşağıdaki eşitlikten yararlanılarak çözeltinin pH'ı belirlenmiş olur.

$$pH_a = pH_s - \frac{(E_a - E_s)}{0{,}0592}$$

Bu eşitlikten pH değerinin her bir birim değişiminin hücre potansiyelinde 0,0592 V değişmeye sebep olduğu görülmektedir.

NOT

Ticari olarak üretilen pH metre cihazlarında ölçülen potansiyel değerini doğrudan pH değerine çevirecek bir yazılım bulunur. Cihazın göstergesinden potansiyel ile birlikte pH değeri de okunur.

Örnek

Cam elektrot-kalomel elektrot çifti ile hazırlanmış sistem, pH'ı 4,5 olan bir tampon çözelti ile kalibre edildiği zaman potansiyeli +0,7650 V oluyor. Bu elektrot sistemi ile bir meyve suyunun pH'ı belirlenmek isteniyor. **Meyve suyundan elde edilen hücre potansiyeli +0,8242 V olduğuna göre meyve suyunun pH değeri kaçtır?**

Çözüm

$$pH_a = pH_s - \frac{(E_a - E_s)}{0{,}0592} = 4{,}5 - \frac{(0{,}8242 - 0{,}7650)}{0{,}0592}$$

$$pH_a = 4{,}5 - \frac{0{,}0592}{0{,}0592} = 4{,}5 - 1 = \mathbf{3{,}5}$$

Sıra Sizde

pH ölçümü için hazırlanan cam elektrot-referans elektrot sistemi, pH'ı 4,7 olan tampon çözeltiye daldırıldığı zaman potansiyeli +0,7820 V oluyor. Bu elektrot pH'ı ölçülmek istenen çözeltiye daldırıldığında potansiyelinin +0,5452 olduğu görülüyor. **Buna göre numune çözeltisinin pH değeri kaçtır?**

7.1.7. pH Ölçümünde Hata Kaynakları

Cam elektrot, geniş bir aralıkta pH ölçümünde sağlıklı sonuç verse de bazı kısıtlayıcı durumlar vardır. Bunların bazıları aşağıda verilmiştir.

- **Alkali hatası:** pH'ı 9'un üzerinde olan çözeltilerde Na^+, K^+ gibi iyonlar cam elektrot ile etkileşerek gerçek değerden daha düşük pH okumalarına sebep olur.
- **Asit hatası:** pH'ı 0,5'in altında olan çözeltilerde cam elektrot gerçek değerinden yüksek pH ölçümü yapar.
- **Referans tamponun pH değerinde hata:** Kalibrasyon için kullanılan tampon çözeltinin hazırlanmasında veya saklanmasında yapılan bir hatayla referans pH değeri yanlış alınabilir. Bu durumda yapılan pH ölçümü mutlaka hatalı olacaktır. Bakteriler tampon çözelti bileşimini etkileyen önemli faktörlerdendir.

7.1.8. pH Metrenin Bakımı ve Temizlenmesi

pH metre olarak kullanılan cam elektrodun ucundaki cam membran ince olduğu için hassastır. Bu nedenle kurumasına izin verilmemelidir. Kullanılmadığı zamanlarda koruyucu solüsyon içinde saklanması gerekir.

pH metrenin referans elektrodu KCl çözeltisi içerisinde bulunur. Cihaz kullanılmadığı zamanlarda elektrot, referans elektrot ile aynı derişimdeki KCl çözeltisine daldırılıp saklanmalıdır. Bu çözeltiye de **koruyucu solüsyon** denir.

Cam elektrot her kullanım sonrasında saf su ile yıkanmalı, iyice temizlendikten sonra koruyucu solüsyon içinde tutulmalıdır aksi hâlde kuruyan cam elektrodun yapısı bozulacak ve ölçümlerde hataya neden olacaktır.

2 BÖLÜM

POTANSİYOMETRİK YÖNTEMLE pH ÖLÇÜMÜNÜN UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Doğrudan Potansiyometrik Yöntemle pH Tayini
- Potansiyometrik Titrasyonla Sirkede Asit Miktarı Analizi

7.2. POTANSİYOMETRİK YÖNTEMLE pH ÖLÇÜMÜNÜN UYGULAMALARI

Potansiyometrik yöntemle bir sıvının doğrudan pH değeri ölçülebileceği gibi titrasyon sırasında pH değişimi takip edilerek dönüm noktası da tayin edilebilir.

7.2.1. Doğrudan Potansiyometrik Yöntemle pH Tayini

Kan, süt, içme suyu gibi birçok sıvının pH'ı potansiyometrik yolla tespit edilebilir. Kan için pH ölçümü, vücut sıcaklığına yakın olan 36-37 °C sıcaklıkta yapılmalıdır. Diğer sıvıların farklı sıcaklıklarda pH değeri ölçülebilir. Nernst eşitliğindeki 25 °C sıcaklıkta 0,0592 olan sabit, 0 °C sıcaklıkta 0,0541, 60 °C sıcaklıkta ise 0,0660 olur. Birçok potansiyometrede sıcaklık ayar düğmesi bulunur. Farklı sıcaklıklarda cihazdaki işlemciler ölçülen sıcaklıktaki sabite göre cihazın duyarlılığını değiştirir.

pH ölçümünde kullanılan standart pH çözeltileri, ölçülecek çözeltinin pH değerine yakın olacak şekilde seçilir. Bunun için farklı pH'larda kullanılmak üzere uluslararası standart pH çözeltileri (tampon çözeltiler) belirlenmiştir (Görsel 7.8). Örneğin pH 4 civarında ölçümler için 0,05 molal potasyum hidrojen ftalat çözeltisi kulanılırken pH 10 civarındaki ölçümler için HCO_3^-/CO_3^{2-} tamponu kullanılır.

pH 7 tamponu 1:1 oranında KH_2PO_4/Na_2HPO_4 içeren çözeltidir. Böyle bir çözeltinin pH değeri 7,0'dır.

Saf suyun pH değeri 7 olmasına rağmen olası kirleticiler pH değerini önemli ölçüde değiştirir. Bununla birlikte direnci yüksek (iletkenliği az) olduğu için ölçümü zordur. Bu nedenle standart pH çözeltisi olarak kullanımı güçtür.



Görsel 7.8: pH metre ile ölçümlerde kullanılan farklı tampon çözeltiler

pH 7 Tamponunun Hazırlanması

3,4 g KH_2PO_4 tuzu ve 3,55 g Na_2HPO_4 tuzu karıştırılıp suda çözülür. Saf su kullanılarak hacmi 1 L'ye tamamlanır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
pH Tayini



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Doğrudan potansiyometrik metotla çeşme suyu ve sütün pH'ını belirlemek.

Araç-Gereç: pH metre, beher, termometre.

Kimyasal Maddeler: Çeşme suyu, süt, pH 7 tampon çözeltisi, saf su, pH metre koruyucu solüsyon.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. pH metrenin elektrodunu saf su ile yıkayıp dikkatlice kurulayınız.
3. Sıcaklığı 25 °C olan tampon çözeltiye Elektrodu daldırarak pH metrenin kalibrasyonunu yapınız.
4. Elektrodu saf suyla yıkayıp kurulayınız.
5. Elektrodu saf su bulunan behere daldırıp pH'ını ölçünüz.
6. Elektrodu kuruladıktan sonra çeşme suyu bulunan behere daldırıp pH'ını ölçünüz.
7. Elektrodu saf suyla yıkayıp kurulayınız.
8. Elektrodu süt bulunan behere daldırıp pH'ını ölçünüz.
9. Elektrodu üzerinde süt kalıntısı kalmayacak şekilde saf su ile yıkayınız. İyice temizlenmiş elektrodu koruyucu solüsyonun içine yerleştiriniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Her ölçüm öncesinde elektrodun saf su kullanılarak temizlenmesinin önemi nedir?

2. Saf su, çeşme suyu ve sütün pH değerlerini kıyaslayınız.

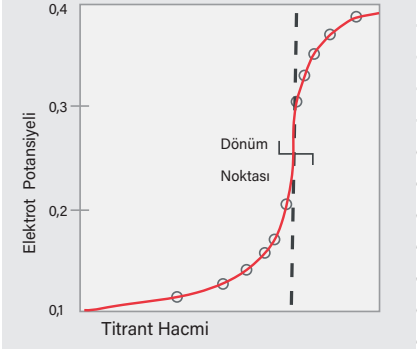
1. soru 40 puan, 2. soru 60 üzerinden değerlendirilecektir.

7.2.2. Potansiyometrik Titrasyonla Sirkede Asit Miktarı Analizi

Uygun bir indikatör elektrot ile oluşturulan hücrenin potansiyelinin analit çözeltisine eklenen titrant hacmine bağlı olarak değişiminin takip edilmesi ile yapılan titrasyonlara **potansiyometrik titrasyon** denir. Potansiyometrik titrasyonlarda kimyasal indikatörlerle yapılan titrasyonlara göre hem daha kesin sonuçlar elde edilebilir hem de kimyasal indikatör renginin net görülmesine engel olacak şekilde renkli veya bulanık çözeltilerin derişimlerinin belirlenmesi sağlanır.

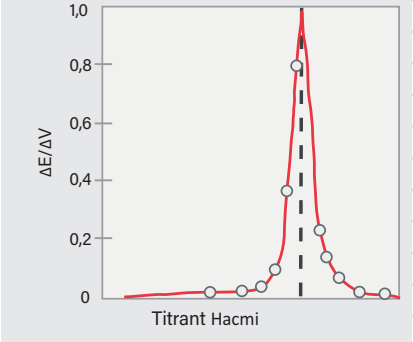
Potansiyometrik titrasyonda titrant ilavesi, dönüm noktası öncesinde hızlı, dönüm noktasına yaklaşıldığında ise azar azar yapılır. Bu şekilde dönüm noktasındaki değişim daha hassas biçimde gözlenebilir.

Potansiyometrik titrasyonda hücre potansiyeli, dönüm noktasına kadar yavaş yavaş değişir. Dönüm noktasında çok az titrant ilavesi potansiyeli çok büyük miktarda değiştirir. Dönüm noktası aşıldıktan sonra ise hücre potansiyeli değişimi yine yavaşlar. Bu durum bir nötralleşme titrasyonunda pH'ın titrant hacmi ile değişimine benzer (Görsel 7.9).



Görsel 7.9: Titrant ilavesine karşı hücre potansiyeli değişimi

Dönüm noktasının tayin edilmesinde bir diğer yöntem, ilave edilen titrant hacmine karşı potansiyel değişiminin (ΔE/ΔV) takip edilmesine dayanır. ΔE/ΔV değerinin hacme karşı grafiği çizilirse dönüm noktasında keskin bir maksimum yaptığı, dönüm noktası sonrasında ise değişimin hızla azaldığı görülür (Görsel 7.10). Dönüm noktası, bu maksimuma karşılık gelen hacim grafikten okunarak tespit edilmiş olur.



Görsel 7.10: Titrant ilavesine karşı ΔE/ΔV değişimi

Cam elektrot yardımıyla yapılan potansiyel ölçümlerinde hücre potansiyeli, pH ile doğru orantılı olarak değişir. Bu nedenle nötralleşme tepkimesi cam elektrot kullanılarak takip edilebilir. Titrasyon sırasında pH metreden okunan pH değerleri kullanılarak elde edilecek pH-titrant hacmi ve ΔpH/ΔV-titrant hacmi grafikleri de görseldeki ile aynı şekilde olur.

Titrant ile analitin titrasyon sırasında tam olarak karışabilmesi için kabın sürekli çalkalanması gerekir. Titrasyon sırasında hem büret hem de elektrot hareketi kısıtlayacağı için karıştırma işlemi manyetik karıştırıcı yardımı ile yapılır.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Asetik Asit Derişiminin Belirlenmesi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Potansiyometrik titrasyonla sirkedeki asetik asit derişimini belirlemek.

Araç-Gereç: pH metre, beher, spor düzeneği (2 adet), büret, manyetik karıştırıcı, manyetik balık.

Kimyasal Maddeler: Sirke, Ayarlı NaOH çözeltisi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. pH metrenin elektrodunu saf su ile yıkayıp dikkatlice kurulayınız.
3. Bir beher içine 20 mL sirke koyup üzerine 20-30 mL saf su ekleyiniz.
4. Beheri manyetik karıştırıcı üzerine koyup içine bir manyetik balık atınız. Manyetik karıştırıcıyı çalıştırınız.
5. Büreti ayarlı NaOH çözeltisi ile doldurup spor düzeneğine yerleştiriniz.
6. İkinci spor düzeneğine pH metreyi bağlayıp analit çözeltisine daldırınız. pH metrenin ucunun behere temas etmemesine dikkat ediniz.
7. Titrant eklenmeden önce okunan pH değerini **tabloya kaydediniz.**
8. Önce her seferinde 2 mL NaOH çözeltisi ekleyiniz daha sonra bu çözeltinin pH değerini okuyarak **tabloya kaydediniz**. Eklenen hacmin pH değerini ne kadar değiştirdiğini ($\Delta pH/\Delta V$ değerini belirleyerek) tabloda gösteriniz.
9. Dönüm noktasına yaklaşıldığında her seferinde 0,1 mL NaOH ilavesi ile pH ölçümünü tekrarlayınız.
10. $\Delta pH/\Delta V$ değeri küçülmeye başladıktan sonra birkaç kez daha 0,1 mL NaOH ilave ediniz. Her seferinde pH değerini ve pH'ın değişimini **tabloya kaydediniz.**
11. pH değişimi çok az oluncaya kadar (her seferinde 2 mL NaOH çözeltisi ilave edilerek) pH değerini ve pH'ın değişimini **tabloya kaydediniz.**
12. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Titrasyon başlangıcında 2'şer mL titrant ilave edilirken dönüm noktasına yaklaşıldığı zaman neden 0,1'er mL titrant eklenmesi gerekmektedir.

2. Titrant hacmine karşı pH değeri grafiğini ve titrant hacmine karşı ΔpH/ΔV grafiğini çizerek dönüm noktasını grafik üzerinde gösteriniz.

EKLENEN NaOH HACMİ	OKUNAN pH DEĞERİ	ΔpH/ΔV

1. soru 30 puan, 2. soru 70 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. $Al(k) \mid Al^{3+}(1\ M) \parallel Ag^{+}(0{,}1\ M) \mid Ag(k)$
Şeması verilen pil hücresi ile ilgili

a) Net redoks tepkimesini yazınız.

b) Pil gerilimini hesaplayınız. ($E_0\ Al|Al^{3+}$: +1,66 V , $E_0\ Ag|Ag^{+}$: -0,80 V)

2. 25 °C sıcaklıkta potansiyometrik yöntemle doygun kalomel elektrot kullanılarak hazırlanan hücre potansiyelinden yararlanılarak $Cu^{2+}|Cu$ yarı hücresinin potansiyeli +0,2512 V olarak belirleniyor. **$Cu^{2+}|Cu$ elektrodunun standart potansiyeli +0,34 V olduğuna göre çözeltideki Cu^{2+} iyonlarının derişimi kaç molardır?**

3. pH değeri 4,8 olan bir çözelti ile oluşturduğu hücrenin potansiyeli +0,7920 V olan cam-kalomel elektrot çifti kullanılarak limon suyunun pH'ı belirleniyor. **Limon suyu ile hazırlanan hücrenin gerilimi +0,940 V olduğuna göre limon suyunun pH değeri kaçtır?**

4. Bir kaynak suyunda bulunan klorür derişimini belirlemek için $AgNO_3$ ile potansiyometrik titrasyon yapılıyor. Titrasyon sırasında ölçülen hücre potansiyelleri aşağıdaki tabloda verilmiştir. **Verilen değerlere göre bu titrasyonun dönüm noktasını tespit ediniz.**

$AgNO_3$ ÇÖZELTİSİ HACMİ (mL)	HÜCRE POTANSİYELİ (V)
5	0,12
10	0,18
11	0,2
11,5	0,24
11,6	0,33
11,7	0,37
11,8	0,40
12	0,41
14	0,45
20	0,51

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. Saf suyun 25 °C de pH'ı 7 olmasına rağmen pH=7 civarında potansiyometrik ölçümlerde referans sıvı olarak saf su yerine $H_2PO_4^-/HPO_4^{2-}$ tamponu kullanılır.

Bu durum

I. Suyun iletkenliğinin çok küçük olması,

II. Suyun cam elektrotla tepkimeye girmesi,

III. Tampon çözeltinin pH'ının havadan etkilenmemesi,

verilenlerden hangileri ile ilgilidir?

A) Yalnız I B) Yalnız III
C) I ve II D) I ve III
E) II ve III

2. Cam elektrot–kalomel elektrot çifti kullanılarak bir meyve suyunun pH değeri belirlenmek isteniyor. Referans olarak pH değeri 5 olan tampon çözelti ile potansiyel ölçümü yapılıyor. Meyve suyu ile yapılan potansiyel ölçümünün tampon çözeltinin potansiyelinden +0,0888 V daha büyük olduğu görülüyor.

Buna göre meyve suyunun pH değeri kaçtır?

A) 3 B) 3,5
C) 4,5 D) 5,5
E) 6

3. Standart potansiyeli -2,87 V olan kalsiyum yarı hücresinde

$Ca^{2+}(suda) + 2e^- \longrightarrow Ca(k)$ tepkimesi gerçekleşiyor.

Buna göre meyve suyunun pH değeri kaçtır?

A) 0,01 B) 0,05
C) 0,1 D) 0,2
E) 0,5

4. **Potansiyometrik ölçümlerden aşağıda verilenlerden hangisinin belirlenmesinde yararlanılmaz?**

A) Permanganometrik titrasyonun dönüm noktasının belirlenmesi
B) Hücreler arası sıvının pH'ının ölçülmesi
C) Meyve suyundaki şeker miktarının tespit edilmesi
D) Şebeke suyunda bulunan kalsiyum miktarının belirlenmesi
E) Bir çözeltideki klorür iyonlarının derişiminin belirlenmesi

5. I. Çözeltide bakır derişimi belirlemek için kullanılan bakır elektrot

II. Klorür derişimini ölçmek için kullanılan Ag/AgCl elektrot

III. Ce^{4+} çözeltisi ile yapılan demir titrasyonunda Pt elektrot

Yukarıda üç farklı ölçümde kullanılacak indikatör elektrotlar verilmiştir.

Bu elektrotların doğru sınıflandırılması aşağıdakilerden hangisidir?

	Birinci sınıf	İkinci sınıf	İnert
A)	I	II	III
B)	I	III	II
C)	II	I	III
D)	III	II	I
E)	III	I	II

I. İnert II. Kalomel III. Cam

Yukarıda verilen elektrotlardan hangileri potansiyometrik yöntemde referans elektrot olarak kullanılır?

A) Yalnız I B) Yalnız II
C) Yalnız III D) I ve II
E) I ve III



KONULAR

- 8.1. KONDÜKTOMETRİ TEORİSİ
- 8.2. KONDÜKTOMETRİ UYGULAMALARI

8. ÖĞRENME BİRİMİ

KONDÜKTOMETRE

Temel Kavramlar

- Kondüktometre
- Kondüktometri
- Kondüktometrik Titrasyonlar
- Molar Öz İletkenlik
- Ohm Yasası
- Satürasyon Çamuru

1 BÖLÜM

KONDÜKTOMETRİ



Neler Öğreneceksiniz?

- Kondüktometri
- Kondüktometre Cihazının Çalışma Prensibi

8.1. KONDÜKTOMETRİ

Bir çözeltinin iletkenliğinin ölçülmesine ve iletkenliğe dayalı analizler yapılmasına **kondüktometri** denir. Kondüktometri, ölçümü yapılan çözeltideki toplam iyon sayısı ile ilgili yaklaşık bir fikir verir ancak her iyonun iletkenliğe katkısı farklı olacağı için net iyon sayısını belirlemekte kullanılamaz. Titrasyon sırasında iletkenliğin takip edilmesi ile dönüm noktası oldukça hassas şekilde tespit edilebilir.

8.1.1. Çözeltilerin İletkenliği

Bir iletkenin iki ucu arasına V kadar elektriksel potansiyel fark uygulandığı zaman I kadar akım geçer. Akım şiddeti (I) ile potansiyel fark (V) doğru orantılıdır. Potansiyel fark ne kadar büyürse akım şiddeti de o kadar artar.

Bir madde için potansiyel farkın akım şiddetine oranı o maddenin **direncini** (R) verir. Direnç ne kadar büyük olursa V potansiyelinin yaratacağı akım şiddeti o kadar küçük olacaktır.

$$R = \frac{V}{I}$$

Bu eşitlik **Ohm (Om) Yasası** olarak bilinir. 1 Voltluk potansiyel farkla 1 amper şiddetinde akım geçen maddenin elektriksel direnci 1 ohm (Ω) dur.

Bir maddenin direnci o maddede elektrik akımının geçtiği kesit alanı (A) ile ters, akımın geçtiği mesafe (L) ile doğru orantılıdır.

$$R = \rho \frac{L}{A}$$ formülü ile gösterilir.

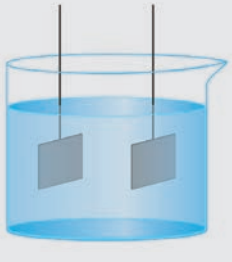
Bu eşitlikte ρ maddenin **öz direnci** olarak adlandırılır. Birimi ohm.metre (Ω.m) dir.

Direncin tersi **iletkenlik (G)** olarak ifade edilir. İletkenlik doğrudan ölçülen bir büyüklük değildir. Bir iletkenin direnci ölçülüp G=1/R eşitliği ile hesaplanır. İletkenliğin birimi Ω^{-1} olarak ifade edilir. Ω^{-1} yerine siemens (S) birimi de kullanılmaktadır.

İletkenlik direncin tersi olduğu için aşağıdaki gibi gösterilebilir.

$$G = \sigma \frac{A}{L}$$

Bu eşitlikte σ maddenin **öz iletkenliğidir** ve öz direncin tersidir (1/ρ). Bir çözelti için öz iletkenlik, 1 metre aralıklı iki metalik yüzey arasında bulunan 1 m^3 hacimli çözeltinin iletkenliği olarak tanımlanır (Görsel 8.1). Birimi ise $(\Omega.m)^{-1}$ veya S/m olarak gösterilir.



Görsel 8.1: Bir çözeltinin iki paralel levha arasında iletkenliğini ölçmek için hazırlanan düzenek

Çözeltiler içerdiği iyonların hareketleri ile elektriği iletir. Bu nedenle bir çözeltinin elektrik iletkenliği içerdiği iyonların derişimine bağlıdır. 1 metre aralıklı iki yüzey arasında 1 mol elektrolit içeren çözeltinin iletkenliği **molar öz iletkenlik (Λ_M)** olarak adlandırılır. Molar derişimi c (mol/L) olan bir elektrolit çözeltinin $1m^3$ ünde bulunan çözünmüş mol sayısı 1000c (mol/m^3) kadardır. 1000c değeri C ile gösterilirse molar öz iletkenlik

$$\Lambda_M = \frac{\sigma}{C}$$

şeklinde hesaplanabilir. Molar öz iletkenliğin birimi (σ ve C birimleri eşitlikte yerlerine yazılırsa görülebileceği gibi) $S.m^2/mol$' dür. Çözeltinin öz iletkenliği ile iletkenlik arasında

$$\sigma = G\frac{L}{A}$$

ilişkisi olduğundan bu bağıntı molar öz iletkenlik bağıntısında yazılırsa

$$\Lambda_M = G\ \frac{L}{A.C}$$

eşitliği elde edilir.

Bir çözeltinin molar öz iletkenliğinin derişim ile ilişkisi doğrusal değildir. Çözeltideki iyonların çözücü ve birbirleri ile etkileşimleri nedeniyle derişim arttıkça molar öz iletkenlik azalır. Ancak molar öz iletkenlikteki azalma, derişimdeki artıştan daha az olduğu için çözeltide iyon derişimleri arttıkça çözeltinin iletkenliği artar.

Tuzlar gibi kuvvetli elektrolitlerde derişimle molar öz iletkenliğin azalması oldukça yavaş olur. Zayıf asitler gibi zayıf elektrolitlerde de derişim arttıkça iyonlaşma yüzdesi de azalacağı için molar öz iletkenlik önemli şekilde azalır. Tablo 8.1'de bazı elektrolitlerin farklı derişimde çözeltilerinin molar öz iletkenlikleri verilmiştir.

Tablo 8.1: Bazı Elektrolitlerin 25°C'de Farklı Derişimli Çözeltilerinde Molar Öz İletkenlikleri

ELEKTROLİT	1.10^{-3} M	5.10^{-3} M	1.10^{-2} M	2.10^{-2} M	5.10^{-2} M	1.10^{-1} M
HCl	$4,22.10^{-2}$	$4,16.10^{-2}$	$4,12.10^{-2}$	$4,07.10^{-2}$	$3,99.10^{-2}$	$3,91.10^{-2}$
NaOH	$2,45.10^{-2}$	$2,41.10^{-2}$	$2,38.10^{-2}$	$2,33.10^{-2}$	$2,27.10^{-2}$	$2,21.10^{-2}$
NaCl	$1,24.10^{-2}$	$1,21.10^{-2}$	$1,19.10^{-2}$	$1,16.10^{-2}$	$1,11.10^{-2}$	$1,07.10^{-2}$
KCl	$1,47.10^{-2}$	$1,44.10^{-2}$	$1,41.10^{-2}$	$1,38.10^{-2}$	$1,33.10^{-2}$	$1,29.10^{-2}$
CH_3COOH	$4,86.10^{-3}$	$2,28.10^{-3}$	$1,62.10^{-3}$	$1,16.10^{-3}$	$7,4.10^{-4}$	$5,8.10^{-4}$

Örnek

0,01 M derişimli bir tuz çözeltisinin iletkenliği aralarında 10 cm olan ve yüzey alanı 100 cm^2 olan platin levhalar kullanılarak ölçülüyor.

Çözeltinin iletkenliği 0,03 S olduğuna göre bu tuzun 0,01 M derişimli çözeltisinin molar öz iletkenliği (Λ_M) kaçtır?

Çözüm

c = 0,01 M olduğuna göre C= 1000c = 10 mol/m^3 olur.

L = 10 cm = 0,1 m

A = 100 cm^2 = 0,01 m^2

G = 0,03 S

Değerler

$\Lambda_M = G \frac{L}{A.C}$ bağıntısında yerine yazılırsa

$\Lambda_M = 0,03 \frac{0,1}{0,01.10}$ = **0,03 S.m^2/mol** bulunur.

8.1.2. Kondüktometre Cihazı

Çözeltinin iletkenliğini ölçmeye yarayan cihazlara **kondüktometre** adı verilir (Görsel 8.2).



Görsel 8.2: Kondüktometre cihazı

Kondüktometre, iki paralel levha arasına gerilim uygulandığı zaman oluşan akımdan yararlanarak direncini, dolayısıyla iletkenliğini ölçen bir düzenekten ibarettir. Kondüktometri ölçümü doğru akımla değil alternatif akımla yapılmalıdır.

Görsel 8.1'deki iki levha bir alternatif akım kaynağına bağlandıktan sonra çözeltinin direnci ölçülerek iletkenliğine geçiş yapılır. Laboratuvarlarda kullanılan cihazın çözeltiye daldırılan ucunda birbirine paralel iki levha bulunur. Cihaz bu levhalar arasındaki direnci ölçüp G=1/R ilişkisinden çözeltinin iletkenlik değerini verir.

Kondüktometre ile

$$\Lambda_M = G \frac{L}{A.C}$$

eşitliğinden yararlanarak derişimi bilinen çözeltinin molar öz iletkenliği de hesaplanabilir. Bir kondüktometrede levhalar arası uzaklığı ve levhaların yüzey alanını tam olarak ölçmek çok kolay değildir. Bu nedenle doğrudan ölçüm yapmak yerine önce molar öz iletkenliği bilinen standart bir çözeltinin iletkenliği belirlenerek kondüktometre için L/A değeri bulunur. Daha sonra numune çözeltisinin iletkenliği ölçülerek molar öz iletkenliği hesaplanır. Bir çözeltinin molar öz iletkenliği derişimine de bağlı olduğu için ölçülen çözeltinin derişimi de bilinmelidir.

2 BÖLÜM

KONDÜKTOMETRİ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Sularda İletkenlik Tayini
- Toprakta İletkenlik Tayini

8.2. KONDÜKTOMETRİ UYGULAMALARI

Sadece iletkenlik ölçülerek bir çözeltide bulunan maddelerin nitel ya da nicel ölçümü yapılamaz. Çünkü iyon içeren her çözelti elektrolittir ancak farklı iyonların çözeltide hızı farklı olacağı için iletkenliğe katkıları da farklıdır.

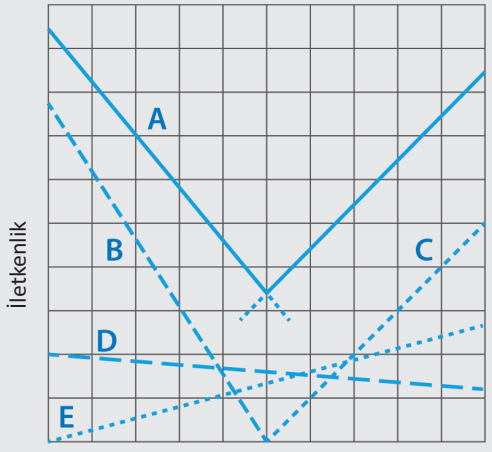
Her biri +1 birim yüke sahip H^+, Li^+, K^+ iyonlarının iletkenlikleri $H^+ > K^+ > Li^+$ şeklinde sıralanır. Ancak bir çözeltinin, kaynak suyunun ya da toprağın toplam tuzluluk oranı iletkenlik ölçümü ile yaklaşık olarak belirlenebilir. Kondüktometre ile ölçülen iletkenlik S/cm veya S/m cinsinden çözeltinin öz iletkenliğidir.

Titrasyon sırasında analitin iletkenliğinin sürekli takip edilmesi ile kimyasal indikatörlerden daha hassas bir şekilde dönüm noktası tayini yapılabilir. Bu şekilde yapılan titrasyona **iletkenlik titrasyonu (kondüktometrik titrasyon)** denir.

Hacmi kesin olarak ölçülmüş numune bir behere alınır ve bir manyetik karıştırıcının üzerine yerleştirilir. Kondüktometrenin numune içine daldırılması sağlanır. Gerekirse saf su eklenerek çözelti seviyesi yükseltilir. Bu durumda numune içindeki analit miktarı değişmeyeceği için su eklenmesi titrasyonu olumsuz etkilemez. Büret yardımı ile her seferinde 2-3 mL reaktif ilave edilir ve iletkenlik değeri cihazdan okunarak kaydedilir. Eklenen reaktif hacmine karşı iletkenlik değerleri grafiğe geçirilerek dönüm noktası belirlenir.

Kondüktometrik titrasyonlarda titrant, kimyasal indikatör kullanılan titrasyonlardaki gibi damla damla ilave edilmez. Dönüm noktası grafikten belirleneceğinden hata yapılma olasılığı daha azdır. Ayrıca kimyasal indikatörler reaksiyona girişim yaparak sistematik hataya sebep olurken bu titrasyonlarda böyle bir durum söz konusu değildir. Asit baz titrasyonları, çöktürme titrasyonları, redoks titrasyonları gibi birçok titrasyon kondüktometrik yolla takip edilebilir.

HCl çözeltisinin NaOH çözeltisi ile titrasyonu incelenirse, reaktif ilavesinden önce çözeltinin iletkenliği H^+ ve Cl^- iyonlarının iletkenliklerinin toplamı kadardır. NaOH çözeltisinin ilave edilmesi ile H^+ iyonlarının mol sayısı azalmaya başlar. Cl^- iyonlarının mol sayısı değişmez, hacim büyüdüğü için derişimi azalır. Eklenen NaOH çözeltisindeki OH^- iyonları H^+ iyonları ile harcanacağı için tükenir. Na^+ iyon sayısı çok fazla olmadığı için çözeltideki toplam iyon derişimi azalır. İyon derişimi azaldığı sürece çözeltinin iletkenliği sürekli azalır. Eşdeğerlik noktasında çözelti NaCl çözeltisidir. Bu andan sonra ortama eklenen NaOH çözeltisi toplam iyon sayısını sürekli artıracağı için iletkenliğin de artmasına neden olur. Yani bu titrasyonda eşdeğerlik noktası iletkenliğin en düşük olduğu noktadır.



Görsel 8.3: HCl'ün NaOH ile titrasyonunda çözeltinin iletkenliği ve iyonların iletkenliklerinin değişimleri

Görsel 8.3'te bu titrasyonda iletkenliklerin değişimleri verilmiştir. A eğrisi çözeltinin iletkenliğini göstermektedir. B, H^+ iyonunun iletkenliğindeki değişmeyi, C ise OH^- iyonunun iletkenliğindeki değişmeyi gösterir. Dönüm noktasına kadar OH^- iyonlarının, dönüm noktasından sonra ise H^+ iyonlarının iletkenlik katkısı ihmal edilecek kadar azdır. D eğrisi Cl^- iyonlarının iletkenlik katkısını verir. Reaktif ilavesi ile sürekli klorür derişimi azaldığı için iletkenliği de azalmaktadır. E ise Na^+ iyonlarının iletkenlik katkısını göstermektedir. Başlangıçta ortamda bulunmadığından Na^+ iyonlarının iletkenliğe katkısı sıfırdır. Titrasyon süresince derişimi arttığı için iletkenliğe katkısı da artar.

Tüm titrasyonlarda iletkenlik dönüm noktasına kadar sürekli azalmasa da dönüm noktasından sonra daima keskin bir artış olur. Çizilen grafikten bu artış kolayca belirlenebilir.

8.2.1. Sularda Elektriksel İletkenlik Tayini

Saf su, otoprotoliz sonucu oluşan H_3O^+ ve OH^- iyonlarından dolayı çok zayıf da olsa iletkendir. Saf suyun elektrik iletkenliği 0,05 µS/cm seviyesindedir. Saf suyun havayla temasında hızla CO_2 çözüleceğinden iletkenliği hızla artar. Yağmur suyunda iletkenlik 2-100 µS/cm, içme suyunda 200-800 µS/cm aralığındayken deniz suyunda elektrik iletkenliği 50 mS/cm seviyesine çıkar. ($1\mu S = 10^{-6}$ S, $1\ mS = 10^{-3}$ S) Sularda tuzluluk miktarı arttıkça iletkenlik de artar. Bu artış molar öz iletkenliğin azalması nedeniyle doğrusal değildir. Ancak aynı iyonları içerdiği bilinen belirli derişimlerde standart çözeltilerin iletkenlik değerleri ile kıyaslanarak bir numunenin yaklaşık derişimi belirlenebilir.

Suyun iletkenliğinin yüksek olması metaller için korozyonla aşındırma hızının büyük olmasına neden olur. Çünkü metallerin korozyonu elektrokimyasal süreçler sonucunda gerçekleşir. Toprağa verilecek atık suların tuzluluk oranının büyük olması toprağın zamanla tuzlanmasına ve bitki yaşamı için elverişsiz hâle gelmesine neden olacaktır. Bu nedenle atık sularda tuzluluğu belirlemek amacıyla iletkenlik ölçümü yapılır.

Sıcaklık arttıkça sıvının viskozitesi azalacağından iyonların hareketliliği dolayısıyla sıvının elektrik iletkenliği artar.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Öz İletkenlik Ölçümü

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Saf suyun ve farklı derişimlerde hazırlanan tuzlu suyun öz iletkenliklerini ölçerek tuz derişiminin iletkenliğe etkisini grafik üzerinde göstermek.

Araç-Gereç: Kondüktometre, etüv, beher, balon joje, analitik terazi, spatül, balon joje, baget, piset.

Kimyasal Maddeler: KCl katısı, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Yaklaşık 3 g KCl tartıp etüvde kurutunuz.
3. Kuruttuğunuz KCl tuzunu kullanarak 0,1 M çözelti hazırlayınız.
4. 0,1 M çözeltiden seyreltme ile 0,01 M, 0,02 M, 0,05 M'lık çözeltiler hazırlayınız.
5. Farklı beherlere hazırladığınız çözeltilerden ve saf sudan, kondüktometrenin ölçüm ucu rahatça daldırılacak seviyede koyunuz.
6. Her ölçümden önce kondüktometrenin ucunu saf suyla iyice yıkayıp kurutunuz.
7. Hazırladığınız her beherde iletkenlik ölçümü yapınız. Bulduğunuz sonuçları **aşağıdaki tabloya** not ediniz. Çözeltiler için iletkenlik-derişim grafiğini aşağıda verilen **milimetrik kâğıt kesitine** çiziniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Saf suyun ve KCl çözeltilerinin iletkenliklerini kıyaslayınız.**

ÇÖZELTİ	İLETKENLİK
Saf su	
0,01 M KCl	
0,02 M KCl	
0,05 M KCl	
0,1 M KCl	

2. **Derişimdeki artışa bağlı olarak iletkenlikteki artışın doğrusal olup olmadığını belirleyiniz. Sebebini tartışınız.**

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

8.2.2. Toprakta Elektriksel İletkenlik Tayini



Görsel 8.4: Toprakta iletkenlik ölçümü

Toprağın elektrik iletkenliği Na^+, Mg^{2+}, Ca^{2+} gibi katyonlar ve Cl^-, NO_3^-, SO_4^{2-} gibi anyonlardan kaynaklanır. Deniz suyu veya Tuz Gölü gibi tuzlu su havzalarının yer altı kaynaklarının yerini doldurması ile toprakta Na^+ ve Cl^- iyonları birikir. Tarımda aşırı gübre kullanımı ve sanayi atıklarının kontrolsüz boşaltımı da toprakta iyon birikimine neden olabilir. Aşırı tuzlanma toprağın bitki yaşamı için elverişsiz olmasına neden olur.

Toprağın iletkenlik ölçümü (Görsel 8.4) için alınan numune önce 105 °C sıcaklıktaki etüvde tamamen kuruması için birkaç saat bekletilir. Burada kütle kaybı toprağın içerdiği su miktarıdır. Bu değer ve kuru toprak kütlesi kaydedilir. Daha sonra su ekleyerek toprağın suya doygun hâle gelmesi sağlanır. Bu işlem sırasında spatül ile sürekli karıştırılarak topak kalmamasına dikkat edilir. Hazırlanan çamurun akışkan macun kıvamında ve yüzeyinin parlak olması gerekmektedir. Ayrıca sarsıldığı veya spatül ile üzerinde bir açıklık oluşturulduğunda hemen kapanarak tekrar düz, parlak yüzeyi sağlamalıdır. Hazırlanan bu çamura **satürasyon çamuru** denir. Satürasyon çamuru hazırlandıktan sonra bir gece beklenip ölçüm yapılır. Satürasyon çamurunun iletkenliğine göre toprağın tuzluluk sınıflaması tablo 8.2'de verilmiştir.

Tablo 8.2: Satürasyon Çamurunun İletkenliğine Göre Tuzluluk Sınıflandırılması

TOPRAK SINIFI	SATÜRASYON ÇAMURU İLETKENLİĞİ (mS/cm)	TUZLULUK YÜZDESİ
Sınıf 0: Tuzsuz	0-4	0,0-0,15
Sınıf 1: Hafif tuzlu	4-8	0,15-0,35
Sınıf 2: Orta tuzlu	8-15	0,35-0,65
Sınıf 3: Aşırı tuzlu	>15	>0,65

Sınıf 0 olan topraklarda tuz kaynaklı ürün kaybı görülmez. Sınıf 1 topraklarda hassas bitkilerin gelişimi etkilenir. Sınıf 2 topraklarda bitki gelişimi kötü olacağından verimli ürün elde edilemez. Sınıf 3 topraklar ise tuza çok dayanıklı birkaç tür dışında bitki gelişimi için uygun değildir.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Toprakta Tuzluluk Tespiti

Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Satürasyon çamurunun iletkenliğini ölçerek toprağın tuzluluk sınıfını belirlemek.

Araç-Gereç: Kondüktometre, beher, terazi, etüv, saat camı, cam baget, spatül.

Kimyasal Maddeler: Toprak numunesi, saf su.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Toprak numunesinden bir miktar tartarak (Tartım sonucunu not ediniz.) etüvde 105 °C sıcaklıkta 2 saat kurutunuz.
3. Kurutulmuş numuneyi tartarak tartım sonucunu not ediniz.
4. Toprak numunesine, suya doygun hâle gelinceye kadar saf su ilave ediniz. İlave işlemi sırasında karışımı sürekli karıştırarak topaklanmanın önüne geçiniz.
5. Hazırladığınız satürasyon çamurunu analiz için uygun bir behere alınız. Bir gece bekletiniz.
6. Kondüktometre cihazını yıkayıp kuruttuktan sonra satürasyon çamuruna daldırıp sabit bir değer okuyuncaya kadar bekleyiniz.
7. Okuduğunuz değeri kaydedip tablo 8.2'den yararlanarak toprağın tuzluluk sınıfını belirleyiniz.
8. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Satürasyon çamurunda topaklanmaların olması ölçümü nasıl etkiler. Açıklayınız.**

2. **İletkenlik ölçümüne göre toprağın tuzluluk sınıfını belirleyip bitkilerin yetişmesi için uygun olup olmadığını tartışınız.**

1. soru 40 puan, 2. soru 60 puan üzerinden değerlendirilecektir.

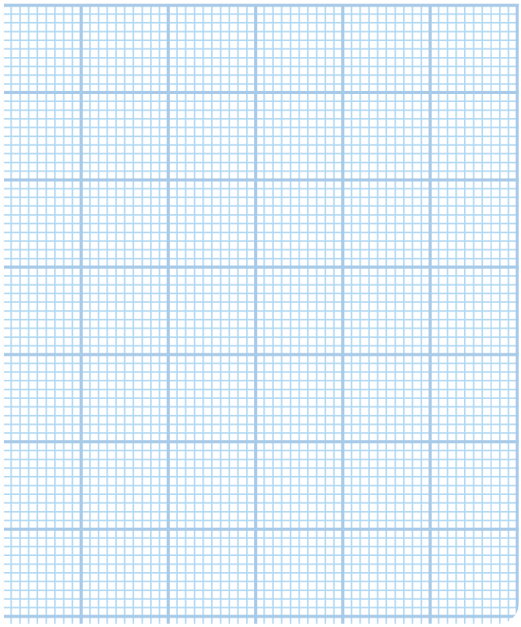
ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Molar öz iletkenliği bilinen standart bir çözeltinin iletkenliği yardımıyla kondüktometrenin L/A değeri 10 m^{-1} olarak hesaplanıyor. Daha sonra 0,1 M NaOH çözeltisinin iletkenliği aynı kondüktometrede 0,22 siemens olarak ölçülüyor**. Verilere göre 0,1 M NaOH çözeltisinin molar öz iletkenliğini hesaplayınız.**

2. 20 mL HCl çözeltisinin 0,1 M NaOH çözeltisi ile titrasyonunda eklenen baz hacmine karşılık çözeltinin elektrik iletkenliği aşağıdaki tabloda verilmiştir.

NaOH HACMİ (mL)	ELEKTRİK İLETKENLİĞİ (Siemens)
0	0,362
2	0,322
5	0,262
8	0,202
10	0,162
12	0,200
14	0,216
16	0,232
18	0,248



Verilen değerlere göre

a) Eşdeğerlik noktasını belirleyiniz.

b) HCl çözeltisinin derişimini hesaplayınız.

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **İletkenlik ile ilgili**

I. Direncin tersi olarak ifade edilir.
II. Doğrudan ölçülen bir büyüklüktür.
III. Birimi Ohm^{-1} (S) dur.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. Aşağıdaki tabloda 25 °C'deki üç farklı klorür bileşiğinin farklı derişimlerdeki molar öz iletkenlik değerleri verilmiştir.

Elektrolit	0,1 M	0,01 M	0,001 M
HCl	$3,91.10^{-2}$	$4,12.10^{-2}$	$4,22.10^{-2}$
KCl	$1,29.10^{-2}$	$1,41.10^{-2}$	$1,47.10^{-2}$
NaCl	$1,07.10^{-2}$	$1,19.10^{-2}$	$1,24.10^{-2}$

Tabloya göre aşağıdaki ifadelerden hangisi <u>çıkarılamaz</u>?

A) Molar öz iletkenlik her madde için farklıdır.
B) Aynı maddenin derişimi arttıkça molar öz iletkenliği azalır.
C) Aynı derişimde molar öz iletkenliği en yüksek olan HCl çözeltisidir.
D) Farklı derişimdeki aynı maddenin molar öz iletkenliği de farklılık gösterir.
E) Sıcaklık arttıkça maddelerin molar öz iletkenliği de artar.

3. Tuz Gölü'nden alının bir miktar su numunesi üzerinde iletkenliğe dayalı analizler yapılmak isteniyor. **Bu analizler için kullanılacak en uygun yöntem aşağıdakilerden hangisidir?**

A) Fotometri B) Kondüktometri
C) Polarimetri D) Potansiyometri
E) Spektroskopi

4. I. Dönüm noktasının daha hassas tespit edilmesi
II. Zamandan tasarruf edilmesi
III. Numune kabının elle çalkalanabilmesi

Yukarıda verilenlerden hangileri bir titrasyonun kondüktometrik takibinin, kimyasal indikatöre bağlı takip edilmesine göre avantajlarındandır?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

5. **Suyun iletkenliğine**

I. Çözünmüş madde miktarı
II. Kütle
III. pH

faktörlerinden hangileri doğrudan etki eder?

A) Yalnız I B) Yalnız III
C) I ve II D) I ve III
E) I, II ve III

Toprakta elektriksel iletkenlik analizi ile ilgili

I. Çözeltide iyon derişimi arttıkça molar öziletkenlik de artar.
II. Zayıf asit ve bazların molar öz iletkenlikleri küçüktür.
III. Molar öz iletkenlik çözeltideki iyonların türüne bağlıdır.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III



KONULAR

- 9.1. KROMATOGRAFİNİN TEORİSİ
- 9.2. KROMATOGRAFİ UYGULAMALARI

9. ÖĞRENME BİRİMİ

KROMATOGRAFİ

Temel Kavramlar

- Adsorbsiyon
- Alıkonma Faktörü
- Dağılma (Partisyon) Oranı
- Elüent
- Elüsyon
- Hareketli Faz
- İnce Tabaka Kromatografisi
- İyon Değiştirme Kromatografisi
- Kâğıt Kromatografisi
- Kolon Kromatografisi
- Kromatogram
- Sabit Faz

1 BÖLÜM

KROMATOGRAFİNİN TEORİSİ



Neler Öğreneceksiniz?

- Kromatografi Yöntemlerinin Sınıflandırılması
- Kromatografi ile İlgili Terimler

9.1. KROMATOGRAFİNİN TEORİSİ

Kromatografi, sıvı veya gaz hâldeki bir hareketli fazda karışımı oluşturan bileşenlerin sabit (durgun) fazdan geçme hızlarına bağlı olarak ayrıldıkları bir tekniktir. İlk olarak 1906 yılında Rus botanikçi Mikhail Tswett (Mihayl Tsyet) tarafından bitki yapraklarındaki klorofil ve karotenoidleri ayırmak için kullanılmıştır.

Kromatografi numunedeki bileşenlerin nitel ve nicel analizini yapmak için kullanışlı bir yöntemdir. Günümüzde analitik kimyanın vazgeçilmez teknikleri arasında yer alır. Uygulaması ve değerlendirmesi oldukça kolaydır.

9.1.1. Kromatografi Yöntemlerinin Sınıflandırılması

Kromatografiyi,

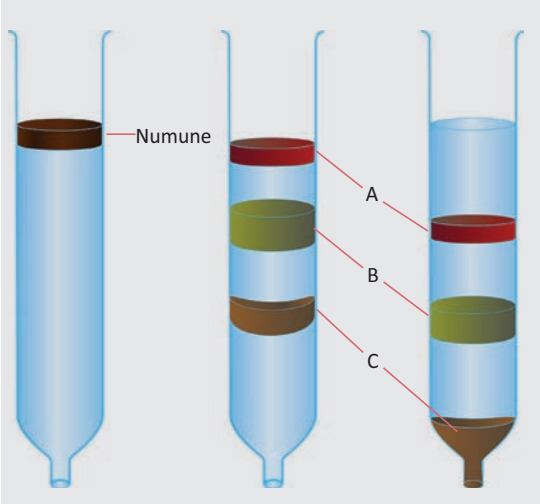
- hareketli fazın fiziksel hâline göre veya
- durgun fazla numunenin etkileşimine

olmak üzere iki şekilde sınıflandırılır.

Hareketli Fazın Fiziksel Hâline Göre Sınıflandırma

Kromatografi, hareketli fazın fiziksel hâline göre sıvı kromatografi (LC), gaz kromatografi (GC) ve süperkritik akışkan kromatografisi (SFC) olmak üzere üçe ayrılır.

Durgun faz genellikle bir kolon içinde yer alır ancak hareketli fazın düzlemsel bir faz üzerinden yürütüldüğü teknikler de vardır. Bazı sıvı kromatografi yöntemleri düzlemsel bir tabaka üzerinde uygulanırken gaz kromatografisi ve süperkritik akışkan kromatografisi kolon içinde gerçekleştirilir. Sıvı kromatografi, bir kolon içinde yapılabileceği gibi süzgeç kâğıdı veya SiO_2 , Al_2O_3 gibi bir adsorblayıcı ile kaplanmış düzlemsel tabaka üzerinde de yapılabilir. Kolon kromatografisi de düzlemsel kromatografi de numunenin bileşenlerinin durgun fazda farklı hızlarla ilerlemesine dayalı olarak yapılır (Görsel 9.1).



Görsel 9.1: A, B ve C türlerinin durgun fazda farklı hızda sürüklenerek ayrılması

Numuneyi oluşturan maddelerin, kolonda hareketli fazın ilerlemesi ile durgun faz üzerinde yıkanarak taşınmalarına **elüsyon** denir. Numuneyi taşımak için ortama sürekli eklenen çözücüye yani hareketli faza **elüent** adı verilir.

Durgun Fazla Numunenin Etkileşimine Göre Sınıflandırma

Kromatografide ayırma, numunede ayrılacak maddelerin durgun faz ve hareketli fazda çözünürlüklerinin farkına göre dağılmasına (partisyon) veya durgun fazda adsorblanmasına göre yapılır. Ayrıca durgun faz olarak iyon değiştirici reçineler de kullanılabilir.

Partisyona dayalı kromatografide durgun faz, katı yüzeye bağlı sıvı çözücüdür. Bu sıvıda çözünürlüğü fazla olan türler kolonda daha çok zaman geçirir. Durgun fazdaki sıvıda az çözünen türler ise kolondan hızlıca geçer. Bu yöntemde durgun faz polar, hareketli faz ise hekzan gibi apolar bir sıvı olabilir. Böyle bir uygulamada analitin polarlığı arttıkça kolonda tutulma süresi artar. Apolar maddeler ise kolondan hızla çıkar. Bu durumun tersi de uygulanabilir. Apolar bir sabit faz ve alkol gibi polar bir hareketli faz kullanılırsa polar olan maddeler kolondan hızla çıkarken apolar olan maddeler kolonda daha uzun süre kalır.

Adsorblamaya dayalı kromatografide ise bileşenler durgun fazı oluşturan katı fazda tutulma sürelerine göre ayrılır. Tutulma, durgun faz ile numunedeki bileşenlerin arasında oluşacak Van der Waals kuvvetleri ve diğer elektrostatik etkileşimlerle gerçekleşir.

Farklı katyon ve anyonların ayrılması iyon değiştirme kromatografisi ile yapılmaktadır. Ayrılacak iyonların yüküne göre durgun faz olarak katyon değiştirici reçineler veya anyon değiştirici reçinelerden yararlanılır.

Tablo 9.1: Hareketli ve Durgun Fazlara Göre Kromatografi Türleri

SINIFLANDIRMA	DURGUN FAZ	AYIRMA TİPİ
Sıvı kromatografisi	Katı	Adsorbsiyon
	Katı üzerine adsorblanmış sıvı	Dağılma
	Katı yüzeye bağlı organik türler	Dağılma
	İyon değiştirici reçineler	İyon değişimi
Gaz kromatografisi	Katı	Adsorbsiyon
	Katı yüzeye bağlı sıvı	Dağılma
	Katı yüzeye bağlı organik türler	Dağılma
Süperkritik akışkan kromatografisi	Katı yüzeye bağlı organik türler	Dağılma

9.1.2. Kromatografi ile İlgili Terimler

Kromatografi ile ayırma yapılırken sabit faz ve hareketli faz olarak kullanılacak maddelerin numuneyi oluşturan maddeleri yeterince ayırabilmesi gerekir. Numunede bileşenlerini ayıramayan bir kolon ile yapılacak analiz doğru sonuç vermeyecektir. Bu durumu belirleyen başlıca faktörler aşağıda verilmiştir.

Dağılma (Partisyon) Oranları

Numune içinde bulunan A bileşeni için aşağıda verilen dengeden bahsedilebilir.

$$A_{hareketli} \Leftrightarrow A_{durgun}$$

Bu dengede

C_h: hareketli fazdaki A derişimi

C_d: durgun fazdaki A derişimi ile gösterilirse reaksiyonun denge sabiti (K)

$$K = \frac{C_d}{C_h}$$

şeklinde olur. Bu kesire **dağılma (partisyon)** oranı denir.

Bir türün dağılma oranı ne kadar büyükse kolonda o kadar uzun zaman geçirir.

Tutulma Süresi ve Ortalama Göç Hızı

Numunenin harekete başlaması ile numunedeki bir türün kolondan çıkması arasında geçen süreye o türün **tutulma süresi** denir. Tutulma süresi t_R ile gösterilir.

Kolon dolgusunun (durgun faz) uzunluğu L ile gösterilirse çözünenin ortalama göç hızı (v) aşağıdaki gibi hesaplanır.

$$v = \frac{L}{t_R}$$

Dağılma oranı büyük olan bir tür için tutulma süresi büyük, ortalama göç hızı küçük olacaktır.

Alıkonma Faktörü (Kapasite Faktörü)

Numunenin ilerlemesini sağlayan hareketli faz yani çözücü, numune bileşenlerinden çok daha hızlı hareket etmelidir. Bir numune bileşeni çözücü ile çok yakın zamanda kolonu terk ediyorsa bu tür için tutulma süresinin tayin edilmesi çok zor olur. Diğer taraftan numunedeki türlerin tutulma süreleri çözücünün kolondan geçişine göre çok uzun olursa işlem gereksiz yere uzun sürer. Bu durumla ilgili parametre **alıkonma faktörü (k')** olarak adlandırılır.

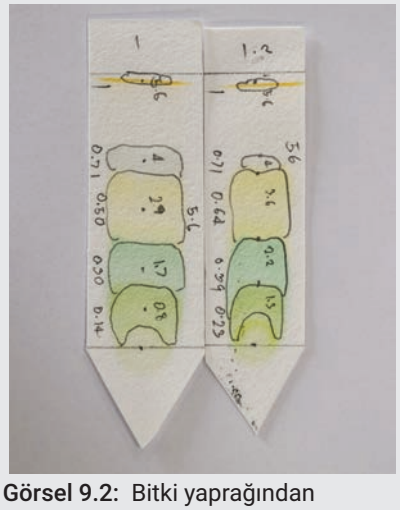
A türü için tutulma süresi t_R çözücünün kolondan çıkış süresi t_M olmak üzere alıkonma faktörü (k')

$$k'_A = \frac{t_R - t_M}{t_M}$$

şeklinde hesaplanır. Bu değerin 1 ile 5 arasında olması en idealidir. Sıvı kromatografide hareketli ve durgun faz bileşimleri değiştirilerek alıkonma faktörünün uygun değerde olması sağlanır. Gaz kromatografide ise sıcaklık ve kolon dolgusu değiştirilerek ayarlama yapılır.

Seçicilik Katsayısı

A ve B türlerinin ayrıldığı kromatografi işleminde kolonda daha uzun süre kalan türün B olduğu durumda bu türlerin alıkonma faktörleri arasında $k'_B > k'_A$ ilişkisi olacaktır. Bu türlerden yavaş olanın alıkonma faktörünün, hızlı olanın alıkonma faktörüne oranına **seçicilik katsayısı** denir ve **α** ile gösterilir. Seçicilik katsayısı türlerin dağılma oranlarının birbirine oranına da eşittir.



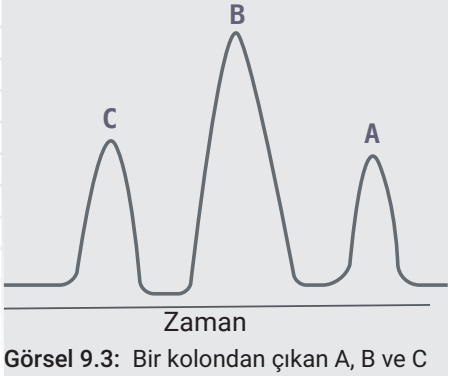
Görsel 9.2: Bitki yaprağından elde edilen numunenin ince tabaka kromatogramı

$$\alpha = \frac{k'_B}{k'_A} = \frac{K_B}{K_A}$$

Seçicilik katsayısının büyük olması kullanılan kolonun ayırma veriminin büyük olmasını sağlar.

Kromatogramlar

Düzlemsel kromatografide kâğıt veya ince tabaka üzerinde numunedeki maddelerin oluşturduğu lekeler kromatogramları oluşturur. Bu lekelerin çözücü ile birlikte yürüme miktarları karakteristik olduğu için nitel analizde kullanılabilir (Görsel 9.2). Böyle bir kromatogramda analitin ilerlediği mesafenin çözücünün ilerlediği mesafeye oranı gecikme faktörüdür. Gecikme faktörü R_f ile gösterilir.

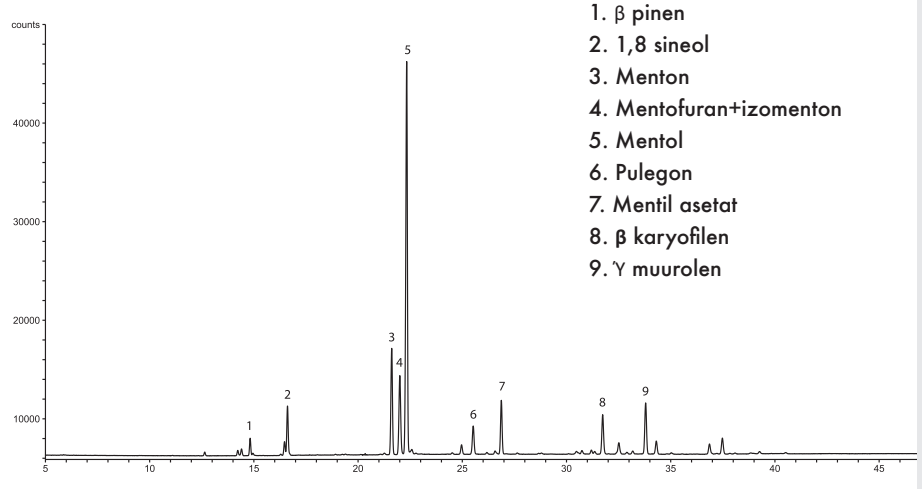


Görsel 9.3: Bir kolondan çıkan A, B ve C türlerinin dedektörde tespit edilmesiyle elde edilen kromatogram

$$R_f = \frac{\text{Maddenin ilerlediği mesafe}}{\text{Çözücünün ilerlediği mesafe}}$$

Kolon kromatografisinde ise kolonun çıkışına, elüent içinde çözünen maddelerin varlığını tespit edecek bir dedektör bağlanır. Bu detektörden alınan sinyallerin zamana karşı grafiğe geçirilmesi ile numune içinde bulunan maddelere ait pikler elde edilir. Bu piklerin zaman ekseninde konumları analizde nitel sonuçlar verirken piklerin altında kalan alanlar ilgili türün nicel analizi için kullanılır. Görsel 9.1'de gösterilen kolondaki ayırma için elde edilecek kromatogram görsel 9.3'teki gibi olacaktır.

Gerçek bir numuneden elde edilen kromatogramlarda pik sayısı çok daha fazladır ancak bu kromatogramları değerlendirmek oldukça kolaydır. Pikin tabanının genişliği kolonun ucuna ulaşan maddenin tamamen çıkış süresini gösterir. Alıkonma faktörü büyük olan bir maddenin taban genişliği de büyük olacaktır. Madde derişimi arttıkça pikin alanı da büyür. Kromatogramda farklı piklerin alanları kıyaslanarak madde derişimleri belirlenebilir. Görsel 9.4'te nane yaprağından elde edilen numunenin gaz kromatografisinde elde edilen kromatogramı verilmiştir. Kromatogramda görülen pikler farklı maddeleri göstermektedir. 5 numaralı pikin yüksekliğinin ve grafikte kapladığı alanın diğerlerinden çok daha büyük olduğu görülmektedir. Bu durum o pikin ait olduğu maddenin (mentol) nane yaprağında çok daha fazla miktarda olmasından kaynaklanır.



Görsel 9.4: Nane yaprağından elde edilen numunenin kromatogramı

Örnek

Aşağıda verilen kromatografik ayırmaların hareketli faza göre sınıflandırmasını yapınız.

a) **Biber salçası içinde boyar maddelerin bir absorban içinden He gazı ile taşınarak ayrılması**

b) **Kaynak suyundaki iyonların iyon değiştirici reçine yardımıyla ayrılması**

c) **Mürekkepteki bileşenlerin, cam tabaka üzerine kaplanmış silika üzerinden su ile ayrılması**

Çözüm

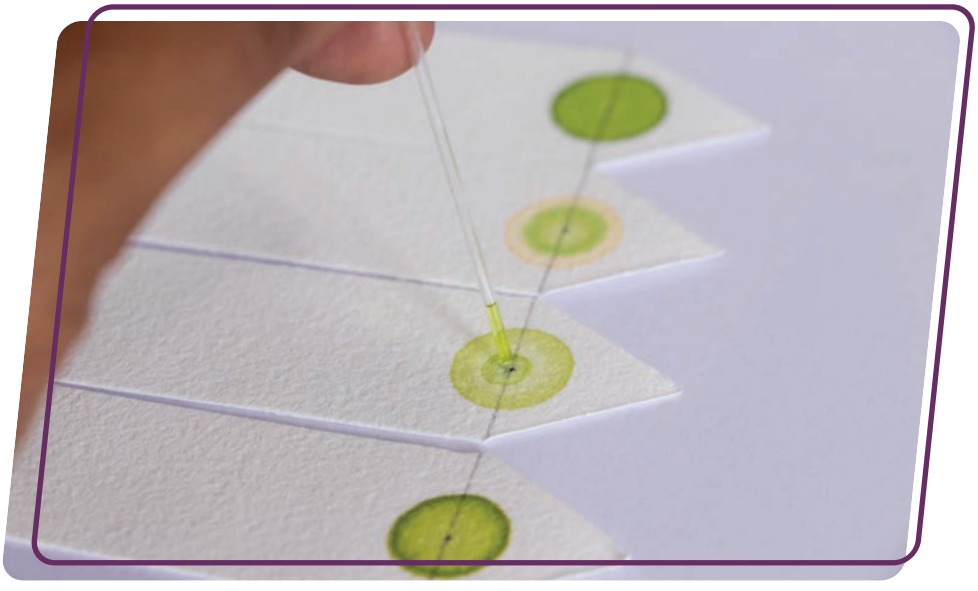
a) Hareketli faz He gazı olduğu için gaz kromatografisi

b) İyon değiştirici reçinelerden iyonlar ayrılırken su kullanıldığı için sıvı kromatografisi

c) Düzlemsel yüzey üzerinde sıvının hareketi ile yapıldığı için sıvı kromatografisi

2 BÖLÜM

KROMATOGRAFİ UYGULAMALARI



Neler Öğreneceksiniz?

- Kâğıt Kromatografisi
- İnce Tabaka Kromatografisi (İTK)
- Kolon Kromatografisi
- İyon Değiştirme Kromatografisi

9.2. KROMATOGRAFİ UYGULAMALARI

Kromatografi, farklı tekniklerle birçok maddenin analizinde kullanılmaktadır.

9.2.1. Kâğıt Kromatografisi

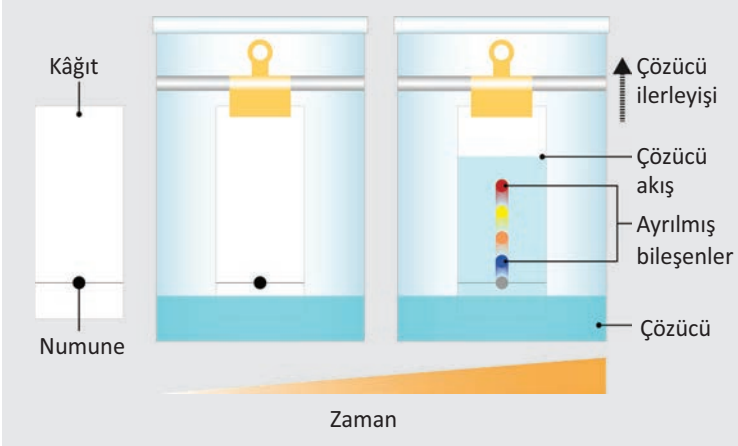
Bir düzlemsel kromatografi yöntemi olan kâğıt kromatografisinde çok saf selülozdan elde edilmiş kalınlık ve gözenek bakımından her yerinde aynı özelliği gösteren kâğıtlar kullanılır. Bu kromatografi tekniğinde kâğıt üzerinde adsorblanmış su durgun fazı oluşturur. Özel amaçlarla su yerine parafin yağı gibi farklı maddeleri adsorblamış kromatografi kâğıtları da üretilir.

Kâğıt kromatografisinde ayrılma, hareketli fazı oluşturan çözücü ile kâğıt tarafından adsorblanmış sıvı arasındaki dağılma farkına göre gerçekleşir.

Laboratuvarda kullanılan süzgeç kâğıtları kromatografide kullanılabilir. Bu kâğıtlarda doğal olarak adsorblanmış su bulunmaktadır.

Kromatografi için hazırlanan kâğıda numune, kapiler bir tüp yardımıyla uygulanır. Kapiler tüp numuneye batırılınca kılcallık etkisi ile bir miktar sıvı tüp içinde yükselir. Bu tüp kâğıda temas ettirildiği zaman kâğıt üzerine az miktarda sıvı küçük bir daire oluşturacak şekilde akar. Kâğıda çok fazla numune uygulanmamalıdır. 2-3 mm çapında bir daire oluşması yeterlidir.

Numune uygulanmış olan kâğıt, içinde hareketli faz olan bir beher veya kromatografi için özel olarak hazırlanmış tankın içine dik olarak yerleştirilir. Kâğıdın ucunun çözücüye temas etmesi yeterlidir. Bundan sonra çözücü kâğıt üzerinde yükselmeye başlar (Görsel 9.5). Çözücü yükselirken numune içindeki maddeleri de dağılma oranlarına bağlı olarak yukarıya doğru farklı hızlarda taşır. Bu işleme **kromatogramın geliştirilmesi** denir.



Görsel 9.5: Çözelti bileşenlerinin ayrılması

Düzlemsel kromatografide numunenin uygulandığı noktanın çözeltiye temas etmemesi gerekir. Numune kâğıdın en alt sınırından 1 cm kadar yukarıya uygulanır. Bu nedenle uygun boyutta kesilmiş olan kâğıdın tabanından 1 cm yukarıya kurşun kalemle işaret çizgisi çizilmelidir. Çözücünün kâğıdın üst sınırına kadar ilerlemesine izin vermek gecikme faktörünün yanlış hesaplanmasına neden olacaktır. Bunu önlemek için çözücü üst kenarın 0,5-1 cm kadar altına ulaşınca kâğıt tanktan çıkarılır.

1. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Kâğıt Kromatografisi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Kağıt kromatografisi ile mürekkep bileşenlerini ayırmak.

Araç-Gereç: Süzgeç kâğıdı, beher, saat camı, kapiler tüp, kurşun kalem, cetvel.

Kimyasal Maddeler: Mürekkep, etil alkol.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Süzgeç kâğıdından 5x8 cm ebadında kesiniz.
3. Cetvelle ölçerek kısa kenarlarından birinin 1 cm yukarısına çizgi çekerek işaretleyiniz.
4. Kapiler tüp yardımıyla çizgi üzerine mürekkep numunesi uygulayınız.
5. Süzgeç kâğıdının mürekkebi emmesi için bir süre bekleyiniz.
6. Beher içine 3-4 mm yüksekliğinde olacak şekilde etil alkol koyunuz.
7. Beherin ağzını saat camı ile kapatıp birkaç dakika bekleyerek ortamın alkol buharına doygun hâle gelmesini sağlayınız.
8. Süzgeç kâğıdını numune uyguladığınız çizgiye yakın olan kenarı alkole temas edecek şekilde behere yerleştirip ağzını saat camıyla kapatınız.
9. Etil alkolün kâğıt üzerinde yukarı doğru ilerleyişini takip ediniz.
10. Etil alkol süzgeç kâğıdının üst kenarının 1 cm kadar altına kadar çıkınca kâğıdı beherden alınız.
11. Etil alkolün çizdiğiniz çizgiden yukarıya çıktığı mesafeyi ölçünüz.
12. Mürekkepten ayrılan maddeleri işaretleyip her birinin numuneyi uyguladığınız noktadan yukarıya çıktıkları mesafelerini ölçünüz.
13. Her bir madde için gecikme faktörlerini (R_f) hesaplayınız.
14. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. Kağıtta oluşan farklı lekelerin sayısına bakarak mürekkebin bileşen sayısını tespit ediniz.

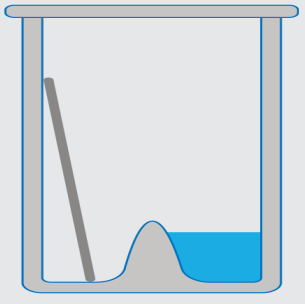
2. Yaptığınız kromatografik ayırmada hareketli ve durgun faz nedir?

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

9.2.2. İnce Tabaka Kromatografisi (İTK)

İnce tabaka kromatografisinde cam, plastik, mikroskop lamı gibi bir yüzey üzerine SiO_2 veya Al_2O_3 gibi bir adsorban yapıştırılarak durgun faz elde edilir. İnce toz hâle getirilmiş adsorban maddenin su ile karıştırılması ile oluşturulan yoğun süspansiyona bir miktar yapıştırıcı ilave edilip yüzey üzerinde eşit kalınlıkta bir tabaka oluşturması sağlanır. Elde edilen bu tabakalar etüvde kurutulup kullanılabilir. Birçok firma tarafından İTK için özel plakalar üretilmektedir.

İTK uygulaması kâğıt kromatografisine benzer şekilde yapılır. Numune uygulanmadan önce tabakanın çözücü (hareketli faz) buharına doygun ortamda bir süre bekletilerek adsorbanın çözücü ile nemlenmesi sağlanır. Bu işleme **ön koşullandırma** denir. Bunun için özel olarak kullanılan dip kısmında iki bölme bulunan tanklar kullanılır. Bu tanklara **ikiz tekne odacığı** adı verilir. Ön koşullandırma sırasında bu tekneden birine çözücü konup diğer tekneye ıslanmayacak şekilde tabaka Görsel 9.6'daki gibi yerleştirilir. Bu şekilde birkaç dakika beklendikten sonra kâğıt kromatografisine benzer şekilde numune uygulanır. Tankın dibindeki iki tekneye de çözücü koyulduktan sonra numune uygulanmış tabaka Görsel 9.7'deki gibi tanka yerleştirilir.

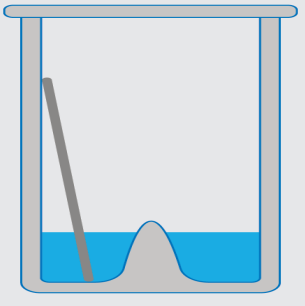


Görsel 9.6: Kromatografi tabakasının ön koşullandırılması

İTK'da hareketli faz tek bir çözücü olabileceği gibi iki ya da üç çözücüden oluşan bir karışım da olabilir.

Eğer laboratuvarda ikiz tekne odacığı bulunmuyorsa beherin alt kısmına yükselti oluşturacak bir cam malzeme konularak da ön koşullandırma odacığı hazırlanabilir. Çözücü, behere yerleştirilen cam malzemenin seviyesinin altında kalacak şekilde koyulup yükseltinin üzerine tabaka yerleştirildikten sonra beherin ağzı saat camıyla kapatılarak birkaç dakika beklenir.

İşlem kâğıt kromatografisindeki gibi takip edilir. Çözücü tabakanın üst kenarının 1 cm kadar altına ulaşınca tabaka tanktan çıkarılır. Gecikme faktörleri (R_f) aynı şekilde hesaplanır.



Görsel 9.7: İnce tabaka kromatografisinin uygulanması

Renkli bileşenler tabaka üzerinde kolayca gözlenebilir. Ayrılan maddeler renkli değilse bunların görünür hâle getirilmesi gerekir. Organik maddelerin çoğu iyot ve sülfürik asit ile renkli ürünler oluşturur. Yürütme sonrasında tabaka üzerine iyot veya sülfürik asit püskürtülmesi ile de lekelerin görünmesi sağlanabilir.

Bileşenlerin görünür hâle getirilmesinde uygulanan diğer metotta tabakalar hazırlanırken içerisine bir miktar floresan madde katılır. Geliştirme işleminden sonra plaka UV ışık altında incelenir. Floresan plaka parlarken numune bileşenlerinin olduğu lekeler karanlık kalır. Bu lekeler işaretlenerek belirlenir.

2. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
İnce Tabaka Kromatografisi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: İnce tabaka kromatografisi ile farklı indikatörlerden oluşan karışımı ayırmak.

Araç-Gereç: 5x10 cm ebadında İTK plakası, beher, saat camı, kapiler tüp (veya pastör pipeti), kurşun kalem.

Kimyasal Maddeler: Bromokresol yeşili, metil kırmızısı, alizarin sarısı, bromtimol mavisi (farklı renkli indikatörler de kullanılabilir), etil alkol, numune çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Bir beher içine 3-4 mm yüksekliğinde olacak şekilde etil alkol koyunuz.
3. Beherin ağzını saat camı ile kapatarak içinin etil alkol buharına doygun hâle gelmesi için 5-10 dakika bekleyiniz.
4. Kurşun kalemle çok fazla bastırmadan İTK tabakasının kısa kenarlarından birine paralel, yaklaşık 1,5 cm yukarıda olacak şekilde bir çizgi çiziniz.
5. Hazırlanmış olan indikatör çözeltilerinden çizdiğiniz çizgi üzerine aralarında 6-7 mm mesafe olacak şekilde kapiler tüp yardımı ile damlatınız. Her indikatör için farklı tüp kullanınız. Her bir damlanın hangi indikatöre ait olduğunu belirleyiniz.
6. Çizgi üzerinde indikatörleri damlattığınız noktalardan farklı bir yere numune çözeltisinden damlatınız.
7. Numunelerin damlatıldığı kenar çözeltiye yakın olacak şekilde levhayı beherin içine yerleştiriniz.
8. Çözücünün tabakada yükselmesini gözlemleyiniz, tabakanın üst kenarından 2 cm kadar aşağıya ulaştığı anda plakayı beherden alınız.
9. Her bir indikatöre ait lekenin ulaştığı yeri belirleyiniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Numunede elde ettiğiniz lekeleri, indikatörlerden elde ettiklerinizle kıyaslayarak numunenizde bulunan indikatörleri belirleyiniz.**

2. **Her bir indikatör için R_f değerlerini hesaplayınız.**

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

9.2.3. Kolon Kromatografisi

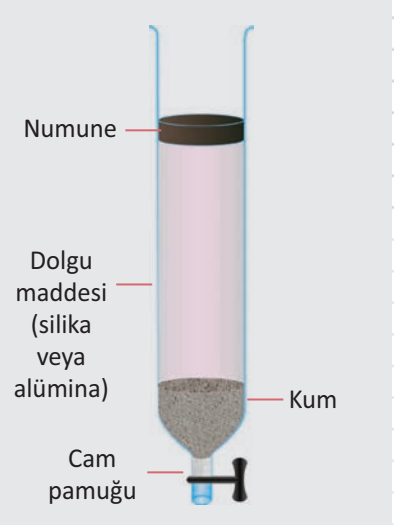
Durgun fazın bir cam kolon içinde bulunduğu, numunenin ilerleyişinin üstten sürekli elüent ilavesiyle sağlandığı yöntemler **kolon kromatografisi** olarak adlandırılır. Botanikçi Mikhail Tsvet'in bitki pigmentlerini kalsiyum karbonat ile doldurduğu bir kolon yardımıyla ayırması, bu tekniğin ilk uygulamasıdır.

Kolondan çıkışına bağlı bir dedektör aracılığı ile elde edilen analit piklerinin yüksekliğinden ya da piklerin alanından yararlanılarak kantitatif analiz yapılabilir. Standart çözeltilerden elde edilen pik alanlarının, bu çözeltilerin derişimlerine göre grafiğe geçirilmesi ile kalibrasyon grafiği elde edilir. Grafikten yararlanılarak numunelerin derişimleri belirlenir.

Kolon dolgusu ayrılacak maddenin türüne göre seçilir. Çoğunlukla silika jel (SiO_2), alümina (Al_2O_3) ve selüloz gibi maddeler kullanılır.

Dolgu maddesinin kendisinin sabit faz görevi gördüğü çalışmalar olabildiği gibi dolgu maddesi tarafından adsorbe edilmiş bir sıvı da sabit faz olarak kullanılabilir. Adsorbsiyon kromatografisinde ayrılma, numune bileşenlerinin adsorblanma gücüne göre gerçekleşir. Dağılma (partisyon) kromatografisinde ise sabit fazı oluşturan sıvı ile hareketli fazı oluşturan sıvıda çözünürlüklerine göre numune bileşenleri birbirinden ayrılır.

Adsorbsiyon kromatografisinde kolon dolgu malzemesi içinde hiç hava kalmayacak şekilde elüent olarak kullanılan sıvı tarafından ıslatılmış hâlde olmalıdır. Bunun için kolonun musluk boynuna bir parça cam pamuğu düzgün bir yüzey oluşturacak şekilde bir bagetle itilir. Daha sonra üzerine 1 cm kalınlıkta olacak şekilde temiz kum yerleştirilir. Kumun yüzeyinin de düz olması sağlanır. Adsorbsiyon kromatografisi yapılacaksa kolonda dolgu maddesinin olması istenen yüksekliğe kadar hareketli fazı oluşturacak çözücüden eklenir. Dağılma kromatografisi için ise dolgu maddesi tarafından soğurulacak, durgun fazı oluşturacak sıvı aynı seviyede doldurulur. Daha sonra dolgu maddesi yavaş yavaş eklenerek istenen seviyeye gelmesi sağlanır. Dolgu maddesi eklenirken partiküllerle birlikte hava kabarcığı kalmaması için dikkatli olunmalı, arada sırada kolona hafifçe vurarak eklenen maddenin dibe düzgünce oturması sağlanmalıdır. Dolgu maddesi yeterli seviyeye gelip sıvı içinde düzgün bir yüzey oluşturması sağlandıktan sonra musluk açılarak sıvı seviyesi dolgu maddesinin hemen üzerinde olacak şekilde boşaltılır (Görsel 9.8). Sıvının fazla boşaltılması kolon dolgusunun kurumasına ve çatlamasına neden olur.



Görsel 9.8: Doldurulmuş kromatografi kolonu

Kolon kromatografisinde sabit faz ve hareketli faz birbirleri içinde çözünmemeli, kendi aralarında ve analitle tepkime vermemelidir.

3. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
Kolon Kromatografisi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruları cevaplayınız.

Amaç: Kolon kromatografisi ile bitki pigmentlerini ayırmak.

Araç-Gereç: 20-25 cm boyunda 1-1,5 cm çapında musluklu cam kolon, beher, cam baget, cam pamuğu, huni, süzgeç kâğıdı, Nuçe erleni, su trompu, spor düzeneği,ayırma hunisi.

Kimyasal Maddeler: 4-5 adet yeşil bitki yaprağı, etil alkol, 110 ºC de kurutulmuş toz $CaCO_3$, 110 ºC de kurutulmuş toz alümina, pudra şekeri, petrol eteri, Na_2SO_4.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. İnce kıyılmış bitki yapraklarını 45 mL petrol eteri, 15 mL etanol ile hazırladığınız çözeltide 1 saat bekletiniz. Oluşan yeşil renkli sıvıyı süzerek ayırınız.
3. Sıvıyı ayırma hunisine alıp hacmi kadar su ekleyiniz. Hafifçe çalkalayarak alkolü ekstrakte ediniz. İşlemi tüm alkol uzaklaşıncaya kadar birkaç kez tekrarlayınız.
4. Çözeltiyi ayırma hunisinden bir behere alınız. Üzerine susuz Na_2SO_4 tan 5 g kadar ekleyiniz. Hafifçe karıştırıp birkaç dakika bekledikten sonra süzünüz.
5. Kolon olarak kullanacağınız cam boruyu spor düzeneği ile sabitleyiniz.
6. Kolonun içine petrol eteri ile ıslatılmış cam pamuğundan koyup cam baget ile hafifçe bastırarak boyun kısmına yerleştiriniz. Çok fazla sıkıştırılmamış olmasına dikkat ediniz.
7. Borunun 2/3'üne kadar petrol eteri doldurunuz. Yavaşça 2 cm yüksekliğe ulaşıncaya kadar alümina, 5-6 cm yükseklikte $CaCO_3$, 5 cm yükseklikte pudra şekeri koyunuz. Her tabakayı oluştururken gerekirse bagetle karıştırarak hiç hava kabarcığı kalmamasını sağlayınız. Bir tabakanın üst yüzeyinin tamamen düz olmasını sağlamadan sonraki tabakaya geçmeyiniz.
8. Kolonu Nuçe erleni ile su trompuna bağlayıp kolonun musluğunu açarak çok hafif bir vakum altında kolon dolgusunun hemen üzerine kadar petrol eterini boşaltınız. Musluğu kapatınız.
9. Kolona elde ettiğiniz örnek çözeltisini dikkatlice ekleyiniz. Kolon dolgusu üzerinde düzgün bir tabaka oluşturduktan sonra musluğu hafif vakum altında açınız. Kolona yavaş yavaş petrol eteri ilave ediniz. Kolonda oluşan ayrılmış fazları gözlemleyiniz.
10. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

1. **Kolonda oluşan farklı tabakaların sayısına göre bitki yaprağında kaç farklı pigment olduğunu belirleyiniz.**

2. **Kolon doldurulurken içinde hava kabarcığı kalmaması ve tabakaların her birinin yüzeyinin düz olmasının önemi nedir?**

Her soru 50 puan üzerinden değerlendirilecektir.

9.2.4. İyon Değiştirme Kromatografisi

İyon değiştirme kromatografisi bir kolon kromatografi uygulamasıdır. Sabit faz olarak iyon değiştirici maddeler kullanılır. Bu maddeler kil, zeolit gibi inorganik maddeler olabileceği gibi organik polimerler de olabilir. Organik olanlarına **iyon değiştirici reçineler** denir.

Katyon değiştirici olarak sülfonik asit ($RSO_3^-H^+$) veya karboksilli asit (RCOOH) veya bunların Na^+ tuzlarını bulunduran polimerler, anyon değiştirici olarak ise amin gruplarını ($RN(CH_3)_3^+OH^-$) veya bu bileşiğin Cl^- tuzunu bulunduran polimerler kullanılır.

M^{x+} katyonlarını bulunduran bir çözelti sülfonik asit içeren bir reçineden geçirildiği zaman aşağıdaki dengeye göre değişim gerçekleşir.

$$\underset{\text{katı}}{xRSO_3^-H^+} + \underset{\text{çözelti}}{M^{x+}} \rightleftharpoons \underset{\text{katı}}{(RSO_3^-)_xM^{x+}} + \underset{\text{çözelti}}{xH^+}$$

A^{x-} anyonlarını içeren bir çözelti ise benzer şekilde aşağıdaki dengeyi kurar.

$$\underset{\text{katı}}{xRN(CH_3)_3^+OH^-} + \underset{\text{çözelti}}{A^{x-}} \rightleftharpoons \underset{\text{katı}}{(RN(CH_3)_3^+)_xA^{x-}} + \underset{\text{çözelti}}{xOH^-}$$

İyon değiştirme kromatografisinde hareketli faz belli bir pH değerine tamponlanmış sulu çözeltidir. Katyon ve anyonların, proteinlerin, ligandların ayrılması bu yöntemin kullanım alanları arasındadır.

İyon değiştirici kolonlar sularda sertliğe neden olan Ca^{2+}, Mg^{2+} gibi katyonları ve CO_3^{2-}, SO_4^{2-} gibi anyonları uzaklaştırarak yumuşatılmasında kullanılmaktadır. Evlerde kullanılan su arıtma cihazları daha çok bu işe yaramaktadır.

Gübrelerde Şelatlaştırıcı Kullanımı ve Analizi

Toprağın organik madde ve mineralce fakir olması durumunda tarımda verim düşer. Bu nedenle tarım toprakları gübre ile desteklenmektedir. Gübreler ile bitkiler için önemli olan mikro elementler de sağlanmaktadır. Bu mikro elementlerin toprakta stabil olarak kalmasını sağlamak için şelatlaştırıcılardan yararlanılır. Şelatlaştırıcı kullanılmaması durumunda mikro elementler, topraktaki farklı maddelerin etkisi ile, bitkilerin kullanamayacağı bileşiklere dönüşebilirler. EDTA (etilendiamin tetraasetik asit), HEDTA (hidroksietil etilendiamin triasetik asit), DTPA (dietilen triamin pentaasetik asit) yaygın kullanılan şelatlaştırıcılardır.

Şelatlaştırıcı analizi, gübreden elde edilen numunedeki şelatlaştırıcıların Fe^{3+} iyonlarını bağladıktan sonra yüksek performanslı sıvı kromatografi cihazında (HPLC) iyon değiştirici kolonlarla ayrıştırılmasına dayanır.

Demir şelatlarının kolonda alıkonma süresi HEDTA<EDTA<DTPA sırasıyla artar.

Çözeltilerin Hazırlanması

Stok EDTA çözeltisi

372 mg disodyum etilen diamin tetraasetat dihidrat tuzu tartılıp 500 mL hacimli balon jojeye alınır. Bir miktar saf su ile çözüldükten sonra ölçü çizgisine kadar tamamlanır. Bu şekilde 2.10^{-3} M'lık çözeltisi hazırlanmış olur.

Stok HEDTA çözeltisi

380 mg trisodyum hidroksi etilen diamin tetraasetat dihidrat tuzu tartılıp 500 mL hacimli balon jojeye alınır. Bir miktar saf su ile çözüldükten sonra ölçü çizgisine kadar tamamlanır. Bu şekilde 2.10^{-3} M'lık çözeltisi hazırlanmış olur.

Stok DTPA çözeltisi

393 mg dietilen triamin pentaasetik asit tartılıp 500 mL hacimli balon jojeye alınır. Bir miktar saf su ile çözüldükten sonra ölçü çizgisine kadar tamamlanır. Bu şekilde 2.10^{-3} M'lık çözeltisi hazırlanmış olur.

EDTA/HEDTA/DPTA standart karışımları

Stok çözeltilerden her bir şelatlaştırıcı derişimleri sırasıyla 5.10^{-5} M, 10^{-4} M, 2.10^{-4} M içerecek şekilde hazırlanır.

Geri alma çözeltisi

0,05 M nitrat, 0,05 M asetat içerecek şekilde hazırlanır.

Demir(III) nitrat çözeltisi

0,01 M derişimde hazırlanır.

Standart Çözeltilerin Hazırlanması

Her bir şelatlaştırıcı karışımından 20 mL alınıp 100 mL'lik balon jojelere koyulur. Üzerlerine 5 mL demir(III) çözeltisi eklenir. Saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

Numune Çözeltisinin Hazırlanması

5 g numune 200 mL su ile karıştırılıp 1 saat süreyle çalkalanır ve 250 mL'ye tamamlanır. Süzgeç kâğıdıyla süzülür ve süzüntü, numune olarak kullanılır. Çözeltiden 20 mL alınıp 100 mL'lik balon jojeye konur. Üzerine 5 mL demir(III) çözeltisi eklenir. Saf su ile 100 mL'ye tamamlanır.

4. LABORATUVAR ÇALIŞMASI
İyon Değiştirme Kromatografisi



Aşağıda verilen işlem basamaklarına göre laboratuvar çalışmasını tamamlayınız. Değerlendirme bölümünde verilen soruyu cevaplayınız.

Amaç: İyon değiştirme kromatografisi ile gübredeki şelatlaştırıcıların analizini yapmak.

Araç-Gereç: HPLC cihazı, anyon değiştirici kolonlar.

Kimyasal Maddeler: EDTA/HEDTA/DPTA standart çözeltileri, gübre numunesi çözeltisi.

İşlem Basamakları

1. Kişisel koruyucu donanımlarınızı kullanınız.
2. Standart çözeltileri 0,2 μm membran filtreden süzünüz.
3. Standart çözeltileri kromatografi cihazından geçirerek cihazda çıkan her pikin hangi şelatlaştırıcıya ait olduğunu alıkonma süreleri sıralanışına göre belirleyiniz. Standart çözeltilerin pik alanlarından yararlanarak kalibrasyon grafiğini **aşağıdaki milimetrik kâğıt kesitine** çiziniz.
4. Numune çözeltisini kromatografi cihazından geçiriniz kalibrasyon grafiğinden yararlanarak şelatlaştırıcı derişimlerini belirleyiniz.
5. Analiz sırasında oluşan katı ve sıvı atıkları uygun şekilde uzaklaştırınız ve çalışma ortamınızı temizleyiniz.

Değerlendirme

Elde ettiğiniz kromatogramdan yararlanarak analizini yaptığınız gübrede bulunan şelatlaştırıcıların miktarlarını kıyaslayınız.

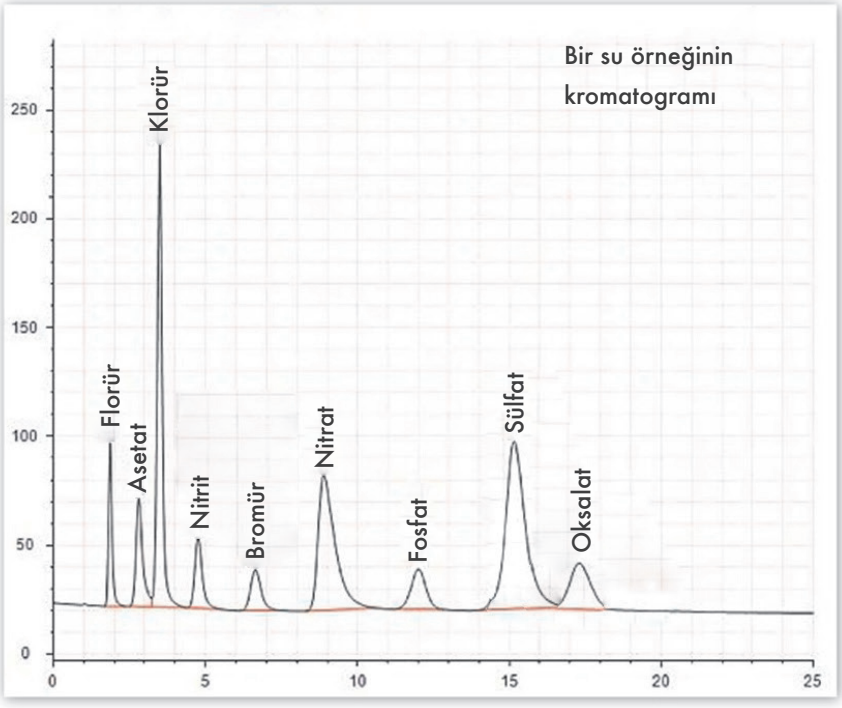
Değerlendirme sorusu 100 puan üzerinden değerlendirilecektir.

ÖLÇME VE DEĞERLENDİRME

A) Aşağıdaki soruları cevaplandırınız.

1. Kromatografik yöntemle analizi yapılan bir numune içindeki X maddesinin hareketli fazda derişimi 0,001 M, durgun fazdaki derişimi 0,01 M 'dır. Aynı numunedeki Y maddesinin hareketli fazda derişimi 0,01 M, durgun fazdaki derişimi ise 0,001 M olmaktadır. **X ve Y maddelerinin dağılma (partisyon) oranlarını (K) hesaplayarak kolondan önce hangi maddenin çıkacağını belirleyiniz.**

2) Göl suyundan alınan numunenin iyon kromatografisi ile analizine ait grafik verilmiştir.



Bu analizle ilgili aşağıdaki soruları cevaplayınız.

a) Tutulma süresi en büyük ve en küçük olan iyonlar hangileridir?

b) Grafiğin altında kalan alanların büyüklüğüne göre numunede en bol bulunan üç iyon hangileridir?

c) Bu kolonun seçicilik katsayısının en büyük ve en küçük olduğu iyon çiftleri hangileridir?

B) Aşağıdaki soruların doğru cevabını işaretleyiniz.

1. **Kromatografi ile ilgili**

I. Çözünürlük veya adsorbsiyon farkına dayalı yapılan analiz yöntemidir.

II. Yalnızca nicel analiz uygulamalarında kullanılabilir.

III. Karmaşık bir yöntem olduğu için uygulama alanı oldukça kısıtlıdır.

yargılarından hangileri doğrudur?

A) Yalnız I B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

2. Kromatografi yöntemleri, hareketli fazın fiziksel haline göre sınıflandırılır.

Buna göre aşağıda verilen kromatografi sınıflandırmalarından hangisi yanlıştır?

A)	Bitki yapraklarındaki pigmentlerin alümina ve silikajel ile doldurulmuş bir kolonda ayrılması	Sıvı kromatografisi
B)	Biber salçası içinde boyar maddelerin bir absorban içinden He gazı ile taşınarak ayrılması	Gaz kromatografisi
C)	Mürekkepteki bileşenlerin cam tabaka üzerine kaplanmış silikajel üzerinden su ile ayrılması	Sıvı kromatografisi
D)	Kaynak suyundaki iyonların, iyon değiştirici reçine yardımıyla ayrılması	Katı kromatografisi
E)	Alümina ile doldurulmuş bir kolonda aminoasitlerin siklohekzan ile elüe edilmesi	Sıvı kromatografisi

3. 15 cm uzunlukta bir ince tabaka plakası üzerinde çözücü 12 cm yüksekliğe kadar yürütüldüğünde bir indikatör maddenin 7,2 cm ilerlediği görülüyor. **Buna göre işlem sırasında indikatör için gecikme faktörü (R_f) değeri kaçtır?**

A) 0,5 B) 0,6
C) 0,8 D) 0,9
E) 1,0

4. Kolon kromatografisinde durgun faz polar ise hareketli faz apolar veya durgun faz apolar ise hareketli faz polar olmalıdır.

Durgun faz olarak silikajel üzerinde adsorblanmış sıvının kullanıldığı dağılma kromatografisi işleminde

DURGUN FAZ	HAREKETLİ FAZ
I. Su	Metil alkol
II. Benzen	Etil alkol
III. Etil alkol	Siklohekzan

verilenlerden hangileri birlikte kullanılmaya uygundur?

A) Yalnız II B) I ve II
C) I ve III D) II ve III
E) I, II ve III

5. Bir numunenin kromatografik analizinde içerdiği maddelerin partisyon (dağılma) oranları aşağıdaki tabloda verilmiştir.

X	Y	Z	Q	W
0,2	0,5	0,8	1,2	1,5

Tabloya göre kolonda tutulma süresi en büyük olan madde aşağıdakilerden hangisidir?

A) W B) Q
C) Z D) Y
E) X

KAYNAKÇA

Kaynakça Apa 6 kriterlerine göre hazırlanmıştır.

- Akdeniz, V., Kınık, Ö., Yerlikaya, O., & Akhan, E. (2016). İnsan Sağlığı ve Beslenme Fizyolojisi Açısından Çinkonun Önemi. Akademik Gıda 14(3), 307-314.
- Alpaydın, S., & Şimşek , A. (2013). Genel Kimya. Konya: Nobel.
- Arıdaşır, I. (2018). Su Örneklerinde Kurşun Ve Kobalt İyonlarının Alevli Atomik Absorpsiyon Spektrofotometresi İle Tayini İçin Yeni Bir Metot: Ultrason Emülsifikasyonu Destekliikili Katılaştırılmış Yüzen Organik Damla Mikroekstraksiyonu. Yüksek Lisans Tezi. Ankara: Hacettepe Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Atalay, T. (2004). Kolloid Kimyası. Konya: Dizgi Ofset Matbaacılık.
- Atkins, P. W. (2005). Fizikokimya. (S. Yıldız, H. Yılmaz, & E. Kılıç, Çev.) Ankara: Bilim.
- Aydın, F., Ulusoy, Ş., Mocan, Z., Mocan, H., & Uzun , Y. (1992). Eser Element Olarak Bakır ve İlgili Klinik Durumlar. SSK Tepecik Hastanesi Dergisi, 260-264.
- Christian, G. D., Dasgupta, P. K., & Schug, K. A. (2021). Analitik Kimya. (R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Civis, S., Ferus, M., Kubelik, P., Jelinek, P., & Chernov, V. E. (2012). Potassium spectra in the 700–7000 cm−1 domain: Transitions involving f-, g- and h- stages. Astronomy & Astrophysics, 125-135.
- Duman, R., Doğan, S., & Kaya, F. N. (2012). Biyolojik Örneklerde Elektrotermal Atomik Absorpsiyon Spektroskopisi ile Kurşun Tayininde Nitrik Asitin ve Bazı Ortam Düzenleyicilerin Etkisinin İncelenmesi. SDU Journal of Science, 23-33.
- Duran, A. (2010). AAS İle Tayin Öncesi Bazı Ağır MetallerinZenginleştirilmesi ce Türlendirilmesi. Doktora Tezi. Tokat: Gaziosmanpaşa Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Erdoğan , Ö. (2006). Alüminyumun ve Kurşunun Birlikte Spektrofotometrik Tayinleri. Yüksek Lisans Tezi. İstanbul: Yıldız Teknik Üniversitesi Fen Bilimleri Enstitüsü.
- Gündüz, T. (2017). Kantitatif Analiz Laboratuvar Kitabı (12. Baskı b.). Ankara: Gazi Kitabevi.
- Jewett, J. W., & Serway, R. A. (2008). Physics for Scientists and Engineers. London: Thomson Brooks/Cole.
- Mortimer, C. E. (1993). Modern Üniversite Kimyası. (T. Altınata, Çev.) İstanbul: Çağlayan Kitabevi.
- Petrucci, R. H., Herring, F. G., Madura, J. D., & Bissonnette, C. (2012). Genel Kimya İlkeler ve Modern Uygulamalar. (T. Uyar, S. Aksoy, & R. İnam, Çev.) Ankara: Palme.
- Skoog, D. A., West, D. M., & Holler, F. J. (1999). Analitik Kimya Temelleri. (F. Köseoğlu, & E. Kılıç, Çev.) Ankara: Bilim.
- T.C. Millî Eğitim Bakanlığı. (2020). Mesleki ve Teknik Anadolu Lisesi, Anadolu Meslek ve Anadolu Teknik Programı, Kimya Teknolojisi Alanı, Çerçeve Öğretim Programı. Ankara.
- TDK. (2012). Yazım Kılavuzu. Ankara: Türk Dil Kurumu Yayınları.
- Uysal, Ü. D. (2012). Biyojenik Aminler Üzerine DFT Çalışması. Afyon Kocatepe Üniversitesi Fen Bilimleri Dergisi, 11-24.
- Varelis, P. (2019). Gıda ve İçecek Analizlerinde Yüksek Performans Sıvı Kromatografisi ve Uygulamalarındaki Gelişmeler. S. Ötleş içinde, Enstrümental Gıda Analizleri (s. 143-160). İzmir: Sidas.
- Yıldırır, Y., Dişli, A., & Altundaş, A. A. (2014). Organik Kimya "Yaşamın Kalbi". Ankara: Bilim.
- Young, H. D., & Freedman, R. A. (2017). Sears & Zemansky'nin Üniversite Fiziği. (H. Ünlü, T. A. Giz, N. Postacıoğlu , & M. H. Yükselici, Çev.) İstanbul: Pearson.
- Zeren, M. A. (1998). Atomlar Moleküller. İstanbul: Birsen .
- Zeren, M. A. (1999). Elektrokimya. İstanbul: Birsen.

GENEL AĞ KAYNAKÇASI

- https://www.bilimgenc.tubitak.gov.tr (08.12.2022 22:30)
- https://www.sozluk.gov.tr/ (05.01.2023 20:45)
- https://www.tdk.gov.tr/ (10.01.2023 19:30)

GÖRSEL KAYNAKÇASI

SIRA SİZDE CEVAP ANAHTARI

SAYFA	CEVAP
	1. ÖĞRENME BİRİMİ
24	**1.** 750000 nm **2.** $1,5.10^{15}$ Hz
26	$3,313.10^{-27}$ J
33	**1. a)** 0,398 **b)** 0,097 **c)** 0,523 **2. a)** %86,3 **b)** %61,7 **c)** %17,2
34	0,75
41	**a)** 6,61 ppm **b)** 33,05 ppm
	3. ÖĞRENME BİRİMİ
79	Na^+ = 14,2 ppm Ca^{2+} = 3,46 ppm
	4. ÖĞRENME BİRİMİ
97	**a)** 8,5 ppm **b)** 42,5 ppm **c)** %4,25
	5. ÖĞRENME BİRİMİ
113	**1.** 1,2 **2.** 0,978
115	**a)** $n_B > n_A$ **b)** $c_A > c_B$
118	**1.** 41,8° **2.** 1,25 **3.** 53°
	6. ÖĞRENME BİRİMİ
137	**a)** optikçe aktif değil **b)** optikçe aktif değil **c)** optikçe aktif **ç)** optikçe aktif
140	**1.** 8,4° **2.** +46°
	7. ÖĞRENME BİRİMİ
157	-0,4622 V
163	pH= 8,7

CEVAP ANAHTARI

1. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	**1**	$6,67.10^{14}$ Hz
	2	3 m
	3	$3,313.10^{-19}$ J
	4	0,26
	5	4.10^{-5} M
	6	115 ppm
B	**1.** D **2.** E **3.** C **4.** B **5.** B	

2. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	**1**	10,1 ppm
B	**1.** C **2.** D **3.** B **4.** A	

3. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	**1**	120 ppm
	2	43 ppm
	3	Radyasyon tamponu
B	**1.** E **2.** C **3.** D **4.** C	

4. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	**1**	**a)** 9,2 ppm **b)** 92 ppm **c)** %4,6
	2	32,3 ppm
B	**1.** E **2.** B **3.** A **4.** C **5.** D **6.** B	

5. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	**1**	1,2
	2	16,43 °
	3	47,33 °
	4	%8
	5	**a)** küçülür **b)** büyür **c)** değişmez
B	**1.** E **2.** B **3.** D **4.** E **5.** C	

6. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	**a)** optikçe aktif değil **b)** optikçe aktif **c)** optikçe aktif değil **ç)** optikçe aktif
	2	0,8 $g.mL^{-1}$
	3	%21,8
	4	-12 °
B	**1.** B **2.** C **3.** E **4.** E **5.** D	

7. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	**a)** $Al(k) + 3Ag^{+}(suda) \rightarrow Al^{3+}(suda) + 3Ag(k)$ **b)** +2,4008 V
	2	10^{-3} M
	3	pH= 2,3
	4	ΔE/ΔV değerinin en büyük olduğu aralık 11,5 mL ile 11,6 mL aralığıdır. Dönüm noktası bu iki değerin ortası kabul edilebilir. Dönüm noktası = 11,55 mL
B	**1.** D **2.** B **3.** C **4.** A **5.** A **6.** D	

8. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	$2,2.10^{-2}$ $S.m^2.mol^{-1}$
	2	**a)** 11 mL **b)** 0,055 M
B	**1.** C **2.** E **3.** B **4.** B **5.** D **6.** D	

9. ÖĞRENME BİRİMİ		
A	1	K_X=10 K_Y=0,1 , Kolondan önce Y maddesi ayrılır.
	2	**a)** Tutulma süresi en büyük olan oksalat, en küçük olan florür iyonlarıdır. **b)** Klorür, nitrat, sülfat **c)** Seçicilik katsayısı en büyük olan florür ve oksalat, en küçük olan asetat ve klorür iyonlarıdır.
B	**1.** A **2.** D **3.** B **4.** D **5.** A	

NOTLAR