

DENEY RAPORU

DENEY ADI Atomik Absorbsiyon Spektroskopisiyle Bakır Tayini (1 No'lu deney)

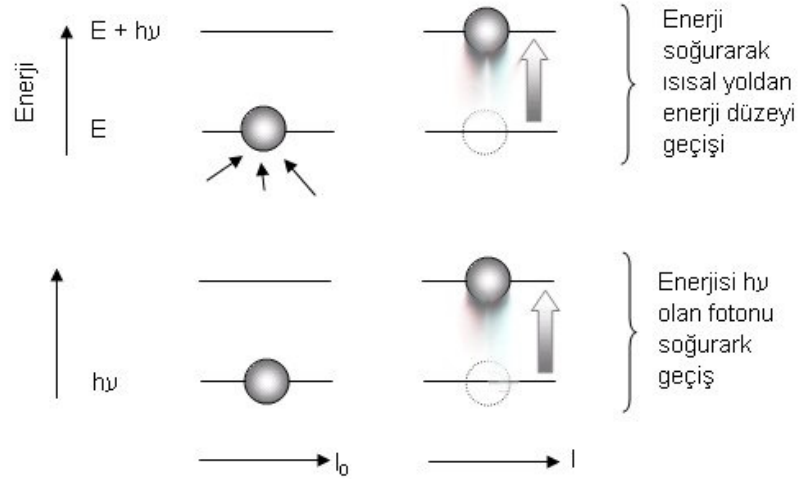
DENEY TARİHİ 14 Kasım 2003 Cuma

AMAÇ Atomik Absorbsiyon Spektroskopisinin temel ilkeleriyle incelenmesi ve verilen örnekteki Cu^{2+} derişiminin bulunması

TEORİK BİLGİ

Atomik Absorbsiyon Spektroskopisi

Atomik soğurma bir elementin atomlarının iyonlaşmamış, uyarılmamış ve serbest halde buldukları zaman belirli dalga boylarındaki elektromanyetik ışımayı soğurabilmeleri esasına dayanır. Belli elementin atomları yalnızca kendine özgü dalga boylarına ilişkin ışımayı soğurabilir. Bu soğurma örnekteki elementin konsantrasyonu ile doğru orantılıdır.



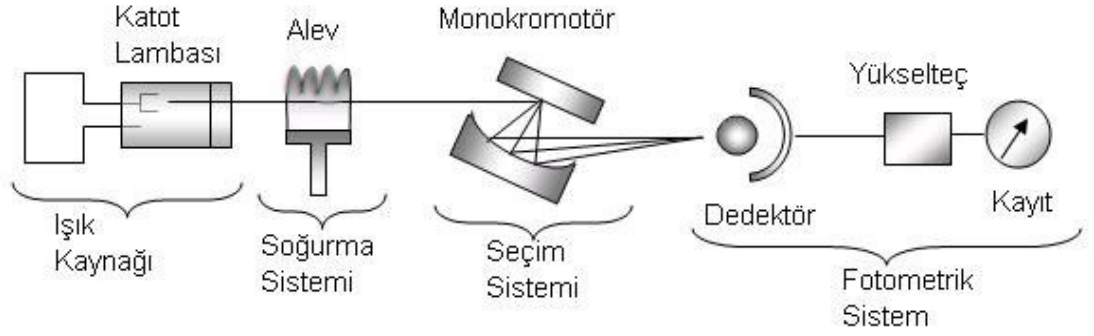
E temel enerji düzeyinde bulunan bir elektron $E + h\nu$ enerji düzeyine geçişini ya enerjisini $h\nu$ olan fotonu soğurarak ya da ısısal yoldan az bir bölüm sağlar. Eğer serbest atomlar üzerine düşen ışığın şiddeti I_0 ise etkileşme sonunda ortamı terkeden ışığın şiddeti I olarak alınabilir. İşte bu değişmelerden yararlanılarak elementlerin analizi yapılabilmektedir.

Karşılaştırma

Bazı yönlerden atomik absorbsiyon spektroskopisi alev emisyon spektroskopisinin tersidir. Tüm emisyon yöntemlerinde önce numuna uyarılır, element temel haline

dönerken yayılan radyant enerji ölçülür. Ölçülecek enerjiye ait olan dalga boyu dışında dış radyasyon filtre edilerek uzaklaştırılmalıdır ki bu sinyallere ait interferans ortadan kaldırılabilsin.

Atomik absorpsiyon spektroskopisinde ise element alev ile fazla uyarılmaz. Sadece kimyasal bağları dissosiyeye edilir ve element temel hale yerleştirilir. Bu demektir ki atom düşük bir enerji düzeyindedir ve de kendi çizgisel spektrumuna uyan dar bir bantta radyasyon soğurmaya uygundur. Oyuk katot lambası analizi yapılacak elementten yapılmıştır ve analiz edilecek elementin soğuracağı dalga boyunda bir emisyon yapar ve radyasyon yayar.



AAS Atomik Absorpsiyon Spektroskopisinin Temel Komponentleri

Işık Kaynakları

Işık kaynaklarında aranan özellikler;

1. Işık kaynağının atomik absorpsiyon ölçümlerine elverecek yeter şiddette rezonans çizgisi yayımı
 2. Işık kaynağının katodunun çok saf ve dolgu gazının uygun seçilmiş olması
- Her element için özel lambaların katodu o elementten yapılmıştır.

Monokromatör

Işığın soğurulmasından sonra oluşan spektrumdan istenilen spektral çizgi tek renk ayırıcı olan monokromatör yardımı ile ayrılır. Böylece ayrılan spektral çizgiye ilişkin ışın dedektörde elektrik enerjisine dönüşür. Bu amaç için prizmalar ve optik ağılar kullanılır. Prizmaların ayırma gücü dalga boyu artkça azlir. Bu nedenle prizmalar birçok elementin rezonans çizgisilerinin bulunduğu 240-250 nm aralığında pek kullanılmaz. Optik ağıların ayırma gücü ise birim uzunluktaki tepeecik sayısına bağlı olup dalga boyu ile değişmez. Bu nedenle tercih edilmektedir.

Dedektörler

Dedektörler olarak fotokatlandırıcılar kullanılır. Dedektörden alınan sinyal yükseltilecek galvanometre, potansiyometrik bir kaydedici ile ölçülür.

Atomik Absorbsiyon Spektroskopisinde Sonuçlama İşlemi

Standart çözeltiden yararlanarak çizilen standart eğrisinden örneğin absorpsiyon değeri için gözlenen değer okunur ve konsantrasyon bulunur.

Standart katma yönteminde ise örnek, konsantrasyonu bilinen bir seri çözeltilerle karıştırılıp ölçüm değeri alınır. Grafik çizilerek x eksenindeki değerlerden konsantrasyon saptanır.

DENEYİN YAPILIŞI

Çözelti Hazırlama

$$\text{ppm} = \frac{1}{10^6} = \frac{\text{mg}}{\text{kg}} \quad \text{Su için } 1 \text{ ppm} = \frac{1 \text{ mg su}}{1 \text{ kg su}} \quad 1 \text{ kg su için } d_{\text{su}} = 1 \text{ gr/cm}^3 \text{ ise}$$

$$1 \text{ cm}^3 = 1 \text{ ml su} \quad 1 \text{ gr} = 10^{-3} \text{ kg ise}$$

$$\frac{x \text{ ml}}{1 \text{ kg su}}$$

$$x = 10^3 \text{ ml} = 1000 \text{ ml bulunur.}$$

Sonuç olarak 1 ppm su için $\frac{\text{mg}}{\text{lt}}$ yazabiliriz.

Katılarda ppm cinsinde derişim hesaplamasında ise

5,4 mg Cu^{2+} içeren 0,5 gr = $0,5 \cdot 10^{-3}$ kg örneği ele alalım.

$$\text{ppm} = \frac{5,4 \text{ mg}}{0,5 \cdot 10^{-3} \text{ kg}} = 10,8 \cdot 10^3 \quad \text{veya} \quad \text{ppm} = \frac{5,4 \text{ mg}}{0,5 \cdot 10^3 \text{ mg}} \times 10^6 = 10,8 \cdot 10^3$$

Derişim olarak ppm'in $1/10^6$ olduğu görülür.

a. 1000 ppm stok çözeltiden 50 ppm 25 ml çözelti hazırlama

$$50 \text{ ppm} = 50 \text{ mg}/1000 \text{ ml}$$

$$1000 \text{ ml de} \quad 50 \text{ mg ise}$$

$$\frac{25 \text{ ml de}}{x \text{ mg}}$$

$$x = 1,25 \text{ mg olmalı}$$

$$1000 \text{ mg için } 1000 \text{ ml alınırsa}$$

$$\frac{1,25 \text{ mg için}}{x \text{ ml}}$$

$$x = 1,25 \text{ ml alınır.}$$

50 ppm 25 ml çözelti için 1000 ppm'lik stoktan 1,25 ml alınır ve 25 ml' ye tamamlanır.

√ II.Yol (Formül Kullanarak)

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 = 1000. V_1 = 50 \cdot 25 \Rightarrow V_1 = 1,25 \text{ ml bulunur}$$

b. 50 ppm 25 ml çözeltiden 1,2,3,4,5 ppm'lik 50 ml çözelti hazırlama

$$1000 \text{ ml de} \quad 1 \text{ mg ise}$$

$$\frac{50 \text{ ml de}}{x \text{ mg}}$$

$$x = 0,05 \text{ mg}$$

$$50 \text{ mg için } 1000 \text{ ml alınırsa}$$

$$\frac{0,05 \text{ mg için}}{x \text{ ml alınır}}$$

$$x = 1 \text{ ml alınır.}$$

1 ppm lik çözelti için 50 ppm 25 ml çözeltiden 1 ml alınır ve 50 ml' ye tamamlanır.

Aynı şekilde 2,3,4,5 ppm lik çözeltiler içinde 2,3,4,5 ml alınarak 50 ml' ye tamamlanırsa 1,2,3,4,5 ppm 50 ml'lik çözeltiler hazırlanmış olur.

√ II.Yol (Formül Kullanarak)

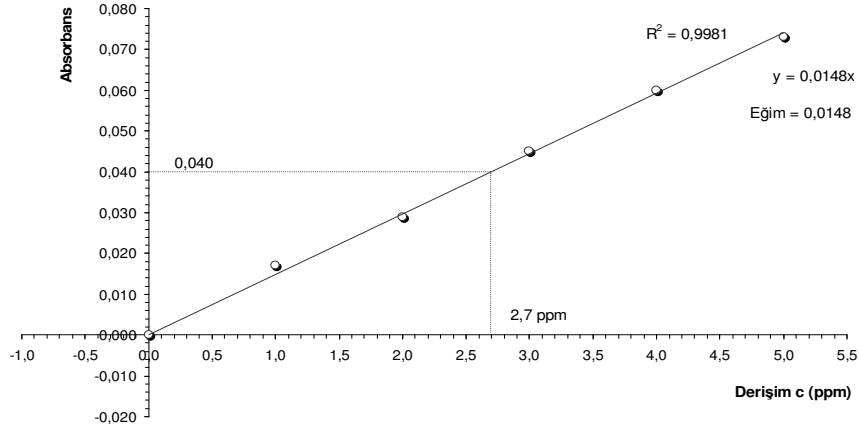
$$C_1V_1 = C_2V_2 = 50. V_1 = 1.50 \Rightarrow V_1 = 1 \text{ ml bulunur.}$$

Hesaplamalar

Kalibrasyon grafiğinden verilen örneğin derişimi 0,040 absorbansa karşı 2,7 ppm olarak bulunmuştur.

SORU: 0,5 gr Cu^{2+} içeren örnek 100 ml'ye tamamlanıyor. 5 ml alınıp 100 ml'ye seyreltiliyor. AAS'de absorbans 0,040 olarak kaydediliyor.

- Örnekteki Cu^{2+} yüzdesini hesaplayınız.
- Örnekteki Cu^{2+} 'nın ppm değerini hesaplayınız.
- Örnekteki Cu^{2+} miktarının $\text{Cu}_3(\text{PO}_4)_2$ cinsinden yüzdesini hesaplayınız.



Kalibrasyon grafiğinden 0,040 absorbans için okunan derişim değeri 2,7 ppm olarak bulunur.

Cu^{2+} yüzdesinin hesaplanması:

$$\text{ppm} = \text{mg} / \text{lt} = \text{mg} / 1000 \text{ ml}$$

$$1000 \text{ ml de } 2,7 \text{ mg ise}$$

$$5 \text{ ml de } 0,27 \text{ mg ise}$$

$$100 \text{ ml de } \underline{\quad x \text{ mg} \quad}$$

$$100 \text{ ml de } \underline{\quad x \text{ mg} \quad}$$

$$x = 0,27 \text{ mg}$$

$$x = 5,4 \text{ mg}$$

$$0,5 \text{ gr örnekte } 5,4 \cdot 10^{-3} \text{ gr } \text{Cu}^{2+} \text{ var ise}$$

$$100 \text{ de } \underline{\quad x \quad}$$

$$x = 1,08 \quad \text{Örnekteki } \text{Cu}^{2+} \text{ yüzdesi } \% 1,08 \text{ olarak bulunur.}$$

Cu^{2+} derişiminin ppm olarak hesaplanması

$$100 \text{ ml de } 5,4 \text{ mg ise}$$

$$1000 \text{ ml de } \underline{\quad x \text{ mg} \quad}$$

$$x = 54 \text{ mg bulunur. Örnekteki } \text{Cu}^{2+} \text{ derişimi } 54 \text{ ppm olarak bulunur.}$$

√ II.Yol (Formül Kullanarak)

$$C_1V_1 = C_2V_2 = 2,7 \cdot 100 = C_2 \cdot 5 \Rightarrow C_2 = 54 \text{ ppm bulunur}$$

Cu²⁺ miktarının Cu₃(PO₄)₂ cinsinden yüzdesinin hesaplanması

Cu = 63,5 gr/mol ise $5,4 \cdot 10^{-3} \text{ gr Cu}^{2+} = 8,5 \cdot 10^{-5} \text{ mol}$ olarak bulunur.

Cu₃(PO₄)₂ = 380,5 gr/mol olduğuna göre

3 mol Cu²⁺ 1 mol Cu₃(PO₄)₂ de olursa

$8,5 \cdot 10^{-5} \text{ mol Cu}^{2+}$ x mol Cu₃(PO₄)₂ de olur

$$x = 2,83 \cdot 10^{-5} \text{ mol Cu}_3(\text{PO}_4)_2 \text{ de olur}$$

$2,83 \cdot 10^{-5} \text{ mol Cu}_3(\text{PO}_4)_2 = 1,078 \cdot 10^{-2} \text{ gr}$ olur.

0,5 gr örnekte $1,078 \cdot 10^{-2} \text{ gr Cu}_3(\text{PO}_4)_2$ varsa

100 de x

$$x = 2,157 \text{ gr olur.}$$

Örnekteki Cu²⁺ miktarı Cu₃(PO₄)₂ cinsinden % **2,157** olarak bulunur.

SONUÇ

AAS de % 1'lik soğurma sinyali veren çözelti konsatrasyonu "duyarlılık" alanındadır. AAS'de analizde yanlışığa neden olan faktörlerin tümü girişim olarak tanımlanır. Bunlar fiziksel, kimyasal ve spektral olmak üzere üç kısımdır.

Kimyasal girişimlerden iyonizasyon girişiminde alev içindeki atomlar ısıtıldıklarında yalnızca dissosiyeye olmakla kalmayıp temel halden uyarılmış hale gelirler ve geriye dönerken emisyon yaparlar. Bu yayılan enerjinin dalga boyu ölçülen enerjinin dalga boyu ile aynıdır. Bu etkiyi spektrokimyasal tamponlarla ve alev temperaturü ile elimine edebiliriz.

Deneyimizde alev temperaturünün iyi ayarlanmış olması, standart çözeltilerimizde matriks etkisine neden olabilecek safsızlık bulunmaması, kalibrasyon değerlerinin iyi çıkmasını ve duyarlı bir ölçüm yapılmasını sağlamıştır. ($R^2 = 0,9981$)

