

DENEY RAPORU

DENEY ADI Kolorimetrik Demir (III) Tayini (10 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 24 Ekim 2003 Cuma

AMAÇ Renkli çözeltilerin ışık geçirgenliğinden faydalanarak verilen örnekteki Fe^{3+} derişiminin bulunması

TEORİK BİLGİ

Kolorimetri

Kolorimetrimin renk eşitse konsantrasyonlar da eşittir ilkesine dayanır.

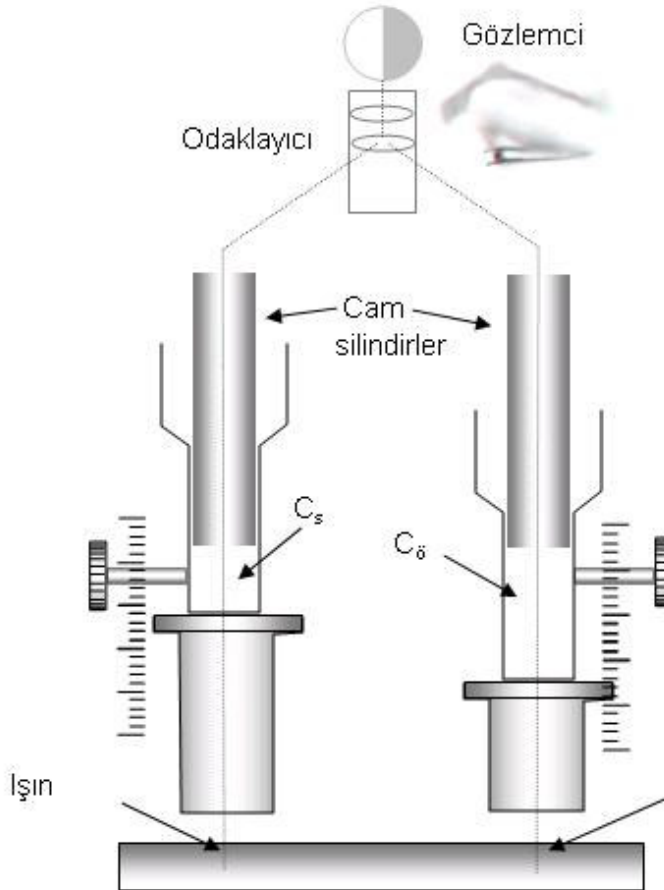
Absorbsiyometrimin uygulamasında kullanılan tekniklerden en basiti olan

kolorimetrik tayin analizlenecek maddenin konsantrasyonu bilinen çözeltilerinin

(standart çözeltiler) konsantrasyonu bilinmeyen(örnek çözeltiler) absorbsiyonunu

eşitleyerek gerçekleştirilir. Her iki çözeltilerin absorbsiyonu eşit olduğunda Lambert –

Beer yasasından faydalanılarak derişim hesaplanır.



A = ε.b.c eşitliğinde ε değerleri aynı

olduğuna göre absorbsiyonlar eşitlendiğinde

$A = b_s.c_s = b_ö.c_ö$ olur.

En çok kullanılan kolorimetre türü Duboscq

kolorimetresidir. Standart ve örnek

çözeltileri koymaya yarayan ml'lik cam

kaplar bağlı buldukları vidalarla düşey

olarak aşağı yukarı oynatılır. Cam silindirler

çözeltiler kalınlığının değişmesine yardımcı

olurlar. Aletin aynası vasıtasıyla gönderilen

ışık önce cam kaplardan, çözeltilerden ve

cam silindirlerden geçerek uygun optik

sistem vasıtasıyla odaklaştırılır. Okülerden

bakıldığında birbirinden ince çizgi ile

ayrılmış iki yarım daire görülür. Her iki

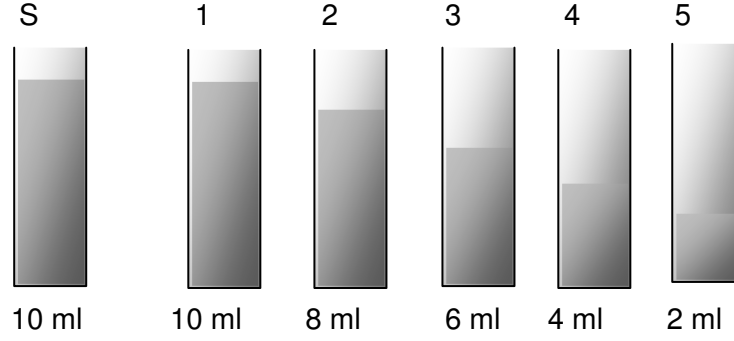
yarım dairenin renk şiddetleri eşit ise

absorbsiyonları da eşitlenmiş olur.

Bu eşitlikten anlaşılacağı gibi metot iki türlü uygulanır. Ya konsantrasyonlar sabit tutularak ışığın geçtiği çözelti kalınlığı değiştirilir, veya kalınlık sabit tutularak çözeltinin konsantrasyonu değiştirilir. Bu işlemler üç türlü yapılır:

1. Standart seri ile karşılaştırma
2. Seyreltme
3. Denkleştirme

1. Standart Seri İle Karşılaştırma



Örnek Standart Çözeltiler (derişimi biliniyor)

5 adet tüpe 10,8,6,4,2 ml konularak 10 ml 'ye tamamlanır.

$b.c = b_x.c_x$. ise $c_x = b.c / b_x$ olur. Kalınlık sabit olduğundan b / b_x oranı sabittir. O halde geriye $c_x = c$ kalır. Standart oynatılarak hangisi ile aynı renkte ise renkleri aynı olanla konsantrasyonların eşit olacağı sonucu çıkarılır. Renk tam uymuyorsa o aralıkta tekrar standart çözelti hazırlanarak ve bu yola devam ederek hassalık sağlanır.

2. Seyreltme Metodu

Her bakımdan birbirinin aynı olan bölmelenmiş tüpten birine bir miktar örnek, diğerine belirli hacimde standart çözelti konulur. Rengi örnek çözeltinin renginden koyu olan standart çözeltinin bulunduğu tübe azar azar saf çözügen ilave edilir. Her çözügen ilavesinden sonra tüp çalkalanır. Bu işleme örnek çözeltinin ve standart çözeltinin renkleri aynı oluncaya kadar devam edilir. Renk karşılaştırması yandan ve yatay bakılarak yapılır. Çünkü bu iki çözeltinin yükseklikleri eşit değildir. Renk şiddeti eşitliği konsantrasyon eşitliği demektir. Standart çözeltinin konsantrasyonu c , ilk hacmi V , seyrelmeden sonraki hacmi V_2 ise, seyrelmeden sonraki konsantrasyon $= c.V / V_2$ olur. Bu da örnek çözeltinin konsantrasyonu c_x 'e eşittir.

3. Denkleştirme

Bu metotta standart ve örnek çözeltilerin absorbanları kalınlıklar değiştirilerek eşitlenir. Absorbans eşitliği sağlandıktan sonra ölçülen kalınlıklar vasıtasıyla örnek çözeltisindeki çözünmüş maddenin konsantrasyonu $c_x = b.c / b_x$ formülü ile hesaplanır.

DENEYİN YAPILIŞI

0,96 mg Fe³⁺ içeren 5 ml çözelti 25 ml'lik balonjojeye konur. Verilen örnek de 25 ml'lik balonjojeye konulur. Standart ve örnek üzerine 5 ml NH₄SCN ve 1,5 ml HCl eklenir. Su ile her ikisi de 25 ml'ye tamamlanır.

Ölçme hücrelerine örnek doldurulur. Standart çözelti verniyeden tamsayı bir değere ayarlanır. Örnek verniyesi de yukarı ve aşağı oynatılarak yarım dairelerdeki rengin aynı olması sağlanır. Renk aynı olduğunda değer kaydedilir.

Hesaplamalar aşağıdaki gibi olur.

Standart	:	3	6	9
Örnek	:	3,8	7,6	12
b _s / b _ö	:	0,776 (ortalaması)		

Fe₂(SO₄)₃(NH₄)₂SO₄.24H₂O kompleksinde 2 mol Fe³⁺ vardır.

1 mol Fe³⁺ 56 g ise

x mol 0,96.10⁻³ g

x = 17,142.10⁻⁶ mol

Standarttaki Fe³⁺ molü = 17,142.10⁻⁶ mol olur.

25 ml de 17,142.10⁻⁶ mol ise

1000 ml de x

x = 6,85.10⁻⁴ mol

Bu değer standartta bulunan Fe³⁺ derişimidir.

C_ö = C_s $\frac{b_s}{b_ö}$ = 6,85.10⁻⁴.0,776 = 5,31.10⁻⁴ M örnekteki Fe³⁺ derişimi bulunur.

1000 ml de 5,31.10⁻⁴ mol Fe³⁺ varsa

25 ml'de X

x = 1,32.10⁻⁵ mol Fe³⁺ vardır.

1,32.10⁻⁵ mol Fe³⁺ = 1,32.10⁻⁵ mol . 56g/mol = 73,92.10⁻⁵ g

= 73,92.10⁻² mg = 0,7392 mg Fe³⁺

17,142.10⁻⁶ mol Fe³⁺ için 5 ml çözelti alındığına göre

1,32.10⁻⁵ mol Fe³⁺ için x ml çözelti alınmıştır.

x = 3,85 ml ≈ 4 ml alınmıştır diyebiliriz.

SONUÇ

Spektroskopinin en basit yöntemi olan kolorimetrede çözeltilerin renk şiddetleri eşit olduğunda konsantrasyonlarının da eşit olacağı gözlemlenmiştir. Ancak göz yanılığından ve standart hazırlamalardaki hatalarla yanılığ %5 civarında olabilmektedir.

