

DENEY RAPORU

DENEY ADI Fotometrik Yöntemle Karışım Tayini (11 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 31 Ekim 2003 Cuma

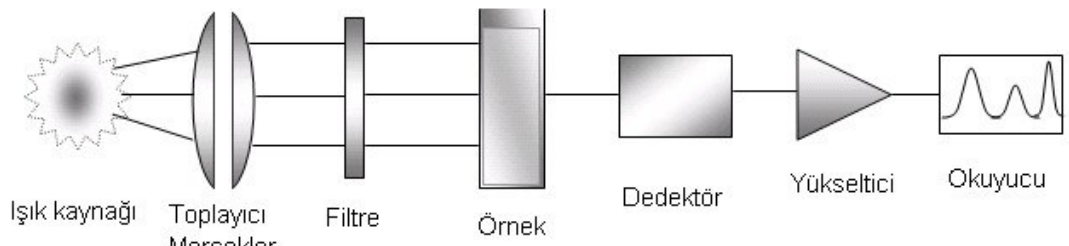
AMAÇ Lambert-Beer yasasından ve absorpsiyonların toplanabilirliğinden faydalanarak fotometrik yöntemle $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ve MnO_4^- karışımında her bir iyonun derişiminin bulunması

TEORİK BİLGİ

Fotometri

Fotometri belirli bir dalga boyunda bir ışık şiddeti ile miktar belirtimi yapmak yöntemidir. İki ana bölümde incelenir.

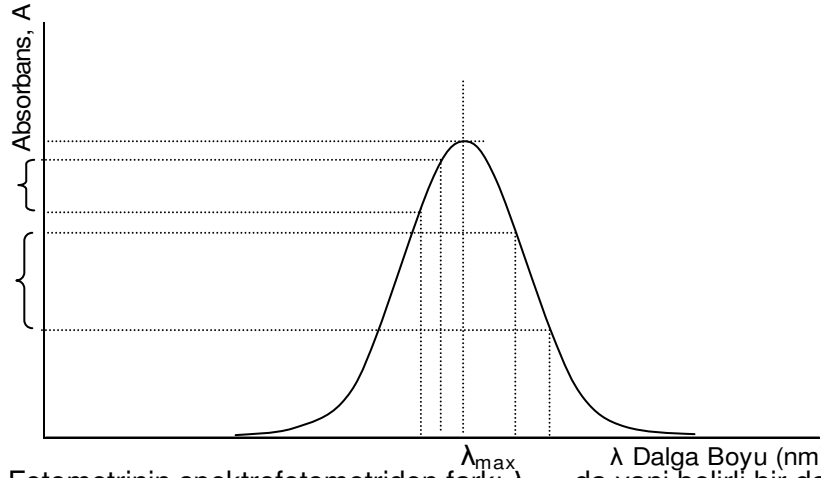
- 1.Emilim (Absorbsiyon) fotometrisi: Renkli maddelerin bir ayıraçla renklendirilen maddelerin ve bazı renksiz maddelerin emdiği ışık şiddetini ölçmekle yapılan miktar belirtme yöntemidir.
- 2.Yayım (Emisyon) fotometrisi :Madde tarafından emilen enerji, karakteristik bir dalga boyunda bir ışın olarak yayınlanırsa, bunun şiddetini ölçmekle yapılan miktar belirtimine yayım fotometrisi denir. Örneğin Alev fotometresi gibi.



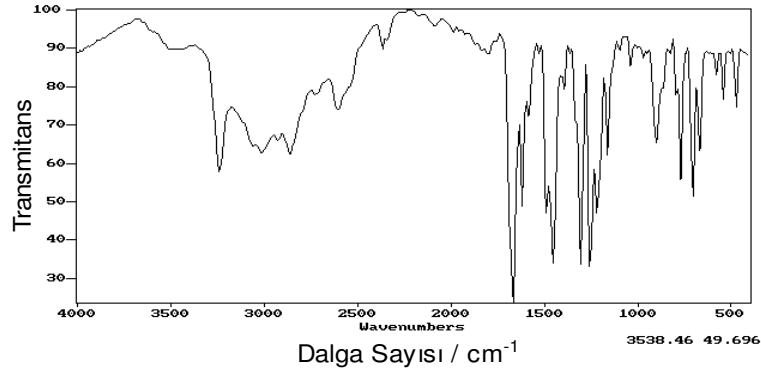
Basit Bir Fotometrenin Elemanları

Absorbsiyon fotometrisinde bir bileşiğin hangi dalga boyunda absorpsiyon yaptığını bulmak için absorpsiyon eğrisini saptamak gerekir. Bunun için sözkonusu bileşiğin değişik dalga boylarındaki uygun aralıklarla absorpsiyonu y eksenine , dalga boyu ise x eksenine işaretlenerek bir eğri elde edilir. Bu eğriye absorpsiyon eğrisi denir. Kantitatif ölçümlerde λ_{max} ölçüm için kullanılır. λ_{max} değerinin dışında bir dalga boyunda çalışılması absorpsiyonun az olmasına yol açar. Aşağıdaki absorpsiyon

eğrisinden de anlaşılacağı gibi $\lambda_{\max}$ değerinde maksimum absorbans elde edileceği görülür. Absorbans eğrisinin sağında veya solunda λ değerlerindeki oynamanın, $\lambda_{\max}$ değeri yakınlarındaki oynamalardan daha çok absorbansa yansıtacağı grafik üzerinde görülmektedir.



Fotometrinin spektrofotometriden farkı $\lambda_{\max}$ da yani belirli bir dalga boyundaki ışık şiddeti ile çalışılmasıdır. Spektrofotometrede ise dalga boyu taraması yapılarak örneğin değişik dalga boylarındaki transmittans değerleri alınır. Aşağıda Benzoik asit için alınmış bir spektrum görülmektedir.



Her bir renkli sıvı, normal ışığı oluşturan ışıklardan bir yada birkaçını absorblar. Öbürlerini de az yada hiç absorblamaz, olduğu gibi geçirir. Buna göre kırmızı bir çözeltiyi ölçmek için fotometride kullanılacak ışık, yeşil bir ışık olmalıdır. (komplementer renkler)

<u>Dalga Boyu</u>	<u>Bölge</u>	<u>Gözle Görünen Renk</u>
<380	UV	Görünmez
380-440	Görünür	Mor
440-500	Görünür	Mavi
500-580	Görünür	Yeşil
580-600	Görünür	Sarı
600-620	Görünür	Turuncu
620-750	Görünür	Kırmızı
750-2000	IR	Görünmez

İnsan gözünün yanıt verdiği ışınsal enerji 400-750 nm arasındaki bölgeyi kapsar. Bu ışınların ölçümleri insan gözüyle değilde spektroskopik yöntemlerle yapıldığında daha hassas sonuçlar elde edilir. Bunun içinde Lambert-Beer yasasından faydalanılır.

Lambert-Beer Yasası

Renkli bir çözeltiye giren ışığın şiddeti I_0 , çözeltilerden çıkan ışığın şiddeti I ise I 'nin I_0 ' oranına geçirgenlik veya transmisyon denir ve "T" ile gösterilir. Transmittans ile absorbans arasında şu ilişki vardır.

$$A = -\log T = \log I_0 / I = \log 100 / \%T$$

$$A = \log 100 - \log \%T$$

$$A = 2 - \log \%T$$

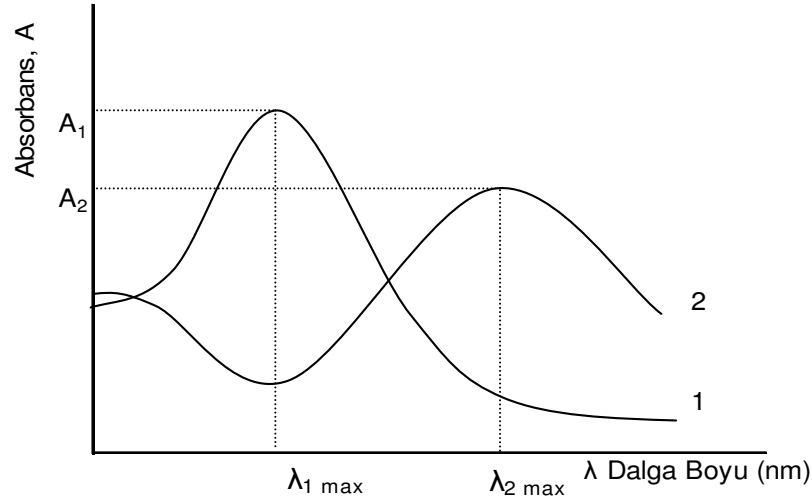
Bir çözeltinin transmittansı ve absorbansı; ışığın geçtiği yolun kalınlığına (küvet kalınlığı), çözeltinin konsantrasyonuna ve her bileşik için sabit olan molar soğurma katsayısına bağlıdır.

$$A = \epsilon \cdot b \cdot c$$

Belli dalga boyundaki absorbansların toplanabilirliğinden faydalanarak iki bilinmeyenli denklem oluşturulmak suretiyle derişim hesaplaması yapılabilir.

$$410 \text{ nm} \quad A_{\text{toplaml}} = A_1 + A_2 = \epsilon_1 \cdot b \cdot c_1 + \epsilon_2 \cdot b \cdot c_2$$

$$524 \text{ nm} \quad A_{\text{toplaml}} = A_1' + A_2' = \epsilon_1' \cdot b \cdot c_1 + \epsilon_2' \cdot b \cdot c_2$$



DENEYİN YAPILIŞI

$10^{-3} \text{ M Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ve $3,6 \cdot 10^{-4} \text{ M MnO}_4^-$ 'ın $0,5 \text{ M H}_2\text{SO}_4$ ile çözeltileri hazırlanır. H_2SO_4 ile fotometrenin 410 nm dalga boyunda kalibrasyonu yapıldıktan sonra her iki çözelti için de absorbanslar alınır.

İkinci ölçümün yapılacağı dalga boyu olan 525 nm de tekrar H_2SO_4 ile kalibrasyon yapıldıktan sonra örneklerin absorbansları alınır.

Bulunan bu absorpsiyonlar derişimi bilinen çözeltilere ait olduđu için ϵ molar soğurma katsayısı hesaplamasında kullanılır.

Derişimi bilinmeyen $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ ve MnO_4^- karışımının her iki dalga boyunda da absorpsiyonları alınır. İki bilinmeyenli denklem oluşturularak derişimleri bulunur.

Alınan absorpsiyonlar;

	410 nm	525 nm
MnO_4^-	0,017	0,595
$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$	0,439	0,030
Karışım	0,182	0,360

410 nm de

MnO_4^- için

$$A_1 = \epsilon_1 \cdot b \cdot c_1$$

$$0,017 = \epsilon_1 \cdot 1.3,6 \cdot 10^{-4}$$

$$\epsilon_1 = 47,22$$

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ için

$$A_2 = \epsilon_2 \cdot b \cdot c_2$$

$$0,439 = \epsilon_2 \cdot 1 \cdot 10^{-3}$$

$$\epsilon_2 = 439$$

525 nm de

MnO_4^- için

$$A_1 = \epsilon'_1 \cdot b \cdot c_1$$

$$0,595 = \epsilon'_1 \cdot 1.3,6 \cdot 10^{-4}$$

$$\epsilon'_1 = 1652$$

$\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ için

$$A_2 = \epsilon'_2 \cdot b \cdot c_2$$

$$0,030 = \epsilon'_2 \cdot 1 \cdot 10^{-3}$$

$$\epsilon'_2 = 30$$

Karışım için hesaplamaya geçsek;

$$410 \text{ nm} \quad A_{\text{toplam}} = A_1 + A_2 = \epsilon_1 \cdot b \cdot c_1 + \epsilon_2 \cdot b \cdot c_2$$

$$525 \text{ nm} \quad A_{\text{toplam}} = A_1' + A_2' = \epsilon_1' \cdot b \cdot c_1 + \epsilon_2' \cdot b \cdot c_2$$

$$0,182 = 47,22 \cdot 1 \cdot c_1 + 439 \cdot 1 \cdot c_2$$

$$0,360 = 1652 \cdot 1 \cdot c_1 + 30 \cdot 1 \cdot c_2 \quad \text{her iki yanını } -14,63 \text{ ile çarpalım}$$

$$0,182 = 47,22 \cdot 1 \cdot c_1 + 439 \cdot 1 \cdot c_2$$

$$-14,63 / 0,360 = 1652 \cdot 1 \cdot c_1 + 30 \cdot 1 \cdot c_2$$

$$0,182 = 47,22 \cdot 1 \cdot c_1 + 439 \cdot 1 \cdot c_2$$

$$-5,2668 = -24168,76 c_1 + -439 c_2$$

$$c_1 = 2 \cdot 10^{-4} \text{ M olarak bulunur. } (\text{MnO}_4^-)$$

Bulunan bu değerini eşitlikte yerine koyarak c_2 değerini buluruz.

$$0,182 = 47,22 \cdot 1 \cdot c_1 + 439 \cdot 1 \cdot c_2$$

$$0,182 = 47,22 \cdot 2 \cdot 10^{-4} + 439 c_2 \quad \text{çözümünden } c_2 = 3,91 \cdot 10^{-4} \approx c_2 = 4 \cdot 10^{-4} \text{ M olur. } (\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-})$$

SONUÇ

	410 nm	525 nm
MnO ₄ ⁻	0,017	0,595
Cr ₂ O ₇ ²⁻	0,439	0,030
Karışım	0,182	0,360

Deneyden elde edilen soğurmalarla bakıldığında 410 nm'de MnO₄⁻ in soğurma katsayısı 0,017 olarak bulunmuştur. Orantılı olarak absorbansı da az çıkacaktır. Bu dalga boyunda Cr₂O₇²⁻ ise soğurma katsayısı ve absorbansı yüksek bulunmuştur. Benzer farklanma 525 nm de de görülmektedir. Burada ise MnO₄⁻ in soğurma katsayısı ve soğurması yüksek iken Cr₂O₇²⁻ in soğurma katsayısı ve soğurması düşük çıkmıştır.

Bu sonuçlardan yola çıkarak her bileşiğin sadece belli λ_{max} değerinde maksimum soğurma yaptığını, diğer dalga boylarında ise az veya hiç soğurma yapmadığını söyleyebiliriz. Bu özellik ise fotometride bileşiklerin birbiri yanında tayinine imkan vermektedir.

Derişim & Absorbans Oranı

Karışımın 410 ve 525 nm de toplam absorbansları bulunduğuna göre, **karışım içindeki bileşiklerin ayrı ayrı absorbansları bulunabilir.**

Çünkü o dalga boylarındaki molar soğurma katsayılarını biliyoruz.

Derişimlerini de bulduk.

Formülde değerleri yerine koyarak

1. ve 2. bileşik için her iki dalga boyundaki absorbansları bulunur.

Bunların toplamının toplam absorbansı verdiği de görülür.

Şimdi karışımındaki bileşiklerin absorbansı ile standart çözeltilerin absorbansını oranlayalım. Bu

oranın karışımındaki bileşiklerin derişimi ile standart çözeltilerin

derişimi arasındaki oranla aynı olduğu görülür.

Derişim arttıkça absorbans artmış.

Yani derişim artması ile absorbans artması orantılı olmuş, Lambert-Beer

yasasından sapılmamıştır.

E Değerleri		
	410 nm	525 nm
1. Bileşik	47,22	1652
2. Bileşik	439	30

Standart Absorbansları		
	410 nm	525 nm
1. Bileşik	0,017	0,595
2. Bileşik	0,439	0,03

Karışımındaki Bileşiklerin Ayrı Ayrı Absorbansları		
	410 nm	525 nm
1. Bileşik	0,010	0,348
2. Bileşik	0,172	0,012
TOPLAM	0,182	0,360

Standart Absorbansı ile Karışımındaki Bileşiklerin Absorbansı Arasındaki Oran		
	410	525
1. Bileşik	0,585530137	0,585282136
2. Bileşik	0,3919043	0,3919043

Standart Derişimleri	
1. Bileşik	0,00036
2. Bileşik	0,001

Karışımındaki bileşiklerin Derişimi	
1. Bileşik	0,000210801
2. Bileşik	0,000391904

Derişim Oranları	
1. Bileşik	0,585557693
2. Bileşik	0,3919043

