

DENEY RAPORU

DENEY ADI Fluorimetrik Alüminyum Tayini (4 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 12 Aralık 2003 Cuma

AMAÇ Floresans şideti ölçümünden yararlanılarak, Alüminyumun Morin ile verdiği kompleksin floresans şiddetinin ölçülmesi ve derişiminin bulunması

TEORİK BİLGİ

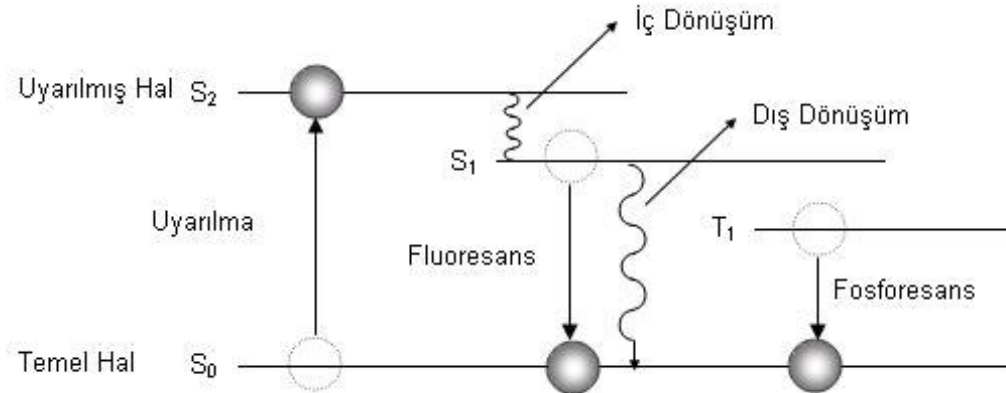
Fluoresans ve Fosforesans

Bazı maddelerin çözeltileri UV vey GB ışınlarla uyarılınca bunları absorbe ederek uyarılmış hale geçerler. Işınlama kesilince uyarılmış halden temel hale dönerken ışın yayımlarlar. Işıma yapan madde tarafından yayımlanan ışın absorblanan ışından daha düşük enerjili olduğundan daha uzun dalga boyuna sahiptir. Işınlama kesildikten sonra maddenin yayımladığı ışın kısa ömürlü ise (10^{-9} - 10^{-8} sn) olay floresans, uzun ömürlü ise (10^{-4} sn $<$) olay fosforesans olur.

Uyarılmalar aşağıdaki gibi olur.

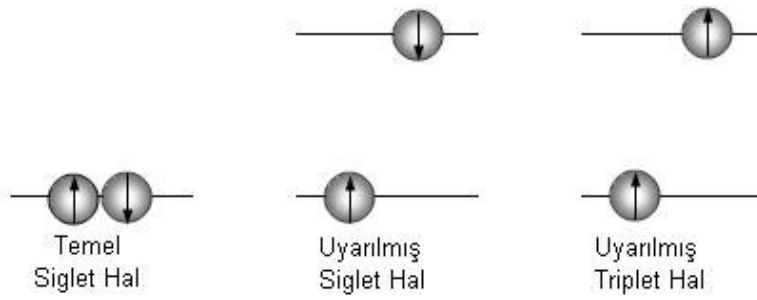
Temel Singlet Hal→Uyarılmış Singlet Hal→Fluoresans

Temel Singlet Hal→Uyarılmış Singlet Hal→Uyarılmış Triplet Hal→Fosforesans



Temel halden uyarılmış triplet hale geçiş yasaklanmış geçiştir.

Fosforesansta ışın yayımlamanın uzun sürmesinin nedeni spin farklılıklarından kaynaklanan diamanyetik ve paramanyetik özelliklerdir.



Fluoresans Şiddetini Etkileyen Etmenler

Molekülsel Yapı: Süstitüe olmamış aromatik bileşiklerde kaynaşık halka sayısı ve kondensasyon derecesi arttıkça fluoresans şiddeti artar. Halojen eklendikçe fluoresans şiddeti halojenin atom numarası ile azalır.

Yapısal esnemezlik(rijidite) molekülde hareket serbestliğini azaltıcı etkiler fluoresans şiddetini arttırır.

Çözgen ve Sıcaklık: Çözgen polaritesi fluoresansı etkiler. Viskozite azalırca çarpışma sayısı ve iç dönüşüm hızı artar, fluoresans şiddeti azalır. Ortamda ağır atom içeren çözünen varsa fluoresans şiddeti azalır.

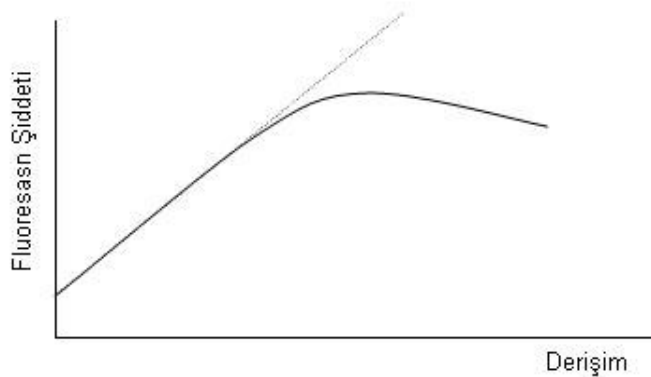
Sıcaklık artınca çarpışma sayısı ve iç dönüşüm hızı artar. Fluoresans şiddeti azalır.

PH Etkisi:PH etkisi ile değişim nedeni asidik yada bazik türlerin rezonans formlarının farklı sayılarda olmasıdır.

Çözünmüş O₂ Etkisi : Fluoresans şiddetini genelde azaltır. Çünkü O₂ ve onun gibi paramanyetik maddeler uyarılmış molekülün singlet halden triplet hale geçişini kolaylaştırır. Bazen de analit O₂ ile yükseltgenip fluoresans şiddeti azalabilir.

Derişim Etkisi:

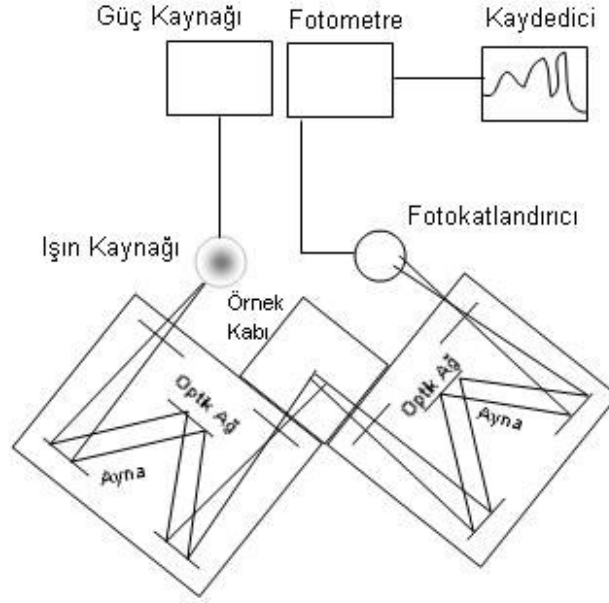
$F = k(I_0 - I)$ eşitliğinde; I_0 →Uyarıcı ışın, I →geçen ışın, k →kuantum verimi ve F →yayımlanan ışın şiddeti olmak üzere Lambert-Beer yasasındaki $I = I_0 e^{-\epsilon bc}$ değeri yerine konulup düzenlenirse $F = k \cdot 2,303 \cdot \epsilon bc$ eşitliği elde edilir. Sabitlere K dersek Eşitlik $F = KC$ halini alır ve fluoresans şiddetinin derişime bağıllığı ortaya çıkar.



Fluoresans Şiddeti & Derişim eğrisinin doğrusallıktan sapma nedeni “özsoğurma” ve “özsöndürme” olaylarıdır.

Özsoğurma: Molekülün yayımladığı fluoresans ışın dedektöre ulaşınca kadaryol alırken diğer moleküllerle karşılaşır ve enerjisinin bir kısmı bu moleküllerce soğrulur. Yüksek derişimde karşılaşılacak molekül sayısı çok olacağı için fluoresans şiddeti düşer. Bu özsoğurma olarak adlandırılır.

Özsöndürme: Uyarılmış moleküller birbiriyle ve çözen molekülleri ile etkileşerek enerjilerini ışımsız olarak diğer moleküllere aktarırlar.Dış dönüşüm gerçekleşir. Derişim arttıkça etkileşim artacağı için fluoresans şiddeti azalır.



Spektrofluorometrenin Temel Komponentleri

Fluoresans ölçüm cihazlarında diğer spektrofotometrik yöntemlerden farklı olarak iki monokromotör bulunur. Birinci monokromotör uyarımı yapacak ışının geçmesini sağlar. İkinci monokromotör ise uyarılan ışına 90° açıda bulunur.Örnekten yayımlanan ışın tüm doğrultulardadır. En doğru ışın ise uyarılan ışına dik doğrultuda olmalıdır.Diğer ışınlar çözelti ve kap duvarlarından saçılan ışındır. İkinci monokromötör bunu izole eder.

DENEYİN

YAPILIŞI

1000 ppm lik Al^{3+} stok çözeltisinden 10 ppm 25 ml ara stok hazırlanır.Hazırlanan bu 10 ppm'lik stoktan 25 ml'lik balon jojelere 0; 0,15; 0,3; 0,45; 0,6 ml ilave edilir. Standartların ve örneğin üzerine 0,5 ml Morin, 14 ml etanol ve 5 ml tampon çözelti eklenir. 30 dk bekletildikten sonra 465 nm de ölçüm alınır. Sonuçlar ;

Standart Hacmi (ml)	Standart Derişimi (ppm)	Fluoresans Şiddeti	F.Şiddeti Düzeltilmiş
0	0	18	0
0,15	0,06	43	25
0,3	0,12	54	36
0,45	0,18	77	59
0,6	0,24	101	83

Yüzdeye geçerse; $(0,83 \text{ mg} / 500\text{mg}) \times 100 = \% 0,166 \text{ Al}^{3+}$

0,5 gr örnekte % 0,166 Al^{3+} vardır

0,5 gr = 0,0005 kg örnekte 0,83 mg Al^{3+} var ise

1 kg x mg

X = 1660 ppm olur.

0,5 gr örnekte 1660 ppm Al^{3+} vardır

$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ cinsinden bulacak olursak; $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 342 \text{ gr/mol}$

342 gr/mol $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ de 54 gr Al^{3+} var ise

x gr $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ de 0,83 mg = $0,83 \cdot 10^{-3}$ gr Al^{3+} vardır.

x = 0,005257 gr $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ bulunur.

Bu; 0,5 gr örnekte 0,005257 gr $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ var demektir.

Yüzdeye geçerse; $(0,005257 / 0,5) \times 100 = \% 1,05$

0,5 gr örnekte % 1,05 $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ vardır

Al_2O_3 cinsinden bulacak olursak; $\text{Al}_2\text{O}_3 = 102 \text{ gr/mol}$

102 gr/mol Al_2O_3 de 54 gr Al^{3+} varsa

x gr Al_2O_3 de 0,83 mg = $0,83 \cdot 10^{-3}$ gr Al^{3+} vardır.

x = 0,001568 gr Al_2O_3 bulunur.

Bu; 0,5 gr örnekte 0,001568 Al_2O_3 var demektir.

Yüzdeye geçerse; $(0,001568 / 0,5) \times 100 = \% 3,13$

0,5 gr örnekte % 3,13 Al_2O_3 vardır

SONUÇ

Fluoresans özelliği olmayan Aluminyumun Morin ile oluşturduğu kompleksin fluoresans şiddeti ölçülerek derişim hesaplanmıştır.

Spektrofluorometrenin seçimliliğın yüksektir. Her bileşik için bir uyarma diğeri yayım olmak üzere iki spektrum verir.

Aynı dalga boyundaki ışını soğuran iki molekülden yalnız biri (veya ikisi de) fluoresans özellikte ise fluorometre yardımı ile saptanabilir.

Ancak Fluorimetrik analizlerde de bazı girişimler olabilmektedir. Saçılmalar girişim nedenlerinden biridir. Hem çözücüler hem de katılar saçılıma neden olabilir.

Saçılımların oluşturduğu en önemli sorun spektrofluorometrenin duyarlılığının azalmasıdır ki bu da fluoresans yardımı ile saptanabilecek en ufak miktarı da sınırlar. Saçılımlar aşağıdaki koşullarda önemli sorun olabilirler;

1-Fluoresansı saptanacak maddenin çözültisi bulanık ise

2-Uyaran ve yayımlanan ışınların dalga boyları biri birine yakın ise

3- Spektrofluorometre çok yüksek bir duyarlılıkta çalıştırılıyorsa

