

DENEY RAPORU

DENEY ADI Türbidimetrik Sülfat Tayini (7 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 09 Ocak 2004 Cuma

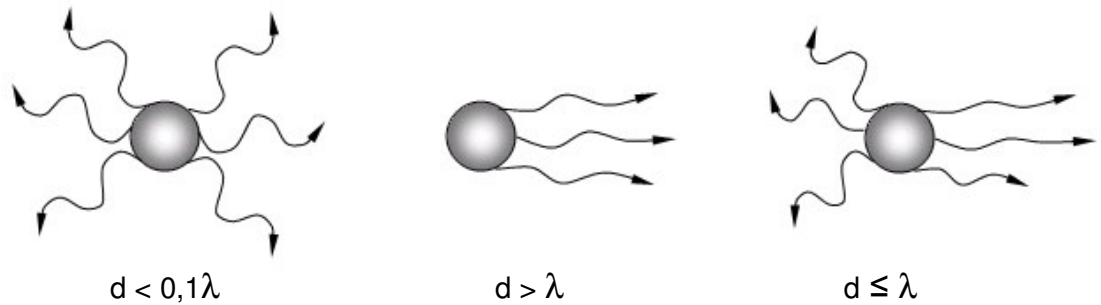
AMAÇ Doğal sudaki sülfat miktarının türbidimetrik metotla tayin edilmesi

TEORİK BİLGİ

Işığın Saçılması ve Türbidimetri

Türbidimetrinin tanımı için öncelikle ışığın saçılması açıklanmalıdır.

Işığın saçılması çözelti içinde bir partikülün ışık ile etkileşiminden oluşan fiziksel bir olaydır. Bir elektromanyetik ışın bir partikül üzerine düştüğünde partikülün elektronları bir yönde kuvvete maruz kalır ve çekirdek kısmı da zıt yönde bir kuvvete maruz kalır. Partikül etrafındaki elektronlar, gelen ışığın elektrik alanı ile senkronize olacak şekilde osilasyon gösterirler, partikül üzerinde bir dipol oluşur. Bu dipolun şiddeti gelen ışığın elektrik alanının kuvveti ile orantılıdır. Bu oluşan dipol devamlı osilasyon halindedir ve gelen ışık ile aynı dalga boyunda ve her yönlerde ışımaya yapar. Osilasyon halindeki bu dipolden yayınlanan radyasyon "saçılan ışık" adını alır.



$d < 0,1\lambda$ Partikül büyüklüğü (d partikül çapı) λ dalga boyundan çok az ise ışık partikül etrafında simetrik olarak saçılır. (Rayleigh)

$d > \lambda$ Partikül çapı ışığın dalga boyundan büyük ise ışık en fazla öne doğru saçılır.

$d \leq \lambda$ Partikül çapı ışığın dalga boyuna eşit veya küçük ise ışığın büyük kısmı öne doğru saçılır. (Rayleigh-Debye)

Bu olay partikül büyüklüğü, dalgaboyu, observasyon uzaklığı, gelen ışığın polarizasyonu, partiküllerin konsantrasyonu ve partiküllerin molekül ağırlığı gibi faktörlerle yakından ilgilidir.

Bir ışık süspansiyon halindeki bir partiküle çarptığında dört tür sonuca uğrar:

1. Bir kısmı yansır
2. Bir kısmı saçılır
3. Bir kısmı absorbe olur
4. Bir kısmı geçirilir.

Işığın saçılmasından dolayı azalan transmisyon (artan absorpsiyon $A = -\log T$) ölçülmesine “**türbidimetri**” denir

Türbidite absorpsiyometriye, nefelometri ise fluorimetriye benzetilebilir.

Bir partikül çözeltisi, türbiditesine (bulanıklığına) bağlı olarak giren ışının şiddetini azaltır. Bu ışık şiddetinin azalmasının nedeni, ışığın saçılması, yansması ve de absorpsiyonudur. Absorpsiyon spektroskopisine paralel olarak türbidite aşağıdaki gibi ifade edilebilir.

$$I = I_0 e^{-EbC} \text{ 'ye benzer şekilde } I = I_0 e^{-tbC} \text{ ve saçılan ışın şiddeti } I_s = (I_0 - I)$$

Saçılan Işın Şiddeti = Giren Işın Şiddeti - Çıkan Işın Şiddeti

$$I_0 - I_0 e^{-tbC} = I_0 (1 - e^{-tbC}) \text{ eşitliği açılırsa;}$$

$$I_s = 2,303 I_0 \left(tbc - \frac{(tbC)^2}{2!} + \frac{(tbC)^3}{3!} - \dots + \frac{(tbC)^n}{n!} \right) \text{ seyreltik süspansiyonlarda}$$

$tbc < 0,05$ olursa; $I_s = 2,303 tbc = KC$ olur.

Saçılmaya reaktif katım hızı, örnek derişimi, karıştırma hızı, bekletme süresi, sıcaklık, pH ve iyon şiddeti gibi etmenler etki eder.

Türbidimetrik ölçümlerde beyaz ışık kullanılır. Çözeltiler renkli ise o zaman ortamın en az soğurma yaptığı dalga boyu bölgesi seçilmelidir.

DENEYİN

YAPILIŞI

1000 ppm stok SO_4^{2-} çözeltisinden 50 ml 50 ppm ara stok hazırlanır. Bundan sırayla 0 : 3,0 : 7,0 : 12,0 : 18,0 ml 25'lik balon jojelere alınır. Standartların ve örneğin üzerine taşıyıcı çözeltiden 5 ml ve 1M'lık HCl çözeltisinden 2 ml eklenir. Taşıyıcı çözelti eklenmesinin nedeni çökelmelerin önlenmesidir.

Örnek için ise standartlara yapılan katımların hepsi yapıldıktan sonra analizi yapılacak örnek olan çeşme suyu ile 25 ml'ye tamamlanır.

Ölçümü yapılacak çözeltilere 0,15 g $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ekleyip 3 dk karıştırılır ve 3.dakikada ölçümü alınır. $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ ölçüm yapılacağında katılır ve hepsine aynı anda katılmaz.

Ölçülen saçılan ışık şiddeti değerleri ile derişim veya standart hacmi arasında çizilen grafikten örnekteki SO_4^{2-} derişimi bulunur.

Yapılan ölçüm sonuçları aşağıdaki gibi olur.

Standart Hacmi (ml)	0	3	7	12	18	Örnek
Standart Derişimi (ppm)	0	6	14	24	36	
Saçılan Işık Şiddeti	1,8	26,7	111	212	347	41
Saçılan Işık Şiddeti (Düzeltilmiş)	0	24,9	109,2	210,2	345,2	39,2

Grafikler EK'tedir.

Saçılan Işık Şiddeti & Standart Derişimi grafiğinde **25 ml** örneğin 39,2'lik saçılan ışık şiddeti için okunan derişim değeri **5,98 ppm** olarak bulunmuştur.

25ml – (5 +2 ml) = 18 ml alınan örnek hacmidir. 18 ml örnek için sonuç;

5,98ppm . 25 ml = x ppm . 18 ml ise **x = 8,3 ppm SO₄²⁻** vardır.

Saçılan Işık Şiddeti & Standart Hacmi grafiğinde 25 ml örneğin 39,2'lik saçılan ışık şiddeti için okunan hacim değeri 2,99 ml olarak bulunmuştur.

Grafikte bulunan değer örnekte bulunan standart hacmine benzer bir değerdir. Bunu derişime çevirirsek; 2,99ml . 50ppm = 18ml . x ppm = 8,3 ppm olur.

Veya grafiğin denklem değerleri olan $y = 19,704x - 19,735$ değerlerini aşağıdaki formülde yerine konulursa üstteki derişim değerinin aynı bulunur.

$$C_{\text{ö}} = \left(\frac{y - b}{m} \right) \left(\frac{C_s}{V_{\text{ö}}} \right) = \left(\frac{39,2 - (-19,735)}{19,704} \right) \left(\frac{50}{18} \right) = 8,3\text{ppm}$$

SONUÇ

İŞIK ŞİDDETİ & STANDART DERİŞİMİ GRAFİĞİ

Grafikte de görülebileceği gibi örnek miktarının çok alınmasına rağmen saçılan ışık şiddeti az ölçülmüştür. Yani örnekte saçılma az olmaktadır ki gelen ışınların büyük kısmı geçmekte ve **transmisyon fazla** olmaktadır.

Türbidimetricde gelen ışığın

transmisyonunun fazla olduğu yani % 100' e yaklaştığı durumlarda türbidite farkı az olacağı için duyarlı ölçüm yapılamaz. Transmisyonun % 100 yaklaştığı durumlarda türbidimetric yöntemi seçmek anlamsız olacaktır. Böyle durumlarda saçılan ışının şiddetinin ölçüldüğü **nefelometriyi tercih etmek** daha avantajlı olacaktır.

Ayrıca bu deney için standart derişimlerini 40 ppm düzeylerinde değilde suyun sülfat derişimine yakın 8,3 ppm aralıklarında küçük değerler alsaydık, örneği daha az alabilirdik. Böylece girişim yanlıgıları önlenir doğruluk da yüksek olurdu.

