

DENEY RAPORU

DENEY ADI Spektrofotometrik Fosfat Tayini (8 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 16 Ocak 2004 Cuma

AMAÇ Fosfat Örneklerinin Molibden Mavisi Yöntemi İle Tayini

TEORİK BİLGİ

Spektrofotometri

Spektrofotometri renkli maddelerin, bir ayraçla renklendirilen maddelerin ve bazı renksiz maddelerin soğurduğu ışık şiddetini ölçerek yapılan bir analiz yöntemidir. Spektrofotometrelerde dalga boyu değiştirilerek dalga boyuna karşı absorbands veya transmitans ölçümü alınır.

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 absorbands arasında şu ilişki vardır.

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

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

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

$$A = \log(I_0/I)$$

Absorbans; giren ışın şiddetinin çıkan ışığın şiddetine oranının logaritmasıdır.

Yasa $A = \epsilon bc$ şeklinde ifade edilir. ϵ , Molar soğurma katsayısı, b örnek kalınlığı ve c ise derişimi ifade eder.

Bir çözeltinin transmitansı ve absorbandsı; ışığın geçtiği yolun kalınlığına (küvet kalınlığı), çözeltinin konsatrasyonuna ve her bileşik için sabit olan molar soğurma katsayısına bağlıdır.

Lambert-Beer Yasasından Sapmalar

Derişim Etkisi: 10^{-2} M dan daha derişik çözeltilerde sapma olur. Nedeni artan tanecik sayısı nedeniyle taneciklerin etkileşimleri artar ve molar soğurma katsayısını değiştirirler. Ortamdaki soğurum yapmayan türler fazla ise de sapma olur. Kırılma indisi derişimle artar. Ancak bu düzeltilebilir. 10^{-2} M dan daha derişik çözeltilerde kırılma indisi önemsizdir.

Kimyasal Sebepler: Soğurma yapan türün derişimi kimyasal reaksiyonlar sonucu deęiřiyorsa absorbands da deęiřir. Ortamdaki asitler ve çözen önemli etkidir.

Cihazdan Kaynaklanan Sebepler: Etkin bant genişlięi ebg geniş olan cihazlarda seçimlilik az olacaktır. Çünkü dalga boyu aralıęı biraz fazla olacağı için soğurma yapan başka türlerde ölçölmüş olur. Cihazın parçalarından kaynaklanan saçılmalar ve yansımalar dedektöre ulaşırsa yanlış deęerler elde edilir.

Spektrofotometrik Analizler

Nitel Analizler: Geniş uygulama alanları, yüksek duyarlılık, seçimlilik ve tekrarlanabilirlięin iyi olması , uygulanabilirlik ve hızlılıęın iyi olması gibi nedenlerle tercih edilirler.

Nicel Analizlerde: Uygun dalga boyu seçilmeli. Ortamın pH deęeri iyi ayarlanmalı. Farklı iki türün molar soğurma katsayılarının aynı olduęu dalga boyu (izobestik nokta) ve her iki türün dengede olduęu pH seçilir.

Ayrıca reaktif derişimi ve sıcaklıkta önemlidir.

Nicel analizler; tek standartla, kalibrasyon eğrisi ile ve standart katma metodu ile yapılabilir. Kalibrasyon grafięinde absorbands ile derişim arasında grafik çizilir.

Örneęin absorbası grafik denkleminde y deęeri yerine konularak derişim (x deęeri) bulunur. Veya örneęin absorbandsının eğriyi kestięi yerden x eksenin dikme indirilerekte aynı şekilde örneęin derişimi bulunabilir.

Standart katma metodunda, çizilen kalibrasyon eğrisinin denklem deęerleri ile standart derişimi, örnek hacmi aşıęıdaki formölde yerine konularak örnek derişimi bulunabilir. (a = eğrinin y eksenini kestięi nokta, b = eğrinin eğimi)

$$C_o = \left(\frac{a}{b}\right) \left(\frac{C_s}{V_o}\right)$$

DENEYİN

YAPILIşı

25 ml'lik balon jojelere 0,2-0,4-0,6-0,8 ml 25 ppm'lik standart fosfor çözeltisinden ilave edilir. 20 ml'ye seyreltildikten sonra 1 ml standart SnCl₂ çözeltisi eklenerek 25 ml'ye tamamlanır. (Aşırı klorür varlıęında mavi renk girişim yapar)

Kör için 1,5 ml amonyumheptamolibdat çözeltisi ve 1 ml standart SnCl₂ çözeltisi 25 ml'ye saf su ile tamamlanır.

Standart ve örnek 15 dk bekledikten sonra 660 nm'de soğurumları okunur.

Oluşturulan kalibrasyon grafięi ile derişimi bilinmeyen örneęin derişimi bulunur.