

DENEY RAPORU

DENEY ADI IR Spektrofotometresi ile Analiz (9 No'lu deney)

DENEY TARİHİ 17 Ekim 2003 Cuma

AMAÇ IR spektroskopisi'nin çalışma esası, katı ve sıvılarda analiz yöntemleri.

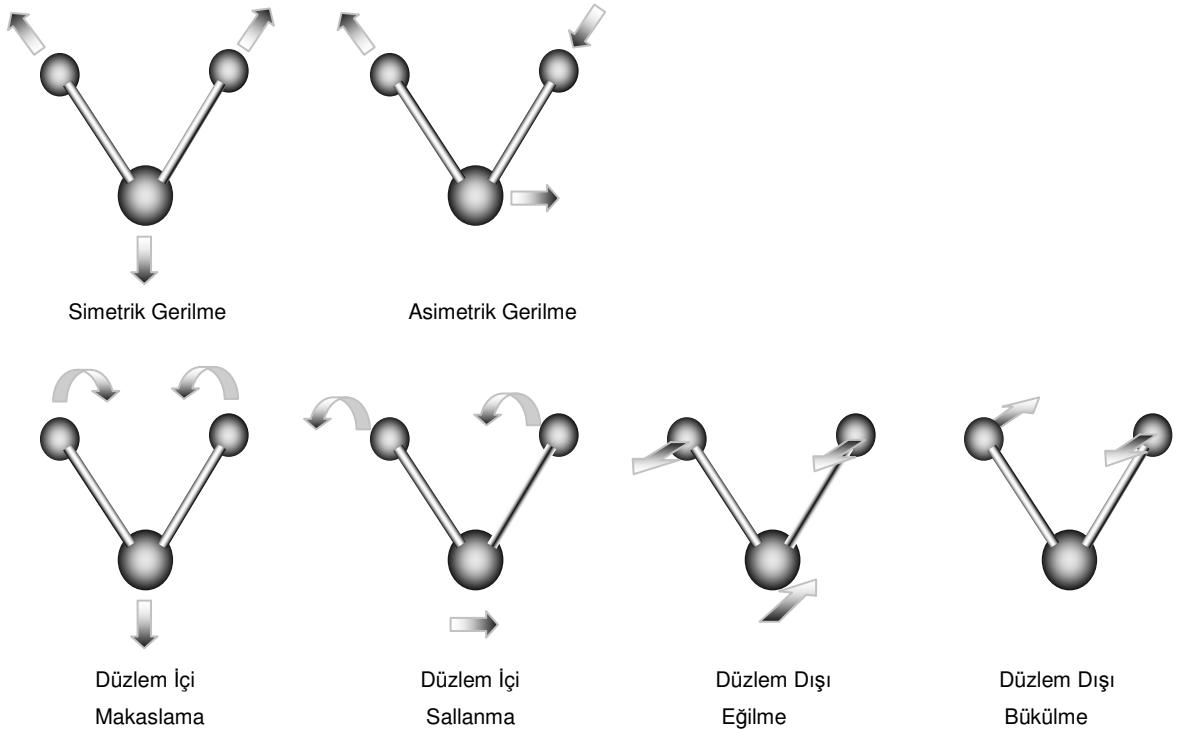
TEORİK BİLGİ

Spektroskopi

$E = h \cdot \nu$ eşitliği ışığın enerjisi ile frekansı arasındaki ilişkiyi verir. Işığın frekansı ile enerjisi arasında doğrudan bir ilişki vardır ve frekans arttıkça enerji artar. Bu ikisi arasındaki oran sabiti h Plank sabiti olarak bilinir. $E = h \cdot c / \lambda$ ve $\nu = c / \lambda$

Moleküller çeşitli enerji düzeylerinde bulunabilirler. Örneğin herhangi bir moleküldeki bağlar gerilebilir, bükülebilir, dönebilir ve elektronlar bir orbitalden diğerine geçebilir. Bağlar sadece belirli bir frekanslarda gerilebilir bükülebilir ya da dönebilir ve elektronlar belirli enerji düzeyleri arasında geçiş yapabilir. IR spektrofotometresinde ışınlar moleküllerin titreşim ve dönme hareketi nedeniyle soğrulurlar.

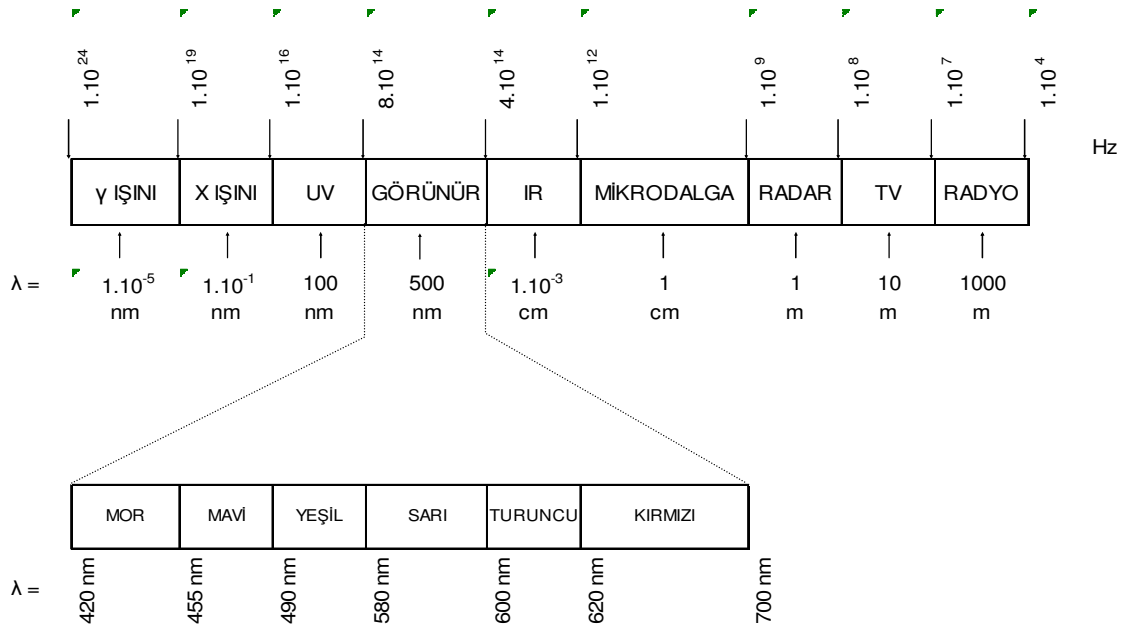
Moleküllerde Eğilme ve Bükülme Hareketleri;



E_1 enerji düzeyine sahip bir molekül üzerine ışın gönderildiğinde ışın molekülden geçerek dedektöre ulaşır. Eğer ışın molekül tarafından soğurulmazsa kaynak tarafından yayılan ışın miktarı dedektöre ulaşan ışının miktarına eşit olacaktır. Spektrum, dedektöre tarafından algılanan ve zaman içinde değişen ışın miktarının(enerji miktarının) grafiğe geçirilmesidir. Her geçiş türü farklı miktarda enerji gerektiren bir olaydır. Aşağıda spektroskop tipleri ve enerji, frekans, dalgaboyu değerleri verilmiştir.

Spektroskopi Tipi	Işın Kaynağı	Frekans ν (hertz)	Dalgaboyu λ (metre)	Enerji (kcal/mol)	Geçiş Tipi
NMR	Radyo Dalgaları	60-600.10 ⁶ (Değişken)	5-0,5	6-60.10 ⁻⁶	Çekirdek Spini
IR	IR Işını	0,2-1,2.10 ¹⁴	15,0-2,5.10 ⁻⁶	2-12	Molekül Titreşimleri
Görünür Bölge UV Spektroskopisi	Görünür ya da UV Işın	0,375-1,5.10 ¹⁵	8,2.10 ⁻⁷	37-150	Elektronik Haller

Elektromanyetik Işınlara Sınıflandırılması



IR de Örnek İncelenmesi

Herhangi bir bileşiğin IR spektrumu gaz, katı, sıvı ya da çözelti halinde ölçülebilir. Numune kuru olmalıdır. Aksi takdirde su 2,7 μ civarında absorpsiyon yapar. Bu pikler ya incelenen numunenin piklerini örtebilir ve de sıklıkla yanlış değerlendirmelere yol açabilir.

Katı bir numunenin incelenmesi için numune presle tablet haline getirilir. 1 mg numune 100-200 mg alkali halojen ile karıştırılır. Genelde KBr kullanılır ve bu karışım ince ince dövülür. Karışım nemin uzaklaşması için kurutulur ve yüksek T'de basınç altında tutulur. Bu şekilde 1 cm çapında 1 mm kalınlığında bir disk yapılır. KBr 2,5-15 μ arası absorpsiyon yapmaz. KBr yerine Nujol(yüksek kaynama noktalı petrol fraksiyonu) ile yoğrularak ince macun şeklinde NaCl kristalleri arasına sürülür. En iyi sonuçlar susuz çözeltilerin spektrumlarını almakla elde edilir.

Sıvılar doğrudan doğruya veya çözeltileri şeklinde uygulanabilir. Doğrudan doğruya alınacak örnek 0,005-0,01 mm kalınlık oluşturacak şekilde iki NaCl kristalleri arasına konur.Çözeltiler ise 0,1-1mm kalınlık oluşturacak şekilde NaCl kristalleri arasına konur. IR spektrumu için kullanılacak çözeltiler CCl_4 , $CHCl_3$ ve CS_2 gibi IR de az absorpsiyon yapan çözücülerdir.

IR Spektroskopisi Uygulama Alanları

1.Yapı Bulunması

IR spektrumu pek çok grup için karakteristik pikler verir. Böylece spektrumönu aldığımız maddede hangi karakteristik grupların olduğunu anlamamız, dolayısıyla maddenin yapısını anlamamız kolay olur. Ayrıca molekül yapısının değişmesi ile karakteristik grup piklerinin yerlerinin kayması da bizim için önemlidir.

2.Kalitatif Analiz

Toplam IR spektrumu her bir madde için karakteristiktir. Binlerce maddenin IR spektrumları alınara kataloglar hazırlanmıştır. Bunlarla elde edilen Spektrum karşılaştırılarak maddenin tanımı yapılabilir.

3.Hidrojen Bağının Bulunması

Karakteristik grup pikleri eğer molekülde hidrojen bağı varsa daha yüksek dalga boylarına kayar. Örneğin O-H grubu normalde $3600/3650\text{ cm}^{-1}$ de absorpsiyon yaptığı halde hidrojen bağı olduğunda bu absorpsiyon $3500-3600\text{ cm}^{-1}$ 'e kayar. Bu dda molekülde hidrojen bağının belirtilmesi için önemli bir özelliktir.

4.Atomlar Arası Bağ Uzunluklarının ve Açılarının Bulunması

IR spektroskopisinde titreşim hareketlerinin frekansı kuvvet sabitleri ile orantılıdır. Kuvvet sabitlerinde de bağ uzunluklarını ve bağlar arasındaki açılarını hesaplamak mümkündür.

5.Saflik Kontrolü ve Endüstride Kullanılması

Maddede safsızlık bulunması halinde elde edeceğimiz spektrum saf madde spektrumundan farklı olacaktır. Bazı piklerin sivriliği kaybolacak veya bazı yeni pikler gözlenecektir. Endüstride görülen safsızlıklar genelde reaksiyona girmemiş maddeler ile istenmeyen yan ürünlerdir.

6.Kalitatif Analiz

a.Lambert – Beer Kanununa Göre

b.Kalibrasyon Eğrisi İle: Bu yöntem diğerine göre daha duyarlı olsa da vakit alıcıdır. Önce konsantrasyonu alınacak maddenin birçok farklı konsantrasyonda çözeltileri hazırlanır ve bu maddenin karakteristik bir frekansta her bir konsantrasyon için gözlenen absorpsiyon konsantrasyona karşı grafiğe geçirilir. Konsantrasyonu bilinmeyen bir çözeltinin aynı koşullarda gösterdiği absorpsiyonun grafikteki karşılığı bize bu maddenin konsantrasyonunu verir.

DENEYİN

YAPILIŞI

Örnekten 2 mg tartılır. 200 mg KBr ile agat havanda dövülür. Nem çekmemesine dikkat edilir. Örnek preste sıkıştırılmak üzere diskler arasına 1mm kalınlıkta dengeli olarak yayılır. Oluşturulan tablet cihaza yerleştirilerek spektrumu alınır.

SONUÇ

Literatürlerde çeşitli bağlara ait dönme veya titreşim değerleri aşağıdaki gibidir.

C – C bağı 1340-1465 cm^{-1}

C = O bağı 1640-1780 cm^{-1}

C = C bağı 1620-1680 cm^{-1}

Hidrojen bağı 3200-3570 cm^{-1}

Monosüstitüe Benzen Halkası 770-900 cm^{-1}

Buna göre elde edilen pikler ve ait olduğu bağlar aşağıdaki gibi yorumlanabilir.

1.Pik 475-600 cm^{-1}

2.Pik 675-650 cm^{-1}

3.Pik 775-900 cm^{-1}

Benzen halkasına ait

4.Pik 1150-1300 cm^{-1}

C – C bağına ait

5.Pik 1450-1500 cm^{-1}

C = C bağına ait

6.Pik 1575-1675 cm^{-1}

C = O bağına ait

7.Pik 3200-3300 cm^{-1}

Hidrojen bağına ait piklerdir.

IR spektroskopisinde, bilinen bir örneğin, değişik derişimlerde gösterdiği absorpsiyon miktarı ile derişimi grafiğe geçirilerek, derişimi bilinmeyen örneğin yaptığı absorpsiyona karşılık grafikten derişimi hesaplanabiliyordu. Yaptığımız deneyde örnekten tek bir tartımın spektrumu alındığından ve derişimi bilinen bir referans madde kullanılmadığı için derişim hesaplaması yapamayız.

