

ENSTRUMENTAL ANALİZ
REFRAKTOMETRİ
POLARİMETRİ
DİFRAKTOMETRİ
NEFELİMETRİ
TÜRBİDİMETRİ

KIRILMA: Işığın saydam bir ortamdan başka bir saydam ortama geçerken ışınların bir kısmı yansiyarak geldiği ortama dönerken bir kısmı da ikinci ortama doğrultusu ve hızı değişerek geçer. Işığın ikinci ortama geçerken doğrultu **değiştirmesine ışının kırılması** denir. Kırılma indisi gerçekte kimyasal değil, fiziksel bir olaydır. Suyun içinden geçen ışınlar belli bir açıyla kırılırlar ve cisim sanki farklı yerdeymiş gibi görünür.

Işığın kırılması yalnızca suyun değil, tüm saydam sıvıların bir özelliğidir.

Işının ortam ile etkileşimi kırılma indisi ile ölçülür.

Bir maddenin kırılma indisi, o maddede yol alan ışının, boşlukta yol alan ışığa göre ne kadar yavaş ilerlediğini gösteren bir katsayıdır. Genellikle “ n ” sembolü ile gösterilir. Kırılma indisi saydam maddelerin ayırt edici bir özelliğidir.

Bazı maddelerin kırılma indisi;

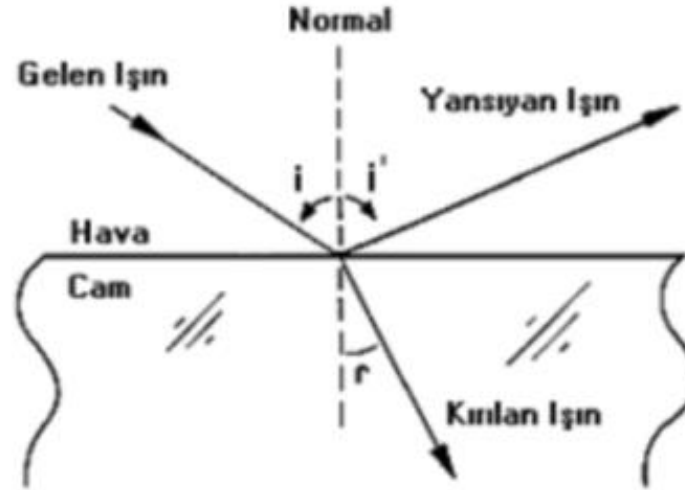
Hava: 1,00;

Su: 1,33;

Elmas: 2,42;

Kırılma Kanunları

- Gelen ışın, normal ve kırılan ışın aynı düzlemdedir.



Kırılma kanunları

- Gelme açısının sinüsünün, kırılma açısının sinüsüne oranı her zaman sabittir. Bu sabit, ikinci ortamın birinci ortama göre kırılma indisine eşittir. Şekildeki açılara göre,

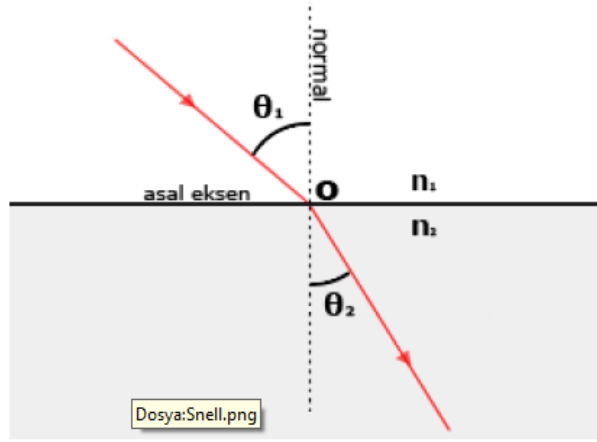
Kırılma indisi,

$$n_i = \frac{c}{v_i} \quad \text{şeklinde ifade edilir.}$$

n_i : Kırılma indisi

c : Işının boşluktaki hızı

v_i : Işının saydam ortamdaki hızı



$$\frac{\sin \theta_1}{\sin \theta_2} = \frac{v_1}{v_2} = \frac{n_2}{n_1}$$

şeklinde ifade edilir. Bu bağıntıya Snell bağıntısı denir. Bu bağıntıda;

n_1 : Yoğunluğu az olan ortamın kırılma indisi

n_2 : Yoğunluğu çok olan ortamın kırılma indisi

v_1 : Işığın yoğunluğu az olan ortamdaki hızı

v_2 : Işığın yoğunluğu çok olan ortamdaki hızını ifade eder.

Işık, yoğunluğu az ortamdan yoğunluğu fazla olan ortama girdiğinde hem daha fazla açıyla kırılır hem de hızı azalır.

Saydam bir ortamın kırılma indisinin başka bir saydam ortama göre kırılma indisine bağlı kırılma indisi denir. Örneğin, suyun cama göre kırılma indisi $n_{\text{su}}/n_{\text{cam}}$ 'dır.

Saydam bir ortamın boşluğa göre kırılma indisine mutlak kırılma indisi denir. Bir ortamın mutlak kırılma indisi bulunurken ışığın boşluktaki hızının o ortam içerisindeki hızına oranı alınır.

Işık, yoğunluğu az ortamdan yoğunluğu fazla olan ortama girdiğinde hem daha fazla açıyla kırılır hem de hızı azalır.

Saydam bir ortamın kırılma indisinin başka bir saydam ortama göre kırılma indisine bağlı kırılma indisi denir. Örneğin, suyun cama göre kırılma indisi $n_{\text{su}}/n_{\text{cam}}$ 'dır.

Saydam bir ortamın boşluğa göre kırılma indisine mutlak kırılma indisi denir. Bir ortamın mutlak kırılma indisi bulunurken ışığın boşluktaki hızının o ortam içerisindeki hızına oranı alınır.

Bir maddenin kırılma indisi aşağıdakilere bağlıdır;

- ☐ Işının dalga boyuna
- ☐ Sıcaklığa
- ☐ Derişime

Sıkıştırılabilen maddelerin kırılma indisleri basınca bağlı olarak da değişebilir.

Dalga boyunun kırılma indisinden dolayı, ışının dalga boyu belirtilmelidir.

Kırılma indisi değerleri, maddelerin belirgin özelliklerinden biri olarak tanımlanmıştır.

Kırılma indisinin ölçülmesine dayanan **refraktometri** yönteminde, maddelerin kırılma indisi değerleri, maddenin nitel analizinde, saflık derecesinin belirlenmesinde ve karışımların nicel analizinde kullanılmaktadır.

Kırılma indisi ölçümü yapan düzeneğe **refraktometre** adı verilir.

Refraktometreler,

Sıvı malzemelerin içindeki katı madde miktarını ve kırılma indislerini ölçmeye yarar. Refraktometre ile ölçümlerde saflığından emin olunan maddenin kırılma indisi ölçülür ve bulunan değer literatür verileriyle karşılaştırılır.

Yani bilinmeyen bir maddenin diğer fiziksel özellikleriyle, kırılma indisi bir araya gelince maddeyi teşhis etmek daha kolay olur.

Refraktometrik metotlar (kırılma indisi ölçümü), yağ, meyve suyu gibi gıda ürünlerinin analizinde, şeker sanayisinde, eczacılık alanında, kimya sanayinde oldukça önemlidir.

Refraktometrik metotlar, kolaylık ve doğruluk açısından çoğunlukla kullanılan fiziksel metotlardan biridir.

Refraktometre cihazının yapısında prizmalar vardır. Gönderilen ışın, örnekten geçerek prizmaya değişik açılarla gelir. Gelen açı kritik açıdan küçükse aydınlık bölge oluşur. Gelen açı kritik açıdan büyükse karanlık bölge oluşur. Karanlık ve aydınlık bölgenin sınırı kritik açıya karşılık gelir.

Çeşitleri

Refraktif index, katı madde miktarı, kırılma indisi, şeker miktarı ve brix(suda çözünen kuru madde miktarı) aralıklarını ölçmek amacıyla çeşitli refraktometreler vardır.

- ☐ Abbe refraktometre
- ☐ İmmersiyonlu refraktometre
- ☐ Pulfrich refraktometre

olmak üzere üç çeşit refraktometre bilinmektedir. Bunlardan en çok kullanılanı,

Abbe refraktometresidir. Ölçüm, tabii ışık kullanılarak ve birkaç damla sıvı ile yapılabilir.

İmmersiyonlu refraktometrede 10-15 ml sıvı gerekir. **Pulfrich refraktometresi** ise monokromatik ışın ile çalışır.

Abbe Refraktometresi

Kırılma indisi tayininde kullanılan aletlerden birisi de Abbe refraktometresidir. Abbe refraktometresinde iki prizmanın arasına kırılma indisi tayin edilecek madde sıvı film olarak yerleştirilir. Prizmalara gönderilen ışık ile kritik açıdan daha küçük açı ile gelen ışınların oluşturduğu aydınlık bölge ve kritik açıdan daha büyük açıyla gelen ışınların oluşturduğu karanlık bölge görülebilir.

Abbe refraktometresi, ayırım sınırı yarım gölge olan ve aynı okülerden ölçüm değerinin de görüldüğü masaüstü yapısında bir cihazdır. Prizma haznesi cihaz gövdesinden yüksek bir seviyededir ve çelik plakalarla kaplıdır. Sebebi; cihazın uzun kullanım ömürlü olmasıdır. Ayrıca ölçü ayırım sınırını belirleyen prizmanın, ayar düğmesi de cihazda mevcuttur. Genellikle cihaz kırılma indisi **1,3 ile 1,7 aralığında** olan maddelerin kırılma indislerini ölçmektedir.

Abbe refraktometresi aşağıdaki bölümlerden oluşur;

- ☐ Prizma haznesi
- ☐ Termometre haznesi
- ☐ Oküler
- ☐ Vidalar (makro ve mikro vidalar)

Abbe refraktometresi ile ölçüm yapabilmek için aşağıdaki işlem basamakları takip edilir;

□ **Önce cihaz gün ışığına yönlendirilir** (ya da ışık kaynağına bağlanır). Cihazın aynasını sağa sola çevirerek okülerden bakan göze ışığın en fazla gelmesi sağlanmalıdır.

□ **Prizmaların temiz olup olmadığı kontrol edilir.** Temiz değilse alkolle ıslatılmış, yumuşak bir bezle temizlenir ve kurulanır. Bunun için cihazın orta kısmındaki kilitleme düğmesi açılır ve prizmalar birbirinden ayrılıp, temizlenip tekrar eski hâline getirilir.

□ **Termometresi yerine takılır.** Sabit bir sıcaklık elde etmek için prizmaların etrafında sıcaklığı sabit olan su dolaştırılır (20 °C). Bazı refraktometrelerde termostat vardır. Bu durumda termostat 20 °C'ye ayarlanır.

□ **Saf su ile “0” ayarı yapılır.** Bunun için; Önce birkaç dakika prizmaların etrafında su dolaştırılarak prizmaların sıcaklığı 20 °C'ye getirilmesi sağlanır.

□ Sonra alttaki prizmaya birkaç damla saf su damlatılır.

Alttaki prizmaya su damlatılınca üsteki prizma özel düğmesi ile suyu sıçratmayacak şekilde yavaşça kapatılır. Kırılma indisinin 20 °C’de 1,3330 olup olmadığı kontrol edilir. Değilse cihazın gösterge çizelgesi yaklaşık 1.33 kırılma indisine ayarlanır.

□ Ayarlama öncelikle, okülerden bakıldığında gösterge çizelgesinin üzerinde ayrı olarak görülen görüş alanındaki karanlık ve aydınlık alanların birbirinden net olarak ayrılmasını sağlamak, sonra da karanlık ve aydınlık alanları eşitlemek gerekir. Bu işlem bunları birbirinden ayıran çizgiyi, çapraz çizgilerin kesiştiği nokta ile çakıştırarak yapılır. Netleştirme işlemi cihazın sağ yanında bulunan prizmaya kumanda eden küçük vida ile çakıştırma ise örneğin konulduğu prizma ile birlikte gösterge çizelgesini de hareket ettiren büyük vida ile yapılır. Gerekirse oküler sağa sola döndürülerek göze göre ayarlanır.

□ Saf su ile ayarlama yapılırken netleştirme işleminden sonra büyük vida ile sıcaklık 20 °C'de iken gösterge çizelgesinin üst bölümünde kırılma indisi rakamlarında 1.333 değerine ait taksimat çizgisi, gösterge çizelgesi görüş alanının ortasında skalayı dik kesen sabit çizgi ile üst üste getirilir. 20 °C'nin dışındaki sıcaklıklarda yapılan ayarlamalarda sıcaklığa karşı gelen kırılma indisi ile sabit çizgi çakıştığında % kuru madde 0 (sıfır)dan farklı değer gösterebilir. Eğer örneğin kırılma indisi okunacaksa önemli olan belli sıcaklıkta saf suyun kırılma indisini ayarlamaktır. % kuru madde miktarı okunacaksa saf su ile % 0 kuru maddeye ayarlama yapılmalıdır.

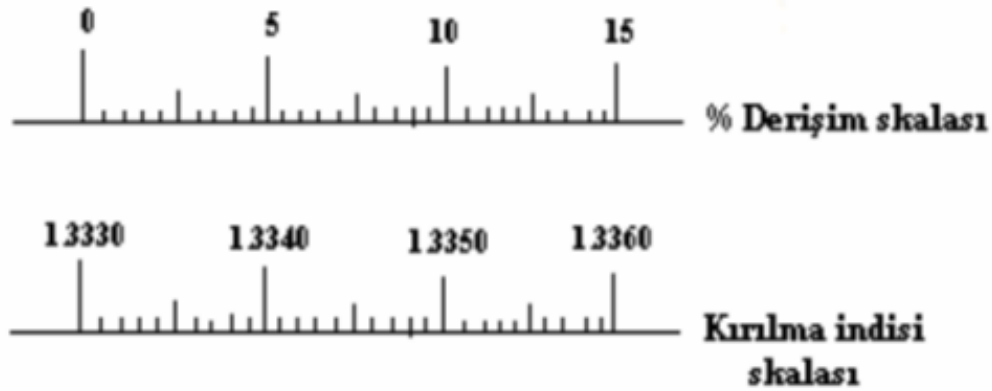
□ Bu durumda karanlık ve aydınlık sahayı ayıran net çizgi çapraz çizgilerin kesiştiği noktadan geçiyorsa cihaz ayarlanmış demektir. Aksi hâlde skalanın ayarı değiştirilmeden aletin sağ yanında ve en üstte bulunan üzeri kertikli kapak açılarak, altındaki vida tornavida ile döndürülerek çakıştırma yapılır. Böylece refraktometre ayarlanmış olur. Bu vida karanlık ve aydınlık sahaların oranlarını değiştirdiği hâlde skalayı hareket ettirmez.

Refraktometredeki gösterge çizelgesindeki üstteki skaladan ağırlıkça % derişim (kuru madde), alttaki skaladan da kırılma indisi okunur.

- Numune ile ölçüm yapılması için;
- Homojen hâle getirilmiş örnek çözeltiden birkaç damla pipet ile refraktometrenin prizmasına damlatılır ve hemen üstteki prizma yavaşça kapatılır.
- Okülerden bakılarak netleştirme işlemi yapılır. Okülerden bakıldığında yuvarlak olarak görülen görüş alanında karanlık alanın yukarıda kaldığı görülür.
- Çakışma yapmak için en alttaki büyük vida döndürülünce gösterge çizelgesi sola doğru hareket eder. Karanlık ve aydınlık sahalar tam eşitlendiğinde sabit çizginin çıktığı % kuru madde ve kırılma indisi değeri okunur.



Okuma yaparken karanlık ve aydınlık sahanın netleştirilmesi ve \checkmark akıştırılması



Refraktometredeki skalalar

Okunan % kuru madde değerine ve kırılma indisi değerine gerekli ise sıcaklık ve diğer faktörlerden gelen düzeltmeler uygulanarak gerçek değer bulunur.

□ **Okuma işlemi bitince prizma saf su ile temizlenir.** Yumuşak bir bez

parçası ya da tülbentle kurulama işlemi yapılır. Prizmalar arasına çizilmelerini önlemek amacıyla, yumuşak bir kâğıt parçası konur.

Suda çözünmeyen bileşiklerle çalışılmış ise prizmaları alkol ya da benzen ile temizlemek gerekir.

□ Farklı dalga boylu ışıpta ölçülen kırılma indisleri, birbirinden çok farklı olmayan maddelerin kırılma indisleri ölçülürken karanlık ve aydınlık sahaların birbirinden tam ve kesin olarak ayrılmasını sağlamak zordur.

Bu durumlarda aydınlık saha ile karanlık saha arasında ve karanlık sahaya doğru koyulaşan mavi bir bant görülür. Bu durumda aydınlık sahanın bittiği hat çizgilerin kesiştiği noktalara çakıştırılarak okuma yapılır.

Abbe refraktometresinin kullanıldığı alanlar:

- ☐ Gıda sanayi
- ☐ Kimya sanayi
- ☐ Farmasötik sanayi (Farmasötik: İlaçla ilgili bilim dalı)
- ☐ Petrol sanayi
- ☐ Yağ sanayi
- ☐ Araştırma laboratuvarları

Abbe refraktometresi bir laboratuvarda bulunması gereken önemli cihazlardan birisidir. Öteki cihazlarla çalışıldığında uzun zaman alacak bazı analizler bu cihazla çok kısa zamanda ve daha yüksek doğrulukla yapılabilir. Bakımının iyi yapılması hâlinde cihaz, laboratuvarda kullanılan diğer cihazlara göre genelde daha ucuz ve daha uzun ömürlüdür.

El Refraktometresi

El refraktometresi yüksek ve düşük vizkoziteye sahip akışkanların refraktif indexlerinin tayini için kullanılan bir cihazdır.

El tipi refraktometreler küçük hacimli, hafif olması nedeniyle, meyve suyu, süt, salça, reçel gibi çeşitli gıda endüstrilerinde, bahçede, tarlada veya işletmenin herhangi bir yerinde rahatlıkla kullanılmaktadır.

El refraktometresi asıl olarak meyve ve sebze fabrika sahalarında proses hattında hızlı ve anlık ölçümlerde kullanılır

El refraktometresi ile ölçüm yaparken:

- Refraktometreyi, eğik prizmanın bulunduğu taraf ışığa bakacak şekilde gövdesinden tutarak elinize alınız.
- Kapak kapalı konumda iken cihaz okülerini gözünüze konumlandırıp oküler üzerindeki ayar halkasını çevirerek refraktometre içindeki ölçü tablosunu net görene kadar sağa sola çeviriniz.

Sıfır ayarını yaparken:

- Önce prizma kapağını açarak eğik prizma yüzeyine 1-2 damla distile su damlatıp kapağı yavaşça kapatınız (Prizma yüzeyi ile kapak arasında ince bir su tabakası kalacaktır.) .
- Ölçü tablosunun 0 (sıfır) çizgisi civarında görülen koyu-açık renkli ayırım görüntüsünü; eğer değilse; ölçü tablosu sıfır çizgisi ile tam çakıştırmak üzere, kalibrasyon düğmesini çevirerek koyu-açık ayırımın ölçü tablosunun sıfır çizgisi ile tam çakışmasını sağlayınız.

Kalibrasyon sıvısı ile ölçüm sıvısının sıcaklıklarının aynı olması gerekir. Büyük sıcaklık farkı olması durumunda sıfır noktası ayarı 30 dk. kadar bekledikten sonra yapılmalıdır.

□ Kullanım sonrası cihaz asla su ile yıkanmamalıdır. Su ile ancak silerek temizlenebilir.

□ Optik kısımlar sert malzemelerle silmemelidir. Yumuşak bir bez parçası ile ya da tülbent ile temizlenebilir. Aksi takdirde bu şartlara uyulmadan kullanılan cihazların garantisi sona ermiş olur.

Kalibrasyonu

Kalibrasyon, ölçülen büyüklüğün gerçek değeri ile onu ölçen aletin verdiği netice arasında bağıntı kurma işlemidir. Kalibrasyon, ölçümler dizisidir. Doğruluğu bilinen bir ölçüm standardını ve sistemini kullanarak diğer test ve ölçü aletlerinin doğruluğunun ölçülmesi, sapmaların belirlenmesi ve raporlanması işlemidir.

Kalibrasyon sırasında öncelikle ortam şartları sağlanmalıdır. Laboratuvar ortam sıcaklığı $20,0 \pm 0,5$ °C, nem % 80'den az olmalı ve mekanik titreşimler olmamalıdır.

Kalibrasyon sırasında kullanılacak malzemeler:

- ☐ Alkol
- ☐ Pipet
- ☐ α -bromnaftalin
- ☐ Saf su
- ☐ Pamuk
- ☐ Referans (cam prizma veya sakkaroz çözeltileri)

Işığın Dağılması

Dispersiyon

Kırılmanın dalga boyu ile değişimine dağılma adı verilir. Dispersiyon nedeniyle kırılma indisleri, kullanılan dalga boyu belirtilerek verilir: kırılma indisinin 20 °C sıcaklıkta, sodyum D hatları kullanılarak ölçülen kırılma indisi:

Difraktometre

Katı bir kristal örneğinden X-Işını kırınımı için kullanılan bir cihazdır.

Bilinmeyen bir malzemeyi tanımlamak için veya bilinen malzemenin atomik boyutlardaki yapısını tayin etmek için kullanılır.

Element analizi yapar.

Bu elementlerin nasıl bir araya geldiğiyle ilgili bilgi vermez.

Bileşik analizi yapar.

Bileşikteki elementlerin yapısıyla ilgili bilgi vermez.

Işımanın polarizasyonu:

Tabii ışık doğrudan doğruya bir kaynaktan gelen (mesela Güneş veya bir alev) her yönde ve her düzlemde yayılan bir titreşim olayıdır. Düzlemsel polarize ışık ise yayılma yönüne dik olan tek bir düzlemde titreşen ışıktır.

Işık dalgası, genellikle her düzlemde ilerleyen dalgaların karışımıdır. Tek bir düzlemde ilerleyen ışık dalgasına düzlemsel polarize ışık denir. Bir çok düzlemde ve tek düzlemde ilerleyen ışık dalgasının karşıdan görünümü:

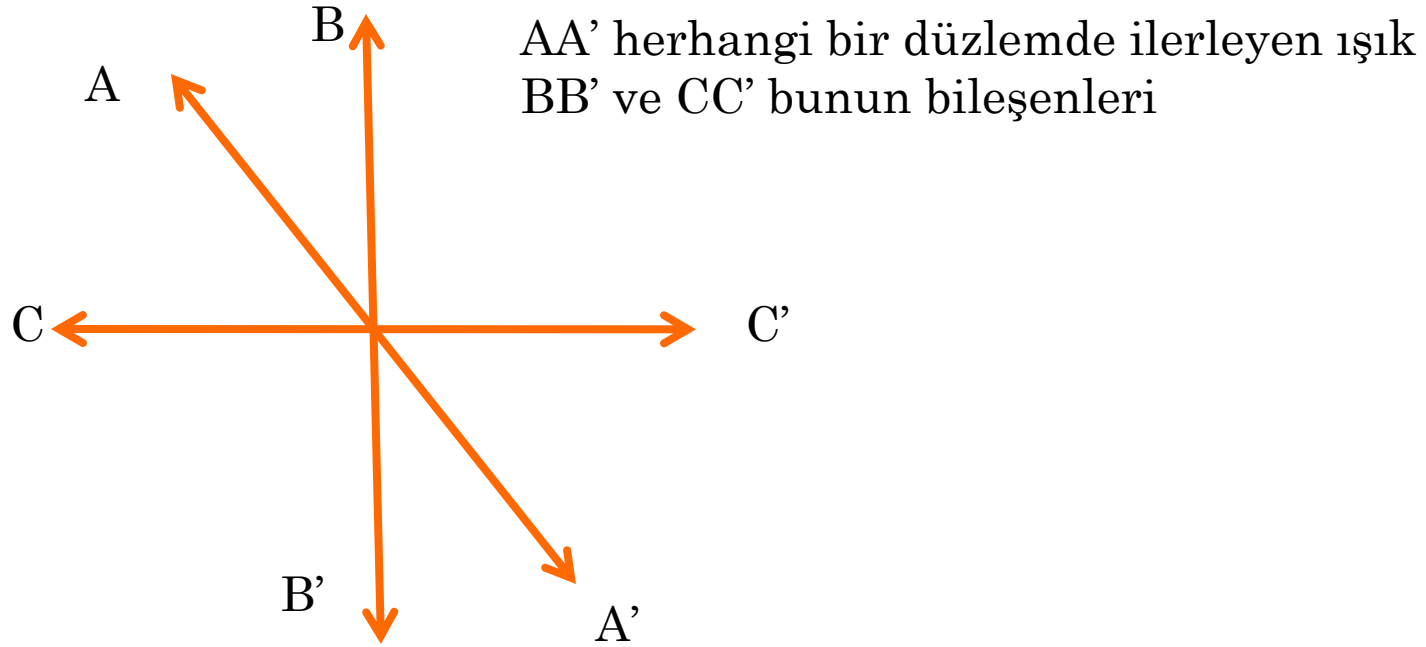


Bir ışık dalgası yayılırken, elektriksel titreşimler bir düzlem içinde kalıyorsa bu ışık dalgasına **düzlemsel polarize ışık**, ışık titreşimlerinin bir düzlem içinde olmasının sağlanmasına da **polarizasyon** denir.

Düzlem polarize ışık bir düzlemde titreştiği için genelde polarizasyon düzlemi yerine titreşim düzlemi terimi kullanılır. Titreşim düzlemi yayılma yönünü (ışın) ve elektrik vektörün salınım ya da titreşimlerini kapsayan düzlemdir. Düzlem polarize ışık çoğunlukla şu yollardan biriyle elde edilir:

- Çift kırıcı kristaller aracılığıyla,
- Bazı kristallerdeki farklı soğurma (absorbsiyon) ile,
- Yansıma ve kırılma yoluyla.

Herhangi bir düzlemde ilerleyen ışık dalgası incelenirse bunun iki bileşene ayrıldığı, bunların birbirine dik bileşenler olduğu görülür. Bir başka deyişle, bir düzlemdeki ışık dalgası birbirine dik iki bileşenin bileşkesi olarak düşünülebilir:



- Düzlemsel polarize ışık ile **asimetrik ve ışığı absorplamayan maddeler** etkileştiği zaman, polarize ışığın düzlemi sağa (+) veya sola (-) açı değiştirir.

Polarize ışık düzlemini çeviren maddelere optikçe aktif maddeler denir. Simetri düzlemi olmayan ya da simetri merkezi olmayan maddeler optikçe aktif olabilir. Buna örnek olarak asimetrik karbon atomu içeren molekülleri gösterebiliriz. Aynı tipte iki simetrik karbon atomu içeren moleküller ise optikçe aktif değildir. Optikçe aktif maddelerin polarize ışığı sağa çeviren izomerine dekstro, sola çeviren izomerine de levo denir.

Sapma yönünü ve açısını bulmaya yarayan aygıtlara **polarimetre** denir.

POLARİZE GÜNEŞ GÖZLÜKLERİ

Güneş ışığı yatay bir yüzeyden yansıdığında çoğu kez son derece rahatsız edici bir parlama meydana gelir. Bu tür parlamalara uzun süre bakmanın bazı göz rahatsızlıklarına özellikle katarakta yol açtığı da saptanmıştır.

Örneğin; denizciler durgun deniz yüzeyinden yansıyan yatay polarizasyondan etkilenmektedirler. Polarize güneş gözlüğünün aksı bu yansımaya dik olarak yerleştirilirse sadece dikey titreşimler geçerek, yatay yansımalar ise güneş gözlüğü tarafından absorbe edilecektir. Şoförler ve kaynakçılar da polarize gözlüklerden yararlanmaktadırlar.

Tüm güneş gözlükleri parlamaları belli oranda azaltır. Ancak sadece yüksek kaliteli polarizasyon filtresi sayesinde seçici geçirgenliği sonucu parlamaları engelleyip ışığın göze ulaşmasını sağlar. Polarize filtre, sadece bir düzlem yönündeki ışık dalgasının geçmesine izin verir. Eğer iki polarize filtre birbirine dik açılı olacak şekilde çakıştırılırsa ışık geçirmeyecektir. Gerek içeride, gerekse dışarıda parlak ışığa maruz kalan birçok kişi optik açıdan uygun güneş lensleri kullanarak rahat etmektedir.

Işımanın saçılması:

Fotonun örnekteki parçacıklara çarparak yön değiştirmesine saçılma adı verilir.

-Görünür bölge ışıması kullanıldığında, **kolloidal** ve bulanık çözeltilerde gözlenen saçılma, **Tyndall** saçılmasıdır.

Parçacık çaplarının, ışımının dalga boyuna eşit veya daha büyük olduğu durumlarda olur ve saçılma gözle görülür.

-Çözünmüş moleküller veya çok atomlu iyonlardan saçılması **Rayleigh** saçılmasıdır. Parçacık çaplarının, ışımının dalga boyundan daha küçük olduğu durumlarda

-Parçacıklarla etkileşen ışığın, ışığı saçan moleküllerin titreşim enerji düzeylerine göre dalga boyunun

değiştirdiği saçılma türü **Raman** saçılmasıdır. Rayleigh gibi parçacık çaplarının, ışımının dalga boyundan daha küçük olduğu durumlarda ancak şiddeti düşük.

Tyndall saçılmasına;pencereden giren ışınların toz taneciklerinin görünmesine neden olması örnek verilebilir.

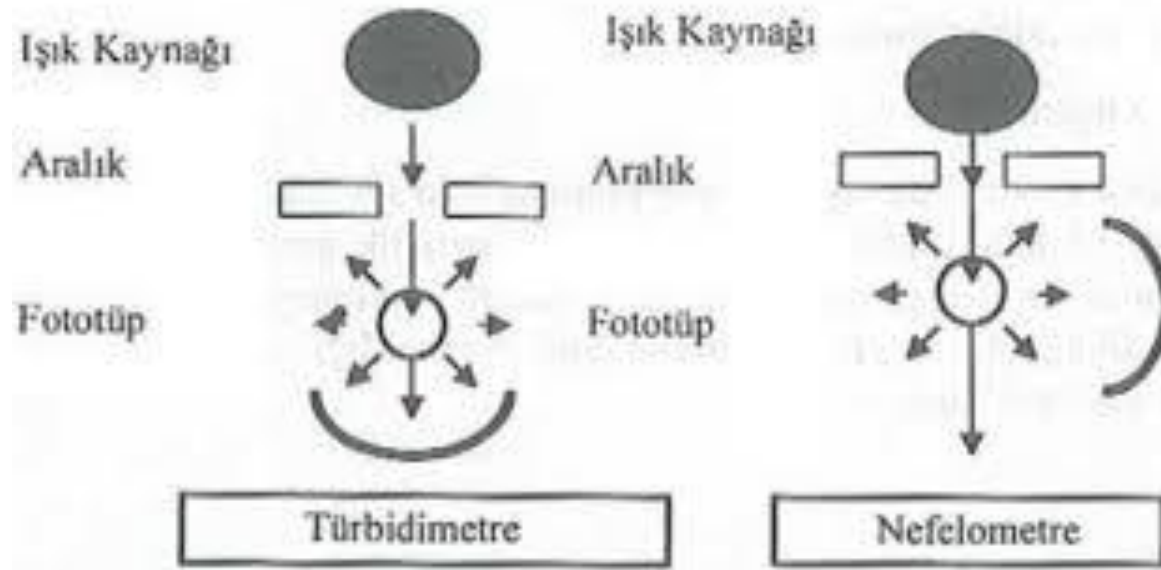
Gündüz gökyüzünün mavi görünmesi Raleigh saçılmasına örnek verilebilir.(Küçük dalga boylu mavi ışın atmosferde diğer ışınlara göre daha büyük şiddette olacağından gökyüzü mavi görünür.)

RAYLEIGH SAÇILMASI

- Çapları gelen ışık boyundan çok daha küçük olan tanecilerden oluşan saçılmaya RAYLEIGH SAÇILMASI adı verilir. Rayleigh saçılmış ışımının yoğunluğu $1/\lambda$ ile orantılıdır. Dolayısıyla küçük dalga boyuna sahip olan ışımalar büyük dalga boyuna göre daha şiddetli saçılır.

NEFOLOMETRİ VE TÜRBİDİMETRİ

- Bulanıklık ölçümü esasına dayanan yöntemlerdir
- Nefelometride, çözeltideki partiküllerce geliş eksenine göre 90° açıyla yerleştirilmiş olan fotosele doğru saptırılan ışınlar ölçülür. Çeşitli açılarda saçılan ışınları ölçen farklı tip spektrometreler vardır.



Türbidimetre ile bulanıklık tayini yapılır