



T.C.
ONDOKUZ MAYIS ÜNİVERSİTESİ

YEŞİLYURT DEMİR ÇELİK MESLEK YÜKSEKOKULU

KİMYA TEKNOLOJİSİ PROGRAMI

KTP 224-ENSTRÜMENTAL ANALİZ

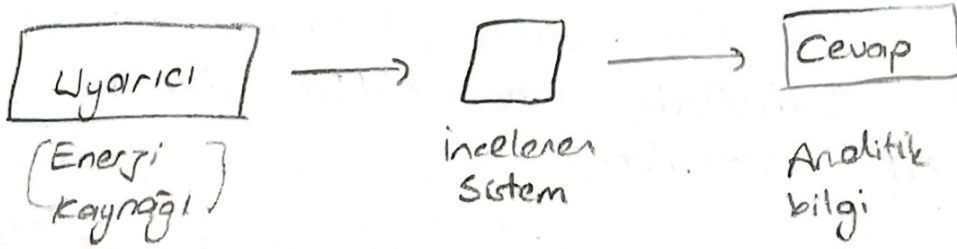
1. Hafta

ENSTRÜMENTAL

ANALİZ (Hafta-1)

Enstrümental analiz: Analitik kimya (bildiğiniz üzere), madde numunelerinin bileşimini tanıma ve tayin etmede kullanılan metodlar topluluğudur. Enstrümental analiz, analitik kimyanın çok önemli bir dalı olup, aletler vasıtasıyla yapılan analizlere genel olarak verilen addır. Bu aletlerde, numunelerin ^{uyarılacak} ısı, absorpsiyonu, saçılması, kırılması, elektrik potansiyeli, kütle yük oranı, iletkenliği gibi fiziksel özelliklerin etkilenmesi incelenerek kalitatif ve kantitatif analizler gerçekleştirilir.

Temel olarak



Hatırlatma: Bir maddenin hangi element veya bileşiklerden meydana geldiğini bulmaya yarayan analiz dalına kalitatif analiz, bu element veya bileşiklerin herbirinin ne yüzde olduğu bulmaya yarayan analiz dalına ise kantitatif analiz denir.

Enstrümental analiz yöntemleri, ^{klasik yöntemlere göre} çok düşük konsantrasyonlarda bile iyi sonuç vermesi ve çok daha hızlı yöntemler olmasına karşın bu yöntemler pahalı ve bakım ihtiyacı gösteren cihazlar ve elde edilen verilerin değerlendirilebilmesi için yetmiş insan gücü gerektirirler.

Tablo. Enstrümental analiz ve dayandıkları sinyaller (özellikler)

Ölçülen özellik

Işın absorplanması

Işının emisyonu

Işının saçılması

Yöntem

Spektrofotometri (X-ışınları, UV-görünür, IR), nükleer magnetik rezonans (NMR), Elektron spin rezonans (ESR)

Emisyon spektroskopisi (UV, görünür, X-ışını, IR)

Raman spektroskopisi, turbidimetri nefelometri ①

Işının kırılması

Refraktometri

Işının kırınımı
(difraksiyonu)

X-ışınları ve elektron dif. yöntemleri

Işının rotasyonu

Polarimetri

Elektrik yükü

Kulometri

Elektrik potansiyeli

Potansiyometri

Kütle

Gravimetri

Kütle/yük oranı

Kütle spektroskopisi

Termal özellikler

Diferansiyel Termal Analiz (DTA)

Enstrümental

Analizlerde

Adı Sıklıkla Geçen

İstatistik

Terimleri

Ortalama değer: Bir laboratuvarında alınan analiz sonuçları toplamının analiz sayısına bölünmesi ile elde edilen sayıya ortalama değer denir. \bar{x} ile gösterilir.

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}$$

n: tekrar sayısı

[Ortalama değer kendisinin hesaplanmasında kullanılan değer veya sonuçtan daha güven vericidir.]

Doğruluk: Bir analizin tekrar deneyleri sonucu hesaplanan ortalama değer (\bar{x}) ile bu analizin doğru kabul edilen değer arasındaki farktır. Kısaca, bir sonucun gerçek değere olan yakınlığını gösterir.

- Mutlak ve bağıl hata olarak ifade edilir.

μ : Gerçek değer)

Mutlak hata: $(\bar{x} - \mu)$

Bağıl hata: $\frac{(\bar{x} - \mu)}{\mu} \times 100$

Bu hataların nedenleri

- Cihaz hataları: ^{yanlış} Kalibrasyonundan, yanlış kullanılması
- Kişisel hatalar: Kişinin gözlemlerindeki farklılıklardan kaynaklı hatalar. Göstergenin yerini yanlış okuma, vs.
- Yöntem hataları: İdeal olmayan fiziksel ve kimyasal davranış sonucu oluşan hatalar. Örn. Numunenin nem tutması,

* Sahit deney yapılır (hataın sebebi bulunmaya çalışılır ve ortadan kaldırılır. Bu olmazsa, sahit deney yapılır)

Kesintilik: Bir analizde elde edilen verilerin birbirlerine olan yakınlığıdır. Deneyssel verilerin kesintiliği için en çok varyans ve standart sapma değerleri kullanılır.

Standart sapma: Analizde bulunan sonuçların ortalama değer etrafında dağılımını ifade eder. Bu değer ne kadar küçük ise analizin kesintiliği o kadar yüksektir. Ancak, bu doğruluğun yüksek olduğu anlamına gelmez.

$$\text{Numunenin standart sapması (s)} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

\bar{x} : ortalama
 n : tekrar sayısı

Varyans: Standart sapmanın karesidir. Genellikle bilimsel çalışmalarda kullanılır.

$$s^2 = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}$$

Örnek: Bir numunedeki ciya tayini

Ölçüm	Sonuç (ppm)	$(x_i - \bar{x})^2$
1	1,58✓	$(-0,02)^2$
2	1,60	—
3	1,56	$(-0,04)^2$
4	1,64	$(0,04)^2$
5	1,62	$(0,02)^2$

$$s = \sqrt{\frac{0,004}{5-1}}$$

$$s = \sqrt{0,001}$$

$$s = 0,032$$

$$\bar{x} = \text{Ortalama} = \frac{8}{5} = 1,60 \text{ ppm}$$

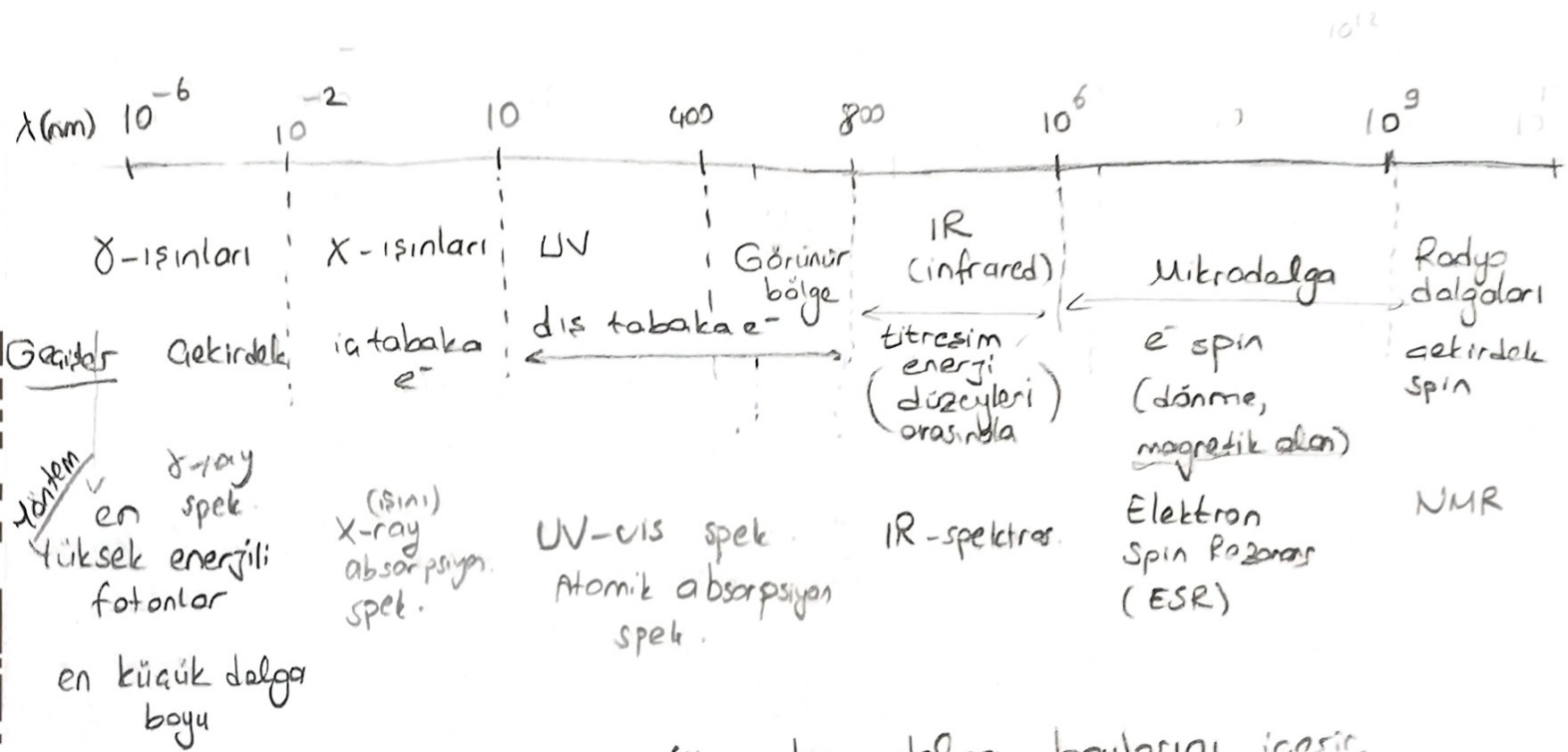
$$1,60 \pm 0,032 \text{ ppm} \quad (3)$$

Elektromanyetik Işın

Işın veya elektromagnetik dalga uzayda çok büyük bir hızla hareket eden (yayılan) bir enerji şeklidir. Işının uzaydaki hareketi dalgalar halinde olur. ^{Bu enerji şeklinden göze görüneni sadece ışıktır.} ve bir ortama ihtiyaç duymaz. Ses dalgaları vakum ortamında yayılamaz, fakat ışın yayılır.

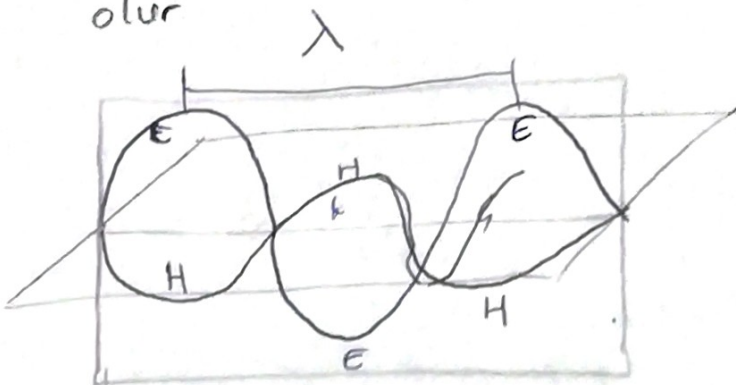
Elektromanyetik ışın, dalgalar halinde hareket eden foton denilen enerji paketlerinden oluşur. Bir elektromanyetik ışın, 10^{-12} cm'den yüzlerce metreye varan farklı dalga boylarında çok sayıda ışın içerir. (sayısız derecede kadar)

Tüm bu ışınları içeren dizilime elektromanyetik tayf veya spektrum adı verilir.



Güneşten yayılan ışın tüm bu dalga boylarını içerir.

Bir elektromanyetik ışının elektrik ve manyetik olmak üzere iki alanı vardır ve bu iki alan sinüsoidal ve birbirine diktir. Bir ışının maddeyle olan ilişkisi bu iki alan vasıtasıyla olur.



Işının dalga ve tanecek olmak üzere iki karakteri vardır:

Işığın Dalga Karakteri

Işığın dalga karakteri şu olaylardan kolayca anlaşılabılır:

- Dalga boyu

- Periyodu

- Frekansı

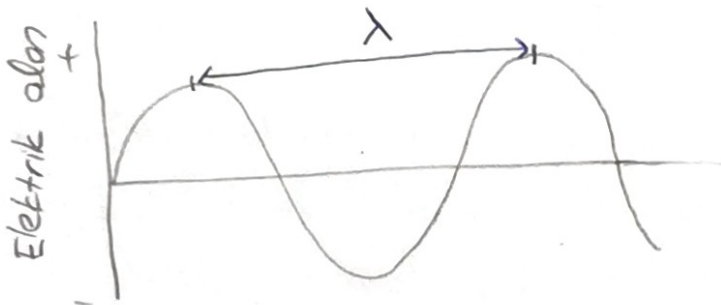
- Hızı

- Dalga sayısı

- Kırınım olayı

Işığın Dalga Boyu (λ): Bir ışının dalga hareketinin ard arda gelen iki maksimumu arasındaki uzaklıktır, nanometre, cm, angstrom ve pikometre gibi birimler ile gösterilebilir.

$$1m = 100\text{ cm} = 10^3\text{ mm} = 10^6\text{ }\mu\text{m} = 10^9\text{ nm} = 10^{10}\text{ Å}$$

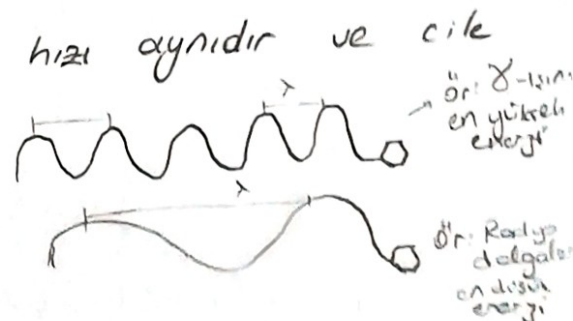


Periyod (p): Dalga hareketinin ard arda gelen iki maksimumunun sabit bir noktadan geçmesi için gerekli olan süredir.

Frekans (f): Bir ışının saniyedeki periyod sayısına ışının frekansı denir. $(1/p)$ 'ye eşittir. Saniyedeki salınım sayısıdır.

Hız (c): Her cephede ışının vakumdaki hızı aynıdır ve c ile gösterilir.

$$c = v \cdot \lambda = 3 \times 10^8 \text{ m/sn}$$
$$3 \times 10^{10} \text{ cm/sn}$$



- Dünyanın etrafını sn'de 7 tur,
- Güneşten dünyaya 8.5 dk'da ulaşır.

Madde içeren herhangi bir ortamda, ışının yayılma hızı, ışının elektromanyetik alanı ile maddeki bağlı elektronlar arasındaki etkileşim nedeniyle azalır. Işının frekansı, kaynağa bağlı ve değişmez olduğundan ışın boşluktan başka bir ortama girerken dalga boyu küçülmelidir.

Dalga sayısı ($\bar{\nu}$) Bir ışının dalga boyu cm ile gösterilmek üzere $1/\lambda$ ya dalga sayısı denir.

Ör Dalga boyu 1 cm olan bir ışının frekansını hesaplayınız.

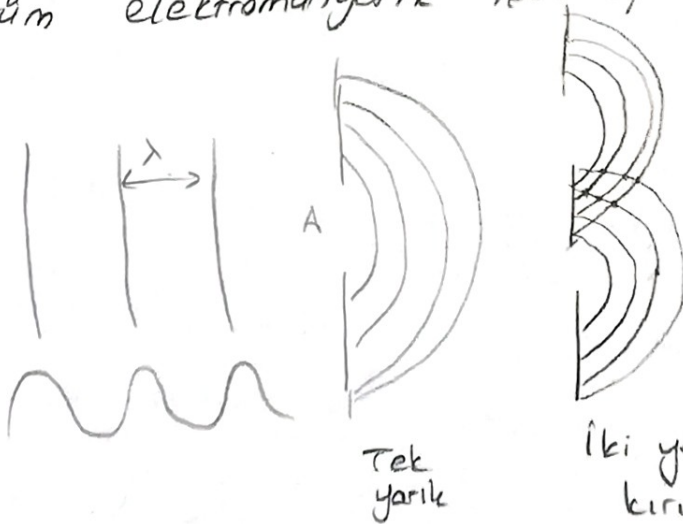
$$c = \underset{\substack{\uparrow \\ \text{Abnans}}}{v} \cdot \lambda \Rightarrow v = \frac{c}{\lambda} = \frac{3 \cdot 10^{10} \text{ cm/s}}{1 \text{ cm}} = 3 \cdot 10^{10} \text{ s}^{-1}$$

Ör Dalga boyu 4 μm olan bir ışının dalga sayısını hesaplayın.

$$4 \mu\text{m} = 4 \cdot 10^{-4} \text{ cm}$$

$$\bar{\nu} = \frac{1}{4 \cdot 10^{-4} \text{ cm}} = 2500 \text{ cm}^{-1}$$

Işığın kırınımı: Paralel bir ışın demetinin kestir bir engel veya dar bir delikten geçerken eğilmesine verilen ad olup, tüm elektromanyetik ışın tipleri bu davranışı gösterir.



Işığın kırınımı özelliği
kullanılarak - X-ray difraksiyon (kırınımı) yöntemi ile kristallleşmiş moleküllerin atom düzeyindeki ayrıntılarını çözümlemek için kullanılmaktadır.

Işının kırınımına uğraması için kırınım geçeceği anlığın dalga boyundan küçük veya yakın olmalı.

Işığın tanecik özelliği Bahsettiğimiz gibi bir ışın demeti pek çok sayıda taneciklerden meydana gelir. Bu taneciklere foton, foton denir. Bir fotonun enerjisi frekansı ile doğru orantılıdır.

KAYNAKLAR:

- Gündüz, T. Enstrümental Analiz, Gazi Kitabevi, 2005
- Skoog, D.A., Holler, F.J., Crouch, S.T. Enstrümental Analiz İlkeleri, Çeviri: Prof. Dr. Esmâ KILIÇ, Hamza YILMAZ, 6. Baskı
- MEGEP, Spektrofotometre, Ankara, 2012
(http://www.megep.meb.gov.tr/mte_program_modul/moduller_pdf/Spektrofotometre.pdf)
- Prof. Dr. Hilmi NAMLI, Spektroskopi Ders Notları, Balıkesir Üniversitesi
(<http://w3.balikesir.edu.tr/~hnamli/>)